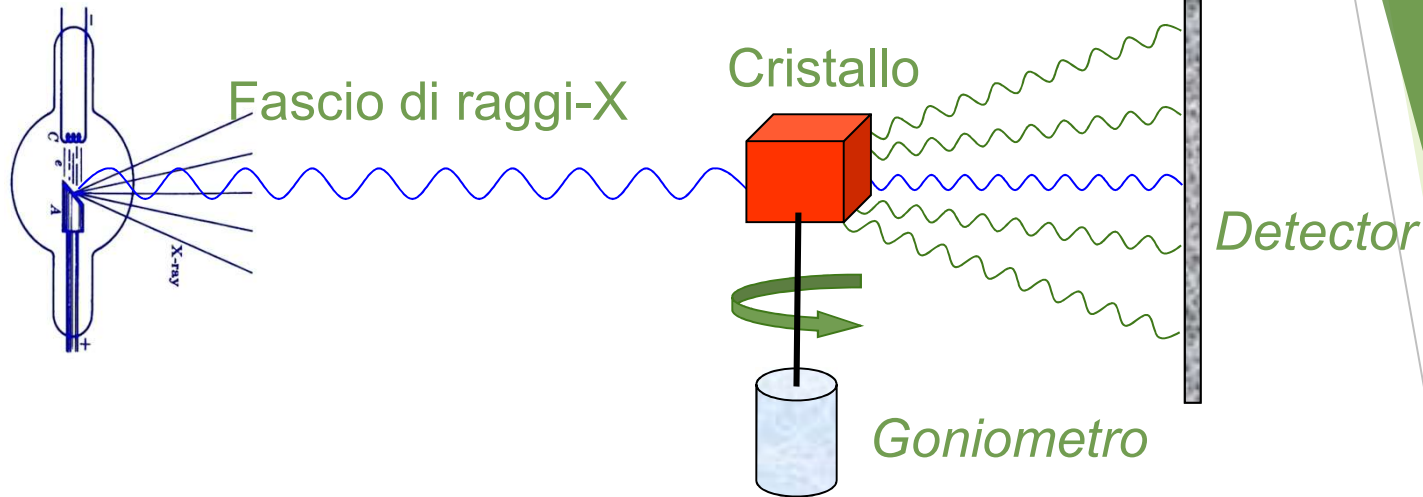




**L'ESPERIMENTO DI
DIFFRAZIONE DA
CRISTALLO SINGOLO:
STRUMENTAZIONE**

L'esperimento di diffrazione da cristallo singolo

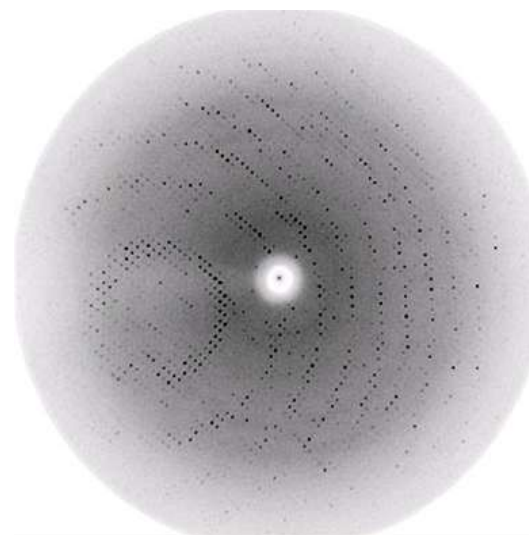
Sorgente di raggi-X



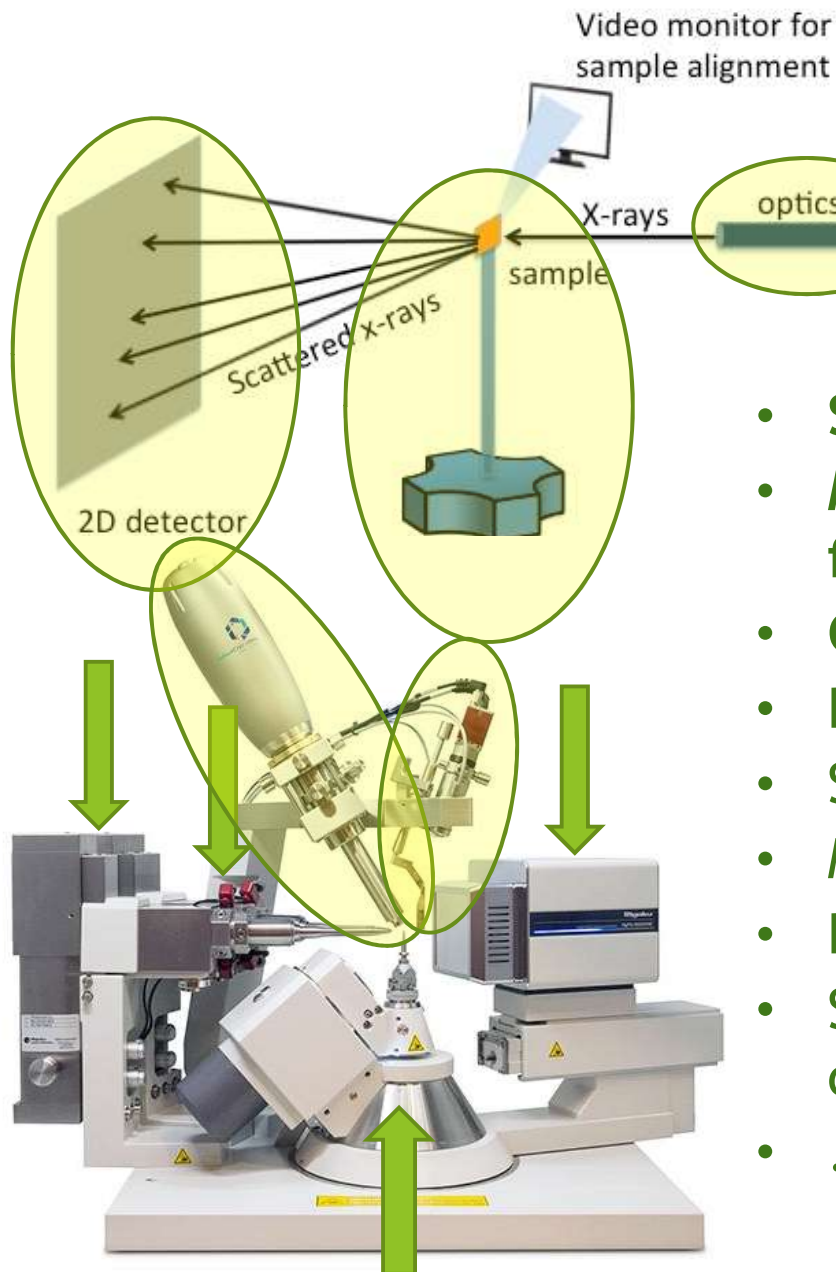
Pattern di diffrazione

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

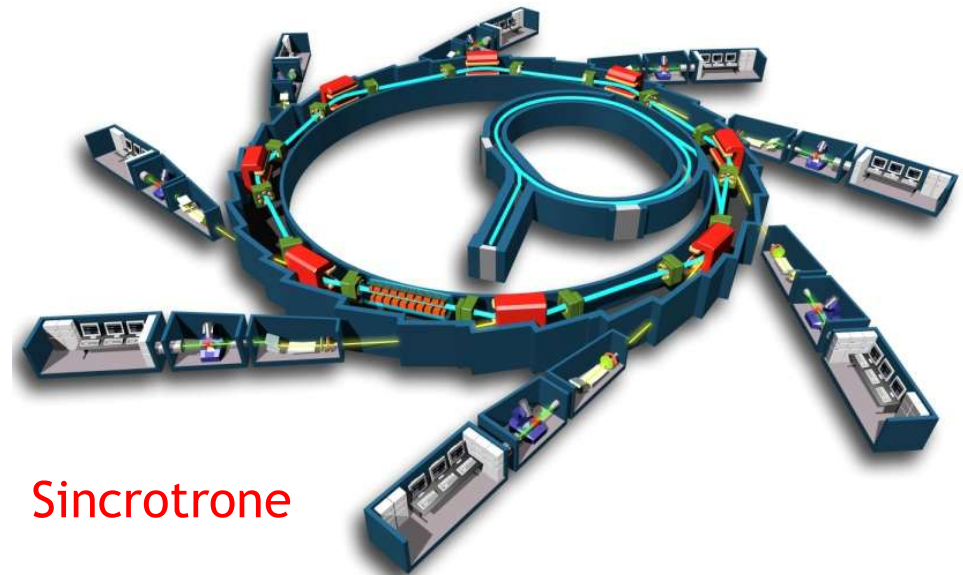


- Sorgente di raggi X (5-25 keV)
- Monocromatore e sistema di focalizzazione
- Goniometro
- Detector
- Sistema cryo
- Microscopio ottico per centratura
- Detector per fluorescenza
- Sistema automatico di cambio dei campioni
- ...

Sorgente di raggi X



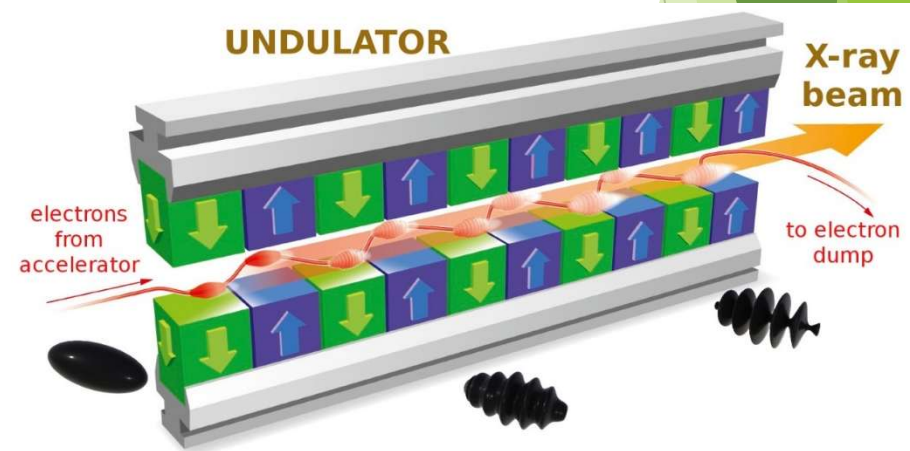
Tubi a raggi X



Sincrotrone



Tubo ad anodo rotante



X-FEL
(X-ray Free Electron Laser)

Caratteristiche della radiazione

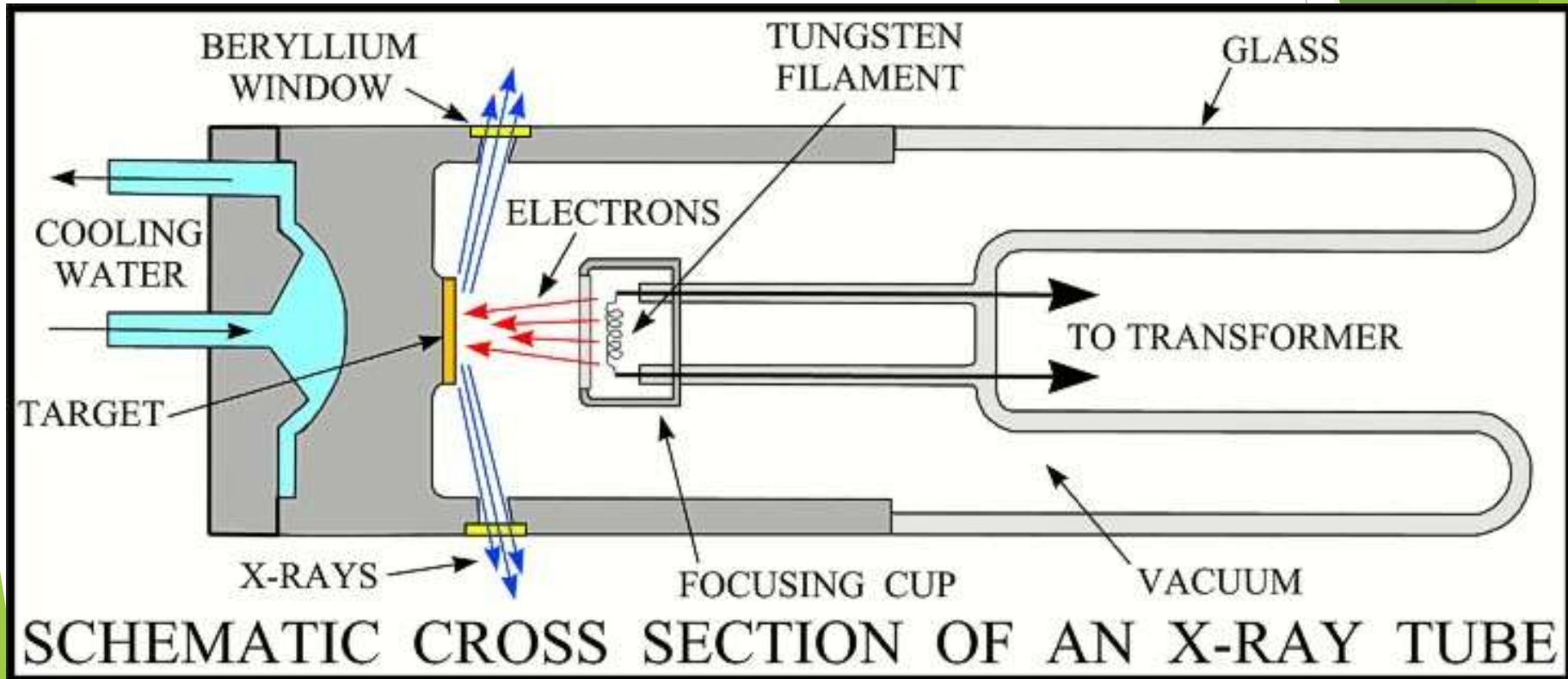
- **Lunghezza d'onda:** generalmente tra 0.4 e 2.5 Å (raggi X duri). L'esperimento di diffrazione viene effettuato di solito con una luce monocromatica ($\Delta\lambda < 0.001 \text{ \AA}$)

Alla lunghezza d'onda è associata la risoluzione massima che può essere ottenuta: $d_{min} = \frac{\lambda}{2 \sin\theta}$

- A causa dell'indice di rifrazione molto vicino a 1, non è possibile costruire lenti per focalizzare i raggi X
- **Intensità del fascio di raggi X:** l'intensità della radiazione diffratta dipende dall'intensità della radiazione incidente. Bisogna tenere conto, però, anche del danno da radiazione sul cristallo.
- **Coerenza del fascio di raggi X:**
 - Coerenza temporale: è legata a quanto monocromatico è il fascio di fotoni incidente
 - Coerenza spaziale: è legata alla divergenza del fascio

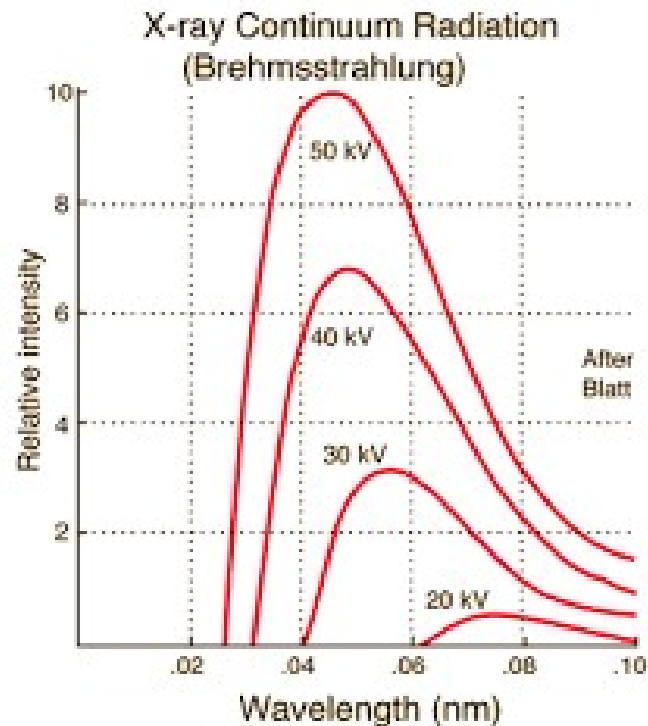
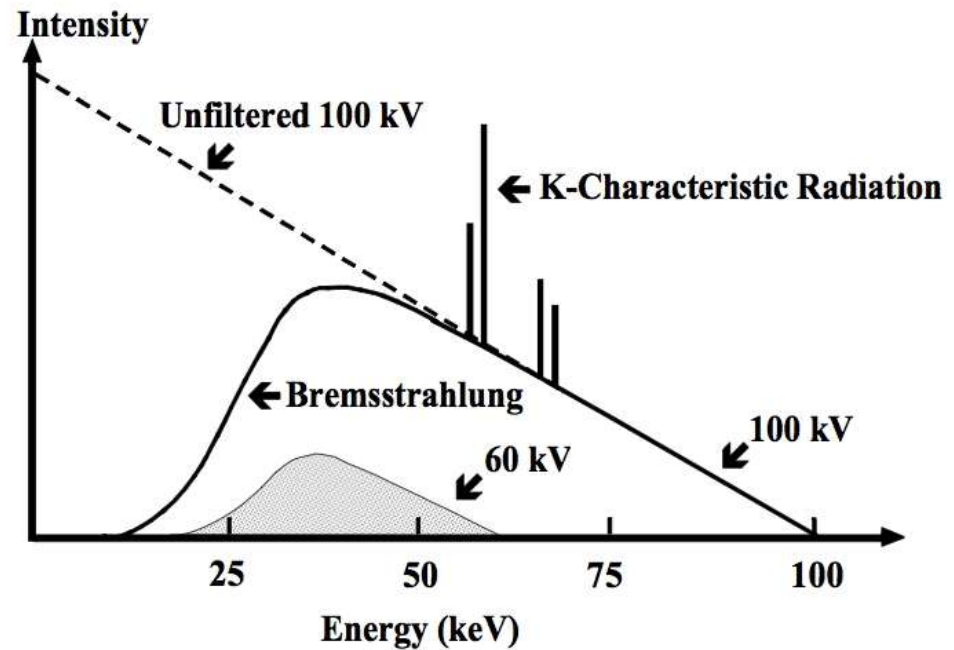


Tube a raggi X



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

E' una radiazione policromatica.

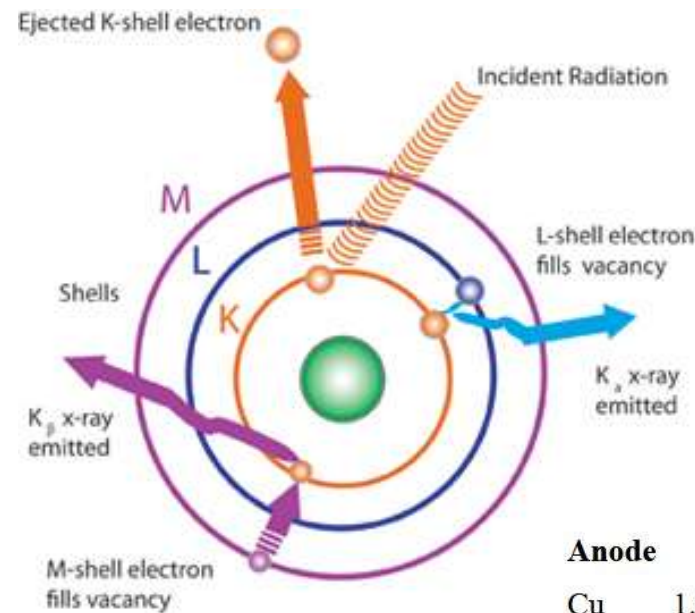
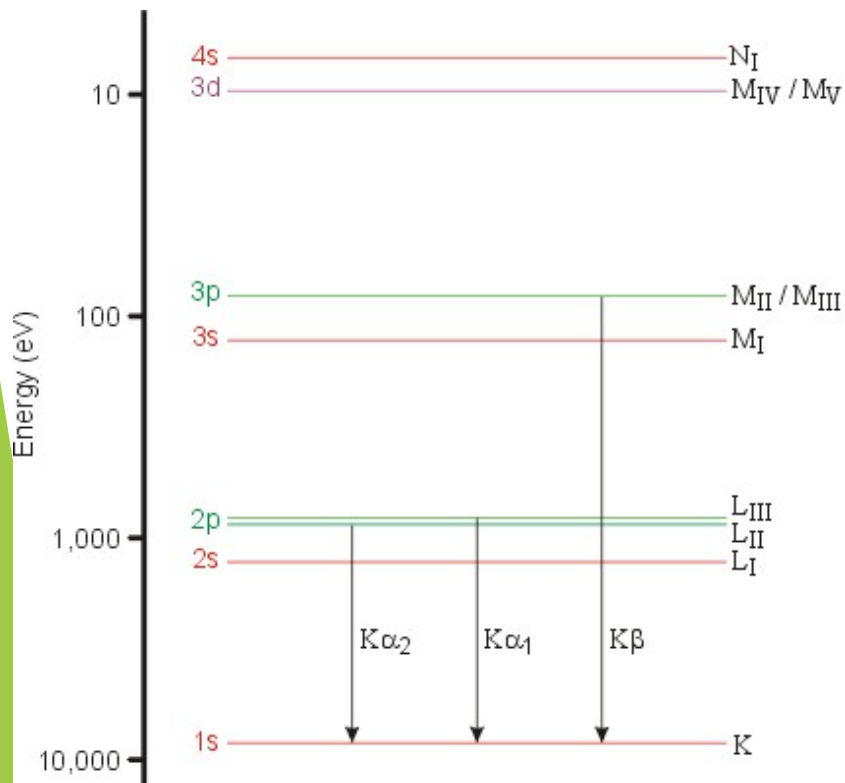
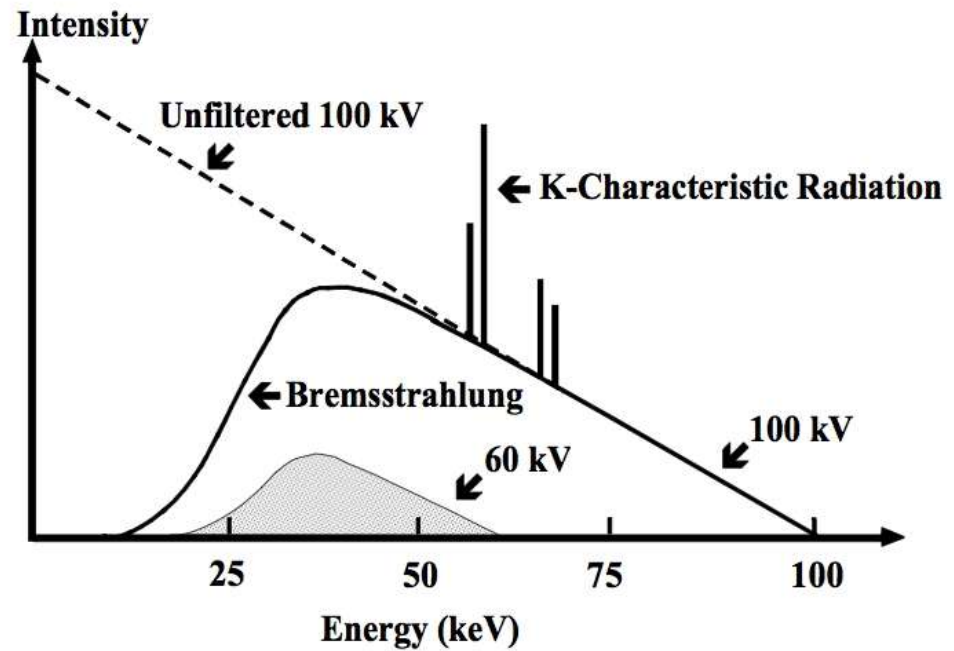


Dipende dal voltaggio di accelerazione del tubo:

- al crescere del voltaggio, diminuisce la lunghezza d'onda del massimo della curva;
- al crescere del voltaggio cresce l'intensità della radiazione generata

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

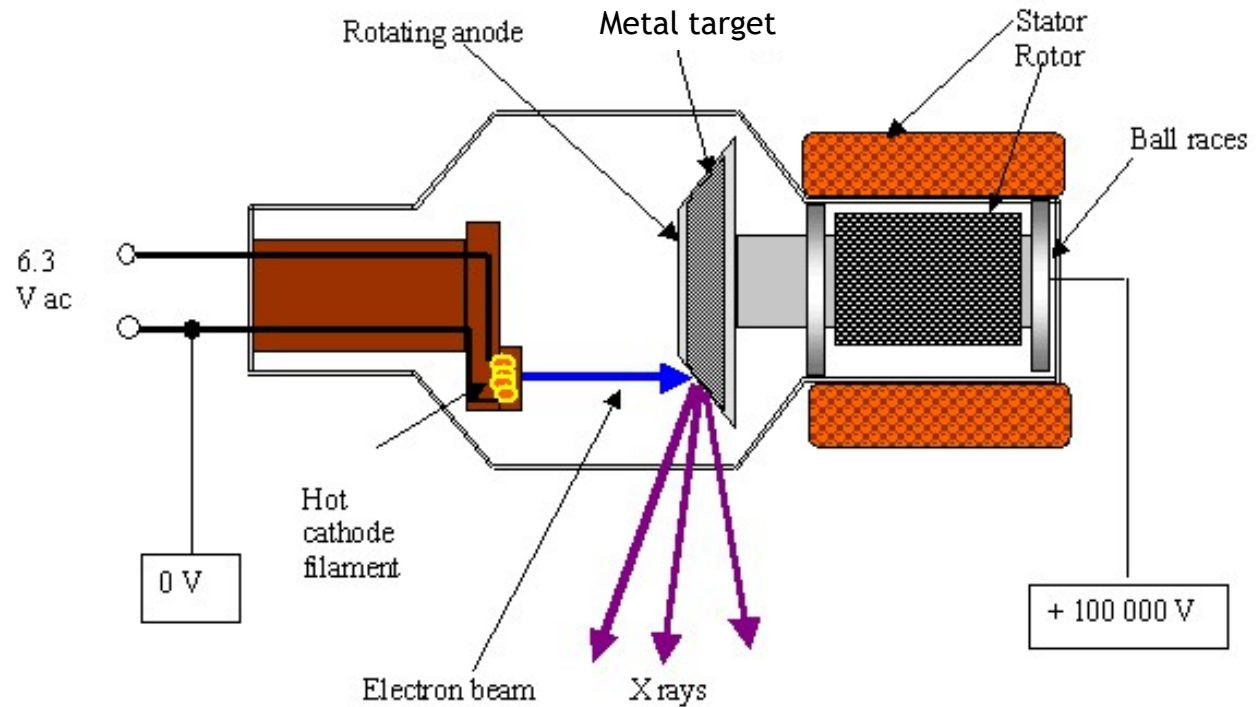
Maggiore è il numero atomico del metallo, minore la lunghezza d'onda caratteristica.



Anode	K _α	K _β
Cu	1.54184 Å	1.39222 Å
Mo	0.71073 Å	0.63229 Å

Tubo ad anodo rotante

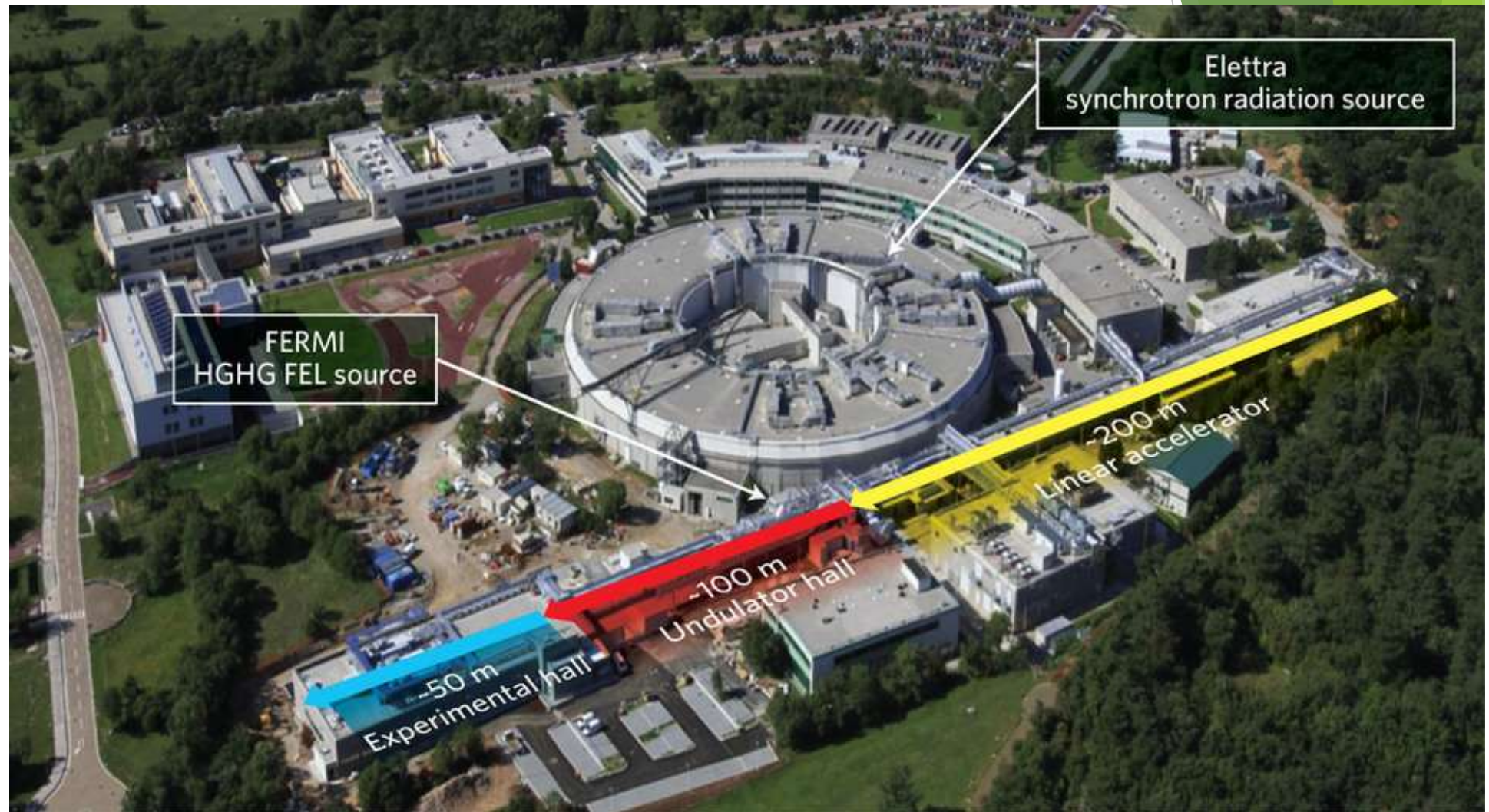
L'intensità della radiazione prodotta da un tubo a raggi X dipende dal voltaggio applicato e dalla corrente di elettroni che colpisce il target. Una corrente elevata, però, genera calore che surriscalda l'anodo.



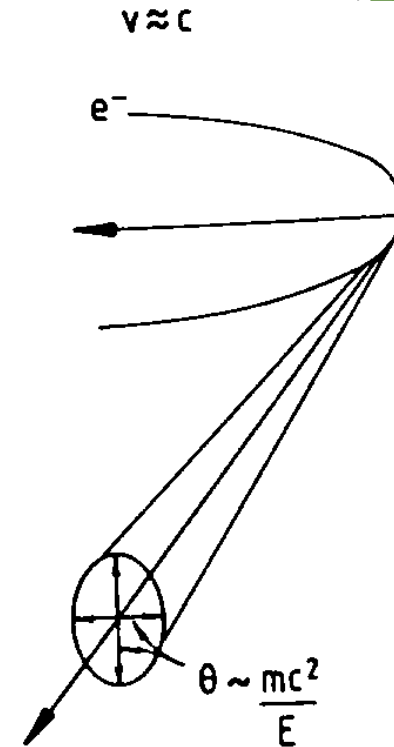
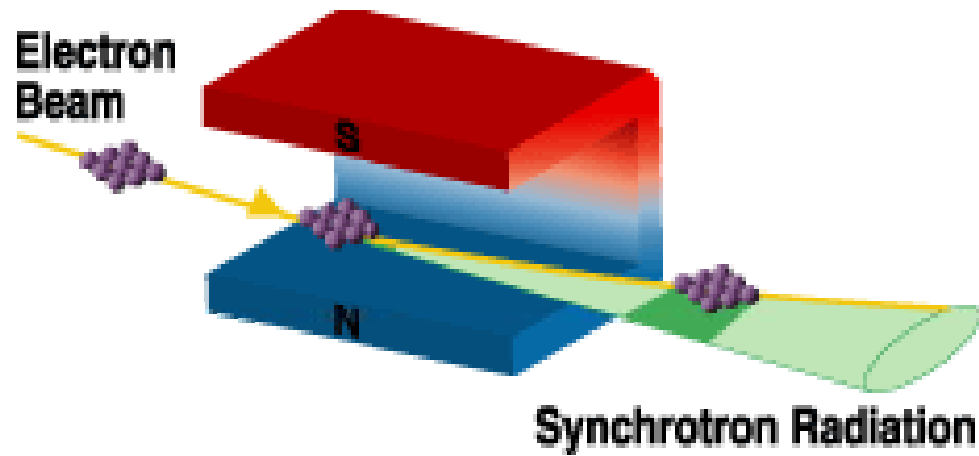
- Anodo rotante cilindrico
- Raffreddamento dell'anodo più efficiente
- Richiede che il sistema sia mantenuto sotto vuoto
- Maggiore flusso di fotoni, ma anche maggiore costo



Sincrotrone



Sincrotrone

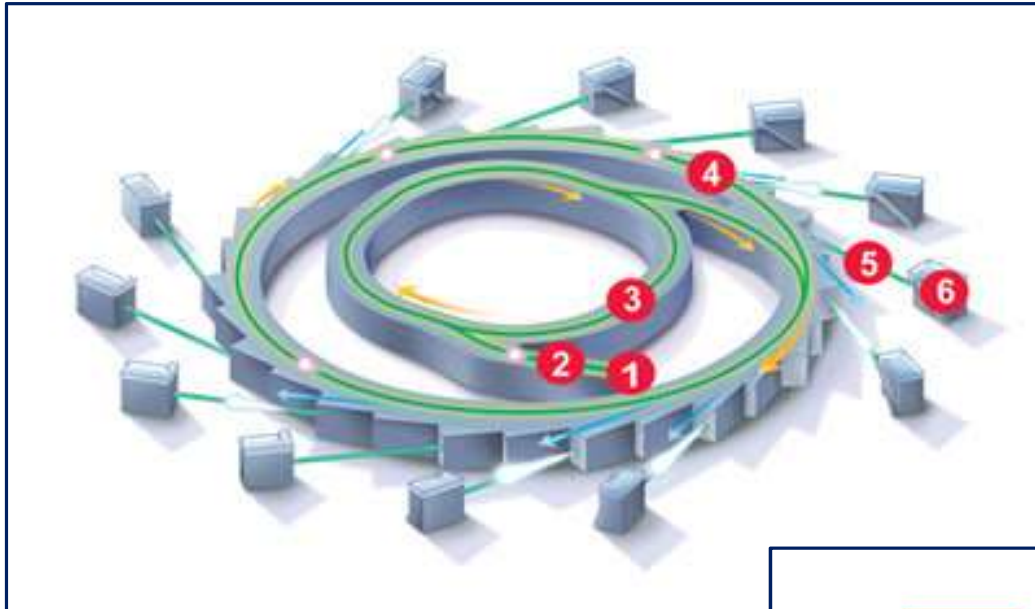


$$Q = 88.47 \cdot E^4 \cdot I / r$$

Q (potenza totale irradiata) in kW

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

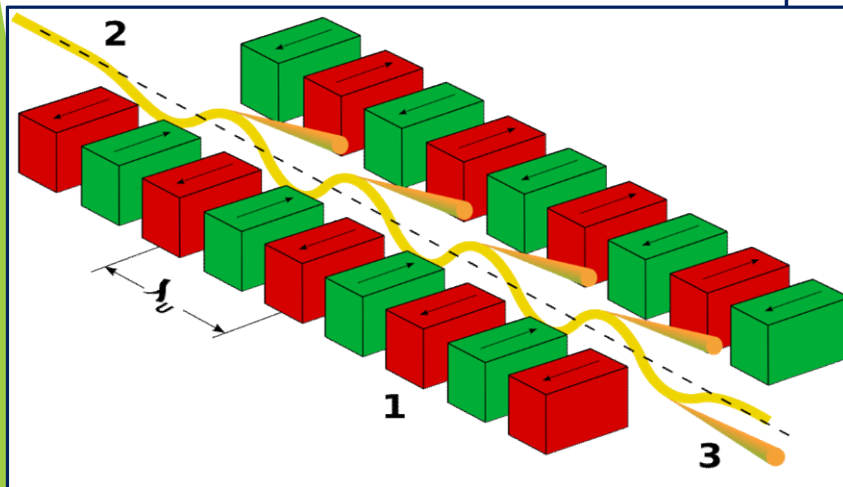
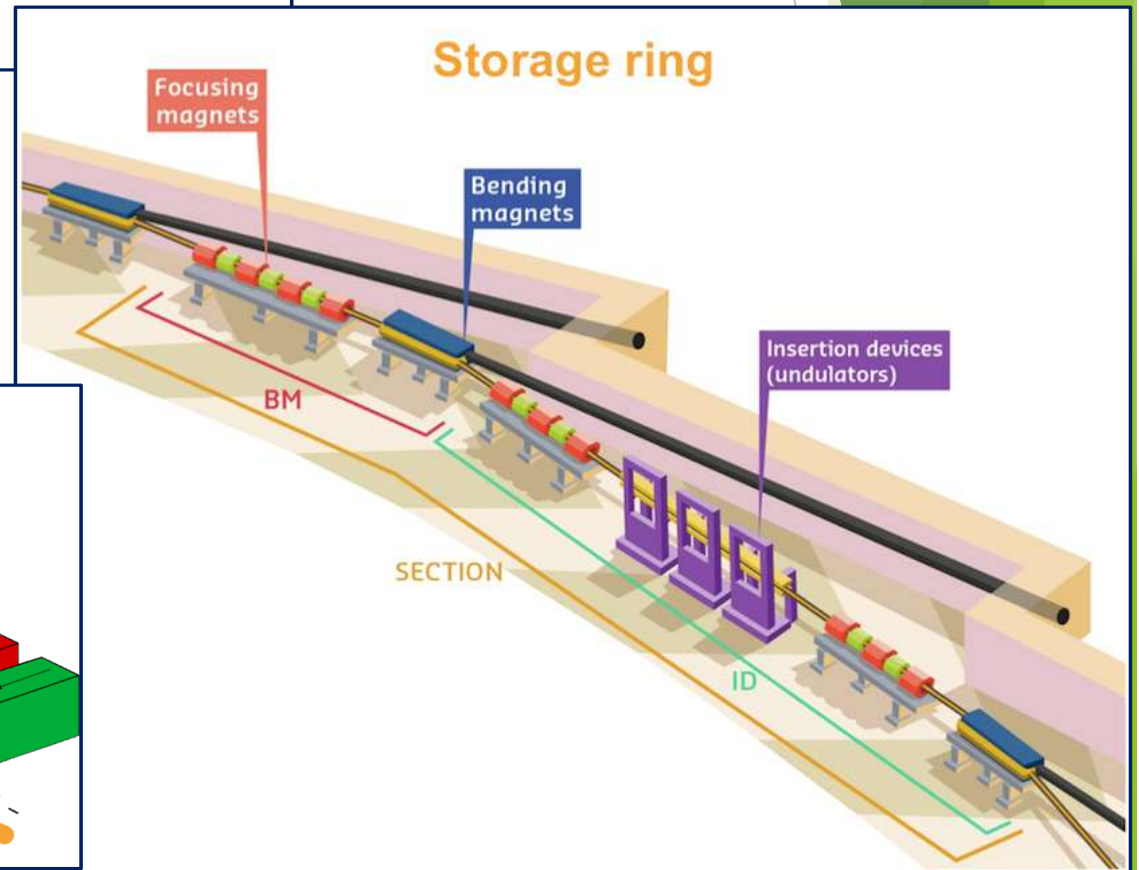
La distribuzione angolare dipende dalle caratteristiche dell'anello di sincrotrone



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

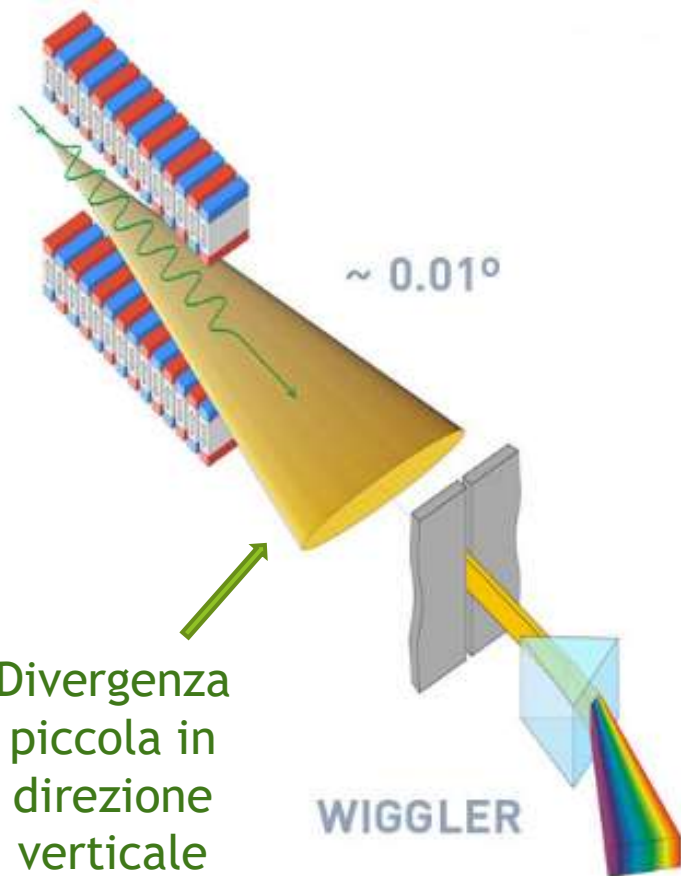
La radiazione viene ottenuta da:

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

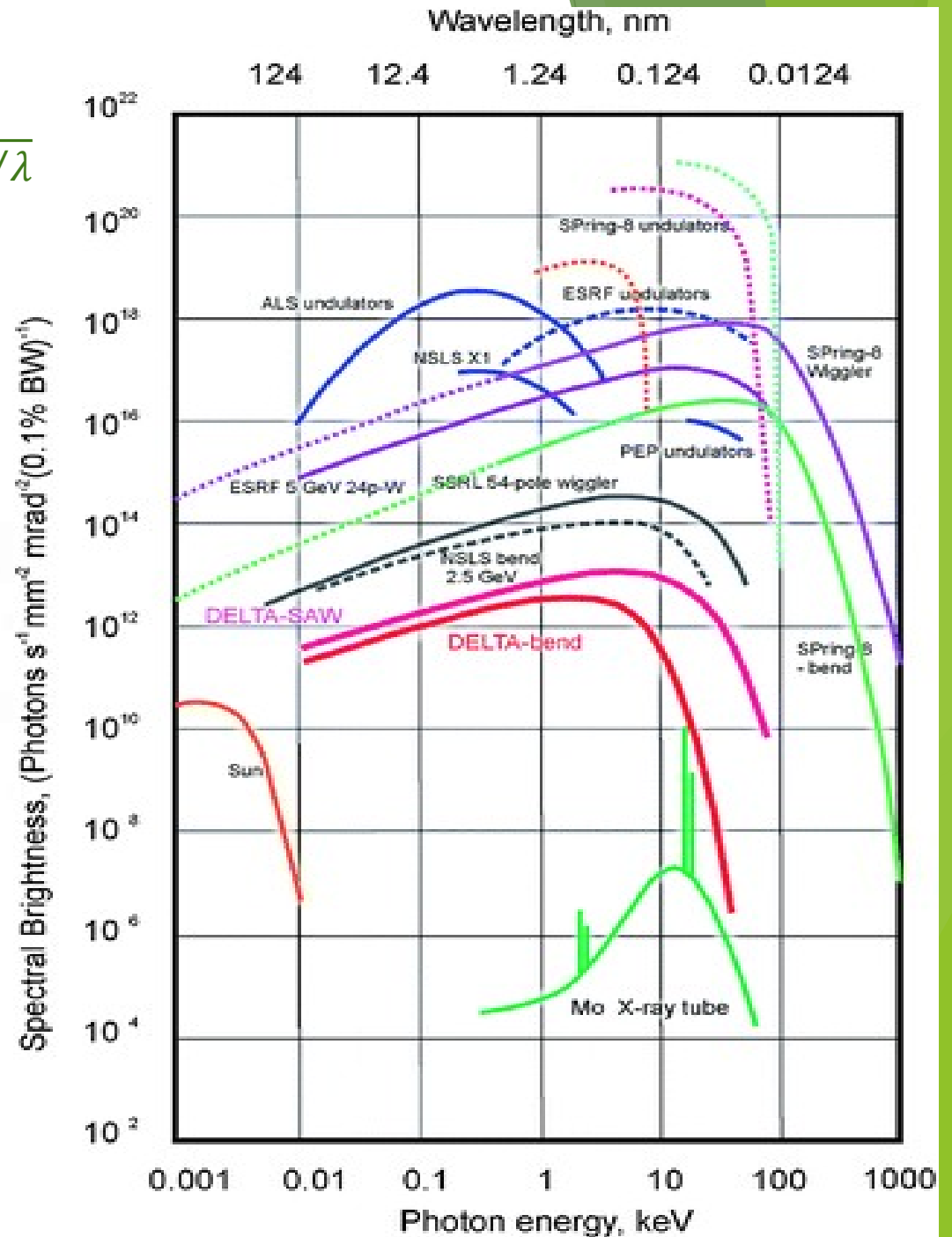


$$\text{Brillanza} = \frac{\text{fotoni/s}}{\text{mrad}^2 \cdot \text{mm}^2 \cdot 0.1 \cdot \delta\lambda/\lambda}$$

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



Divergenza piccola in direzione verticale

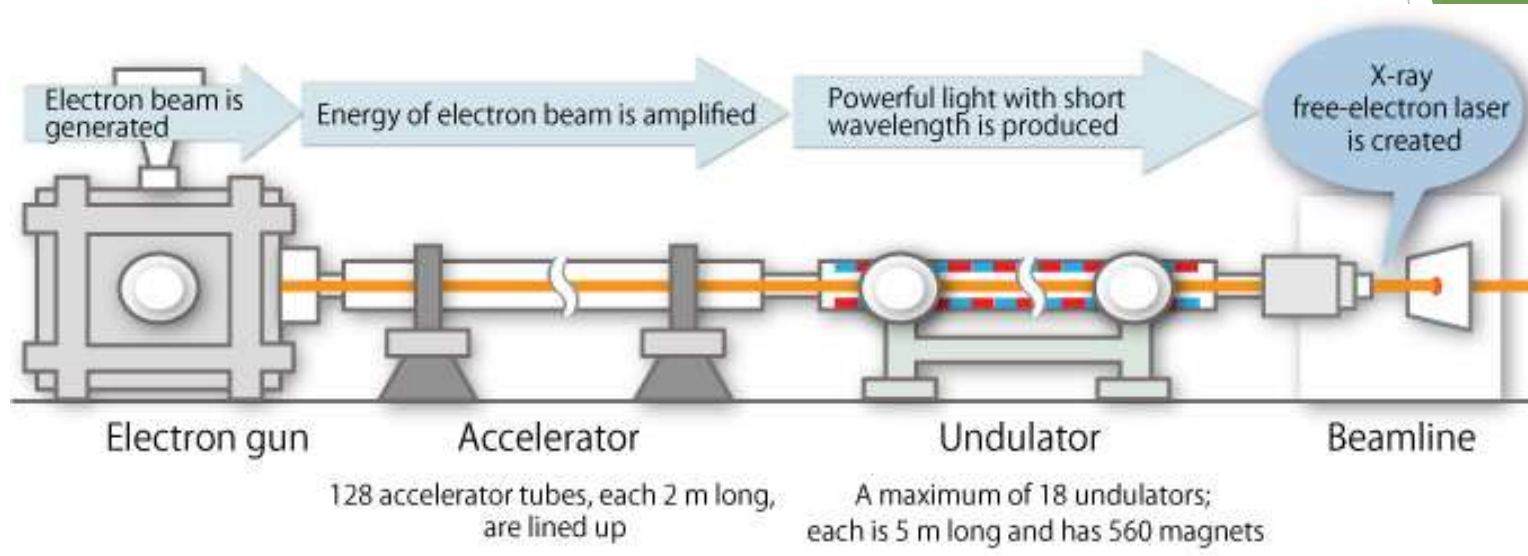


Sincrotrone

- Elevata brillantezza: diversi ordini di grandezza più della radiazione da sorgente tradizionale
- Divergenza molto ridotta (= elevata coerenza spaziale): 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 di $600\ \text{Å}$) 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 nel piano dell'orbita

X-ray Free Electron Laser (XFEL)

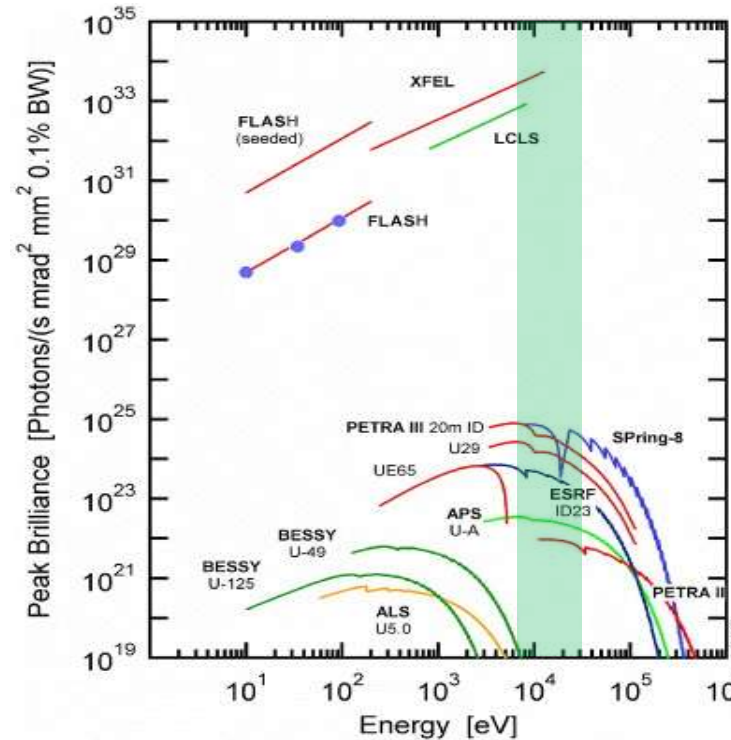
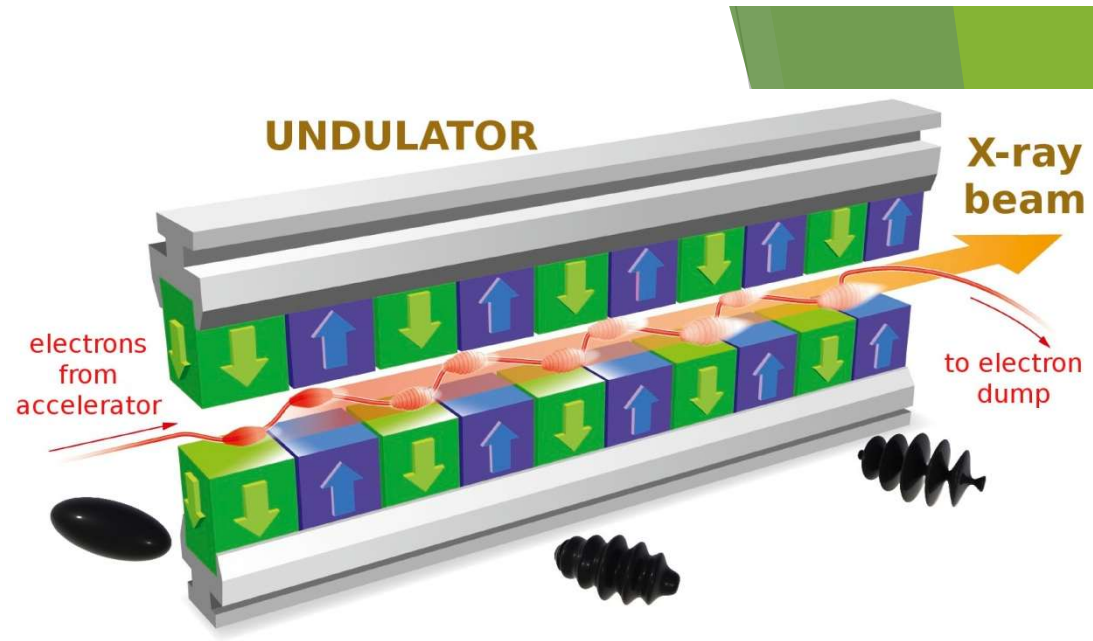
Nuova sorgente di raggi X, estremamente brillante, che fornisce una radiazione pulsata



X-ray Free Electron Laser (XFEL)

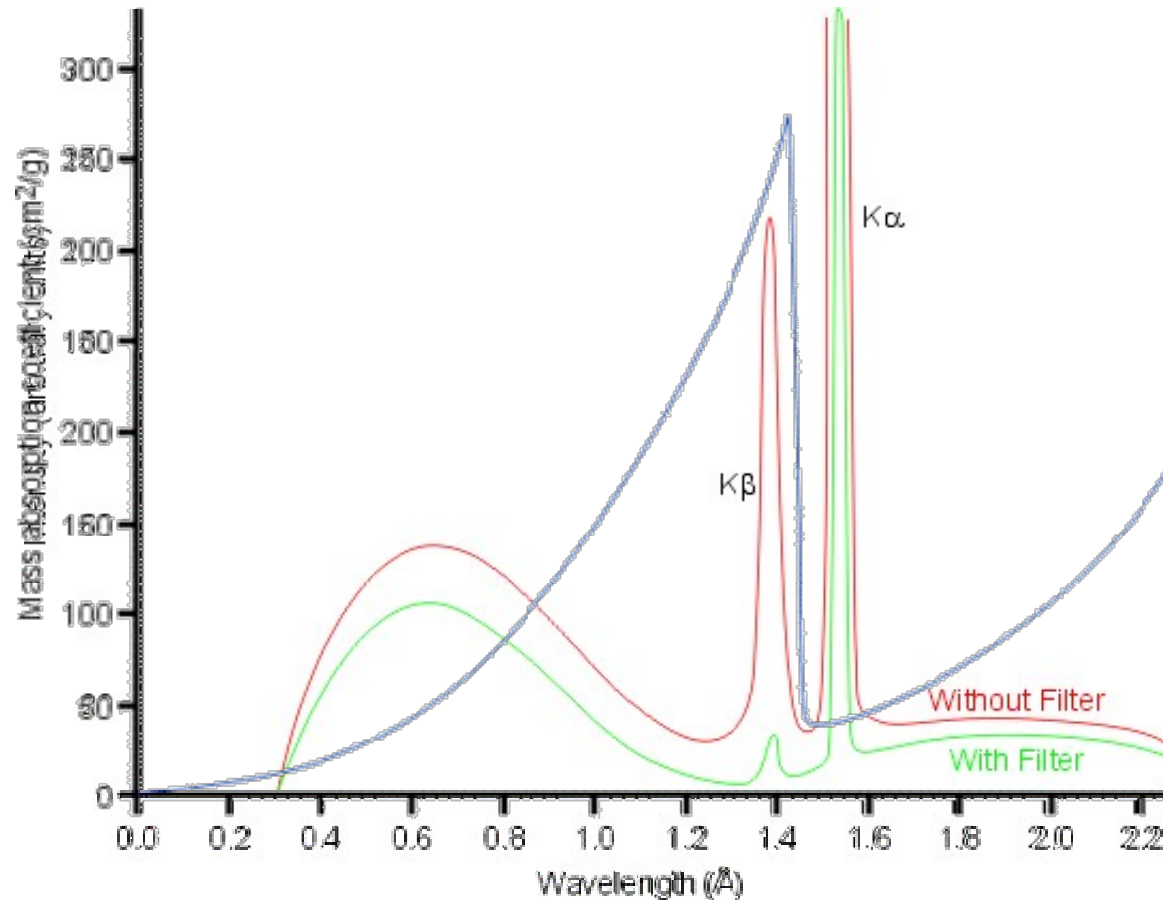
I raggi X emessi dagli elettroni interagiscono con gli elettroni stessi e ne modulano la velocità, creando gruppi di elettroni distribuiti periodicamente e gruppi periodici di radiazione emessa.

Periodo della radiazione:
0,1 psec



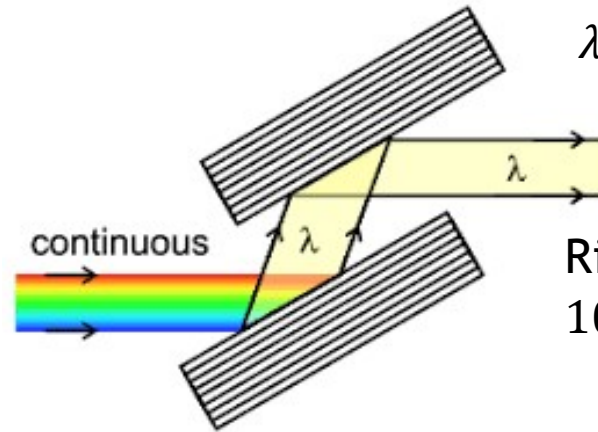
Ottiche

- Per sorgenti tradizionali: filtri metallici dell'elemento che precede quello con cui è fatto l'anodo



Ottiche

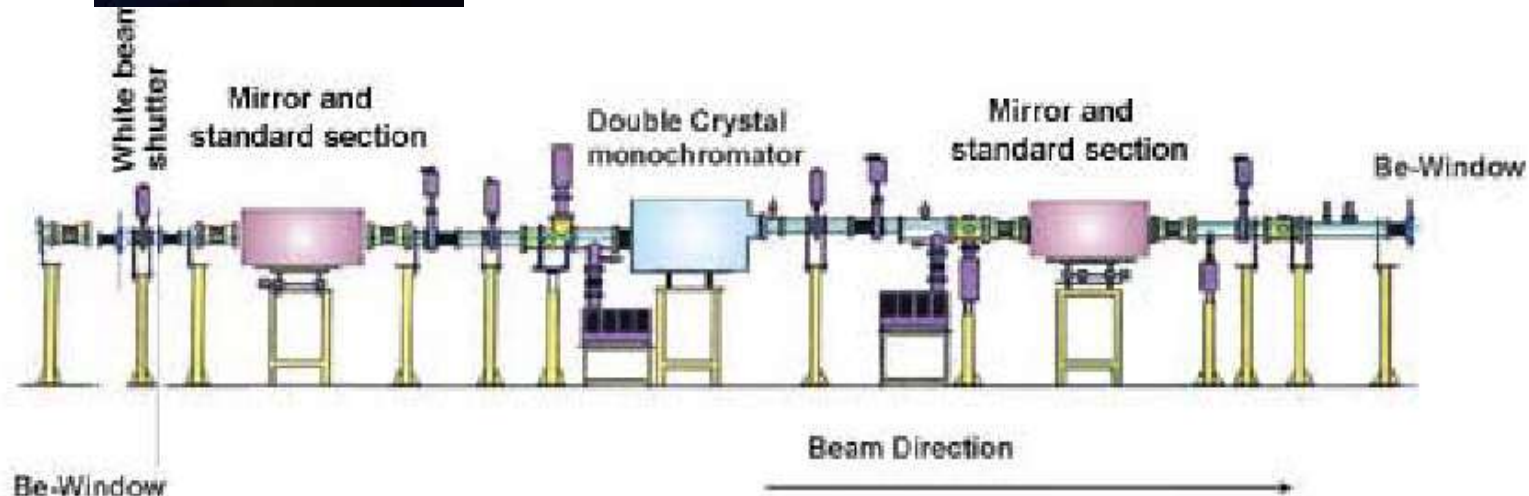
- Monocromatore a cristallo singolo o a cristallo doppio (ad esempio Si(111))



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

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

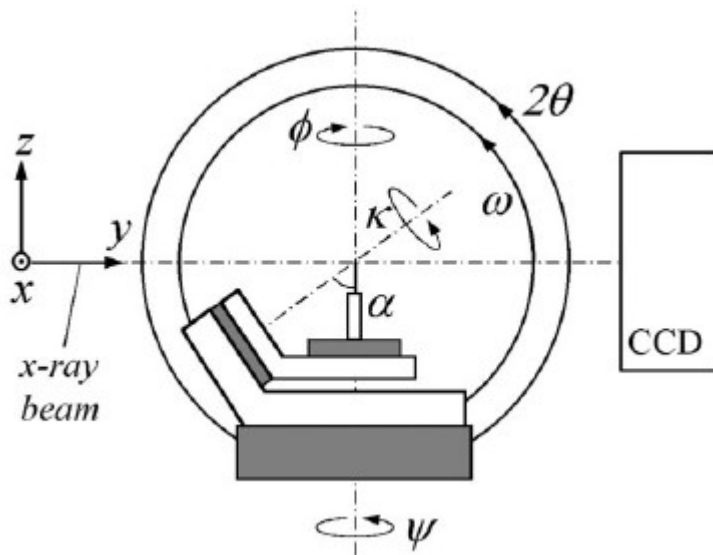
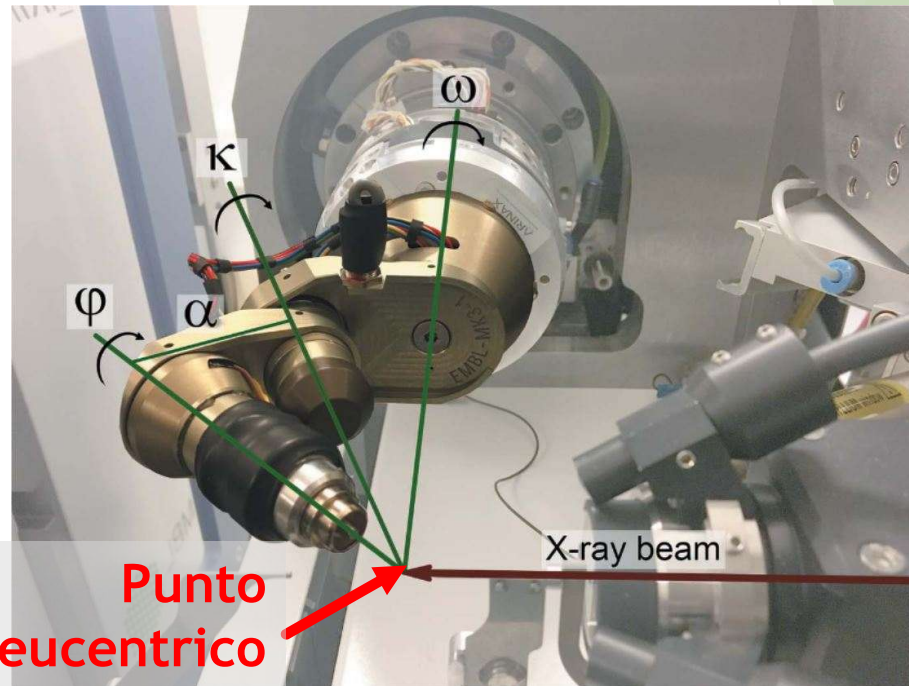
- Specchi focalizzatori
- Collimatori e aperture
- Finestre di berillio o Kapton
- Shutter



Goniometro

Singolo asse (φ): rotazione attorno ad un asse unico, perpendicolare alla radiazione incidente

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

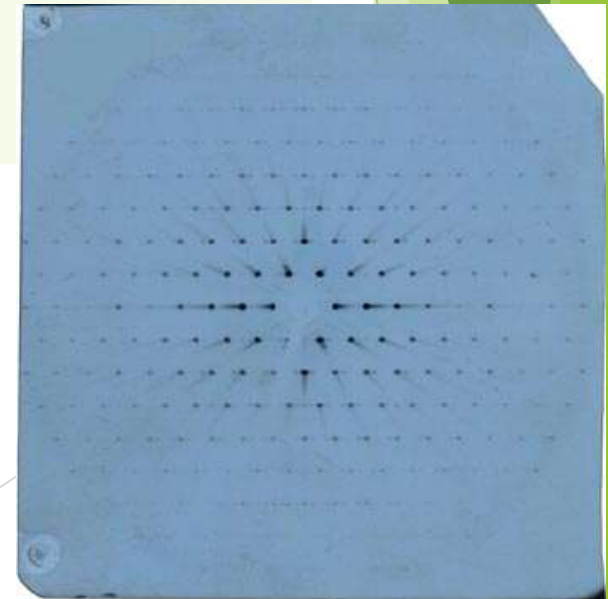


Detector

Caratteristiche:

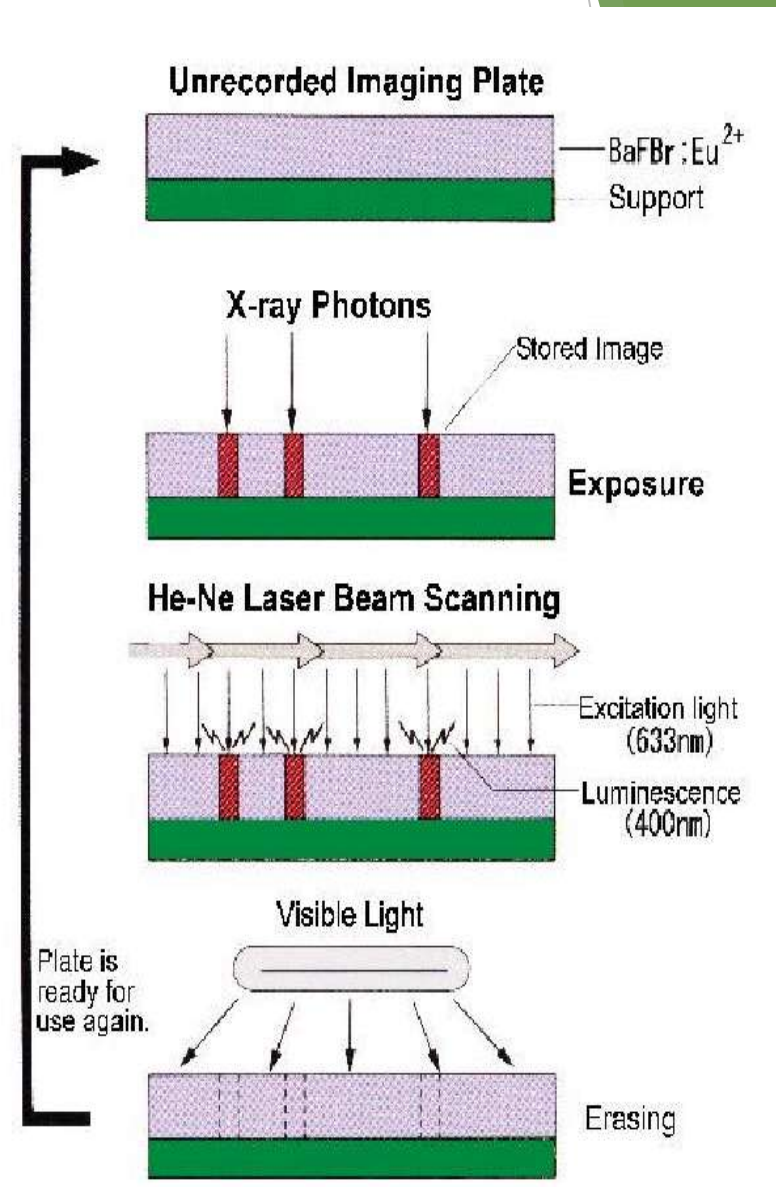
- ▶ Efficienza quantica (DQE): rapporto tra numero di fotoni misurati e numero di fotoni incidenti
- ▶ Range dinamico: rapporto tra il massimo segnale misurabile (senza overload del detector) e il minimo segnale misurabile
- ▶ Linearità del segnale misurato
- ▶ Rapporto segnale/rumore
- ▶ Risoluzione spaziale (per area detector, legata alla dimensione dei pixel)
- ▶ Rapidità dell'acquisizione delle immagini

**Film
fotografici**



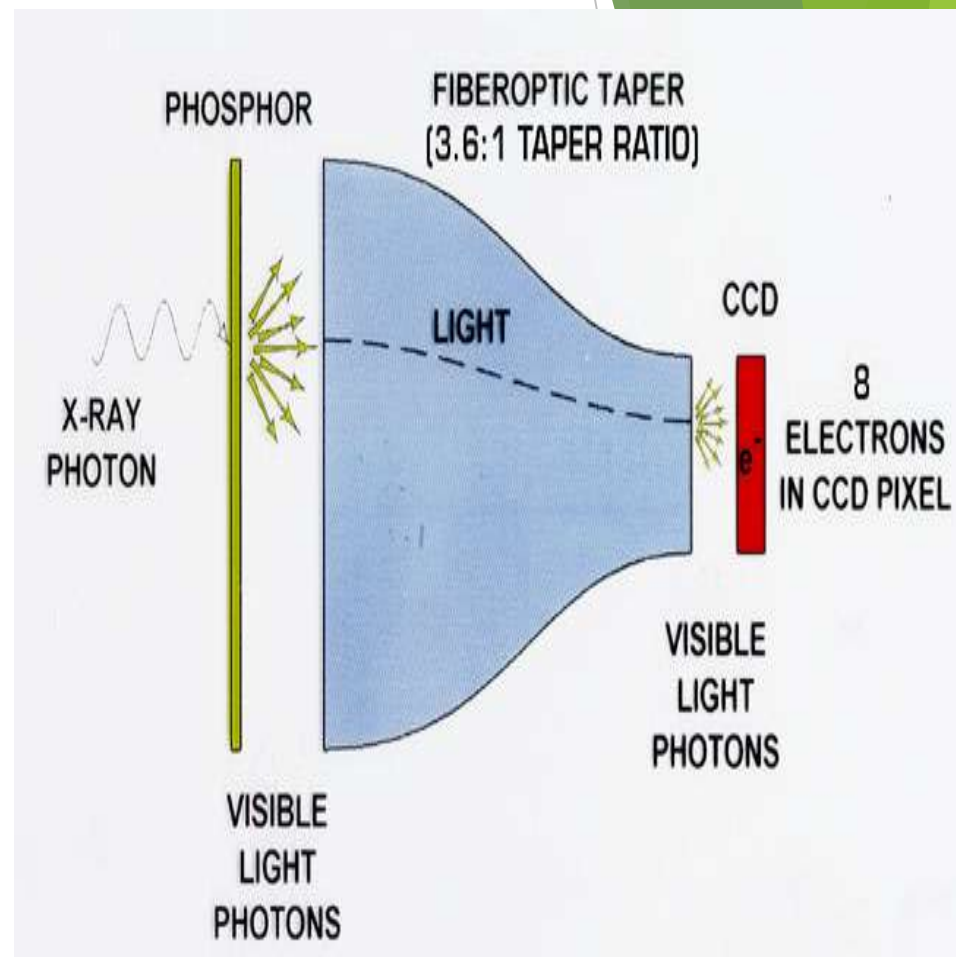
Detector - Image plate

- 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)



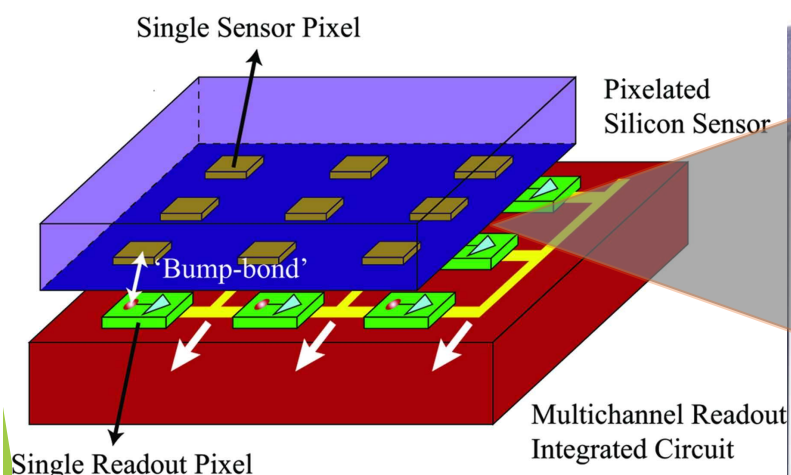
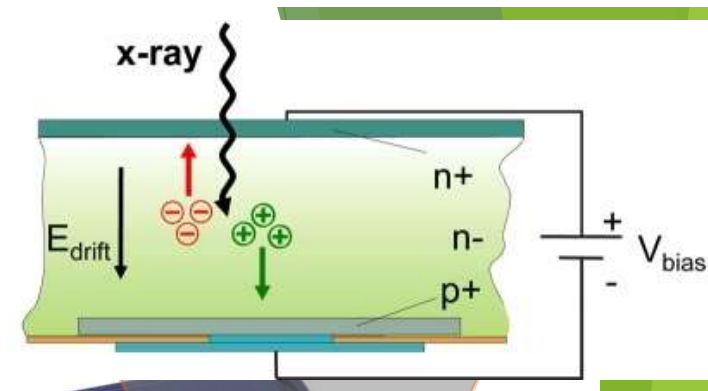
Detector - CCD

- 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

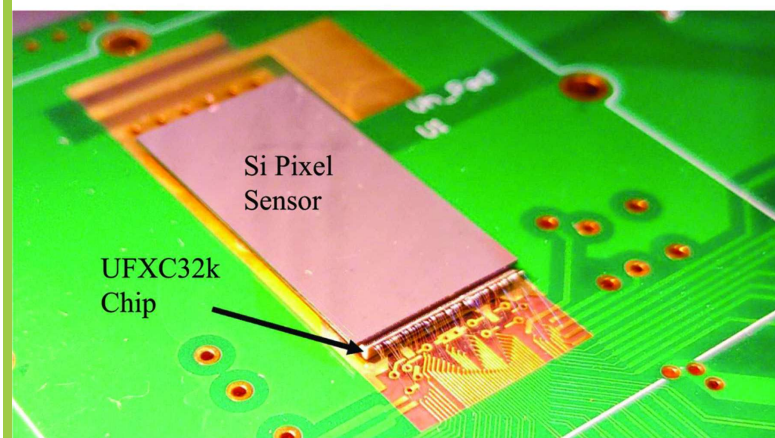
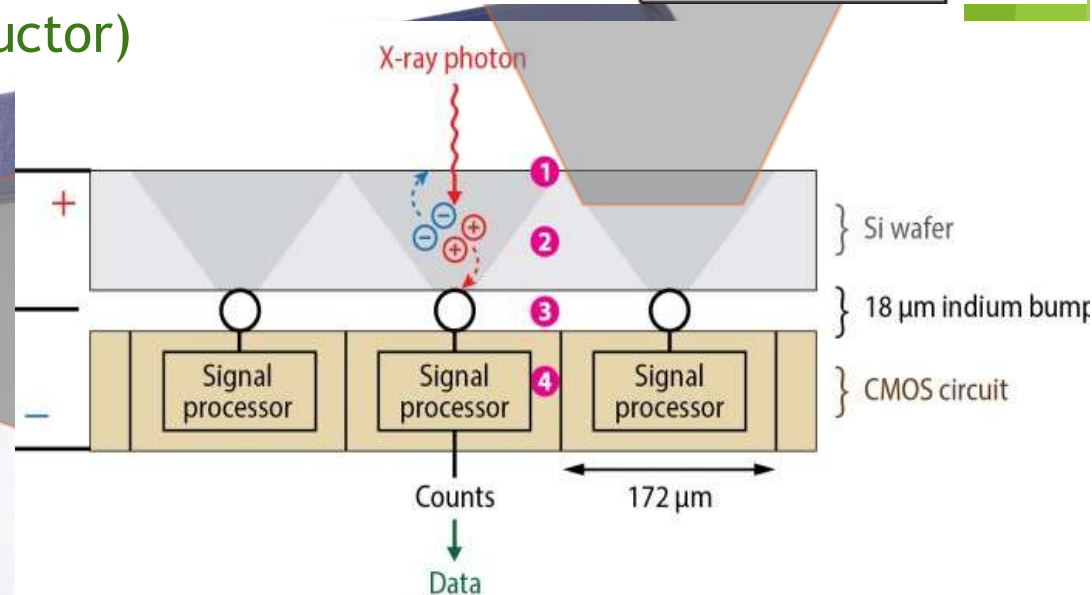


Hybrid Pixel Array Detector

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



(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)