

RADIAÇÃO DE SINCROTRÃO

ESRF - European Synchrotron Radiation Facility

M. ARMÉNIA CARRONDO^a, MARGARIDA R. COSTA^b,
M. ONDINA FIGUEIREDO^c, M. TERESA RAMOS^d

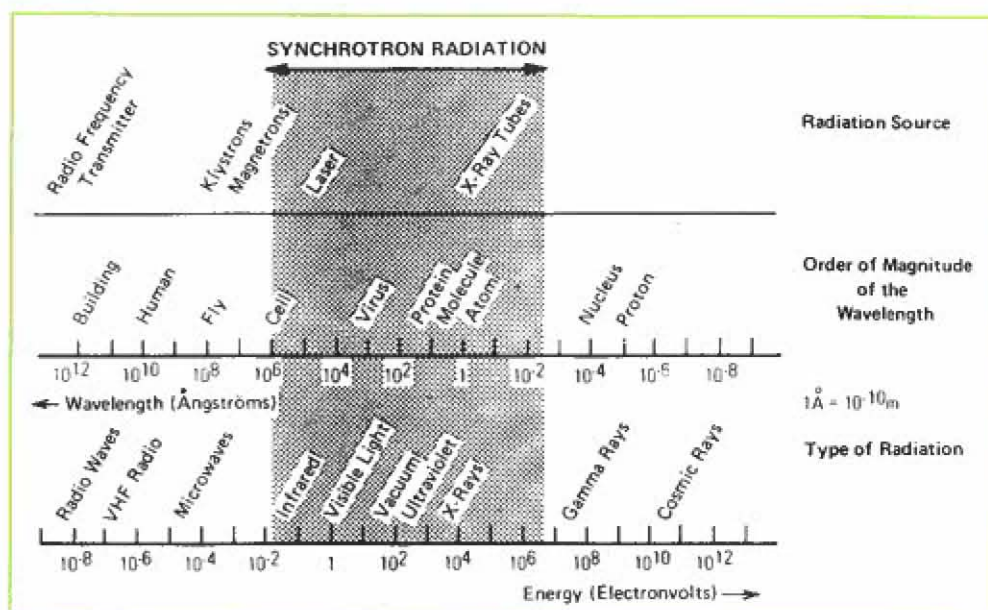
a) ITQB, Oeiras e IST, Lisboa; b) Dep. Física, Univ. Coimbra;
c) C. Crist. Mineralogia, IICT, Lisboa; d) C. Fis. Atómica, Univ. de Lisboa

1. European Synchrotron Radiation Facility. Seus objectivos.

O ESRF, «European Synchrotron Radiation Facility», é um Instituto de investigação fundamental situado em Grenoble, França, que foi criado em 1988 com estatuto de empresa privada segundo a lei francesa. Este instituto é presentemente financiado por 12 países europeus: Bélgica, Dinamarca, Finlândia, França, Alemanha, Itália, Holanda, Noruega, Espanha, Suécia, Suíça e Reino Unido. Foi projectado para produzir radiação de sincrotrão de alto brilho, a ser usado pela comunidade científica internacional em áreas no domínio das Ciências da Vida como a Bio-

física, Bioquímica, Biologia e Medicina, da Ciência dos Materiais, Física Atómica e Nuclear, Geociências e Tecnologias Avançadas. Nenhuma destas áreas tem primazia na utilização da radiação de sincrotrão; na realidade, os resultados e conceitos aplicados são de natureza interdisciplinar e internacional. Os fenómenos da interacção da radiação de sincrotrão com a matéria proporcionam informação sobre propriedades electrónicas bem como sobre a estrutura atómica e a caracterização de materiais, tanto por técnicas de difracção/dispersão como por técnicas espectroscópicas de absorção/emissão. Nos Quadros I e II apresentam-se dados ilustrativos deste conceito interactivo.

QUADRO I



QUADRO II

Comp. Onda (Å)	Energia do Fóton (eV)	Biologia/Medicina	Química	Física	Tecnologia
1000	0.1 — Infravermelho	Bioquímica	Reacções Catalíticas	Estrutura electrónica de sólidos	Novos métodos em Espectroscopia
	1 — Luz Visível	Biofísica			
	10 — Ultravioleta	Vácuo Ultravioleta e Microscopia Raios X	Foto-Química	Propriedades de superfícies e interfaces	Óptica de alta precisão
	100 — Vácuo Ultravioleta	Radiografia	Espectroscopia Electrónica para Análise Química	Física Atómica e Molecular	Calibração e Padrões de radiação
100					
10	1000 — Raios X «moles»	Determ. estrutura Biomolecular	Estudos de efeitos nocivos da radiação	Espectroscopia Foto-electrónica	Investigação sobre radiação de Wigglers e Undulators
1	10 000 — Raios X «duros»	Angiografia e Tomografia de Raios X	Determinação de estruturas de polímeros	Óptica de Raios X	Microscopia de Raios X
0.1	100 000 — Raios Gama		Análise de elementos residuais (vestígios)	Cristalografia por Difracção de Raios X	Litografia de Raios X
				Fluorescência de Raios X	Propriedades de materiais
				Topografia	
				Dispersão de Compton	

2. Estrutura do ESRF

Linhas disponíveis para utilizadores

Quando o ESRF estiver concluído e em plena operação, em 1998, contará com 50 linhas para utilizadores externos. Presentemente, o ESRF está ainda em fase de construção, prevendo-se o início oficial de funcionamento para Setembro de 1994 com 12 linhas em operação. De entre estas, 4 serão geridas por «Grupos de Colaboração» — *CRG (Collaborative Research Groups)*, uma vez que foram directamente financiadas e construídas independentemente pelos grupos CRG respectivos.

Apresentam-se, nas secções seguintes, listas descritivas das Linhas projectadas e em construção no ESRF, nomeadamente as *Linhas de feixe para utilizadores externos* (secção 2.1.; vinte linhas), as *Linhas de feixe geridas por grupos* (secção 2.2.; quatro linhas) e as *Linhas especiais* (secção 2.3.; três linhas) não acessíveis a utilizadores externos).

Para facilidade de identificação, a Fig. 1 dá-nos um diagrama de localização das várias linhas na tangente ao

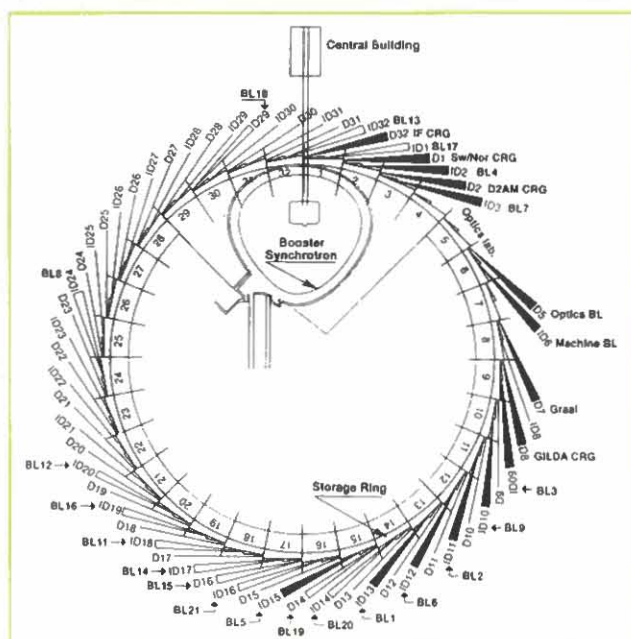


Fig. 1 — Diagrama das Linhas construídas e/ou projectadas no ESRF.

2.1. Linhas de feixe para utilizadores externos

Beamline (Source/Beamline)	Scientific goals	Source (Details)	Scientist in charge	Year
1. <i>Microfocus</i> (ID13/BL1)	Micro-diffraction, small angle scattering	Undulator, 0.8-3.0 Å	C. Riekel	Sep. 94
2. <i>Materials</i> (ID11/BL2)	Small molecule crystallography High pressure	Wiggler, 4-60 keV	Å. Kvik	Sep. 94
3. <i>White beam</i> (ID9/BL3)	Laue protein crystallography High pressure energy dispersive scattering. Monochromatic option	Wiggler, 4-60 keV	M. Wulff	Sep. 94
4. <i>High Brilliance</i> (ID2/BL4)	Real time small-angle scattering Monochromatic protein diffraction	Undulator λ tunable around 1 Å	P. Bösecke	Sep. 94
5. <i>High Energy</i> (ID15/BL5)	Gamma-ray diffraction, small angle scattering. Compton scattering	Wavelength shifter	P. Suortti	Sep. 94
6. <i>Circular Polarization</i> (ID12/BL6)	Dichroism in EXAFS, SEXAFS Spin-dependent photoemission	Helical Undulator $E < 4$ keV	J. Goulon	Sep. 94
7. <i>Surface diffraction</i> (ID3/BL7)	Surface structural studies Phase transitions. Growth mechanisms	Undulator $K_{\max} = 1.85$	S. Ferrer	Sep. 94
8. <i>Dispersive EXAFS</i> (ID24/BL8)	Time-resolved structural studies	Tapered Undulator	M. Hagelstein	Sep. 95
9. <i>Troika or «Open» Beamline</i> (ID10/BL9)	Multiple experimental station for test experiments	Undulator	G. Grübel	April 94
10. <i>Mössbauer</i> (ID18/BL10)	Nuclear Bragg scattering	Undulator ~ 14 keV	R. Rüffer	Sep. 95
11. <i>Magnetic scattering</i> (ID20/BL11)	Magnetic scattering	Asymmetric Wiggler	C. Vettier	Mar. 95
12. <i>Surface Science</i> (ID32/BL12)	SEXAFS and Standing Waves techniques	Undulator	F. Comin	Mar. 95
13. <i>Medical Beamline</i> (ID17/BL13)	Shared facilities for Angiography and Computer Tomography	Wiggler	H. Moulin	Jan. 96
14. <i>Powder Diffraction</i> (ID16/BL14)	Powder diffraction for structure determination	Bending Magnet; later Undulator	A. Fitch	Sep. 95
15. <i>Topography</i> (ID19/BL15)	Topography, High resolution diffraction	Multipole Wiggler	J. Baruchel	Sep. 95
16. <i>Anomalous Scattering Beamline</i> (ID1/BL16)	Anomalous diffuse scattering in materials science	Wiggler	L. Lequien	Jan. 96
17. <i>Dispersive EXAFS</i> (ID29/BL17)	Materials science Mapping of heterogeneous samples	Bending Magnet	N. Brookes	Jan. 95
18. <i>MAD</i> (ID14/BL18)	Multiple Wavelength Anomalous Diffraction for phase determination	Bending Magnet	A. Thompson	Sep. 95
19. <i>Protein Crystallography</i> (ID14/BL19)	Macromolecular Crystallography (initially on BL 4)	Undulator	A. Kvik	Sep. 95
20. <i>X-ray Inelastic Scattering</i> (ID16/BL20)	High resolution (5-100 meV) inelastic scattering at 0-5 eV energy transfer	Undulator	F. Sette	Sep. 94

anel do sincrotrão, especificando as já construídas e/ou projectadas, e também as zonas ainda não atribuídas.

2.2. Linhas de feixe geridas por Grupos (CRG)

Beamline (Source / name)	Scientific goals	Spokesperson(s)	Year
D1/SW. NOR	General purpose beamline. Diffraction and absorption spectroscopy	H. P. Weber F. Mo	Sep. 94
D2/D2 AM	Diffuse scattering. Multiple wavelength and anomalous scattering	J. P. Simon M. Roth	Sep. 94
D8/GILDA	General purpose X-ray beamline for absorption spectroscopy and powder diffraction	S. Mobilio	Sep. 94
D32/IF	Interface studies	A. Bourret R. Baudoing-Savois	Sep. 94

2.3. Linhas especiais (não acessíveis a utilizadores externos)

D5 — Optics Test Beamline (A. Freund)
ID6 — Machine Test Beamline (P. Elleaume)
D7 — Gamma-ray Beamline (C. Schaefer)

3. Propriedades básicas da radiação de sincrotrão

A radiação de sincrotrão é obtida por aceleração de partículas carregadas, electrões ou positrões, a velocidades relativísticas. A aceleração radial destas partículas é conseguida pela acção de campos magnéticos (BM; *bending magnets*) inseridos no anel de acumulação. Tangencialmente à órbita circular gera-se radiação electromagnética, caracterizada por uma energia crítica, e_c , ou um comprimento de onda, λ_c , que corresponde ao valor médio do espectro assim produzido:

$$\lambda_c = 18.64 / (BE^2)$$

onde B é o campo magnético aplicado, em Tesla, e E é a energia de aceleração no anel, em GeV.

O enorme sucesso na crescente utilização da radiação de sincrotrão nos últimos 20 anos deve-se às suas características únicas, a saber:

- Gama contínua de comprimentos de onda, desde o infra-vermelho até aos raios X, com possibilidade de sintonização.
- Brilho extremamente elevado.
- Polarização muito bem definida, linear no plano da órbita e circular fora desse plano.

- Possibilidade de obtenção de radiação coerente na zona dos raios X.
- Natureza pulsada da radiação, com elevada estabilidade.
- Dispersão angular extremamente reduzida.

A potência emitida, função do comprimento de onda, é normalmente quantificada pelas seguintes grandezas:

Fluxo — Número de fótons emitidos por unidade de tempo (segundos) num intervalo de 0,1% de comprimento de onda e por unidade de ângulo sólido do feixe (mrad).

Brilho — Fluxo por unidade de secção eficaz da fonte (mm²) e por unidade de ângulo sólido do feixe (mrad).

O fluxo e/ou o brilho emitidos numa determinada linha podem ser aumentados variando o campo magnético aplicado, B, ou a energia de aceleração, E. Normalmente, para uma determinada instalação, mantém-se fixa a energia, e joga-se com o campo magnético através de, fundamentalmente, dois tipos de sistemas de inserção que introduzem modulações espaciais características, e ajustáveis, no campo magnético, designados por «wigglers» e «undulators». Conseguem-se assim características optimizadas para determinadas aplicações.

4. Características técnicas do ESRF

Não se pretende fazer aqui uma descrição pormenorizada de todas as características técnicas do ESRF, que podem ser encontrados no «ESRF Beam Line Handbook» de Agosto de 1993, mas somente realçar as características mais importantes e que distinguem esta de outras instalações de sincrotrão europeias.

A Fig. 4 representa uma comparação entre o fluxo previsto e já obtido no ESRF, relativamente a outras instalações de sincrotrão europeias.

A Fig. 5 mostra uma comparação mais detalhada entre o brilho obtido em vários sistemas de inserção no ESRF (*magnetos deflectores* BM, *wigglers* e *undulators*) e situações comparáveis noutras instalações europeias. Adicionalmente, o elevado perímetro do anel de acumulação, 844 metros, proporciona uma grande versatilidade às linhas de feixe nas estações experimentais, através da inserção de «undulators» já desenvolvidos localmente e que representam um grande avanço tecnológico.

No encontro de utilizadores do ESRF que teve lugar em Grenoble em Setembro de 1993, foram referi-

das experiências já realizadas com a instalação em período experimental, tendo sido salientados valores que, nalguns casos, ultrapassaram mesmo os inicialmente projectados.

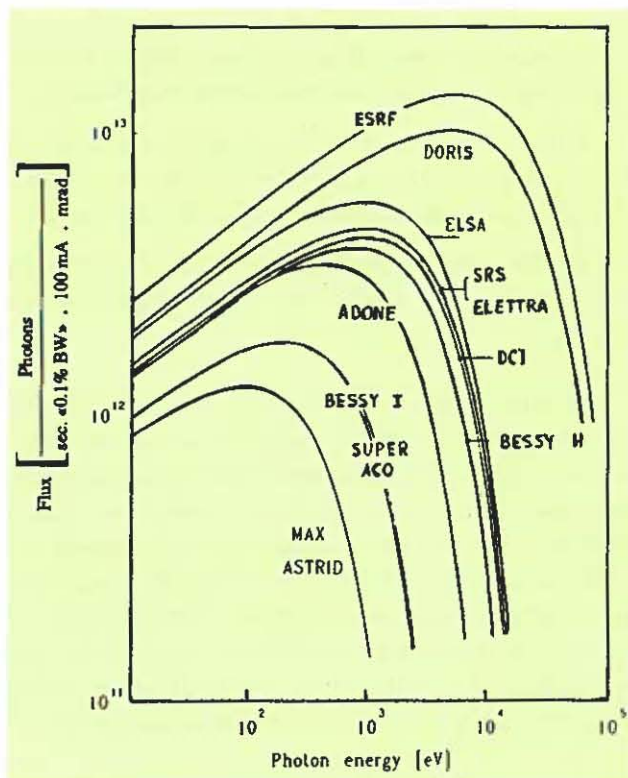


Fig. 4 — Curvas de fluxo de fótons, em função da energia dos fótons, conseguidas com magnetes de deflexão em vários centros europeus de Radiação Sincrotrónica.

Quando operado à energia de 6 GeV, conseguiu-se obter uma corrente no anel de 150 mA (a do projecto era 100 mA) um brilho de 10^{18} a 10^{19} fótons/seg.mm².mrad².0.1% BW, uma emitância horizontal de 8.4×10^{-9} mrad (a do projecto era 6.2×10^{-9} mrad), uma emitância vertical de 3.8×10^{-9} mrad (a do projecto era menor que 6.2×10^{-10} mrad) e um tempo de vida médio até 24 horas (para uma corrente no anel de 100 mA).

5. Características únicas do ESRF

1 — Possibilidade de obter radiação coerente na zona dos raios X. Esta característica abre novas perspectivas em numerosos domínios, podendo mesmo contribuir para o desenvolvimento de uma nova Física.

2 — Possibilidade de focar o feixe até uma secção eficaz de $1 \mu\text{m}^2$ com 10^9 fótons/seg.100 mA. numa largura de 10^{-5} ($\Delta\lambda/\lambda$). Esta característica permite

novas experiências a pressão elevada em amostras de pequeno volume e também a caracterização magnética de materiais.

3 — Estabilidade do feixe melhor que $2 \mu\text{m}$ durante várias horas. Esta característica permite experiências prolongadas sem alteração da posição do feixe, de brilho elevadíssimo, em áreas irradiadas de dimensões muito reduzidas.

6. Aplicações em Biologia, Bioquímica, Biofísica e Medicina

Difracção

Cristalografia de macromoléculas: vírus, proteínas, ácidos nucleicos e complexos de macromoléculas. Difracção por fibras: Possíveis já em 1994, nas linhas BL9, BL4, BL3 e CRG's; no futuro nas linhas BL19, BL20.

Cristalografia de moléculas pequenas: BL2.

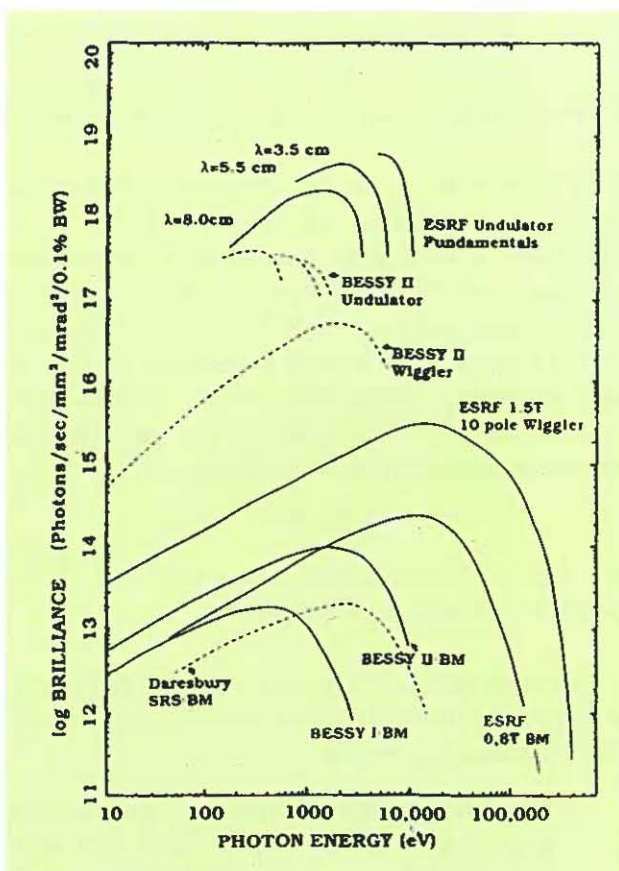


Fig. 5 — O brilho em função da energia dos fótons, obtido com magnetes de deflexão, wigglers e onduladores, em diversas instalações europeias de Radiação Sincrotrónicas.

Absorção

EXAFS: Possíveis em 1995 nas linhas BL8 e BL18.

Técnicas de imagem

Angiografia, Tomografia e Microscopia de raios X. Possíveis em 1995 na linha BL14, uma linha de Investigação médica não comercial, única na Europa, e futuramente na linha BL22.

Estão presentemente em curso projectos de investigadores portugueses em Cristalografia de proteínas, Cristalografia de moléculas pequenas e em estudos Biológicos de afinidade com desenvolvimento experimental no SRS (Daresbury), no DESY (Hamburgo) e no LURE (Orsay).

7. Aplicações em Ciências de Materiais

Difracção

Radiocristalografia de materiais policristalinos (XRD): Linhas BL21 e CRG's (D1 e D2)

Microdifracção: Linha BL1.

Difracção com alta resolução em tempo real: Linha BL16.

Difracção com alta pressão (mono e poli-cristais): equipamento de concepção ESRF instalável em várias linhas de feixe, permitindo recolha de espectros de difracção em condições extremas. Perspectiva-se, inclusivamente, a possibilidade de determinar a posição estrutural de átomos de hidrogénio em matrizes leves — por exemplo, no caso do gelo.

Difracção Magnética

Estudos de ordenação magnética de materiais, tirando partido da elevada resolução; informação sobre sistemas magnéticos, em particular sobre as componentes orbital e de spin para a magnetização, fazendo uso das características de polarização da radiação de sincrotrão: Linhas BL12 e CRG (em projecto).

Difusão

Difusão para ângulos pequenos (SAXS): Linhas BL1 CRG; com resolução temporal Linha BL4.

Difusão anómala (AS): Linhas CRG's (D2 e D8) e BL17.

Difusão inelástica: Linha BL5; com alta resolução, Linha BL21.

Estudo genérico de materiais: Linha BL2; dispondo de um «undulator», Linha BL9.

Absorção

Análise de descontinuidades de absorção:

EXAFS: Linhas BL18, CRG e BL8.

EXAFS com resolução temporal: Linhas BL13.

EXAFS, estudos de superfícies: Linha D8 (GILDA); para estudos de polarização, Linha BL6.

Topografia

Linhas BL16 e CRG

Estão presentemente em curso projectos de investigadores portugueses em vários dos temas descritos de Ciências de Materiais, nomeadamente difracção normal, difracção magnética, técnicas espectroscópicas de absorção e topografia. Referem-se ainda métodos de análise por técnicas espectroscópicas com desenvolvimento experimental no SRS (Daresbury), no HASYLAB (Hamburgo) e no LURE (Orsay).

8. Aplicações em Física Atómica e Molecular

Medidas de difusão de Compton, secções eficazes de dispersão e fotoeléctrica; medidas de correlação angular perturbada de fluorescência nuclear: a partir de 1994 na Linha BL5.

Medidas de dispersão inelástica de muito alta resolução e dispersão de Raman: a partir de 1994 na Linha BL21.

Análise espectrométrica por fluorescência de raios X, com microfoco muito intenso: em projecto para a Linha BL24.

Estão em curso projectos de investigadores portugueses em determinação de parâmetros Auger, estudos de excitação em níveis internos, dinâmica de moléculas isoladas e análises espectrométricas por fluorescência de raios X no LURE (Orsay).

Conclusão

O ESRF representa um «upgrading» das múltiplas instalações europeias no qual se conjugaram as capacidades e os esforços dos cientistas oriundos de diversos países, possuidores (ou não) de tais unidades. Esta unidade de excelência coloca a Europa na primeira linha de oportunidades instrumentais de pesquisa face aos Estados Unidos da América e Japão, pois conjuga características optimizadas de feixe e concentra múltiplas inovações técnicas, proporcionando mesmo condições para desenvolvimentos de índole teórica na área da Física.

Bibliografia

- European Synchrotron Radiation Facility, ESRF Beamline Handbook, Grenoble, 1993.
- Daresbury Research Services, SERC Daresbury Laboratory, Warrington, 1990.
- Hamburg Synchrotron Radiation Laboratory, DESY-HASYLAB, Hamburg, 1988.
- Heliwell, J. R. «Macromolecular Crystallography with Synchrotron Radiation», Cambridge, Univ. Press, 1992.
- Neutron and Synchrotron Radiation for Condensed Matter Studies, vol. I», ed., J. Baruchel, J. L. Hodeau, M. S. Lehmann, J. R. Regnard, C. Shlenker.
- Margaritondo «Introduction to Synchrotron Radiation», Oxford University Press.
- «Synchrotron Radiation-Techniques and Applications», ed., C. Kunz, Springer-Verlag (Topics in Current Physics), 1979.
- «Synchrotron Radiation Research», H. Winick, S. Doniach eds., Plenum Press, 1980.
- «World Compendium of Synchrotron Radiation Facilities», I. H. Muroco, C. A. Boardman, J. C. Fuggle, E. S. R. S., 1991.

UTILIZAÇÃO DE NEUTRÕES E RADIAÇÃO DE SINCROTRÃO EM MATÉRIA CONDENSADA

Curso Europeu HERCULES 1994 • Grenoble, França - 13 de Fevereiro a 25 Março 1994

— HERCULES —
Higher European Research Course
for
Users of Large Experimental Systems

Basic Training
for
Biologists, Chemists
and
Physicists

PROGRAMME

a) Lectures, Practicals and Tutorials

Common Part:

- Synchrotron radiation: Theory and Characteristics - Physics of storage rings - Beam lines;
- Neutrons: Sources, Detectors, Optics;
- Interaction of X-rays and single crystal diffraction, diffuse and small angle scattering - Magnetic scattering - Inelastic and quasielastic neutron scattering - X-ray absorption spectroscopy - X-ray and UV photoemission spectroscopies - Imaging techniques - Time resolved experiments.

Applications - Two parallel sessions on:

- *Solid State Physics and Chemistry*: Surfaces and Interfaces, Amorphous and quasicrystalline systems, Excitations and phase transitions, Stereochemistry.
- *Biological macromolecules*: Protein crystallography and dynamics, Membranes diffraction, Local structure in biological systems.
- *Soft condensed matter*: Structure and dynamics of Polymers, Micelles.
- *Experimental Training at*: ESRF, ILL, LLB, LURE, CENG, CNRS, EMBL, INPG, UJF.

b) Optical 6 month training (if CEC - Human Capital and Mobility application accepted).

- **Information:** Secretariat HERCULES, Marie-Claude Simpson
Maison des Magisteres - CNRS • BP 166 - F-38042 • Grenoble Cedex 9
Tel: (33) 76 88 79 86 • Fax: (33) 76 88 79 81