

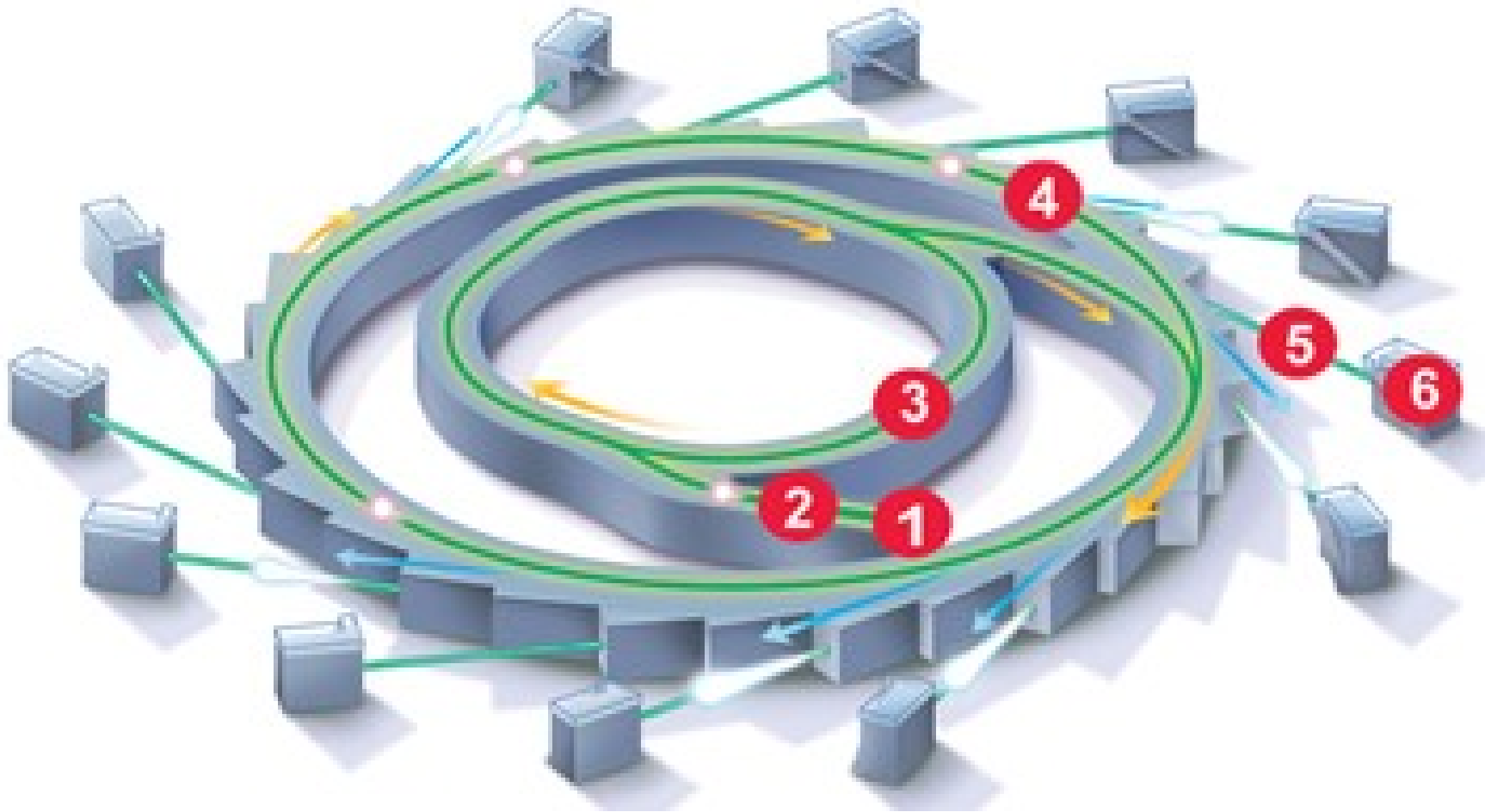
Experimentálne metódy

Marcel MiGLiERiNi

7. Jadrový rezonančný rozptyl

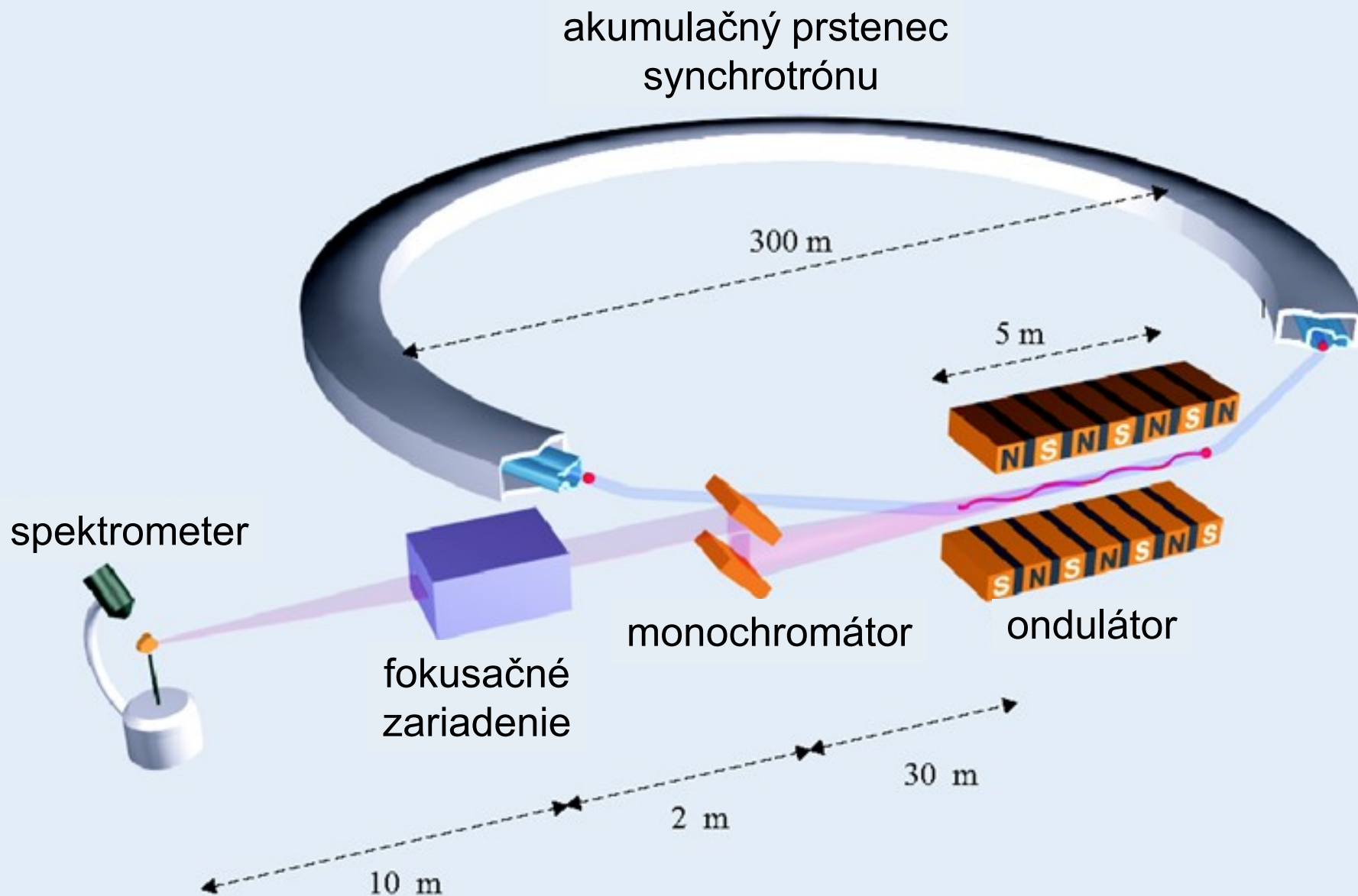
- synchrotrónové žiarenie
 - tvorba, vlastnosti
 - komponenty optickej trasy
- metódy jadrových rezonancií
 - dopredný jadrový rozptyl – NFS
 - nepružný jadrový rozptyl – NIS
- XFEL

Tvorba synchrotrónového žiarenia

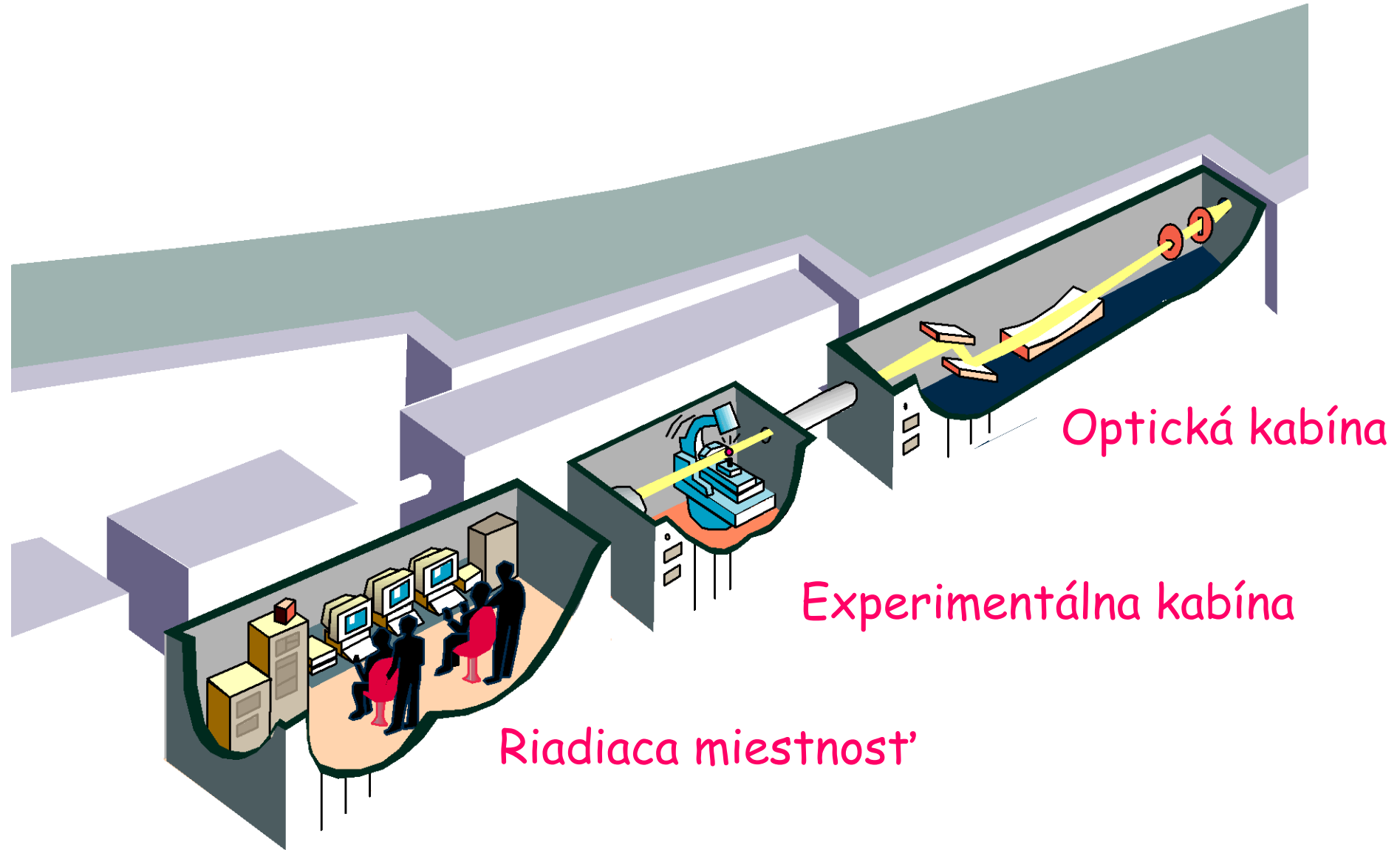


- | | |
|-------------------------|---------------------------|
| 1. elektrónové delo | 4. akumuláčny prstenec |
| 2. lineárny urýchľovač | 5. trasa |
| 3. urýchľujúci prstenec | 6. experimentálna stanica |

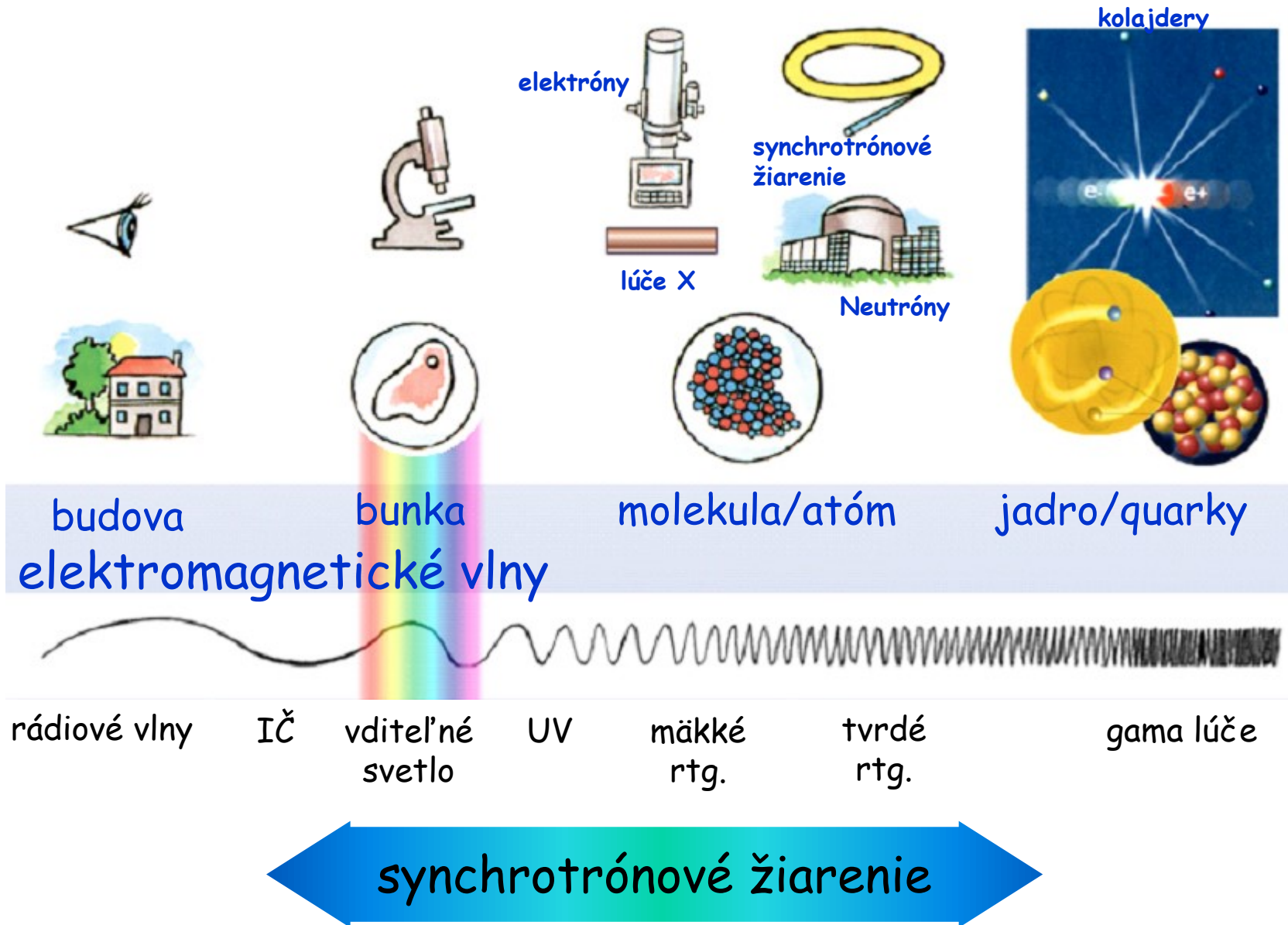
Základná schéma



Koncová stanica

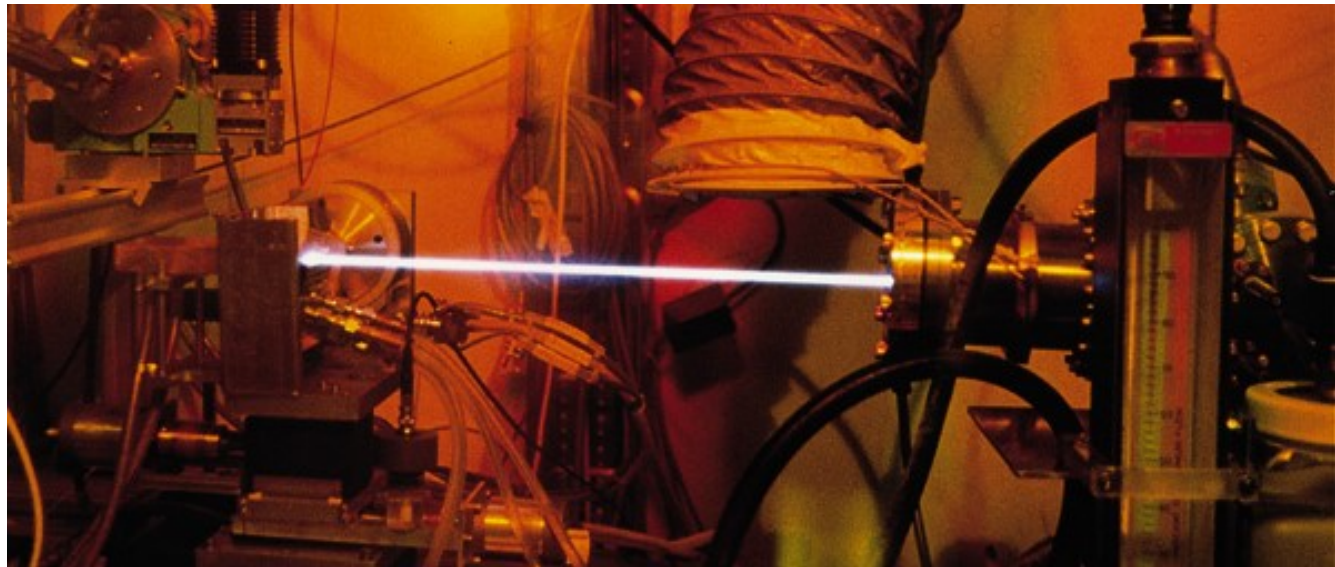


Spektrum synchrotrónového žiarenia



Vlastnosti synchrotrónového žiarenia

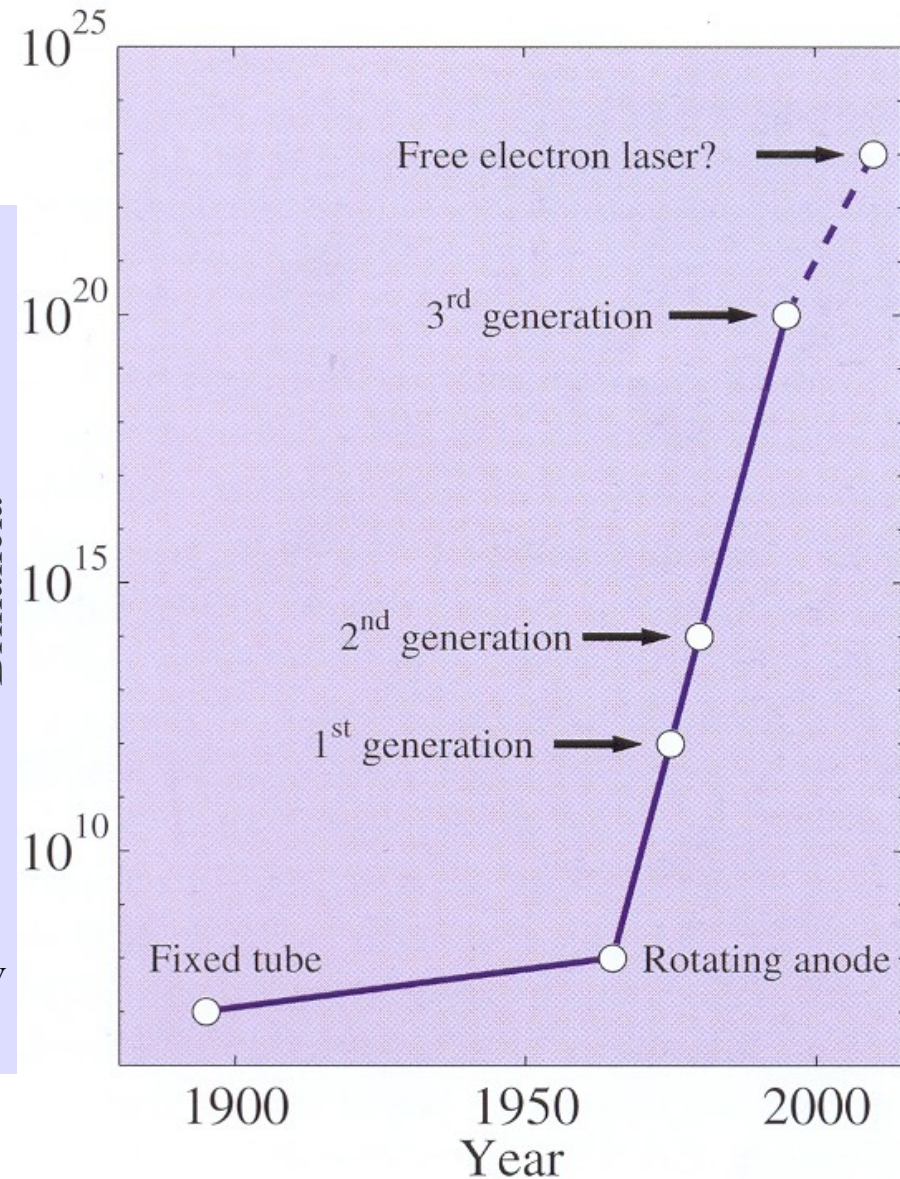
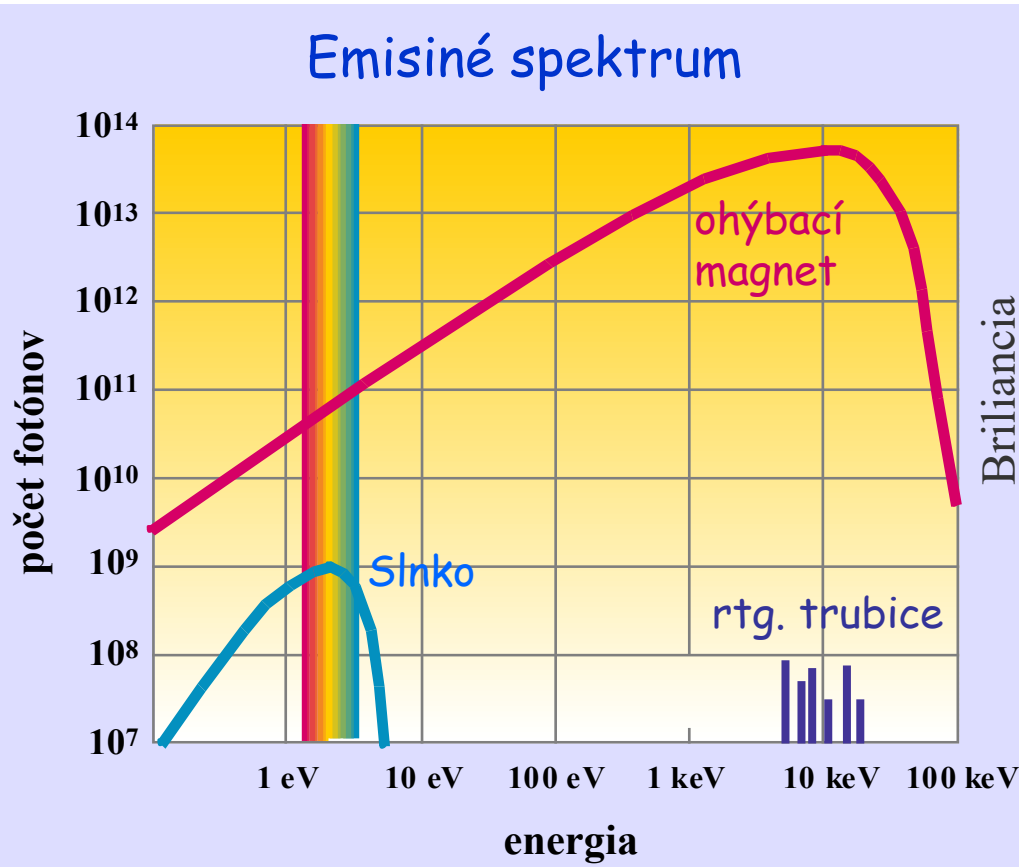
1. Briliancia
2. Koherencia
3. Impulzná emisia
4. Polarizácia
5. Stabilita lúča
6. Preladiteľnosť



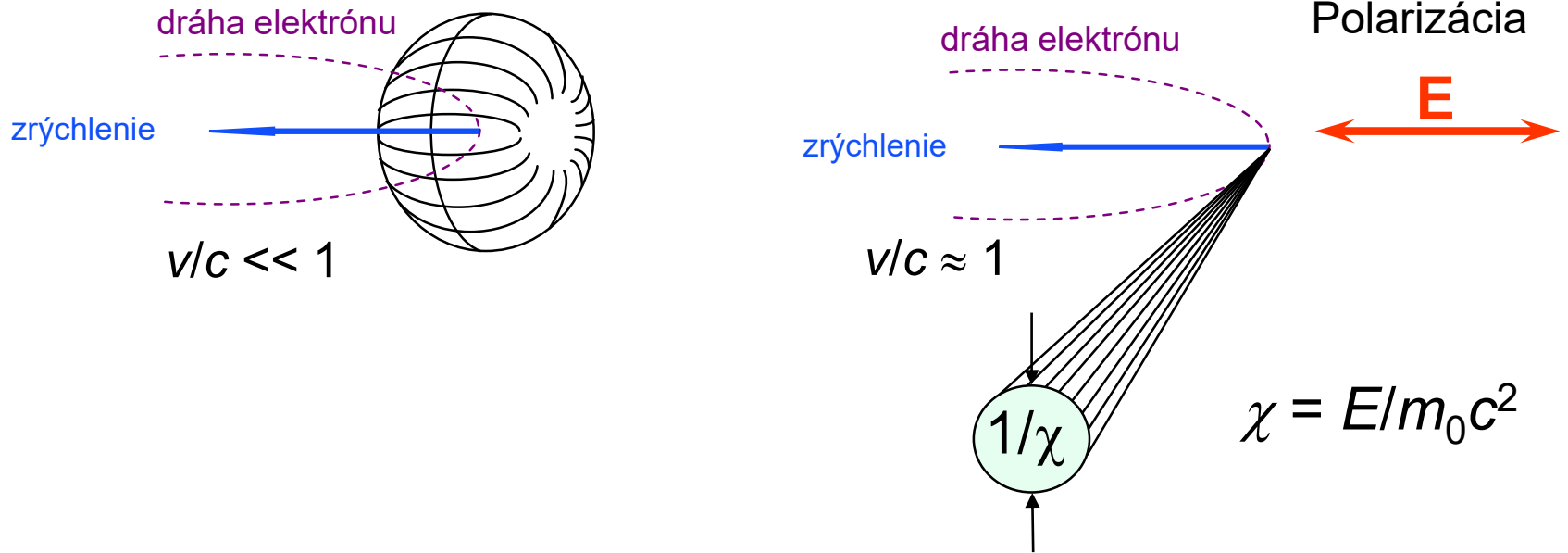
Briliancia: fotóny/s/0.1%BW/mm²/mrad²

- kombinácia *toku*, *veľkosti zdroja* a *divergencie lúča*
- počet fotónov za sekundu v určitom energetickom pásme, podelené plochou zdroja a priestorovým uhlom kužeľa žiarenia

Briliancia (fotóny/s/0.1%BW/mm²/mrad²)

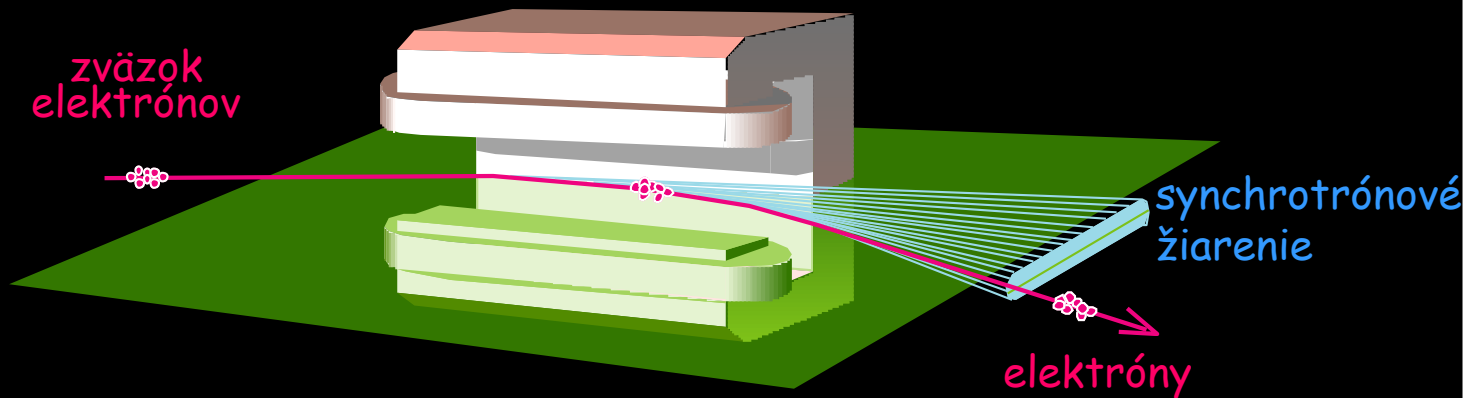


Radiačné pole



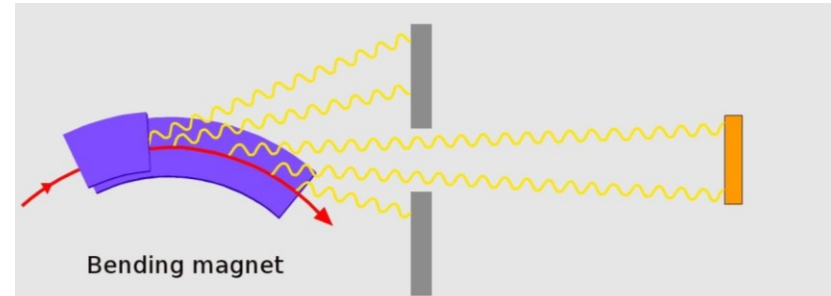
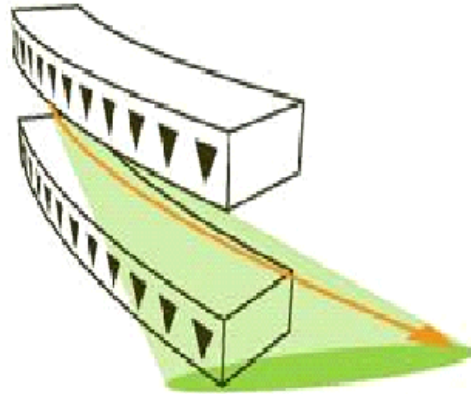
ohýbací magnet

zväzok elektrónov



Vkladacie zariadenia

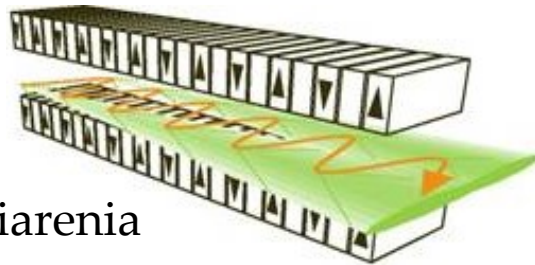
■ ohýbací magnet



polia N permanentných magnetov

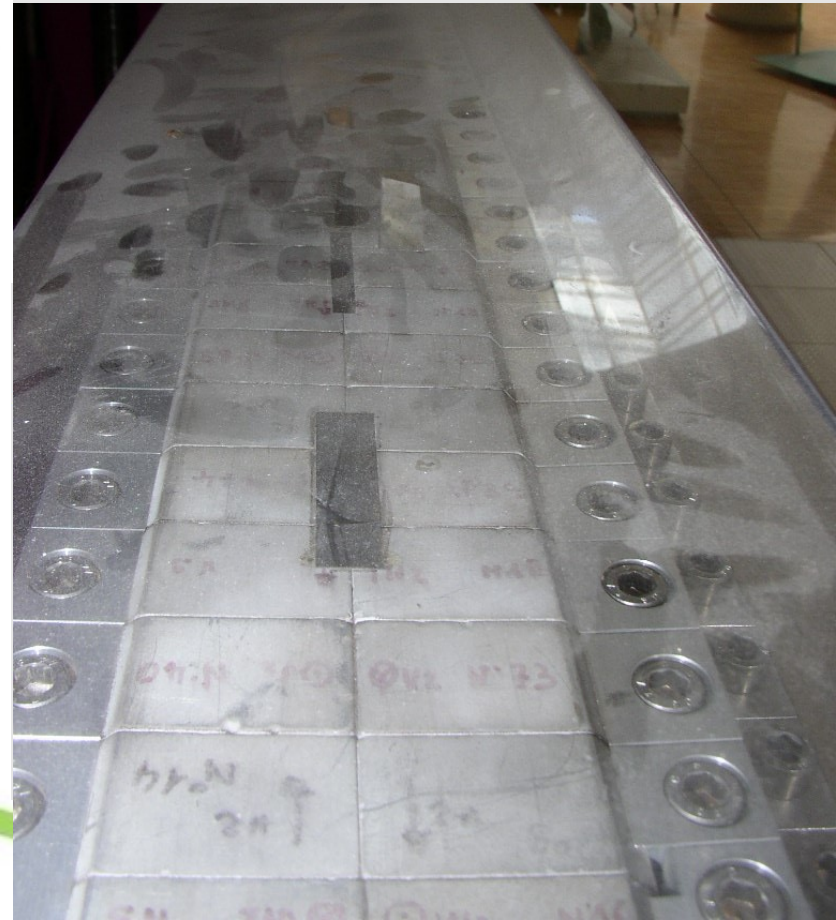
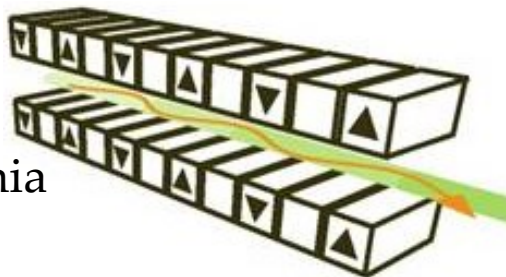
■ wiggler

- silné magnety
- široký lúč nekoherentného žiarenia
- intenzita $\sim N$



■ ondulátor

- slabé magnety
- úzky lúč koherentného žiarenia
- intenzita $\sim N^2$



Intenzita synchrotrónového žiarenia

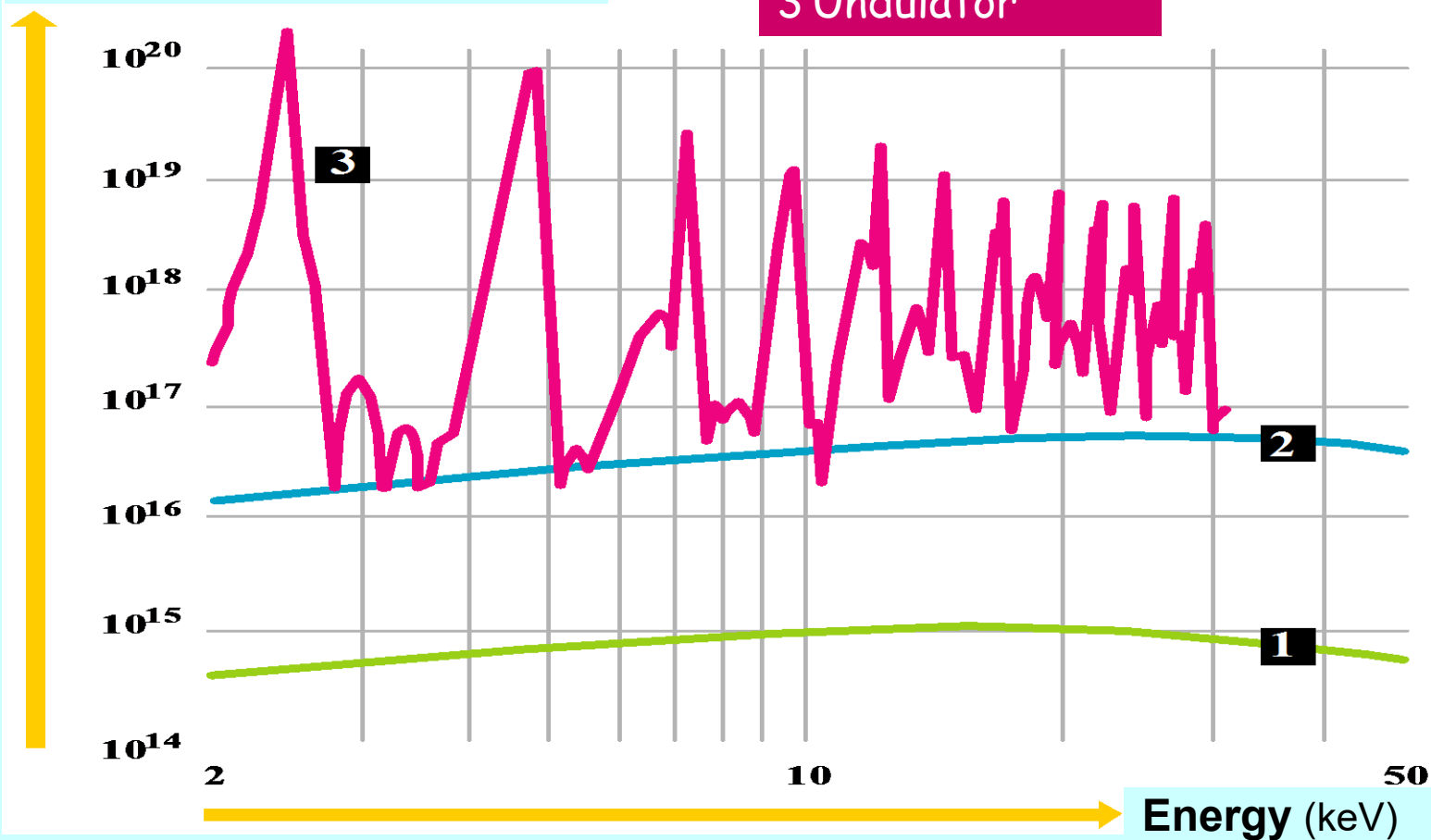
Brilliance

(photons/s/mm²/mrad²/0.1%BW)

1 Bending magnet

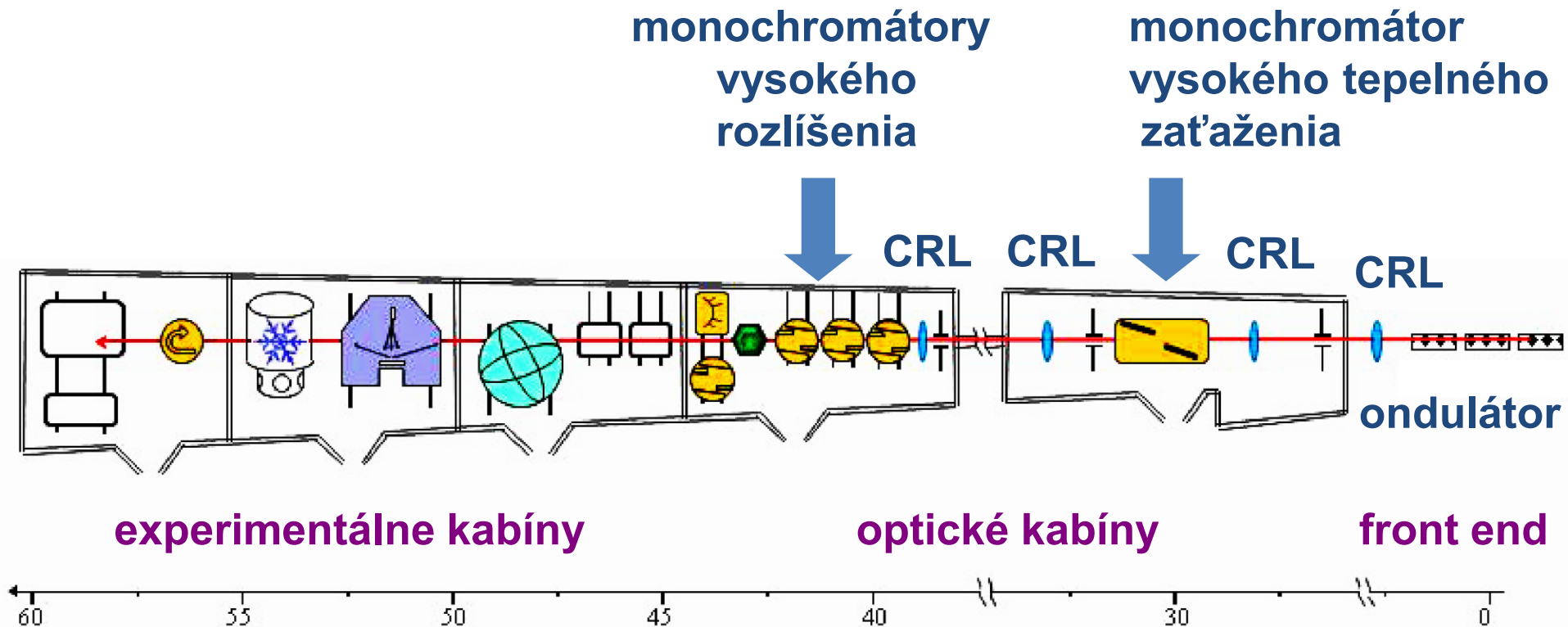
2 Wiggler

3 Undulator

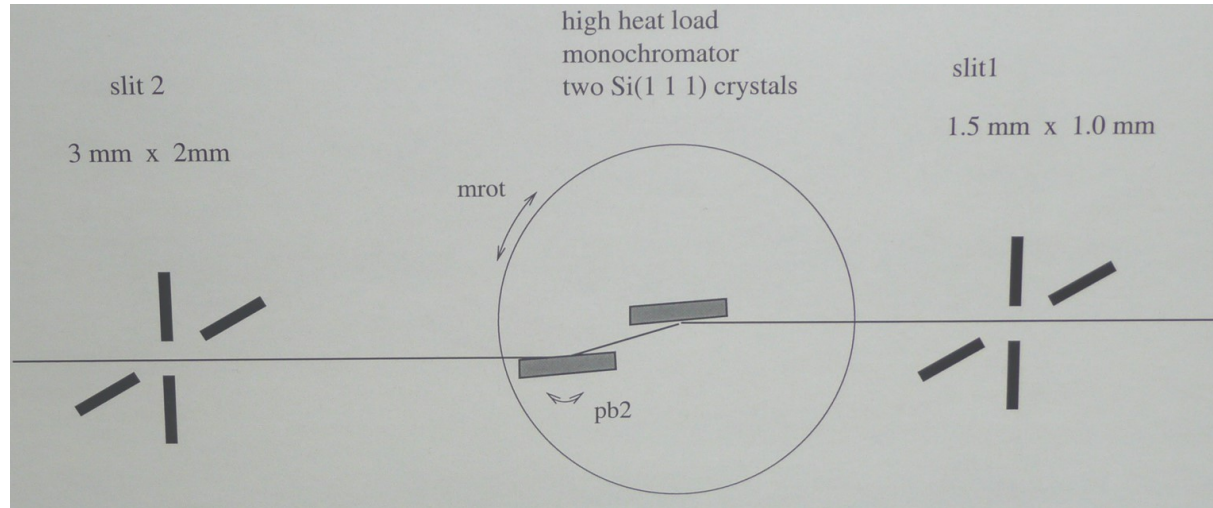
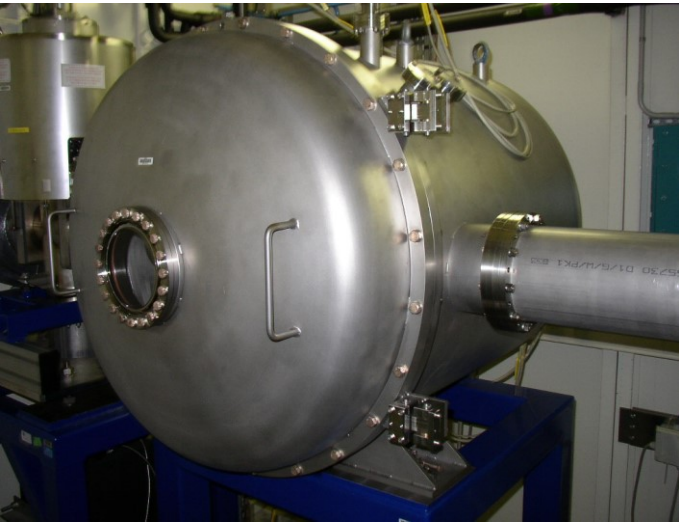


Jadrová rezonančná meracia trasa ID18 v ESRF

- rozmer lúča $18.6 \times 947 \mu\text{m}^2$ s divergenciou $7.5 \times 25 \mu\text{rad}^2$
- tri výmenné ondulátory (základné 14.4 keV a 7.1 keV)
- energetický rozsah 7 – 80 keV s Si (111)



Monochromátor vysokého tepelného zaťaženia



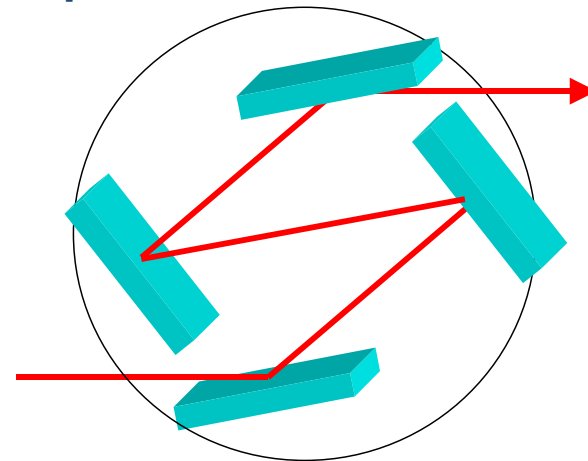
- veľká hustota energie zväzku z ondulátora
- Braggovská reflexia $2d \sin(\Theta_B) = n \cdot \lambda$
- dva kremíkové monokryštály Si(111)
- energetické rozlíšenie 2.8 eV pre 14.41 keV
- energetická stabilita 0.3 eV za mesiac
- chladenie monokryštálov Si pomocou LN₂

Monochromátory vysokého rozlíšenia

izotop E/keV ΔE /meV flux@90mA

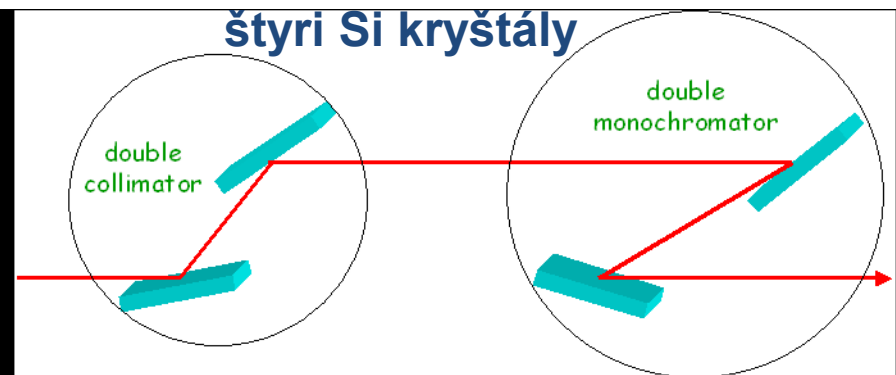
^{57}Fe	14.4	6.4	1.4×10^{10}
^{57}Fe	14.4	3.1	4×10^9
^{151}Eu	21.5	1.6	2×10^8
^{149}Sm	22.5	0.8	8×10^7
^{119}Sn	23.88	0.7	6×10^7
^{161}Dy	25.66	0.9	5×10^7
^{129}I	27.77	1.0	9×10^7

vnorené (nested) Si kryštály rezané pozdĺž rovín kanálovania

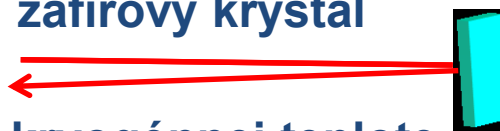


^{57}Fe	14.4	0.5	3×10^9
^{57}Fe	14.4	2.0	1.6×10^{10}

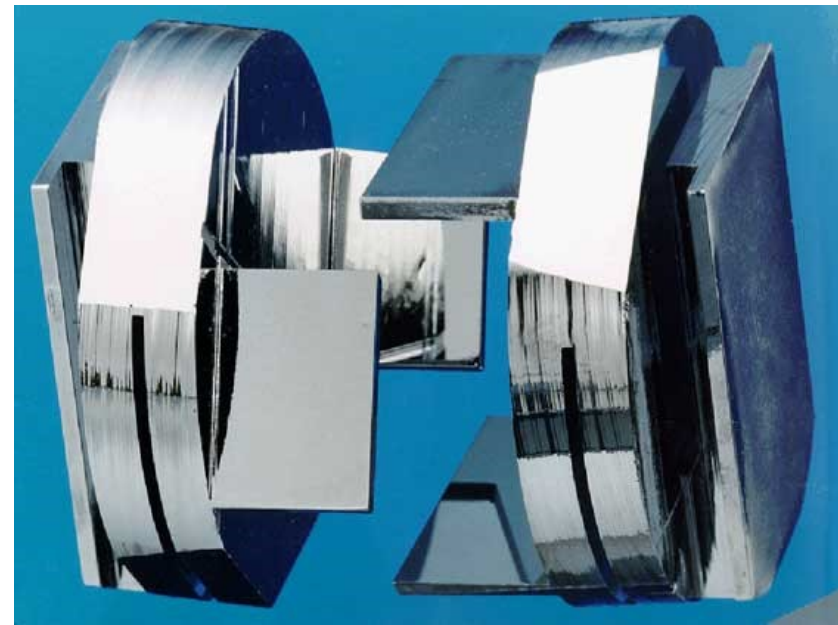
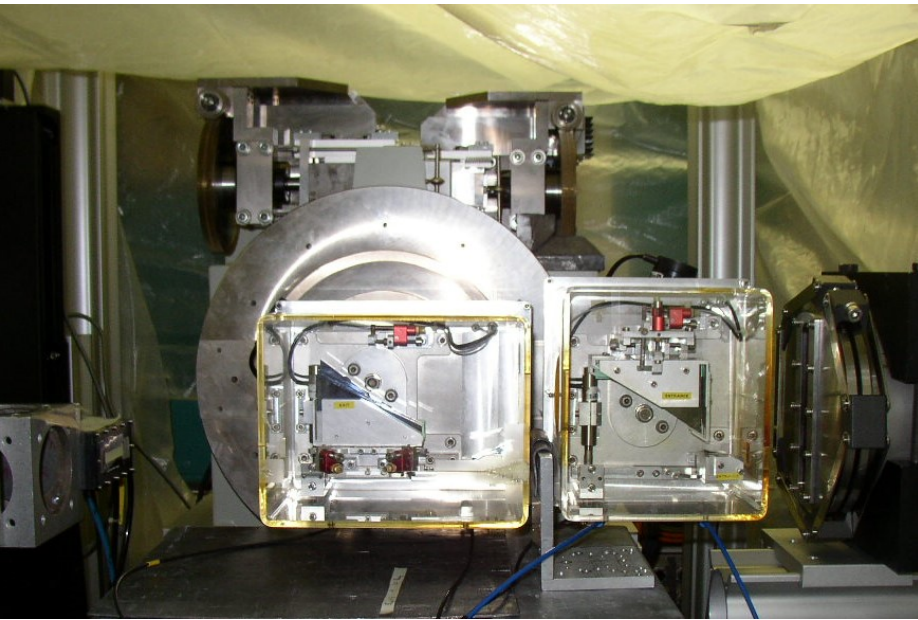
štyri Si kryštály



^{125}Te	35.49	0.7	7.7×10^7
^{121}Sb	37.13	0.7	3.9×10^7
^{129}Xe	39.58	0.9	1×10^7

zafírový kryštál

 pri kryogénnej teplote

Monochromátor s vysokým rozlíšením



- vysoká kvalita monokryštálov Si
- citlivosť na vplyv okolia
 - vibrácie, pnutia, teplotný gradient na kryštáloch, nestability teploty
- $\Delta E/E \sim 1 \text{ meV}$ pre 14.413 keV
- roviny s veľkými difrakčnými uhlami
- zníženie intenzity zväzku o niekoľko rádov

Kolimácia a fokusácia zväzku žiarenia

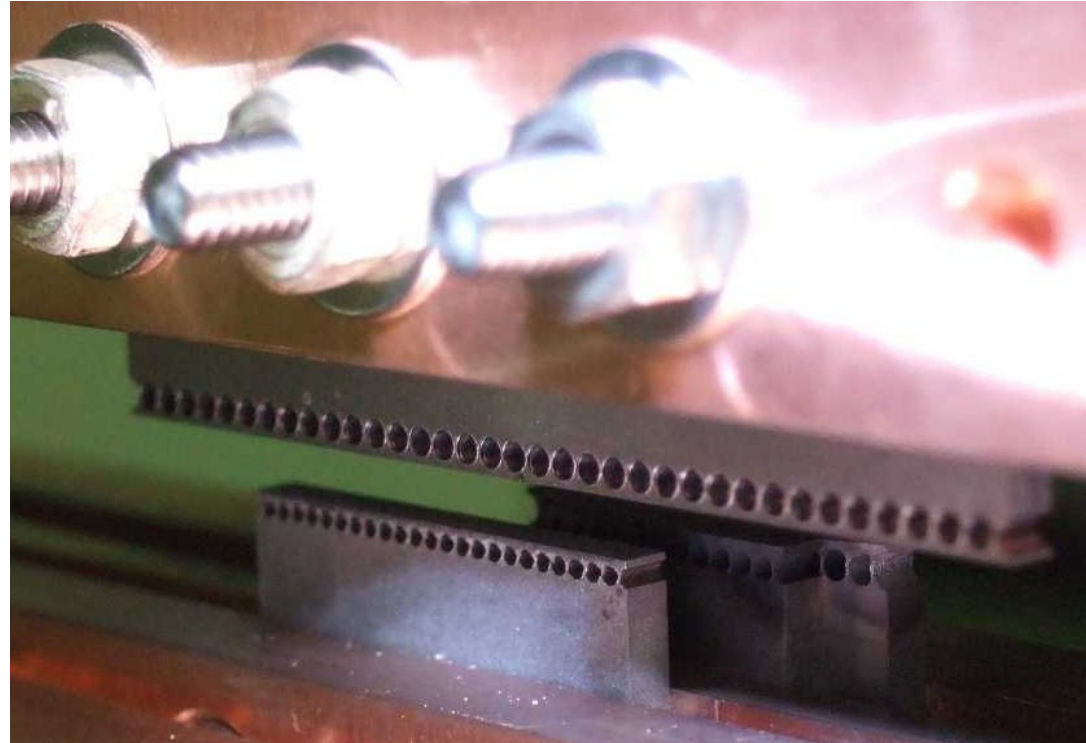
- Compound Refractive Lenses – CRL

- Be (Al) šošovky

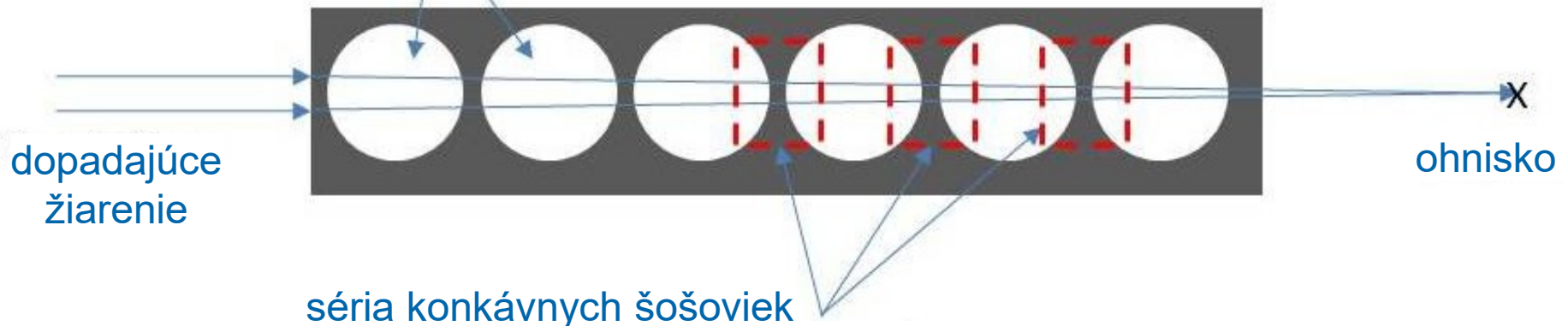
- kolimácia:
20 μrad \rightarrow 1.7 μrad
- fokusácia:
1x2 mm² \rightarrow 30x200 μm^2

- $F_N = R/(2N.\delta)$

- $\delta \sim 10^{-5} - 10^{-6}$

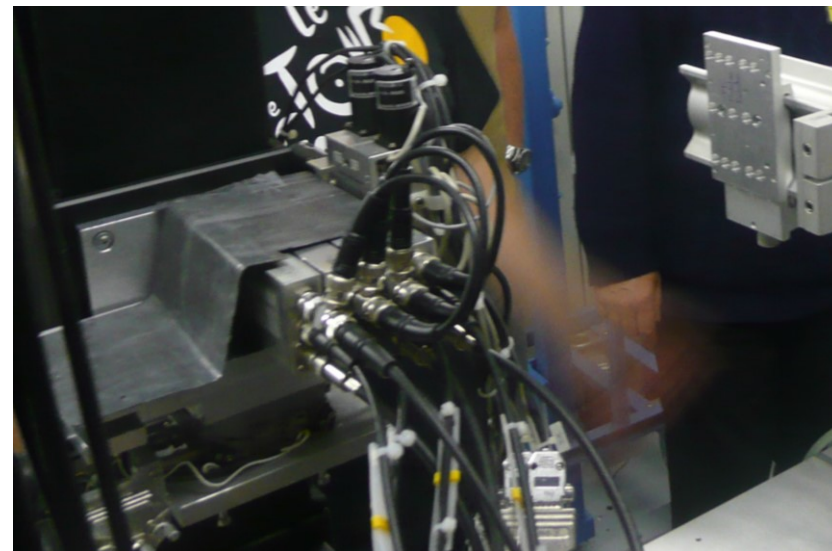
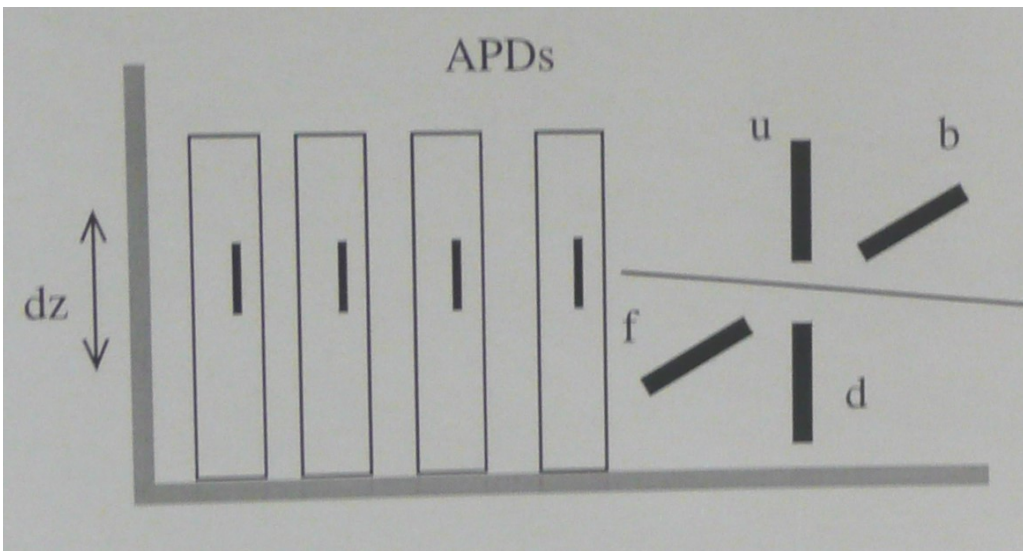


kruhové otvory
s polomerom R

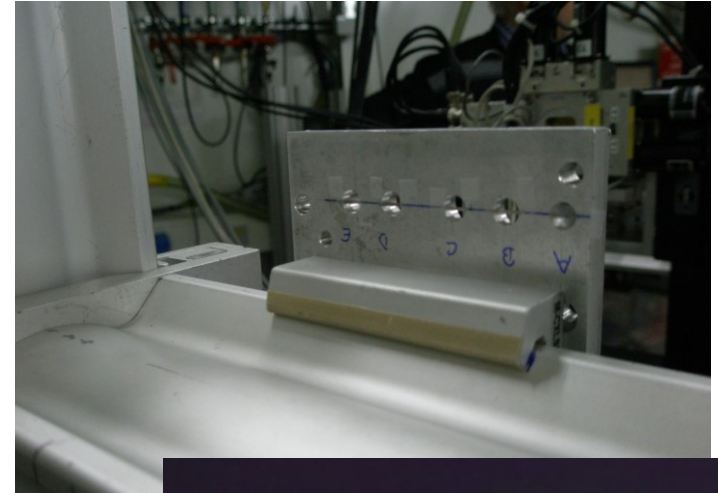
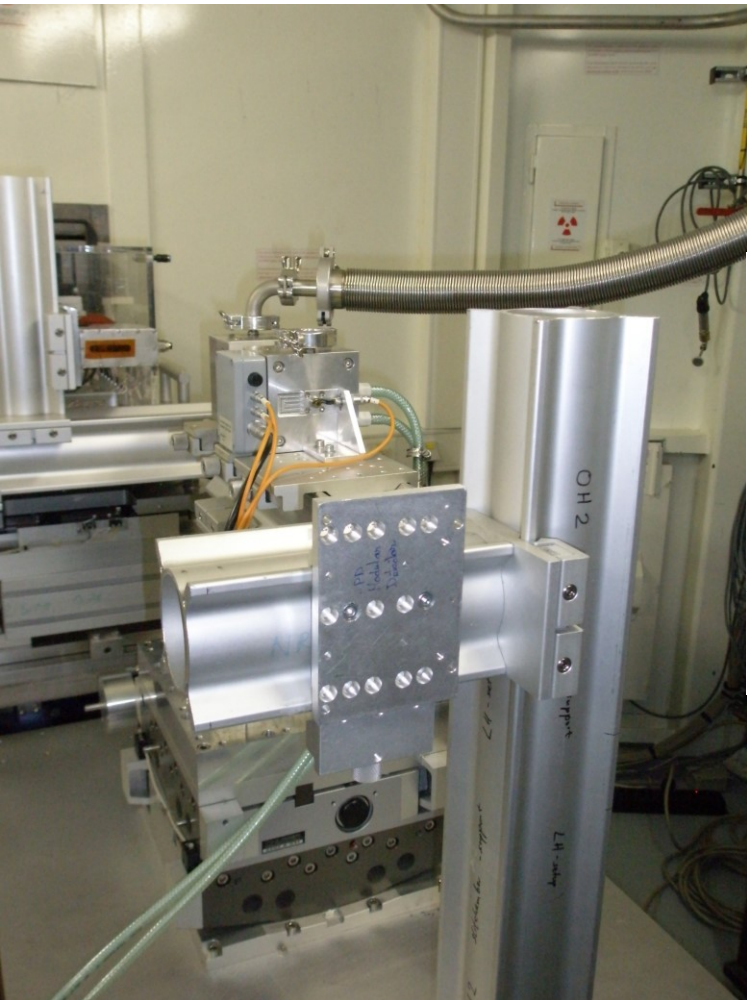


Detektory

- detektor s lavínovou fotodiódou (APD)
 - na báze Si (plocha $10 \times 10 \text{ mm}^2$, hrúbka $\sim 110 \mu\text{m}$)
 - účinnosť ($\sim 30 \%$ pre 14.4 keV)
 - nízky šum (0.01 fotónov/s)
 - veľký dynamický rozsah
 - linearita (cez niekoľko rádov)
 - čas zotavenia $\sim 5 \text{ ns}$, časové rozlíšenie $\sim 1 \text{ ns}$



Meranie pri izbovej teplote

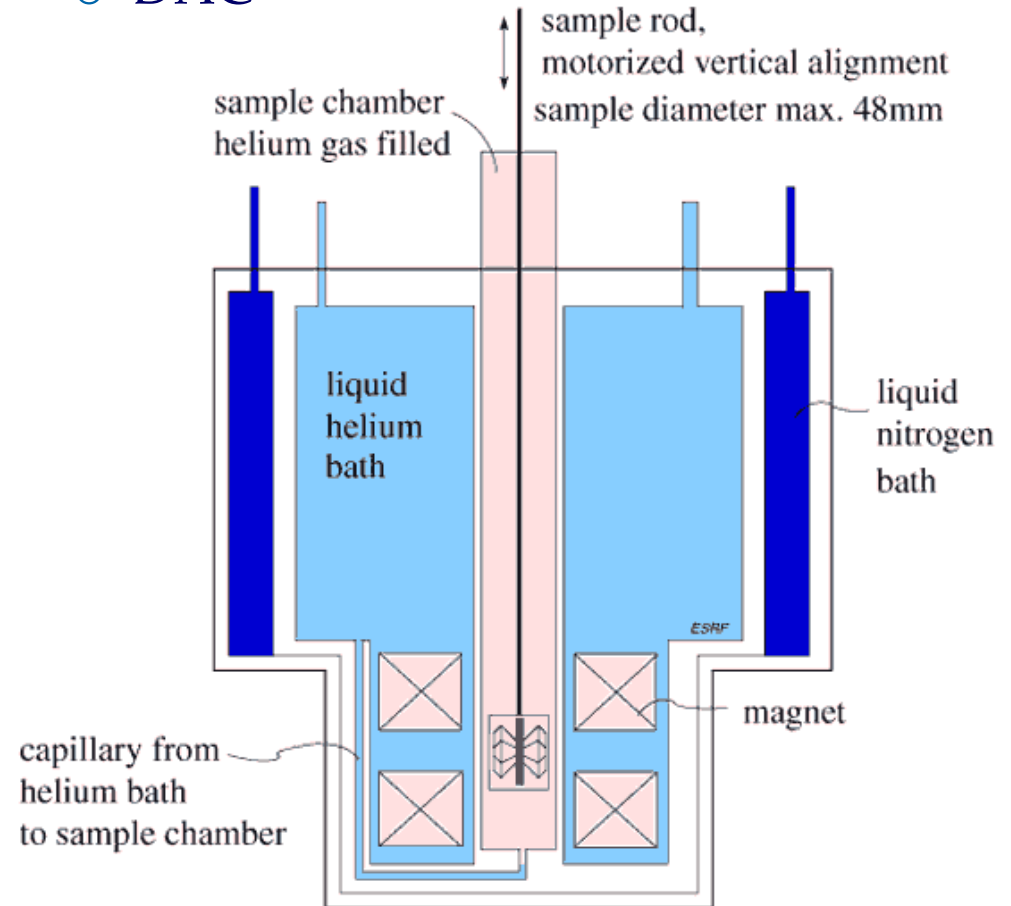


- rozmer zväzku 0.3 mm x 0.7 mm
- nastavenie vzorky do zväzku
- orientácia vzorky voči zväzku

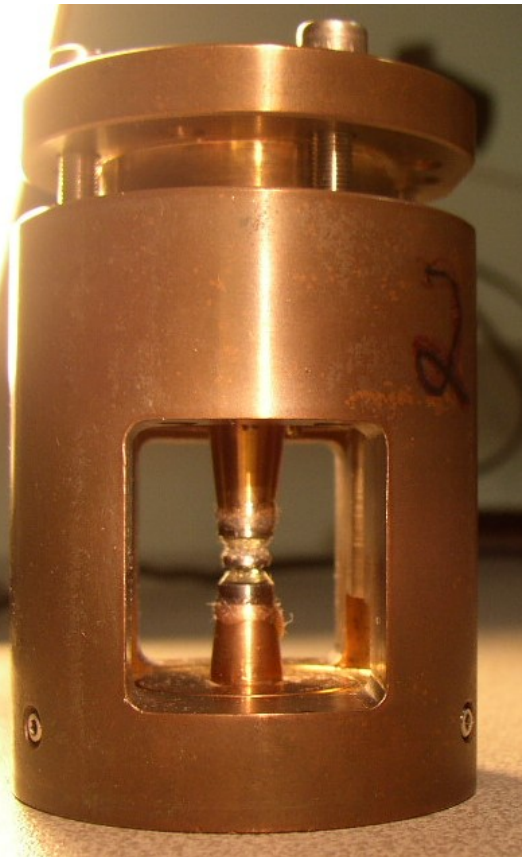
Kryomagnet George



- teploty $2 \text{ K} < T < 300 \text{ K}$
- magnetické pole $B_{\text{ext}} < 6 \text{ T}$
- vysoké tlaky 35 GPa
 - DAC



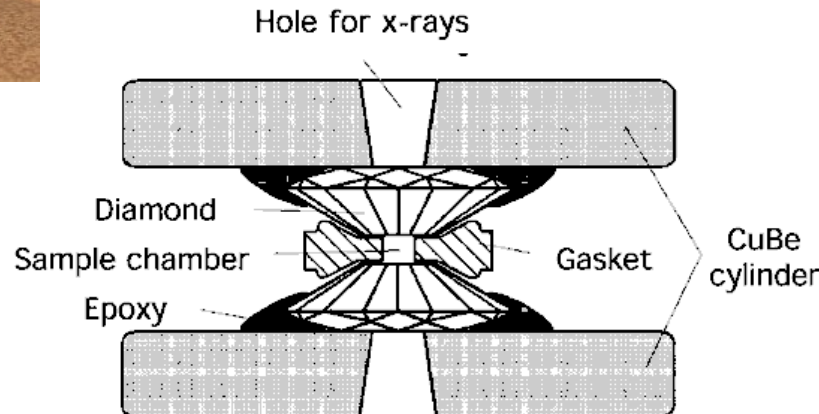
Diamantová cela na vysoké tlaky – DAC



- maximálny tlak 35-100 GPa
- meranie tlaku
 - fluorescencia rubínovej ($\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Cr}^+$) doštičky excitovanej Ar laserom

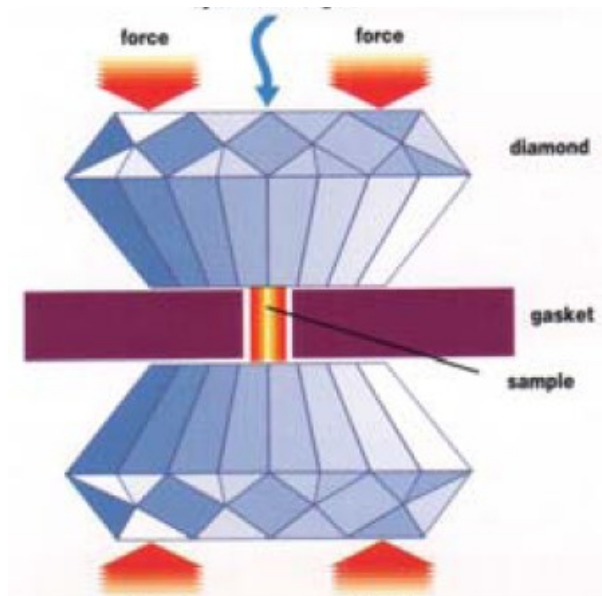
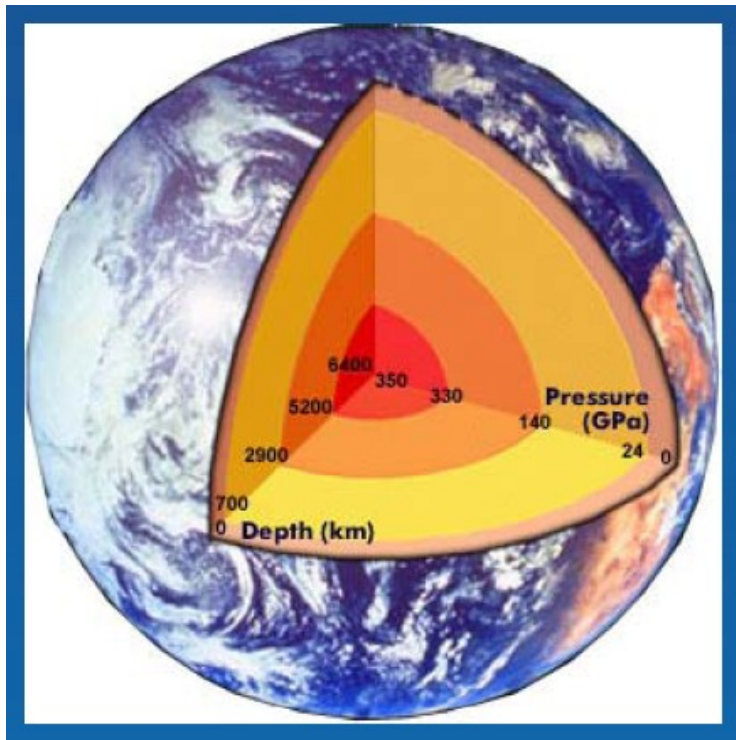
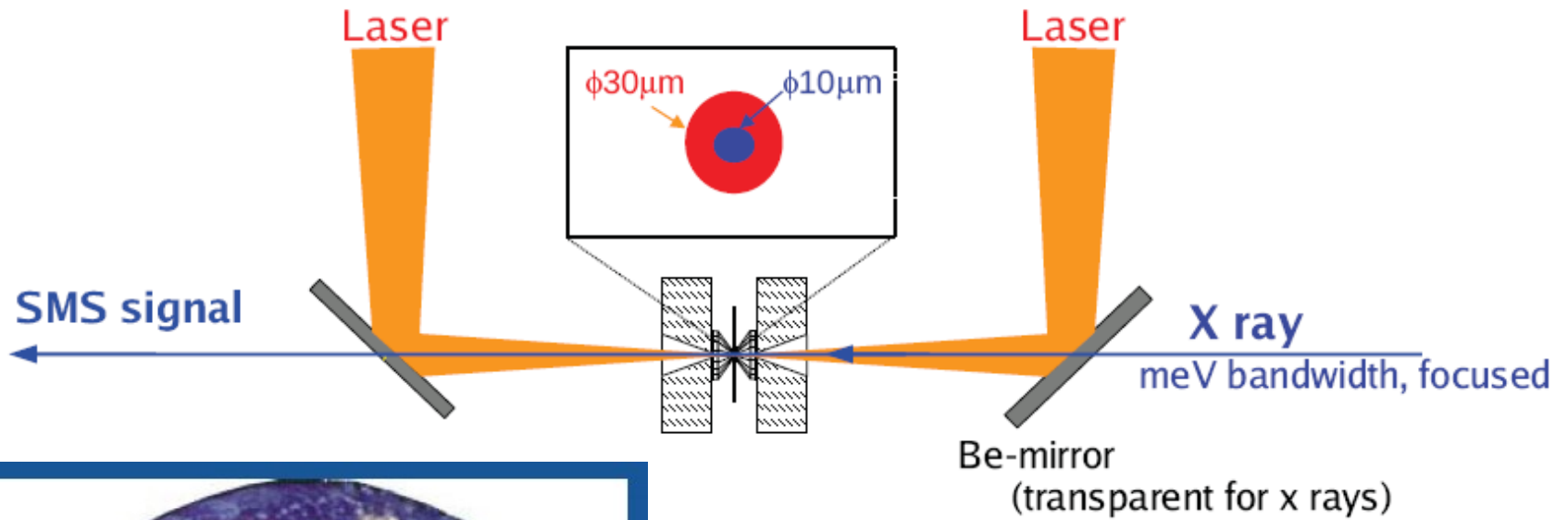
$$\Delta\lambda(p) = \lambda(p) [\text{nm}] - 694.25 \approx p [\text{GPa}] / 2.746$$

- tlak sa vytvára pomocou skrutiek
- meranie pred a po experimente pri 295 K
- kvôli rozdielnej teplotnej rozťažnosti použitých materiálov rastie tlak so znižujúcou sa teplotou



Ta₉₀W₁₀

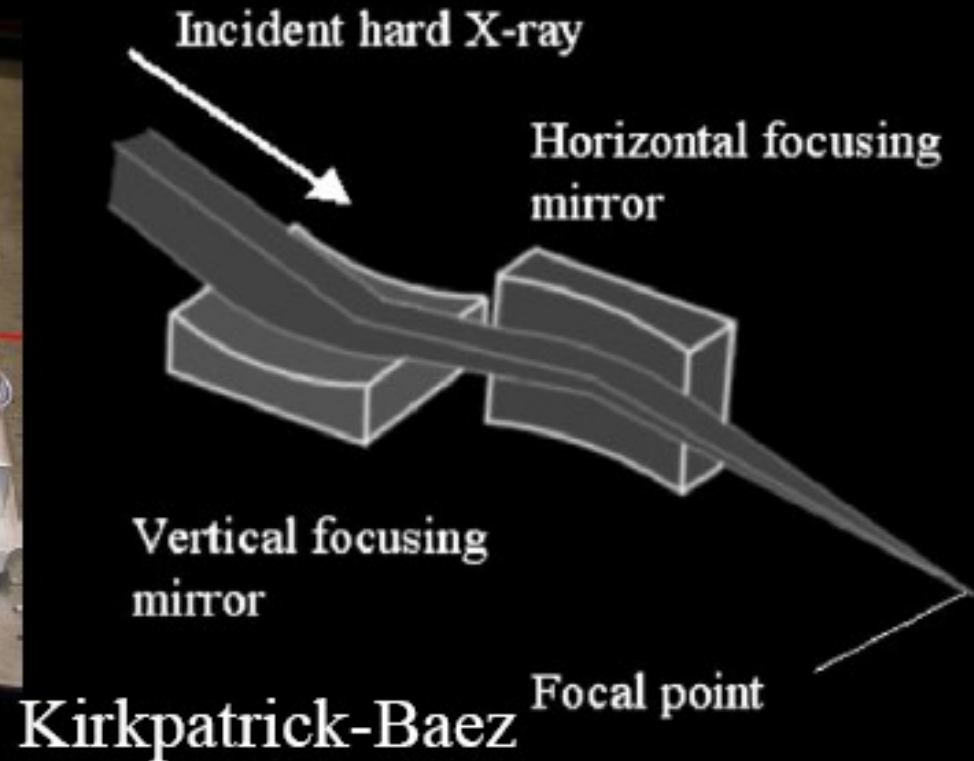
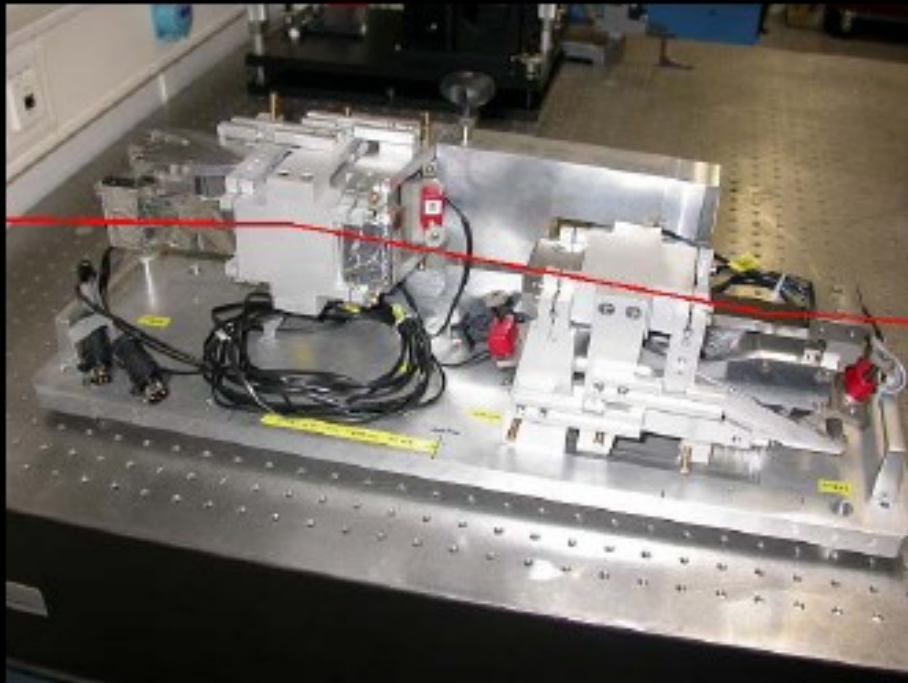
DAC s laserovým ohrevom



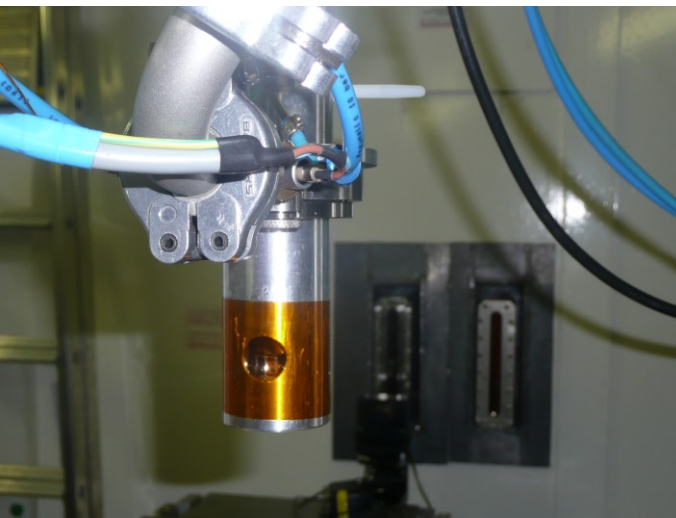
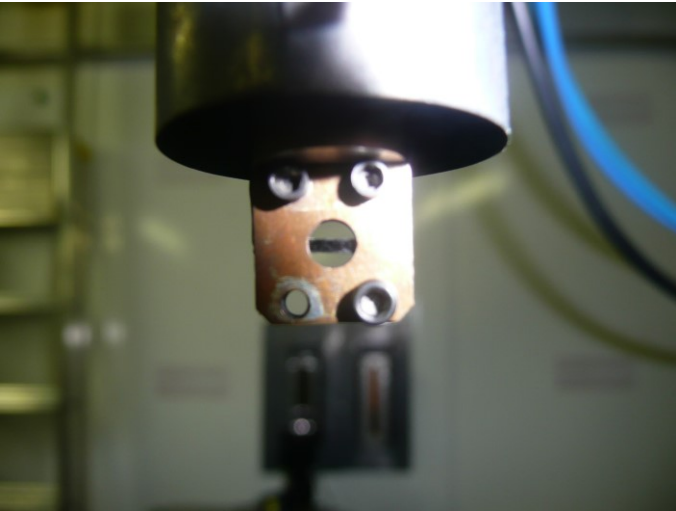
Fokusácia zväzku pomocou K-B zrkadiel

- Kirkpatrick-Baezove zrkadlo
 - mnohovrstvové pokrytie
 - fokusačná vzdialenosť 0.6 – 0.9 m

energia	vstupná plocha	fokusácia	priepustnosť
67.4 keV	$0.6 \times 1 \text{ mm}^2$	$13 \times 15 \text{ }\mu\text{m}^2$	90%
14.4 keV	$1 \times 2 \text{ mm}^2$	$4 \times 10 \text{ }\mu\text{m}^2$	80%

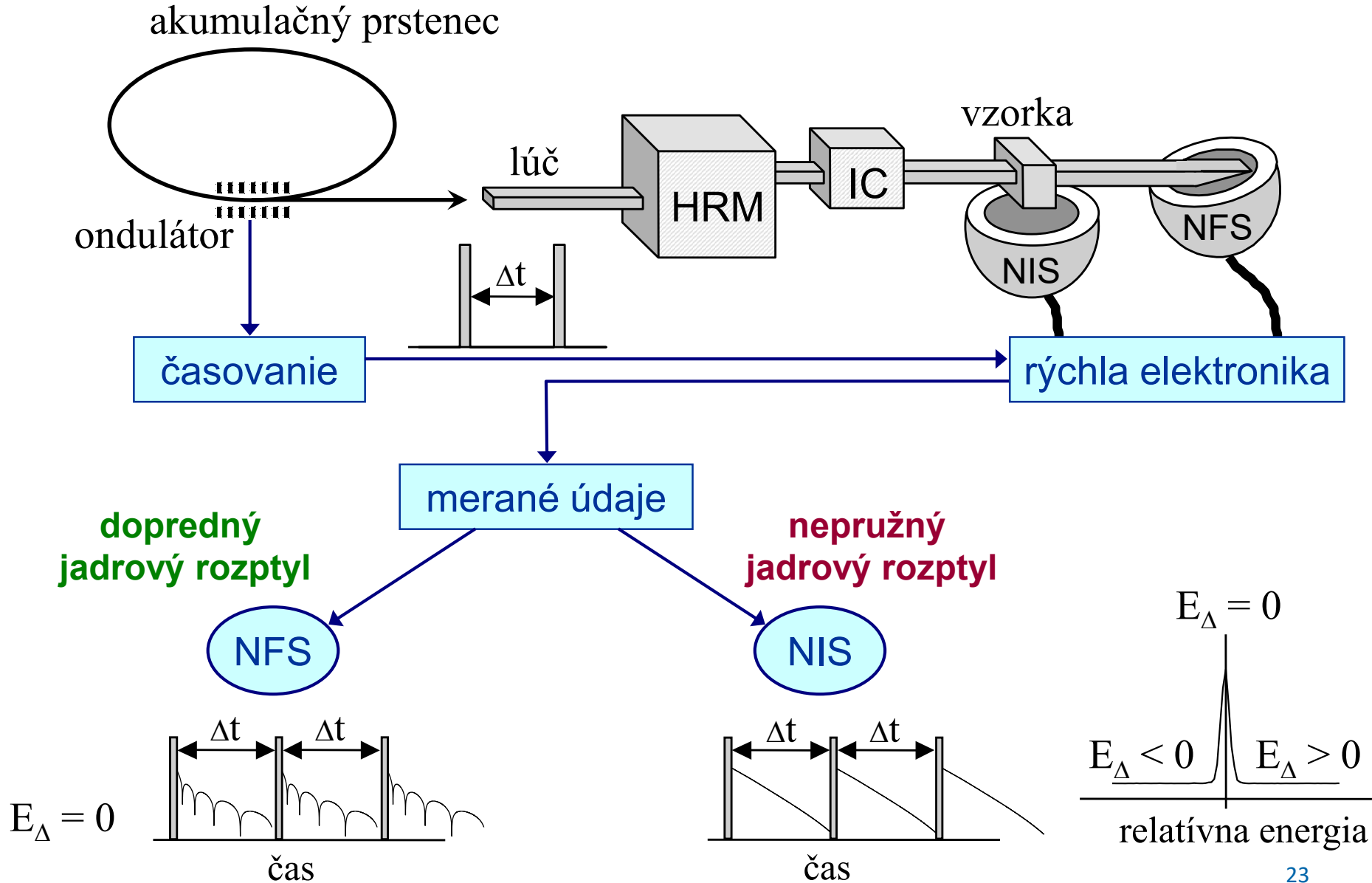


Piecka



- rozsah teplôt: RT – 600°C
- ochranná atmosféra: vákum, N₂, Ar, ...
- tepelný senzor: Pt termočlánok
- možnosť externého magnetického poľa do 0.7 T v elektromagnete

Jadrový rezonančný rozptyl

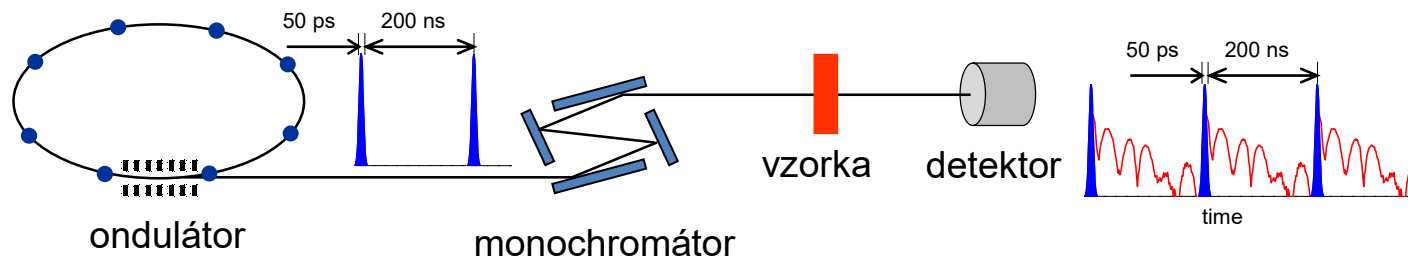


Jadrové rezonancie

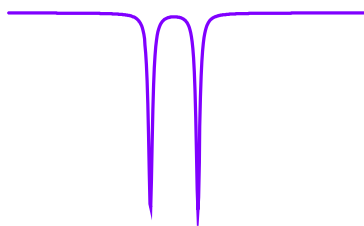
- **NFS = Nuclear Forward Scattering**
 - vnútorné magnetické polia
 - gradienty elektrického poľa
 - izoméreny posun
 - aplikácie:
 - magnetické fázové prechody
 - určenie spinových & valenčných stavov
 - štúdie tavenia
- **NIS = Nuclear Inelastic Scattering**
 - hustota lokálnych vibračných stavov
 - aplikácie:
 - určenie rýchlosti zvuku
 - termodynamické vlastnosti
- **SMS = Synchrotron Mössbauer Source**
 - Mössbauerova spektrometria so synchrotrónovým žiarením

Jadrový dopředný rozptyl – NFS

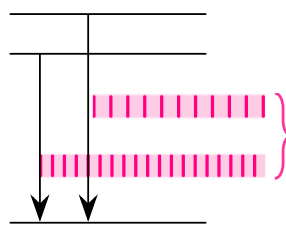
akumulačný prstenec



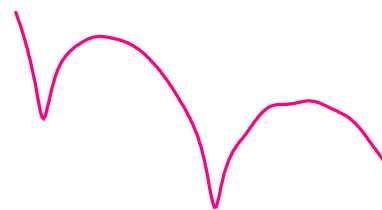
energetická doména



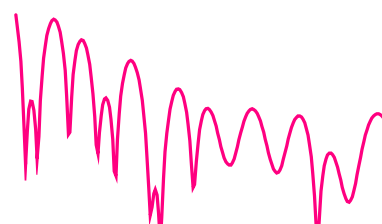
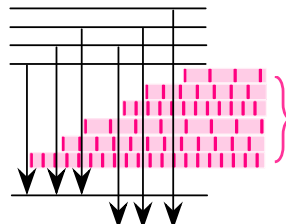
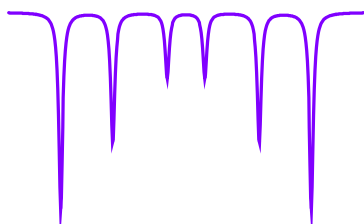
časová doména



nemagnetické

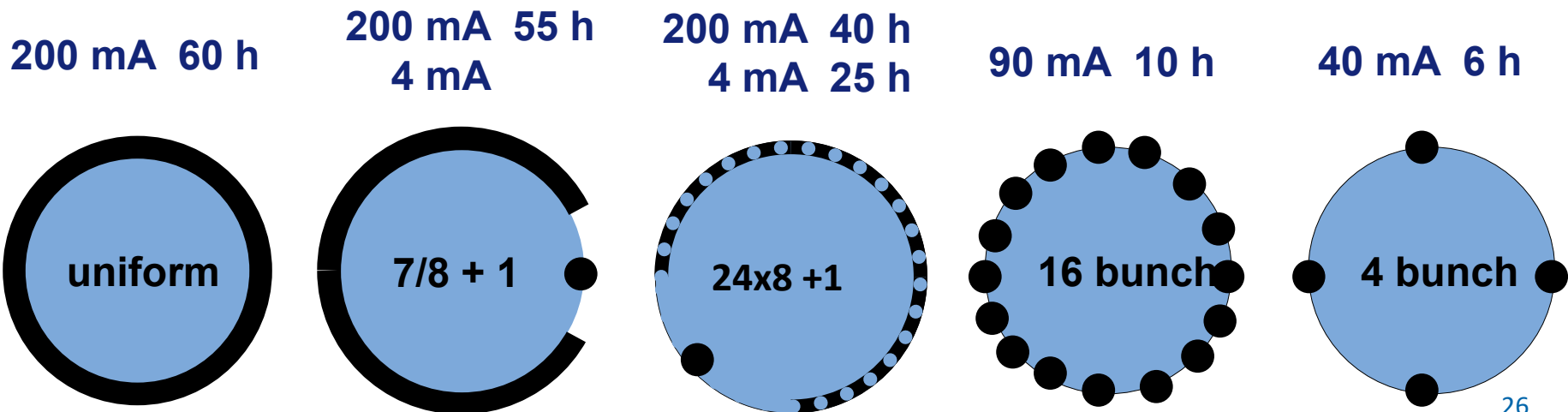


magnetické



Mód prevádzky synchrotrónu

- energia 6.03 GeV
- horizontálna emitancia 4 nm
- vertikálna emitancia 0.025 nm
- frekvencia obehu 352 MHz
- počet balíkov 1 – 992
- doba medzi balíkmi 2.82 až 2 816 ns

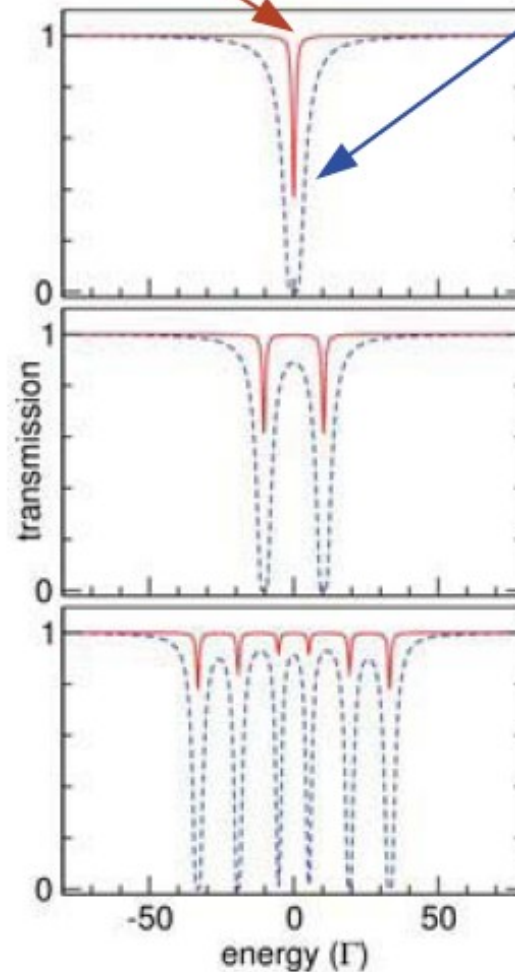


NFS spektrá

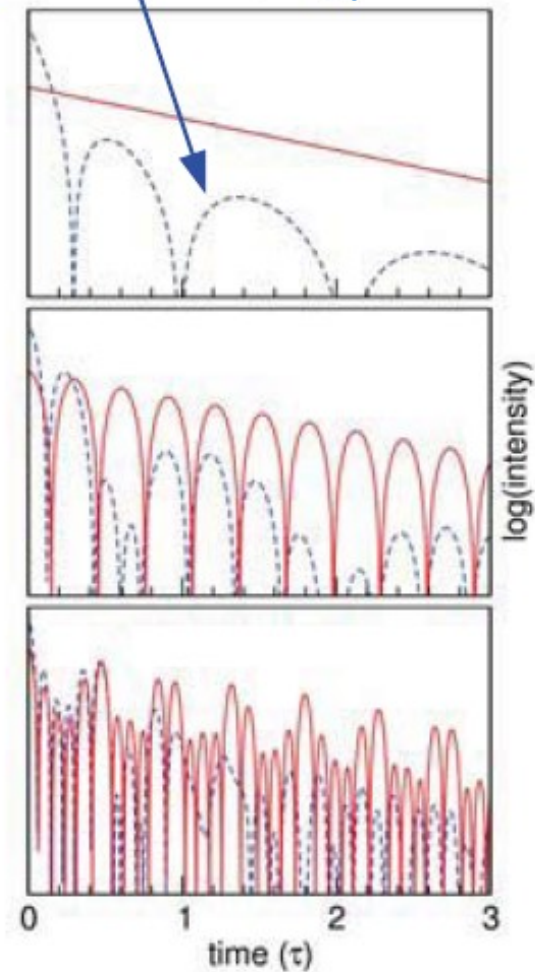
- jedna čiara
 - len izomérený posun
- dve čiary
 - gradient elektrického poľa
 - kvadrupólové štiepenie
 - dve pozície s rozdielnymi izomérenými posunmi
- veľa čiar
 - magnetické pole
 - niekoľko pozícií s rôznymi polohami čiar
- efektívna hrúbka
$$D_{\text{eff}} = f_{\text{LM}} \cdot \sigma_0 \cdot N_A \cdot d_A$$

neporušený tvar čiary, $D_{\text{eff}} = 1$

rozšírenie čiary, $D_{\text{eff}} = 50$

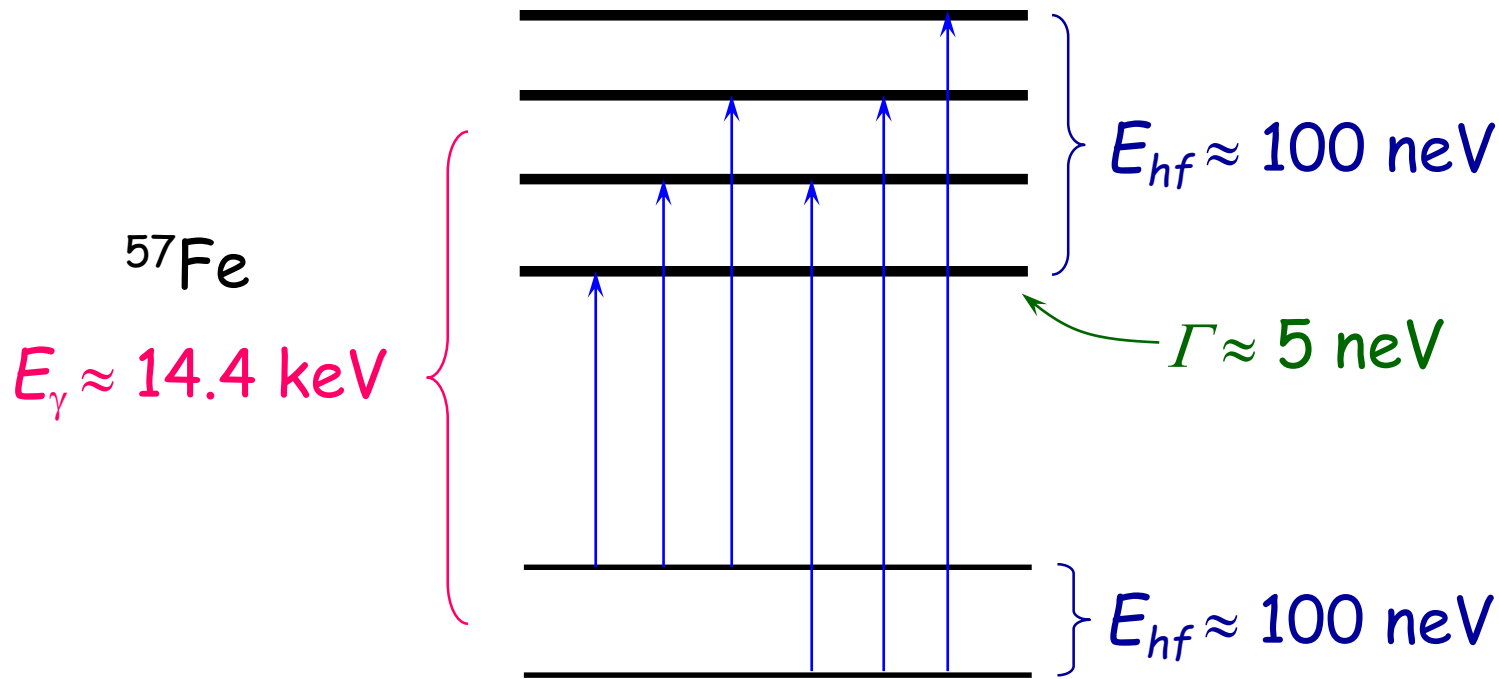


Mössbauer spectroscopy



SMS

Hyperjemné štiepenie jadrových hladín

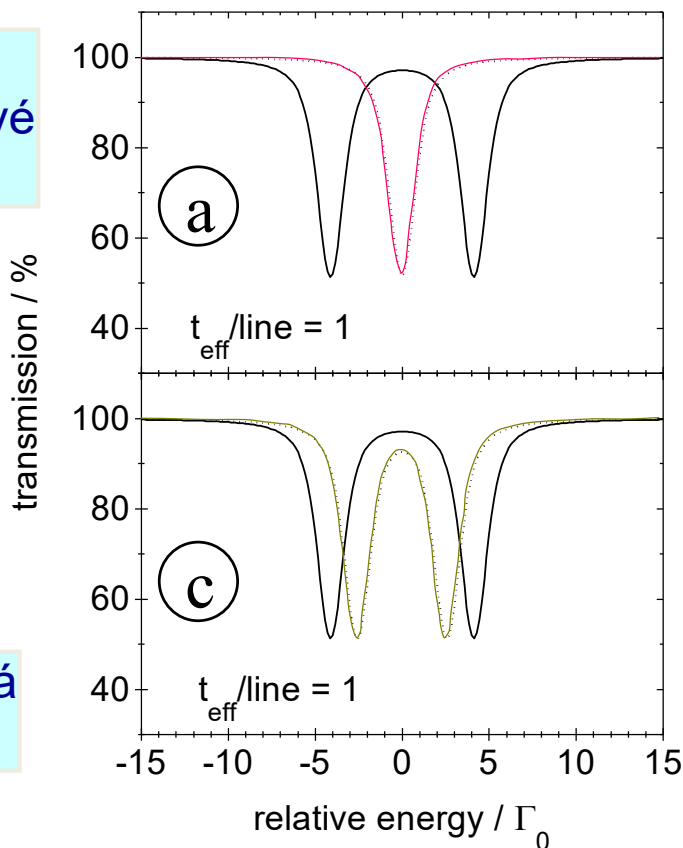


- energetická šírka synchrotrónového žiarenia ($\Delta E \sim 2 \text{ meV}$) je omnoho väčšia ako hyperjemné štiepenie E_{hf}
 - všetky prechody sú excitované v tom istom čase
 - výsledná časová odozva je **koherentnou sumou** jednotlivých prechodov (**amplitúdy** sa sčítajú)

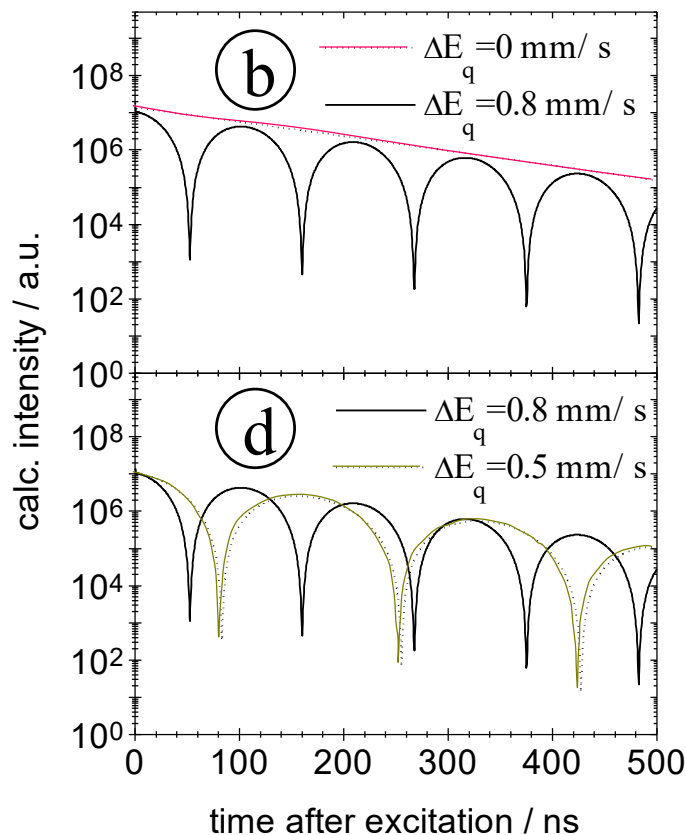
Kvantové zázneje

- časová interferencia amplitúd rozptýlená z rôznych hyperjemne rozštiepených prechodov vedie
- veľkosť hyperjemných interakcií sa odráža vo frekvencii záznejev

electric
quadrupole
interactions



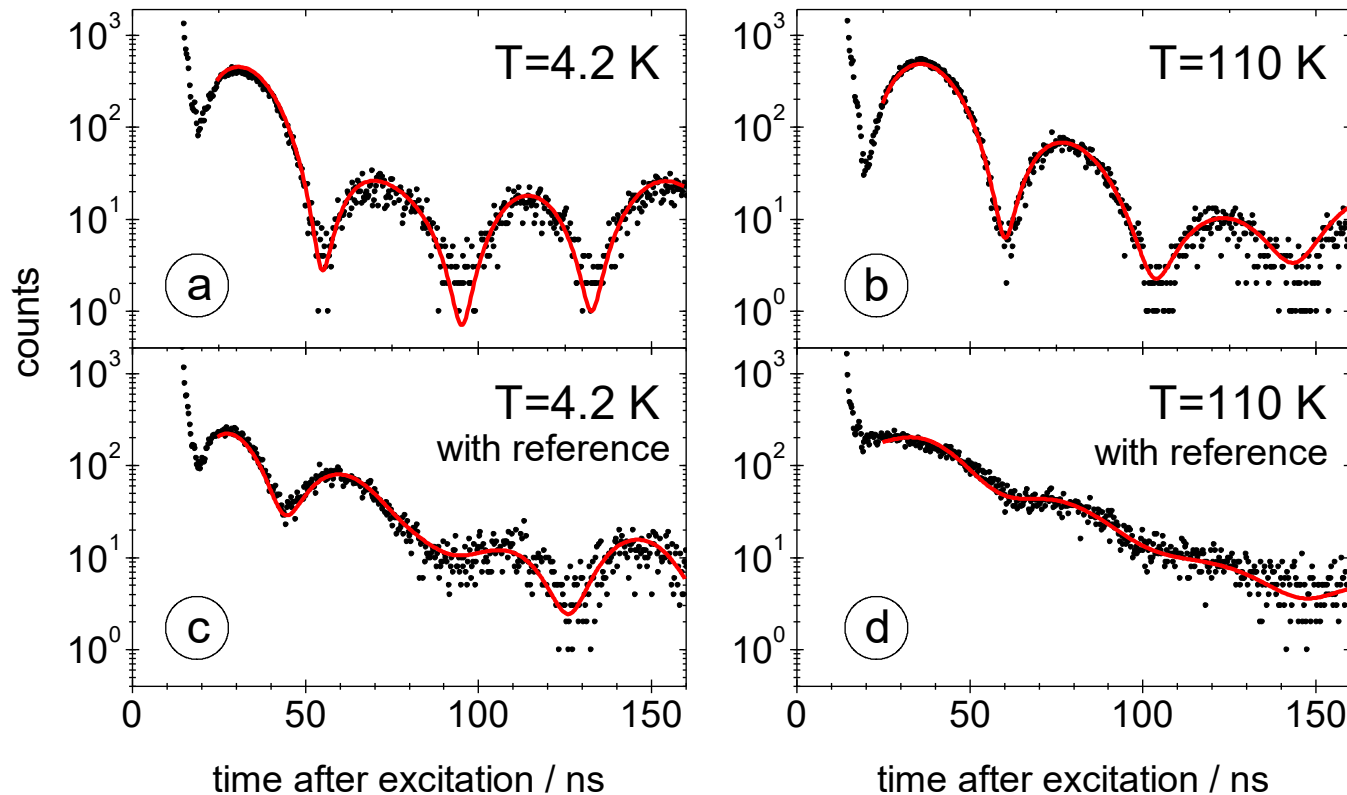
energetická
doména



časová
doména

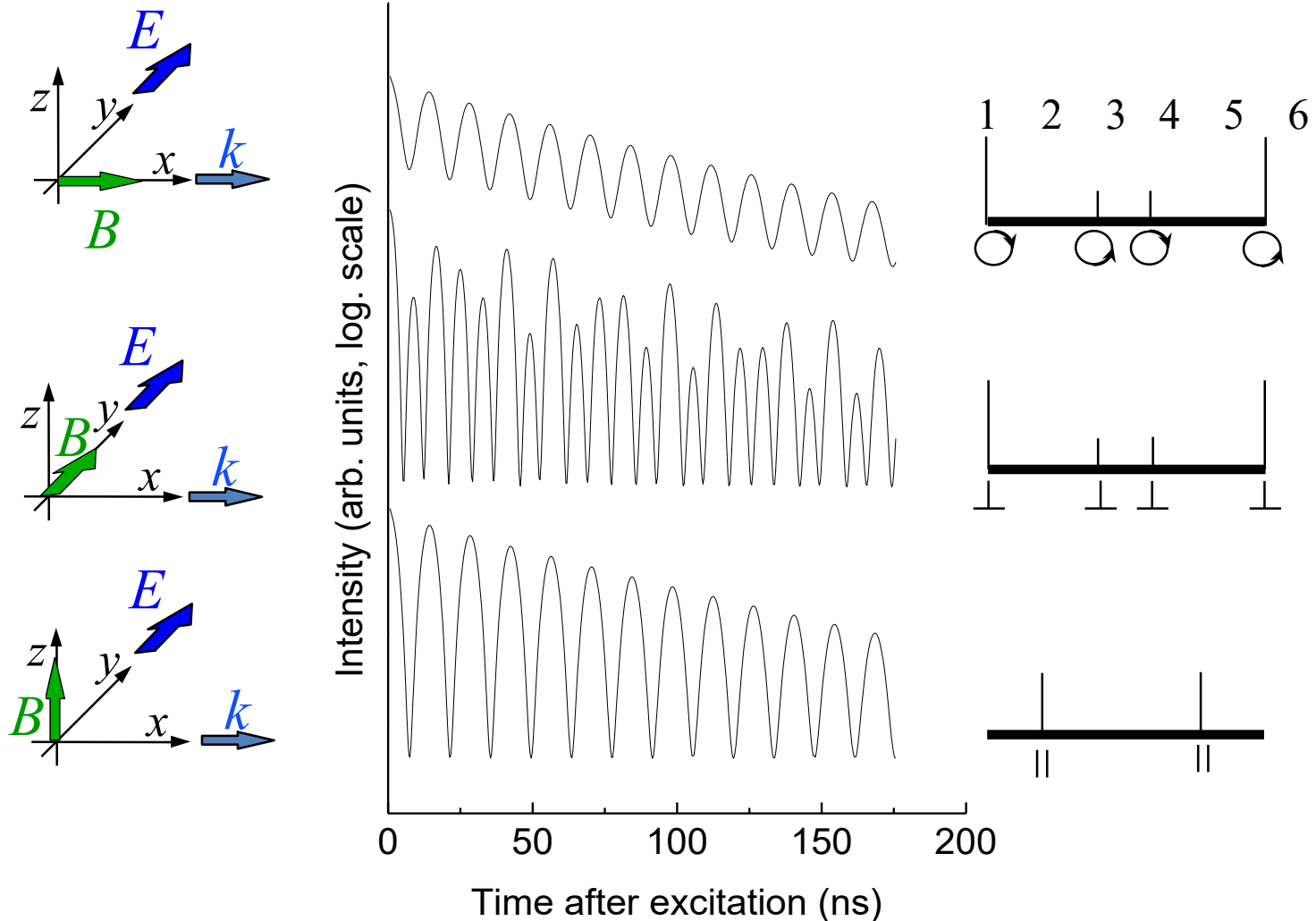
Izomérny posun

- časový signál NRS závisí len na rozdieloch v energiách rezonančných čiar
 - izomérny posun nemá vplyv na tvar kvantových záznejov
 - dá sa merať vloženíím jednočiarového absorbátora do lúča fotónov



Orientácia vonkajšieho magnetického poľa

- **orientácia** hyperjemného poľa sa odráža v **intenzitách** komponentov s rozdielnou frekvenciou a **hĺbkou** záznejov

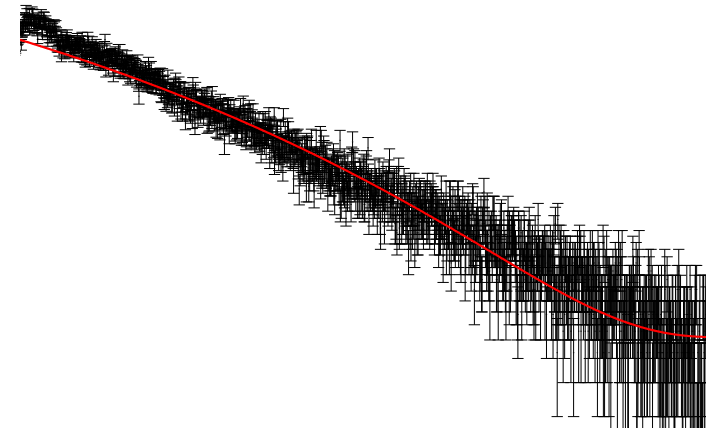
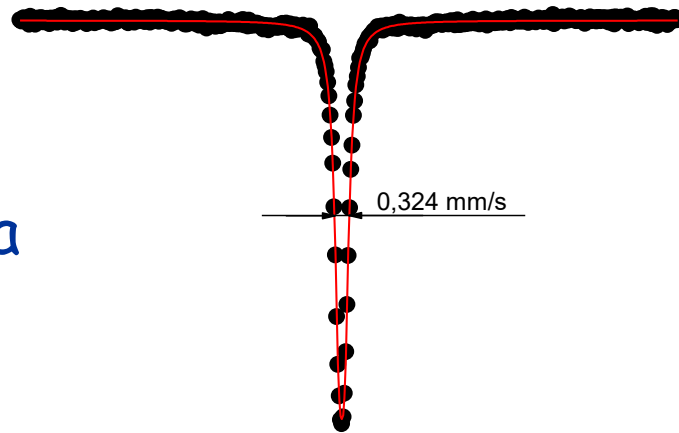


Dynamické zázneje

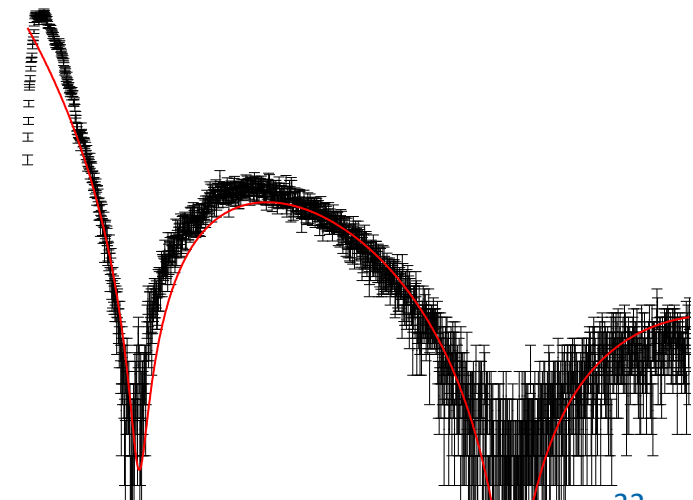
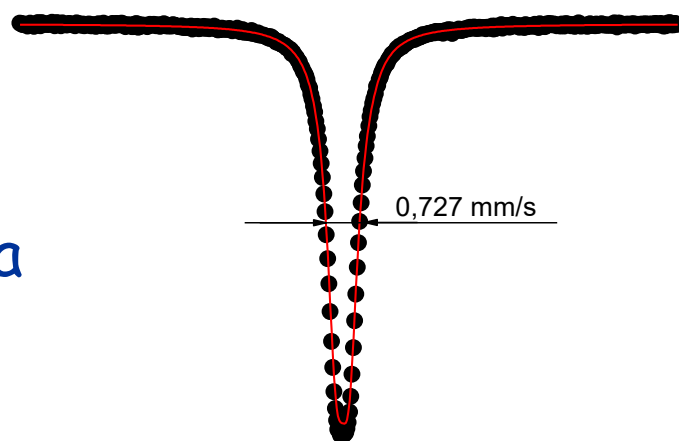
energetická doména

časová doména

tenká vzorka



hrubá vzorka

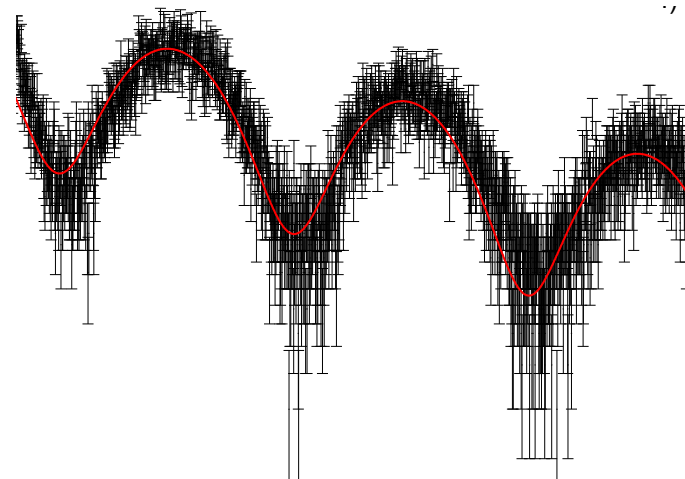


Kvantové zázneje

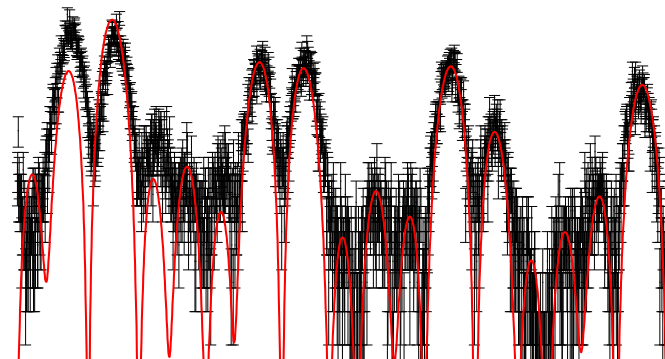
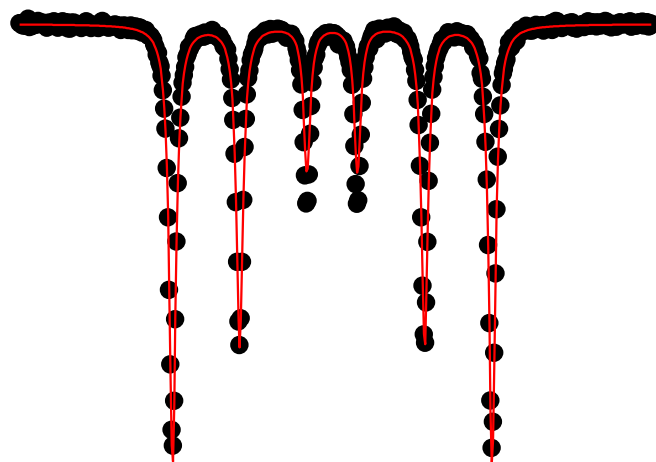
energetická doména



časová doména



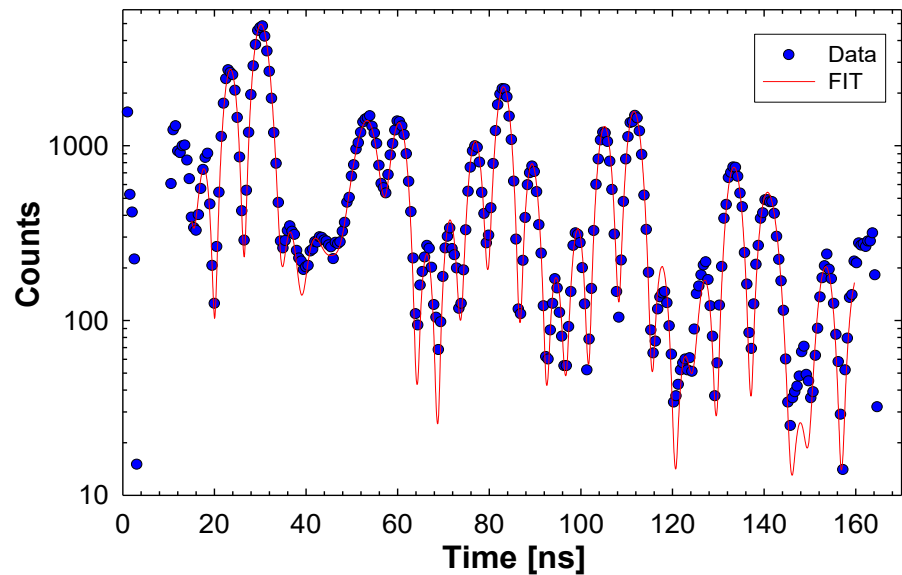
elektrické
kvadrupólové
interakcie



magnetické
dipólové
interakcie

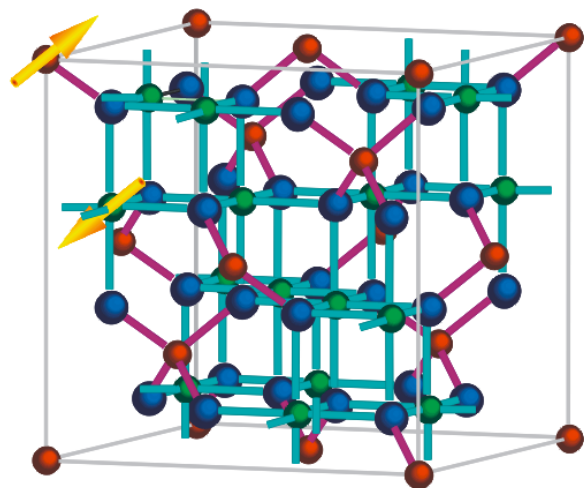
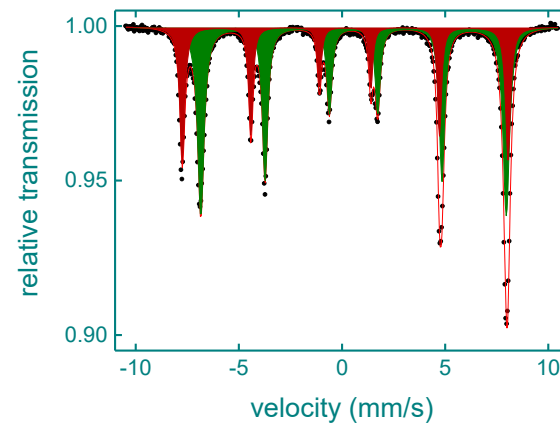
Kryštalografické polohy

■ Fe_3O_4 (magnetit)



tetrahedrálne Fe
A-poloha

oktahedrálne Fe
B-poloha

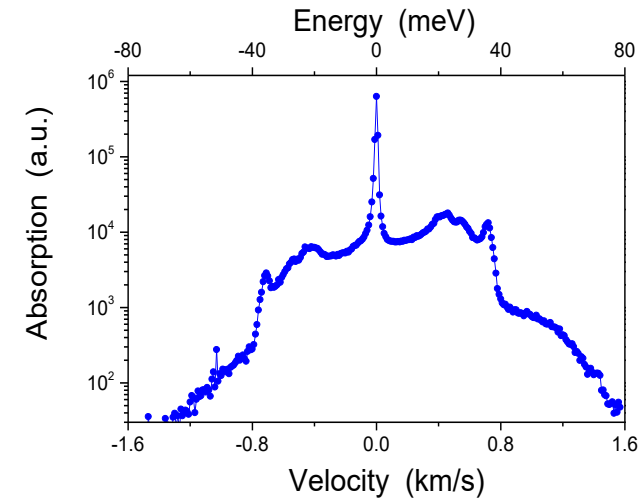
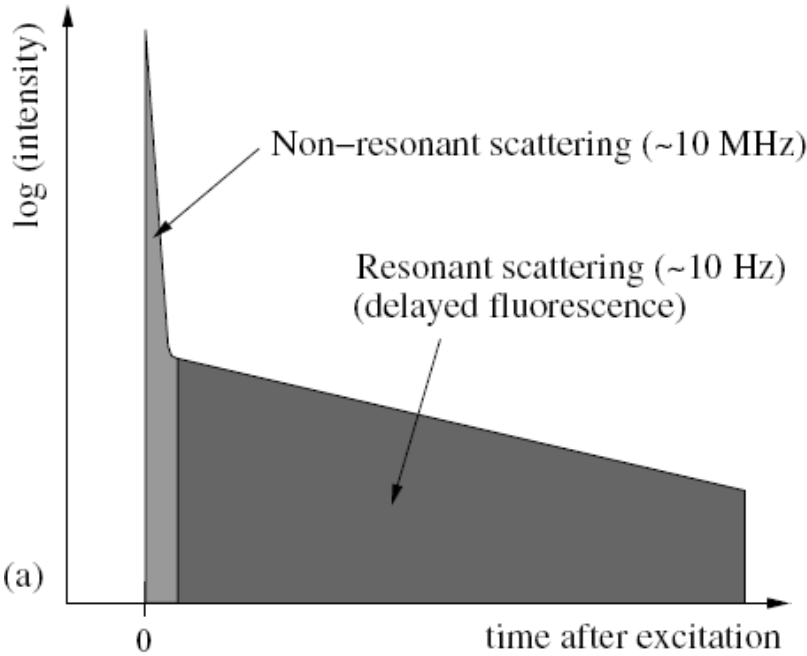


- kyslík
- železo A
- železo B

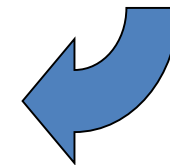
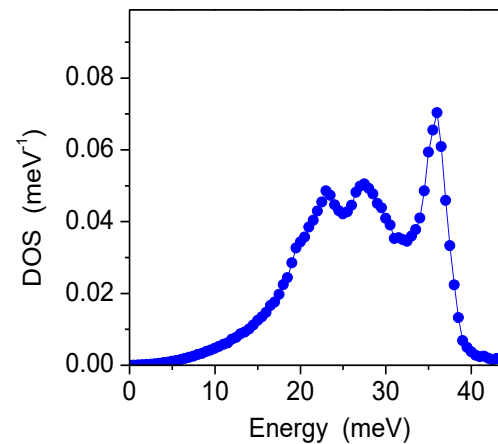
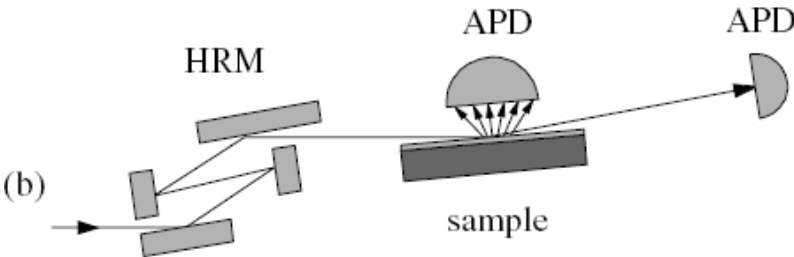
stechiometria

Jadrový nepružný rozptyl – NIS

- Mössbauerova spektrometria v \sim km/s rozsahu

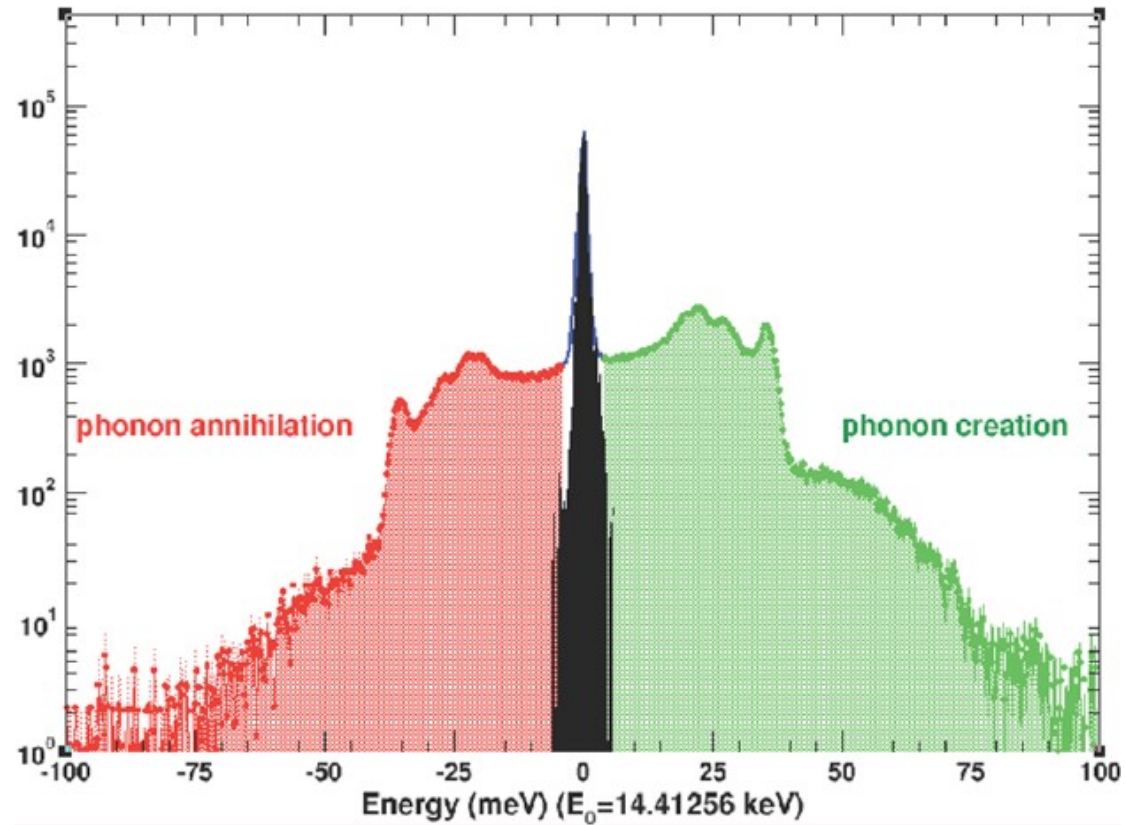
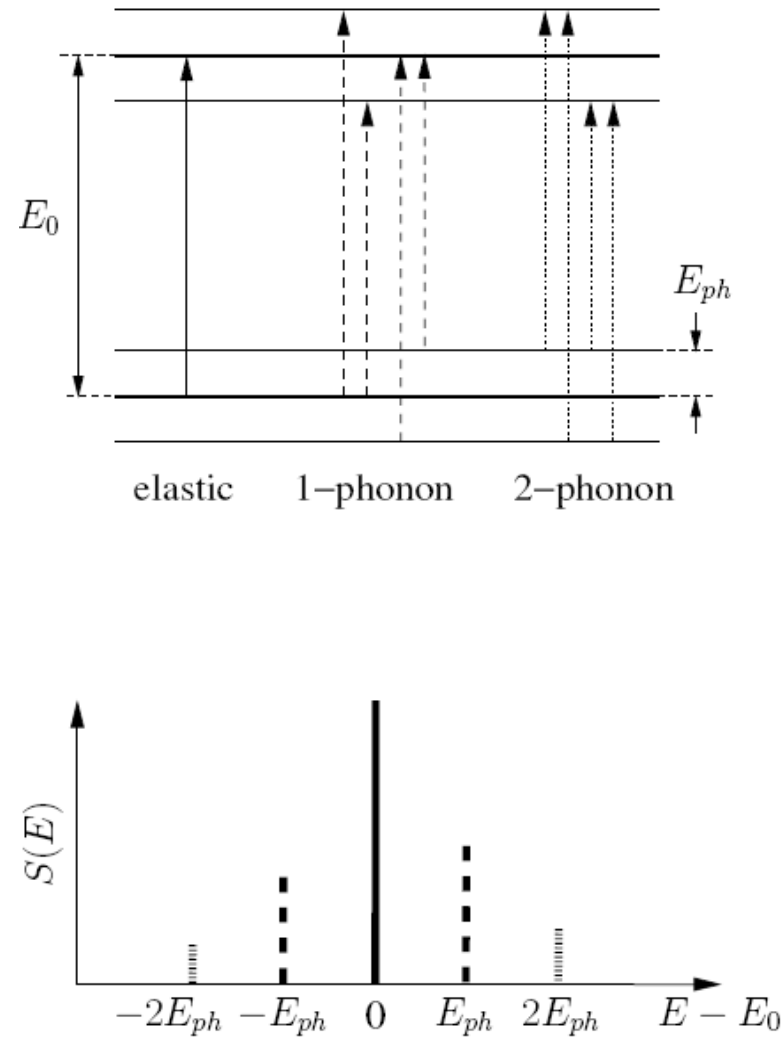


mm/s \rightarrow km/s



**hustota
vibračných stavov:
úplná charakterizácia
elastických vlastností,
dynamiky a
termodynamiky**

Spektrum NIS



Rýchlosť zvuku z DOS

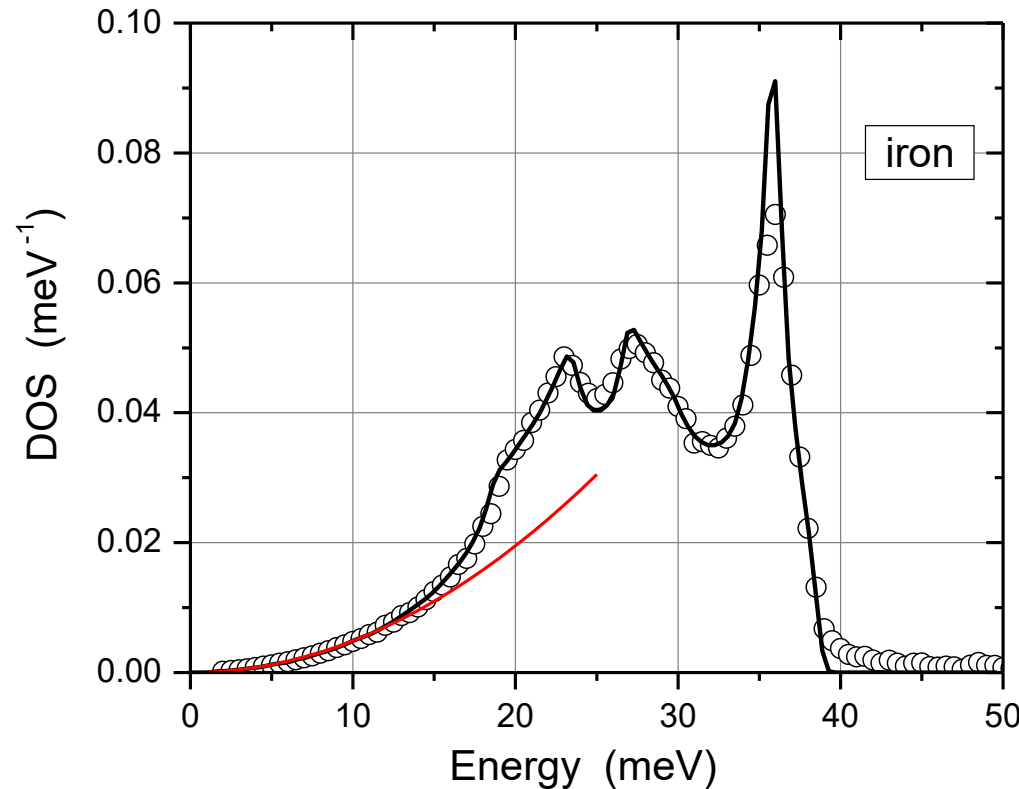
- pri nízkych energiách je hustota stavov blízka parabolickej závislosti určená Debyeovým modelom

$$g(E) = \frac{1}{2 \pi^2 \hbar^3 n \langle v \rangle^3} E^2$$

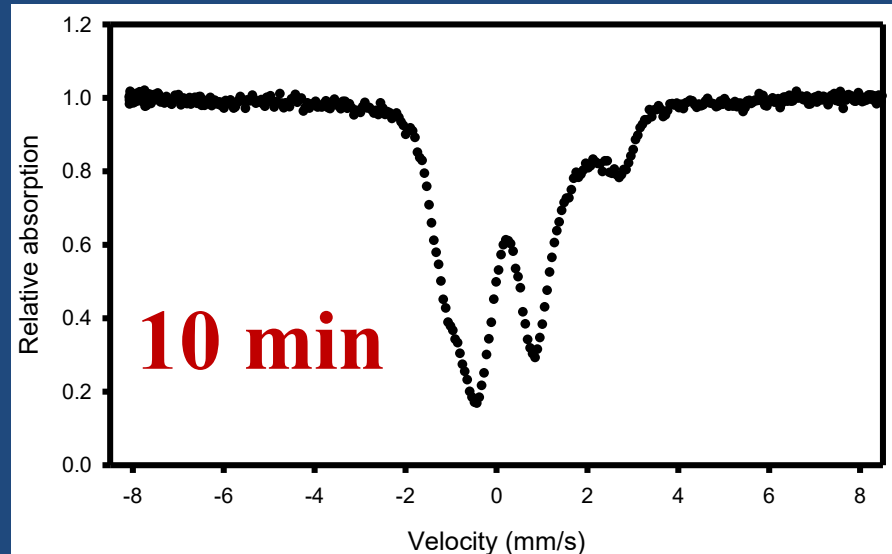
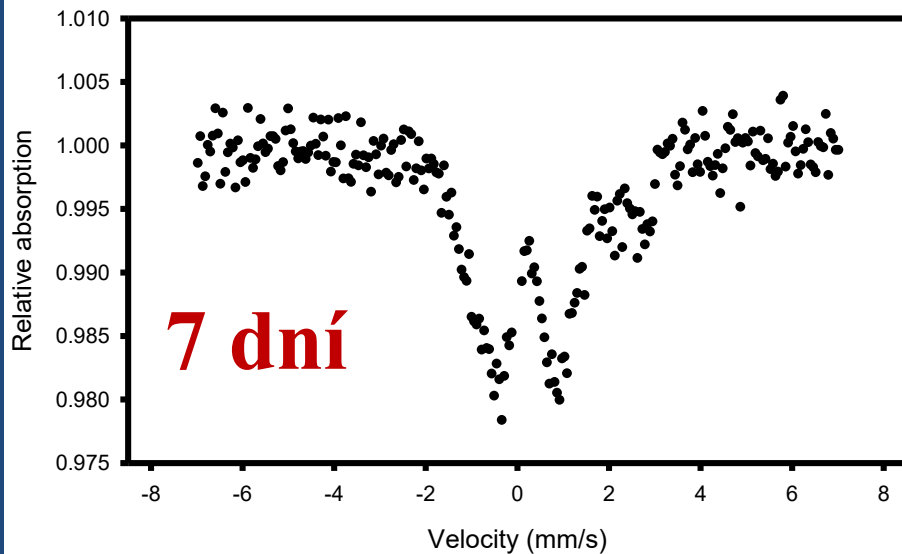
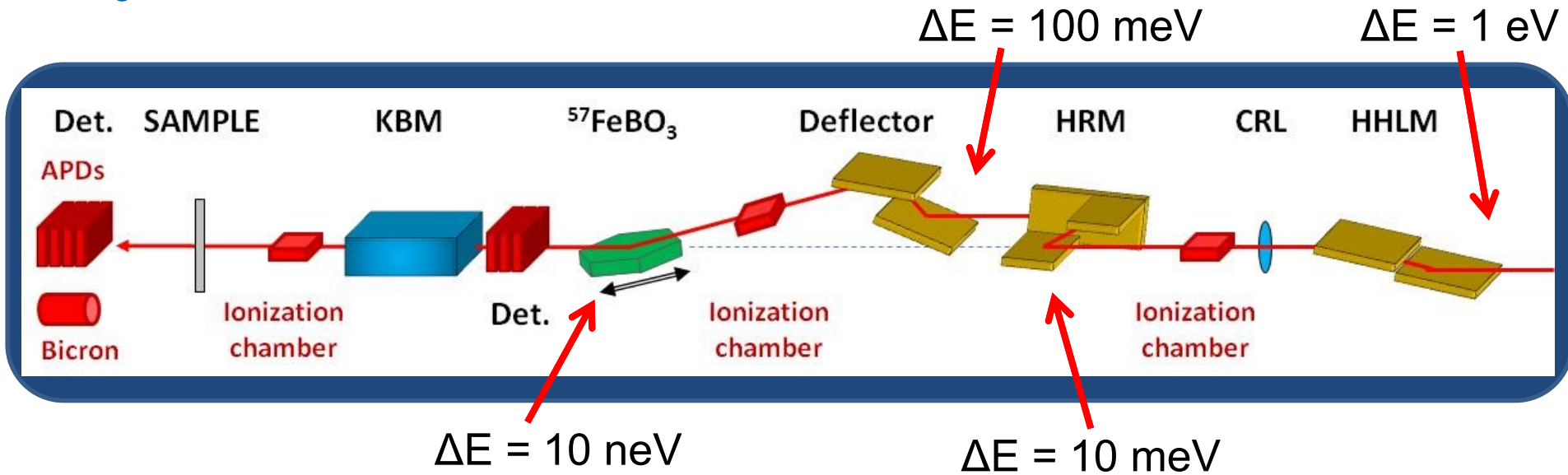
n hustota atómov

$\langle v \rangle$ **stredná rýchlosť zvuku**

$$\langle v \rangle^3 = \frac{1}{3} \left(\frac{1}{\langle v_L \rangle^3} + \frac{2}{\langle v_T \rangle^3} \right)$$



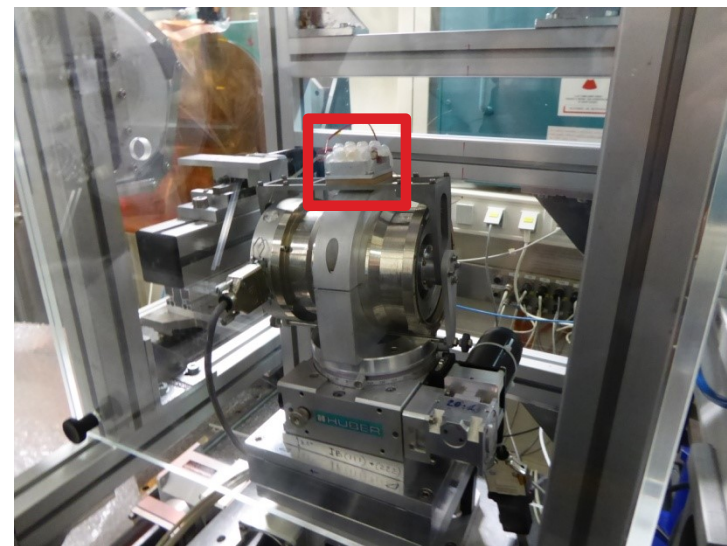
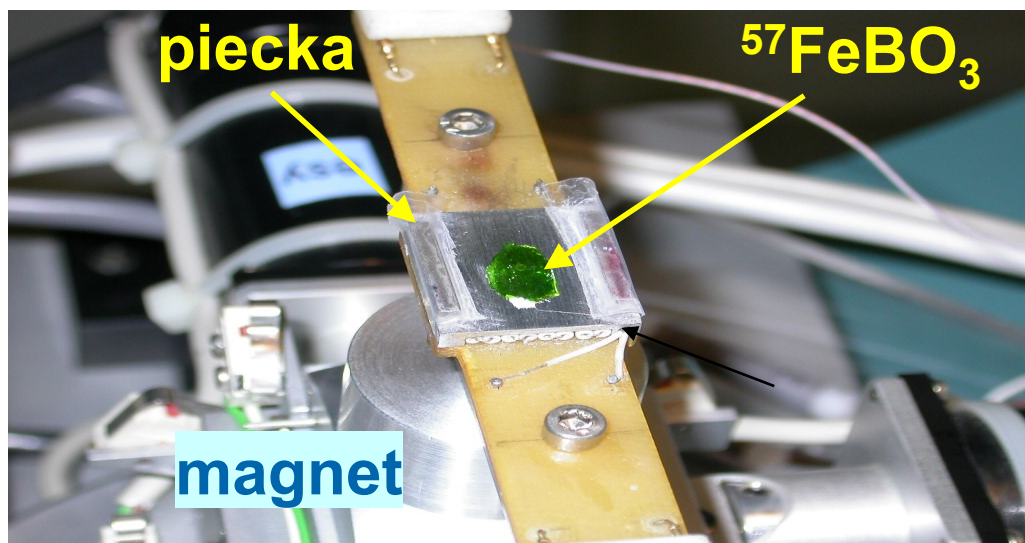
Synchrotron Mössbauer Source



(Mg,Fe)(Si,Al)O₃ bridgmanite @ 93 GPa

Kľúčový prvok

- kryštál $^{57}\text{FeBO}_3$
- čistý jadrový rozptyl (elektrónový rozptyl je zakázaný)
- ohriaty na Néelovu teplotu
- rozptyl žiarenia s energetickým rozptylom blízky prirodzenej šírke mössbauerovskej rezonancie



Amerika

Synchrotrons in the world

NORTH AMERICA

Canada

CLS (Saskatoon)

United States

ALS (Berkeley)

APS (Argonne)

CAMD (Baton Rouge)

CHESS (Cornell)

NSLS (Brookhaven)

SRC (Stoughton)

SSRL (Stanford)

SURF (Gaithersburg)

SOUTH AMERICA

Brazil

LNLS (Campinas)



Ázia & Austrália

Synchrotrons in the world

ASIA

CIS

SSRC (Novosibirsk)

South Korea

PLS (Pohang)

China

IHEP (Beijing)

NSRL (Hefei)

Inde

INDUS (Indore)

Japan

HSRC (Hiroshima)

NANO-HANA (Chiba)

NEW SUBARU (Himeji)

PHOTON FACTORY (Tsukuba)

SPRING8 (Himeji)

UVSOR (Okazaki)

VSX (Tokyo)

Singapore

HELIOS 2 (Singapour)

Taiwan

SSRC (Hsinchu)

Australia

BOOMERANG



Európa

Synchrotrons in the world

EUROPE

Germany

ANKA (Karlsruhe)
BESSY (Berlin)
DELTA (Dortmund)
ELSA-II (Bonn)
HASYLAB (Hamburg)

Denmark

ASTRID (Aarhus)

Spain

LSB (Barcelona)

France

ESRF (Grenoble)
LURE (Orsay)
SOLEIL

Italy

DAFNE (Frascati)
ELETTRA (Trieste)

United Kingdom

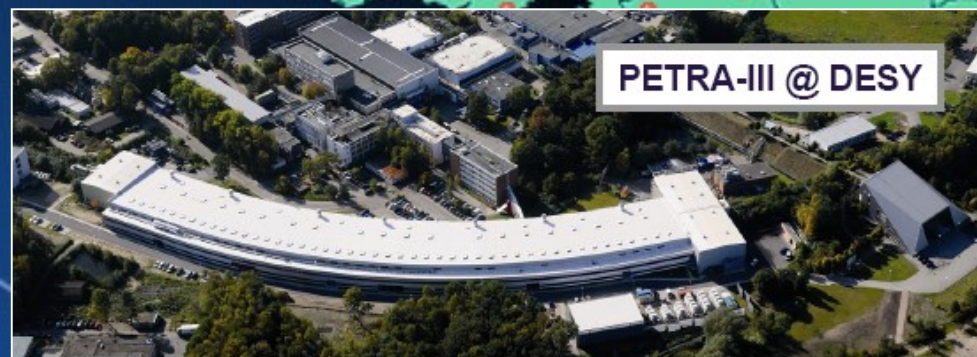
DIAMOND (Didcot)
SRS (Daresbury)

Sweden

MAX (Lund)

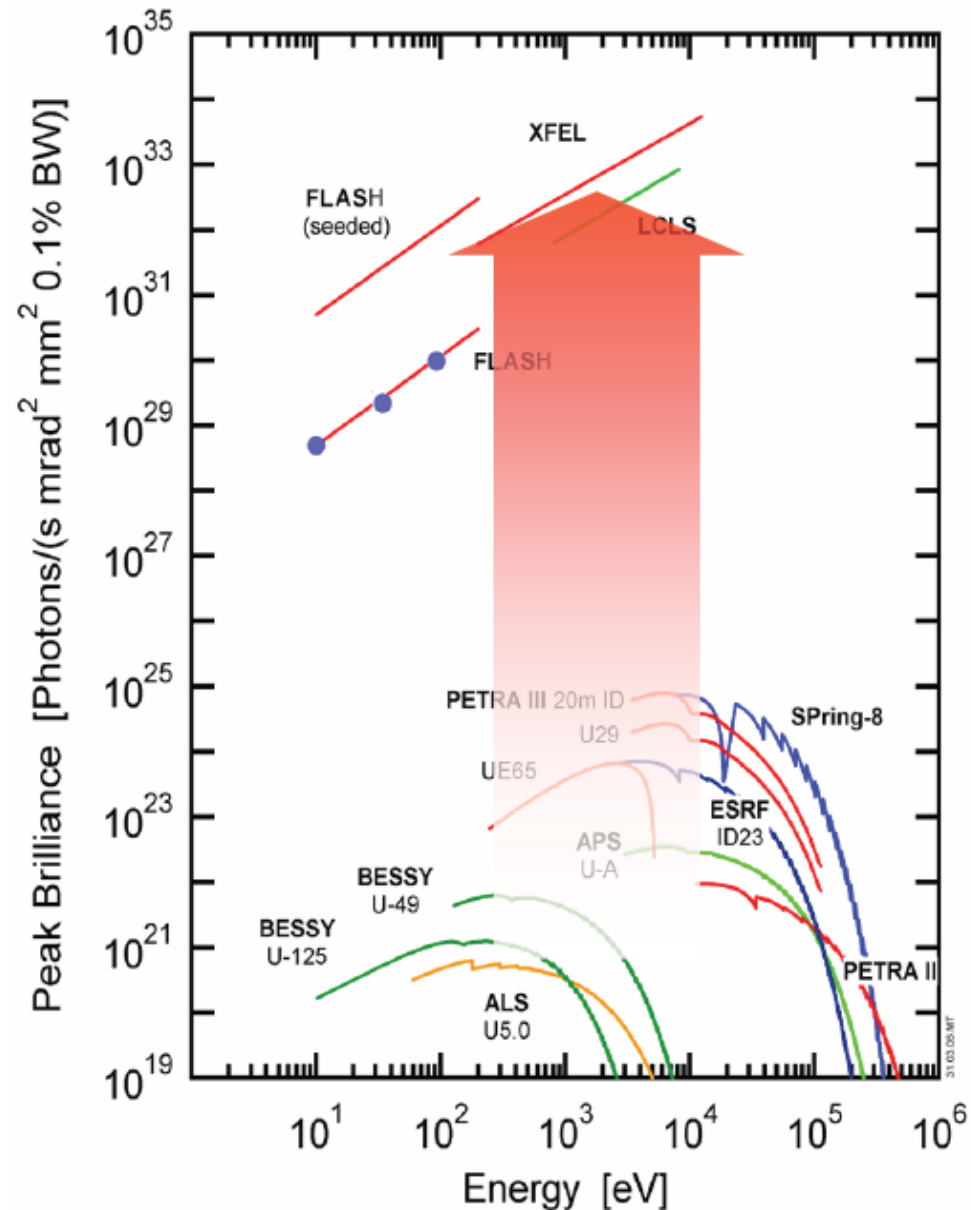
Switzerland

SLS (Villigen)

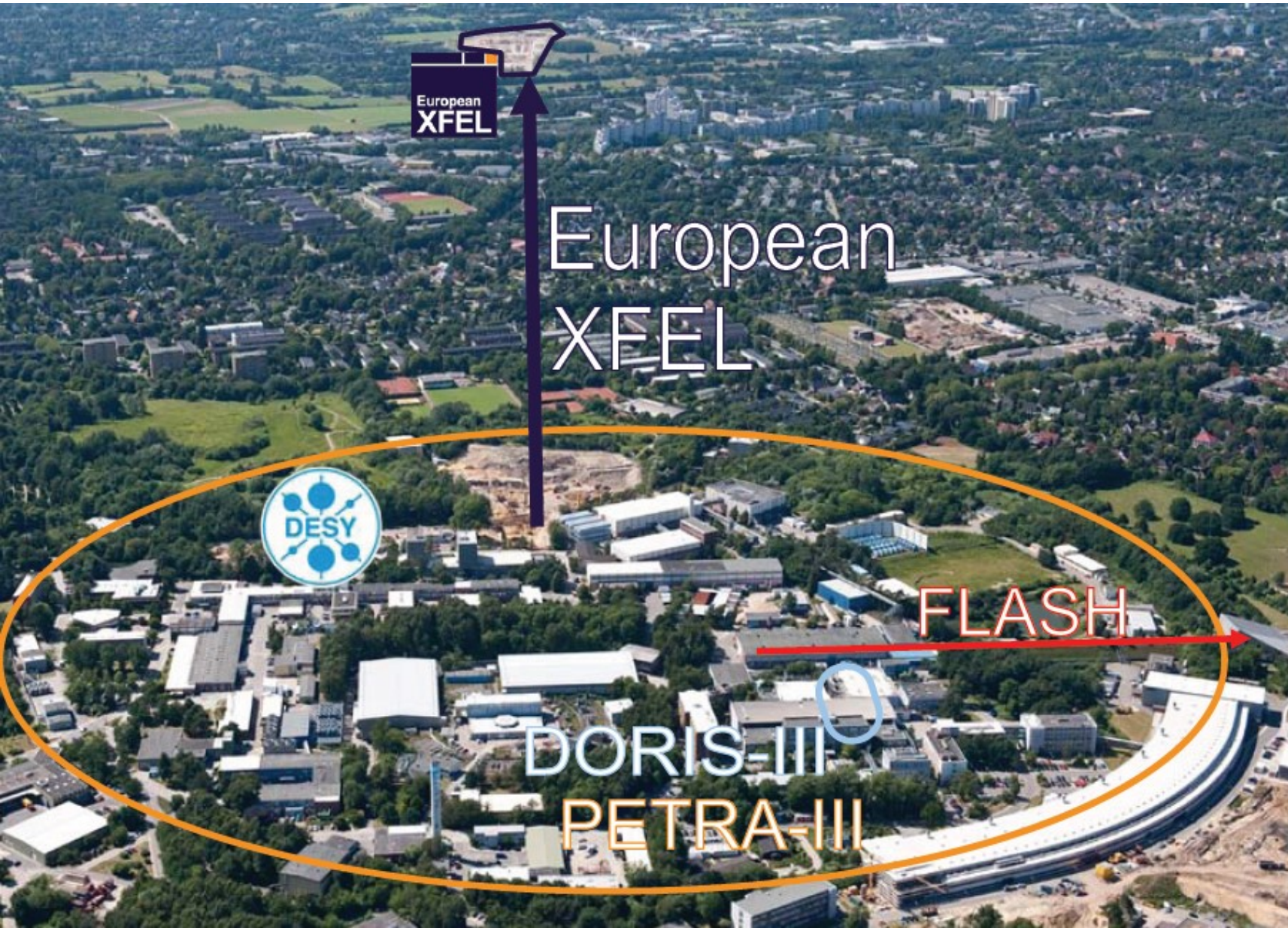


XFEL – nový zdroj synchrotrónového žiarenia

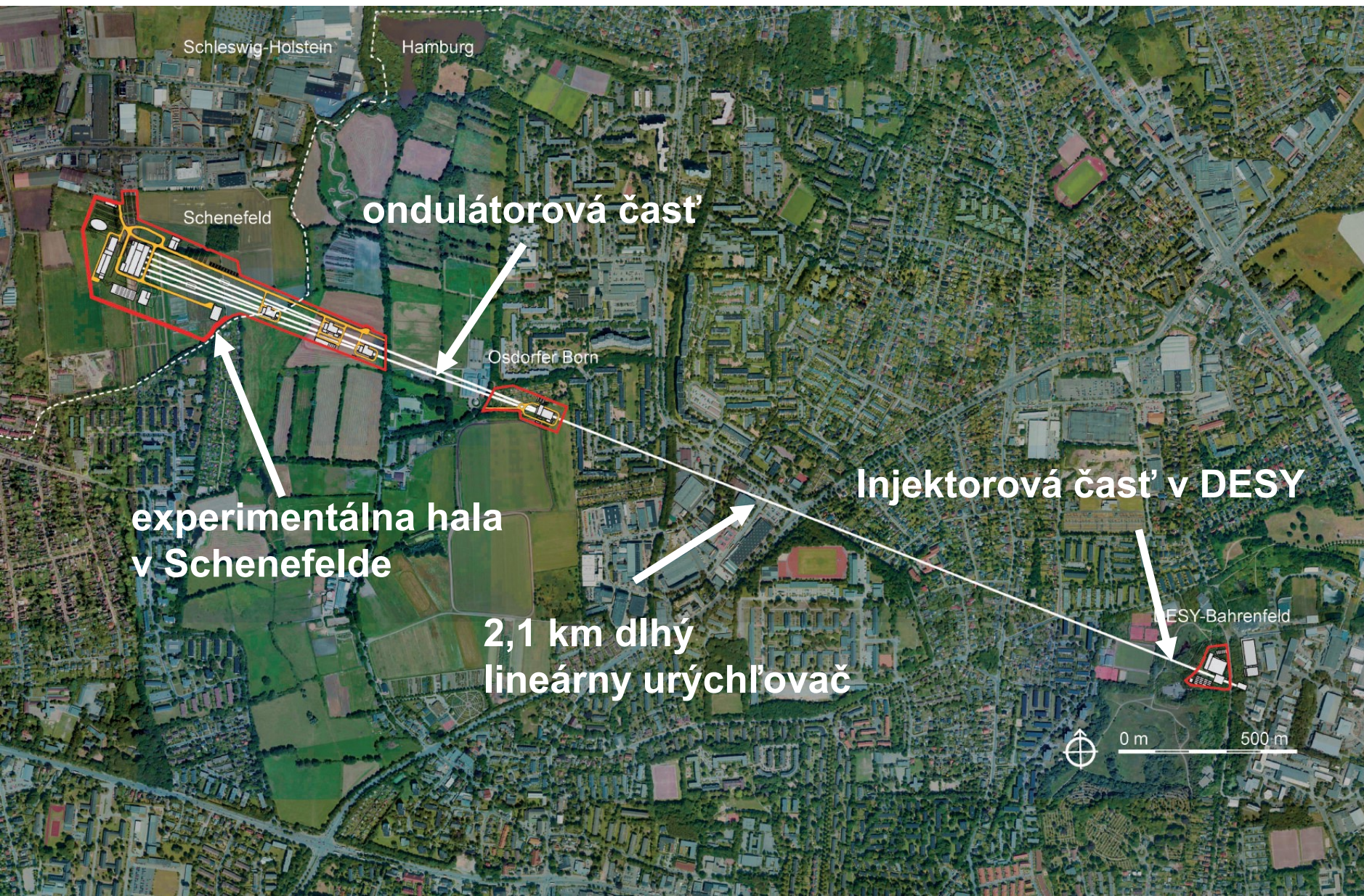
- biliancia
 - o 10 rádov vyššia ako u synchrotrónov 3. generácie
- časová štruktúra pulzov
 - 2.7 kHz na balík
 - 5 MHz v balíku



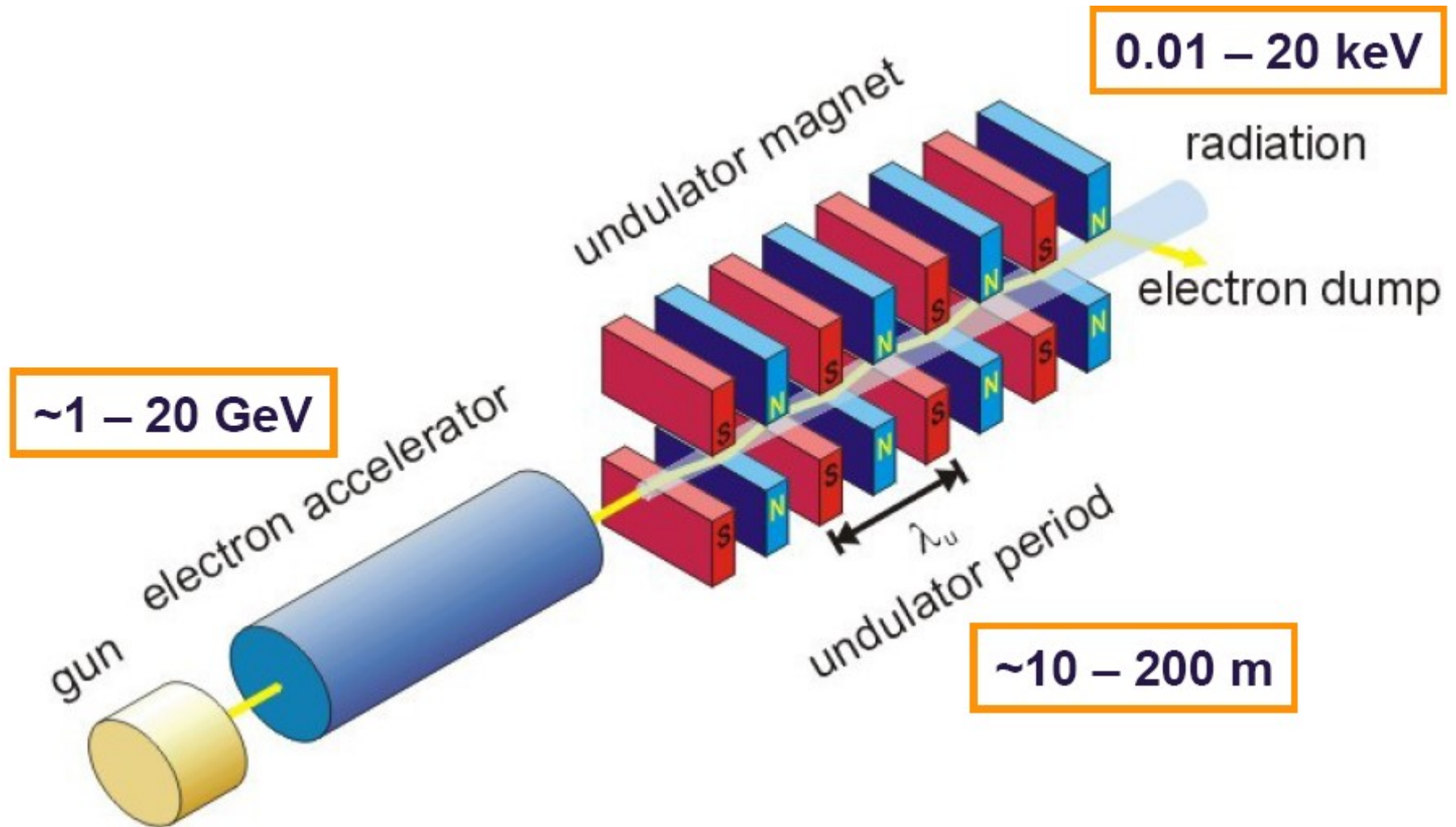
DESY, Hamburg



European XFEL, GmbH



Základná schéma



Časti urýchľovača

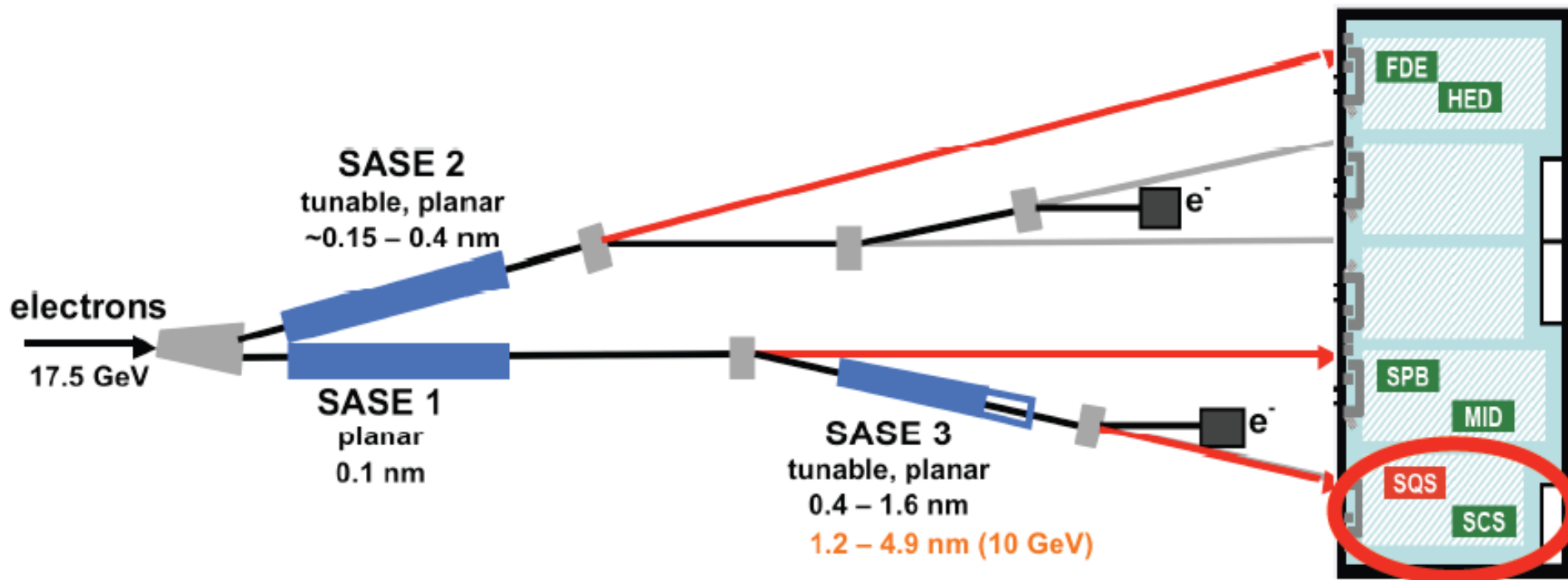
- Supravodivé kavity z čistého Nb
 - variant 17.5 GeV - 800 kavít
 - variant 14 GeV – 640 kavít
- Kryomoduly – 58 modulov
- RF power coupler – 640ks



Ondulátory



	λ (nm)	λ_u (mm)	L_w (m)	P_{peak} (GW)	Photons
SASE1	0.1-0.15	39	150	10	$5 \cdot 10^{11}$
SASE2	0.1-0.4	47.9	150	20	$2 \cdot 10^{12}$
SASE3	0.4-1.6	64.8	110	20	$4 \cdot 10^{12}$



Časová štruktúra pulzov fotónov

