

## DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS

### **Jefe del Departamento / Head of Department:**

Prof. Tiberio A. Ezquerro Sanz  
(Untill 13-09-2009)  
Dra. Aurora Nogales Ruíz  
(Since 14-09-2009)

Profesor de Investigación / Research Professor

Científico Titular / Tenured Scientist

### **Personal Científico / Research Staff:**

Prof. Francisco José Baltá Calleja

Profesor de Investigación “ad honorem” / Research Professor “ad honorem”

Prof. Javier Martínez de Salazar Bascuñana

Profesor de Investigación / Research Professor

Dr. Daniel R. Rueda Bravo

Investigador Científico / Research Scientist

Dr. Fernando Ania García

Científico Titular / Tenured Scientist

Dra. María Esperanza Cagiao Escotado

Científico Titular / Tenured Scientist

Dra. María José Capitán Aranda

Científico Titular / Tenured Scientist

Dr. Victor Cruz Cañas

Científico Titular / Tenured Scientist

Dra. Araceli Flores Aguilar-Amat

Científico Titular / Tenured Scientist

Dra. M<sup>a</sup> Cruz García Gutiérrez

Científico Titular / Tenured Scientist

Dra. Amelia Linares Dos Santos

Científico Titular / Tenured Scientist

Dr. Juan Francisco Vega Borrego

Científico Titular / Tenured Scientist

Dr. Francisco Javier Ramos Díaz

Investigador Contratado -I3P / Postdoc Contract-I3P

Dr. Alejandro Sanz Parras

Investigador Contratado JAE Postdoctoral / Postdoc JAE

Dra. Carmen Arribas Arribas

Doctor Vinculado / Doctor in Vinculum

D. Jaime Javier Hernández Rueda

Becario Predoctoral-FPI / PhD Fellowship-FPI

D. Ignacio Martín-Fabiani Carrato

Becario Predoctoral / PhD Fellowship

D. Jon Otegui de la Fuente

Contratado a proyecto / Research Project Contract

Dña. Nuria Robledo Álvaro

Becario Predoctoral -I3P / PhD Fellowship-I3P

Dña. Sara Sanmartín Sánchez

Becario Predoctoral-FPI / PhD Fellowship-FPI

Dña. Marianella Hernández Santana

Autorizado Permanencia / Authorized Stay

Dña. Laura Juan Jiménez

Autorizado Permanencia / Authorized Stay

### **Personal de apoyo / Support Staff:**

Dr. José Carlos Canalda Cámara

Titulado Superior Especializado / Specialized University Graduate

D. Rafael Núñez Ramírez

Titulado Superior Especializado / Specialized University Graduate

Dña. Ana M. Montero Cuellar

Ayudante de Investigación / Research Assistant

## **2A.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR**

### **LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN:**

- Simulación de reacciones de polimerización y de propiedades físicas de polímeros.
- Propiedades físicas y nanoestructura de polímeros.
- Física de polímeros: Movilidad y orden en sistemas macromoleculares.
- Aplicación de la luz sincrotrón al estudio de polímeros y materiales nanoestructurados.
- Intercaras.

### **SUBLÍNEAS DE INVESTIGACIÓN:**

- Nanoestructura de películas delgadas poliméricas
- Nanocompuestos poliméricos: Estructura y propiedades físicas.
- Confinamiento en la estructura y la dinámica de la materia condensada blanda.
- Conformación de materia blanda biológica: Proteínas de membrana en disolución.
- Estudio de los procesos de microdeformación, relación con la nanoestructura y optimización de propiedades mecánicas.
- Primeros estadios de la cristalización de polímeros sometidos a campos de deformación de tipo cizalla.
- Estudio de la nanoestructura de materiales multilaminares mediante dispersión de rayos X a ángulos ultra-pequeños (USAXS).

- Desarrollo de la estructura y propiedades de polímeros naturales y nanocompuestos.
- Procesos de recristalización en sistemas semirrígidos.
- Fenómenos de precrystalización, cristalización y transiciones de fase en polímeros sintéticos y naturales.
- Síntesis de poliolefinas funcionalizadas.
- Estudio de las reacciones de polimerización mediante cálculos mecano-cuánticos.
- Simulación jerarquizada de dinámica macromolecular.
- Nuevas poliolefinas con arquitectura controlada: estructura y propiedades.
- Dinámica molecular y propiedades viscoelásticas.
- Procesos de extrusión en mezclas de poliolefinas.
- Dinámica molecular y propiedades dieléctricas.
- Interrelación estructura-dinámica en materia condensada blanda polimérica.
- Microscopía electrónica tridimensional: Estudio estructural de macromoléculas biológicas.
- Biofísica.

#### **TÉCNICAS UTILIZADAS:**

- Dispersión y difracción de rayos X a ángulos grandes (WAXS), pequeños (SAXS), ultra-pequeños (USAXS) y con incidencia rasante (GISAXS), incluyendo el uso de micro- y nano-haces de radiación sincrotrón.
- Calorimetría diferencial de barrido.
- Dispersión cuasielástica de neutrones (IQNS).
- Microscopía óptica y de barrido (SEM).
- Espectroscopía Raman.
- Micro- y nano-dureza.
- Dispersión de neutrones.
- Espectroscopía dieléctrica de banda ancha.
- Reometría de cizalla en torsión dinámica y continua.
- Reometría de extrusión capilar y elongacional.
- Análisis dinamo-mecánico en flexión.
- Análisis mecánico en tracción: módulo elástico.
- Análisis mediante fraccionamiento por temperatura de cristalización.
- Microscopía electrónica de barrido y transmisión (STEM) y de fuerzas atómicas (AFM).
- Cromatografía de permeabilidad en gel (GPC) y dispersor de luz multiángulo (MALLS) a alta temperatura.
- Dispersión dinámica de luz laser (DLS).

#### **LABOR INVESTIGADORA**

##### **SIMULACIÓN DE RECEPTORES DE CANNABINOIDES CB1 Y CB2**

Se han realizado simulaciones de dinámica molecular de varias decenas de nanosegundos sobre sistemas compuestos por el receptor de cannabinoides embebido en el seno de una bicapa lipídica. Los receptores de cannabinoides son proteínas transmembrana cuya función se desarrolla en el seno de la biomembrana y por ello es necesario tener en cuenta el efecto mutuo que proteína y bicapa lipídica, como modelo precursor de la biomembrana real, que tendrán ambos componentes. Las simulaciones realizadas con ambos receptores CB1 y CB2 muestran un comportamiento diferenciado cuando se encuentran asociados a una bicapa lipídica. De hecho, los resultados obtenidos confirman que CB1 y CB2 ejercen un grado de distorsión diferente sobre la bicapa lipídica y están de acuerdo con las observaciones experimentales que localizan dichas proteínas en entornos lipídicos distintos.

##### **ESTUDIO ESTRUCTURAL Y ANÁLISIS CONFORMACIONAL DE UNIDADES PROTEICAS**

El proceso de plegamiento de proteínas es uno de los eventos más importantes en biofísica. Plegamiento de proteínas ("protein folding") es el término empleado para describir el proceso complejo en el cual las cadenas polipeptídicas adquieren su configuración tridimensional nativa. En último término la estructura de la proteína viene determinada por la naturaleza de cada aminoácido y su posición en la secuencia de aminoácidos que componen la proteína. En este sentido, el estudio del espacio conformacional asociado a cada aminoácido y de la cinética/mecanismos de conversión entre los estados conformacionales más estables proporcionará información valiosísima para arrojar luz sobre el proceso de plegado de proteínas. Una forma de abordar el estudio conformacional es mediante el cálculo de mapas de energía libre asociados a los dos ángulos de torsión  $\phi$  y  $\psi$  de la cadena peptídica. Estos mapas se pueden generar mediante simulación de Dinámica Molecular (MD) sobre las

subunidades más elementales de la estructura proteica tales como di y tripéptidos. La construcción de estos mapas requiere la realización de numerosas simulaciones y por ello se están empleando tecnologías de computación distribuida que actualmente se están implementando en el CSIC. Así por ejemplo, el grupo GEMPPPO ha puesto en marcha la iniciativa denominada Neurosim ([www.ibercivis.es](http://www.ibercivis.es)) dentro del proyecto de Plataforma de Computación Ciudadana denominada IBERCIVIS, en el cual se viene trabajando desde hace un año.

## **NUEVOS CATALIZADORES BASADOS EN Ni PARA LA COPOLIMERIZACIÓN DE OLEFINAS Y METACRILATO**

El grupo del profesor Campora del Instituto de Investigaciones Quemicas del CSIC en Sevilla ha sintetizado una serie de derivados 2-iminopiridina-N-oxido (PymNox) de Ni como alternativa a los sistemas neutros basados en salicilaldiminato para la sıntesis de copolimeros de etileno y metacrilato. Los catalizadores PymNox presentan ventajas al resultar especies activas cationicas, mas reactivas y estables. Inicialmente, los resultados experimentales de copolimerizacion no eran concluyentes respecto de la idoneidad de estos catalizadores en la incorporacion de metacrilato. En particular, el complejo aldimino PymNox no incorpora comonomero, mientras que sı lo hace el derivado acetaldimina. Calculos realizados en nuestro grupo de investigacion sobre perfiles de reactividad de ambos catalizadores, confirman estas observaciones experimentales. El complejo acetaldimino presenta una distorsion en el entorno de coordinacion del atomo metalico producida por congestion esterica entre los sustituyentes metilo y arilo de la iminopiridina. Dicha distorsion favorece la complejacion  $\pi$  del monomero metilmetacrilato y su posterior insercion en la cadena polimerica sobre la complejacion  $\sigma$ -O que envenenarıa el catalizador. En el complejo aldimino, la complejacion  $\sigma$ -O esta favorecida y por tanto no se incorpora el monomero en este tipo de catalizadores. Estos resultados teoricos animaron al grupo experimental a repetir los ensayos de copolimerizacion y confirmar las observaciones iniciales que, en principio, no habıan sido concluyentes.

## **SIMULACION MEDIANTE DINAMICA MOLECULAR DE LOS PROCESOS DE PLEGAMIENTO EN ALCANOS DE CADENA LARGA**

Se estan realizando simulaciones MD en el colectivo estadıstico NPT con una caja de simulacion conteniendo 500 cadenas lineales de 246 carbonos. Este sistema es representativo de los llamados alcanos de cadena larga que son capaces de plegarse cuando la temperatura disminuye. Ademas, este sistema es apropiado para poder validar las simulaciones, ya que existen resultados experimentales tanto en el estado fundido como en disolucion diluida. El esquema que se ha seguido se resume en las siguientes lıneas. En primer lugar, se equilibra el sistema a alta temperatura (600K) durante 4ns, despues se reduce esta temperatura en 25K en pasos de 4ns de duracion hasta alcanzar la temperatura de 450K. En nuestros estudios se han usado tres potenciales diferentes. Entre ellos estan el potencial PYS, que se puede considerar un potencial realista, el potencial de Muthukumar, que introduce de forma ficticia rigidez en el sistema para acelerar el proceso de plegado, y finalmente el potencial de Gee, que es un potencial que introduce rigidez pero no de una forma tan ficticia como el de Muthukumar. Las simulaciones se ha realizado en diferentes supercomputadores (Magerit en CESVIMA-UPM y FINISTERRAE en CESGA) usando 64 procesadores en cada simulacion. Despues de analizar los resultados se que observa que el potencial de Muthukumar es demasiado rıgido y no se usara en los siguientes calculos. Sin embargo, el potencial de Gee, acelera el proceso de plegamiento de una forma menos artificial. En el caso del potencial PYS no se observa ningun tipo de ordenamiento en las cadenas en el tiempo de simulacion, ası que se necesitan dinamicas mas largas. Sin embargo, para el caso del potencial de Muthukumar, se puede apreciar un ordenamiento de las cadenas a la temperatura de 450K, ya que como se ha comentado antes, es un potencial que favorece el plegamiento y agrupamiento de segmentos ordenados. En el caso del potencial de Gee, se observan estructuras plegadas en los primeros 10 ns a una temperatura de 450K (aunque menos que en el caso del potencial de Muthukumar).

## **SIMULACION Y EXPERIMENTOS PARA EL ESTUDIO DEL EFECTO DE LA RAMIFICACION DE CADENA CORTA EN EL ESTADO DE ENMARAAMIENTOS DEL POLIETILENO**

Se ha realizado un estudio combinado de simulacion y experimentos para describir la dinamica molecular del polietileno. A partir de estas simulaciones se ha obtenido la variacion del peso molecular entre enmaraamientos y del tiempo de relajacion entre enmaraamientos de forma directa y por primera vez para este tipo de materiales, observandose un fuerte efecto para contenidos entre 0 y 40 ramas por cada 1000 atomos de carbono. Los parametros que definen la conformacion molecular estan en total acuerdo con resultados experimentales de otros autores obtenidos en disolucion diluida y en el fundido. Asimismo, se ha comprobado que las trayectorias de las coordenadas monomericas varian sistematicamente con el contenido en ramificacion, poniendo de manifiesto diferencias en los procesos dinamicos en el fundido de las que practicamente no hay evidencias experimentales, dada la dificultad de realizar este tipo de experimentos mediante difraccion de neutrones. Sin embargo, la

combinación de los resultados obtenidos por simulación avanzada, junto con la aplicación de modelos topológicos, permiten explicar la huella viscoelástica sin utilizar ningún parámetro ajustable.

## **VISUALIZACIÓN Y RECONSTRUCCIÓN DE LA ESTRUCTURA TRIDIMENSIONAL DE PROTEINAS**

A lo largo del año 2009 se ha puesto en marcha el nuevo microscopio electrónico de transmisión JEOL JEM-2100, adquirido en el marco del último Plan Estratégico del Instituto de Estructura de la Materia (IEM). En este contexto se ha abordado el problema de la determinación de estructura tridimensional de complejos biológicos mediante microscopía electrónica de transmisión. Se ha trabajado con especímenes teñidos negativamente de proteínas de estructura conocida, ampliamente estudiadas en la literatura, como la *proteína chaperona GroEL*, una proteína eucariótica que tiene como función ayudar en el plegamiento de proteínas. La puesta a punto de la técnica alcanzará su culminación en un futuro previsible, una vez seamos capaces de estudiar muestras vitrificadas en su estado nativo observadas a temperaturas criogénicas. Al mismo tiempo se ha establecido a finales de 2009 el Grupo de Usuarios del STEM, a través del cual distintos grupos del IEM pueden hacer uso de la técnica de microscopía electrónica de transmisión y barrido.

## **ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS DE MODELOS MOLECULARES: ESTRUCTURA DEL CATALIZADOR Y TOPOLOGÍA MOLECULAR**

En el marco de los proyectos financiados se ha realizado un estudio básico de las propiedades en modelos moleculares obtenidos mediante catalizadores de centro activo único y catalizadores para síntesis dual. En cuanto al desarrollo de nuevos materiales bimodales con propiedades específicas obtenidos mediante síntesis dual, se ha obtenido una familia interesante de materiales que ha permitido estudiar de manera sistemática el efecto la presencia de especies de alto peso molecular en las propiedades viscoelásticas y el procesado. El estudio ha puesto de manifiesto el papel crucial que juegan estas especies en funciones viscoelásticas básicas como la viscosidad Newtoniana y el procesado, y forma una parte importante de la tesis doctoral del Dr. Jon Otegui, cuya lectura se ha realizado a finales de 2009.

## **PROPIEDADES Y NANOESTRUCTURA DE COMPUESTOS DE POLIOLEFINA Y NANOTUBOS DE CARBONO Y DE MODELOS MOLECULARES DE POLIOLEFINAS (COLABORACIÓN USB)**

Continuando con el estudio de este tipo de sistemas se han realizado medidas mediante difracción rayos X con objeto de establecer la nanoestructura de este tipo de sistemas tras el procesado, dados los resultados previos obtenidos, en los que se establecía una clara disminución de la viscosidad y del módulo elástico en los materiales compuestos con respecto al polímero base. Los resultados se han atribuido a la adsorción selectiva de las especies de mayor tiempo de relajación sobre la superficie de los nanotubos, lo que tendrá grandes implicaciones en los fenómenos de orientación que se producen durante el procesado y por tanto en la estructura y propiedades finales. En colaboración con la Universidad Simón Bolívar de Caracas, también se han estudiado las propiedades viscoelásticas de modelos moleculares de copolímeros de etileno y monómeros polares (metacrilato de metilo). Los materiales son amorfos y con pesos moleculares elevadísimos, lo que les confiere altos valores de viscosidad y módulo elástico, y provoca que presenten una elevada estabilidad dimensional a pesar de que a temperatura ambiente se encuentren por encima de la transición vítrea.

## **COLABORACIÓN CON LA INDUSTRIA: NUEVOS MATERIALES CON PROPIEDADES ESPECÍFICAS DE USO**

Se ha continuado con la colaboración con la industria, concretamente con la empresa del sector de los materiales poliméricos. En este contexto se han desarrollado actividades de investigación para la transferencia de conocimiento en el desarrollo de nuevos materiales de base olefinica con propiedades específicas. La investigación pretende cubrir un objetivo específico: la optimización de las propiedades ópticas y mecánicas de películas biorientadas. Durante el desarrollo de dicha colaboración, se han celebrado reuniones y seminarios periódicos (tri o cuatrimestrales), en los que se han presentado los resultados obtenidos más relevantes.

## **CONFINAMIENTO EN LA ESTRUCTURA Y LA DINÁMICA DE LA MATERIA CONDENSADA BLANDA**

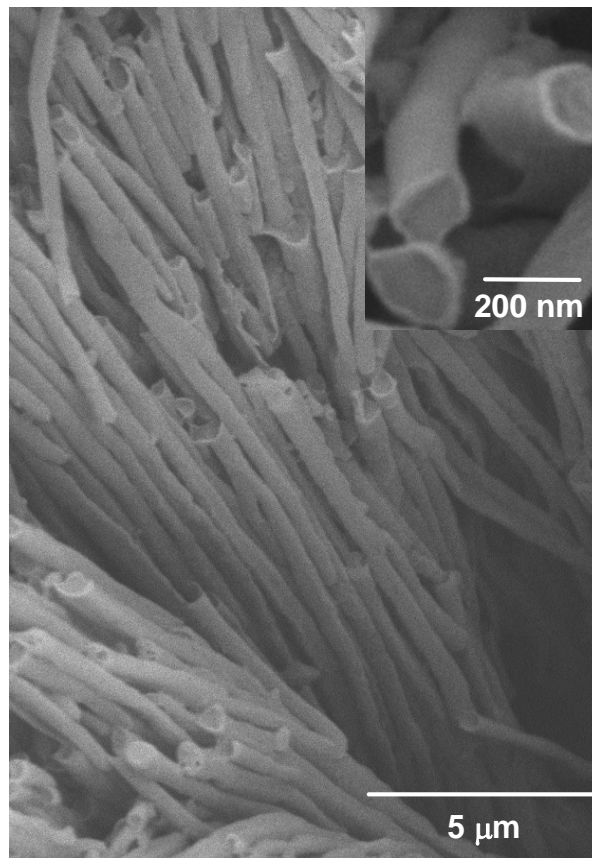
Las macromoléculas confinadas en espacios nanométricos (similares al tamaño de las moléculas en sí) muestran cambios no triviales en su estructura y su dinámica y, además, sus propiedades físicas dependen del tamaño de

dicho espacio de confinamiento. Por ejemplo, algunos "sólidos" macromoleculares se convierten en "líquido" si se confinan en forma de película delgada (otras, al contrario, se "endurecen"). Entre los diferentes métodos de confinamiento, nuestro grupo está trabajando principalmente en tres:

- La inclusión de nanopartículas en sistemas macromoleculares, dando lugar a confinamiento en volumen. De este modo las macromoléculas quedan atrapadas entre las partículas sólidas. Entender cómo y por qué cambian las propiedades de macromoléculas en confinamiento es crucial para el desarrollo de la nanotecnología que se basa en gran medida en la materia blanda. En este proyecto buscamos comprender cómo cambia la estructura, la dinámica y las propiedades físicas de macromoléculas sometidas a este tipo de confinamiento. Este estudio requiere una combinación de técnicas experimentales, incluyendo la dispersión de rayos X y de neutrones, espectroscopía dieléctrica, calorimetría, así como la microscopía de fuerza atómica y la espectroscopía Raman.

- Infiltración de las cadenas de polímeros en materiales porosos. Por medio de dispersión de rayos X y espectroscopía dieléctrica hemos investigado la dinámica y la estructura en sistemas confinados de polímeros modelo, y hemos observado que el balance entre el confinamiento espacial y las interacciones interfaciales controlan, en la escala nanométrica, la dinámica y estructura de los polímeros semicristalinos.

- Películas delgadas poliméricas. Hemos desarrollado el 'know-how' para la preparación de películas delgadas con espesores en el rango de 10 a varios cientos de nanómetros. El objetivo es estudiar la nanoestructura y la dinámica de las cadenas de polímero en el confinamiento impuesto por esta geometría. En particular estamos interesados tanto en el estudio de los mecanismos físicos que controlan el mojado total o parcial del sustrato por el recubrimiento polimérico, como en el estudio de la nanoestructura cristalina controlada por la interacción entre el sustrato y la película polimérica.



Micrografías electrónicas de barrido de nanoestructuras de PVDF preparadas mediante mojado en disolución de plantillas: vistas lateral y superior (inset) mostrando la morfología de nanofibras una vez se ha eliminado la plantilla de alumina [Al]

## DIAGRAMA DE FASES Y DINÁMICA EN COPOLÍMEROS DIBLOQUE

Los diagramas de fases de copolímeros en bloque formados por dos componentes se han estudiado mediante SAXS y calorimetría diferencial de barrido. Mediante las medidas de SAXS se han determinado las temperaturas

de transición orden-desorden y las morfologías adoptadas por dichos sistemas tras el proceso de segregación de fases. Se han estudiado tanto sistemas en el límite de segregación débil, como el copolímero dibloque formado por poli(estireno) y poli(etil metacrilato), como en el límite de segregación fuerte como el formado por poli(estireno) y poli(dimetil siloxano). El sistema PS-b-PEMA se autoensambla mediante calentamiento dando lugar a una estructura laminar en la que el espesor de los dominios puede ajustarse de forma controlada mediante tratamientos térmicos a distintas temperaturas y tiempos. Una vez caracterizada la estructura, la dinámica de las cadenas de poli(etil metacrilato) se ha explorado selectivamente mediante espectroscopia dieléctrica de banda ancha, observándose una ralentización de la dinámica segmental y cambios en la energía de activación aparente de la relajación  $\alpha$  por comparación con el homopolímero de poli(etil metacrilato). Los copolímeros formados por poli(estireno) y poli(dimetil siloxano) se han estudiado en función de la composición relativa de cada componente, observándose distintas morfologías en función de dicha composición. Se han determinado morfologías laminares, hexagonales y cúbicas. De esta forma es factible elucidar la dependencia de la dinámica confinada de uno de los bloques en función, no sólo del espesor del dominio, sino también de su geometría.

## **INTERRELACIÓN ESTRUCTURA-DINÁMICA EN MATERIA CONDENSADA BLANDA POLIMÉRICA**

Hemos continuado la línea de investigación experimental encaminada a obtener tanto información estructural, mediante difracción de rayos X y de neutrones, como dinámica, mediante espectroscopia dieléctrica, de forma simultánea durante procesos de ordenamiento en polímeros. Para la realización de estos experimentos hemos hecho uso de luz sincrotrón en el “Deutsches Elektronen Synchrotron” (DESY) de Hamburgo, Alemania y en el “European Radiation Synchrotron Facility (ESRF)” de Grenoble, Francia. En particular hemos investigado los cambios en la dinámica durante transiciones de fase del desorden al orden en alcoholes primarios, tales como el etanol en un amplio espectro de frecuencias. Los resultados obtenidos han contribuido a comprender los mecanismos de cristalización y su influencia en la dinámica de las moléculas desordenadas. En este campo se ha iniciado también un proyecto para observar cambios en la dinámica en el vidrio en función de la cristalinidad del sistema. Estos experimentos se han realizado mediante dispersión cuasielástica de neutrones en el Instituto Laue Langevin (Grenoble, Francia).

## **NANOCOMPOSITES POLIMÉRICOS BASADOS EN NANOTUBOS DE CARBONO Y NANOFIBRAS DE CARBONO**

Hemos continuado el trabajo de nuestro grupo en nanocompuestos de interés tecnológico. En este tema hemos investigado los mecanismos de conducción en una amplia variedad de sistemas usando como matriz polímeros de uso habitual, cargado con nanoaditivos basados en carbono, en particular, nanofibras y nanotubos. Se han preparado materiales compuestos poliméricos constituidos por poliamida 6,6 (PA66) y diferentes cantidades de nanofibra de carbono (GANF), suministrada por la empresa Antolin Ingeniería S.A. Para ello, se han seguido diferentes métodos de procesado: mezclado en fundido, por disolución y polimerización in situ. Los materiales se han caracterizado morfológicamente (microscopia óptica, SEM) y también se han determinado sus propiedades térmicas (DSC) y eléctricas (espectroscopia dieléctrica). Del análisis preliminar de los resultados se puede concluir que, los materiales procesados por disolución presentan buena dispersión y propiedades eléctricas aceptables para aplicaciones tales como disipación electrostática, apantallamiento electromagnético y pintado electrostático. Cuando se lleva a cabo la polimerización in situ, si bien parece que la carga se encuentra bastante dispersa en la matriz, y los datos indican que se ha alcanzado el umbral percolativo, el valor de la conductividad es inferior que en el caso de los compuestos preparados por disolución. Finalmente, en los materiales procesados a partir del fundido, se ha constatado que existe una mala dispersión de las nanofibras en la matriz y, además, todos los compuestos presentan valores de conductividad que corresponden a materiales aislantes. Este hecho se puede explicar si consideramos la disminución de la relación de aspecto que experimenta la carga como consecuencia de la rotura que sufre durante el proceso de mezclado.

## **BIOFÍSICA: CONFORMACIÓN DE LA PROTEÍNA DE MEMBRANA INTEGRINA $\alpha_2\beta_{III}$**

Mediante técnicas de dispersión de rayos X y de neutrones es posible extraer información sobre la conformación de sistemas de interés biológico, como por ejemplo, proteínas en disolución. Mediante dispersión de neutrones a bajo ángulo, utilizando la posibilidad de elegir el contraste entre el disolvente y la proteína, se han continuado con experimentos encaminados a obtener información sobre las conformaciones que tiene el complejo Integrina  $\alpha_2\beta_{III}$ -Fab en una disolución micelar, que en cierto modo pueda reproducir su conformación cuando se encuentra insertada en la membrana celular. Los resultados obtenidos pueden ayudar a aumentar el conocimiento sobre la función y el mecanismo de actuación de dicha proteína.

## **ESTUDIO MEDIANTE SAXS DE LA CRISTALIZACIÓN DE PET SOMETIDO A CONFINAMIENTO EN PELÍCULAS MULTILAMINARES DE PET/PC**

Se ha estudiado el desarrollo de la estructura cristalina de politereftalato de etileno en películas multilaminares de politereftalato de etileno/policarbonato (PET/PC). Las películas fueron preparadas por el procedimiento de coextrusión multiplicadora en el laboratorio de los profesores E. Baer y A. Hiltner de la Universidad Case Western Reserve en Cleveland, Ohio (Estados Unidos). Se obtuvieron diagramas de dispersión de rayos X (SAXS) durante los experimentos de cristalización isoterma. A 117°C, se ha demostrado que el período de inducción aumenta mientras que la velocidad de cristalización se ralentiza al ir aumentando el grado de confinamiento físico del PET. Por el contrario, el comportamiento de la nucleación es similar para todas las muestras investigadas, por lo que es independiente del espesor de lámina de PET. El análisis de los diagramas de SAXS, mediante la función de distribución de interfases de Ruland y un modelo dual de apilamientos de laminillas cristalinas, ha demostrado que el apilamiento de laminillas de PET está formado en promedio por 3 ó 4 cristales correlacionados. Se determinaron los parámetros estructurales que definen la distribución de espesores cristalinos,  $l_c$ , y amorfos,  $l_a$ , del sistema de laminillas. Como era de esperar,  $l_c$  decrece y  $l_a$  aumenta durante la cristalización. Cuando este proceso finaliza, esos valores son prácticamente idénticos para el PET confinado y sin confinar, lo cual indica que los cristales de PET formados son muy similares e independientes del espesor de lámina. Finalmente, se ha observado que la cristalinidad lineal es mucho mayor que la cristalinidad obtenida mediante experimentos de Rayos X a ángulos grandes (WAXS). Esto significa que no todo el volumen de PET está ocupado por apilamientos cristalinos, sino que los apilamientos están separados por amplias zonas amorfas como también sucede en el caso de PET no confinado.

## **DESARROLLO DE LA NANOESTRUCTURA EN POLÍMEROS MEDIANTE MICRODUREZA DEL ESTADO AMORFO HACIA LAS ESTRUCTURAS MÁS ORDENADAS**

Se ha realizado una amplia revisión cubriendo todas las contribuciones que los métodos de indentación han aportado al conocimiento del desarrollo de la nanoestructura en polímeros vítreos y semicristalinos. Como primer punto, se enfatiza la influencia de la historia térmica y del envejecimiento físico sobre la microdureza de polímeros vítreos. Se introduce la relación entre dureza y temperatura de transición vítrea  $T_g$ . Se ha confirmado experimentalmente que la microdureza de materiales amorfos por encima de la  $T_g$  se aproxima rápidamente hacia cero. Se ofrece una discusión sobre la influencia de la estructura del material de refuerzo sobre la microestructura de matrices poliméricas vítreas. La indentación se revela como un método valioso para el estudio de la cinética de cristalización desde el estado vítreo y se muestran resultados concluyentes para sistemas poliméricos con distinto grado de confinamiento. Se ha recordado también la relación nanoestructura-microindentación en el caso de polímeros semicristalinos y la influencia del grado de cristalinidad y espesor cristalino para varios sistemas flexibles y semirígidos. Diversos resultados experimentales han demostrado que, para polímeros con un grado de cristalinidad pequeño y una  $T_g$  por debajo de la temperatura ambiente, existen amplias discrepancias con respecto a la ley de aditividad de microdurezas. Esto es debido a que el mecanismo de deformación es diferente al de los materiales poliméricos con una  $T_g$  por encima de la temperatura ambiente. En el caso de materiales orientados, el método de indentación es capaz de detectar la aparición gradual de fases de orden intermedio.

## **ESTUDIO GENERAL DE LA MOVILIDAD SEGMENTAL EN POLÍMEROS DURANTE LA CRISTALIZACIÓN**

Se ha analizado la dinámica molecular de las regiones amorfas en polímeros cristalizables a partir de modelos basados en termodinámica estadística. Para ello, se han recopilado datos existentes en la literatura sobre medidas de espectroscopía dieléctrica en diversos polímeros cristalizables. Se ha obtenido una relación entre magnitudes físicas bien definidas y parámetros característicos del análisis de Havriliak-Negami de procesos simétricos. Se ha encontrado que, para materiales isotrópicos, la relajación molecular está asociada a cambios conformacionales dentro de las regiones de reajuste cooperativo, cuya dimensión característica se ha estimado de  $\sim 1$  nm. Dicha dimensión se ha determinado que aumenta en el caso de sistemas orientados hasta 3 - 5 nm. Se ha discutido que el tamaño de las regiones de reajuste cooperativo puede estar directamente relacionado con el espesor final de las regiones amorfas interlaminares. Finalmente, se ha propuesto un criterio termodinámico que determina el final del proceso de cristalización.

## **PROPIEDADES MECÁNICAS Y NANOESTRUCTURA DE NANOCOMPUESTOS REFORZADOS CON ARCILLA**

Se han estudiado las propiedades mecánicas de nanocompuestos de policloruro de vinilideno (PVC) y bentonita, y su micro- y nano-estructura. Se ha observado que la inclusión de un aditivo ignífugo da lugar a la intercalación de moléculas poliméricas entre las láminas de nanoarcilla. Por el contrario, la adición de un pigmento dispersante favorece la exfoliación de la bentonita. Las propiedades mecánicas del nanocompuesto con arcilla exfoliada no presentan una mejora respecto a la matriz, al contrario, se ha observado una menor resistencia a la fractura. Sin embargo, las propiedades mecánicas del nanocompuesto con matriz intercalada entre las láminas de arcilla muestran un aumento considerable del módulo elástico y la tensión de fluencia. Medidas de difracción de rayos-X a ángulos altos revelan que las láminas de bentonita se encuentran orientadas con sus planos paralelos a la superficie de las películas sólo en el caso del nanocompuesto con aditivo ignífugo. Se sugiere que durante el proceso de deformación, la tensión se concentra en las láminas de arcilla y, en el caso de distribución isotrópica, da lugar a una pérdida de adhesión entre la matriz y el refuerzo.

## **ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DE POLIPROPILENO ISOTÁCTICO MODIFICADO MEDIANTE ENTRECruzAMIENTO QUÍMICO**

En colaboración con otros grupos de investigación, se ha continuado la caracterización de muestras de polipropileno isotáctico (iPP) entrecruzado de modo reversible por vía química mediante un método patentado recientemente por el Dr. S. Bouhelal de la Universidad de Sétif (Argelia). El material modificado se ha investigado mediante análisis térmico mecánico-dinámico (DMTA), calorimetría diferencial de barrido (DSC), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y resonancia magnética nuclear de estado sólido (RMN de  $^{13}\text{C}$ ). El análisis de los resultados obtenidos confirma la formación de cierta proporción de cadenas etilénicas durante el proceso de entrecruzamiento, a expensas del polipropileno inicialmente presente. El aumento de la resistencia al impacto del iPP modificado se atribuye al componente amorfo del polietileno así generado.

## **ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DE MATERIALES NANOCOMPUESTOS DE POLIPROPILENO ISOTÁCTICO ENTRECruzADOS Y ARCILLA**

Continuando la línea de trabajo iniciada el año anterior, se han investigado materiales nanocompuestos (“nanocomposites”) de polipropileno isotáctico (iPP) entrecruzado reversiblemente por vía química, y arcilla, preparados mediante un método patentado por el Dr. S. Bouhelal de la Universidad de Sétif (Argelia). Dependiendo del procedimiento utilizado, se ha conseguido incorporar la arcilla en cantidades de hasta un 50 %. Los resultados obtenidos en la caracterización de las muestras por difracción de rayos X a ángulos bajos (SAXS) complementan el estudio realizado anteriormente, e indican que, en la mayoría de las composiciones estudiadas, la arcilla presenta exfoliación parcial. Sin embargo, en el nanocompuesto con un 4 %, la arcilla parece estar totalmente exfoliada. Ninguna de las composiciones estudiadas presenta intercalación.

## **2B.6 MACROMOLECULAR PHYSICS DEPARTMENT**

### **RESEARCH LINES:**

- Simulation of polymer reactions and of physical properties of polymers.
- Physical properties and nanostructure of polymers.
- Polymer Physics: Order and mobility in macromolecular systems.
- Application of the synchrotron light to the study of polymers and nanostructured materials.
- Interfaces.

### **RESEARCH SUBLINES:**

- Nanostructure of polymer thin films.
- Polymer nanocomposites: Structure and physical properties.
- Confined structure and dynamics in Soft Matter.
- Conformation of biological Soft Matter: Membrane protein solutions.
- Microdeformation processes, relation to the nanostructure and optimization of the mechanical properties.
- Early stages of polymer crystallization under shear deformation.
- Nanostructure of multilayer materials by means of Ultra Small Angle X-ray scattering.
- Structure development and properties of natural polymers and nanocomposites.
- Recrystallization processes in semirigid systems.



- Pre-crystallization phenomena, crystallization and phase transitions in synthetic and natural polymers.
- Synthesis of functionalized polyolefins.
- Study of polymerization reaction by quantum mechanical calculation.
- Hierarchical simulation of molecular dynamics.
- New polyolefins with controlled architecture: structure and properties.
- Molecular dynamics and viscoelastic properties.
- Extrusion and elongational processes in polyolefin blends.
- Molecular dynamics and dielectric properties.
- Structure-dynamics -relationships in soft and polymeric condensed matter.
- Tridimensional electron microscopy: Structural study of biological macromolecules.
- Biophysics.

#### **TECHNIQUES:**

- Scattering and diffraction of X-rays at Wide (WAXS), Small (SAXS), and Ultra-Small (USAXS) Angles and with grazing incidence (GISAXS) including micro- and nano-beam with synchrotron radiation.
- Scanning Differential Calorimetry.
- Incoherent quasielastic neutron scattering.
- Optical microscopy. Scanning electronic microscopy.
- Raman Spectroscopy.
- Micro and nano hardness.
- Neutron Scattering.
- Broad band dielectric spectroscopy.
- Shear rheometry in continuous dynamic torsion.
- Capilar extrusion and elongational rheometry.
- Dynamic mechanical analysis under flexural deformation.
- Dynamic mechanical analysis under tensile deformation: elastic modulus.
- Analysis by crystallization temperature fractionation (CRYSTAF).
- Scanning/transmission electron (STEM) and atomic force (AFM) microscopies.
- Size exclusion chromatography (SEC) and multi angle laser light scattering (MALLS) at high temperatures.
- Dynamic light scattering (DLS).

#### **RESEARCH ACTIVITY**

##### **SIMULATION OF CB1 AND CB2 CANNABINOID RECEPTORS**

Multinano-second molecular dynamics simulations have been performed on systems composed by the cannabinoid receptor embedded in a lipid bilayer. Cannabinoid receptors are transmembrane proteins whose function is developed in a biomembrane. It is necessary then to take into account the mutual interaction of protein and lipid bilayer, as a precursor of an actual biomembrane. The simulations performed with both receptors show, effectively, a differential behaviour when the proteins are associated to the lipid bilayer. In fact, these results confirm that CB2 exerts a different distortion extent on the lipid bilayer, in agreement with the experimental observations locating each protein in different lipid environments.

##### **STRUCTURAL STUDY AND CONFORMATIONAL ANALYSIS OF PROTEIC UNITS**

The protein folding process is one of the most important events in biophysics. Protein folding is known as the complex process by which a polypeptide chain reaches its native three dimensional configuration. At the end, the protein structure is unequivocally determined by the nature of each amino acid and its position in the sequence that constitute the protein. In this sense, the study of the conformational space associated to each amino acid and the conversion kinetic between stable conformational states, will shed light on the protein folding process. A way to cope with the conformational analysis is the calculation of free energy maps associated to both  $\phi$  and  $\psi$  torsion angles of the peptide chain. These maps can be generated by molecular dynamics simulation on elementary subunits of the protein structure as di and tri-peptides. Building these maps requires to perform many simulations, so we are using distributed computing technologies that are being implemented at CSIC. For example, GEMPPPO started one year ago an initiative called "Neurosim" as part of the Ibercivis Citizen Computing Platform.

##### **NEW CATALYSTS BASED ON NICKEL FOR OLEFIN AND METACRYLATE COPOLYMERIZATION**

Recently, Campora's research group of the "Instituto de Investigaciones Químicas del CSIC" in Seville has synthesized several organometallic compounds based on the nickel 2-iminopyridine-N-oxide moiety (PymNox catalysts) as an alternative to the neutral systems based on salicylalmidinate ligand proposed by Prof. Grubbs to produce ethylene (E) and metacrylate (MA) random copolymers. The PymNox catalysts present some advantages due to its cationic nature and are expected to have higher activity and stability to polar monomers than the neutral counterparts. At a first sight, the experimental results of the copolymerization are not sufficient to explain the behavior of the different PymNox catalysts respect to the incorporation of MA. In particular, the aldimine PymNox (Ni2) is not able to incorporate MA whereas the acetaldimine PymNox (Ni1) analogue is able to insert this polar monomer. Our research group has performed a series of theoretical studies by calculating the reactivity profiles of both catalysts, confirming that only Ni1 might incorporate MA. We explain the unlike reactivity for Ni1 and Ni2 as a steric effect of the "extra" methyl group present in the Ni1 with the aryl bulky groups linked to the 2-iminopyridine-N-oxide ligand. This steric distortion favors the pi-coordination of the MA monomer and the subsequent insertion into the growing polymer chain over the sigma-O bound of the MA poisoning (deactivating) the catalyst. On the contrary, the sigma-O bound is favorable respect the pi-coordination of MA, not being possible the incorporation of MA in the growing polymer chain. These new theoretical results encouraged to the experimental groups to perform new experiments which completely agree with the theoretical interpretations.

## **MOLECULAR DYNAMICS SIMULATIONS OF THE FOLDING PROCESSES OF LONG-CHAIN ALKANES**

Molecular dynamics are being performed in the NPT ensemble using a box simulation with 500 carbon linear chains of 246 carbons each one. This system is representative of the long-chain alkanes which are able to form folds as the temperature decreases. Furthermore, we this system is appropriated to validate the simulations due to the existence of experimental results in melt and in dilute solution. The scheme to perform the simulations is sketched in the following lines. Firstly, we equilibrate the system at a high temperature of 600K for 4 ns, subsequently the temperature is decreased in steps of 4 ns by 25K until a T=450K is reached. In our studies three different potentials have been used. Among the potentials used are the PYS that can be considered a realistic potential; the Muthukumar's potential, which introduces a fictitious stiffness in the system to speed up the formation of folding; and finally the Gee's potential that can be considered as a potential to introduce some rigidity but not as fictitious as that of Muthukumar one. The simulations have been performed on different supercomputers (Magerit of the CESVIMA-UPM and FINISTERRAE in CESGA), using 64 processors for each simulation. After analyzing the results, we see that the Muthukumar potential is too rigid and will not use it in subsequent calculations. However, the Gee potential speeds up the folding process in a less artificial way. For the PYS potential at a temperature of 300K ordering of the chains has not been observed within the simulation time, thus a much longer dynamics is needed. However, for the case of Muthukumar, we can appreciate some order of the chains at a temperature of 450K, because as stated above, is a potential that favors the folding and clustering of stems. In the case of Gee potential, for the first 10 ns at 450K some folded structures (less that in the case of Muthukumar) are observed.

## **THE EFFECT OF SHORT CHAIN BRANCHING IN THE ENTANGLEMENT STATE OF POLYETHYLENE: SIMULATION AND EXPERIMENTS**

We have performed full atomistic computer simulations of the molecular dimensions and dynamics in the melt of entangled linear and short chain branched polyethylene chains. This has been achieved by using a number of equilibrated molecules in all length scales by advanced Monte Carlo moves. This strategy allows evaluating the density and the intermolecular local packing (chain size) in the melt by mapping of the Monte Carlo atomistic simulations on the packing length model. Furthermore, a complete description of the molecular dynamics in a broad time range is also possible. The results obtained can be summarized as follows: **(i)** a close agreement between the simulated and experimental chain dimensions measured in dilute solution and in the melt has been found; **(ii)** the simulated chain dimensions account for a dilated tube diameter as the amount of short branches increases, in agreement with the entanglement features obtained from rheological experiments; **(iii)** the time evolution of the mean-square inner segments displacement is in quantitative agreement with the experimental results obtained by incoherent neutron spin echo experiments for monodisperse polyethylene samples with similar molecular architecture; and **(iv)** a slowing down of the chain dynamics as the amount of short chain branches increases is predicted, characterized by a sharp increase of the equilibration relaxation time and a decrease of the Rouse segmental rate. Both, the simulations and the experiments, illustrate the dependence of the chain dimensions, the entanglement features, and the characteristic relaxation time of the transition with the molecular architecture of polyethylene for short chain branching content between 0 and 55 per 1000 carbon atoms.

## **VISUALIZATION AND RECONSTRUCTION OF THE 3D STRUCTURE OF PROTEINS**

Along the last year we have set in at the IEM a new transmission electron microscope. In this context we have deal with the problem of the determination of the 3D structure of biological complexes, by means of image reconstruction techniques. We have started to work with negatively stained specimens of the chaperone **GroEL**, a protein folding-aid functional eucariothic complex. The complete set in of the technique will eventually allow the study of vitrified complexes in their native state. Also the STEM has been presented to the User's Group, formed by the groups of the IEM with interest in transmission electron microscopy.

### **PHYSICAL PROPERTIES OF POLYOLEFINS: CATALYST STRUCTURE AND MOLECULAR TOPOLOGY**

It is found that the presence of hydrogen during polymerization with post-metallocene iron catalysts causes a systematic increase in the molecular weight and polydispersity index of the products. This result is in agreement with recent computer simulations studies about the ability of this type of catalysts for ethylene polymerization. In view of the simulations, Fe(III) active species yield low molecular weight polymers whereas Fe(II) active species produce a high molecular weight fraction. In combination with experimental results, it could be suggested a conversion of Fe(III) to Fe(II), which might be accelerated by the presence of molecular hydrogen. Interestingly, a strong effect of the high molecular weight tail has been detected in the microstructure and the melt linear viscoelastic response of the samples. In this last case, the application of the double reptation mixing rule perfectly matches the experimental results, without using any adjustable parameter, and explains the effect of the high end of the molecular weight distribution.

### **POLYOLEFIN/NANOTUBES COMPOSITES AND POLYOLEFIN MOLECULAR MODELS: NANOSTRUCTURE AND PROPERTIES**

We have studied the properties and nanostructure of molecular models and polymer/nanocomposite systems based on polyolefins, in order to establish the effect of processing in the developed structure. The composites are characterized by lower values of the viscosity and the shear modulus than the pure polyethylene, a behaviour attributed to a selective adsorption of the highest molecular weight fraction of the polymer to the carbon nanotubes. Then it is expected a different morphology in the final structure of the systems, as the orientational effect are greatly affected by the high molecular weight (high relaxation time) species. On the other hand, model amorphous copolymers of ethylene and polar monomers show a very high dimensional stability than those expected for an amorphous polymer above the glass transition temperature, due to the very high molecular weight, causing high viscosity and moduli values.

### **COLABORATION WITH THE INDUSTRY: NEW MATERIALS WITH END-USE SPECIFIC PROPERTIES**

We have continued our collaboration with the industry in the sector of polymeric materials. In this context we have carried out an important activity in the transfer of knowledge to the industry for the development of new materials with specific properties in processing applications for pipes, films and fibers. Two PhD students (Jon Otegui de la Fuente and Nuria Robledo Alvaro) have been involved in the projects, in order to study the properties of processable materials with good mechanical properties and also the morphology, optical and mechanical properties of bi-oriented films. One of the students has just completed the PhD Thesis in one of these projects.

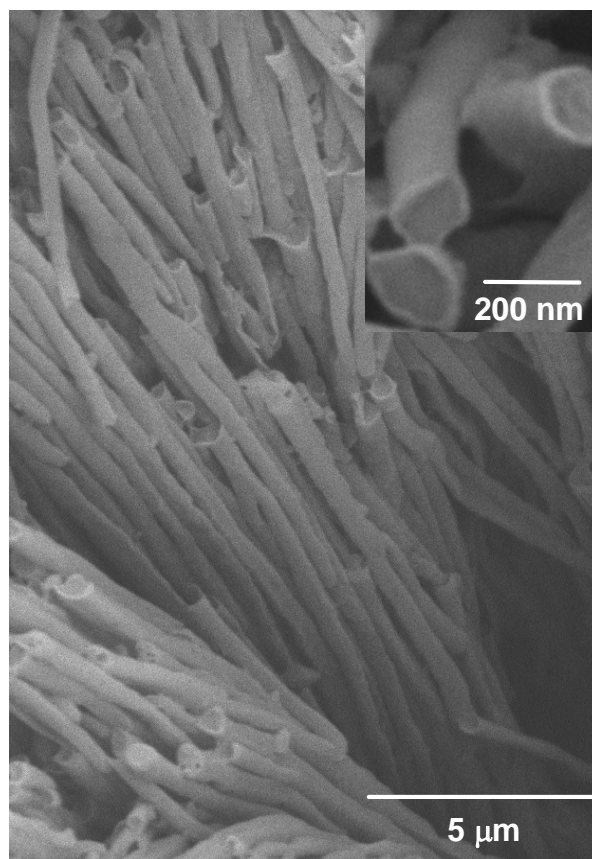
### **CONFINED DYNAMICS IN SOFT CONDENSED MATTER**

Macromolecules under confinement at a nanometer scale (similar to the size of molecules themselves) exhibit nontrivial structure and dynamics, as their physical properties depend on the size of the specimen itself. For example, some "solid" macromolecules become "liquid" if confined into a thin film (others become "harder"). Among the different methods of confinement, our group is working mainly in three:

- The inclusion of nanoparticles in a macromolecular system results in "bulk" confinement, as the macromolecules become jammed between solid particles. Understanding how the properties of macromolecules change under confinement is crucial for the development of nanotechnology, which relies heavily on "soft" matter. In this project, we are working to elucidate how the structure, dynamics and physical properties of macromolecules change in confinement. This investigation requires a combination of experimental techniques, including X-ray and neutron scattering, dielectric spectroscopy, calorimetry as well as atomic force microscopy and Raman spectroscopy.
- Infiltration of polymer chains into porous materials. By means of X-ray scattering and dielectric spectroscopy we have investigated the confined structure and dynamics in model polymer systems, and we have observed that the

counterbalance between spatial confinement and interfacial interactions controls, at the nanometer level, the dynamic and semicrystalline structure of the polymer.

- Thin polymer films. We have developed the know-how for the preparation of thin films with thicknesses in the range of 10 to several hundred nanometers. The goal is to explore the nanostructure and dynamics of the polymer chains in the confinement imposed by this geometry. On one hand, the knowledge of the mechanism and the underlying forces evolved in a dewetting pattern would enable us to predict stability conditions for practical use. On the other hand, thin polymer films introduce one-dimensional spatial confinement that affects the polymer crystallization behavior.



SEM images of PVDF nanostructures prepared by solution template wetting: side and top (inset) views showing the nanorod morphology when the alumina template has been removed.

## **PHASE BEHAVIOUR AND DYNAMICS IN DIBLOCK COPOLYMERS**

The phase behavior of diblock copolymers is studied by SAXS and differential scanning calorimetry. The ordering transition temperatures and the lattice structures of the segregated domains have been estimated by means of SAXS measurements. Poly(styrene) and poly(ethylene methacrylate) diblock copolymer is in the weak segregation limit, while diblock copolymers based on poly(styrene) and poly(dimethyl siloxane) are in the strong segregation limit. For the PS-*b*-PEMA, the unmixing of the blocks into a lamellar morphology takes place during heating. Fine control of the inter-layers thickness in the ordered phase is achieved by annealing with time-temperature dependence above the LCOT. Broadband dielectric spectroscopy has been used to study selectively the dynamics of the poly(ethyl methacrylate) chains in both mixed and phase separated PS-*b*-PEMA copolymers. Compared with a poly(ethylene methacrylate) homopolymer, the  $\alpha$  relaxation describing the segmental dynamics shows slower relaxation times and changes in the apparent activation energy (dynamic fragility). PS-*b*-PDMS copolymers have been investigated as a function of the comonomer composition. Lamellar, cylindrical and spherical structures are found, opening an elegant route to investigate the confined dynamic of the segregated phases as a function of thickness and geometry.

## **STRUCTURE DYNAMICS RELATIONSHIPS IN SOFT CONDENSED MATTER**

We have continued with the experimental research line designed to obtain both structural information by elastic X-ray and neutron scattering, and dynamic by means of dielectric spectroscopy, simultaneously during ordering processes in polymers. To perform these experiments we have used synchrotron light at the Deutsches Elektronen Synchrotron (DESY) in Hamburg, Germany and the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble, France. In particular we have investigated changes in the dynamics during disorder to order phase transition in primary alcohols like ethanol in a broad spectrum of frequencies. The results have helped to understand the mechanism of crystallization and its influence on the dynamics of the disordered molecules. In this field, we have also begun a project to observe the dynamic changes in the glass for systems with different crystallinity. These experiments were performed using quasielastic neutron scattering at the Institute Laue Langevin (Grenoble, France).

## **POLYMER NANOCOMPOSITES BASED ON CARBON NANOTUBES AND NANOFIBERS**

Continuing the work of our group on nanocomposites of technological interest, we have investigated the conduction mechanisms in a number of systems using a commodity polymer matrix, such as polyethylene, loaded with carbon based nanoadditives, in particular, nanofibers and nanotubes. Polymer composites based on polyamide 6,6 (PA66) and different amounts of carbon nanofiber (GANF), supplied by Antolin Ingeniería S.A., have been prepared. For this, we have used three different mixing processes: melt compounding, in-situ polymerization and solvent-aided mixing. The materials have been characterized morphologically (light microscopy, SEM) and their thermal (DSC) and electrical (dielectric spectroscopy) properties have been determined. From preliminary analysis of the results, we conclude that solvent-aided mixing yields materials with good dispersion and suitable electrical properties for applications such as electrostatic dissipation, electromagnetic shielding and electrostatic painting. When the polymerization in situ is carried out, the load is well dispersed in the matrix and the data indicate that the percolation threshold has been achieved. However, the materials show lower conductivity than those composites prepared by solvent-aided mixing. Finally, melt compounding yields materials with poor dispersion of nanofibers in the matrix and, in addition, all of them show conductivity values corresponding to insulating materials. This fact can be explained if we consider that the nanofibers are broken during the mixing process and as result, the aspect ratio decreases.

## **BIOPHYSICS: CONFORMATION OF THE MEMBRANE PROTEIN INTEGRINE $\alpha_{2B}\beta_{III}$**

By using X ray and neutron scattering techniques it is possible to obtain information on the conformation of biological systems, such as proteins in solution. By neutron scattering at low angle, taking advantage of the possibility of tuning the choice of the contrast between the solvent and protein, we have continued with experiments to obtain information on the conformations of the integrin  $\alpha_{2B}\beta_{III}$  complex dissolved in a micelle, trying to mimic the conformation of the protein when is inserted into the cell membrane. The results can provide some clues about the role and mechanism of action of this protein.

## **SAXS STUDY ON THE CRYSTALLIZATION OF PET UNDER PHYSICAL CONFINEMENT IN PET/PC MULTILAYERED FILMS.**

The development of the crystalline structure of poly(ethylene terephthalate) in multilayered films of poly(ethylene terephthalate)/polycarbonate (PET/PC) was studied. Films were prepared by the layer multiplying coextrusion process in the laboratory of Prof. E. Baer and Prof. A. Hiltner from Case Western Reserve University (Cleveland, Ohio, USA). Small angle X-ray scattering (SAXS) patterns were recorded during isothermal crystallization experiments. At 117°C, it was shown that the induction period increases, while the crystallization rate slows down with increasing degree of physical confinement of PET. On the contrary, the nucleation behaviour is similar for all the investigated samples and consequently, it is independent of PET layer thickness. The analysis of the SAXS curves by means of the Ruland's interface distribution function and a dual lamellar stack model shows that the lamellar stack of PET consists on an average of 3 or 4 correlated crystals. Structural parameters describing the thickness distribution of crystalline,  $l_c$ , and amorphous phases,  $l_a$ , of the lamellar system were determined. As expected,  $l_a$  decreases while  $l_c$  increases during crystallization. When this process comes to an end, those values are nearly the same for the confined and non-confined PET, which indicates that the formed PET crystals are very similar independently of layer thickness. Finally, the linear crystallinity is found to be much higher than the total degree of crystallinity obtained by wide angle X-ray experiments (WAXS). This means that not all the volume of the PET is occupied with stacks of crystals but these stacks are separated by large amorphous zones in agreement with earlier findings in non-confined PET.

## **NANOSTRUCTURE DEVELOPMENT IN POLYMERS BY MEANS OF INDENTATION HARDNESS: FROM THE GLASSY STATE TO MORE ORDERED STRUCTURES**

A review study was undertaken covering the understanding of the nanostructure development in glassy and semicrystalline polymers as revealed by indentation hardness methods. The starting point emphasizes the influence of thermal history and physical ageing on the microhardness of polymer glasses. The correlation between hardness and glass transition temperature  $T_g$  is brought in. The assumption that microhardness approaches zero for amorphous materials above  $T_g$  is experimentally confirmed. A discussion on the influence of filler structure on the microhardness of polymer glasses is introduced. Indentation hardness is presented as a valuable tool to study the kinetics of crystallization from the glassy state and distinct results on polymer systems under different confinement conditions are shown. The nanostructure–microindentation hardness correlation in the case of semicrystalline polymers and the influence of degree of crystallinity and crystal thickness for various flexible and semirigid polymer systems are recalled. Experimental results show that for polymers with low degree of crystallinity and  $T_g$  below room temperature, a large deviation from the microhardness additivity law is always found. This is due to a different deformation mechanism with respect to that envisaged for polymer materials with  $T_g$  above room temperature. In the case of an oriented material, indentation hardness is capable of detecting the gradual appearance of phases of intermediate order.

### **A COMPREHENSIVE UNDERSTANDING OF THE SEGMENTAL MOBILITY IN POLYMERS UPON CRYSTALLIZATION**

A statistical mechanical model is used to analyze literature data regarding the restricted segmental dynamics of a number of crystallized polymers, as observed by means of broadband dielectric spectroscopy. A relationship between well defined physical quantities and the width parameter in the Havriliak-Negami representation of symmetric processes is established. It is found that, for materials crystallized from an isotropic amorphous state, the segmental relaxation process is associated to conformational changes within the cooperatively rearranging regions of  $\sim 1$  nm diameter. In case of chain orientation, the dimension of the rearranging regions along the chain direction increases up to 3 – 5 nm. It is argued that the average size of the rearranging regions may influence the thickness of the amorphous interlamellar layers in the stacks. Finally, an attempt towards the formalization of a thermodynamic criterion for crystallization arrest is given.

### **MECHANICAL PROPERTIES AND NANOSTRUCTURE OF CLAY REINFORCED NANOCOMPOSITES**

The mechanical properties and cold draw-induced micro and nanostructure of polyvinyl chloride (PVC)-bentonite nanocomposites have been investigated. Moulded sheets with 5 wt % concentration of bentonite and two processing additives were melt extruded and two-roll-milled processed. The flame retardant promoted polymer intercalation whereas a pigment dispersant promoted clay exfoliation and the polymer matrix showed isotropic orientation. The intercalated nanocomposite showed nanoplates oriented with their planes parallel to the moulded sheet surface and the Young's modulus and yield stress were significantly enhanced relative to neat PVC. The strain at fracture ( $\sim 144\%$ ) was slightly reduced relative to neat PVC ( $\sim 167\%$ ). The cold drawing process induced molecular orientation along the tensile axis and preserved the orientation of the intercalated nanoclays. The fracture mechanism, as investigated via scanning electron microscopy (SEM) showed plastic fracture mechanism (similar to neat PVC). On the other hand, the exfoliated nanocomposite did not show any improvement in mechanical properties but rather a limited strain at fracture ( $\sim 44\%$ ). The fractured region, as examined by SEM, exhibited microvoid morphology. Analysis of the fractured region showed PVC macromolecules oriented along the tensile axis but no preferred orientation of the nanoclays. Then, the limited strain at fracture exhibited appears to be associated with the initially randomly oriented nanoclays being unable to orient under the tensile deformation. The nanoclays would then act as stress concentrators and lead to rapid material's failure due to loss of adhesion with the polymer matrix. The results suggest that exfoliated nanoclays could play a detrimental role when the nanocomposite is subjected to large deformations at temperatures well within the glassy regime.

### **STRUCTURE AND PROPERTIES OF ISOTACTIC POLYPROPYLENE MODIFIED BY CHEMICAL CROSSLINKING**

In collaboration with other research groups, we have continued our previous work, dealing with the characterization of samples of isotactic polypropylene (iPP) reversibly crosslinked by chemical agents. The crosslinking method has been developed and patented by the Dr. S. Bouhelal, from the Sétif University (Algeria). The modified iPP has been characterized by dynamic mechanical thermal analysis (DMTA), differential scanning calorimetry (DSC), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) and nuclear magnetic resonance ( $^{13}\text{C}$  solid state NMR). The analysis of the results obtained by the different techniques confirms the generation of ethylenic chains in a certain proportion during the crosslinking process. The improved impact strength exhibited by the crosslinked iPP is attributed to the amorphous component of the polyethylene newly generated.

### **STRUCTURE AND PROPERTIES OF REVERSIBLY CROSSLINKED ISOTACTIC**

## **POLYPROPYLENE/CLAY NANOCOMPOSITES**

This is an extension of our previous line of research. We have investigated a series of reversibly crosslinked isotactic polypropylene/clay nanocomposites, prepared according to a new method developed and patented by the Dr. S. Bouhelal, from the Sétif University (Algeria). In this way, it is possible to obtain nanocomposites with clay contents up to 50 %. The results obtained in the characterization of these samples by small-angle X-ray diffraction (SAXD) complement the previous study, and indicate that, in most of the studied compositions, the clay appears to be partially exfoliated. However, in one particular sample (that with 4 % of clay) it seems to be completely exfoliated. None of the investigated samples shows signs of a clay intercalation. Further studies are in progress to clarify these points.





**CAPÍTULO 3**  
**PROYECTOS DE INVESTIGACIÓN**

**CHAPTER 3**  
**RESEARCH PROJECTS**



### 3.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS

#### **Study of polymer Nanostructures under Confinement as Revealed by WAXS, SAXS and USAXS.**

*Code or Reference:* Deutsches Elektronen Synchrotron (DESY) II-20070031.

*Funding Institution:* EU.

*Main Researcher:* Francisco J. Baltá Calleja.

*Duration:* 2007-2009.

*Objectives:* Structural studies of multilayered systems by means of X-ray synchrotron radiation.

#### **Estructura, dinámica y sus interrelaciones en materiales poliméricos nanoestructurados en una, dos y tres dimensiones.**

*Code or Reference:* MAT2009-07789.

*Funding Institution:* Ministerio de Ciencia e Innovación.

*Main Researcher:* Tiberio A. Ezquerro Sanz.

*Duration:* December 2009-December 2012.

*Objectives:* To advance in the understanding of the underlying physics soft matter nanostructuring.

#### **Interrelaciones estructura-propiedades de materiales poliméricos y composites poliméricos nanoestructurados en volumen y en superficie.**

*Code or Reference:* MAT2005-01768.

*Funding Institution:* Ministerio de Educación y Ciencia.

*Main Researcher:* Tiberio A. Ezquerro Sanz.

*Duration:* December 2005-July 2009.

*Objectives:* To advance in the understanding of the phenomenology involved in the nanostructure development in three dimensions (bulk) and in two dimensions (surface) of polymers and nanocomposites.

#### **Carbon Nanotubes as Potential Templates for Polymer Crystallization in Bulk and in Thin Film Materials.**

*Code or Reference:* Deutsches Elektronen Synchrotron (DESY) II-20060160.

*Funding Institution:* EU.

*Main Researcher:* Tiberio A. Ezquerro Sanz.

*Duration:* January 2007-December 2009.

*Objectives:* To investigate the potential use of carbon nanotubes as templates in polymer nanocomposites.

#### **Visualización y simulación de la influencia del plegado macromolecular en la formación de cristales poliméricos y en la funcionalidad de proteínas.**

*Code or Reference:* MAT2009-12364.

*Funding Institution:* Ministerio de Ciencia e Innovación.

*Main Researcher:* Javier Martínez de Salazar Bascañana.

*Duration:* 2010-2012.

*Objectives:* This project is focussed on the determination of the role of the macromolecular folding in the formation of polymer single crystals and co-crystallisation of linear and branched macromolecules, and also on the conformational changes in proteins as a consequence of the interaction with ligands.

#### **Dinámica, compatibilidad molecular y nanoestructura de poliolefinas de nueva generación.**

*Code or Reference:* MAT2006-0400.

*Funding Institution:* MEC.

*Main Researcher:* Javier Martínez de Salazar Bascañana.

*Duration:* 2006-2009.

*Objectives:* In this project a combined computer simulations and experiments approach-thermodynamics, crystallization, nanostructure and properties- is applied to a new generation of polyolefins, bimodal polyethylenes obtained from dual catalysts and polar polyolefins.

#### **Construcción molecular mediante procesos catalizados por complejos organometálicos.**

*Code or Reference:* S-0505/PPQ/000328.

*Funding Institution:* Comunidad de Madrid.

*Main Researcher:* Javier Martínez de Salazar Bascañana and Víctor Cruz Cañas (IEM); *Project Leader:* Pascual Royo García (Universidad de Alcalá).

*Duration:* 2006-2009.

*Objectives:* The main objective of this project is the study of transition and post-transition metal catalytic compounds for applications in processes with scientific and technological interest.

**Nanoestructuras poliméricas multilaminares: aproximación a un apilamiento de láminas bidimensionales. / Multilayered Polymer Nanostructures: an Approach towards Stacked Two-dimensional Layers.**

*Code or Reference:* FIS2007-60534.

*Funding Institution:* MEC.

*Main Researcher:* Fernando Ania García.

*Duration:* November 2007-November 2010.

*Objectives:* Study of nanolayered systems, composed by an alternate stack of thin layers of two immiscible homopolymers, covering, both, the detailed analysis of the layered nanostructure and the changes brought about by this peculiar architecture on several physical properties, specially as layer thickness decreases below a critical value (confinement in one dimension).

**Processing effects on the structure of SWCNT-polymer nanocomposites: The organization of SWCNT as a clue for the nanocomposite properties.**

*Code or Reference:* MA-472.

*Funding Institution:* EU / European Synchrotron Radiation Facility (ESRF).

*Main Researcher:* Mari Cruz García Gutiérrez.

*Duration:* September 2008-July 2009.

*Objectives:* Study of the organization of SWCNT in crystallizing polymer nanocomposites by *in-situ* X-ray Microdiffraction and Micro-Raman experiments.

**Investigación de la conductividad eléctrica en materiales compuestos poliméricos con nanofibras de carbono óptimamente dispersadas.**

*Code or Reference:* Proyecto PETRI (PET-2007-0186-03).

*Funding Institution:* MICINN.

*Main Researcher:* Amelia Linares Dos Santos.

*Duration:* January 2008-December 2010.

*Objectives:* Study of the electric properties of polymeric composites materials with carbon nanofibers prepared by different methods.

**Macromolecular motion in isotropic nanoconfinement.**

*Code or Reference:* 2007/R1.

*Funding Institution:* Royal Society.

*Main Researcher:* Aurora Nogales and Joao Cabral.

*Duration:* January 2008-December 2009.

*Objectives:* The project seeks to elucidate how the dynamics of macromolecules change in confinement, being this aspect crucial for the development of nanotechnology which relies heavily of “soft” matter.

**Fundamentos de la nanoestructuración volúmica y superficial de copolímeros en bloque.**

*Code or Reference:* MAT2008-03232/NAM.

*Funding Institution:* Ministerio de Ciencia e Innovación.

*Main Researcher:* Aurora Nogales.

*Duration:* January 2009-December 2011.

*Objetives:* Study of of the fundaments that determine volume and surface nanostructuration in block copolymers.

**Visualización de la estructura tridimensional de proteínas mediante microscopía electrónica de transmisión.**

*Code or Reference:* PIE 200850I072.

*Funding Institution:* CSIC.

*Main Researcher:* Juan Francisco Vega Borrego.

*Duration:* October 2008- December 2009.

*Objectives:* The main objective of this project is the visualization of the 3D structure of proteins and supramolecular complexes using transmission electron microscopy as an innovative approach to the study of conformation and functionality of these compounds in their native state.

**PROYECTOS CON LA INDUSTRIA / PROJECTS WITH THE INDUSTRIAL COMPANIES**

**Study of the molecular effects on the kinetics of melt miscibility between LLDPE and LDPE, and its modification with external means.**

*Company:* DOW Chemicals.

*Main Researcher:* Javier Martínez de Salazar Bascañana and Juan Francisco Vega Borrego.

*Duration:* 1 January 2009-30 April 2010.

*Objectives:* The fundamental aspects of this project are directed towards the study of the rheological behavior of molten blends of linear low density polyethylene and other polyolefins, and its correlation with the molecular structure and the properties of the components.



## CAPÍTULO 4

### COOPERACIÓN CIENTÍFICA

## CHAPTER 4

### SCIENTIFIC COOPERATION

#### **4.2.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

**Satellite Meeting: SAXS/WAXS Experiments at HASYLAB Status and Perspectives**, DESY, Hamburg (Germany), 28-30<sup>th</sup> of January 2009.

- *Nanostructure of Multilayered polymer films using USAXS and SAXS* (Invited lecture), Francisco J. Baltá-Calleja and Fernando Ania.
- *Nanostructure of Semicrystalline Polymer films: A Comparative GISAXS and AFM Study* (Invited lecture), Tiberio A. Ezquerro Sanz.

**Annual HASYLAB Users Meeting 2009**, DESY, Hamburg (Germany), 30 and 31<sup>st</sup> of January 2009.

- (Participation), Francisco J. Baltá-Calleja.

**Workshop ‘Structures & Dynamics of Soft Surface and Interfaces’**, Grenoble (France), 3<sup>rd</sup> and 4<sup>th</sup> of February 2009.

- *Nanostructure of crystallizing polymer thin films*. (Poster), Jaime J. Hernández, Mari Cruz García-Gutiérrez, Daniel Rueda, Aurora Nogales and Tiberio Ezquerro.

**Brainstorming Meeting of the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF)**, Grenoble (France), 22-24<sup>th</sup> of February 2009.

- *Big molecules under confinement studied by X-ray microdiffraction* (Invited lecture), Mari Cruz García-Gutiérrez.

**Scientific Council Meeting**, Institute Laue-Langevin, Grenoble (France), 22-24<sup>th</sup> of April 2009.

- (Participation), Tiberio A. Ezquerro Sanz.

**13th Symposium on Layered Nanostructures: Polymers with Improved Properties**, Martin Luther University Halle-Wittenberg, Halle (Germany), 12-13<sup>th</sup> of May 2009.

- *On line structure formation in nanolayered polymers using synchrotron radiation and nanoindentation techniques* (Invited lecture), Francisco J. Baltá Calleja, Fernando Ania, A. Hiltner, E. Baer and D. Khariwala.

**BIONyX: Jornadas sobre el uso de neutrones y rayos X en biología**, Barcelona (Spain), 22<sup>nd</sup> of May 2009.

- (Ponente mesa redonda “X-rays & Neutrons: Complementarities”), Tiberio A. Ezquerro Sanz.
- *Low resolution model of a membrane protein in detergent solution obtained from SANS* (Invited lecture) Aurora Nogales Ruiz.

**EBSA 2009 ‘European Biophysics Congress Genoa’**, Genoa (Italy), 11-15<sup>th</sup> of July 2009.

- *Molecular Dynamics simulation of CB1 and CB2 cannabinoid receptors in solution* (Poster), Víctor Cruz, Javier Ramos and Javier Martínez-Salazar.

**EPF’09 “European Polymer Congress 2009”**, Graz (Austria), 12-17<sup>th</sup> of July 2009.

- *Evaluation of the transition from free Rouse to constrained reptation in polyethylene by computer simulation* (Invited lecture), Javier Martínez-Salazar.

**6<sup>th</sup> International Discussion Meeting on Relaxations in Complex Systems**, Roma (Italy), 1-4<sup>th</sup> of September 2009.

- *Segmental Dynamics Of Semicrystalline Poly(Vinylidene Fluoride) Nanorods* (Poster), J Martín, C Mijangos, A Sanz, T.A. Ezquerro and A. Nogales.
- *Dynamics of Nanocomposites Based On Polystyrene And Fullerenes Studied By Dielectric And Scattering Techniques* (Poster), A. Sanz, A. Nogales, T.A. Ezquerro and J Cabral.
- *Fragility and Cold Crystallization In Polymers* (Oral presentation) A. Sanz, A. Nogales and T. A. Ezquerro.

**Synchrotron Radiation in Polymer Science 4**, Kerkrade (Holland), 8-11<sup>th</sup> of September 2009.

- *Confinement effects in one-dimensional polymer arrays as revealed by X-ray microdiffraction* (Oral Presentation), M.C. García Gutiérrez, A. Linares, J.J. Hernández, D.R. Rueda and T.A. Ezquerro.
- *Lamellar cristal orientation in ultrathin films of aliphatic polyesters* (Oral Presentation) D.R. Rueda, J.J. Hernández, M.C. García Gutiérrez, A. Nogales, A. Linares, M. Socio, N. Lotti, T.A. Ezquerro.
- *Interplay between amorphous and crystalline domains during isothermal and no isothermal crystallization of a polymers by simultaneous SAXS, WAXS and Dielectric Spectroscopy* (Oral presentation), A. Nogales, A. Sanz and T.A. Ezquerro.

**GISAXS 2009**, Hamburg (Germany), 20-24<sup>th</sup> of September 2009.

- *Structure and morphology of TiO<sub>2</sub> thin films on silicon wafer* (Poster), L. González García, A. Barranco, A. Muñoz Páez, A.R. González-Elípe, M.C. García Gutiérrez, J.J. Hernández, D.R. Rueda and T. A. Ezquerro.
- *Morphology of aliphatic polyesters thin films* (Poster), J.J. Hernández, M.C. García-Gutiérrez, D.R. Rueda, A. Nogales and T.A. Ezquerro.

**JCNS Workshop: Trends and Perspectives in Neutron Scattering on Soft Matter**, Tutzing (Germany), 5-8<sup>th</sup> of October 2009.

- *Probing Ordering Processes in Soft Condensed Matter by using Time Resolved Techniques: from Neutrons to Photons* (Invited lecture), Tiberio A. Ezquerro Sanz.

**V International Conference on Science and Technology of Composite Materials: 8º Congreso Nacional de Materiales Compuestos**, San Sebastián (Spain), 7-9<sup>th</sup> of October 2009.

- *Morphology and properties recycled composite materials of polypropylene and cellulose fibres.* (Oral presentation), Almudena Ochoa, Carmen Fonseca, Teresa Aguinaco, Carlos González and Fernando Ania García.

**Petra III Extension Workshop**, DESY, Hamburg (Germany), 10-12<sup>th</sup> of November 2009.

- (Participation). Francisco J. Baltá Calleja.



**Scientific Council Meeting**, Institute Laue-Langevin, Grenoble (France). 18-20<sup>th</sup> of November 2009.

- (Participation), Tiberio A. Ezquerro Sanz.

**International Conference on Polymers and Advanced Materials, POLYMAT 2009**, Huatulco (Mexico). 22-26<sup>th</sup> of November 2009.

- *Relaxations in Polyethylene: a comparative study of computer simulation and experimental observations.* (Invited lecture), Javier Martínez-Salazar, Javier Ramos and Juan F. Vega.
- *3D-QSAR tools for the structure-activity analysis of single site polymerization catalysts* (Invited lecture), Víctor Cruz, Javier Ramos and Javier Martínez-Salazar.
- *Microfiller reinforced thermotropic polymers. Microstructure and mechanical properties.* (Poster), Oswaldo Flores, Luis Arias, Iván Puente, Araceli Flores Aguilar-Amat, Ángel Romo-Urbe and Bernardo Campillo.
- *Microstructure, mechanical properties and fracture behaviour of PVC-bentonite nanocomposites.* (Poster) María Eugenia Romero-Guzmán, Luis Arias, Oswaldo Flores, Araceli Flores Aguilar-Amat, Ángel Romo-Urbe, Bonifacio Alvarado Tenorio y Bernardo Campillo.

**Workshop Material Science Seminar des Landesexzellenzclusters “Integrated Material Systems”**, Technische Universität Hamburg-Harburg (Germany), 14<sup>th</sup> of December 2009.

- *Online structure deformation in nanolayered polymers using X-ray scattering and nanoindentations methods* (Invited Lecture), Francisco J. Baltá Calleja.

**ESRF and ILL Joint Workshop on “Scattering and Complementary Techniques”**, Grenoble (France), 17-18<sup>th</sup> of December 2009.

- Partnership in Soft Condensed Matter.
- *On the use of Carbon Nanotubes as templates for polymer crystallization* (Invited lecture) Tiberio A. Ezquerro Sanz.
- *Low resolution model for the human platelet integrin  $\alpha IIb\beta 3$  in solution* Aurora Nogales Ruíz (Poster), Aurora Nogales Ruíz.

#### 4.3. ESTANCIAS DE INVESTIGADORES EN EL INSTITUTO / VISITORS

##### 4.3.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS

- ❖ **Prof. Joao T. Cabral**, Department of Chemical Engineering, Imperial College London, London, UK, 6-11<sup>th</sup> of January 2009 and 14-17<sup>th</sup> of June 2009.
- ❖ **Prof. Julia S. Higgins**, Department of Chemical Engineering, Imperial College London, London, UK, 12-16<sup>th</sup> of June 2009.
- ❖ **Prof. H.R. Kricheldorf**, Institut für Technische und Makromolekulare Chemie, Universität Hamburg, Hamburg, Germany, 23-28th of May 2009.
- ❖ **Prof. Simone Napolitano**, Department of Physics and Astronomy, Katholieke Universiteit Leuven, Belgium, 18-23th of March 2009.
- ❖ **Dr. Him Cheng Won**, Department of Chemical Engineering, Imperial College London, London, UK, 6-11<sup>th</sup> of January 2009.
- ❖ **Dr. Ioannis G. Economou**, Institute of Physical Chemistry, National Center for Scientific Research “Demokritos”, Athens, Greece, 2<sup>nd</sup> of July 2009.
- ❖ **Dr. Ángel Romo Uribe**, Instituto de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Autónoma de México, Cuernavaca Morelos, México, 29th of June-11th of July 2009.
- ❖ **Dr. Lourdes del Valle Carrandi**, Universidad del País Vasco, 26-28th of October 2009.
- ❖ **Mr. Abdelhak Hellati**, Centre Universitaire Bordj Bou Arreridj, Algeria, 17<sup>th</sup> of January-7<sup>th</sup> of February 2009.
- ❖ **Mariselis Trujillo, Msc.** Universidad Simón Bolívar, Venezuela, 15<sup>th</sup> April-30<sup>th</sup> of May 2009.

#### 4.4. CONFERENCIAS DE INVESTIGADORES INVITADOS / INVITED CONFERENCES

##### 4.4.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS

**Prof. Joao T. Cabral.**

Department of Chemical Engineering, Imperial College London, London, UK.

*Novel routes for 3D nanopatterning using soft matter: wave frontal growth and multi-axial surface instabilities.*  
9th of January 2009.

**Prof. Julia S. Higgins.**

Department of Chemical Engineering, Imperial College, London, UK.  
*Neutron Scattering from Polymer Mixtures and Interfaces.*  
16<sup>th</sup> of June 2009.

**Prof. Hans R. Kricheldorf.**

Institut für Technische und Makromolekulare Chemie, Universität Hamburg, Germany.  
*History of Polymer Science and the Law of Self Dilution.*  
26<sup>th</sup> of May 2009.

**Prof. Carmen Mijangos.**

Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros, CSIC.  
*Los polímeros. De la ciencia básica a las aplicaciones.*  
1<sup>st</sup> of December 2009.

**Prof. Simone Napolitano.**

Department of Physics and Astronomy, Katholieke Universiteit Leuven, Leuven, Belgium.  
*Dielectric Spectroscopy of ultra thin polymer layers: From supported to freely standing films.*  
18<sup>th</sup> of March 2009.

**Dr. Ioannis G. Economou.**

Institute of Physical Chemistry, National Center for Scientific Research “Demokritos”, Athens, Greece.  
*Molecular Simulation of Macromolecular Systems: From Microscopic Structure to Macroscopic Physical Properties.*  
2<sup>nd</sup> of July 2009.

**Dr. Ángel Romo Uribe.**

Instituto de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Autónoma de México, México.  
*Nanocomposites and Shape Memory Polymer Networks.*  
1<sup>st</sup> of July 2009.

**Mariselis Trujillo, Msc.**

Universidad Simón Bolívar, Venezuela.  
*Caracterización física de nanocompuestos polimerizados “in situ”.*  
29<sup>th</sup> of April 2009.

## **4.5 VISITAS DE INVESTIGADORES A CENTROS INTERNACIONALES / VISITS TO FOREIGN INSTITUTIONS** (De una semana o más / Longer than a week)

### **4.5.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

**Francisco J. Baltá Calleja.**

- Martin Luther University Halle-Wittenberg, Halle, Germany, 11-18<sup>th</sup> of May 2009.
- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 8-14<sup>th</sup> of July 2009.
- DESY, Hamburg, Germany, 9-17<sup>th</sup> of November 2009.

**M<sup>a</sup> José Capitán Aranda.**

- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 15-23<sup>rd</sup> of July 2009.

**Javier Ramos Díaz.**

- COMSE group, Department of Materials Science and Engineering, National Technical University of Athens, Greece, since 1<sup>st</sup> of November 2009 to 28<sup>th</sup> of February 2010. José Castillejo fellowship.

**Alejandro Sanz Parras.**

- Laboratoire Leon-Brillouin, Paris, France, 22-30<sup>th</sup> of June 2009.

- Laboratorio del reactor nuclear FRMII, Garching, Munich, Germany, 23<sup>rd</sup> of November to 1<sup>st</sup> of December 2009.



**CAPÍTULO 5**  
**LABOR DOCENTE, DIFUSIÓN DE LA CIENCIA**  
**Y OTRAS ACTIVIDADES**

**CHAPTER 5**  
**TEACHING, OUTREACH AND OTHER**  
**ACTIVITIES**



## **5.1 ASIGNATURAS DE DOCTORADO / MASTER COURSES**

## **5.2 CURSOS Y CONFERENCIAS / COURSES AND CONFERENCES**

### **5.2.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

#### **Francisco J. Baltá Calleja.**

- *Novel Studies on the Nanostructure of Immisible Multilayered Polymers Using Synchrotron Radiation Techniques and Nanoindentation Methods*, Dpto. de Física de Materiales Nanoestructurados, Facultad de Física, Universidad de Viena (Austria), 3<sup>rd</sup> of June 2009.
- *On line structure formation in nanolayered polymers using X-ray scattering and nanoindentation methods*. Instituto de Polímeros y 'Composites', Universidad Técnica de Hamburgo (Germany), 14<sup>th</sup> of December 2009.

#### **Tiberio A. Ezquerro Sanz.**

- *Máster de Ingeniería de Materiales*, Universidad de Alicante, 14<sup>th</sup> and 15<sup>th</sup> of May 2009.

#### **Víctor Cruz Cañas**

- *¿En qué trabaja un científico?* Semana de la Ciencia, I.E.S. "Calderón de la Barca", 25<sup>th</sup> of May 2009.

#### **Juan Francisco Vega Borrego.**

- *Reología de poliolefinas: Experimentos, teorías y simulación por ordenador*. Master en Alta Especialización en Plásticos y Cauchos, Universidad Internacional Menéndez Pelayo-Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 11<sup>th</sup> of March 2009.

## **5.3 CURSOS, CONGRESOS Y SEMINARIOS ORGANIZADOS POR EL INSTITUTO / COURSES, CONGRESSES AND SEMINARS ORGANIZED BY THE INSTITUTE**

### **5.3.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

**Victor Cruz (IEM-CSIC), Javier Martínez-Salazar (IEM-CSIC), Javier Ramos (IEM-CSIC).** With Sergi Girona (Barcelona Supercomputing Center).

- *3<sup>rd</sup> High Performance Computing in Molecular Simulations*. Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, 1-2<sup>nd</sup> of October 2009.

#### **Araceli Flores Aguilar-Amat.**

- *Nanoindentación en polímeros*, part of the "VI Curso de Iniciación a la Investigación en Estructura de la Materia", Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, 2<sup>nd</sup> of April 2009.

#### **Aurora Nogales Ruiz.**

- *VI Curso de Iniciación a la Investigación en Estructura de la Materia: de las partículas elementales a los sistemas de alto peso molecular* (organizer), Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, 1-3<sup>rd</sup> of April 2009.

#### **Juan Francisco Vega Borrego.**

- *Jornada Científico Técnica: Módulo 1: Caracterización de Macromoléculas (polímeros, biopolímeros y proteínas) por Cromatografía de Permeación en Gel (GPC/SEC) y Triple Detección. Cromatógrafo de Triple Detección*, Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, 9<sup>th</sup> of October 2009.

#### **Alejandro Sanz Parras.**

- *El uso de grandes instalaciones científicas para el estudio de la física de la materia condensada blanda*, VI part of the "VI Curso de Iniciación a la Investigación en Estructura de la Materia", Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, 2<sup>nd</sup> of April 2009.

#### **Rafael Núñez Ramírez.**

- *Microscopía Electrónica de Transmisión y Barrido: Presentación al Grupo de Usuarios del IEM*, Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, 10<sup>th</sup> of November 2009.

**Jaime J. Hernández Rueda.**

- o *Aplicación de la microscopía de fuerza atómica al estudio de polímeros*, part of the “VI Curso de Iniciación a la Investigación en Estructura de la Materia”, Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, 2<sup>nd</sup> of April 2009.

## **5.4 PREMIOS Y OTROS MÉRITOS / AWARDS**

### **5.4.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

**Francisco J. Baltá Calleja.**

- *Honorary Member* of the *Real Sociedad Española de Física*.
- Member of *the Board of the Society for International Studies (SEI)*, Madrid.
- *Honorary Member* of the *Akademie Mitteldeutsche Kunststoffinnovationen*, Merseburg, Germany.
- Member of *the Royal Academy of Sciences*, Barcelona.
- Member of *Editorial Board* of the “*Journal of Applied Polymer Science*”.
- Member of *Editorial Board* of the “*International Journal of Polymeric Materials*”.
- Member of *Editorial Board* of the “*Journal of Polymer Engineering*”.
- Member of *Editorial Board* of the “*Journal of Macromolecular Science-Physics*”.
- Member of *Editorial Board* of the journal “*e-Polymers*”.

**Tiberio A. Ezquerro Sanz.**

- Member of the *Scientific Advisory Committee (SAC)* of the French Synchrotron SOLEIL (France), since December 2005.
- Member of *Review Panel Committee "Soft Condensed Matter and Scattering"* of HASYLAB, DESY, Hamburg (Germany), since October 2006.
- Member of the *International Dielectric Society Board* of the *International Dielectric Society* (<http://permittivity.org>).
- Member of the *Peer Review Committee 3*, Chemistry, Condensed matter, Nano-chemistry, Soft condensed matter of the French Synchrotron SOLEIL, since January 2008.
- Member of the *Scientific Council (SCO)* of the Institut Laue-Langevin, Grenoble, France.

**Javier Martínez de Salazar Bascuñana.**

- Member of *Trusties of Board of Agencia Estatal CSIC*, Ministerio de Ciencia e Innovación, since March 2008.
- Member of the *Committee: Executive Board of the European Polymer Federation*, European Science Foundation, since March 1996.
- Member of the *Editorial Board* of the journal “*e-Polymer*”.
- *Editor Assistant* of the journal “*e-Polymer*”.

**Mari Cruz García Gutiérrez.**

- Member of the *Board of Directors* of the Spanish Synchrotron Users Organization (AUSE).
- Member of *the Scientific Advisory Committee* of the International Symposium: Polymer and Materials Chemistry, Kathmandu (Nepal).

## **5.5 TRANSFERENCIA DE TECNOLOGÍA / TRANSFER OF TECHNOLOGY**

### **5.5.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

**Reuniones de transferencia de tecnología**

*Meeting attendees:* Amelia Linares Dos Santos and Tiberio A. Ezquerro.

*Collaboration:* **Grupo Antolín Ingeniería S.A.**

*Place:* Burgos

*Date:* October, 2009.

*Meeting attendees:* Nuria Robleo Alvaro, Juan Francisco Vega Borrego y Javier Martínez de Salazar.

*Collaboration:* **Dow Chemicals Ibérica, S.L.**



Place: Madrid.  
Date: 22th of May, 2009.

### **Conferencias de transferencia tecnológica impartidas u organizadas por el Instituto**

*Speaker:* Nuria Robledo Alvaro.

*Title:* Study of Molecular Effects on the Kinetics of Melt Miscibility between LLDPE/LDPE, and its Modification with External Means. I.

*Colaboration:* **IEM/Dow Chemical Ibérica.**

*Place:* Instituto de Estructura de la Materia, CSIC.

*Dates:* 24<sup>th</sup> of May 2009.

### **Informes de transferencia tecnológica**

Juan Francisco Vega Borrego and Javier Martínez de Salazar.

*Propiedades elongacionales de polietilenos obtenidos mediante hilado de fibra en fundido.*

**Repsol-YPF** (May 2009).

Nuria Robledo Alvaro, Juan Francisco vega Borrrego y Javier Martínez de Salazar.

*Study of Molecular Effects on the Kinetics of Melt Miscibility between LLDPE/LDPE, and its Modification with External Means. I.*

**Dow Chemicals Ibérica** (June 2009).

## **5.6 UNIDADES ASOCIADAS Y OTRAS ACTIVIDADES / ASSOCIATED UNITS AND OTHER ACTIVITIES**

### **5.6.1 DPTO. DE QUÍMICA Y FÍSICA TEÓRICAS / THEORETICAL PHYSICS AND CHEMISTRY**

**Gonzalo J. Olmo.**

- *Ciencia de papel*, blog de ciencia en el periódico de internet <http://www.gentedigital.es>.

### **5.6.2 DPTO. DE FÍSICA NUCLEAR Y FÍSICA ESTADÍSTICA / NUCLEAR PHYSICS AND STATISTICAL PHYSICS**

### **5.6.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

#### **Otras actividades / Other activities**

**Francisco J. Baltá Calleja.** Short stays:

- Dpto. de Física de Materiales Nanoestructurados, Facultad de Física, Universidad de Viena, Austria, 30th of May to 4<sup>th</sup> of June 2009.
- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 9-14<sup>th</sup> of December 2009.

**Tiberio Ezquerro Sanz.** Short stays:

- European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Grenoble, France, 4-7<sup>th</sup> of February 2009.
- DESY/HASYLAB, Hamburgo, 4-7<sup>th</sup> of March 2009.
- Instituto Laue-Langevin, France, 28-30<sup>th</sup> of March 2009.
- Review Panel Committee, SOLEIL French Synchrotron (participation as member of the Committee), Paris (France), 27-29<sup>th</sup> of April 2009.
- Panel Review Committee, HASYLAB (participation as member of the Committee), Hamburg, Germany, 7<sup>th</sup> and 8<sup>th</sup> of May 2009.
- Instituto Laue-Langevin (realización de medidas en el reactor nuclear), Grenoble, France, 26-28th of May 2009.
- Review Panel Committee, SOLEIL French Synchrotron (participation as member of the Committee), Paris, France, 17-19<sup>th</sup> of June 2009.

- Instituto Laue-Langevin (realización de medidas en el reactor nuclear), Grenoble, France, 26-28th of May 2009.
- Instituto Laue-Langevin (realización de medidas en el reactor nuclear), Grenoble, France, 20-25<sup>th</sup> of October 2009.
- Laboratorio del reactor nuclear FRMII, Garching, Munich, Germany, 27<sup>th</sup> of November to 1<sup>st</sup> of December 2009.

**Javier Martínez de Salazar Bascuñana.**

- Reunión del Comité Europeo de la Federación de Polímeros (participation as member of the Committee), Graz, Austria, 11-15<sup>th</sup> of July 2009.

**Daniel R. Rueda Bravo.** Short stays:

- ESRF, Experimentación en ID 13, Grenoble, France, 4-9<sup>th</sup> of February 2009.
- DESY/HASYLAB, Experimentación en la línea BW4, Hamburg, Germany, 4-7<sup>th</sup> of March 2009.
- ESRF, Experimentación en la línea BM16, Grenoble, France, 16-20<sup>th</sup> of April 2009.
- DESY/HASYLAB, Experimentación en la línea BW4, Hamburg, Germany, 20-25<sup>th</sup> of October 2009.

**Fernando Ania García.** Short stay:

- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 8-13<sup>th</sup> of July 2009.

**M<sup>a</sup> Esperanza Caglio Escotado.** Short stay:

- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 9-14<sup>th</sup> of December 2009.

**Araceli Flores Aguilar-Amat.** Short stay:

- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 8-13<sup>th</sup> of July 2009.

**Mari Cruz García-Gutiérrez.** Short stays:

- ESRF, Grenoble, France, 5-9<sup>th</sup> of February 2009.
- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 4-7<sup>th</sup> of March 2009.
- Universidad de Valladolid, Valladolid, Spain, 10<sup>th</sup> of July 2009. [Reunión en el marco de la Unidad Asociada UVA-IEM.]
- DESY/HASYLAB, Experimentación en la línea BW4, Hamburg, Germany, 20-25<sup>th</sup> of October 2009.

**Aurora Nogales Ruiz.** Short stays:

- Instituto Laue-Langevin, France, 28-30<sup>th</sup> of March 2009.
- ESRF, Experimentación en la línea BM16, Grenoble, France, 16-20<sup>th</sup> of April 2009.
- Laboratorio del reactor nuclear FRMII, Garching, Munich, Germany, 23-27<sup>th</sup> of November 2009.

**Alejandro Sanz Parras.** Short stays:

- ESRF, Experimentación en la línea BM16, Grenoble, France, 16-20<sup>th</sup> of April 2009.
- Instituto Laue-Langevin, Grenoble, France, 20-25<sup>th</sup> of October 2009.

**Carmen Arribas Arribas.** Short stay:

- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 8-13<sup>th</sup> of July 2009.

**Jaime Javier Hernández Rueda.** Short stays:

- ESRF, Grenoble, France, 5-9<sup>th</sup> of February 2009.
- DESY/HASYLAB, Hamburg, Germany, 4-7<sup>th</sup> of March 2009.
- DESY/HASYLAB, Experimentación en la línea BW4, Hamburg, Germany, 20-25<sup>th</sup> of October 2009.

**CAPÍTULO 6**  
**PUBLICACIONES Y PRODUCCIÓN**  
**CIENTÍFICA**

**CHAPTER 6**  
**PUBLICATIONS AND SCIENTIFIC**  
**PRODUCTION**



## 6.1 PUBLICACIONES EN REVISTAS Y PROCEEDINGS ISI / ISI PUBLICATIONS

### 6.1.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS

1. J. Carretero-Gonzalez , H. Retsos, E.P. Giannelis, T.A. Ezquerra, M. Hernandez and M.A. Lopez-Manchado.  
*Miscibility-dispersion, interfacial strength and nanoclay mobility relationships in polymer nanocomposites.* Soft Matter **5**(18), 3481-3486 (2009).
2. V.L. Cruz, J. Ramos, J. Martínez-Salazar, S. Gutierrez-Oliva, and A. Toro-Labbé.  
*Theoretical Study on a Multicenter Model Based on Different Metal Oxidation States for the Bis(imino)pyridine Iron Catalysts in Ethylene Polymerization.* Organometallics **28**(20), 5889-5895 (2009).
3. A.Flores, F. Ania and F.J. Baltá Calleja.  
*From the glassy state to ordered polymer structures: A microhardness study.* Polymer **50**, 729-746 (2009).
4. J. J. Hernández, M.C. García-Gutiérrez, A. Nogales, D. R. Rueda and T. A. Ezquerra.  
*Shear Effect on Crystallizing Single Wall Carbon Nanotube/Poly(butylene terephthalate) Nanocomposites.* Macromolecules **42**(13), 4374–4376 (2009).
5. J.J. Hernández, M.C. García-Gutiérrez, A. Nogales, D.R. Rueda, M. Kwiatkowska, A. Szymczyk, Z. Roslaniec, A. Concheso, I. Guinea and T.A. Ezquerra.  
*Influence of preparation procedure on the conductivity and transparency of SWCNT-polymer nanocomposites.* Composites Science and Technology **69**(11-12) Special Iss, 1867-1872 (2009).
6. R. Hernández, J. Sacristán, A. Nogales, T.A.Ezquerra and C. Mijangos.  
*Structural Organization of Iron Oxide Nanoparticles Synthesized Inside Hybrid Polymer Gels Derived from Alginate Studied with Small-Angle X-ray Scattering.* Langmuir **25** (22), 13212–13218, (2009).
7. A.Linares and R. Benavente.  
*Effect of Sulfonation on Thermal, Mechanical, and Electrical Properties of Blends Based on Polysulfones.* Polymer Journal **41**(5), 407-415 (2009).
8. G.-E. Logotheti, J. Ramos and I.G. Economou.  
*Molecular Modeling of Imidazolium-Based [Tf<sub>2</sub>N] Ionic Liquids: Microscopic Structure, Thermodynamic and Dynamic Properties, and Segmental Dynamics.* Journal of Physical Chemistry B **113**(20), 7211-7224 (2009).
9. J. Martín, C. Mijangos, A. Sanz, T.A. Ezquerra and A. Nogales.  
*Segmental Dynamics of Semicrystalline Poly(vinylidene fluoride) Nanorods.* Macromolecules **42**(14), 5395–5401 (2009).
10. C. Navio, J. Alvarez, M.J. Capitán, J. Camarero and R. Miranda.  
*Thermal stability of Cu and Fe nitrides and their applications for writing locally spin valves.* Applied Physics Letters **94** (26), Article Number: 263112 (2009).
11. M. Pieruccini and T.A. Ezquerra.  
*Segmental relaxation in semicrystalline polymers: A mean-field model for the distribution of relaxation times in confined regimes.* European Physical Journal E **29**(2), 163-171 (2009).
12. I.Puente Orench, N. Stribeck, F. Ania, E. Baer, A. Hiltner and F.J. Baltá Calleja.  
*SAXS Study on the Crystallization of PET under Physical Confinement in PET/PC Multilayered Films.* Polymer **50**, 2680-2687 (2009).

13. N. Robledo, J.F. Vega, J. Nieto and J. Martínez-Salazar.  
*The role of the interface in melt linear viscoelastic properties of LLDPE/LDPE blends: Effect of the molecular architecture of the matrix (p NA).*  
Journal of Applied Polymer Science **114**(1), 420-429 (2009).
14. S.L. Souza, M.J. Capitán, J. Alvarez, S.S. Funari, M.H. Lameiro and E. Melo.  
*Phase Behavior of Aqueous Dispersions of Mixtures of N-Palmitoyl Ceramide and Cholesterol: A Lipid System with Ceramide-Cholesterol Crystalline Lamellar Phases.*  
Journal of Physical Chemistry B **113** (5), 1367-1375 (2009)
15. J.F. Vega, J. Martínez-Salazar, M. Trujillo, M. L. Arnal, A.J. Müller , S. Bredeau and Ph. Dubois.  
*Rheology, Processing, Tensile Properties, and Crystallization of Polyethylene/Carbon Nanotube Nanocomposites.*  
Macromolecules **42**(13), 4719–4727 (2009).
16. J.F. Vega, G.W.M. Peters, and D. Hristova.  
*Flow induced crystallisation regimes and rheology of isotactic polypropylene: effect of molecular architecture.*  
Journal of Thermal Analysis Calorimetry **98**(3), 655-666 (2009).

## **6.2 PUBLICACIONES EN REVISTAS NO JCR/ISI / NON JCR-ISI PUBLICATIONS**

### **6.2.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

1. J. Martínez-Salazar and J.F. Vega.  
*Una Mirada a la Física de Polímeros en España.*  
Revista Española de Física, Vol. Octubre-Diciembre, 53-57 (2009).

## **6.3 LIBROS, MONOGRAFÍAS Y PUBLICACIONES DE PROCEEDINGS / BOOKS, PROCEEDINGS AND OTHER PUBLICATIONS**

### **6.3.6 DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

1. T.A. Ezquerro, M.C. Garcia-Gutierrez, A. Nogales, and M. Gomez (Eds.).  
“Applications of Synchrotron Light to Scattering and Diffraction in Materials and Life Sciences”  
Series: [Lecture Notes in Physics](#) , Vol. 776, 2009, XVI, 318 p. 177 illus., 20 in color., Hardcover  
ISBN: 978-3-540-95967-0.
2. M.C. García-Gutiérrez and D.R. Rueda.  
*Bases of Synchrotron Radiation, Light Sources, and Features of X-Ray Scattering Beamlines*  
“Applications of Synchrotron Light to Scattering and Diffraction in Materials and Life Sciences”  
Chapter 1, pages 1-22 (2009).  
Book Series [Lecture Notes in Physics](#) Publisher Springer Berlin / Heidelberg ISSN 1616-6361 Volume  
776/2009. DOI 10.1007/978-3-540-95968-7 Copyright 2009 ISBN 978-3-540-95967-0 DOI 10.1007/978-3-540-95968-7\_1.

## **6.4 TESIS DOCTORALES / Ph. D. THESES**

### **6.4.6. DPTO. DE FÍSICA MACROMOLECULAR / MACROMOLECULAR PHYSICS**

*Title: Estructura y Propiedades de Poliolefinas Obtenidas Mediante Síntesis Dual.*  
*University: Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid.*

*Date:* 18<sup>th</sup> of December 2009.

*Mark:* Sobresaliente “cum laude”.

*Candidate:* **Jon Otegui de la Fuente.**

*Supervisor:* **Juan Francisco Vega Borrego and Víctor Cruz Cañas.**