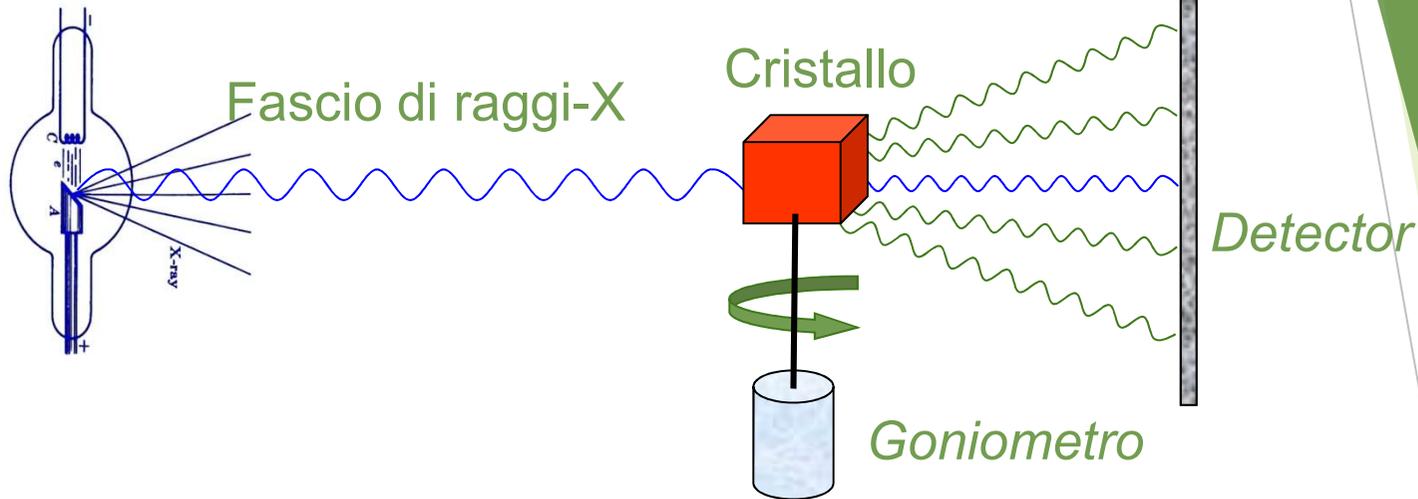




**L'ESPERIMENTO DI  
DIFFRAZIONE DA  
CRISTALLO SINGOLO:  
STRUMENTAZIONE**

# L'esperimento di diffrazione da cristallo singolo

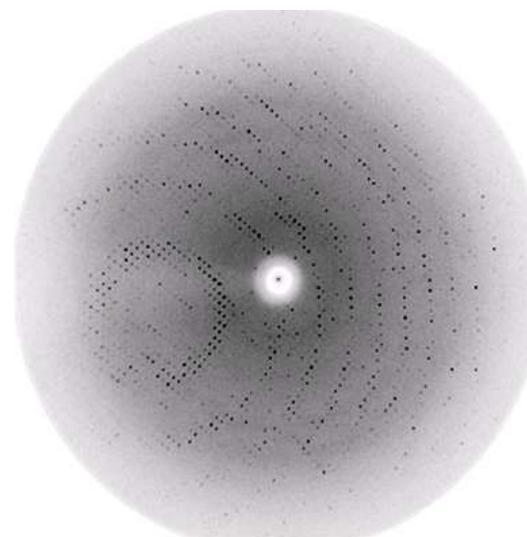
*Sorgente di raggi-X*



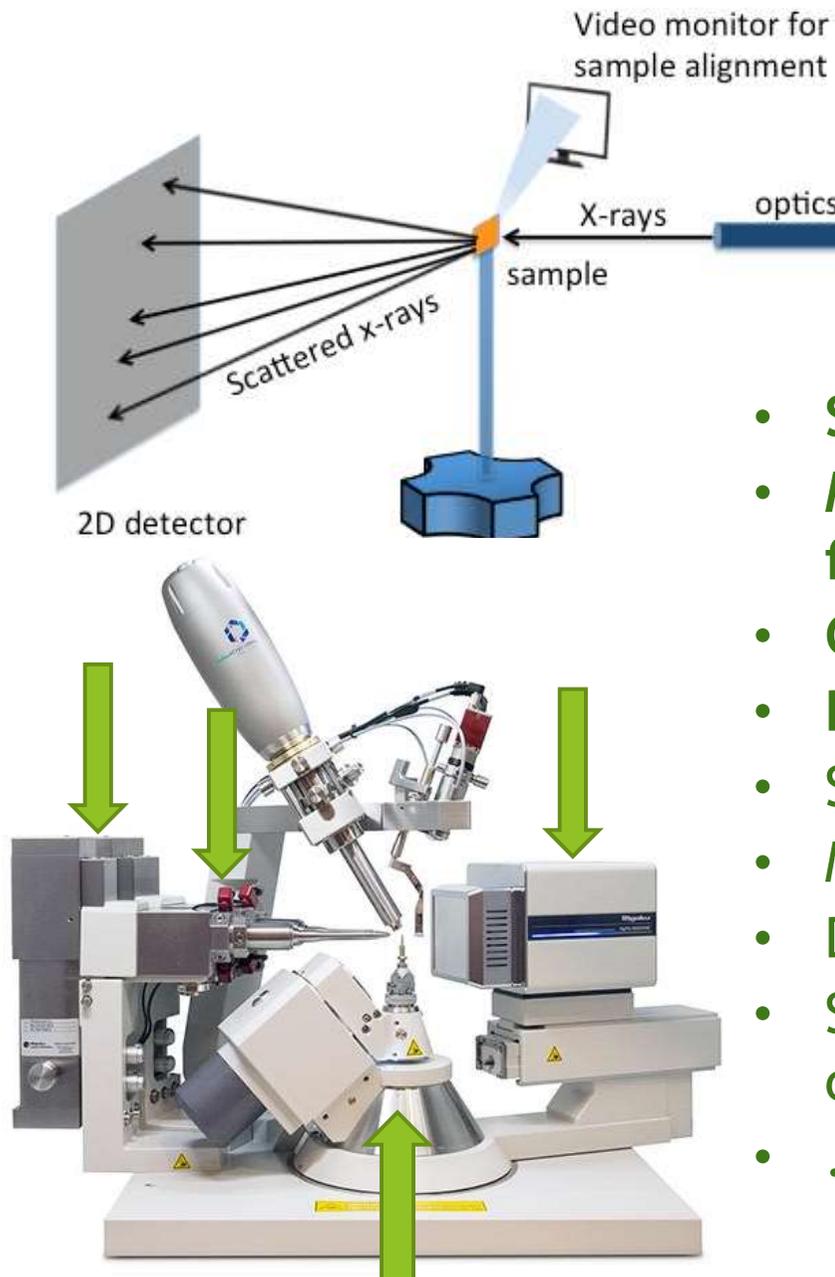
## ***Pattern di diffrazione***

Posizione degli spot: dimensioni della cella elementare e geometria del reticolo

Intensità degli spot: atomi contenuti nella cella elementare e loro posizione



# Diffrattometro a raggi X



- Sorgente di raggi X (5-25 keV)
- Monocromatore e sistema di focalizzazione
- Goniometro
- Detector
- Sistema cryo
- Microscopio ottico per centratura
- Detector per fluorescenza
- Sistema automatico di cambio dei campioni
- ...

# Sorgente di raggi X



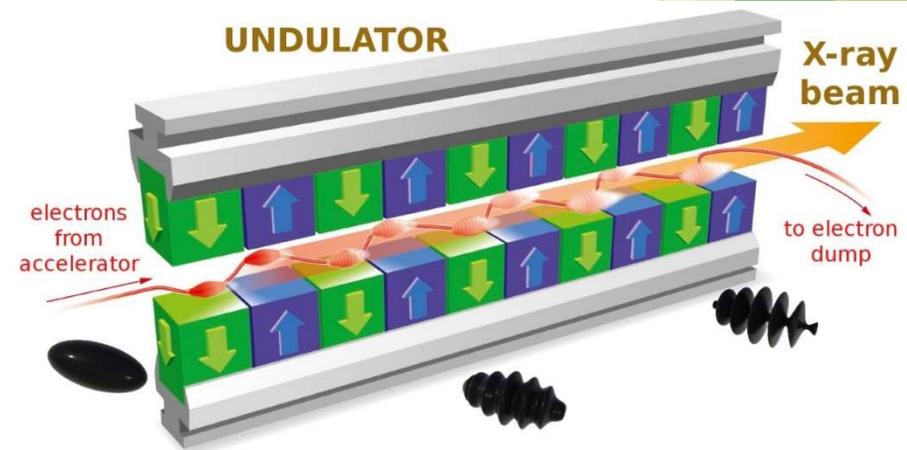
Tubi a raggi X



Sincrotrone



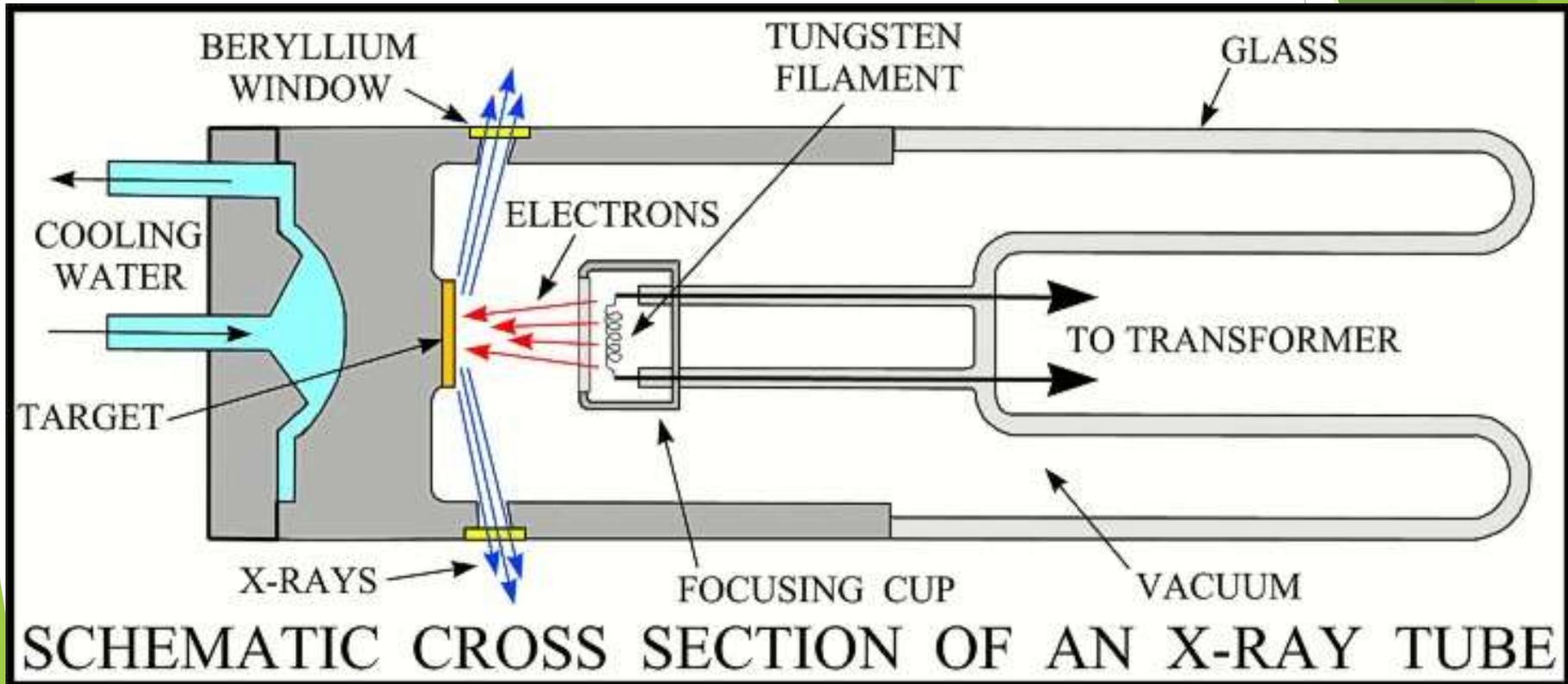
Tubo ad anodo rotante



X-FEL  
(X-ray Free Electron Laser)

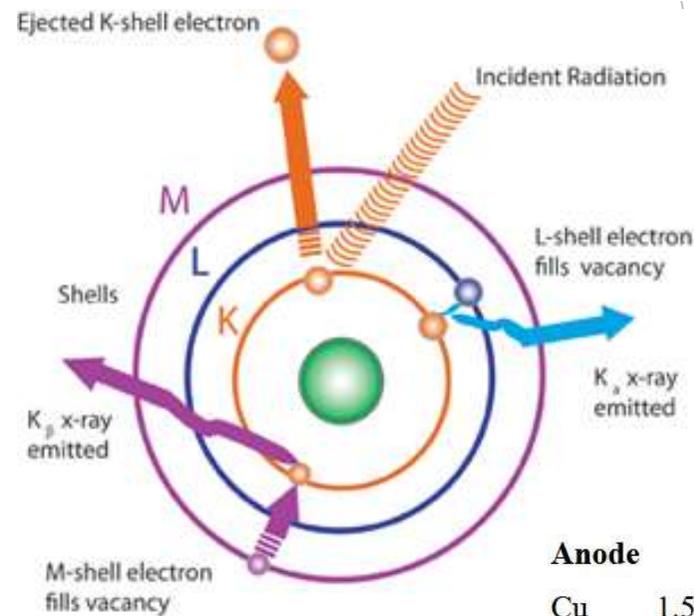
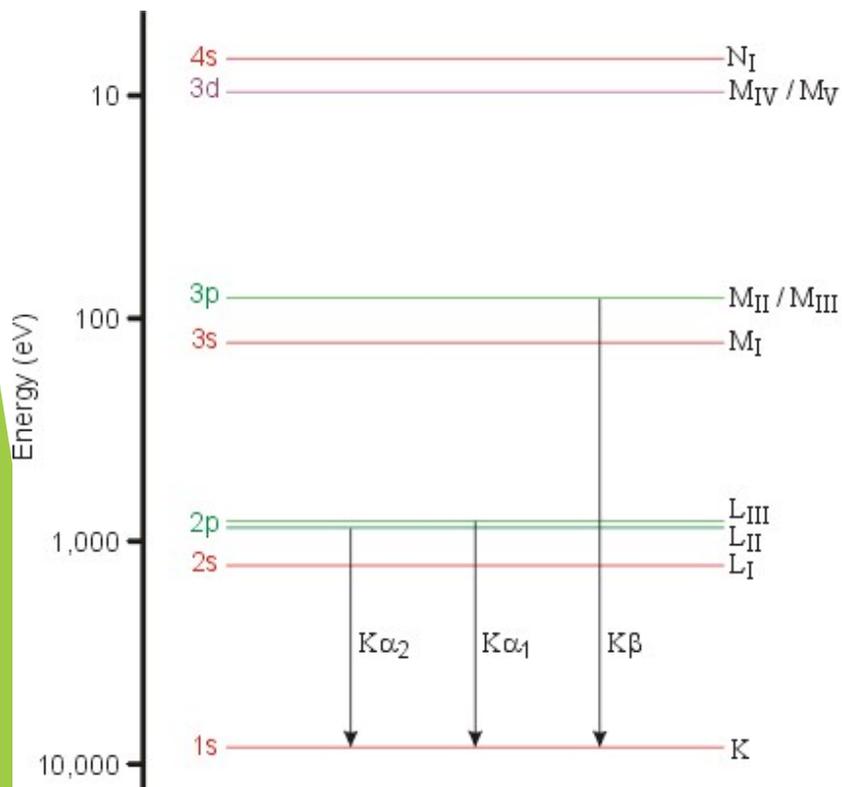
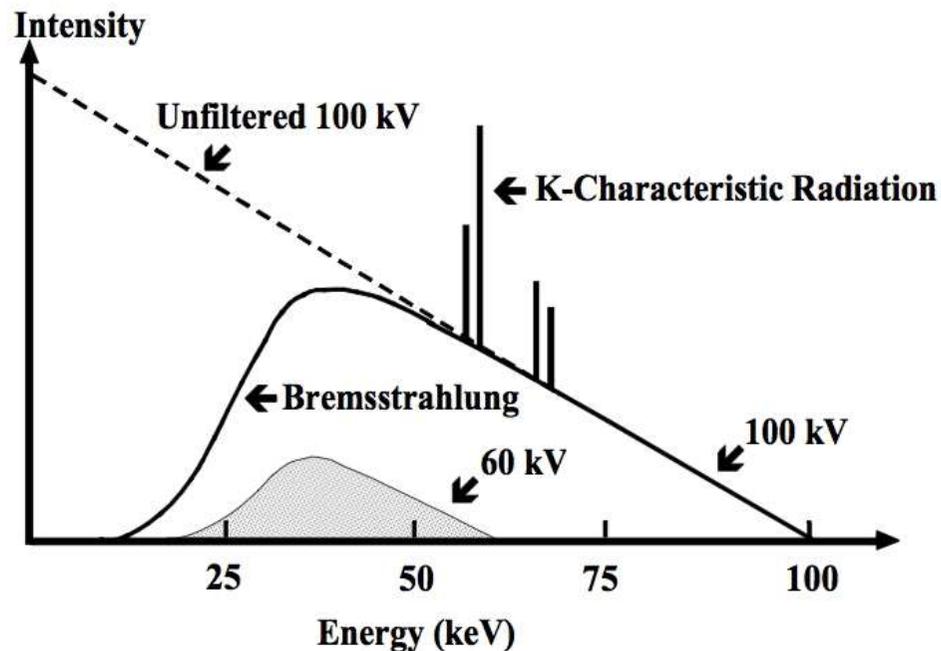


## Tubo a raggi X



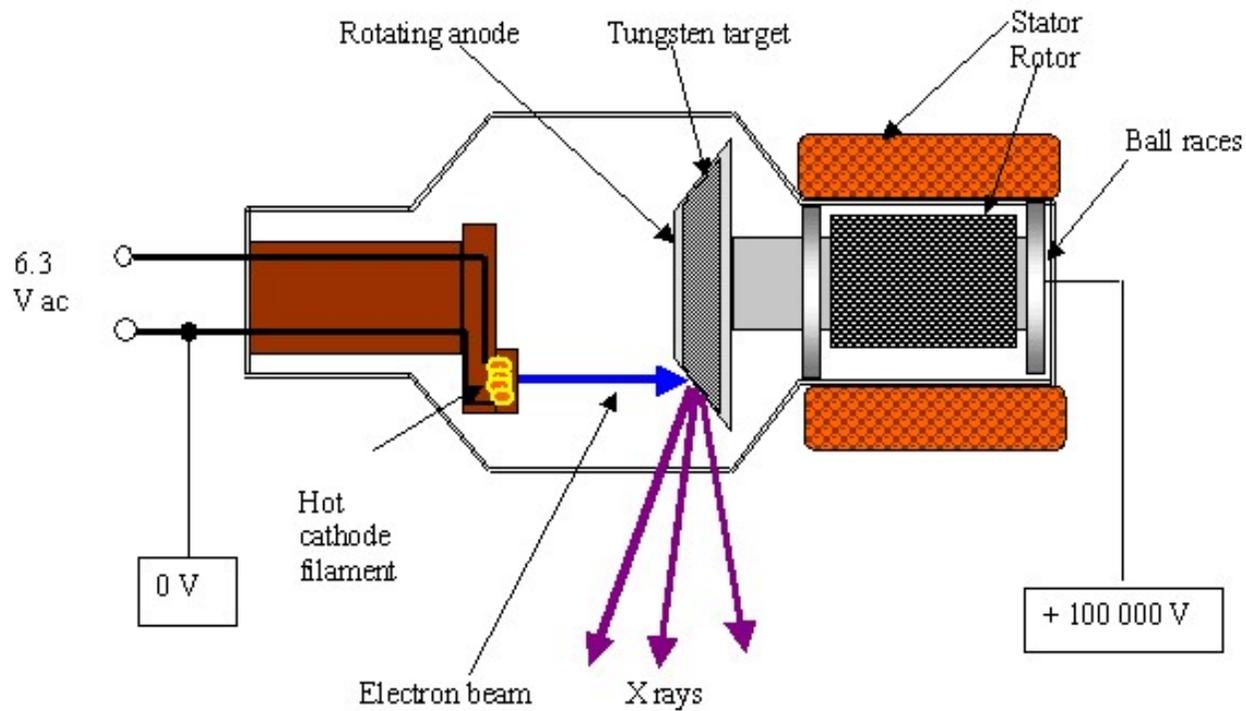
**Radiazione di bremsstrahlung:** dovuta alla decelerazione degli elettroni incidenti nel target di metallo.

**Radiazione caratteristica:** corrisponde a transizioni elettroniche, con lunghezza d'onda caratteristica a seconda del metallo del target.



Anode	K $\alpha$	K $\beta$
Cu	1.54184 Å	1.39222 Å
Mo	0.71073 Å	0.63229 Å

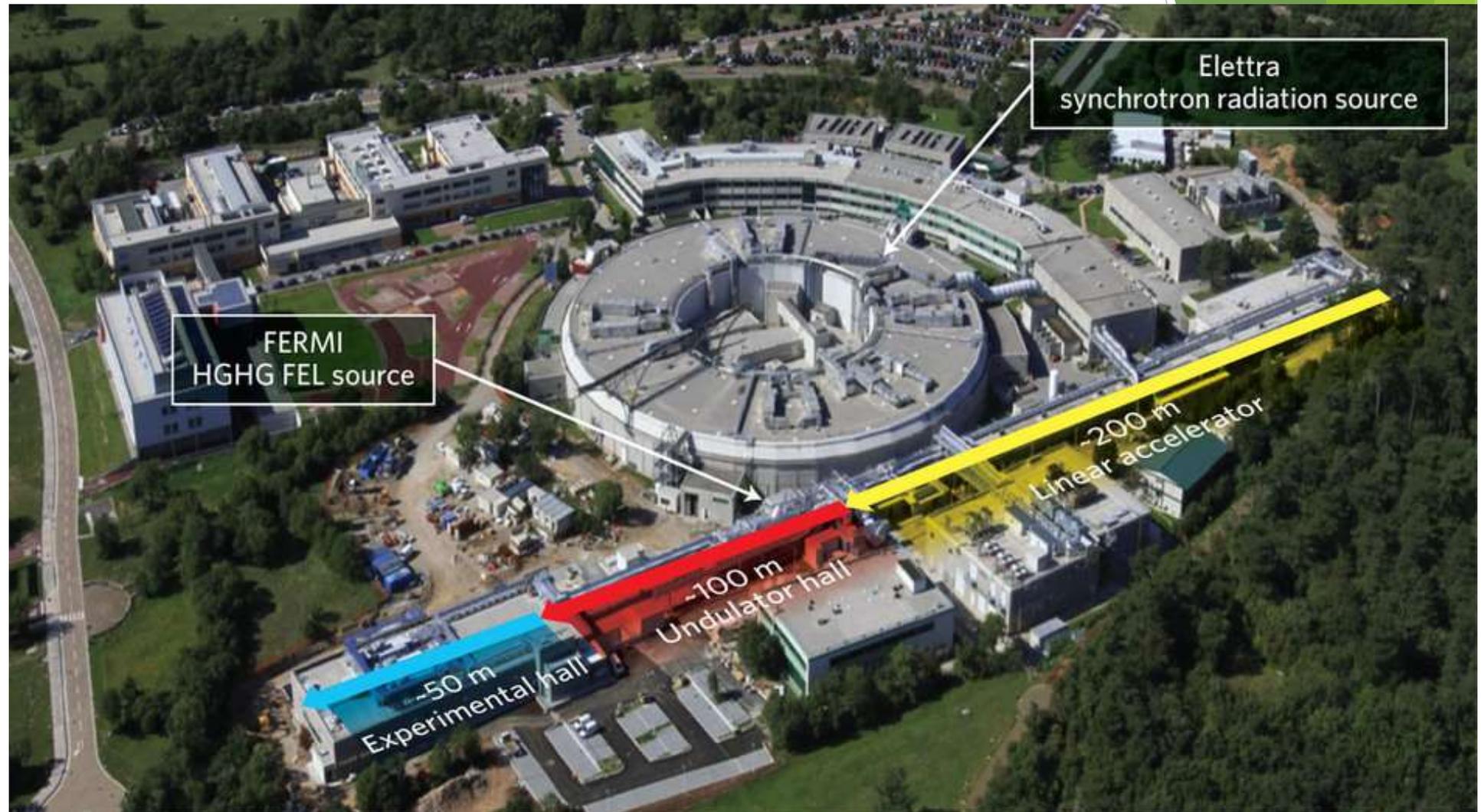
# Tubo ad anodo rotante



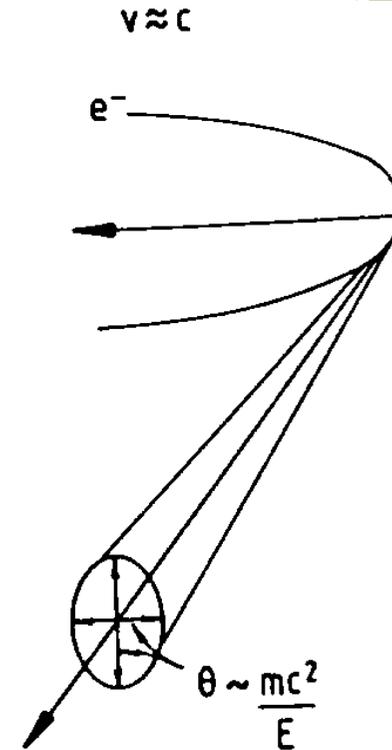
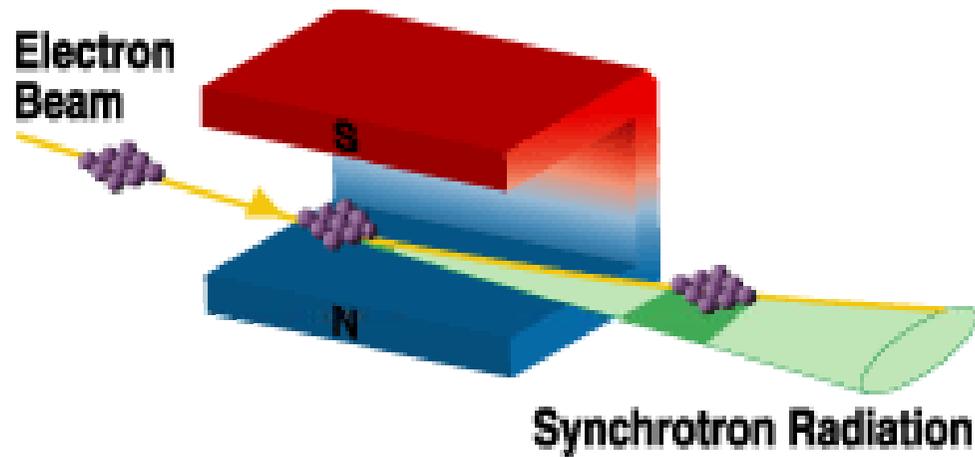
- Anodo rotante cilindrico
- Raffreddamento dell'anodo più efficiente
- Richiede che il sistema sia mantenuto sotto vuoto
- Maggiore flusso di fotoni, ma anche maggiore costo



# Sincrotrone



# Sincrotrone

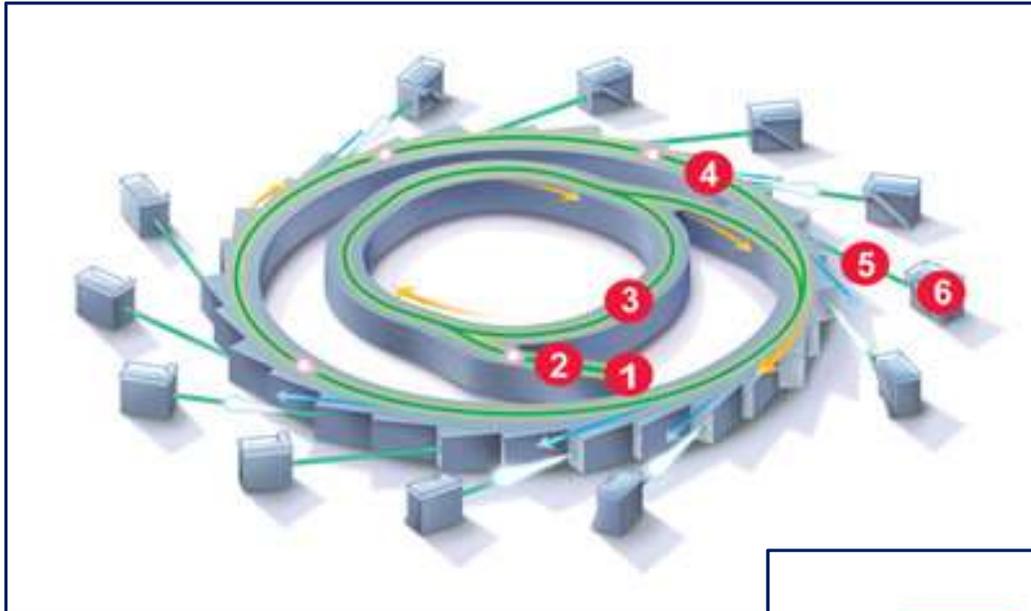


$$Q = 88.47 \cdot E^4 \cdot I / r$$

Q (potenza totale irradiata) in kW

- E (energia) in GeV
- I (corrente) in mA
- r (raggio di curvatura) in m

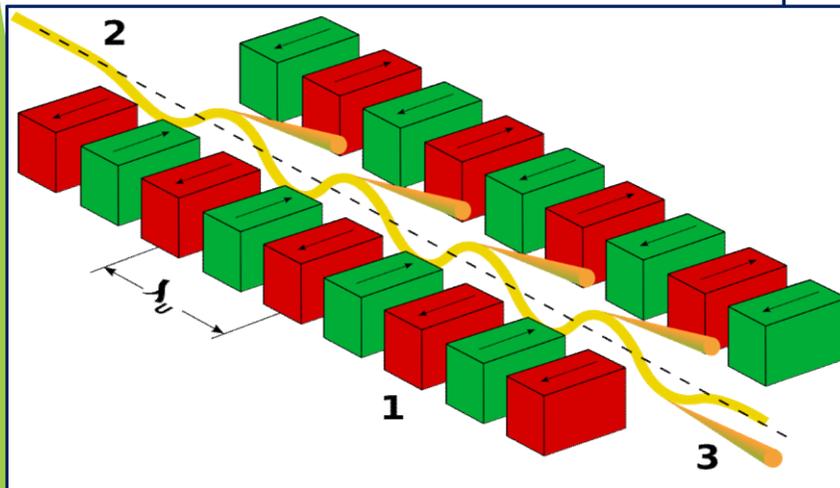
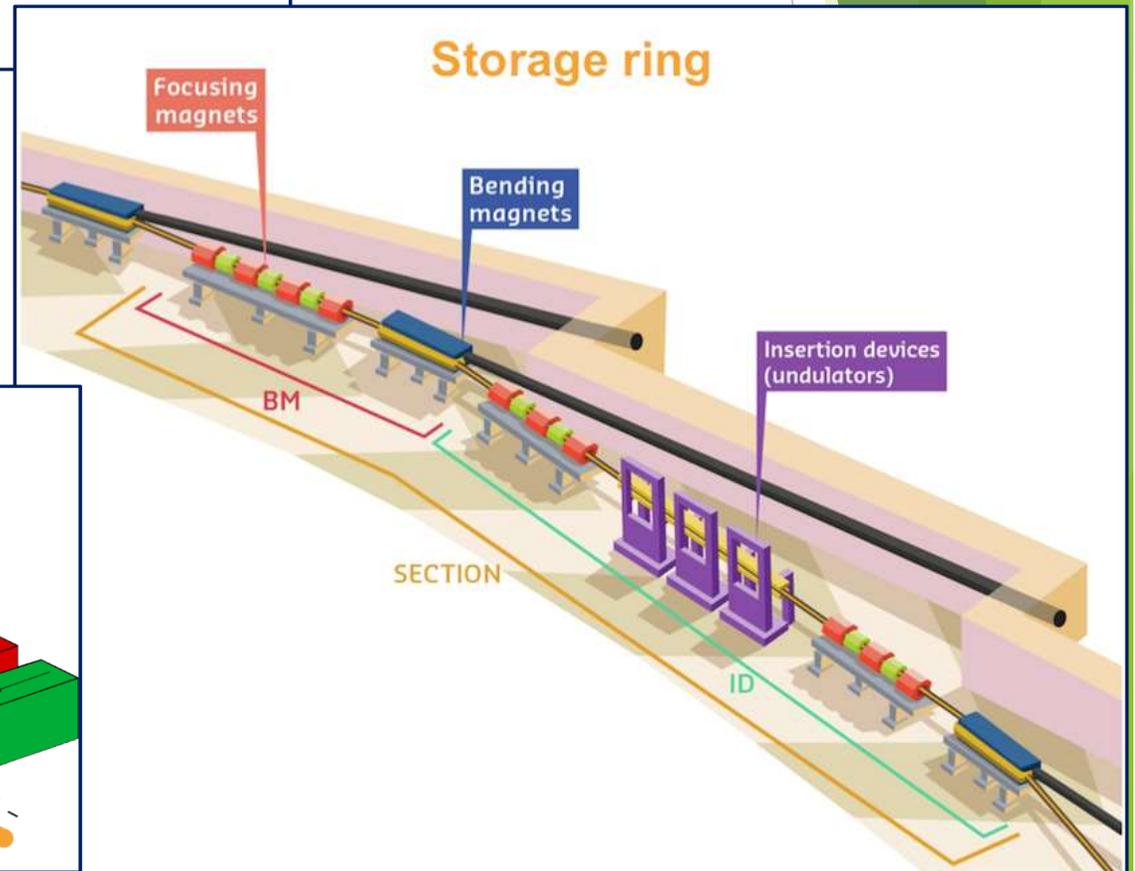
La distribuzione angolare dipende dalle caratteristiche dell'anello di sincrotrone



1. Sorgente di elettroni
2. Acceleratore lineare (Linac)
3. Booster ring
4. Anello di sincrotrone
5. Beamline
6. Stazione sperimentale

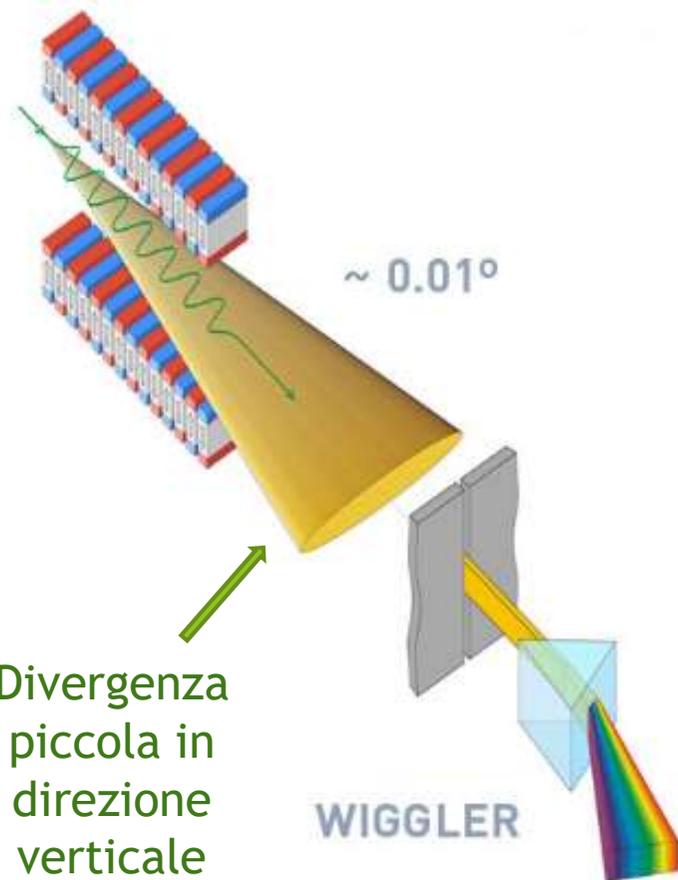
La radiazione viene ottenuta da:

- Magneti curvanti (bending)
- Insertion devices: ondulatori e wigglers

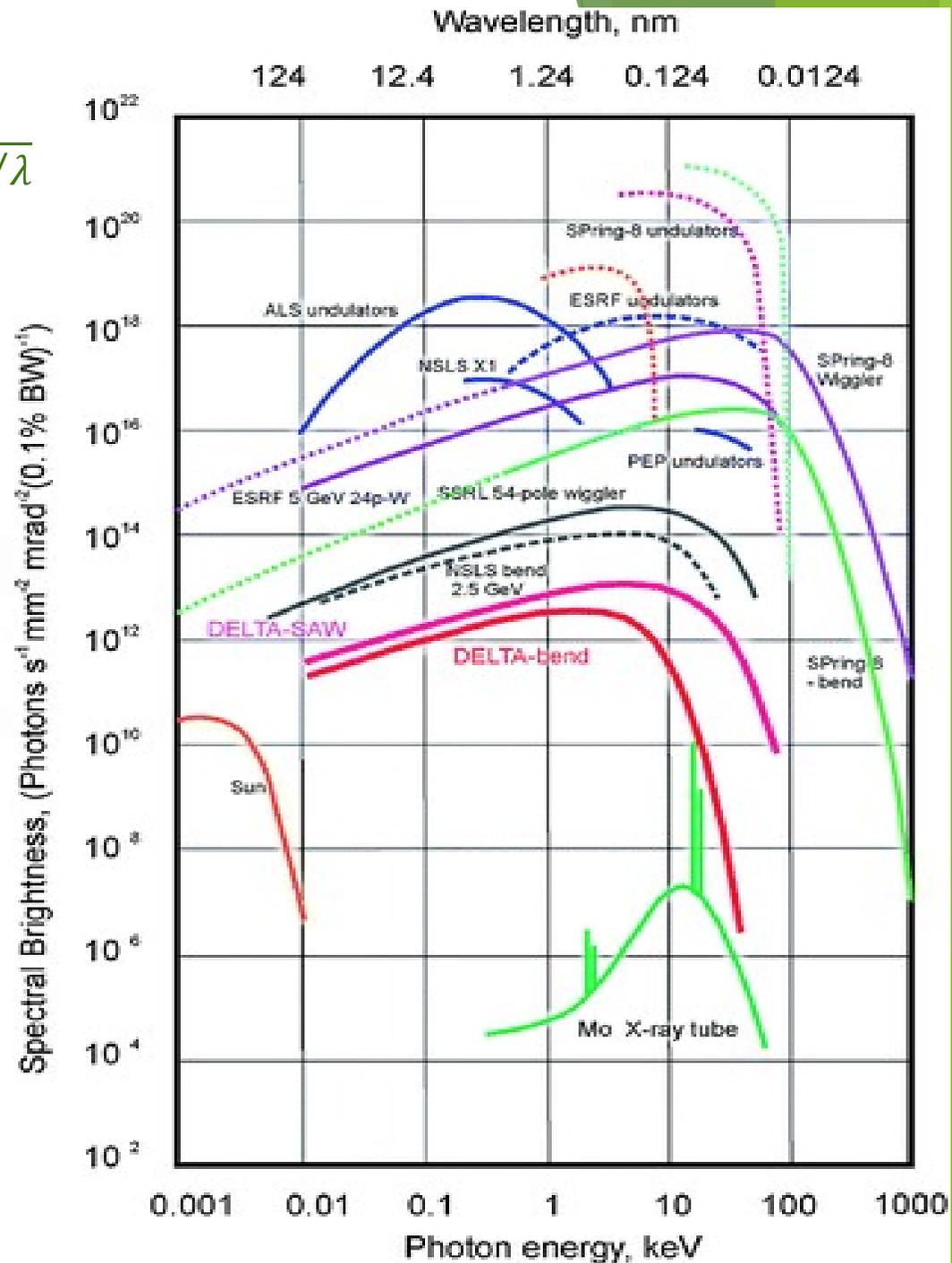


$$\text{Brillanza} = \frac{\text{fotoni/s}}{\text{mrad}^2 \cdot \text{mm}^2 \cdot 0.1 \cdot \delta\lambda/\lambda}$$

Brillanza: numero di fotoni per secondo per area superficiale, per angolo diedro, per banda passante



Divergenza piccola in direzione verticale

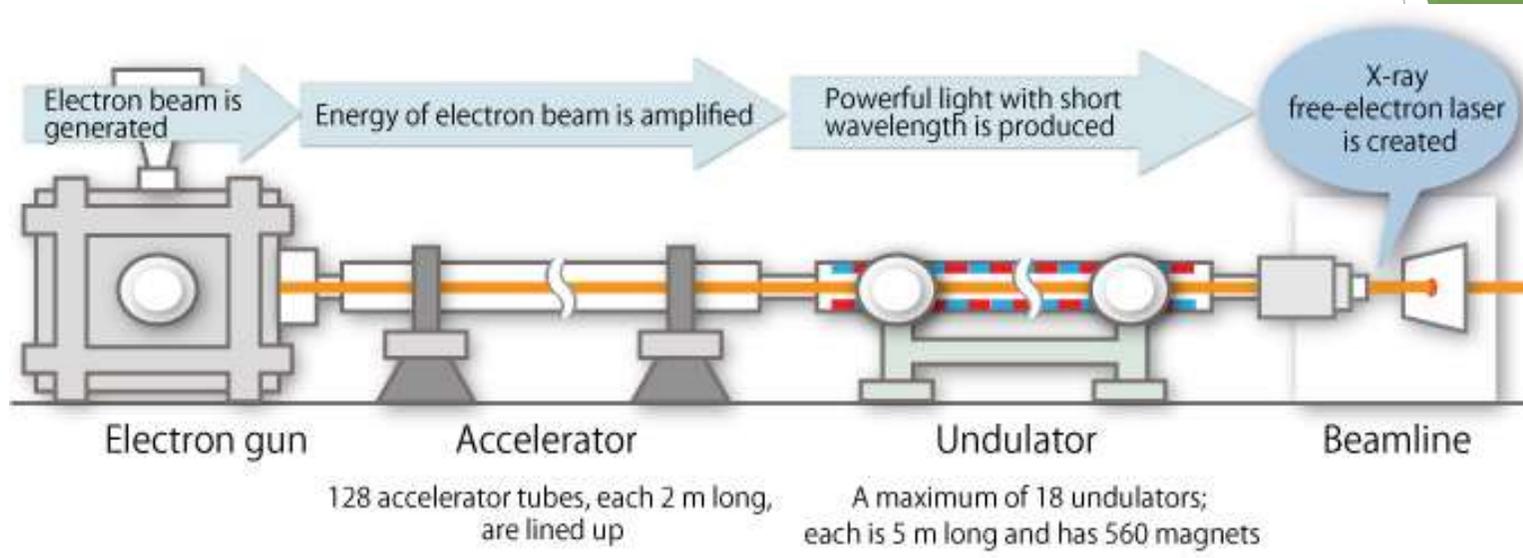


# Sincrotrone

- Elevata brillantezza: diversi ordini di grandezza più della radiazione da sorgente tradizionale
- Divergenza molto ridotta: fotoni focalizzati sul cristallo; questo permette di utilizzare cristalli piccoli ( $<50\ \mu\text{m}$ ); spot di dimensioni ridotte, in presenza di celle molto grandi (maggiori ai  $600\ \text{Å}$ ) meno problemi di sovrapposizione.
- Scelta della lunghezza d'onda: molto utile per tecniche di fase utilizzate in biocristallografia
- Luce bianca: possibili tecniche come la diffrazione Laue
- Polarizzazione della radiazione

# X-ray Free Electron Laser (XFEL)

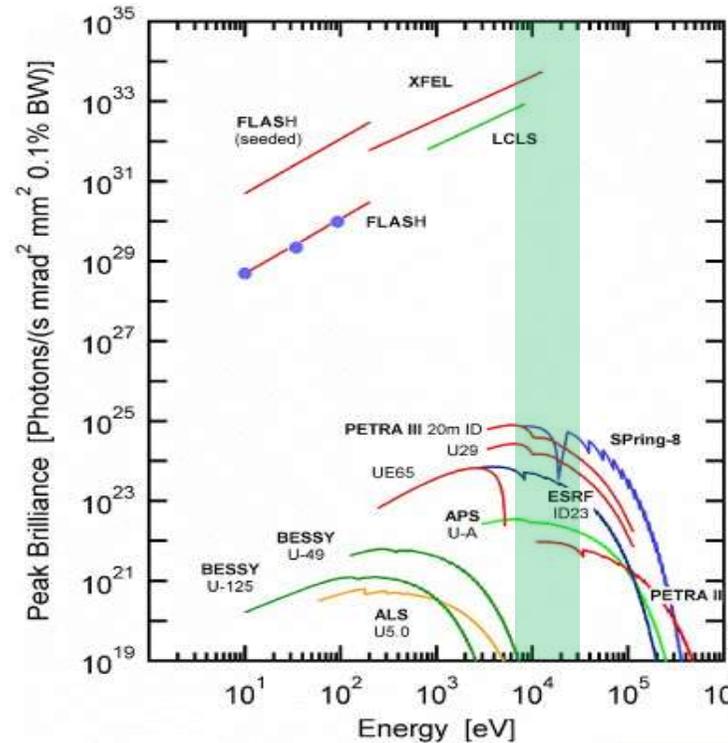
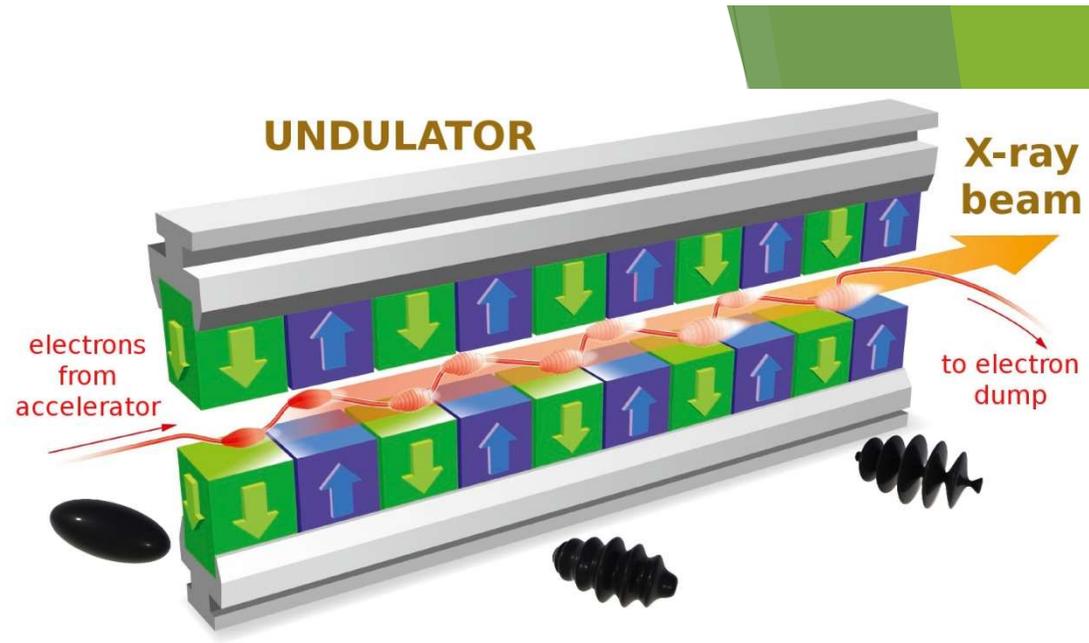
Nuova sorgente di raggi X, estremamente brillante, che fornisce una radiazione pulsata



# X-ray Free Electron Laser (XFEL)

I raggi X emessi dagli elettroni interagiscono con gli elettroni stessi e ne modulano la velocità, creando gruppi di elettroni distribuiti periodicamente e gruppi periodici di radiazione emessa.

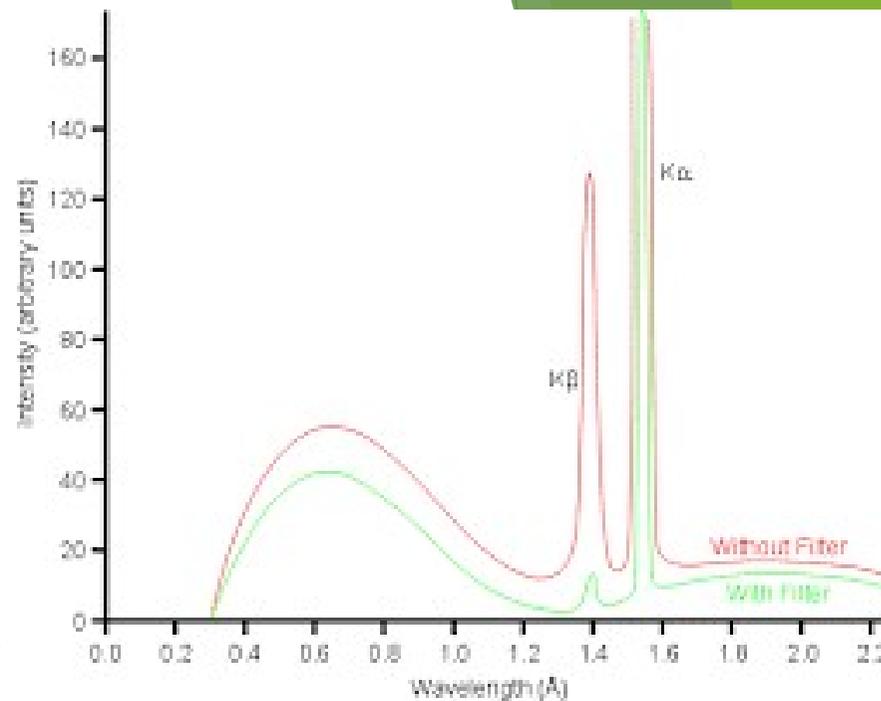
Periodo della radiazione:  
0,1 psec



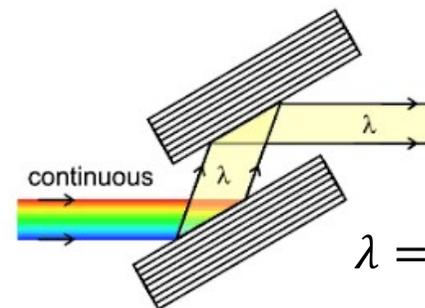
# Ottiche

- Per sorgenti tradizionali: filtri metallici dell'elemento che precede quello con cui è fatto l'anodo
- Per sorgenti di sincrotrone: monocromatore a cristallo doppio (ad esempio Si(111))

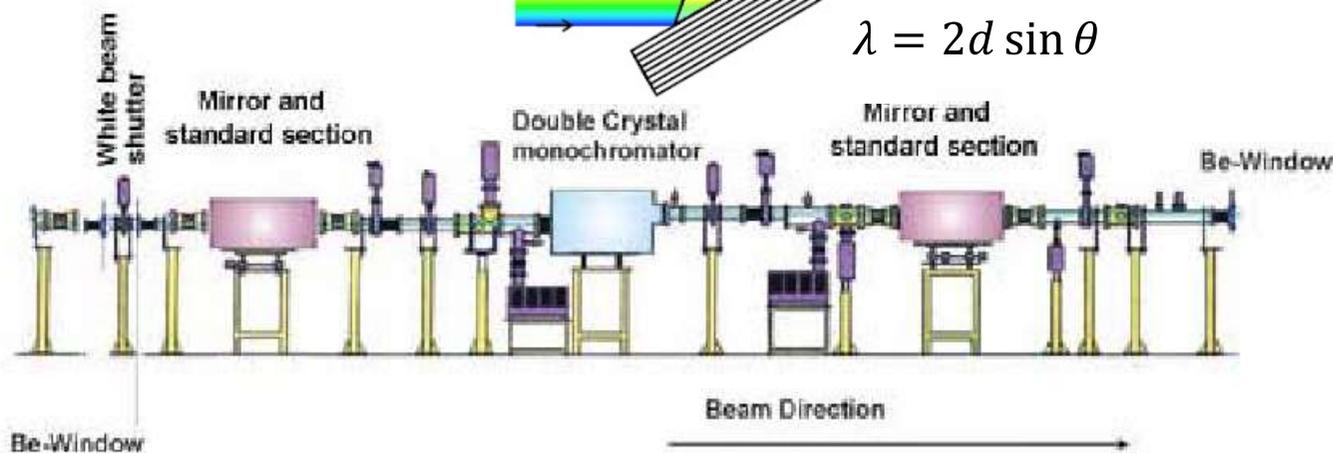
Specchi focalizzatori, collimatore, finestre di Be, aperture



Risoluzione:  
 $10^{-4} - 10^{-5} \text{ \AA}$



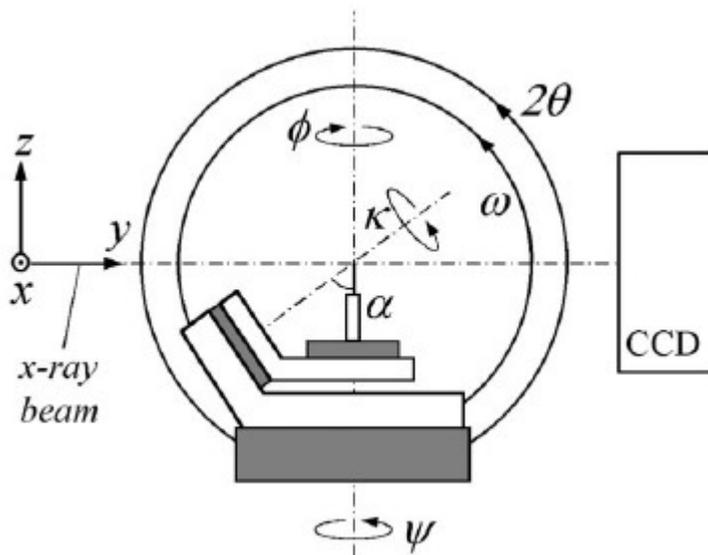
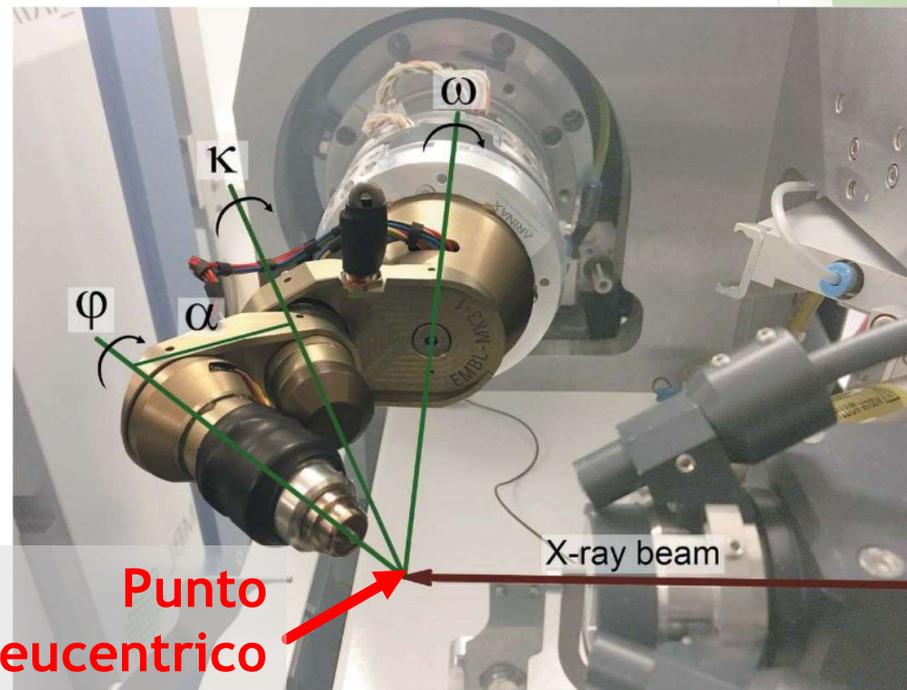
$$\lambda = 2d \sin \theta$$



# Goniometro

Singolo asse ( $\varphi$ ): rotazione attorno ad un asse unico, perpendicolare alla radiazione incidente

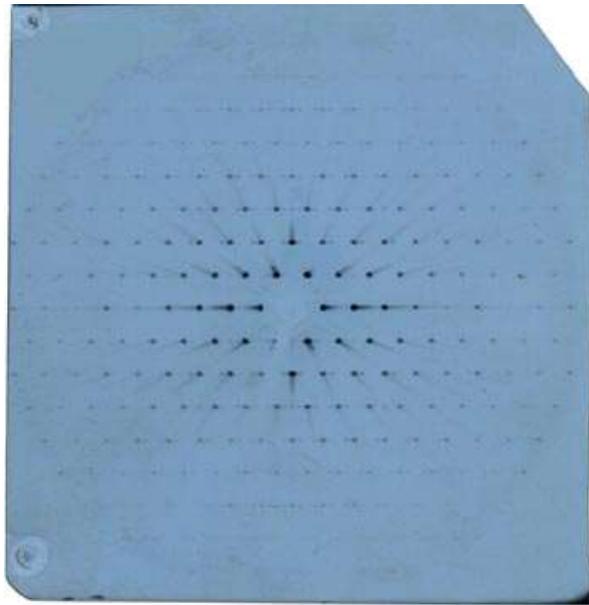
Goniometro a 4 cerchi: 3 assi di rotazione del cristallo e un asse aggiuntivo di rotazione del detector



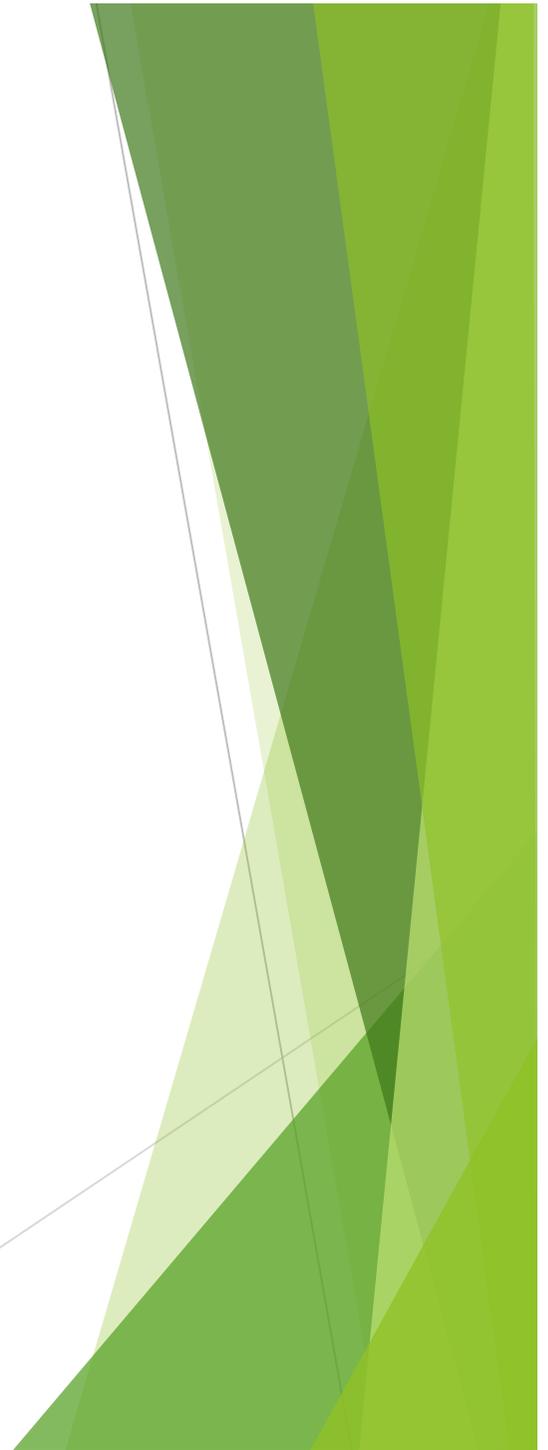
# Detector

Caratteristiche:

- ▶ Efficienza quantica
- ▶ Range dinamico
- ▶ Risoluzione spaziale

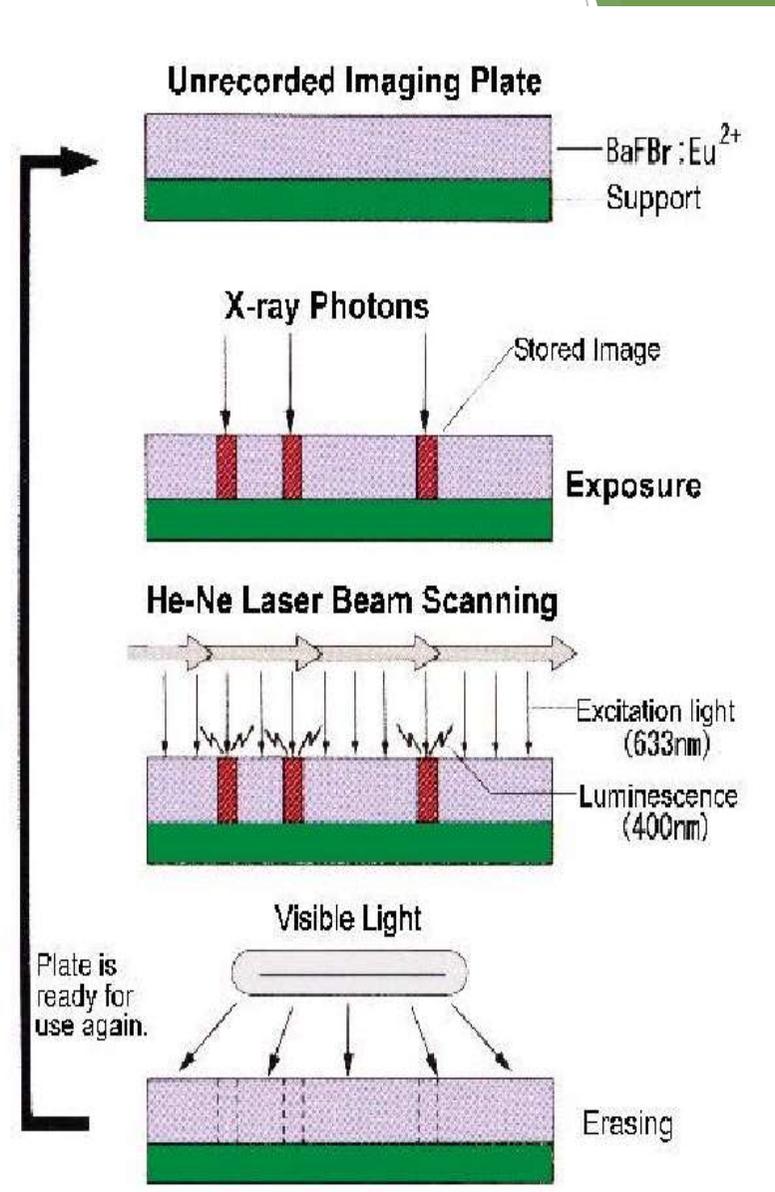


**Film  
fotografici**



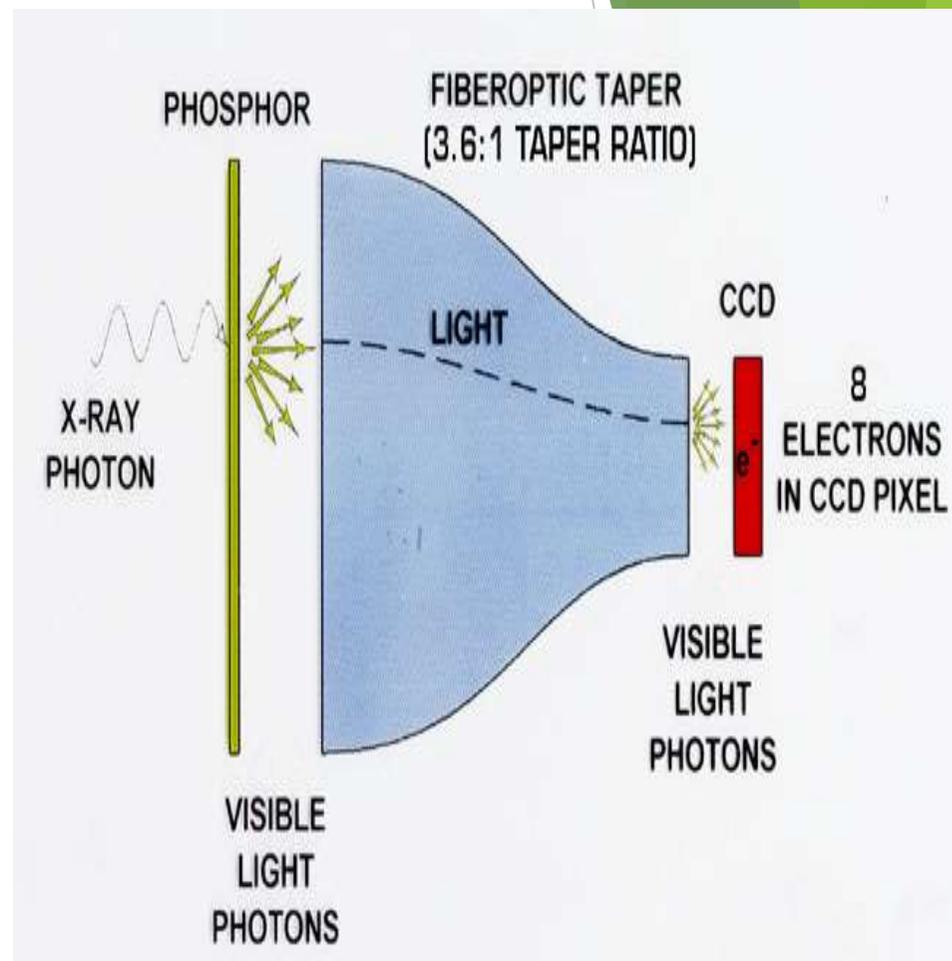
# Detector - Image plate

- I raggi-X eccitano gli elettroni di un semiconduttore drogato nella banda di conduzione dove sono intrappolati in **stati metastabili**.
- Quando sono esposti ad una luce visibile (laser) l'ulteriore eccitazione promuove questi elettroni ad uno stato instabile che li porta a decadere nello stato fondamentale mediante **emissione di fotoni** che vengono rilevati da un fotomoltiplicatore.
- Imaging Plates hanno una buona sensibilità, un alto range dinamico e un basso rumore di fondo
- Tempi morti dovuti alla lettura e azzeramento del detector molto lunghi (alcuni minuti)



# Detector - CCD

- I raggi X incidenti vengono assorbiti da un materiale fluorescente, che converte la radiazione X in radiazione visibile
- I fotoni del visibile eccitano gli elettroni di un semiconduttore nella banda di valenza e questi elettroni vengono contati da un sistema elettronico
- I chip CCD sono normalmente molto piccoli e vengono accoppiati mediante fibre ottiche ad uno schermo di dimensioni maggiori
- Hanno una ottima sensibilità, un ampio range dinamico e un ridotto tempo morto, ma hanno maggiore corrente di fondo degli Image Plate



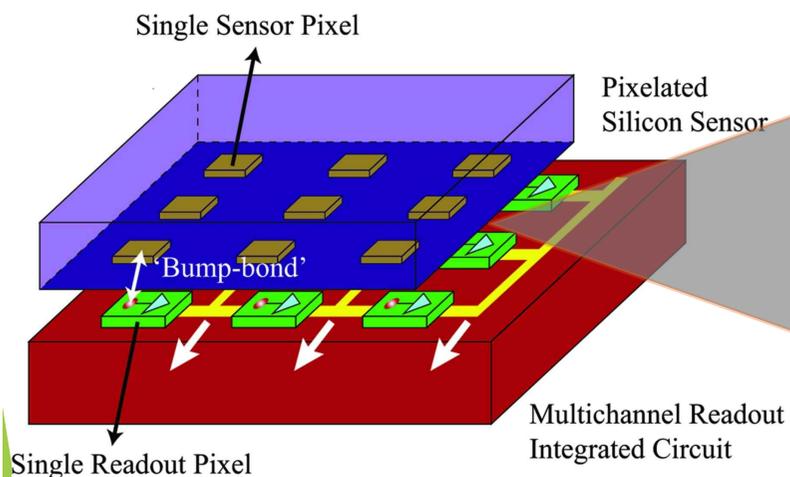
# Hybrid Pixel Array Detector

PILATUS, dall'Istituto Paul Scherrer & SLS  
single-photon counting mode  
CMOS-based detector (Complementary  
Metal-Oxide Semiconductor)

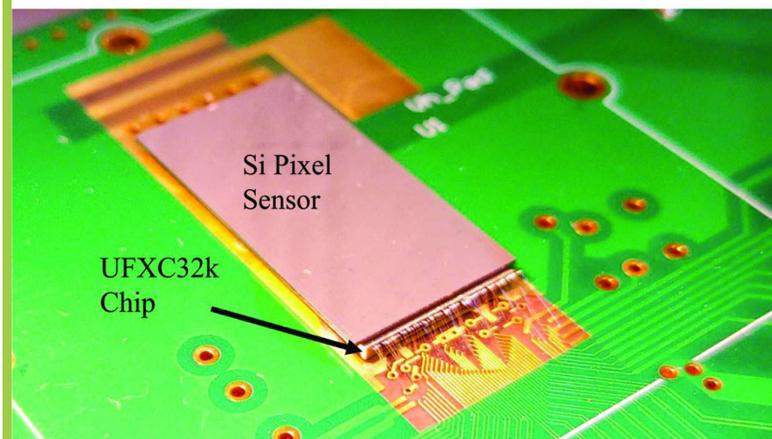


# Hybrid Pixel Array Detector

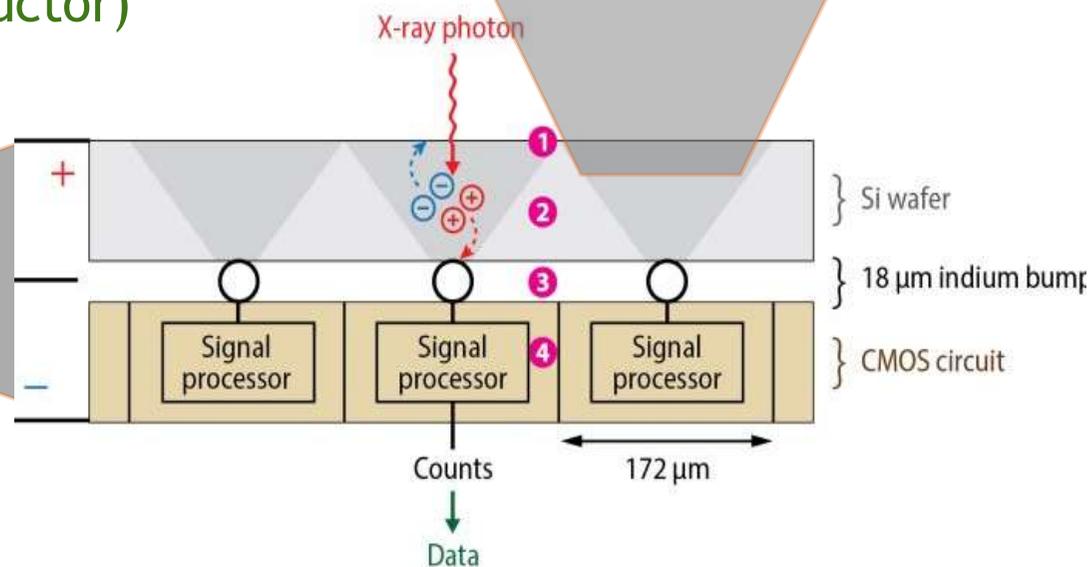
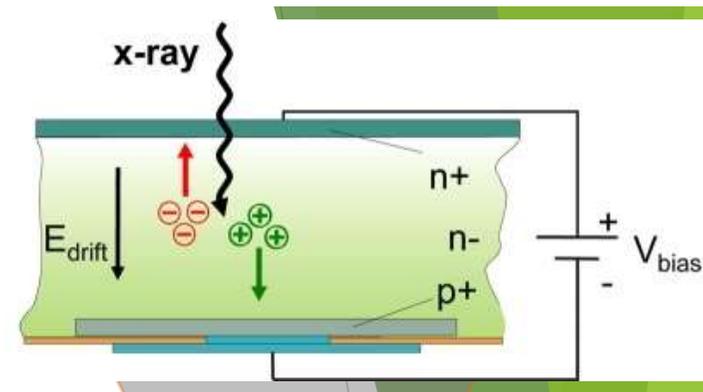
PILATUS, dall'Istituto Paul Scherrer & SLS  
 single-photon counting mode  
 CMOS-based detector (Complementary  
 Metal-Oxide Semiconductor)



(a)



(b)



- Massimo range dinamico
- Ottima risoluzione spaziale
- Alta efficienza quantica
- Basso rumore elettrico
- Velocissimo tempo di lettura dell'immagine (<6.7ms)

# Sistemi automatici di montaggio del cristallo

Per cristalli montati su loop di nylon e congelati in azoto liquido.  
Il loop è montato su base magnetica che viene a sua volta montata sulla testina goniometrica, sotto un flusso di azoto liquido a bassa temperatura



(a)



(b)



(c)