

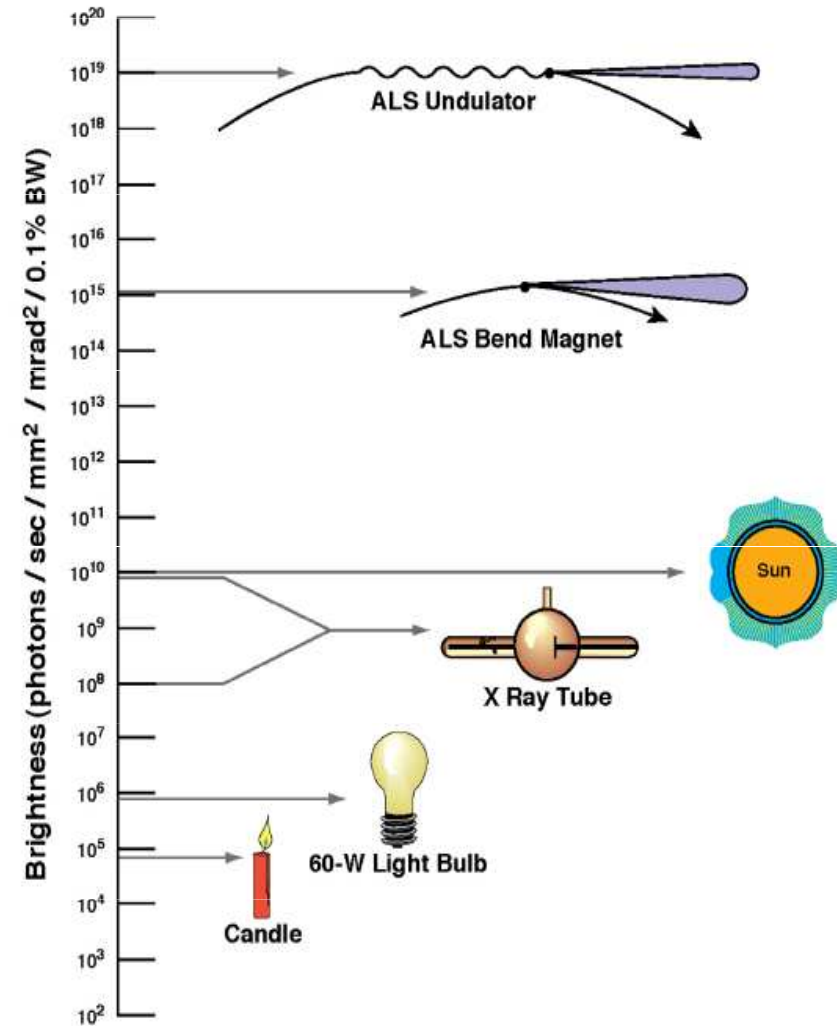
SYNCHROTRON – ZÁŘENÍ PRO VĚDU A VÝZKUM

Vítězslav Otruba

Výjimečné vlastnosti synchrotronového

2

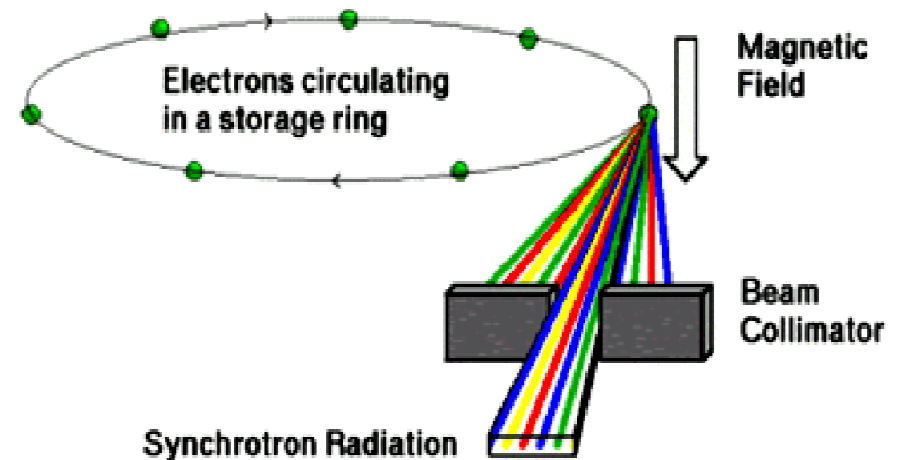
- Velmi vysoká intenzita
- Široký rozsah volitelné vlnové délky (IR až rtg)
- Úzký svazek → jemné detaily
- Pulzní (až fs, ideální pro ultrarychlé procesy)



Synchrotronové záření

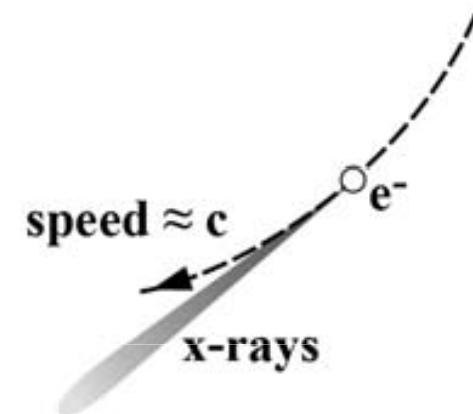
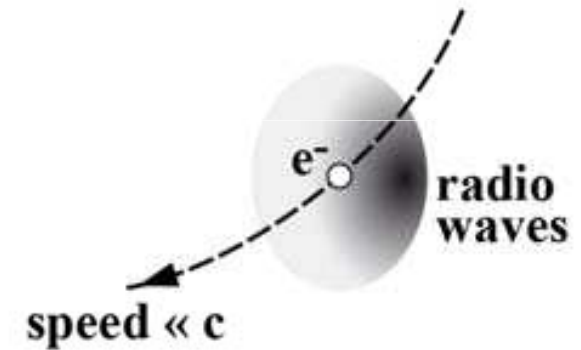
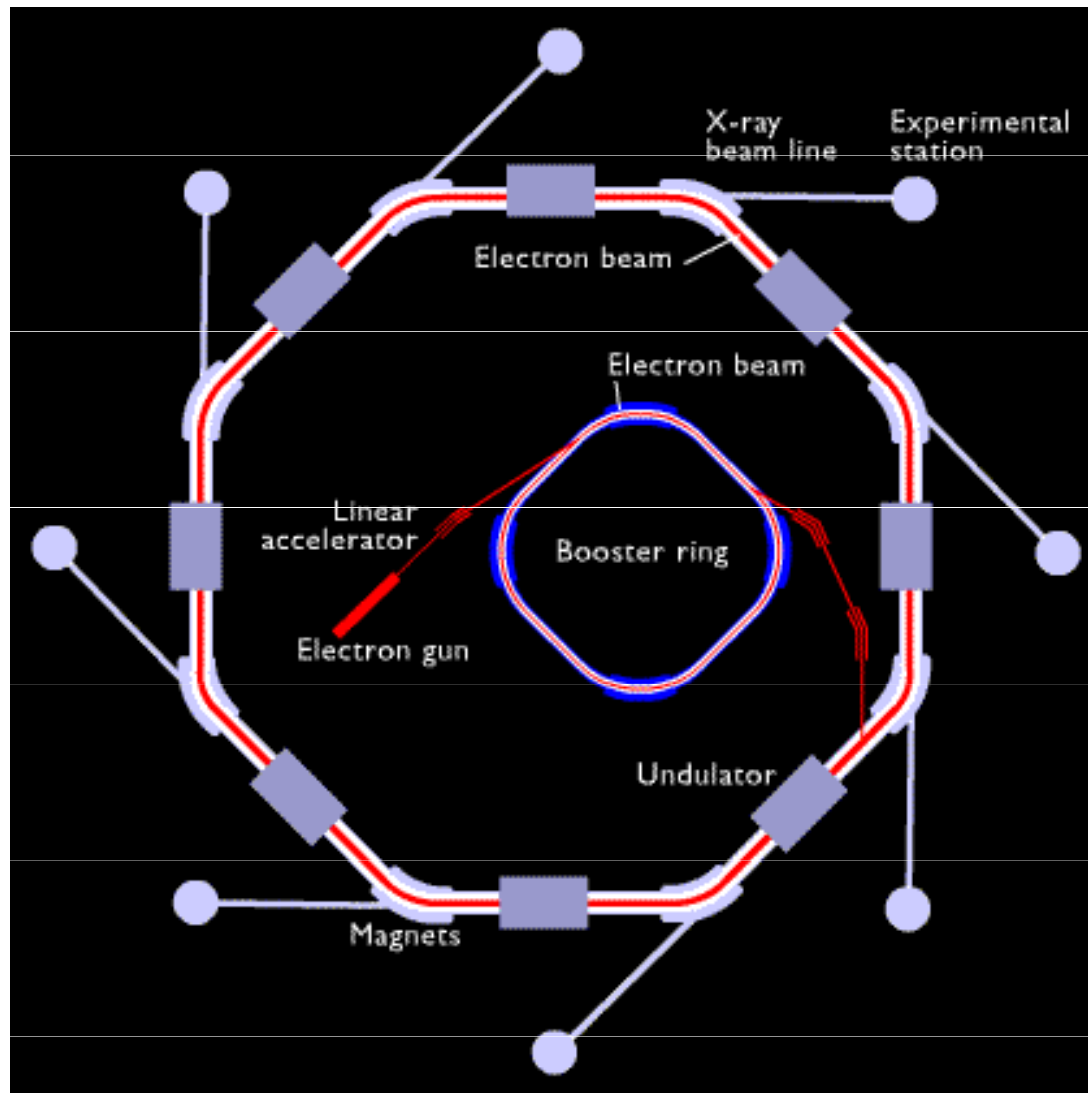
3

- Elektromagnetické záření vzniká při interakci urychlených elektronů s magnetickým polem
- Pokud se trajektorie nabitě částice (e^- nebo e^+) mění z přímočaré na zakřivenou, částice vyzařuje fotony. Při relativistických rychlostech jsou fotony emitovány v úzkém kuželu, jehož směr je tangenta k místu ohybu.



Synchrotron

4



Synchrotronové záření

5

- **Synchrotronové záření (SZ)** je elektromagnetické záření, které vyzařuje nabitá relativistická částice (prakticky pouze elektron nebo vzácně i pozitron), pohybující se na zakřivené dráze. Na rozdíl od nerelativistického elektronu, který září prakticky do všech směrů, relativistický elektron září do úzkého kužele ve směru pohybu. Vrcholový úhel tohoto kužele závisí na energii elektronů a je zpravidla v desítkách až stovkách úhlových vteřin. Pozorovatel tedy zaregistruje relativistický elektron pohybující se po kruhové dráze pouze tehdy, když tento kužel protne místo, kde se nachází detektor záření, který zaregistruje ostrý puls. I když je pojem synchrotronové záření znám i z astronomie, v pozemských podmínkách prakticky vždy označuje záření elektronů při jejich pohybu v urychlovačích.

Spektrální briliance

6

- Pro porovnání zdrojů synchrotronového záření se zavádí pojem **spektrální briliance (spectral brilliance)**, udávající počet vyzařovaných fotonů za sekundu na 1 mm^2 plochy zdroje záření, na divergenci 1 mrad^2 a na 10% šířky ($\Delta\lambda/\lambda=0,1$) vlnového oboru. Čím užší a paralelnější je svazek záření a čím více jsou fotony koncentrovány do co nejužšího vlnového oboru, tím je vyšší spektrální briliance.
- Ta je v nepřímém poměru k **emitanci (emittance)**, což je v podstatě součin rozměru zdroje záření a divergence záření.

Kritická energie fotonů

7

- V kruhových urychlovačích elektronů se jejich dráha zakřivuje v **ohybových magnetech (bending magnets – BM)** a ty se pak stávají zdrojem záření. Z BM se záření vyvádí evakuovanou trubicí do experimentální stanice (**beamline**). Ostrý puls obsahuje vždy značné množství harmonických. Jelikož elektrony vyzařují fotony, jejich energie klesá a je jim v urychlovači opět dodávána. Vzhledem k této fluktuaci energie elektronů se harmonické natolik rozmyjí, že se spektrum jeví jako spojité, a to od radiových vln až do rentgenové oblasti.
- Spektrum se obvykle charakterizuje tzv. **kritickou energií** fotonů E_c . To je taková energie fotonů, pro kterou platí, že celková vyzařovaná energie pro fotony s energií větší než E_c se rovná celkové vyzařované energii pro fotony s nižší energií. E_c roste s energií elektronů a magnetickým polem magnetů. Platí dostatečně přesně vztah

$$E_c \text{ [KeV]} = 0.665 B[\text{T}] E^2 \text{ [GeV]}$$

Např. pro magnetické pole $B = 1\text{T}$ a energii elektronů $E = 6\text{ GeV}$ je $E_c = 24\text{ keV}$. Zkušenost ukazuje, že z hlediska intenzity jsou ještě použitelné fotony o energii 4 – 5 krát vyšší, v krajním případě i 10 krát vyšší.

Parametr γ

8

- Pro záření o kritické energii platí, že vrcholový úhel výše zmíněného kuželu je $1/\gamma$, kde $\gamma = \mathbf{E}/m_0c^2$, neboli také $\gamma = \mathbf{E} [\text{MeV}]/0,5$. Pro ESRF(Grenoble) je $1/\gamma = 8.3 \times 10^{-5}$ (asi $17''$). Vzdálenost experimentálního místa od zdroje záření je např. 40 m, pak vertikální rozměr svazku v místě experimentu je 3 – 4 mm. Horizontální rozměr svazku pak závisí na tom, z jak velké části oblouku orbity v BM záření odebíráme a jaká je konfigurace štěrbin. Prakticky bývá horizontální rozměr svazku až 10 – 15 cm. V horizontální rovině orbitu je SZ lineárně polarizované. Nad a pod rovinou orbitu narůstá π polarizační složka fázově posunutá tak, že záření je elipticky polarizované, přičemž smysly rotace nad a pod rovinou orbitu jsou opačné.
- Elektrony na orbitě urychlovače tvoří shluky (**bunches**). Každý shluk vytváří puls SZ, jehož délka závisí na délce shluku. Frekvence pulsů pak závisí na počtu shluků na orbitě. Ten je možné regulovat od jednoho (**single bunch mode**) až do desítek (**multi bunch mode**). V ESRF se délka pulsů pohybuje okolo 100 ps a frekvence v MHz.

Viglery a undulátory

9

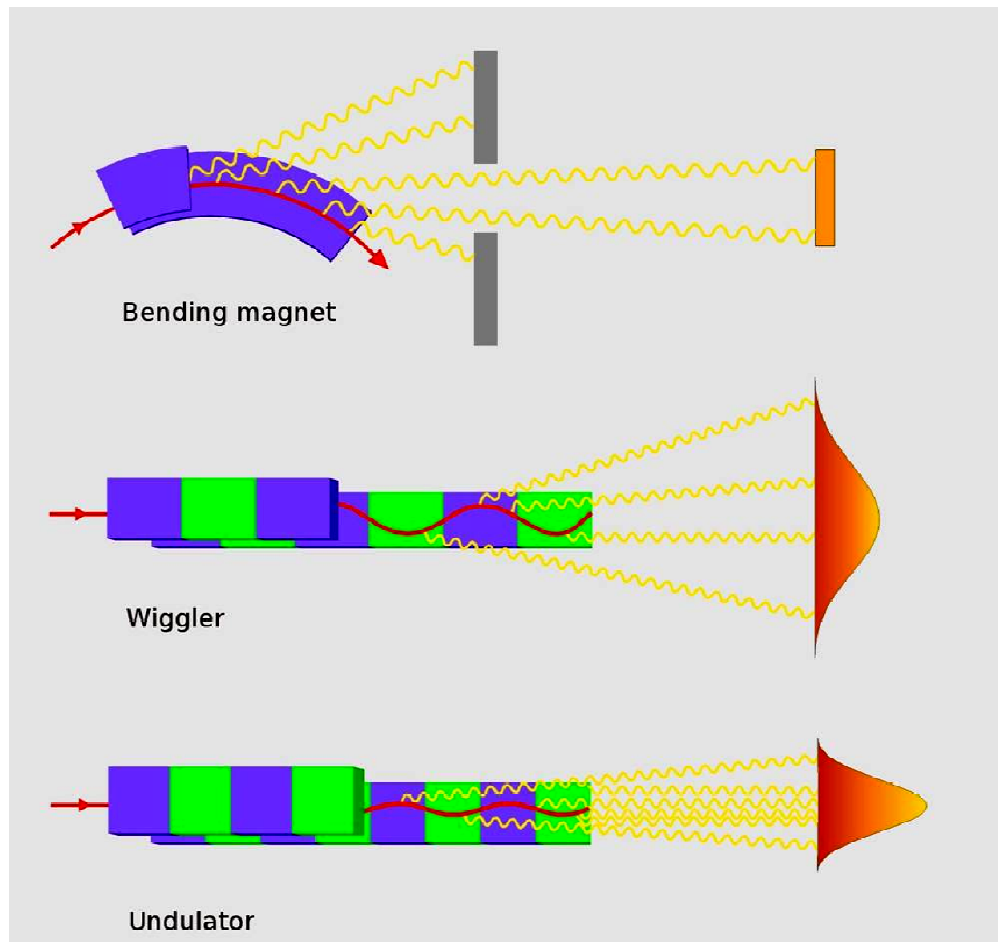
- Pro zdroje synchrotronového záření současné (**třetí generace**) je charakteristické použití tzv. **viglerů (wigglers)** nebo **undulátorů (undulators)**. Jejich úkolem je horizontálně, nebo v některých případech i vertikálně, zvlnit dráhu elektronů (tzv. **insertion device**, zkráceně **ID**). V češtině se objevil i název **zvlňovač**. Jedná se o periodické uspořádání magnetů na dráze elektronů tak, že magnetické pole B je vertikální (případně horizontální) a periodicky mění smysl. Dráha elektronů při průchodu zvlňovačem se pak horizontálně (nebo i vertikálně) zvlní. Je-li magnetické pole dostatečně silné, i zvlnění je výrazné a zařízení se v podstatě chová jako soustava ohybových magnetů. Z toho plynou stejné spektrální vlastnosti emitovaného záření jako u BM s tím, že se intenzity od jednotlivých prvků zvlňovače sčítají, čímž se zvyšuje intenzita, briliance a výkon vyzařovaného záření. Výkon ve svazku záření může dosahovat až několika KW! Toto zařízení je nazýváno vigler. Vigler navíc může být i supravodivý, s magnetickým polem až 10 T, což radikálně ovlivní spektrum a vyzařovaný výkon

Undulátory

10

- V případě slabého magnetického pole pozorovatel nedetekuje ostré úzké pulsy ale jen periodicky modulovaný signál, ve zcela ideálním případě harmonicky modulovaný signál. Takové zařízení se nazývá **undulátor**. V ideálním případě undulátor vyzařuje monochromatickou vlnu, jejíž vlnová délka je proti periodě undulátoru zkrácená vlivem relativistického a Dopplerova jevu. Vlnová délka této vlny závisí na periodě undulátoru, energii elektronů, magnetickém poli a má i směrovou závislost. Příspěvky záření od jednotlivých prvků undulátoru interagují koherentně, takže se sčítají amplitudy. Vlivem interference se snižuje i divergence záření. Výsledkem je, že se undulátor proti wigleru vyznačuje podstatně vyšší briliancí, i když celkový vyzařovaný výkon je podstatně menší. Vysoká je ale hustota výkonu ve svazku, která dosahuje hodnot až stovek W/mm^2 . Vlnová délka undulátoru klesá s rostoucí energií elektronů a s klesajícím magnetickým polem. Tyto zdroje poskytují rentgenové záření s vysokou spektrální briliancí.

Synchrotronové záření



Zdroje
magnetického
pole

- bending magnets
- insertion devices
(undulators or wigglers)
- free electron lasers

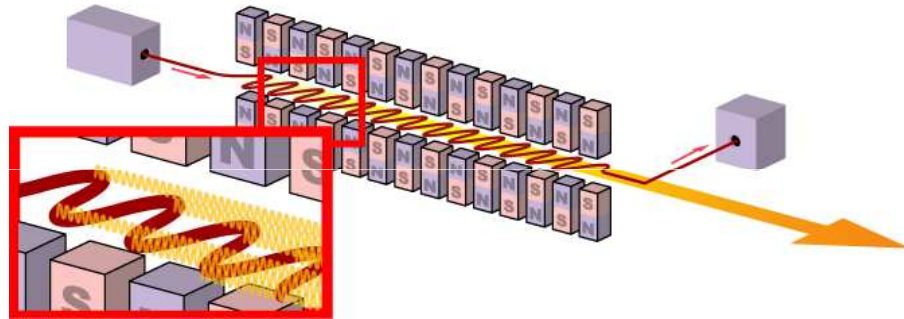
Laser na volných elektronech

12

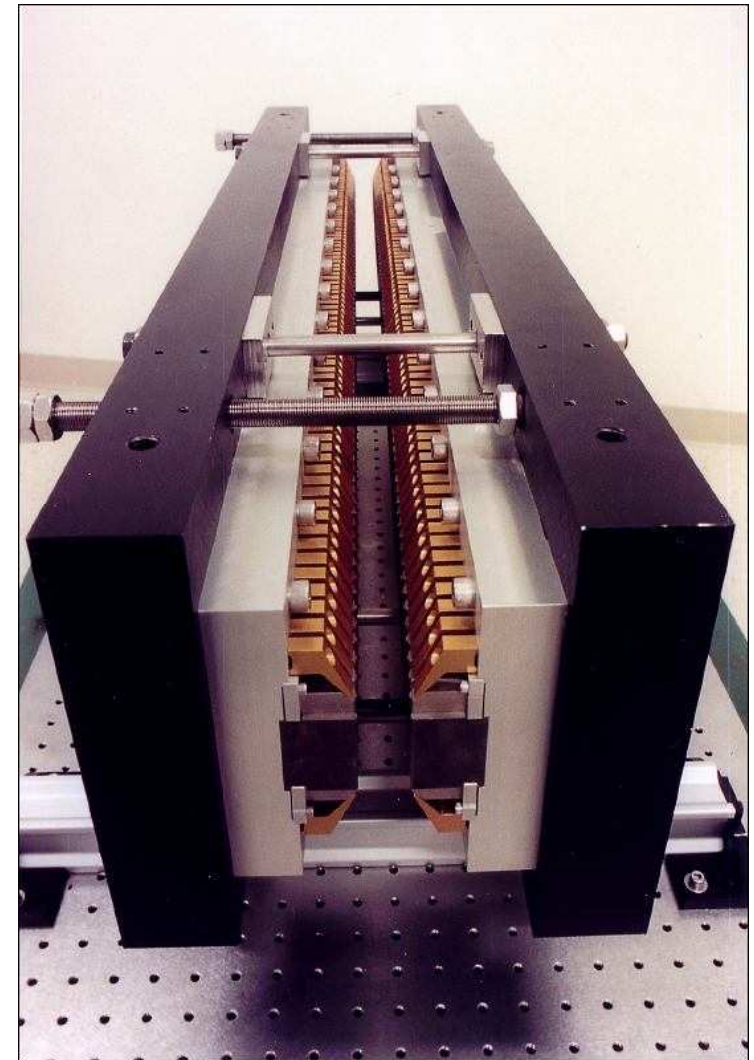
- **Čtvrtá generace** zdrojů SZ je založena na využití lineárních urychlovačů, které umožňují snížit emitanci a zkrátit délku pulsů. Probíhá-li krátký elektronový shluk dostatečně dlouhým undulátorem, pak elektromagnetická vlna generovaná v každém místě undulátoru postupuje společně s elektronovým svazkem a interaguje s ním. Vzniká tak **laser na volných elektronech**, neboli **free electron laser – FEL**. Ten se vyznačuje vysokou briliancí, podstatně vyšší než u klasického undulátoru, koherencí a krátkostí pulsů, dosahujících desítek fs. K urychlení elektronů na hodnoty řádu GeV je zapotřebí velmi dlouhého lineárního urychlovače.

Laser na volných elektronech

13



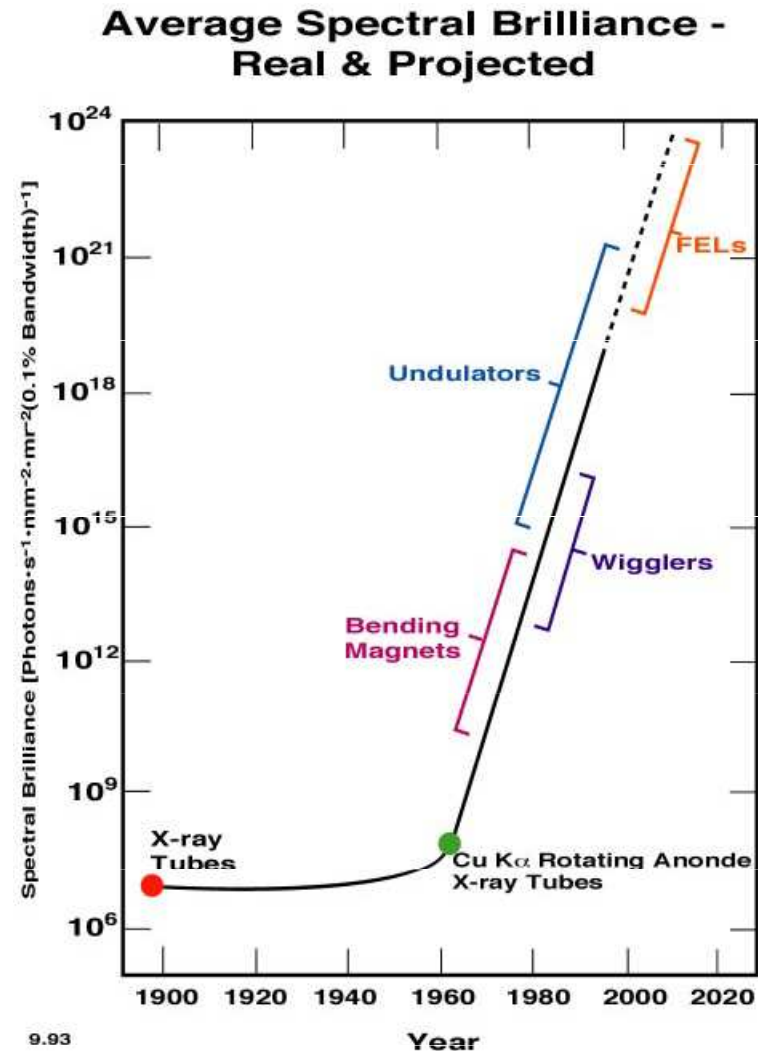
Shluky elektronů se pohybují po vlnkovité dráze. Nabité částice, které mění svou rychlost (postačí směr), nutně září. Pro pochopení si představme, že se elektrony v shluku pohybují po sinusoidě podél undulátoru. Pokud se na ně díváme z konce této osy, nevidíme, že se pohybují směrem k nám, ale vidíme kmitat shluk nabitých částic. Nejen, že už nás nepřekvapí, že vyzařuje, ale je i jasné, proč musí být elektronový svazek rozdělený do shluků, separovaných podle rozložení indukce mezi magnety undulátoru: jednotlivé oscilátory – kmitající shluky elektronů – musí elektromagnetické pole ve směru podél osy zesilovat, nikoli zeslabovat. Díky velkému množství oscilátorů se pole v příčném směru v důsledku interference naopak zeslabuje. Shluky tak generují koherentní rentgenový paprsek. Za undulátorem jsou silným magnetickým polem elektrony odkloněny a vzniklý rentgenový laserový paprsek pokračuje do haly s experimenty



Energy recovery linac

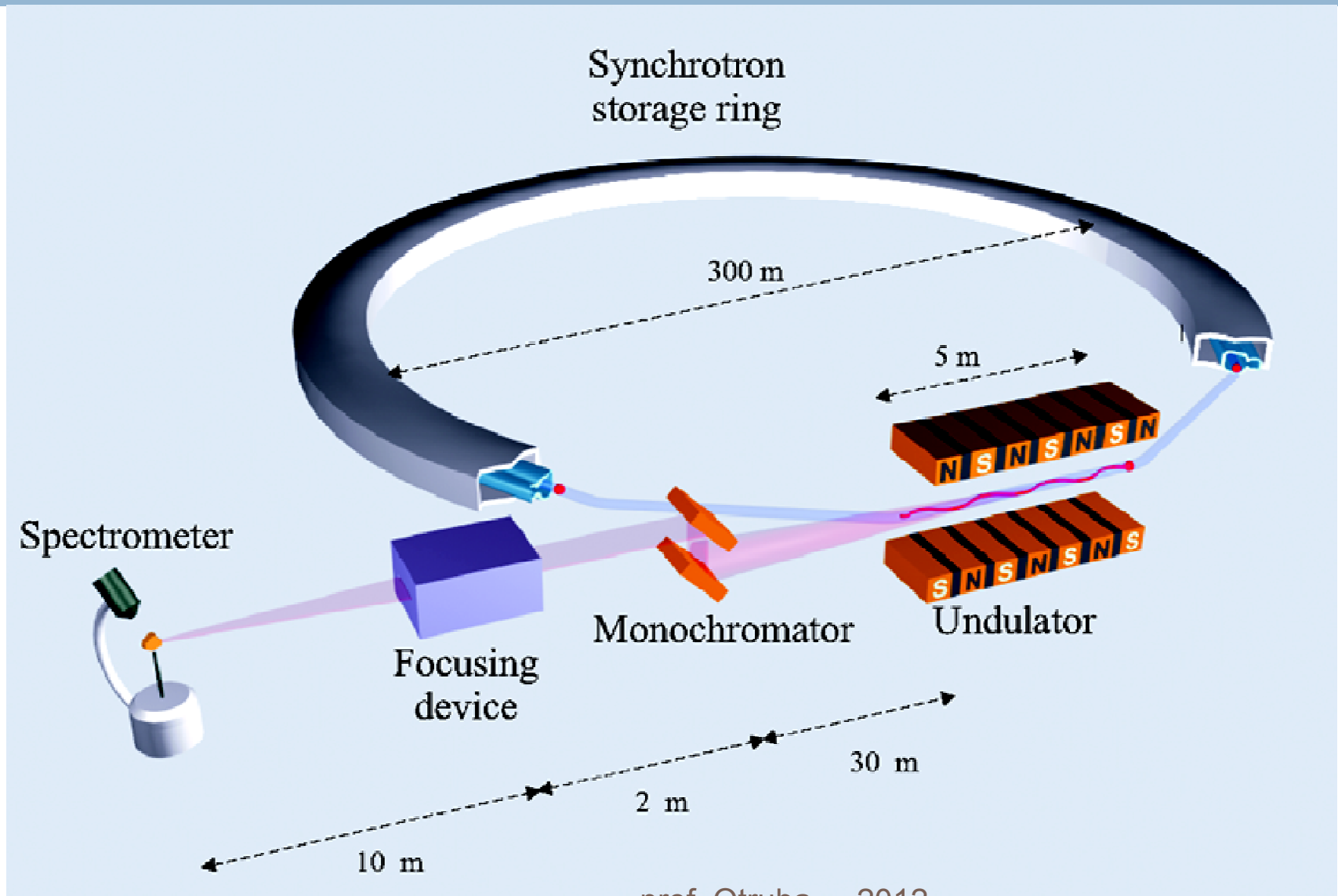
14

- V poslední době se přistupuje k řešení, kdy se elektrony po proběhnutí undulátory vrací zpět do lineárního urychlovače a urychlovač pak může být podstatně kratší. Takové zařízení se nazývá **energy recovery linac - ERL**. Ten, ve spojení s undulátory, může generovat femtosekundové pulsy o vysoké brilianci. ERL kombinovaný s FEL představuje blízkou budoucnost zdrojů SZ čtvrté generace poskytujících vysoce brilantní koherentní svazky rtg. záření ve formě femtosekundových pulsů. Na obrázku je znázorněn historický vývoj střední briliance synchrotronového záření a porovnání jednotlivých zdrojů.



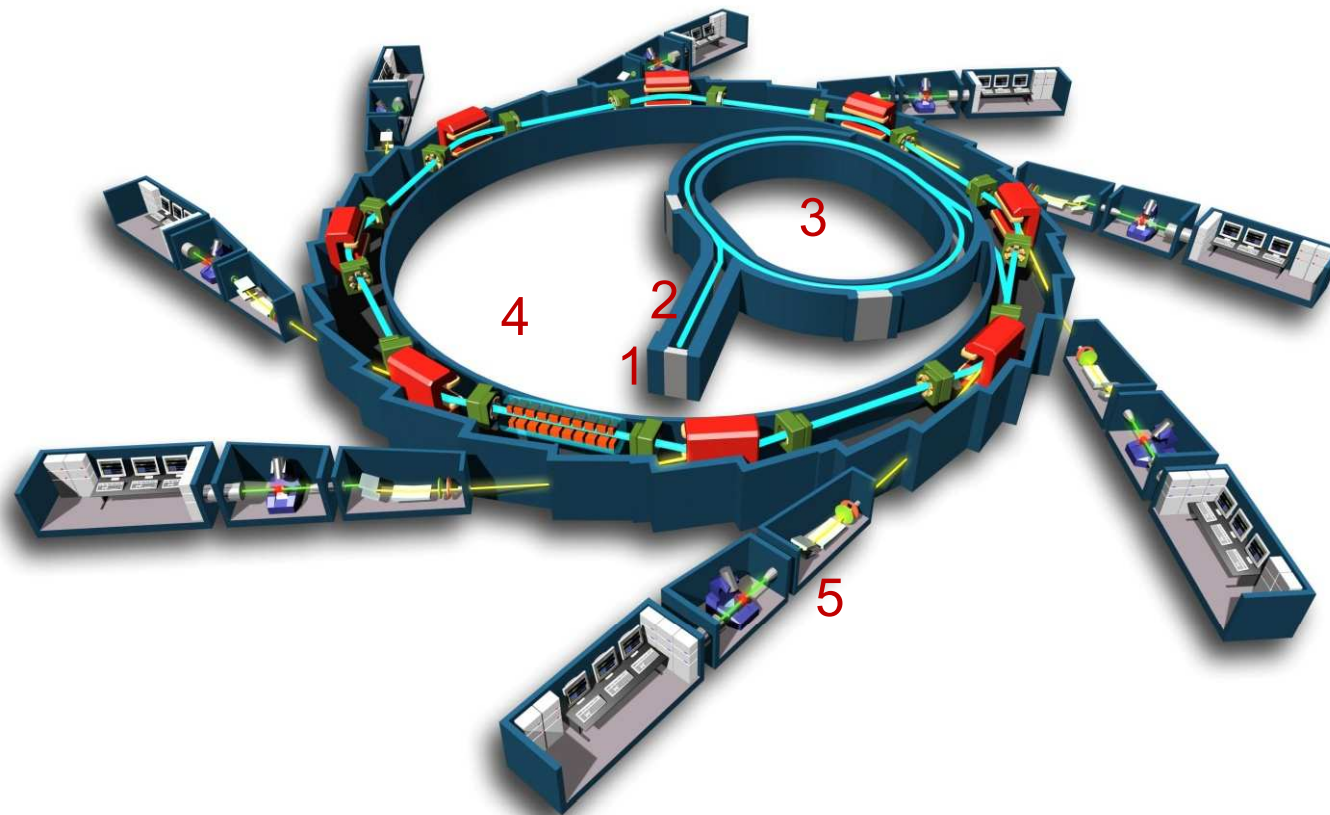
Synchrotron

15



Synchrotron

16



Hlavní části zařízení pro synchrotronové záření

1 zdroj elektronů

2 předurychlovač (např. linak či speciální cyklotron)

3 synchrotronový urychlovač na konečnou energii (booster)

4 synchrotronový akumulární prstenec (storage ring)

5 beamlines (vývody synchrotronového záření z undulátorů)

Vlastnosti synchrotronového záření

17

- pulsní charakter $t < 1\text{ns}$, svazek ohýbaný silným dipólovým magnetem: široké spektrum (malé $t \rightarrow$ velké f)
- slalom mezi slabými, opačně orientovanými dipóly: undulátor - superpozice mnoha svazků
 - ▣ vysoká intenzita
 - ▣ díky interferenci úzké peaky (více period dipólů \rightarrow vyšší monochromaticnost)
 - ▣ laditelná vlnová délka (pomocí délky periody dipólů a jejich mag. pole)

Moderní průmyslové synchrotrony mohou být velmi rozměrné (na obrázku Soleil blízko Paříže).

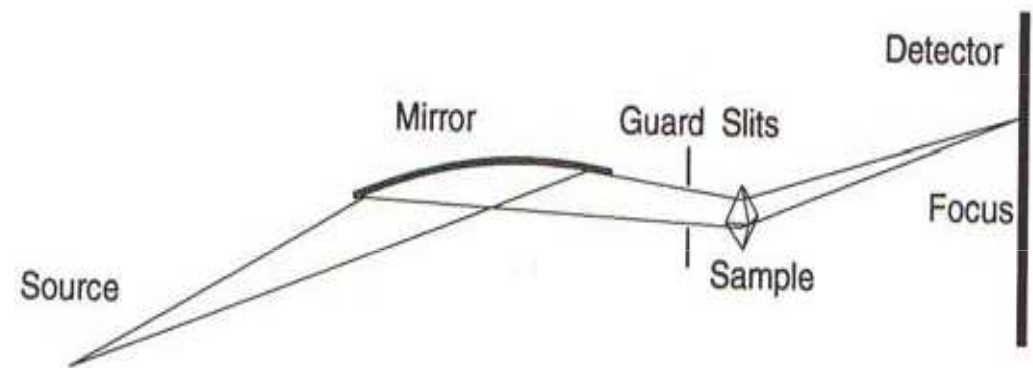
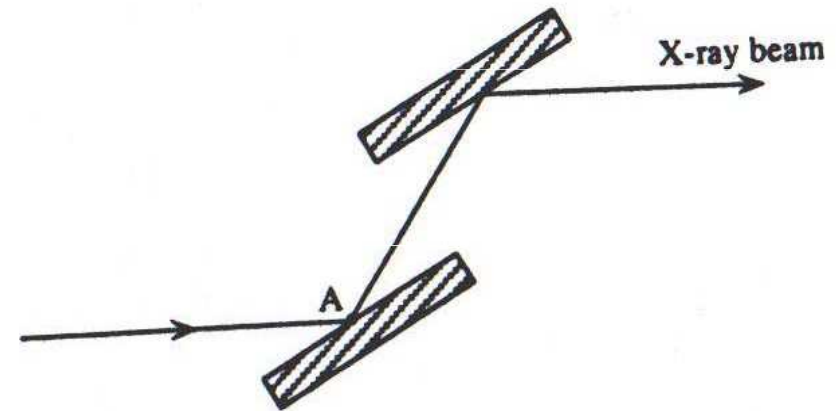
18



Zaostření a monochromatizace

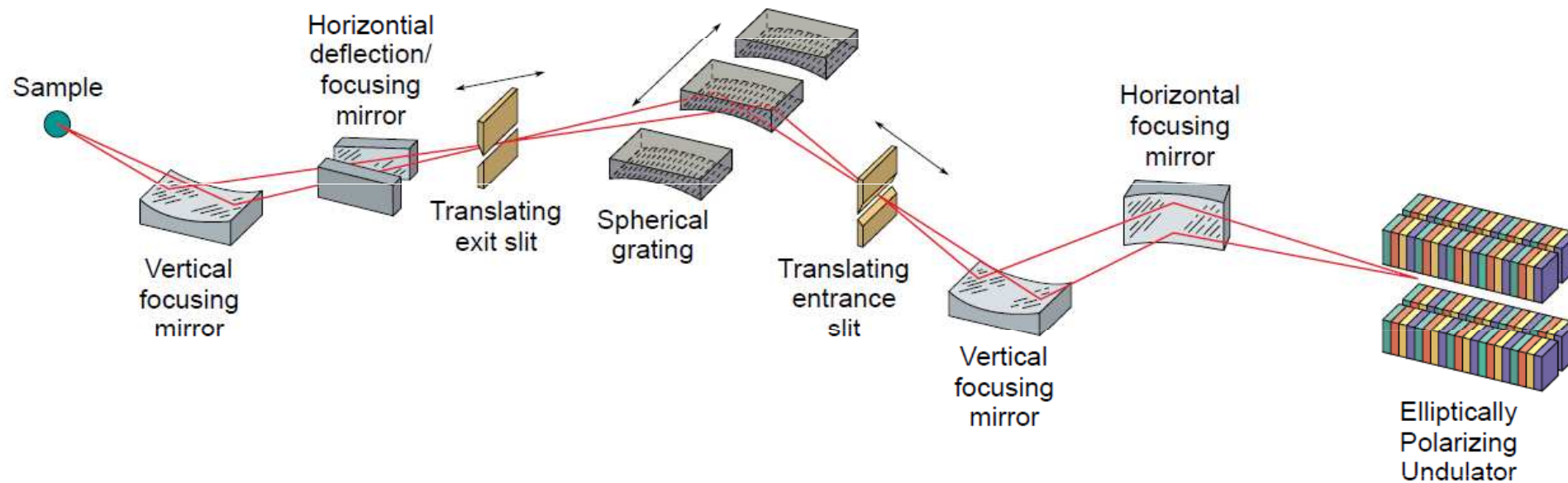
19

- Grafitový monochromátor
grafitový krystal
odrážející rentgenové záření o vlnové délce 1.5418\AA
- Synchrotronové monochromátory
křemík nebo germanium jednoduché nebo dvojité ploché nebo ohnuté
- Toroidní zrcadla sklo nebo křišťál, vrstva Au nebo Pt



High Spectral Resolution (meV) Beamline

20



Rentgenová mikroradiografie a mikrotomografie

21

- **Rentgenová mikroradiografie a mikrotomografie** jsou techniky, které umožní snímání vnitřní struktury 2D resp. 3D objektů s vysokým plošným resp. prostorovým rozlišením. Název tomografie pochází z řeckých slov *tomos* (řez) a *grafó* (kreslím), což znamená, že tomografie je technika schopná zobrazování v řezech, tedy možnost zobrazování vnitřní struktury bez fyzického narušení objektu. Mikrotomografie je proces tomografické rekonstrukce libovolného objektu s rozlišením v řádu mikrometrů. První mikrotomografický systém byl navržen a sestaven Eliotem na začátku 80. let 20. století. První publikovaná mikrotomografická rekonstrukce malého sladkovodního mlže *Biomphalaria glabrata*, velkého cca 0,6mm měla rozlišení kolem 15 mikrometrů.

Výhody použití synchrotronového záření v tomografii

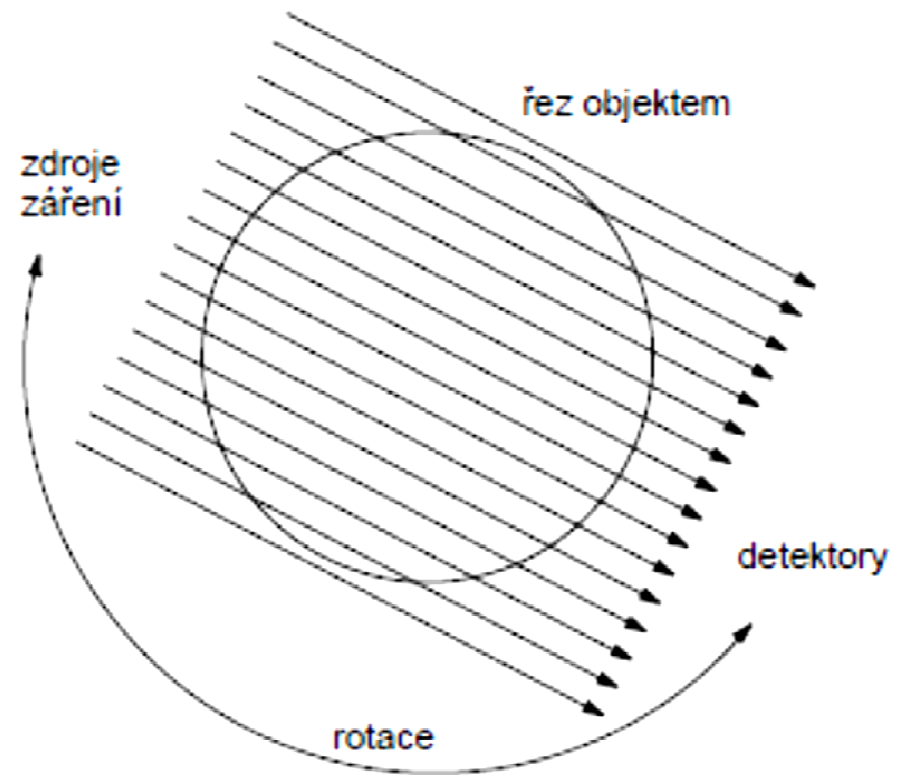
22

Vlastnost	Vyplývající výhoda
Monochromatické záření	Možnost zobrazení na energiích odpovídajících K a L absorpčním hranám. Kvantitativní tomografická měření. Optimalizace energie rentgenového záření a tím snížení dávky rentgenového záření.
Prostorová koherence	Možnost využití zobrazení pomocí fázového kontrastu.
Intenzita záření	Redukce expozičních časů.
Kolimovaný svazek	Paralelní svazek, jednodušší tomografická rekonstrukce, redukce rozptylu záření.

Princip tomografie

23

- Tomografie umožňuje kvantitativní pohled dovnitř zkoumaného objektu, aniž bychom museli objekt rozřezat nebo do něj jinak zasahovat. K sestavení (rekonstrukci) vnitřní struktury objektu stačí získat projekce objektu
- Kruh představuje příčnou rovinu objektu, tedy řez, v němž chceme zjistit průběh hledané veličiny. Touto rovinou prochází objektem svazek paprsku vhodného záření. Za objektem je svazek detekován a zaznamenán. Budeme-li nyní současně otáčet zdroj a detektor vzhledem k objektu, získáme pro každý úhel natočení úhlovou projekci objektu. Všechny úhlové projekce tvoří sadu, která je základem k rekonstrukci vybrané fyzikální veličiny v jednom rezu. Výsledný prostorový obraz objektu pak získáme opakováním postupu pro řezy v různých výšcech objektu a následnou



Rozdělení tomografie

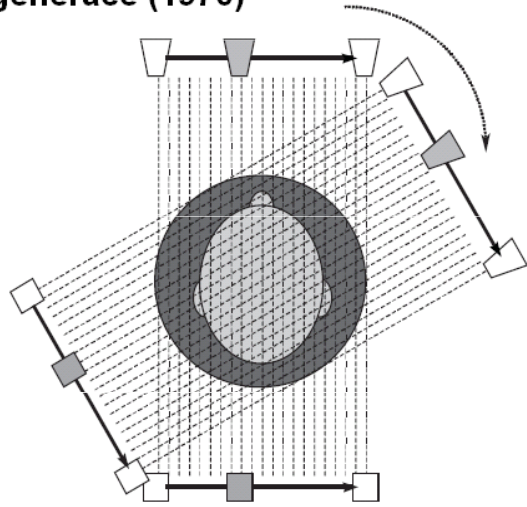
24

- podle druhu interakce záření s objektem na
 - ▣ Absorpční
 - ▣ Emisní
 - ▣ Fázovou
- podle samotného druhu záření na
 - ▣ Optickou
 - ▣ Rentgenovou
 - ▣ Ultrazvukovou
 - ▣ Mikrovlnnou a další

Historický vývoj tomografie

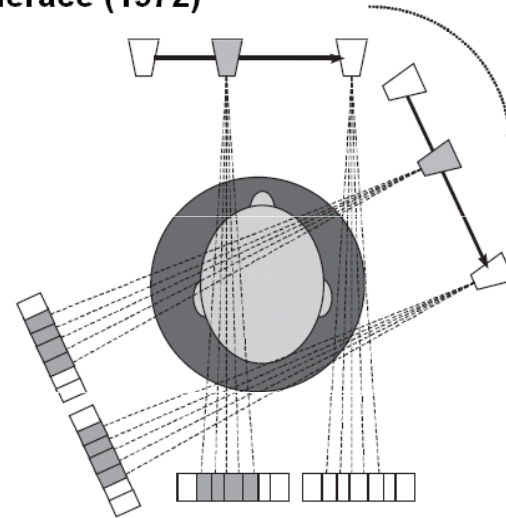
25

1. generace (1970)



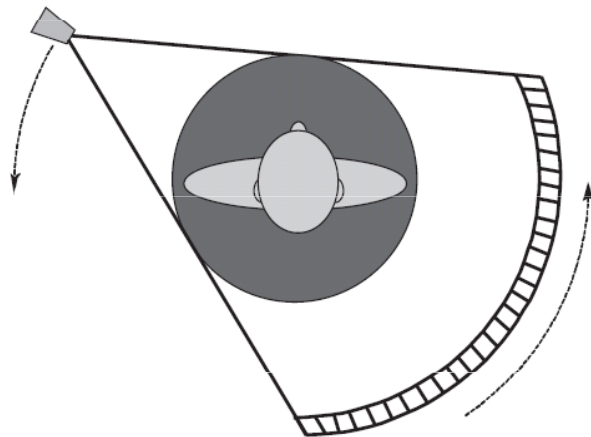
posun a rotace

2. generace (1972)



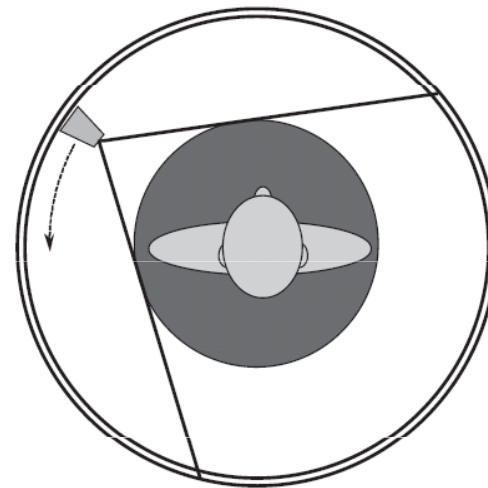
posun a rotace

3. generace (1976)



rotace (zdroj i detektor)

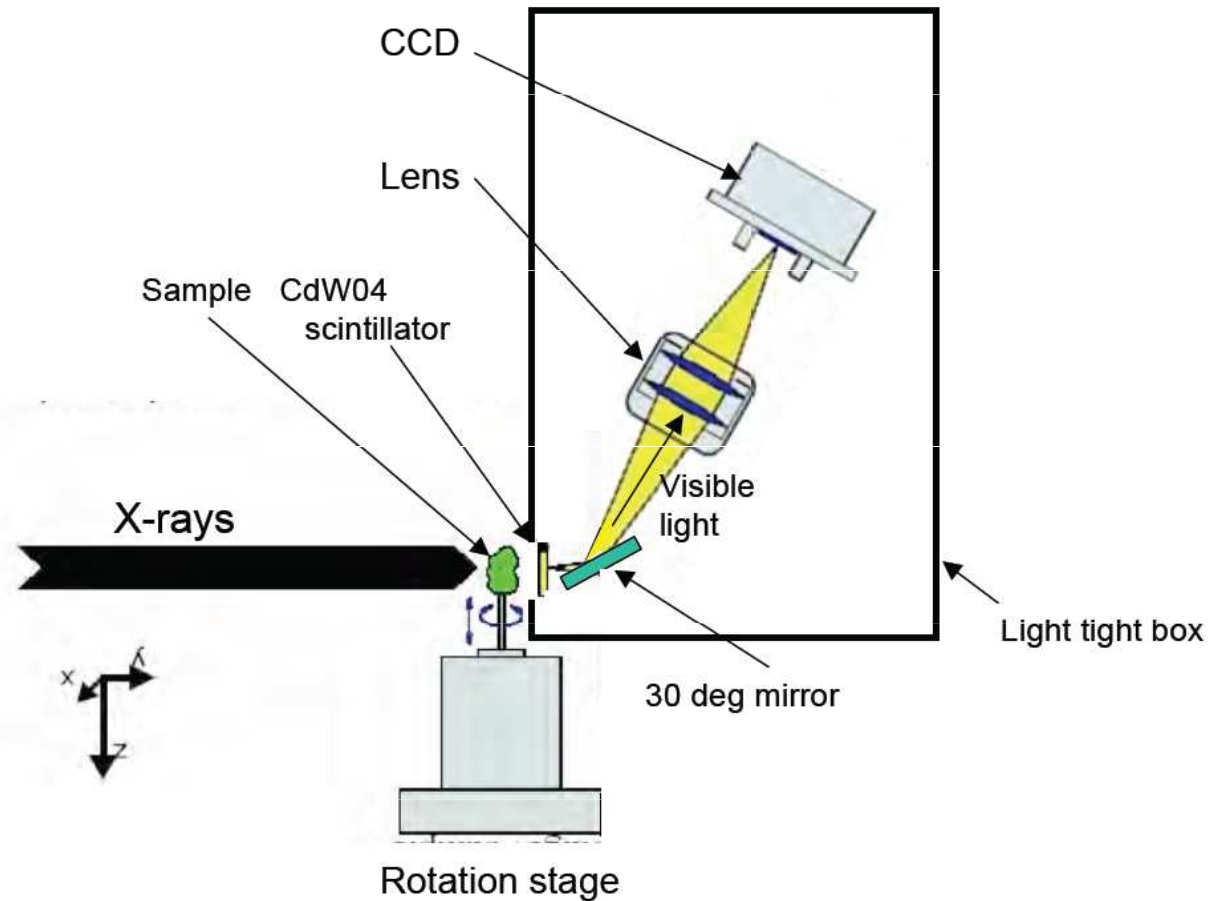
4. generace (1978)



rotace (jen zdroj)

Tomografická kamera - schema

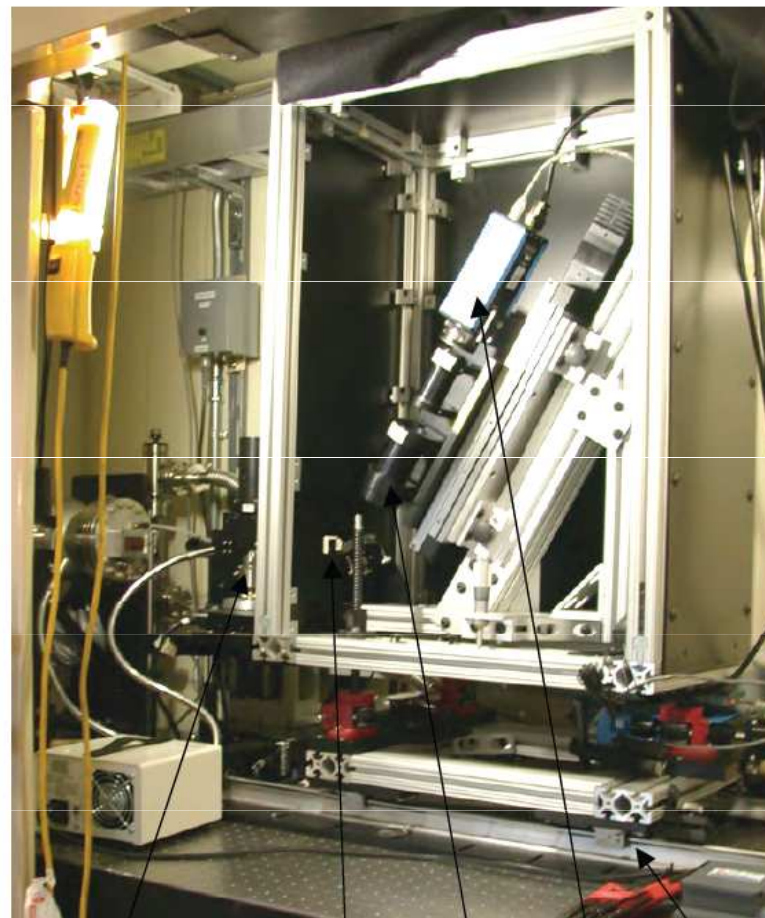
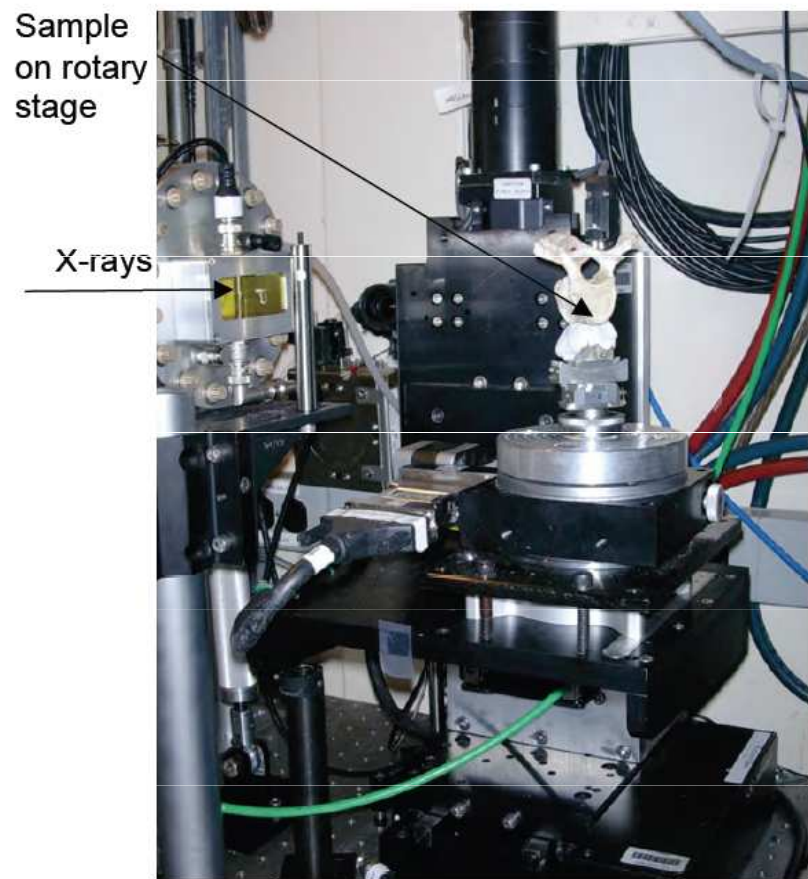
26



CCD out of the orbit plane to avoid gamma rays from SR

Tomografická kamera

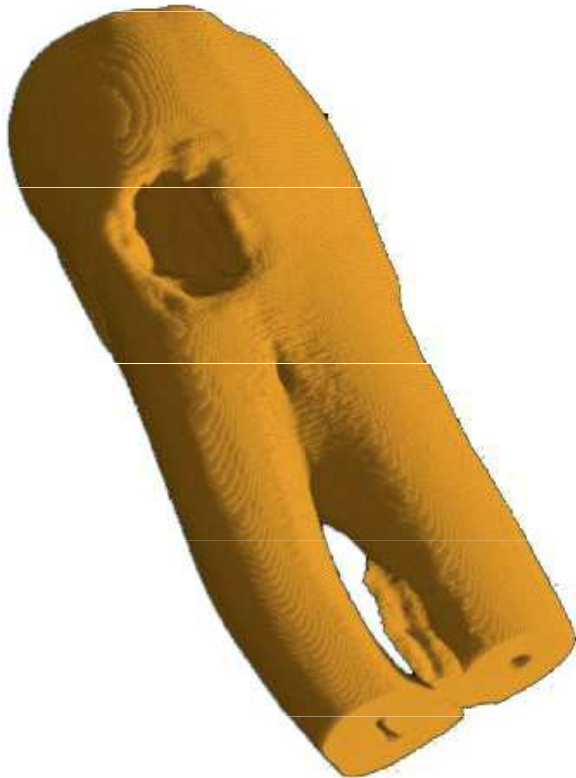
27



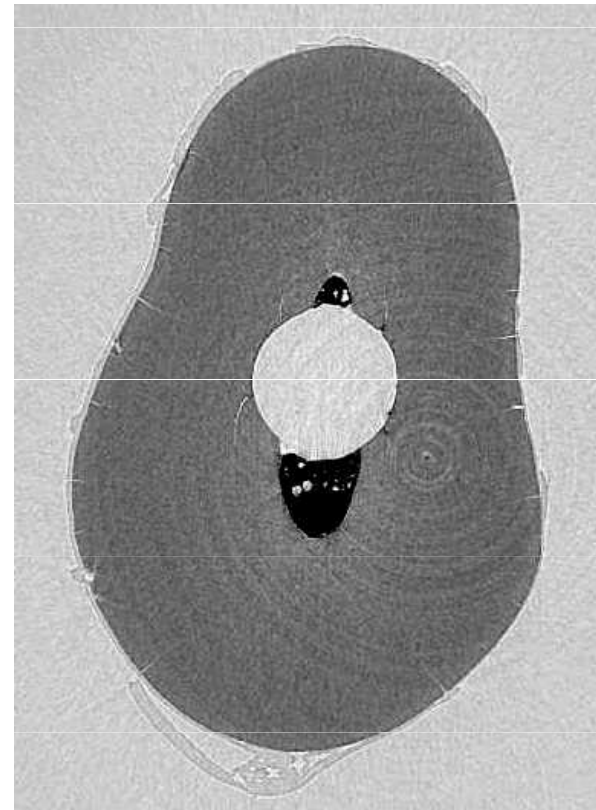
Absorpční tomografie

28

- Zkoumaný objekt je určen funkcí lineárního absorpčního koeficientu $\mu(x, y)$

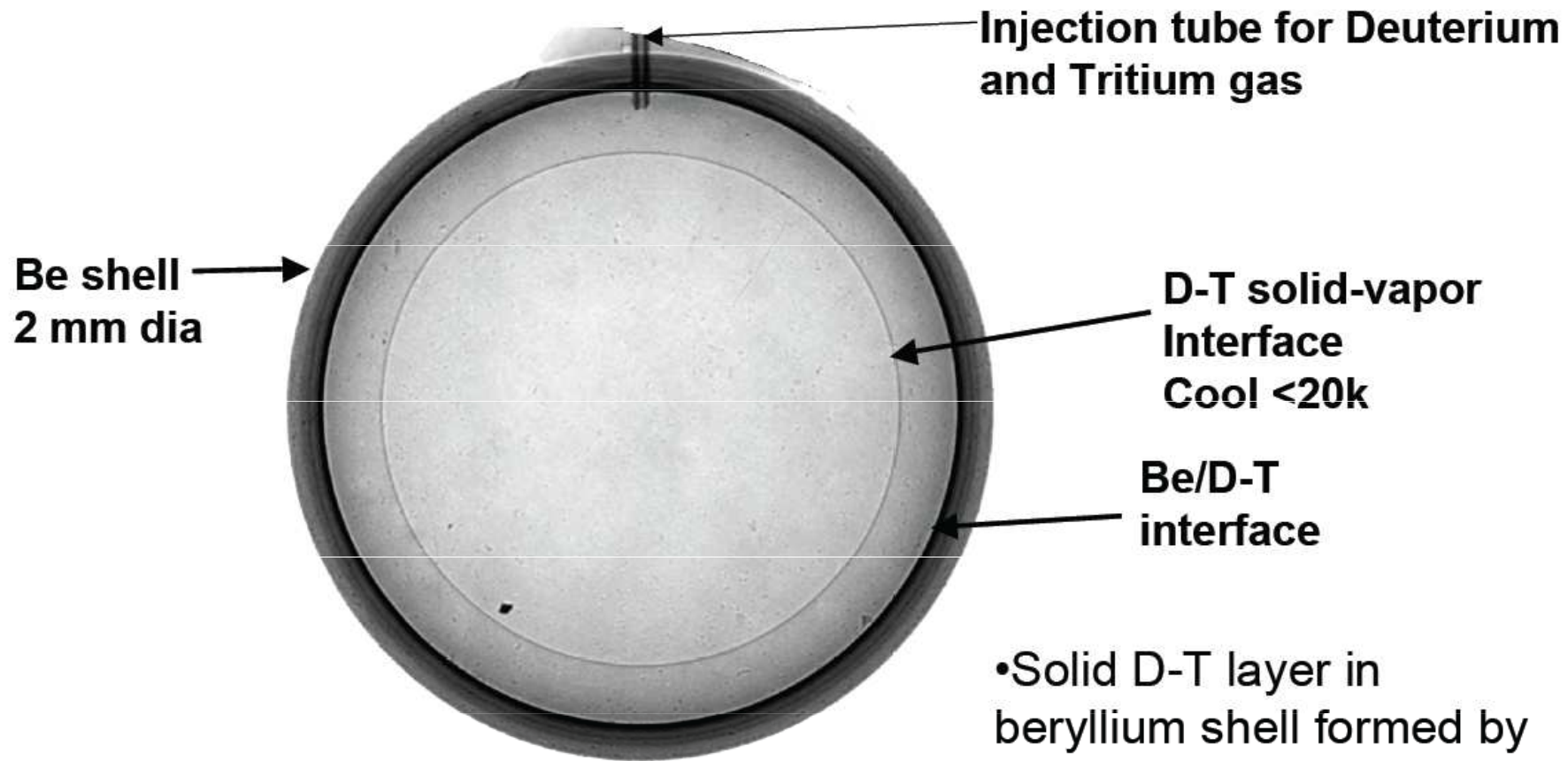


Příklad 3D rekonstrukce zubu



Rekonstrukce řezu jiným vzorkem. Patrný jsou zbytky kořenové výplně (černé) a uprostřed opracovaný otvor pro čep. Šířka zobrazené oblasti je 3,5 mm.

The Fusion capsule



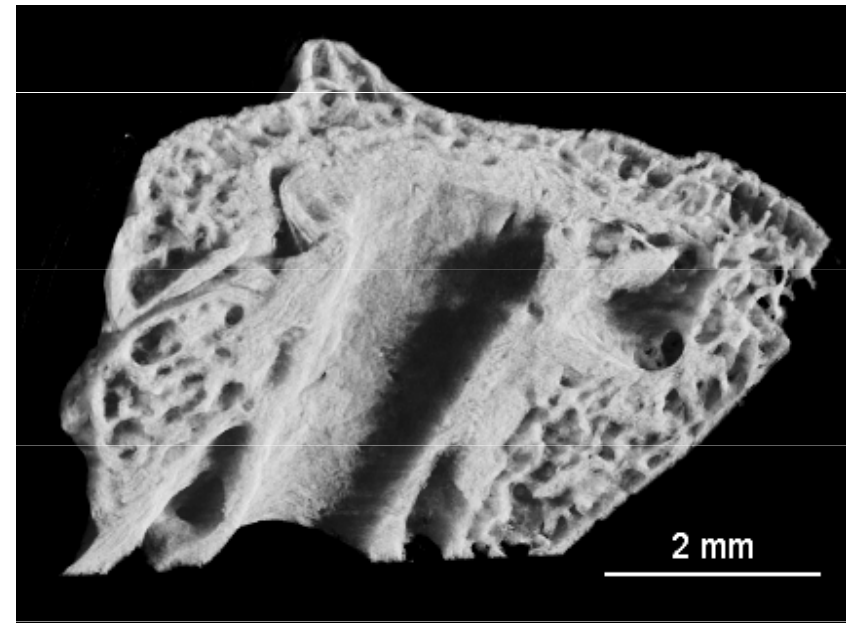
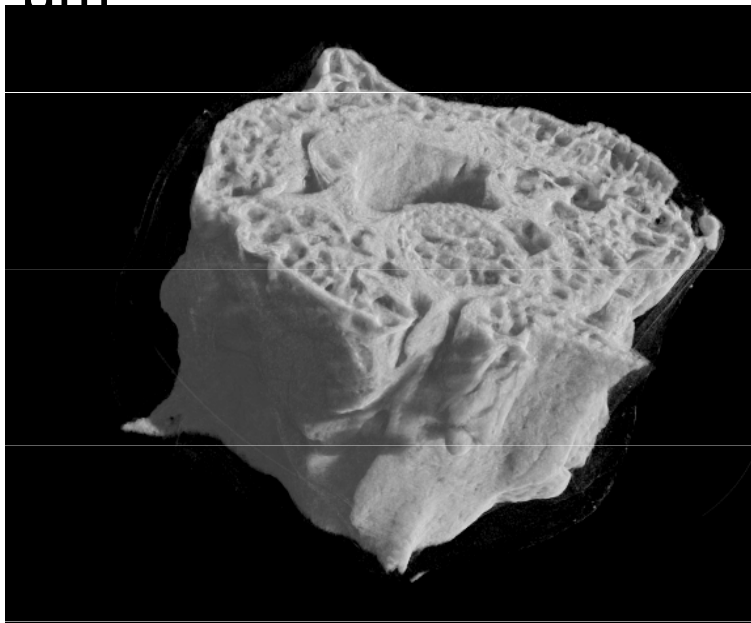
Phase contrast image from Lab source .
B. Kozioziemski, LLNL

D.Montgomery et al, Rev Sci Instrum 75 3986-3988 (2004)
J. K. Hoffer and L. R. Foreman, PRL 60, 1310 (1988)

Mikrotomografie

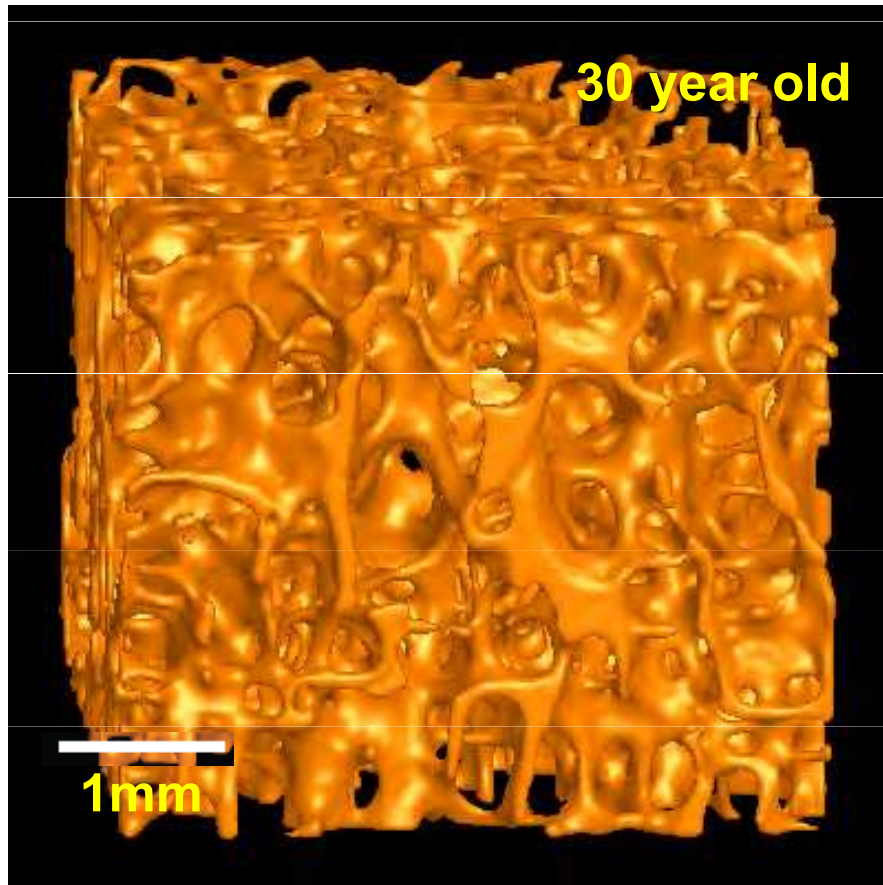
30

- Na obr. je demonstrována možnost aplikace mikrotomografického zařízení na pracovní stanici SYRMEP synchrotronu Elettra v Terstu na zobrazování paleontologických vzorků. Část obratle asi 10^6 let starého hada byl rekonstruován z 1440 projekcí. Vzdálenost vzorek-detektor byla 20 cm, použitý detektor měl pixely o velikosti 9 μm



Aplikace – struktura kosti

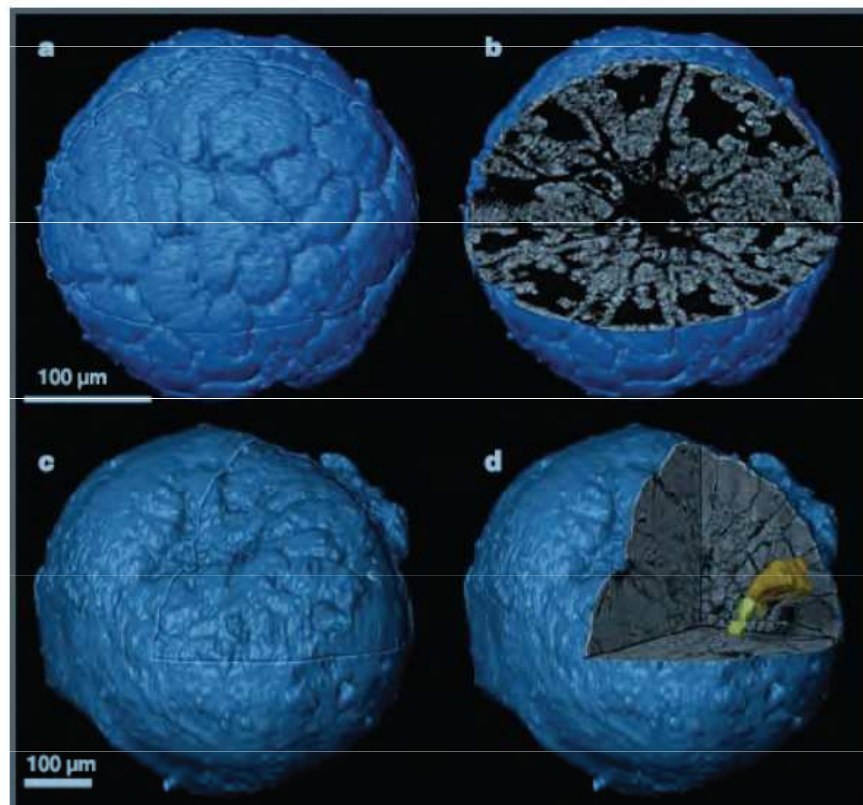
31



Příklady RTG mikrotomografie

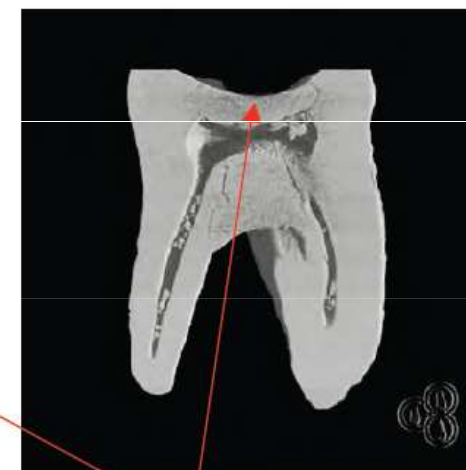
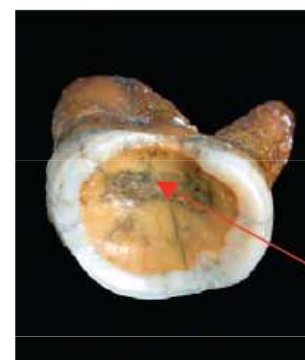
32

Fossil embryos 500M years old



P.Donghue, Nature 442, 680-683 (2006)
Swiss Light Source (SLS)

Homo Neanderthalensis



Secondary dentine

D.Hunt
Smithsonian Institute
Work at the ALS

Zavislost linearniho absorpcniho koeficientu μ na vlnové délce

33

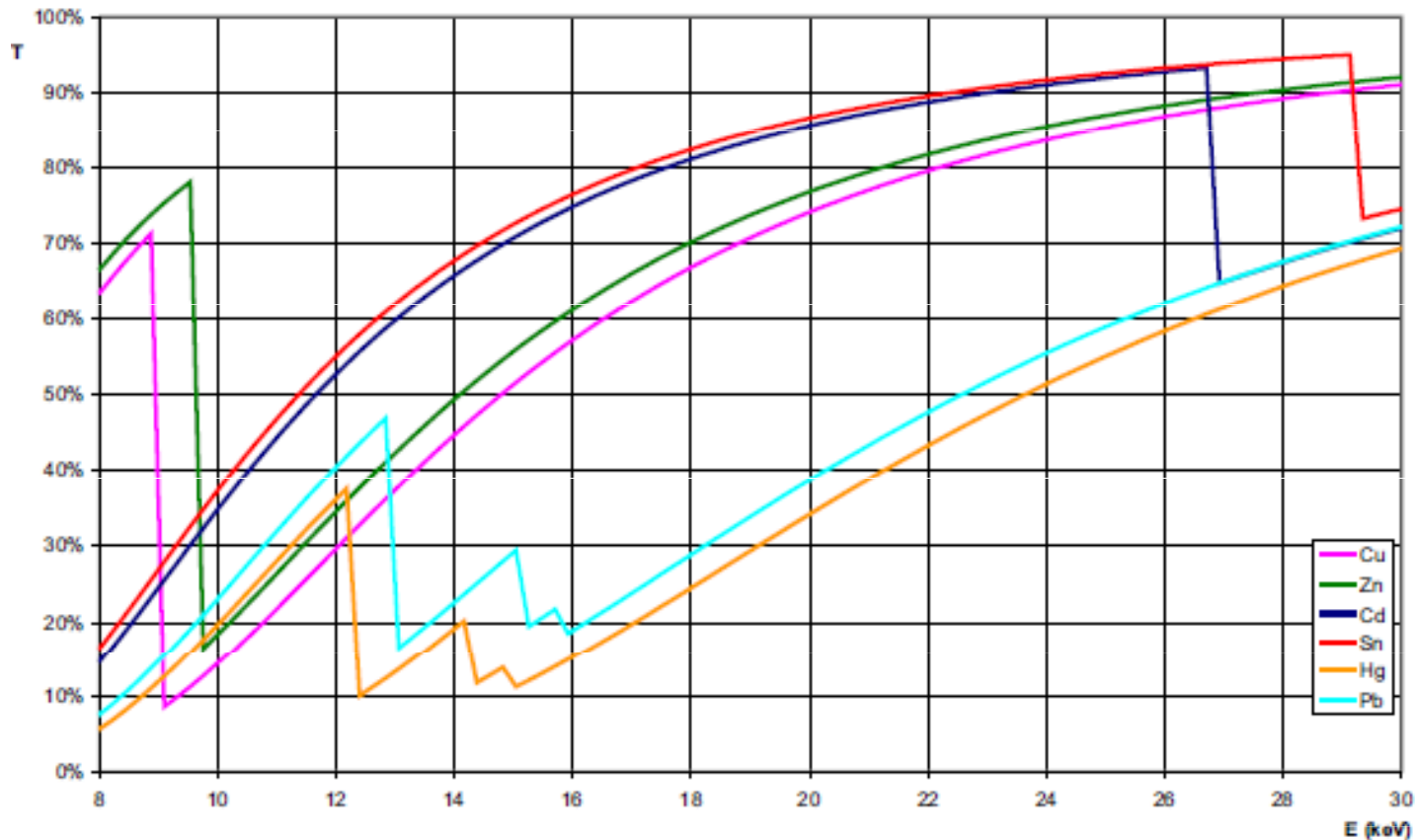
záření

- Obecně lze říci, že velikost koeficientu μ pro každý prvek klesá s rostoucí energií fotonu, tedy vzrůstá s rostoucí vlnovou délkou. Propustnost materiálu roste se vzrůstající energií (klesající vlnovou délkou). Při určité energii však dochází k náhlé změně. Oblasti kolem náhlých změn se nazývají absorpčními hranami. Polohy jednotlivých absorpčních hran souhlasí s polohami spektrálních čar v emisních spektrech, energie všech emisních čar dané série (např. K) jsou nižší, než energie určité absorpční hrany, kterou označíme E_K . Jednotlivé absorpční hrany lze tedy přiřadit jednotlivým sériím emisních spekter. Podrobnější rozbor ukazuje, že lze ztotožnit s hranami jednotlivých emisních sérií. Jednotlivé energie E_K, E_L, \dots tedy reprezentují ionizační energie elektronu příslušných slupek. Je tudíž zřejmé, že polohy absorpčních hran rentgenových spekter různých prvku musí vyhovovat Moseleyovu zákonu:

$$\sqrt{f} = k_n(Z - S_n)$$

Detekce stopových prvků

34

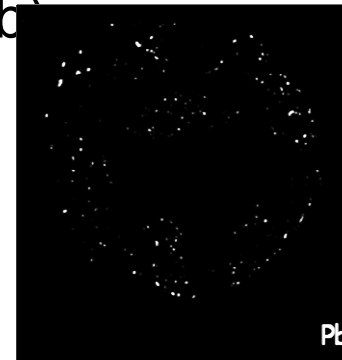
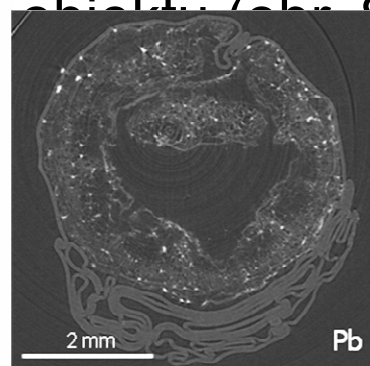
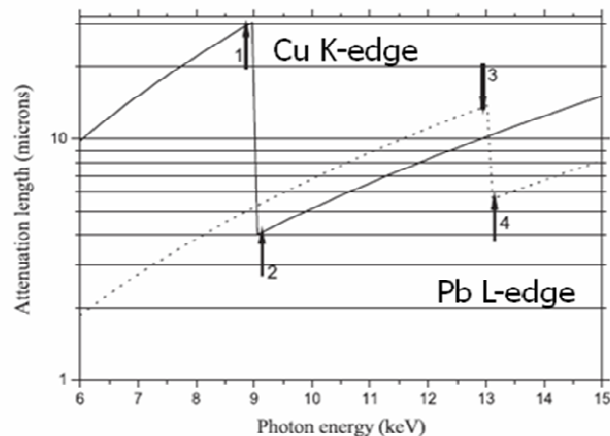


Graf závislosti relativní propustnosti materiálu tloušťky 10 µm na energii záření pro vybrané prvky v energiovém intervalu 8 – 30 keV

Dvouenergiová mikroradiografie a mikrotomografie

35

- (Kvazi)monochromatické synchrotronové záření umožňuje selekci úzkého spektrálního rozsahu a při použití speciálního optomechanického systému, lokalizaci pomocí absorpce záření vybrané vlnové délky (energie) odpovídající chemickým prvkům uvnitř vzorku (obr. 8a). Energii synchrotronového záření absorbují K, L, M ... elektrony daného prvku, proto je velikost absorpce nezávislá na chemických vazbách a přímo určuje koncentraci daného prvku.
- Pomocí rozdílu hodnot map intenzit (2D radiogramů) vzorku nebo tomografických řezů, měřených použitím záření s energií větší a menší než je hodnota energie absorpční hrany, se dá určit kvalitativně (i kvantitativně) rozložení daného chemického prvku



Absorpční a fázový kontrast

36

- Index lomu prostředí pro EUV a rentgenové záření odvozený využitím vlnové rovnice a z předpokladů, že vlnová délka záření je srovnatelná s atomovými rozměry a energie záření je srovnatelná s vazební energií elektronů v atomu se běžně používá ve tvaru:

$$n=1-\delta+i\beta \quad (1)$$

- V konvenční absorpční radiografii se detekuje změna intenzity záření látkou. Změna intenzity se dá popsat pomocí vztahu:

$$\Delta I/I=e^{c\Delta\mu} \quad (2)$$

kde c je rozměr vzorku ve směru šíření záření

- lineární absorpční koeficient $\Delta\mu$ souvisí s imaginární částí indexu lomu n se vztahem:

$$\mu=4\pi\beta/\lambda, \quad (3)$$

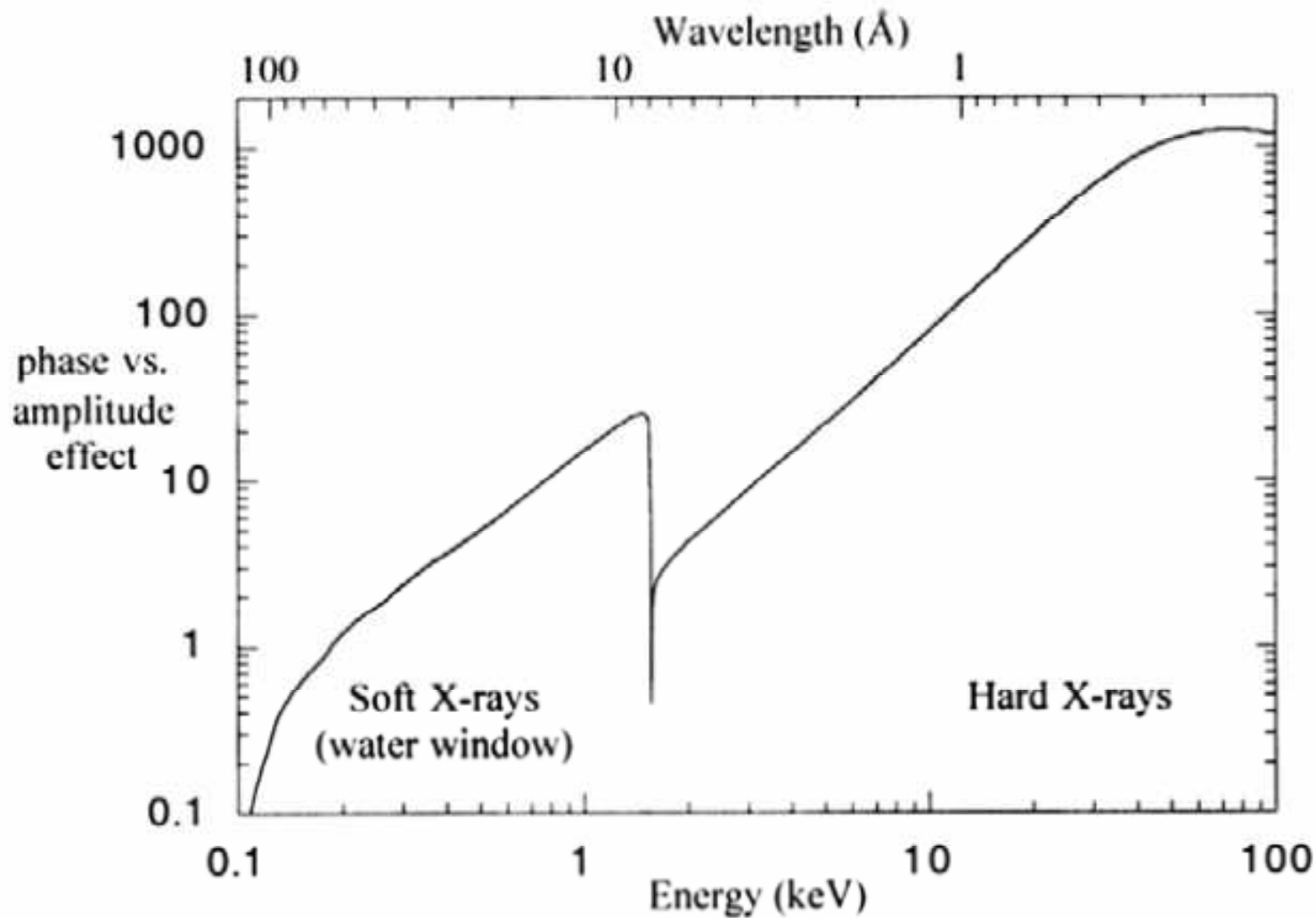
kde λ je vlnová délka záření.

- Vysoká koherence synchrotronového záření umožňuje detekovat i změny fáze původní vlny, způsobené zkoumaným objektem. Změna fáze souvisí se změnou reálné části indexu lomu δ :

$$\Delta\Phi=2\pi c\Delta\delta/\lambda. \quad (4)$$

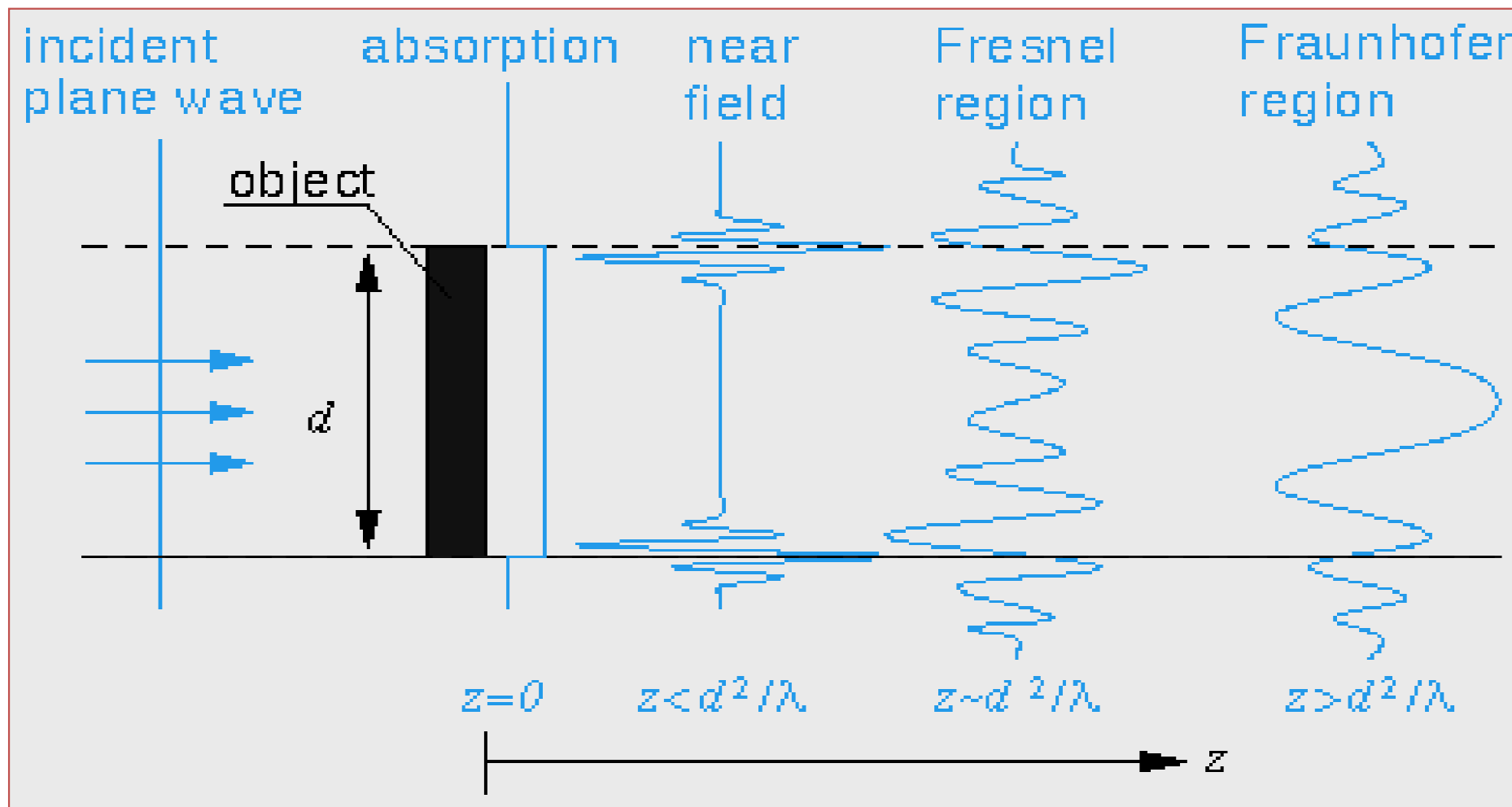
závislost poměru koeficientů δ/β pro hliník

37



Experimentální realizace zobrazení ve fázovém kontrastu

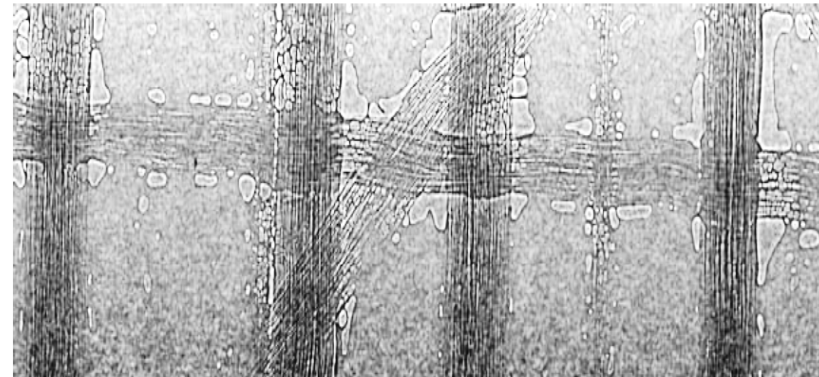
38



Fázový kontrast

39

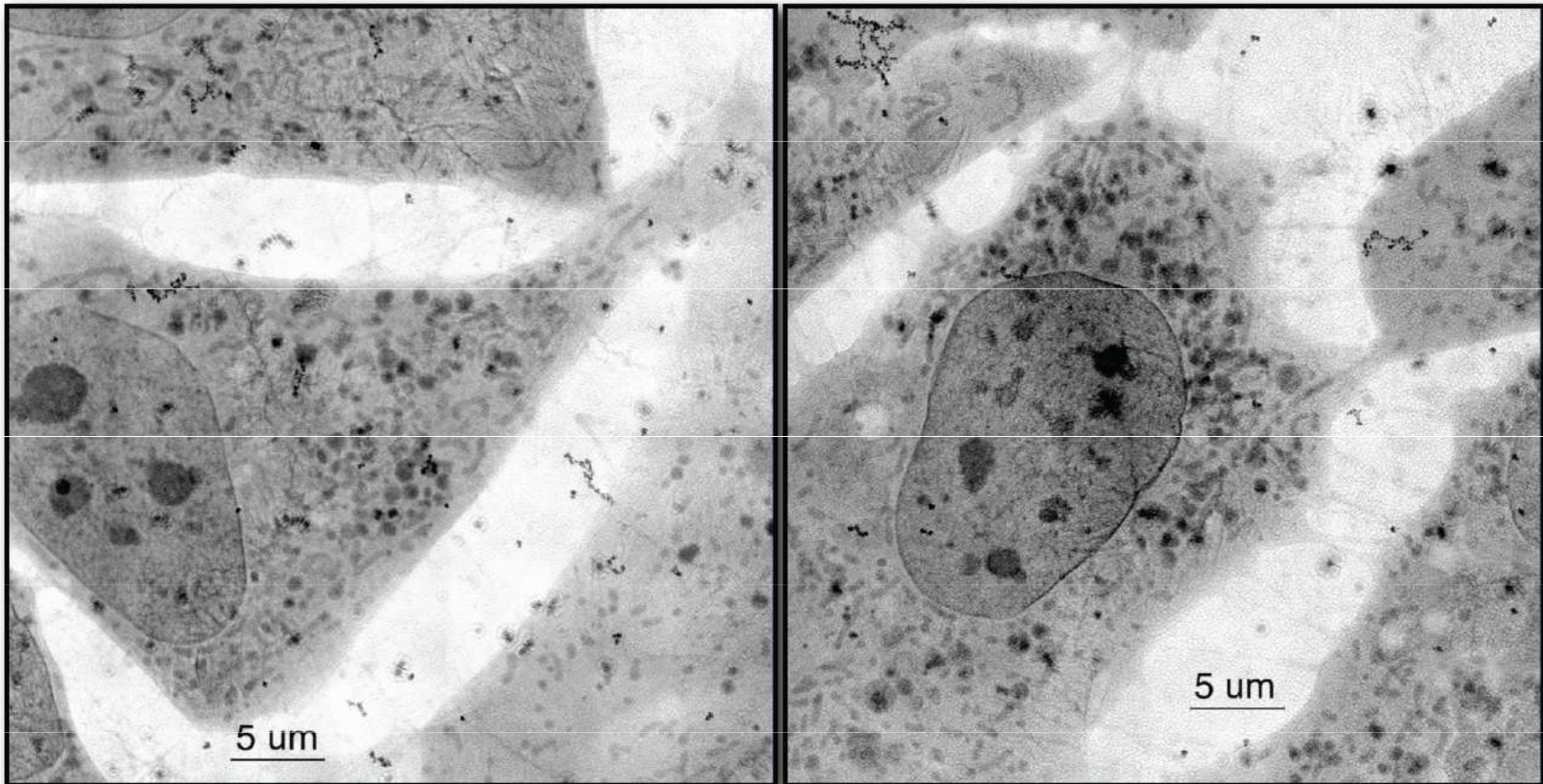
- Z experimentálního hlediska je realizace zobrazení využitím fázového kontrastu snadná, spočívá ve správném nastavení vzdálenosti detektor – vzorek). Je ale nutno poznamenat, že výsledný obraz je vždy konvolucí fázového a absorpčního kontrastu a k získání informace o samotné změně fáze je nutno použít speciálních technik („*phase retrieval*“).



Snímky části moderní tkaniny pro plachetnice (kombinace Twaron® + Spectra®) získány na synchrotronu Elettra v Terstu s využitím absorpčního kontrastu ($E=15$ keV, $z=2$ cm) a fázového kontrastu ($E=15$ keV, $z=66$ cm). Rozměry zkoumaného objektu 16,8 mm x 5,3 mm

Cryo X-ray Microscopy of NIH 3T3 Fibroblasts

40

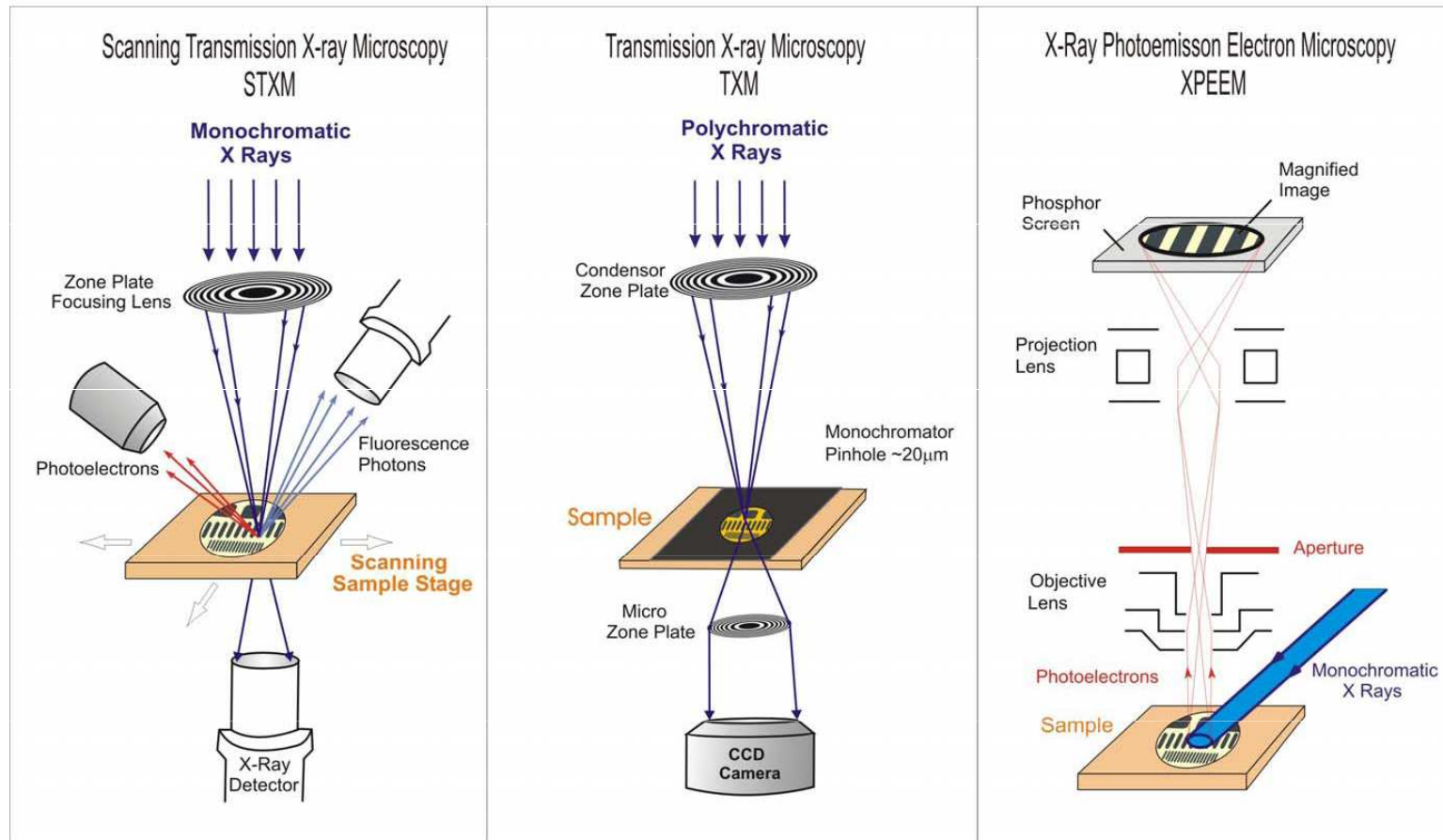


Meyer-Ilse, W., Hamamoto, D., Nair, A., Lelievre, S.A., Denbeaux, G., Johnson, L., Pearson, A.L., Yager, D., LeGros, M.A., and Larabell, C.A. (2001). J. Microscopy. 201, 395-403.

X-ray Microscopes

41

X-Ray Microscopy Methods - toward Nanometer Resolution

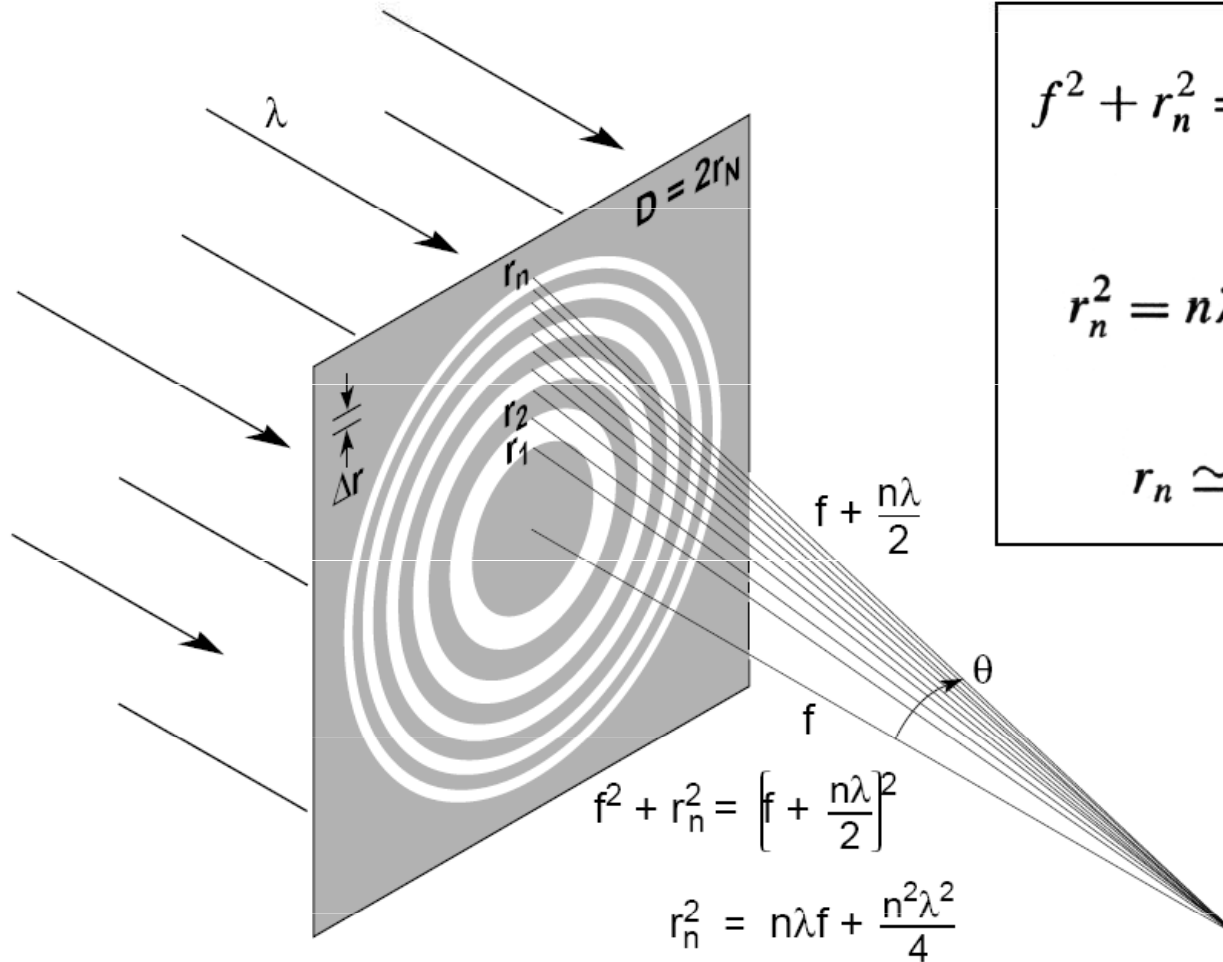


Present resolution in the 20 - 40 nm range

prof. Otruba 2012



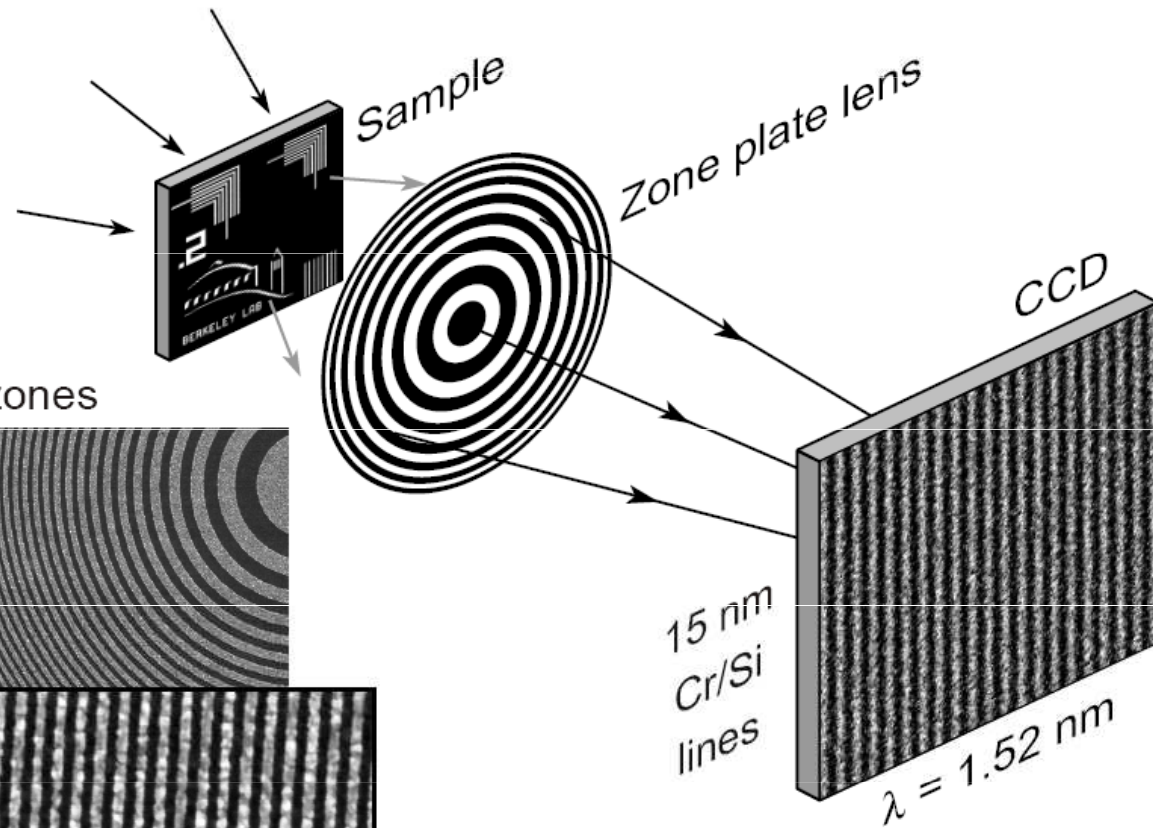
A Fresnel Zone Plate Lens



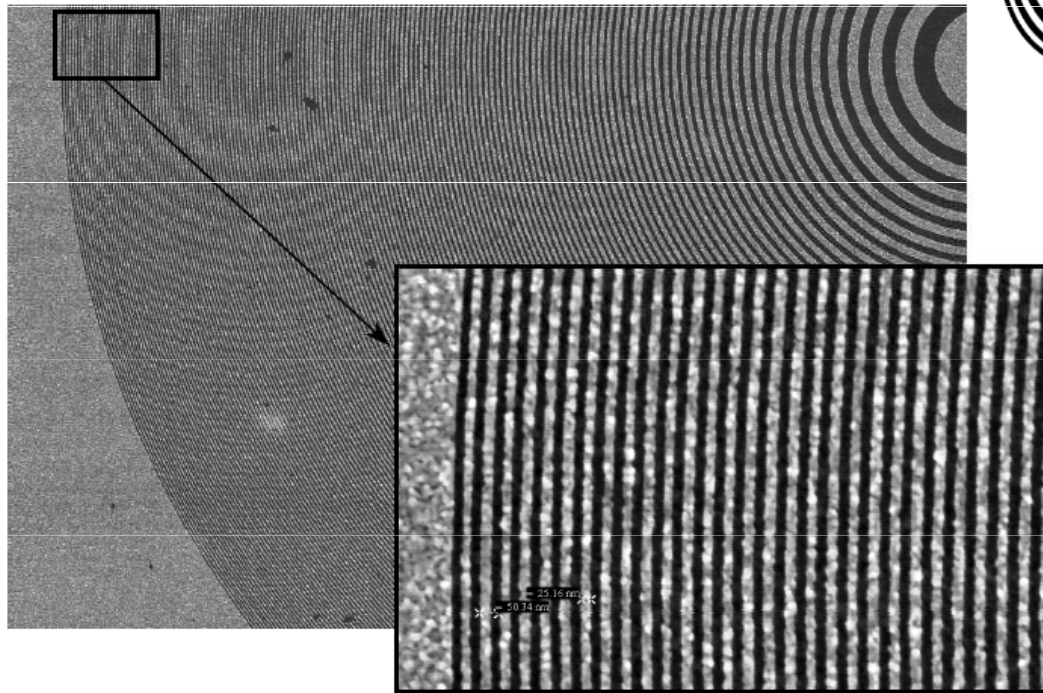
$$f^2 + r_n^2 = \left(f + \frac{n\lambda}{2} \right)^2 \quad (9.8)$$
$$r_n^2 = n\lambda f + \frac{n^2\lambda^2}{4} \quad (9.9)$$
$$r_n \simeq \sqrt{n\lambda f} \quad (9.10)$$



Soft X-Ray Microscopy at the ALS



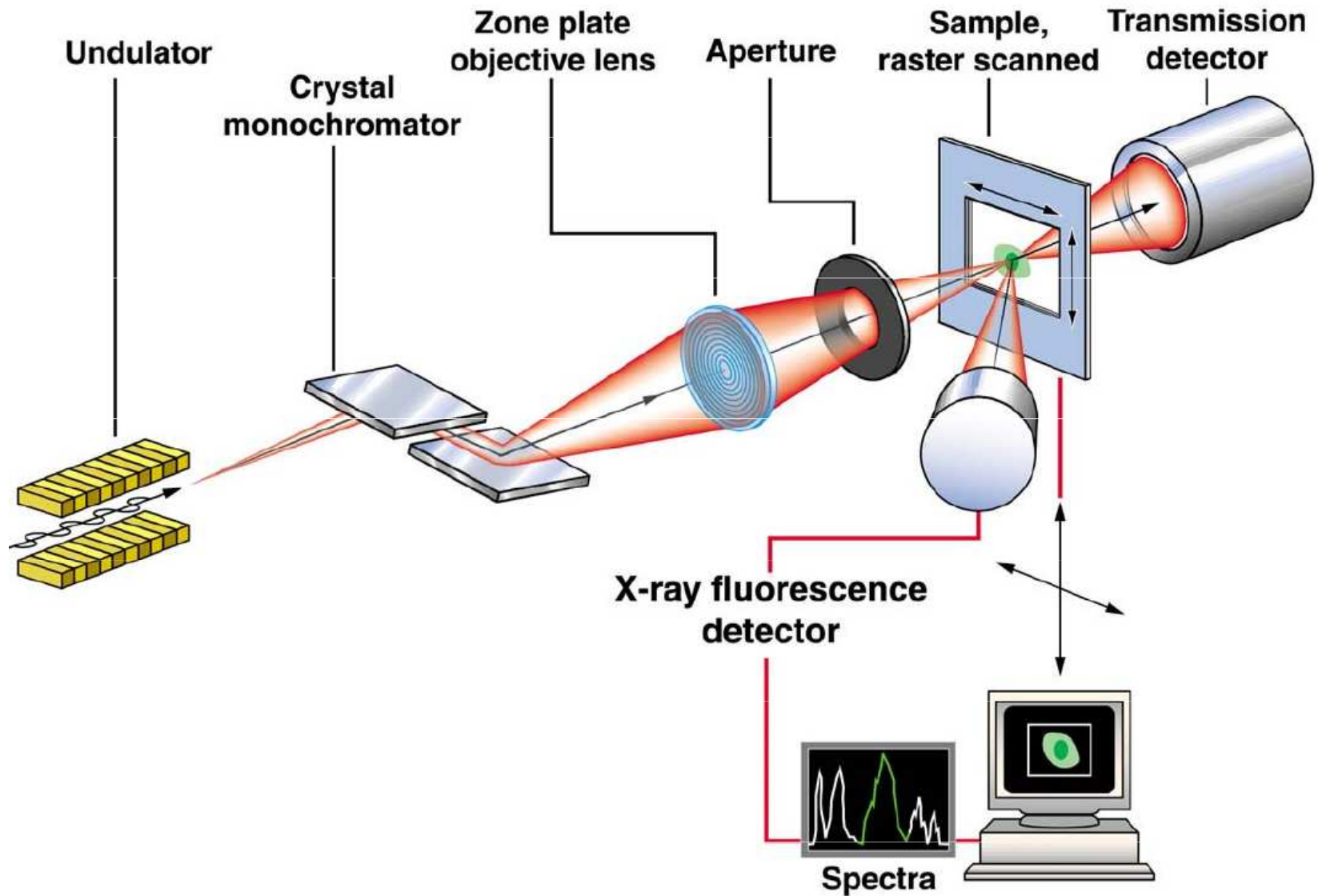
$\Delta r = 25 \text{ nm}$, $D = 63 \text{ }\mu\text{m}$, $N = 618 \text{ zones}$



Courtesy of E. Anderson and W. Chao, UCB & LBNL

Schéma skenovací RTG mikrosondy

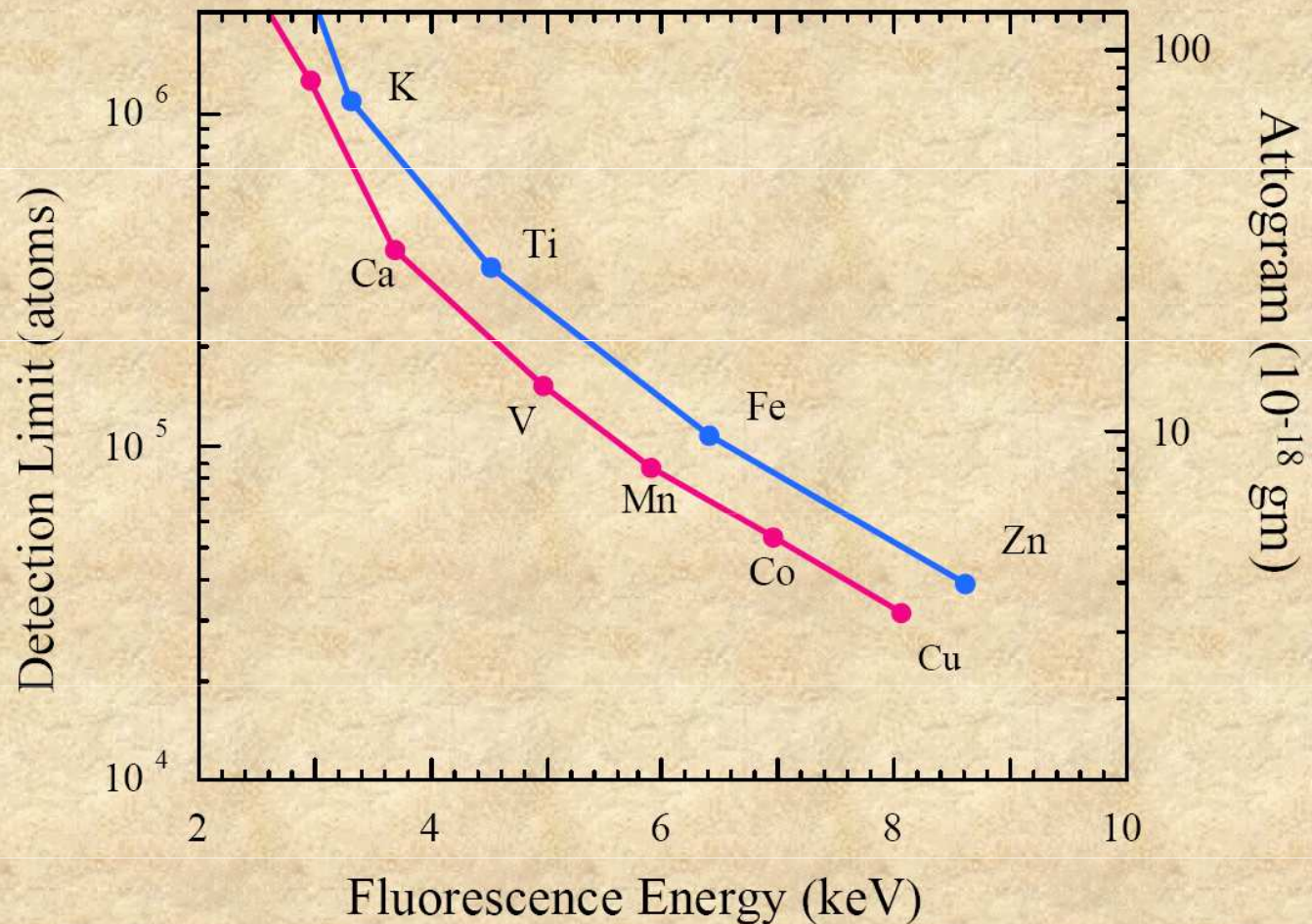
44



Detekční limity

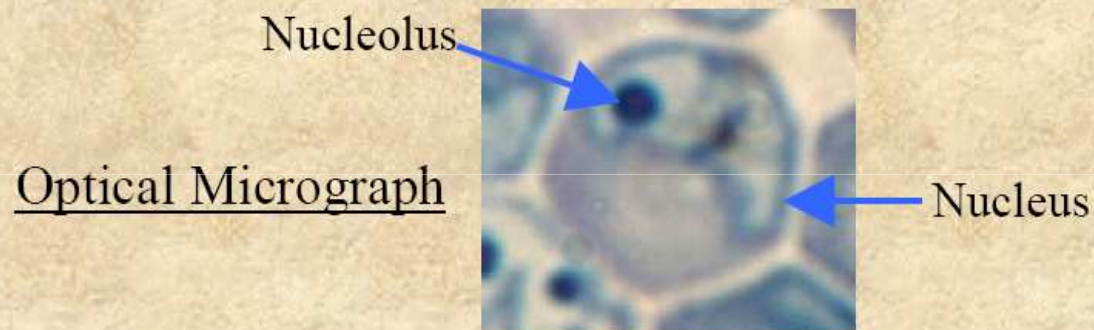
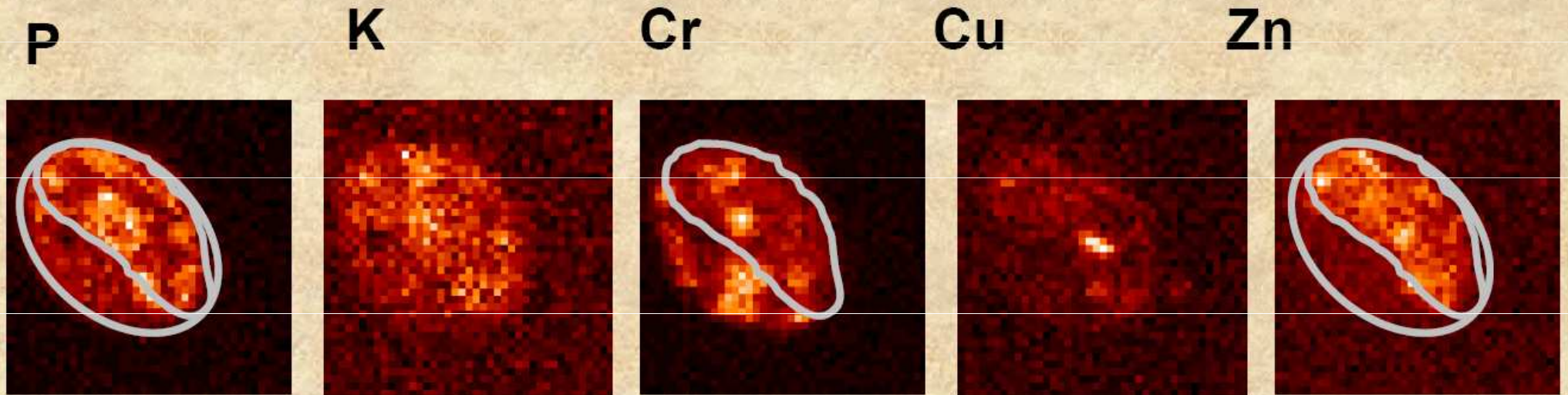
45

for 1 sec. acquisition time, $0.2 \times 0.2 \mu\text{m}^2$ spot, $E=10 \text{ keV}$



Řez plicní buňkou křečka po expozici Cr(VI)

46

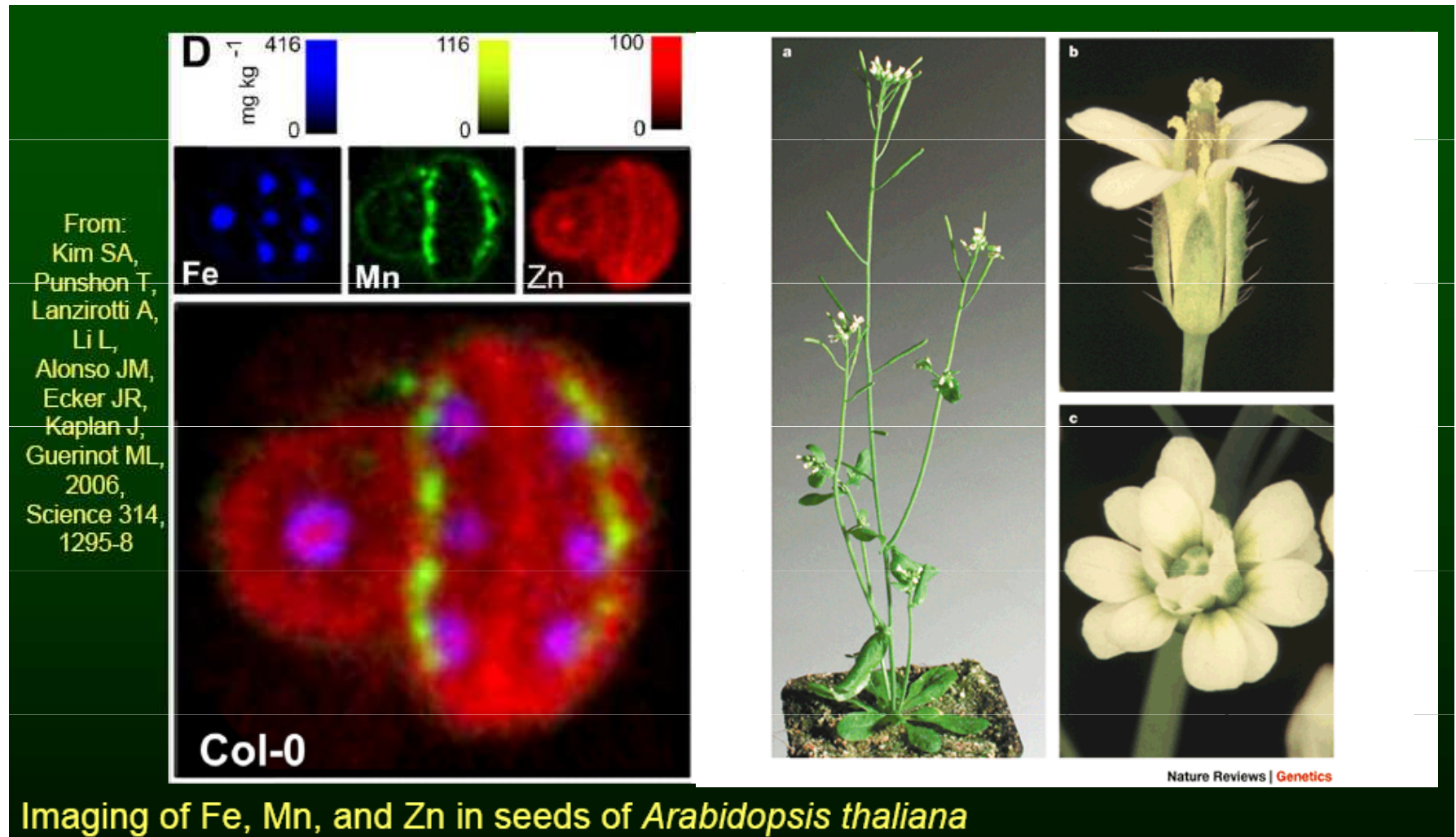


Min  Max

Scan dimensions = $11 \times 11 \mu\text{m}$; Beam size = 300 nm diameter.

Huseníček rolní - semeno

47



Využití synchrotronového záření

48

- Small Angle X-Ray Scattering - neocenitelná při výzkumu heterostruktur a vícevrstevných systémů v řádu nm - nanotechnologie
- X-Ray Absorption Spectroscopy - poskytuje informace o typu a vzdálenostech sousedních atomů. Synchrotron je jako intenzivní přeladitelný zdroj jediný možný! (amorfní látky, nanomateriály, povrchy. . .)
- X-Ray Fluorescence - reemitované rtg z materiálu odpovídá atomovému číslu - kvalitativní chemická analýza, až 10^8 atomů/cm², μm rozlišení → polovodičový průmysl
- Rentgenová fotoemisní spektroskopie - informace o elektronové struktuře valenčního pásu, pro polovodičový průmysl
- Transmisní rtg mikroskopie - dobrý kontrast, vysoké rozlišení až 15nm, časové rozlišení