GEFÖRDERT VOM

Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Schlussbericht

Verbund: 05K2019 - NanoExtrem

Zuwendungsempfänger:	Universität Potsdam
Projektleitung:	Prof. Dr. Max Wilke
E-Mail:	max@geo.uni-potsdam.de
Förderkennzeichen:	05K19IP2
Förderzeitraum:	01.07.2019 - 31.12.2022
Zuwendung:	926.010,00 €
Projektträger:	Projektträger DESY
Zusätzlicher Kontakt:	wolfgang.morgenroth@uni-potsdam.de
Zusätzlicher Name:	Wolfgang Morgenroth

Genutzte Großgeräte:

Labor	Gerät	Experiment
ESRF Kondensierte Materie DESY	ESRF Photonen PETRA III	

Diplomarbeiten:	0
Dissertationen:	1
Habilitationen:	0
Referierte Publikationen:	10
Andere Veröffentlichungen:	21
Patente:	0
Bachelorarbeiten:	0
Masterarbeiten:	1
Staatsexamen:	0

Dieser Bericht wurde beim Projektträger über einen individuellen Online-Zugang vom Projektleiter eingereicht und am 30.06.2023 15:56 für eine Veröffentlichung freigegeben.

Schlussbericht

Zuwendungsempfänger:	Universität Potsdam
Projektleitung:	Prof. Dr. Max Wilke
Verbund:	05K2019 – NanoExtrem: 05K19IP2: Teilprojekt 1
Thema:	Nanofokusmessplatz mit beidseitiger CO_2-Laserheizung für Experimente bei extremen Bedingungen an der ESRF, Grenoble

Zusammenfassung

In diesem Projekt wurden die Experimentiermöglichkeiten an der High Pressure Beamline ID27 an der ESRF-EBS (Extremely Brilliant Source) in Grenoble signifikant erweitert. Es wurden neue Komponenten für die Messstrecke definiert, beschafft, aufgebaut, in Betrieb genommen und charakterisiert:

1) Es wurde ein Nanofokumessplatz mit Kirkpatrick-Baez-(KB) Spiegeln und Nano-Probentisch aufgebaut. Hierzu wurden Spezifikationen für KB-Spiegel und Nano-Probentisch mit den Experten der Beamline und den Experten für Röntgenoptik der ESRF erstellt. Im Rahmen der Beschaffung und Anlieferung wurden die gelieferten Komponenten im Labor für Metrologie der ESRF kontrolliert. Bei der Installation, der Inbetriebnahme und dem Test an der Beamline hat das Projektteam mitgearbeitet und die ersten ‚friendly user' Experimente unterstützt.

2) Zum Aufbau des doppelseitigen CO_2-Laserheizsystems wurden Komponenten spezifiziert, beschafft, getestet, in Betrieb genommen und optimiert. Auch das Laserheizsystem wurde in ersten regulären User-Experimenten an ID27 genutzt und externe Forscher wurden unterstützt. Zurzeit wird das CO_2-Laserheizsystem noch einseitig betrieben, ein Ausbau zum beidseitig heizenden System ist für 2023 geplant.

3) Außerdem wurde ein Vortex Silizium-Drift Detektor mit schneller Elektronik beschafft. Zur Verbesserung des detektierten Signals bei Röntgenfluoreszenzexperimenten (XRF) wurde eine Kapillare beschafft, die auch bei Energien zwischen 30 und 50 keV effektiv arbeitet. Ein Soller-Schlitz-System wurde federführend durch unsere Projektpartner der Universität zu Köln beschafft; das System wurde gemeinsam installiert und in Betrieb genommen.

Parallel zum instrumentellen Teil des Verbundprojekts wurde ein wissenschaftliches Programm entwickelt und durchgeführt, um die neuen Möglichkeiten des Messplatzes anhand von ersten Experimenten zu demonstrieren. In einer Pilotstudie wurden von der Potsdamer Gruppe zweidimensional ortsaufgelöste XRD- und XRF-Messungen an lasergeheizten Gläsern bei Hochdruckbedingungen in einer Diamantstempelzelle (DAC) durchgeführt, um den Phasenbestand und die Verteilung von Spurenelementen in mikrometergroßen Proben zu charakterisieren. Die Kölner Gruppe war federführend in einem

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Projekt zur Untersuchung der druckinduzierten Strukturänderungen in reinem und H_2O-haltigem amorphem SiO_2. Dafür wurden am neuen Messplatz *in situ* XRD-Messungen bei hohem Druck mit dem Soller-Schlitz-System durchgeführt. Neben Experimenten bei Raumtemperatur wurden auch erste Messungen bei hohen Temperaturen (bis zu 5000 K) mit dem Laserheizsystem durchgeführt, um die Struktur der Schmelzen *in situ* messen zu können. Auch für das wissenschaftliche Programm bestand eine enge Zusammenarbeit zwischen den Verbundpartnern.

Alle Neuaufbauten und Verbesserungen wurden zeitnah externen Nutzergruppen zur Verfügung gestellt. Zusammengefasst war das Projekt sehr erfolgreich und hat dafür gesorgt, dass die High Pressure Beamline ID27 an der ESRF auch in den nächsten Jahren international wettbewerbsfähig im Bereich der Hochdruckmaterialforschung sein wird. Es werden auch in den nächsten Jahren Publikationen, die auf der hier entwickelten Infrastruktur beruhen, erscheinen und so die Nachhaltigkeit der Förderung belegen.

Ein auf diesem Projekt aufbauendes weiteres BMBF-Verbundprojekt wurde beantragt und genehmigt. Der hier aufgebaute Messplatz wird in dem sich anschließenden BMBF-Projekt ‚NanoExtrem2' mit einem von Hamos Spektrometer für Röntgenemissionsspektroskopie (XES) unter extremen Bedingungen zu einem weltweit einmaligen Aufbau erweitert.

ID27 ist die einzige Strahllinie für Hochdruck–Hochtemperatur-Materialforschung, die die notwendigen Komponenten für anspruchsvollste Experimente vereint: den hochfokussierten Strahl mit Energien zwischen 12 und 60 keV, die hervorragenden YAG- und CO_2-Laser-Heizaufbauten und den rauscharmen, hochdynamischen EIGER-Detektor für die Diffraktion, welche mit Röntgenfluoreszenzanalyse kombiniert werden kann.

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Bericht

1 Aufgabenstellung und Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Dieses Projekt diente dem Neu- und Ausbau eines Messplatzes an der High Pressure Beamline ID27 der Europäischen Synchrotronstrahlungsanlage ESRF in Grenoble, Frankreich, und zielte auf die Bereitstellung neuartiger Experimentiermöglichkeiten für Nutzer nach der Installation der ‚Extremely Brilliant Source' (EBS), welche ein Upgrade der ESRF zu einer Synchrotronstrahlungsquelle der vierten Generation darstellt. Die vollständig neu gebaute Messstrecke ID27 bietet durch den erheblich verkleinerten Röntgenstrahldurchmesser der EBS im Submikrometerbereich neuartige Experimentiermöglichkeiten in der Hochdruckforschung.

Hauptaufgabe des Verbundprojektes war die Bereitstellung eines instrumentellen Aufbaus, mit dem *in situ* Hochdruck- und Hochtemperaturexperimente mittels Diamantstempelzellen (DAC) und CO_2-Laserheizung unter optimaler Nutzung der neuen Strahleigenschaften durchgeführt werden können. Dabei lag der Fokus auf den Methoden der Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) und der Röntgenbeugung (XRD). Weiterhin sollte der neue Messplatz in Betrieb genommen und sein Potential anhand von ersten wissenschaftlichen Experimenten demonstriert werden.

Der Verbund bestand aus den vom BMBF geförderten Zuwendungsempfängern der Universität Potsdam (UP) und der Universität zu Köln (UzK) sowie der ESRF in Grenoble als Großforschungseinrichtung. Das Projekt wurde in enger Kooperation zwischen den beteiligten Arbeitsgruppen durchgeführt, wobei die Verantwortlichkeiten für die verschiedenen Komponenten des Aufbaus den einzelnen Partnern zugeordnet waren. Sowohl die Qualifikation der Projektpartner als auch die bereitgestellten Mittel des BMBF stellten eine sehr gute Voraussetzung für den Erfolg des Projekts dar.

Erschwerend wirkte sich die Covid-19 Pandemie auf einige Abläufe aus, da sowohl der Zugang zu Laboren und anderen experimentellen Einrichtungen zeitweise ausgeschlossen oder eingeschränkt war und es auch zu Lieferverzögerungen kam. Durch gemeinsame Anstrengungen, eine sechsmonatige kostenneutrale Laufzeitverlängerung des Projekts und eine Aufstockung der Personalmittel konnten diese Schwierigkeiten aber weitgehend ausgeglichen werden.

2 Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde

An allen Synchrotronstrahlungsquellen der dritten Generation (APS, PETRA III, SPring-8, DIAMOND, SOLEIL, ALBA, etc.) gibt es dedizierte Messstationen für Experimente bei extremen Druck- und Temperaturbedingungen. Die Grundlagen für den Aufbau solcher Messplätze sind daher gut bekannt. Da die ESRF für Hochdruckexperimente aufgrund der Brillanz bei hohen Photonenenergien außerordentlich gut geeignet ist und der kürzlich erfolgte Ausbau zur ESRF-EBS neuartige Möglichkeiten zur Fokussierung insbesondere von harter Röntgenstrahlung bietet, sollten hier neue Experimentiermöglichkeiten geschaffen werden, die es an anderen Einrichtungen nicht gibt bzw. auf absehbare Zeit nicht geben wird.

Optische Komponenten wie Kirkpatrick-Baez (KB)-Spiegel zur Fokussierung, Probentische zur Probenbewegung, Hilfskomponenten wie ‚Pressure by Ruby Luminescence' (PRL) zur Druckbestimmung, ein Vortex XRF-Detektor und Soller-Schlitze sowie Röntgendetektoren waren bereits vom bisherigen Aufbau an der Messstrecke vorhanden. Diese Komponenten mussten zur optimalen Nutzung der besseren Strahlbedingungen der neuen EBS-Quelle teilweise neu konstruiert oder optimiert werden. Im Unterschied zur alten Messstrecke sollten die Komponenten modular und unabhängig voneinander positioniert und kombiniert werden können.

Der Laserheiztisch an ID27 basiert auf den erfolgreichen Konzepten des Laserheiztisches des Vorgängermessplatzes. Die Heizung mit YAG- oder CO_2-Lasern in Diamantstempelzellen (DAC) sowie die spektro-radiometrische Temperaturbestimmung mit reflektiver Optik waren bereits an der alten

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Messstrecke etabliert und sollten an die neuen Gegebenheiten angepasst werden. An der alten Messstrecke wurde der CO_2-Laser allerdings nur von einer Seite der DAC zur Heizung der Probe eingesetzt. Dabei ist bekannt, dass eine doppelseitige Laserheizung große Vorteile beim Aufheizen der Proben hat, da eine homogenere Temperaturverteilung innerhalb der Probe erreicht werden kann.

3 Planung und Ablauf des Vorhabens sowie Kooperation mit Dritten

In der Planungsphase des Projekts entwickelte das Team der High-Pressure Beamline ID27 zusammen mit den beteiligten universitären Arbeitsgruppen ein Konzept zum Aufbau eines Messplatzes in der neu konzipierten Experimentierhütte an ID27. Das allgemeine Ziel des Projektes war die Weiterentwicklung von ID27, so dass relevante zeitgemäße Fragestellungen aus den Gebieten Geo- und Materialwissenschaft sowie Festkörperphysik und -chemie untersucht werden können. Dabei stand im Fokus, dass der neue Nano-Strahl sowohl chemische Analysen (XRF) als auch Strukturuntersuchungen (XRD) mit einer wesentlich höheren lateralen Ortsauflösung ermöglicht, welches für Experimente bei sehr hohem Druck (einige Megabar) und großem Temperaturgradienten (bei Laserheizung) eine wesentliche Verbesserung darstellt. Langfristig soll mit dem weiterentwickelten apparativen Aufbau auch die höhere Kohärenz der Strahlung bei Experimenten in der DAC ausgenutzt werden.

Im Projektantrag wurde der Ablauf des Vorhabens einschließlich der Beschaffung und Installation der Komponenten des Messplatzes in einzelne Arbeitspakete unterteilt. Für den instrumentellen Aufbau wurden folgende Aufgaben definiert:

1) Aufbau des Nanofokusmessplatzes mit Kirkpatrick-Baez-Spiegeln und Nano-Probentisch
2) Beschaffung der CO_2-Laser für den Laserheiz-Probentisch und Ausbau der Laserheizung
3) Beschaffung und Installation des XRF-Detektorsystems sowie eines Soller-Schlitz-Systems für XRD-Messungen.

Dabei lag die Verantwortung für die Komponenten für Aufgaben 1) und 2) sowie für den XRF-Detektor bei der UP-Arbeitsgruppe, für das Soller-Schlitz-System bei der UzK-Arbeitsgruppe.

Im September 2019 fand an der ESRF ein Kickoff-Meeting für das Projekt statt, an dem Vertreter der Verbundpartner teilnahmen. Dabei wurde zwischen den Partnern einschließlich der ID27-Verantwortlichen an der ESRF das Vorgehen bei der Beschaffung der Geräte besprochen. Aufgrund der komplizierten und langwierigen Verhandlungen zum Kooperationsvertrag zwischen Universität Potsdam (UP), Universität zu Köln (UzK) und der ESRF konnten die Projektarbeiten der Universität Potsdam erst im Januar 2020 beginnen. Zum 01. Januar 2020 wurde ein wissenschaftlicher Mitarbeiter eingestellt. Herr Dr. Wolfgang Morgenroth wurde für die gesamte Projektlaufzeit von der Universität Potsdam an die ESRF nach Grenoble entsandt. Der Kooperationsvertrag zwischen der ESRF, der Universität Potsdam und der Universität zu Köln wurde im Februar 2020 geschlossen.

Zu Beginn des Jahres 2020 hatte die Vorgängermessstrecke ID27 an der ESRF den offiziellen Nutzerbetrieb beendet. Durch die Covid-19 Pandemie verzögerte sich im Jahr 2020 jedoch der Zeitplan des Umbaus um etwa 3 Monate. Dadurch konnte bis zum Jahresende 2020 der Strahl an der alten Messstrecke zur Kommissionierung der beschafften und gelieferten Komponenten und für erste wissenschaftliche Experimente genutzt werden. Allerdings verzögerte sich durch die Covid-19 Pandemie auch der Bau der neuen Messstrecke, der Aufbau der neu beschafften Komponenten und deren Inbetriebnahme.

Zu Beginn des Jahres 2022 war die neue Messhütte ID27 so weit fertiggestellt, dass mit dem Aufbau aller Komponenten begonnen werden konnte. Abgesehen von gelegentlich notwendigen kleineren Umbauten waren die Konzepte für die Konstruktion der neuen Messstrecke umsetzbar und erfolgreich. Insbesondere war schnell zu sehen, dass der Experimentierbetrieb durch Messgäste (auch jüngere unerfahrene) im Vergleich zum Betrieb in den Messhütten der alten Messstrecke unkomplizierter ist.

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Thema 1) Aufbau des Nanofokusmessplatzes

Zusammen mit dem Beamlineteam und den Experten der ESRF für Röntgenoptiken wurden die notwendigen Spezifikationen definiert.

- Kirkpatrick-Baez (KB)-Spiegel, mit denen die geforderten Spezifikationen erreicht werden können, werden zurzeit nur in Japan hergestellt und konnten dort von der Universität Potsdam beschafft werden. Die Herstellung der Spiegel, die metrologische Charakterisierung beim Hersteller noch vor dem Bedampfen und der Transport zur ESRF haben reibungslos funktioniert. Die Spiegel wurden im Juni 2021 geliefert. Am ESRF-Testmessplatz wurde die Erfüllung der spezifizierten Parameter metrologisch überprüft und die Lieferung akzeptiert. Beispielhaft wird die Messung der Mikrorauigkeit für den vertikal fokussierenden Spiegel in Abbildung 1 gezeigt. Die gemessenen Werte übertreffen die geforderte Spezifikation deutlich (Spezifikation: 2 Å bei 50× Vergrößerung).

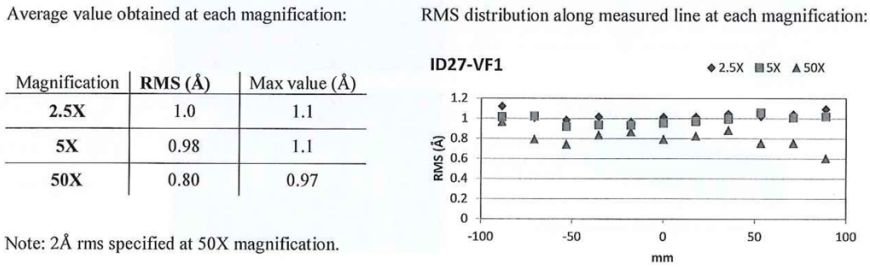

Abb. 1: Verteilung der gemessenen Mikrorauigkeit für verschiedene Vergrößerungen über die Länge des vertikal fokussierenden Spiegels VF1.

Am Experimentierplatz wurde die Fokussierung von Synchrotronstrahlung bei 17 keV durch das KB-Spiegelpaar am Probenort durch ‚sharp edge'-Scans überprüft (Abb. 2). Die Übereinstimmung der erzielten Fokussierung mit der aus ray -tracing Berechnungen erwarteten Strahlgröße (290 × 270 nm^2) ist exzellent und beträgt 270 × 270 nm^2 (FWHM). Für die zukünftigen Höchstdruckexperimente an der Messstrecke ist besonders das Fehlen von Ausläufern (tails) des fokussierten Strahls hervorzuheben.

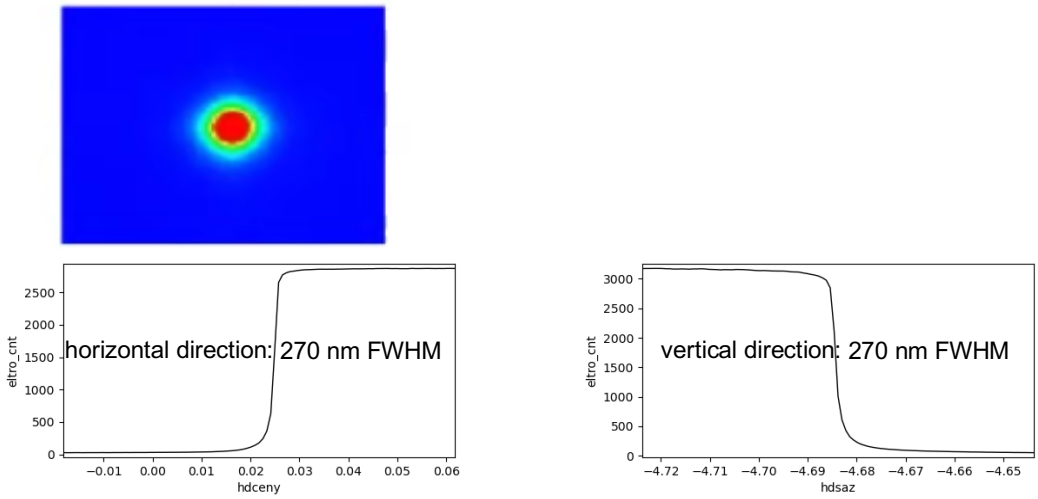

Abb. 2: Fokussierung mit dem KB1 ‚super-nano' System. (oben) Bild des fokussierten Strahls auf einem Diamantschirm. Durchmesser des roten Kreises: etwa 270 nm. (unten) ‚Sharp edge' Scan in vertikaler und horizontaler Richtung zur Charakterisierung des Fokus, der hier in beiden Richtungen 270 nm (FWHM) beträgt.

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

- Ein piezogetriebener XYZ-Nanopositionierer sowie eine luftgelagerte Translation wurden beschafft und beim Hersteller metrologisch untersucht. Der Hersteller des Luftlagers wurde von der ESRF mit dem Zusammenbau von Nano-Translation und Rotation beauftragt.

Thema 2) CO_2-Laser und Ausbau der Laserheizung

In der bisherigen Messstrecke ID27 wurde eine Experimentierhütte dediziert für Experimente mit Laserheizung betrieben. An der neuen Messtrecke ist ein separater Betrieb der Laserheizung weder möglich noch gewünscht. Deshalb wurde der Laserheiztisch an ID27 völlig neu konstruiert. Er basiert auf den erfolgreichen Konzepten des Laserheiztisches der Vorgängerhütte. Neuartig wird in diesem Projekt der CO_2-Laser – wie bereits die YAG-Laser – zur Heizung von beiden Seiten der Probe in der Diamantstempelzelle eingesetzt.

Es wurden

- zwei CO_2-Laser mit Kühlern,
- ein Spektrometer mit PIXIS CCD Kamera zur Temperaturbestimmung sowie
- weitere Komponenten wie Diodenlaser, Strahlfalle für die CO_2-Laser und Polarisatoren

beschafft. Der CO_2-Laser ist beidseitig aufgebaut und wird zurzeit nur einseitig betrieben. Die beidseitige Nutzung ist für 2023 vorgesehen.

Die separate Konstruktion und Beschaffung eines der ursprünglich im Projekt beantragten modularen Granittische für eine der Komponenten (KB-Tisch, Probentisch, Zusatzaufbauten oder Detektoren) wurde verworfen und vollständig durch die ESRF übernommen. Dafür wurden die wesentlichen Komponenten für den Teil ‚Nano-Fokussierung' durch das BMBF-Projekt übernommen.

Thema 3) XRF-Detektor System und Soller-Schlitz-System

Ein Vortex Silizium-Drift Detektor und eine schnelle digitale Elektronik wurden für XRF-Experimente beschafft. Der gelieferte Detektor und die Elektronik zur Signalverarbeitung wurden im Elektroniklabor nach Anlieferung bei der ESRF vor der Abnahme getestet. Die gemessenen Halbwertsbreiten übertreffen die geforderte Spezifikation, der Detektor zeigt nur ein sehr niedriges Rauschen und ist zur Erfassung von Spektren mit niedrigem Schwellenwert geeignet.

Zur Optimierung von XRF-Messungen wurde die Herstellung einer Glasfaseroptik beauftragt, die für höhere Energien von bis zu 50 keV optimiert ist. Eine bereits zur Verfügung stehende Glasfaseroptik ist auf Energien bis ca. 25 keV optimiert. Die neue Optik wird deutlich bessere XRF-Messungen im härteren Röntgenbereich ermöglichen. Die wesentliche Aufgabe dieser Polykapillaroptiken ist die signifikante Reduktion des Streuuntergrundes in den aufgenommenen XRF-Spektren und somit eine Verbesserung des Signal-zu-Untergrund-Verhältnisses.

Das Soller-Schlitz-System wurde durch die UzK-Arbeitsgruppe beschafft.

Darstellung der Installationsphase

Im November 2020 wurde das von der Firma ‚Usinage & Nouvelles Technologies' (UNT), Frankreich, einzeln angefertigte Soller-Schlitz-System geliefert. Im Vergleich zum bereits existierenden Soller-Kollimator besitzt das neue System um die Hälfte dünnere auf die Probe fokussierende Schlitze. Dadurch wird das vom Detektor gesehene Volumen verkleinert, so dass die Detektion von Streustrahlung der Probenumgebung reduziert wird. Dies ist insbesondere für kleine Proben und ortsaufgelöste Messungen vorteilhaft. Gleichzeitig wurde die Höhe des Schlitz-Systems vergrößert, so dass mehr Signal durch den Diffraktionsdetektor detektiert werden kann. Erste Testmessungen mit dem Soller-Kollimator und dem neuen EIGER2 X CdTe 9M Detektor wurden im November 2020 an wasserhaltigem SiO_2-Glas mit den Kollegen Dr. Wolfgang Morgenroth (UP), Dr. Mohamed Mezouar und Dr. Gastón Garbarino (ESRF) im Rahmen einer Kommissionierungsmesszeit an der ID27 durchgeführt (siehe Abb. 3). Aufgrund der aus der Covid-19 Pandemie resultierenden Reisebeschränkungen war es Herrn Dr. Markus Herrmann

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

(UzK) in 2020 leider nicht gestattet, für diese Messungen nach Frankreich zu reisen. Diese Messungen wurden im Juni 2021 durch Experimente unter dem Titel ‚Influence of water on the glass structure of pure silica, SiO_2' durch Hochdruck X-ray Raman Scattering (XRS) zwischen 3.5 und 42 GPa in einer Messzeit an ID20 ergänzt.

Alle weiteren Experimente fanden später in der neu aufgebauten Experimentierhütte an ID27 statt.

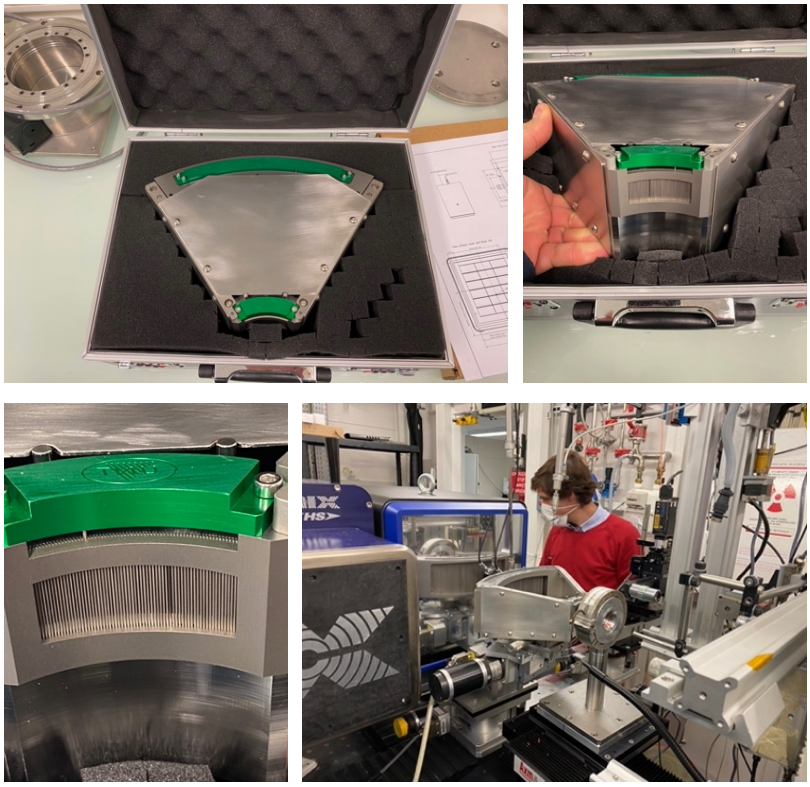

Abb. 3: Test des neuen Soller-Kollimators an der ‚alten' Messstrecke ID27 nach Anlieferung im November 2020.

Im Januar 2022 war die Infrastruktur der Experimentierhütte an ID27 so weit fertiggestellt, dass das Laserheizsystem aufgebaut werden konnte. Begonnen wurde mit den YAG-Lasern, die CO_2-Laser wurden erst im Juni 2022 ergänzt und – zuerst nur einseitig – in Betrieb genommen. Die endgültige Inbetriebnahme der beidseitigen CO_2-Laserheizung ist für 2023 geplant. Die Systeme zur Laserheizung, zur Abbildung und Temperaturbestimmung sowie die neuartige nutzerfreundliche Steuerungssoftware wurden in Betrieb genommen (siehe Abb. 4).

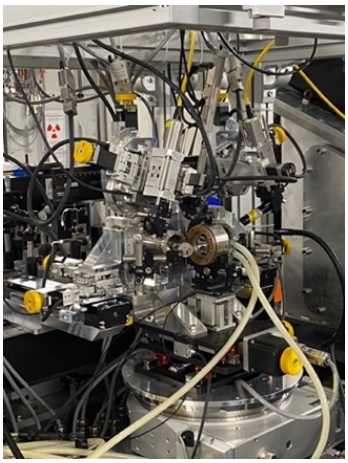

Abb. 4: beidseitige Laserheizung mit YAG-Lasern (01/2022).

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Der Aufbau der KB-Spiegel zur Nanofokussierung und des Nano-Probentisches erfolgte parallel zu den Arbeiten am Laserheiztisch (siehe Abb. 5). Während der Kommissionierung der KB-Spiegel konnte ein Fokus von 270 × 270 nm^2 (FWHM) bei 17 keV erreicht werden. Dieser KB-Spiegel ist für einen Energiebereich von 15 bis 25 keV konzipiert und hat einen Arbeitsabstand von 200 mm. Der Messplatz nutzt noch drei weitere KB-Spiegelsysteme mit unterschiedlichen Eigenschaften. Ein Fokus-System ist für den Betrieb mit ‚pink beam' reserviert.

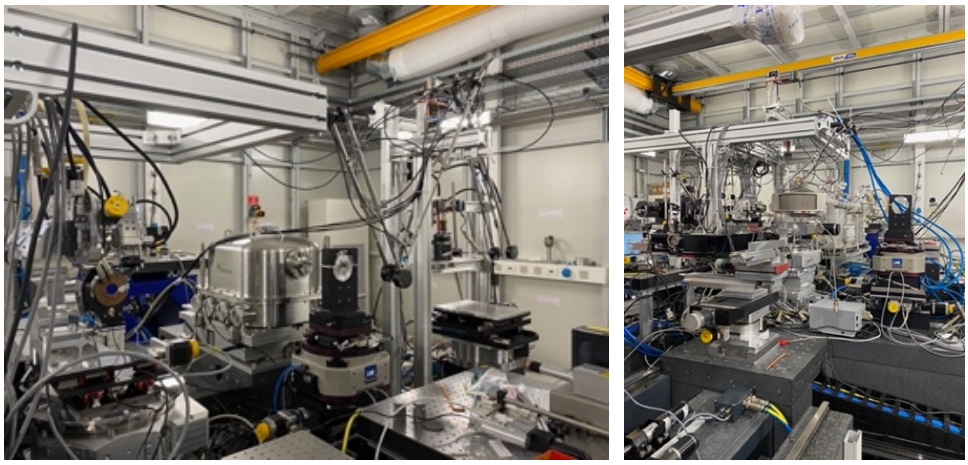

Abb. 5: (links) Tank mit den KB-Spiegeln zur Nanofokussierung (Bildmitte) und dem Nano-Probentisch (rechts vom KB-Spiegel) (01/2022), (rechts) auf der Messstrecke aufgebaute Soller-Schlitze (Bildmitte) und Probentisch des Nanofokusaufbaus (rechts) (02/2022).

Der CO_2-Laser wurde im Juni 2022 mit einseitiger Laserheizung für die ersten Experimente in Betrieb genommen. Inzwischen wird das CO_2-Laserheizsystem routinemäßig von Gästen (5 – 6 Gastgruppen in einem Jahr) an Beamline ID27 genutzt. Hier ist ein nahtloser Übergang zur Verwendung des beidseitigen YAG-Laserheizsystems hilfreich, falls bei Drücken ab 50 GPa die CO_2-Laserheizung weniger effizient arbeitet.

Der Aufbau fand zeitlich eng verzahnt mit dem ersten Nutzerbetrieb statt. Gegen Ende Juni 2022 war damit der Messplatz im Wesentlichen aufgebaut und funktionsfähig.

Kooperation mit Dritten: Eine intensive Zusammenarbeit mit Kollegen aus dem In- und Ausland war durch die Reisebeschränkungen während der Corona-Pandemie nicht möglich. Erste Experimente wurden hauptsächlich in Zusammenarbeit mit Kollegen von Hochschulen in Frankreich oder als ‚remote-Experimente' durchgeführt. Die Zusammenarbeit mit dem ID27 beamline Team in Grenoble war intensiv. Beamline ID27 der ESRF wurde und wird regelmäßig von Promovierenden und anderen Nachwuchswissenschaftlern genutzt.

4 Verwendung der Zuwendung (wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises, z. B. Investitionen, Personalmittel)

Die Personalkosten (Position 0812) wurden vor allem für die Finanzierung des wissenschaftlichen Mitarbeiters Dr. Wolfgang Morgenroth, der vom 01. Januar 2020 bis 30. Juni 2022 im Projekt beschäftigt war und für diese Zeit nach Grenoble umgezogen ist, verausgabt. Durch die Laufzeitverlängerung und Umfinanzierung konnten weitere wissenschaftliche Mitarbeiter Dr. Mirko Förster (geb. Elbers), MSc. Christoph Moeller und MSc. Lélia Libon in der Endphase des Projektes beschäftigt werden.

Kosten für Verbrauchsmaterialien (Position 0843) wurden wie vorgesehen für die Durchführung der Experimente ausgegeben, wobei im Wesentlichen Diamanten für die Ausstattung der Diamantstempelzellen beschafft wurden. Kosten für Reisen (0846) fielen durch die Covid-19 Pandemie nur in begrenztem Rahmen an und konnten zum Ende des Projektes z.T. umgewidmet werden, um den erfolgreichen Abschluss des Projektes sicher zu stellen.

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Die Investitionsmittel (Position 850) wurden wie folgt verausgabt:

Gerät	Kosten	Geräteliste
Kirkpatrick-Baez (KB)-Spiegel	195.000 €	#2
Nano Positioniereinheit	45.000 €	#4
zwei CO_2 Laser	60.000 €	#5
Kühler für CO_2 Laser	26.000 €	#5
Vortex XRF-Detektor	17.000 €	#7
Elektronik für XRF-Detektor	25.000 €	#8
Polykapillare für XRF-Detektor	17.000 €	#9
Spektrometer und Pixis CCD-Detektor	65.000 €	#10
Komponenten für Testaufbauten und Laserheizung (Diodenpointer, Polarisator, Shutter, Kalibrationslampe, XYZ-Tisch)	20.000 €	#10

Die Verbrauchsmittel (Position 0843) wurden wie folgt verausgabt:

Diamanten	19.000 €

5 Erzielte Ergebnisse mit Gegenüberstellung der vereinbarten Ziele

Ziel des Vorhabens war es, die High Pressure Beamline ID27 an der ESRF weiterzuentwickeln. Alle geplanten Entwicklungsziele wurden erreicht.

Es wurden folgende Experimente durchgeführt.

1) Experimente zur Kristallisation und Elementverteilung bei Bedingungen des unteren Erdmantels

   Wir haben Kristallisationsexperimente an einem Fe-haltigen Anorthit–Diopsid–Glas, welches mit ca. 5000 ppm Sr dotiert war, zwischen 30 und 50 GPa und oberhalb von 3000 K durchgeführt. Nach den Temperexperimenten wurden Kartierungen mit Pulverdiffraktion und Röntgenfluoreszenz aufgenommen, um die Verteilung von Phasen und Spurenelementen im geheizten Bereich darzustellen, welcher nur ca. 20 µm im Durchmesser betrug. Die Karten wurden in zwei getrennten Durchgängen aufgenommen, da die Belichtungszeiten beider Methoden zu unterschiedlich waren. Typische XRD- und XRF-Karten umfassen eine Fläche von 80 × 80 µm und eine Schrittweite von 2 µm. Ein einzelner Datenpunkt der XRF-Karte benötigt durch die brillante EBS und den schnellen Vortex SDD Detektor nur noch 2 s Messzeit, d. h. die gesamte Karte wird in weniger als 1 Stunde erstellt. Das Signal der Diffraktion kann mindestens vier Mal so schnell kartiert werden. Abbildung 6 zeigt die Verteilung von Kristallphasen im geheizten Bereich nach dem Abschrecken. Abbildung 7 zeigt die Verteilung von Strontium in demselben Bereich.

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

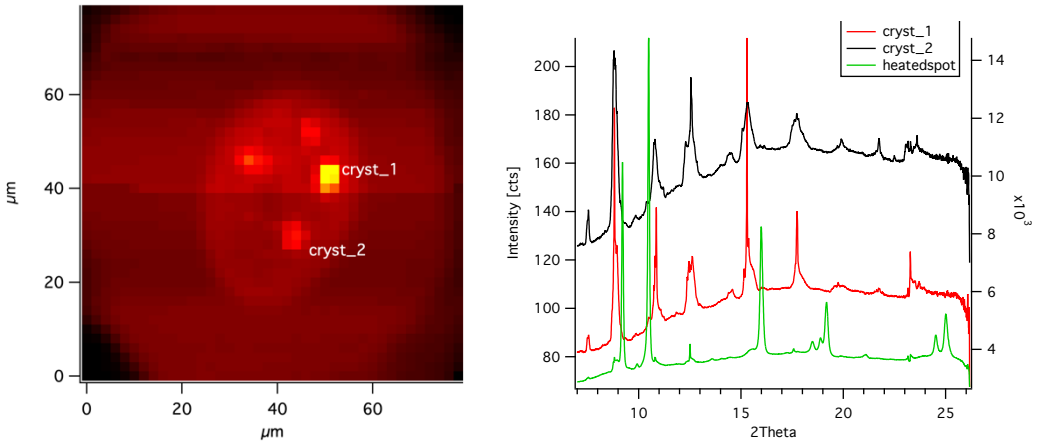

Abb. 6: (links) Röntgendiffraktionskarte bei 12.54° 2 theta (λ = 0,3738 Å) der DAC RD03 geladen mit einem Fe-haltigen Anorthit–Diopsid–Glas bei ca. 40 GPa nach dem Laserheizen, Fläche 80 × 80 µm, Anzahl von Datenpunkten 40 × 40, zunehmende Intensität von rot nach gelb. (rechts) Röntgendiffraktogramme jeweils für die Bereiche um Kristall 1 und 2 und den gesamten geheizten Bereich.

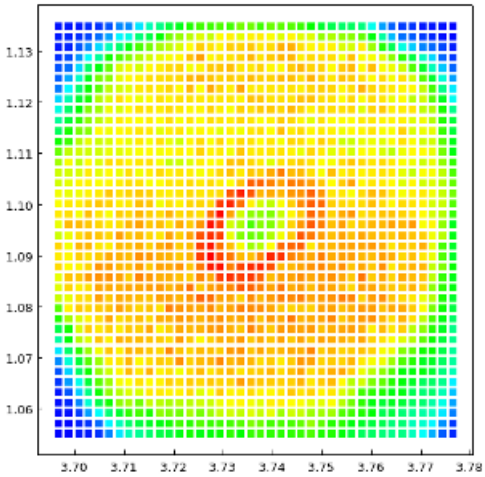

Abb. 7: Röntgenfluoreszenzkarte DAC RD03 nach dem Laserheizen, geladen mit einem Fe-haltigen Anorthit–Diopsid–Glas, Fläche 80 × 80 µm, Anzahl von Datenpunkten 40 × 40, Intensität der Sr K Strahlung nach Normierung auf die Diode (zunehmende Intensität von blau nach rot).

2) Struktur und Eigenschaften von wasserfreiem und wasserhaltigem amorphem SiO_2 bei hohen Drücken, auch mit Raman-Spektroskopie
In den XRD-Experimenten wurde das Soller-Schlitz-System zur signifikanten Verbesserung des Signal-zu-Untergrund Verhältnisses bei Experimenten in der Diamantstempelzelle bei Raumtemperatur eingesetzt. Wir haben die druckinduzierte Strukturentwicklung in Diamant- und Moissanit-Stempelzellen für wasserfreies amorphes SiO_2 bis zu 47 GPa untersucht (siehe Abb. 8 links). Komplementär zur Röntgendiffraktion wurden dafür auch Hochdruck-Röntgen-Raman-Streuexperimente (XRS) an der Messstrecke ID20 bis zu 42 GPa durchgeführt (siehe Abb. 8 mitte und rechts). Zusätzlich wurden Messungen mit Raman-Spektroskopie durchgeführt (siehe Abb. 9). Die charakteristischen Merkmale des Übergangs von 4- zu 6-facher Koordination des Si-Atoms wurde in den wasserhaltigen und wasserfreien Proben bestätigt. Im wasserhaltigen System wird ein Übergang von wasserähnlichem zu Eis-VI-ähnlichem Verhalten beobachtet. Die Interpretation der Experimente wird durch *ab initio* Simulationen der Molekulardynamik unterstützt.

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Zusätzlich wurde versucht, sowohl das wasserfreie als auch das wasserhaltige System bei Druck und Temperatur oberhalb des Liquidus bei ≥ 4000 K zu untersuchen. Diese Versuchsreihe war bisher nur teilweise erfolgreich und wird in einer weiteren Messzeit wiederholt.

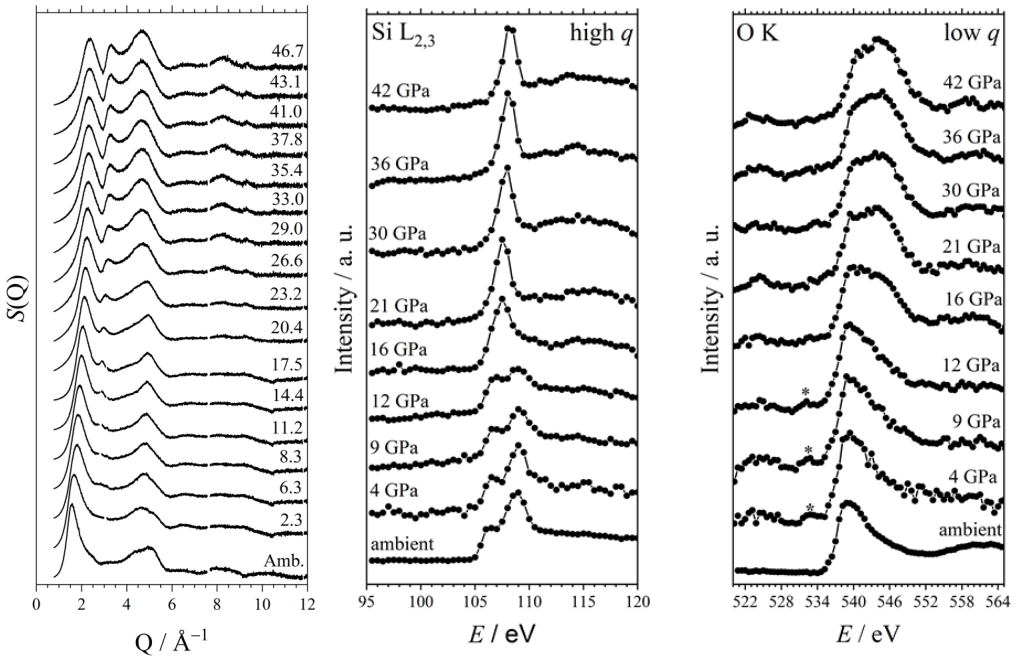

Abb. 8: Experimentelle Daten für wasserfreies amorphes SiO_2. (links) Druckabhängigkeit des Strukturfaktors S(Q), gemessen am neuen Aufbau von ID27. (mitte) Druckabhängigkeit der Röntgen-Raman-Spektren der Si L-Kante und (rechts) Druckabhängigkeit der Röntgen-Raman-Spektren der O K-Kante gemessen an ID20.

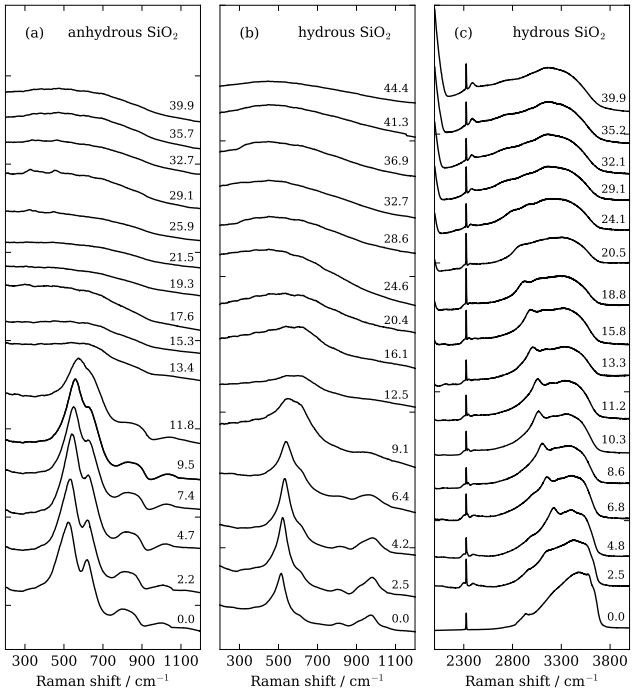

Abb. 9: Raman-Spektren von reinem (a) und H_2O-haltigem amorphem (b, c) SiO_2 als Funktion des Drucks während der Druckentlastung.

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Ausblick

Ein long-term project (LTP) der Verbundprojektpartner an der ESRF mit einer zeitversetzten Laufzeit bis Mitte 2024 sichert Strahlzeit zur Bearbeitung weiterer experimenteller Themen und die Bearbeitung der vereinbarten Ziele. Diese Experimente waren durch die insgesamt verzögerte Inbetriebnahme der Messstrecke nicht wie geplant während der Laufzeit des BMBF-Projektes durchführbar.

6 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die hier erzielten Ergebnisse entsprechen den im Projektantrag formulierten Zielen. Eine alternative Möglichkeit, diese Ergebnisse zu erhalten, bestand nicht.

7 Voraussichtlicher Nutzen, insbesondere Verwertbarkeit der Ergebnisse

Die in diesem Projekt beschafften Geräte und entwickelten experimentellen Möglichkeiten stehen allen Nutzergruppen, die Experimente an der High Pressure Beamline ID27 an der ESRF durchführen, zur Verfügung. Parallel zur Installation der Komponenten wurde ab 02/2022 ein erster Nutzerbetrieb für ‚friendly user' durchgeführt.

Die Nutzung und Verwertbarkeit der innovativen neuen Instrumentierung an der High Pressure Beamline ID27 ist auch durch die Publikationen dokumentiert, die auf der Webseite von ID27 aufgeführt sind:

https://www.esrf.fr/home/UsersAndScience/Experiments/MEx/ID27/publications.html

8 Während der Durchführung des Vorhabens dem Zuwendungsempfänger bekannt gewordenen Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Uns sind keine anderen Arbeiten zu Fortschritten bei anderen Stellen bekannt.

9 Erfolgte und geplante Veröffentlichungen der Ergebnisse

9.1 Referierte Publikationen (z. B. in Fachzeitschriften oder -büchern und referierte Konferenzproceedings)

- ein Manuskript über neue Instrumentierung in Vorbereitung
- drei Manuskripte zum wissenschaftlichen Projekt ‚Atomare und elektronische Struktur von reinem und H_2O-haltigem amorphen SiO_2 bei hohen Drucken' in Vorbereitung (Röntgendiffraktion, Röntgen-Raman-Streuung, Raman-Spektroskopie sowie *ab initio* Molekulardynamik-Simulationen)

- Biedermann N., E. Bykova, W. Morgenroth, I. Efthimiopoulos, J. Mueller, G. Spiekermann, K. Glazyrin, A. Pakhomova, K. Appel, and M. Wilke | 2020 *Equation of State and high-pressure phase behavior of $SrCO_3$.* European Journal of Mineralogy, 32, 575–586. https://doi.org/10.5194/ejm-32-575-2020
- Krstulović, M., A. D. Rosa, N. Biedermann, T. Irifune, and M. Wilke | 2021 *Structural changes in aluminosilicate glasses up to 164 GPa and the role of alkali, alkaline earth cations and alumina in the densification mechanism* Chemical Geology, 560, 119980, https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2020.119980
- Krstulović, M., A. D. Rosa, D. Ferreira Sanchez, L. Libon, C. Albers, M. Merkulova, D. Grolimund, T. Irifune, and M. Wilke | 2021 *Effect of temperature on the densification of silicate melts to lower Earth's mantle conditions* Physics of the Earth and Planetary Interiors. https://doi.org/10.1016/j.pepi.2021.106823
- Mergner, V., I. Kupenko, G. Spiekermann, S. Petitgirard, L. Libon, S. Chariton, M. Krug, R. Steinbrügge, I. Sergueev, and C. Sanchez-Valle | 2021 *Sound velocities in FeSi at lower mantle conditions and the origin of ultralow-velocity zones* Geophysical Research Letters, 48, e2020GL092257. https://doi.org/10.1029/2020GL092257
- Albers, C., R. Sakrowski, L. Libon, G. Spiekermann, B. Winkler, C. Schmidt, L. Bayarjargal, V. Cerantola, S. Chariton, N. Giordano, H. Gretarsson, J. Kaa, H.-P. Liermann, M. Sundermann,

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

N. Thiering, M. Tolan, M. Wilke, and C. Sternemann | 2022 *Fe^{3+}-hosting carbon phases in the deep Earth*. Physical Review B, 105.8, p. 085155. doi:10.1103/physrevb.105.085155.

- Albers, C., N. Thiering, R. Sakrowski, H. Gretarsson, J. Kaa, M. Sundermann, M. Tolan, M. Wilke, and C. Sternemann | 2022 *Non-resonant and resonant X-ray emission at high pressure using a von Hámos setup: the case of FeO*. Journal of Physics: Conference Series, 2380.1, p. 012128. doi: 10.1088/1742-6596/2380/1/012128.
- Blanchard, I., S. Petitgirard, V. Laurenz, N. Miyajima, M. Wilke, D. C. Rubie, S. S. Lobanov, L. Hennet, W. Morgenroth, R. Tucoulou, V. Bonino, X. Zhao, and I. Franchi | 2022 *Chemical analysis of trace elements at the nanoscale in samples recovered from laser-heated diamond anvil cell experiments*. Physics and Chemistry of Minerals, 49.6. doi:10.1007/s00269-022-01193-7.
- Kaa, J. M., C. Sternemann, K. Appel, V. Cerantola, T. R. Preston, C. Albers, M. Elbers, L. Libon, M. Makita, A. Pelka, S. Petitgirard, C. Plückthun, V. Roddatis, C. J. Sahle, G. Spiekermann, C. Schmidt, A. Schreiber, R. Sakrowski, M. Tolan, M. Wilke, U. Zastrau, and Z. Konôpková | 2022 *Structural and electron spin state changes in an x-ray heated iron carbonate system at the Earth's lower mantle pressures*. Physical Review Research, 4.3, p. 033042. doi: 10.1103/physrevresearch.4.033042.
- Krstulović, M., A. D. Rosa, D. F. Sanchez, L. Libon, C. Albers, M. Merkulova, D. Grolimund, T. Irifune, and M. Wilke | 2022 *Effect of temperature on the densification of silicate melts to lower Earth's mantle conditions*. Physics of the Earth and Planetary Interiors, 323, p. 106823. doi: 10.1016/j.pepi.2021.106823.
- Poreba, T., S. Racioppi, G. Garbarino, W. Morgenroth, and M. Mezouar | 2022 *Investigating the Structural Symmetrization of CsI_3 at High Pressures through Combined X-ray Diffraction Experiments and Theoretical Analysis*. Inorganic Chemistry, 61.28, pp. 10977–10985. doi: 10.1021/acs.inorgchem.2c01690.

9.2 Andere Veröffentlichungen (z. B. Konferenzbeiträge wie Vorträge und Poster, unreferierte Proceedings, Conference Notes)

Vorträge

- Herrmann, M. and Jahn, S. | 2021 *Influence of water on the structural and vibrational properties of silica glass*, EMPG-XVII, Potsdam
- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M., Kaa, J., Dominijanni, S., Albers, C., Biedermann, N., Morgenroth, W., Appel, K., McCammon, C., Roddatis, V., Husband, R., Glazyrin, K., Hennet, L., and Wilke, M. | 2021 *Carbon in the deep Earth: The fate of magnesite in the lower mantle,* Mineralogisch-Petrologisches Seminar Universität Potsdam
- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M., Kaa, J., Dominijanni, S., Albers, C., Biedermann, N., Morgenroth, W., Appel, K., McCammon, C., Roddatis, V., Husband, R., Glazyrin, K., Hennet, L., and Wilke, M. | 2021 *Experimental investigations in the magnesite-bridgmanite system and its implications on carbon storage in the deep mantle,* EMPG-XVII Potsdam
- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M., Kaa, J., Dominijanni, S., Albers, C., … and Wilke, M. | 2021 *The fate of magnesite in the Earth's lower mantle,* Conference on Science at Extreme Conditions (CSEC 2021) online
- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M., Kaa, J., Dominijanni, S., Albers, C., … and Wilke, M. | 2021 *Carbon in the deep Earth: The fate of magnesite in the lower mantle,* Goldschmidt Konferenz 2021, virtuell
- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M., Kaa, J., Dominijanni, S., Elbers, M., Blanchard, I., Albers, C., Biedermann, N., Morgenroth, W., Appel, K., McCammon, C., Schreiber, A., Roddatis, V., Glazyrin, K., Husband, R., Hennet, L., and Wilke, M | 2022 *The fate of subducted magnesite in the Earth's lower mantle,* IMA Lyon
- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M., Kaa, J., Dominijanni, S., Elbers, M., Blanchard, I., Albers, C., Biedermann, N., Morgenroth, W., Appel, K., McCammon, C., Schreiber, A., Roddatis, V., Glazyrin, K., Husband, R., Hennet, L., and Wilke, M | 2022 *Subducted Carbon in the deep Earth's lower mantle: The fate of magnesite,* EGU Wien
- Wilke, M. | 2022 *New opportunities for High Pressure Science at the ESRF-EBS, Local structure in glasses and melts at extreme pressure and new possibilities for extreme conditions research at the ESRF*, ESRF Microsymposium UDM1, 9 February 2022
- Jahn, S., Herrmann, M., Schulze, M., Dreschmann, J., Morgenroth, W., Pakhomova, A., Garbarino, G., Mezouar, M., Andrault, D., and Wilke, M. | 2023 *Nanoscale heterogeneous structure*

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

and vibrational properties of hydrous silica at high pressure, Goldschmidt-Konferenz 2023, Lyon, eingeladener Vortrag
- Jahn, S., Herrmann, M., Schulze, M., Dreschmann, J., Morgenroth, W., Garbarino, G., Mezouar, M., and Wilke, M. | 2023 *Structure and vibrational properties of hydrous and anhydrous amorphous SiO_2 at high pressures*, MinWien2023, Wien

Poster:

- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M. J., Kaa, J., Dominijanni, S., Albers, C., Morgenroth, W., Biedermann, N., Appel, K., McCammon, C., Roddatis, V., Husband, R., Glazyrin, K., Hennet, L., and Wilke, M. | 2021 *The fate of magnesite in the Earth's lower mantle,* PhD day Uni Potsdam
- Morgenroth, W., Mezouar, M., Garbarino, G., Bauchau, St., Martel, K., Herrmann, M., Jahn, S., and Wilke, M. | 2021 *Nano-focus end-station with laser heating at ID27@ESRF,* EMPG-XVII Potsdam
- Libon, L., Spiekermann, G., Sieber, M., Kaa, J., Dominijanni, S., Elbers, M., … and Wilke, M. | 2022 *The fate of subducted magnesite in the Earth's lower mantle,* SNI Berlin 2022
- Morgenroth, W., Mezouar, M., Garbarino, G., Pakhomova, A., Wehinger, B., Herrmann, M., Jahn, S., Libon, L., and Wilke, M. | 2022 *Nano-focus end-station with laser heating at ID27@ESRF,* GeoMinKöln
- Morgenroth, W., Mezouar, M., Garbarino, G., Pakhomova, A., Wehinger, B., Herrmann, M., Jahn, S., Libon, L., and Wilke, M. | 2022 *NanoExtrem: Nano-focus end-station with double-sided CO_2 laser heating for experiments at ID27@ESRF,* SNI Berlin 2022
- Müller, S., Kolesnikov, E., Aprilis, G., Chumakov, A., Comboni, D., Hanfland, M., Sergeev, I., Libon, L., Morgenroth, W., Wilke, M., Li, Xiang, Koppetz-Mitra, H., Rohrbach, A., Berndt, J., Sanchez-Valle, C., and Kupenko, I. | 2022 *Silicon and Carbon content in the Earth's inner core constrained from sound velocities at extreme conditions,* GeoMinKöln, Köln
- Müller, S., Kolesnikov, E., Aprilis, G., Chumakov, A., Comboni, D., Hanfland, M., Sergeev, I., Libon, L., Morgenroth, W., Wilke, M., Li, Xiang, Koppetz-Mitra, H., Rohrbach, A., Berndt, J., Sanchez-Valle, C., and Kupenko, I. | 2022 *Silicon and Carbon content in the Earth's inner core constrained from sound velocities,* IMA Lyon
- Morgenroth, W., Mezouar, M., Garbarino, G., Bauchau, St., Martel, K., Herrmann, M., Jahn, S., and Wilke, M. | 2023 *NanoExtrem: Nano-focus end-station with double-sided CO_2 laser heating for experiments at ID27@ESRF,* 14th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation SRI2021
- Morgenroth, W., Mezouar, M., Garbarino, G., Pakhomova, A., Wehinger, B., Herrmann, M., Schulze, M., Jahn, S., Libon, L., and Wilke, M. | 2023 *Nano-focus end-station with double-sided CO_2 laser heating for X-ray diffraction, fluorescence and imaging experiments at ID27@ESRF,* DGK Frankfurt am Main
- Pennacchioni, L., Mezouar, M., Sahle, C., Morgenroth, W., Jahn, S., Herrmann, M., Schulze, M., Pakhomova, A., Wehinger, B., Garbarino, G., Bauchau, S., Martel, K., Gerbon, F., Andrault, D., and Wilke, M. | 2023 *NanoExtrem2: Nano-focus end-station for experiments at ID27 at ESRF,* EMPG XVIII Milano
- Pennacchioni, L., Mezouar, M., Sahle, C., Morgenroth, W., Jahn, S., Herrmann, M., Schulze, M., Pakhomova, A., Wehinger, B., Garbarino, G., Bauchau, S., Martel, K., Gerbon, F., Andrault, D. and Wilke, M. | 2023 *NanoExtrem2: nano-focus end-station for experiments at ID27 at ESRF,* MinWien2023, Wien

9.3 Abschlussarbeiten (Bachelor, Master, Diplom, Staatsexamen, Promotion, Habilitation)

- Lélia Libon. *Stability of magnesite in the Earth's lower mantle: insight from high-pressure and high-temperature experiments.* Dissertation, Institut für Geowissenschaften an der Universität Potsdam, 2023 (Verteidigung Juli 2023)
- Jan Dreschmann: *Structure of hydrous and anhydrous SiO_2 glasses and melts up to 50 GPa,* Masterarbeit, Universität zu Köln, 2023

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt der Veröffentlichung liegt beim Autor.

Kurzbericht

- öffentlich -

Zuwendungsempfänger:	Universität Potsdam
Projektleitung:	Prof. Dr. Max Wilke
Verbund:	05K2019 – NanoExtrem: 05K19IP2: Teilprojekt 1
Thema:	Nanofokusmessplatz mit beidseitiger CO_2-Laserheizung für Experimente bei extremen Bedingungen an der ESRF, Grenoble

1. Ziel und Inhalt des Projektes

Ziel dieses Projekts war der Aufbau eines Messplatzes für lasergeheizte Hochtemperaturexperimente mit intensiver Röntgenstrahlung an der Beamline ID27 der Europäischen Synchrotronstrahlungsanlage ESRF in Grenoble, Frankreich. Nach dem Umbau der ESRF und der Installation der neuen Röntgenquelle, der ‚Extremely Brilliant Source' (EBS), sollten die seit 2020 verfügbaren neuen Möglichkeiten für Experimente in der Hochdruck–Hochtemperatur-Materialforschung erschlossen werden. Die mit der EBS am Messplatz fokussierbaren Röntgenstrahlen zeichnen sich dabei durch wesentlich höhere Intensität sowie einen sehr kleinen Strahldurchmesser im Nanometerbereich aus.

Im Verbund der Projektpartner aus Potsdam, Köln und Grenoble wurde die Instrumentierung der Beamline ID27 durch einen Nanofokusaufbau für Röntgenfluoreszenz- und Röntgenbeugungsexperimente mit Diamantstempelzellen, gekoppelt an eine CO_2-Laserheizung, erweitert.

Die sich dadurch eröffnenden neuen experimentellen Möglichkeiten konnten in ersten Studien getestet und demonstriert werden.

2. Ablauf und Ergebnisse des Vorhabens

Das Verbundprojekt bestand aus einem instrumentellen und einem wissenschaftlichen Teil. Die Projektpartner aus Potsdam und Köln waren für die Beschaffung verschiedener Komponenten des Aufbaus verantwortlich. Der Aufbau sowie die Inbetriebnahme vor Ort erfolgte in enger Zusammenarbeit mit dem Instrumentverantwortlichen an der ESRF, Dr. M. Mezouar und Dr. G. Garbarino. Die Covid-19 Pandemie, welche den Zugang zu den experimentellen Anlagen zeitweise unmöglich gemacht oder stark beschränkt hat, sowie einige unvorhergesehene Schwierigkeiten mit neu installierten Komponenten stellte das gesamte Projektteam vor große Herausforderungen. Durch gemeinsame Anstrengungen und eine sechsmonatige Laufzeitverängerung konnte das Projekt jedoch zum 31. Dezember 2022 erfolgreich abgeschlossen werden.

Der neue Nanofokusmessplatz sowie die Ergebnisse der ersten Experimente wurden bereits auf verschiedenen nationalen und internationalen Tagungen präsentiert. Publikationen in referierten wissenschaftlichen Zeitschriften mit Forschungsergebnissen von Experimenten, die den neuen Meßplatz genutzt haben, sind in Vorbereitung.

Auch eine Reihe externer Nutzer hat die neuen Experimentiermöglichkeiten an der Beamline ID27 bereits erfolgreich für ihre Experimente nutzen können. Aufgrund der durch die

Projektförderung bereitgestellten Erweiterungen eröffnet die Beamline ID27 an der ESRF ohne Zweifel neue Möglichkeiten für weltweit einzigartige Experimente im Bereich der Hochdruckmaterialforschung.

3. Konkreter Nutzen sowie Anwendungsmöglichkeiten der Ergebnisse

Der in diesem Verbundprojekt aufgebaute Nanofokusmessplatz für Röntgenfluoreszenz- und Röntgenbeugungsexperimente bei extremen Druck- und Temperaturbedingungen ist ein wesentlicher Beitrag zur Entwicklung neuer Instrumentierung an Synchrotronstrahlungsquellen der vierten Generation. Der neue Messplatz festigt die weltweit führende Rolle der ESRF in der Hochdruckmaterialforschung und steht allen Nutzern der ESRF zur Verfügung.

Die neuen experimentellen Möglichkeiten wurden von verschiedenen Arbeitsgruppen bereits erfolgreich genutzt, was sich bereits in ersten Publikationen widerspiegelt. Es ist zu erwarten, dass in den kommenden Jahren viele weitere hochklassige wissenschaftliche Ergebnisse erzielt werden. Dieses wird mit einer ständigen Weiterentwicklung der Instrumentierung, der experimentellen Methoden sowie der Datenauswertung einhergehen.

Hervorzuheben ist dabei die Möglichkeit, strukturelle und chemische Analysen von sehr kleinen oder sehr heterogenen Proben zu kombinieren und entsprechende Messungen zerstörungsfrei sowie *in situ* unter extremen Bedingungen durchführen zu können.

ID27 ist die einzige Strahllinie für Hochdruck–Hochtemperatur-Materialforschung, die die notwendigen Komponenten für anspruchsvollste Experimente in diesem Bereich vereint: den hochfokussierten Strahl mit Energien zwischen 12 und 60 keV, die hervorragenden YAG- und CO_2-Laser-Heizaufbauten und einen rauscharmen, hochdynamischen EIGER-Detektor für die Diffraktion, welche mit der Röntgenfluoreszenzanalyse kombiniert werden kann.