

FORSCHUNGSZENTRUM  
ROSSENDORF e.V.

FZR

Archiv-Ex.:

FZR 93 - 03  
January 1993

Archiv-Ex.:

Arbeitstreffen

**NUTZUNG EINER ZUKÜNFTIGEN  
SYNCHROTRONSTRAHLUNGSQUELLE**

am 15. und 16. Dezember 1992 in Dresden

Sammlung der Beiträge

Herausgeber: W. Matz

Forschungszentrum  
Rossendorf e.V.  
- Zentralbibliothek -  
Postfach 19 4719  
D - 8051 Dresden

## **Vorbemerkung des Herausgebers**

Das Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden e.V und das Forschungszentrum Rossendorf e.V. hatten alle Einrichtungen in Sachsen und einige Institute aus den Nachbarländern Polen und Tschechei, die Materialforschung betreiben, zu einem Arbeitstreffen "Nutzung einer künftigen Synchrotronstrahlungsquelle" eingeladen.

Das Forschungszentrum Rossendorf arbeitet gegenwärtig an einem Projektvorschlag für eine moderne Synchrotronstrahlungsquelle im Röntgenbereich, die für die Materialforschung dediziert sein soll. Eine Motivation für dieses Projekt ist auch, daß gerade die Materialforschung im regionalen Umfeld von Rossendorf das größte Forschungspotential auf sich vereinigt.

Das Arbeitstreffen diene vor allem dazu, den verschiedenen Gruppen Gelegenheit zu geben, die aus ihrem Forschungsprogramm folgenden Anforderungen an eine solche Synchrotronstrahlungsquelle vorzustellen. Dabei sollte nicht übersehen werden, daß es sich nur um einen Ausriß handeln kann, da der Prozeß der Neuformierung der Forschungslandschaft in Sachsen noch im Gange ist. Insbesondere läuft noch eine beträchtliche Zahl von Berufungsverfahren für die Lehrstühle der Universitäten. Trotzdem spiegeln die Beiträge ein großes längerfristiges Interesse an einer dedizierten Synchrotronstrahlungsquelle wider.

In einer abschließenden Diskussion wurden alle Teilnehmer (und potentiellen Nutzer) gebeten, ihre Interessen an einer Synchrotronstrahlungsquelle in Dresden nach folgenden 4 Gesichtspunkten zu formulieren:

1. Begründung des spezifischen Interesses
2. Abschätzung eigener künftiger Arbeiten und ihres Strahlzeitbedarfes, die bevorzugt an einer ROSY-Quelle durchgeführt werden würden
3. spezifische Anforderungen
4. möglicher eigener Beitrag, insbesondere durch eigene Meßapparatur

Die Antworten auf diese Fragen werden Anfang Februar erwartet.

Die vorliegende Broschüre gibt die Vorträge in Form von Kopien der gezeigten Folien wieder. Auch wenn dadurch für den Nichtteilnehmer nicht jeder Beitrag im Detail verständlich sein könnte, erscheint diese Art der Dokumentation des Arbeitstreffens doch nützlich. Die Beiträge sind in der Reihenfolge des Programms reproduziert.

Ich danke allen Vortragenden für die Überlassung der Unterlagen.

Rossendorf, den 12. Januar 1993

**Programm** des Arbeitstreffens  
**"Nutzung einer künftigen Synchrotronstrahlungsquelle"**

---

Dresden, 15. und 16. 12. 1992, Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung  
Helmholtzstr. 20, O-8027 Dresden, Hörsaal

	<b>Seite</b>
<b>15. Dezember 1992</b>	
12.00 Uhr Eröffnung durch die Wissenschaftlichen Direktoren des Institutes für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden und des Forschungszentrums Rossendorf	
12.15 Uhr R. Frahm (HASYLAB, Hamburg) Anwendung der Synchrotronstrahlung in der Materialforschung	7
13.00 Uhr St. Doyle (TH Darmstadt) Structure investigations of thin films using synchrotron radiation	69
13.45 Uhr Pause (Stehimbiß)	
14.30 Uhr W. Matz, D. Einfeld (Forschungszentrum Rossendorf) Vorstellung des Projektes einer Synchrotronstrahlungsquelle in Rossendorf	106
15.00-18.00 Uhr Kurzbeiträge	
* P. Paufler (TU Dresden) Anforderungen seitens der Strukturaufklärung am FB Physik der TU Dresden	126
* J. Sieler (Uni Leipzig) Röntgenstrukturanalyse zur Bestimmung von Mechanismen chemischer Reaktionen	241
* H. Oettel (Bergakademie Freiberg) Synchrotronstrahlungsexperimente im Konzept der Werkstoffforschung an der Bergakademie Freiberg	130
* N. Mattern (IFW Dresden) Strukturuntersuchungen an polykristallinen Materialien mittels Synchrotronstrahlung	133
* J. Hrdy (Institute of Physics, Prague) Use of synchrotron radiation by Czech research groups	141
* Schmitz / Schumann (Uni Leipzig, FB Chemie) Röntgenographische in-situ Untersuchungen	144
* D. Janssen (FZR) Kernphysikalische Experimente mit hochenergetischen $\gamma$ -Strahlen die an Elektronen- speicherringen erzeugt werden	147
* W. Hoyer (TU Chemnitz-Zwickau) Strukturaufklärung von Legierungsschmelzen	163
* R. Szargan (Uni Leipzig) Synchrotronexperimente zur Röntgenabsorption und Photoemission	177
* G. Reiss (IFW Dresden) Untersuchungsmöglichkeiten an dünnen Schichten mit Hilfe von Synchrotronstrahlung	199

(18.30 Uhr Gemeinsames Abendessen im Blockhaus)

16. Dezember 1992

8.00-9.30 Uhr Kurzbeiträge

* Kisiel (Jagellonian University Krakow)	207
Activities in the field of synchrotron radiation in Poland	
* W. Matz (FZR)	219
Nutzung von Synchrotronstrahlungsmethoden für die Ionenstrahlphysik im FZR	
* A. Pohlers (IPF Dresden)	224
Experimente mit Synchrotronstrahlung an Polymeren	
* W. Blau	232
EXAFS in der Materialforschung	
* R. Bergmann (FZR; Inst. für Bioanorganische und Radiopharmazeutische Chemie)	234
Synchrotronstrahlungsexperimente in der bioanorganischen Chemie	

9.45-10.30 Uhr Abschlußdiskussion zu den Nutzeranforderungen an eine Synchrotronstrahlungsquelle und Zusammenfassung der Ergebnisse

# **Anwendung der Synchrotronstrahlung in der Materialforschung**

Ronald Frahm  
HASYLAB am DESY  
Notkestr. 85, W-2000 Hamburg 52  
frahm@desyvax.bitnet

Dresden, 15. Dez. 1992

### Synchrotronstrahlungsmethoden für die Materialforschung in Relation zu Energiebereichen

(Die Kreuze sind ein Maß für die relative Wichtigkeit der Methoden in unterschiedlichen Energiebereichen. Die Anzahl der Kreuze enthält gleichzeitig eine subjektive Wichtung der Häufigkeit des Einsatzes der jeweiligen Methode.)

Methode	<2 keV	<u>2...20 keV</u>	>20 keV
• 1. Absorption (XANES, EXAFS)	+ + +	+ + +	+
2. Reflexion	+ + +		
• 3. Fluoreszenz-Spurenanalyse	+ +	+ + +	+
4. Photoemission	+ + +	+	
• 5. Mikroskopie	+ + +	+ +	
(•)6. Topographie		+	
• 7. Pulverdiffraktion		+ + +	+
8. Diffraktion an nichtkristallinen Festkörpern und an Schmelzen		+ + +	+
9. Hochaufgelöste Diffraktion		+ +	+ +
(•)10. energiedispersive Diffraktion		+ +	+
11. Einkristall-Diffraktometrie		+ + +	+ + +
12. Dünnschichtdiffraktometrie		+ +	+
• 13. Kleinwinkelstreuung		+ + +	+
14. Mößbauer-Spektroskopie		+ + +	+ + +
15. Compton-Streuung		+	+ +
• 16. Röntgenmikrotomographie		+ + +	+ + +
17. Mikrostrukturtechnik		+ +	

## SR und Industrie

SR hat weiten Spektralbereich vom IR bis  $\gamma$ , hohe Intensität

$\Rightarrow$  alle bekannten Spektroskopien durchführbar

Untersuchung der elektronischen, strukturellen oder magnetischen Struktur von Gasen, Flüssigkeiten und Festkörpern (amorph und kristallin) sowie deren Oberflächen

z.B. mit Röntgenstrahlung:

Röntgenbeugung an Einkristallen ( $d \approx 10 \mu\text{m}$ )

" " Pulvern

Kleinwinkelbeugung (Polymere)

EXAFS (Optimierung von Katalysatoren, Supraleiter, Keramiken)

Anomale Dispersion

Oberflächen-Röntgenbeugung, Untersuchung dünner Schichten

Stehende Wellenfelder (Adsorbatsysteme)

Topographie

Fluoreszenzanalyse

Direkte Anwendungen:

(Fabrikation)

Lithographie

Mikromechanik

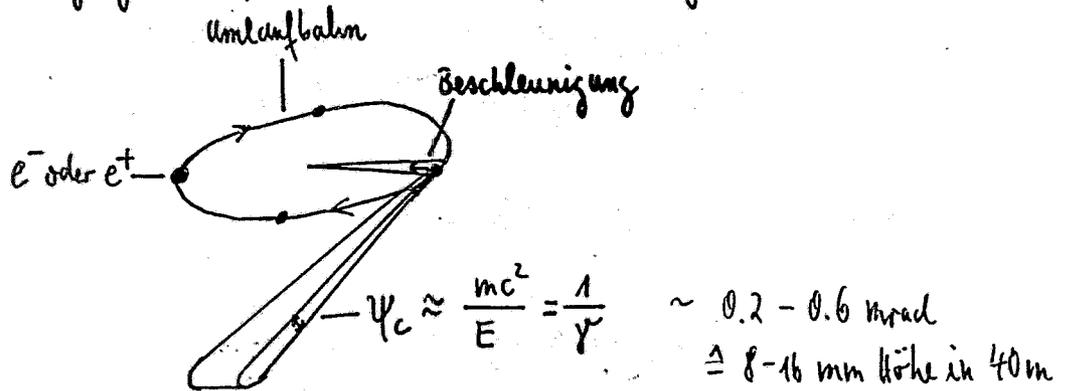
Medizin: Koronarangiographie

Leider: USA + Japan weit voraus, Industrie baut beamlines und betreibt sie

## Was ist Synchrotronstrahlung?

Elektromagnetische Strahlung, die von einem geladenen, relativistischen Teilchen ausgeht, welches durch ein äußeres magnetisches (oder elektrisches) Feld fliegt.

## Erzeugung im Synchrotron oder Speicherring



Schwinger : Theorie 1946 - 1954

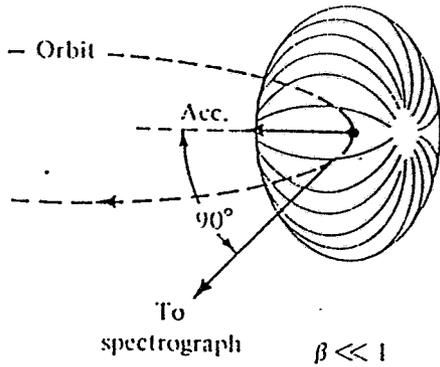
Elder et al. : Entdeckung 1947, 1948

Energieverlust pro Umlauf  $\delta E \propto \frac{E^4}{R}$   
← Elektronenenergie  
← Krümmungsradius

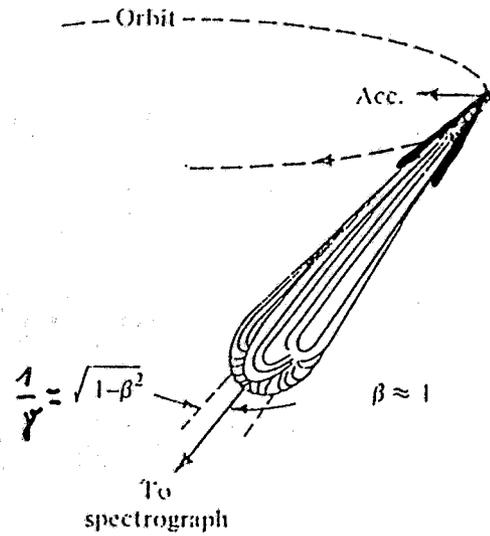
z.B. DORIS  $R = 12.12 \text{ m}$ ,  $4.4 \text{ GeV}$ ,  $60 \text{ mA}$   
strahlt  $P_{\text{tot}} = 164 \text{ kW}$  ab  $\hat{=} 26.2 \text{ W/mrad}$

1990: 34 Labors in 14 Ländern mit 45 Ringen fertig bzw. im Bau

nicht relativistisch



relativistisch



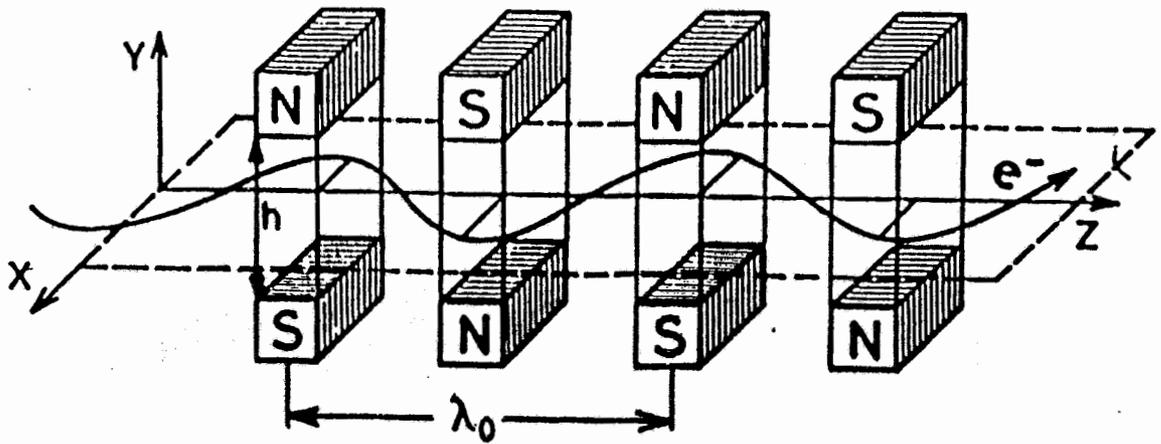
$$\beta = \frac{v}{c}$$

## Was macht Synchrotronstrahlung so einzigartig?

- 1. Hohe Intensität
- 2. Sehr weites, kontinuierliches Spektrum von Wellenlängen bzw. Energien
3. Enge Winkelkollimation
4. Kleine Quellgröße
5. Hoher Polarisationsgrad (linear (horizontal))
6. Sehr gutes Vakuum ( $< 10^{-8}$  Torr)
7. Hohe Stabilität ( $\tau \sim 4$  h)
8. Regelmäßige Zeitstruktur (Pulsdauer 130 ps, Abstand 1  $\mu$ s)
9. Berechenbarkeit der Eigenschaften

## Wiggler / Undulator:

periodische, magnetische Struktur



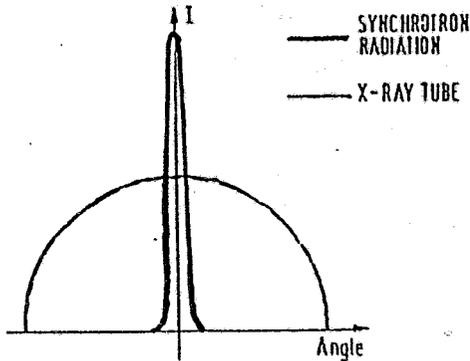
sinusoidales Magnetfeld ergibt sinusoidale Elektronenbahn

Undulator: schwaches Feld, viele Perioden  
Interferenz - Peaks

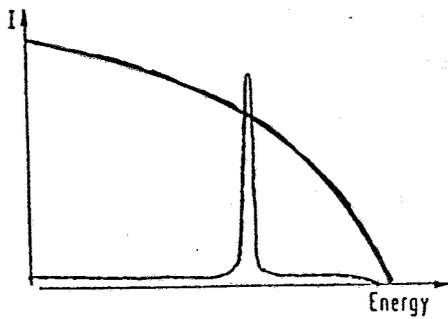
Multipol Wiggler: mittleres Feld, viele Perioden  
kontinuierliches Spektrum mit  
Interferenz-Modulation auf der  
niederenergetischen Seite

Wiggler: starkes Feld, wenige Perioden  
kontinuierliches Spektrum  
bis in den harten Röntgen-  
Bereich

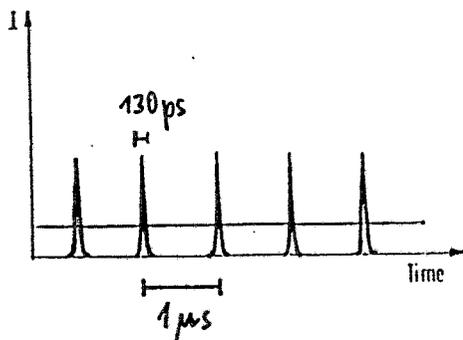
Vergleich: Synchrotronstrahlung / Röntgenröhre



Winkelverteilung



Spektrum

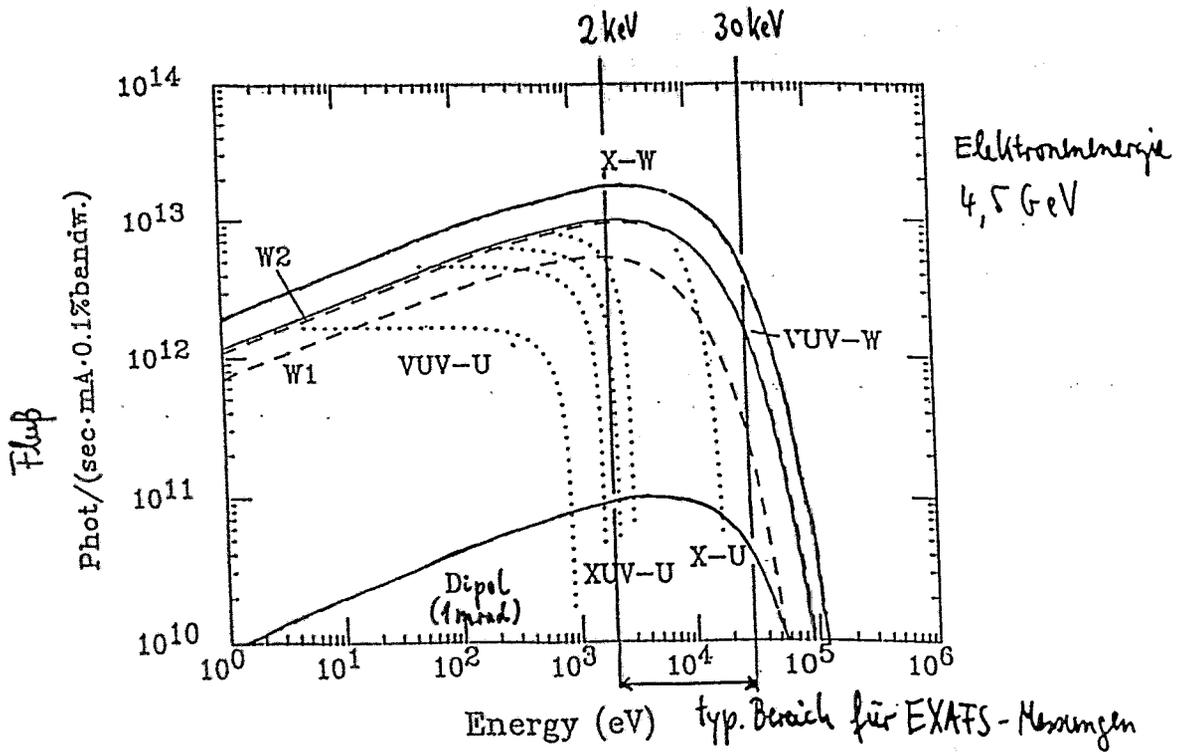
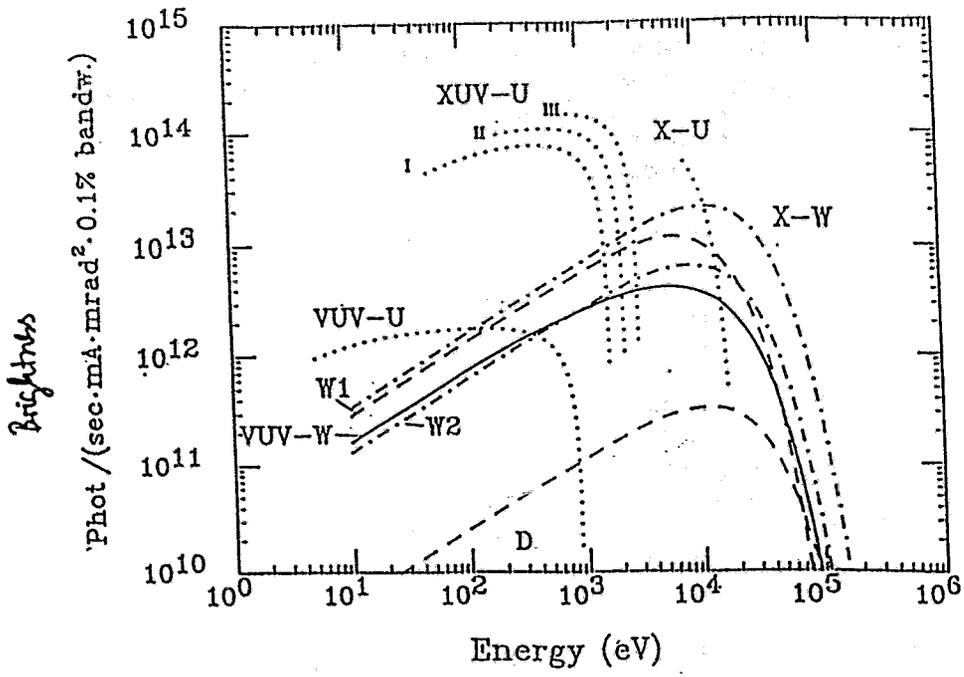


Zeitstruktur

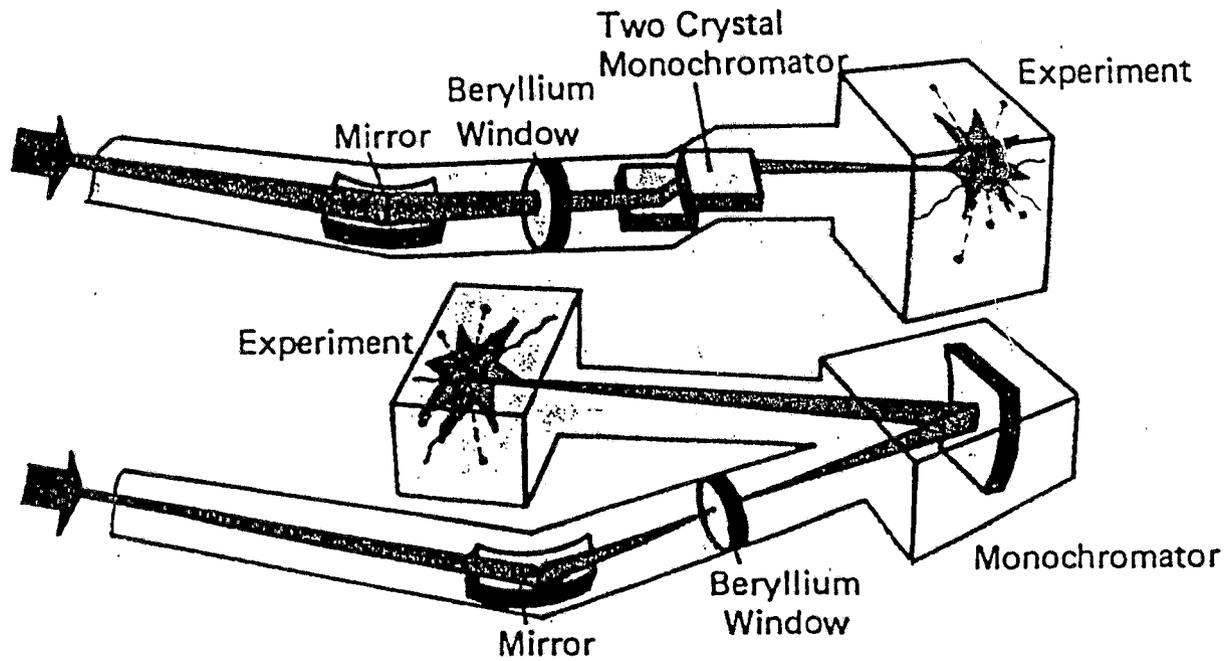
Parameters of the Insertion devices for DORIS III, calculated for synchrotron radiation optics at 4.5 GeV electron energy.

Place	1	2	3	4	6	7	2,6,7
Device	X-ray undulator	X-ray wiggler	XUV-triple undulator I 50-400 eV II 200-1000 eV III 800-2000 eV	VUV-undulator/ X-ray-wiggler	X-ray wiggler	X-ray wiggler	Asymmetric wiggler
Type	hybrid	hybrid	I, II, III: REC	REC	hybrid	hybrid	hybrid
Wiggler parameter K	1.61	13.20	I 7.91 II 4.45 III 2.30	18.5	13.20	13.20	15.0
Max. angular orbit deflection $2K/\gamma$ [mrad]	0.37	3.0	I 1.80 II 1.01 III 0.52	4.21	3.0	3.0	3.4
Critical energy [keV]	7.47	13.60	I 9.60 II 7.29 III 5.06	12.0	13.6	13.6	14.80
Emitted power [W/MA]	15.5	52.5	I 25.4 II 14.7 III 7.1	26.9	52.5	52.5	30.0
Power density [W/mrad <sup>2</sup> mA]	112.6	119.0	I 98.6 II 92.2 III 64.9	40.1	119.0	118.4	< 119.0
Max. magnetic field [T]	0.55	1.01	I 0.71 II 0.54 III 0.38	0.89	1.01	1.01	1.10
Min. height of the magnetic gap [mm]	11	30	30	30	30	30	
Length of one period [cm]	3.14	14.0	I 11.91 II 8.83 III 6.58	22.3	14.0	14.0	21.0
Number of periods	127	28	I 33 II 45 III 60	12	28	28	19
Length of the device [m]	4.0	4.0	4.0	2.7	4.0	4.0	4.0
e <sup>-</sup> beam width $\sigma_x$ [mm]	2.9	2.1	3.1	1.4	2.1	2.9	
e <sup>-</sup> beam width $\sigma_z$ [mm]	0.27	0.55	0.34	0.34	0.55	0.27	
e <sup>-</sup> beam divergence $\sigma'_x$ [mrad]	0.22	0.21	0.13	0.56	0.21	0.22	
e <sup>-</sup> beam divergence $\sigma'_z$ [mrad]	0.051	0.022	0.039	0.038	0.022	0.051	

$\approx 1.5 \text{ kW}$   $5.3 \text{ kW}$   
 $50 \text{ mA}$   $100 \text{ mA}$   
 $=$

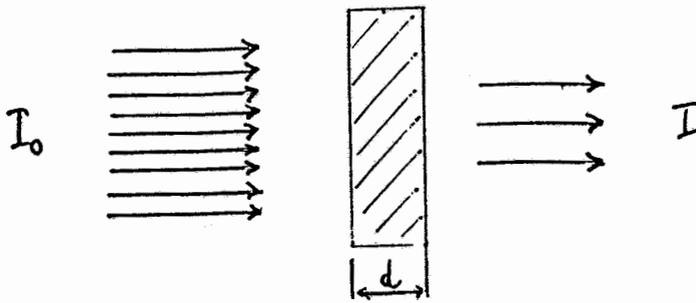


X-RAY EXPERIMENT



VUV EXPERIMENT

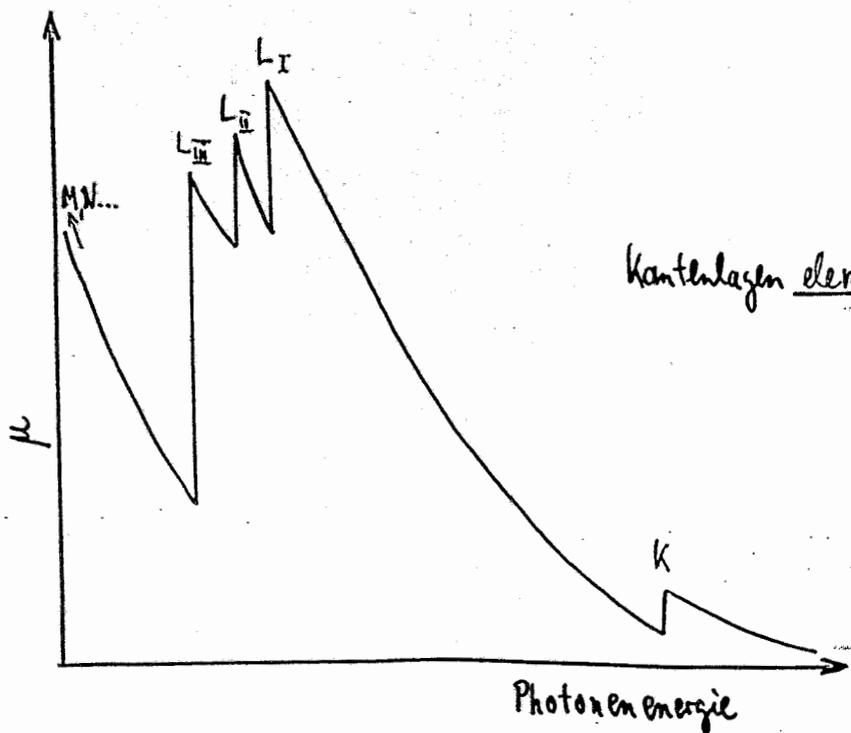
# Absorption von Röntgenstrahlung



$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d}$$

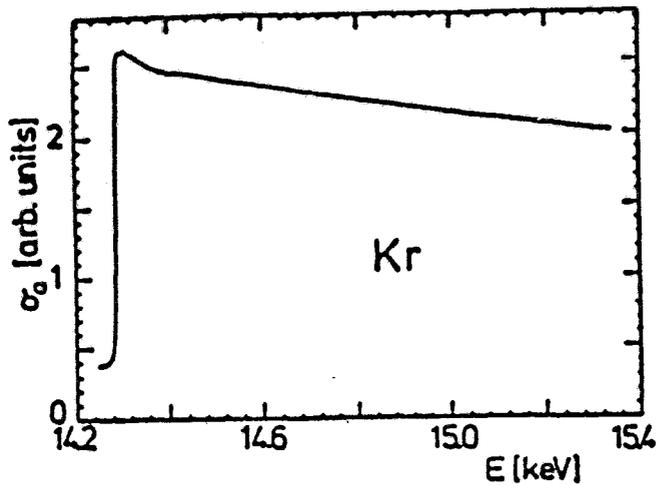
$\mu$  ← Absorptionskoeffizient

## Absorptionskanten

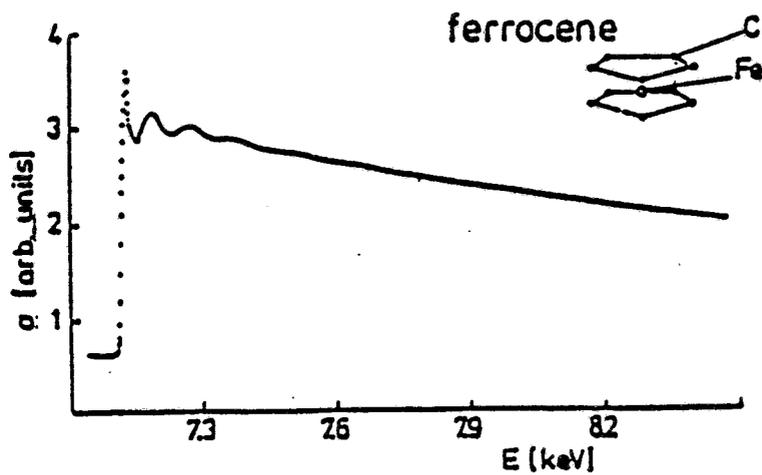


Kantenlagen elementspezifisch

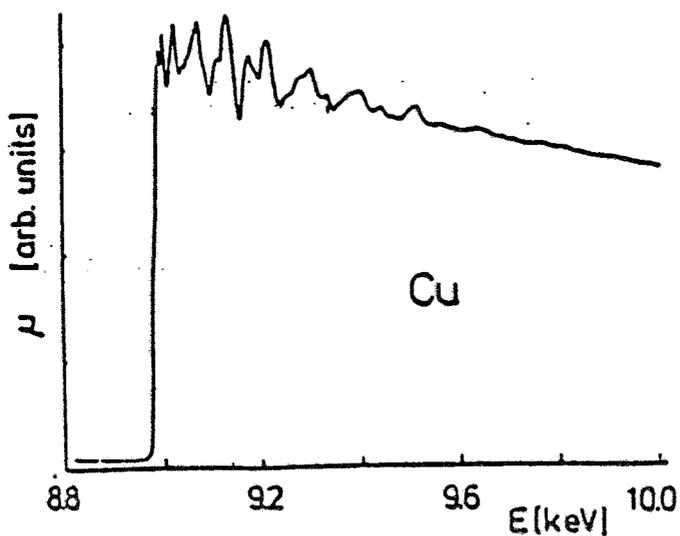
Beispiele: Cu: K: 8,98 keV, L: 0,93...0,95 keV  
Am: K: 80,72 keV, L: 11,92...14,35 keV



Absorption coefficient of atom Kr at the K-edge [1].

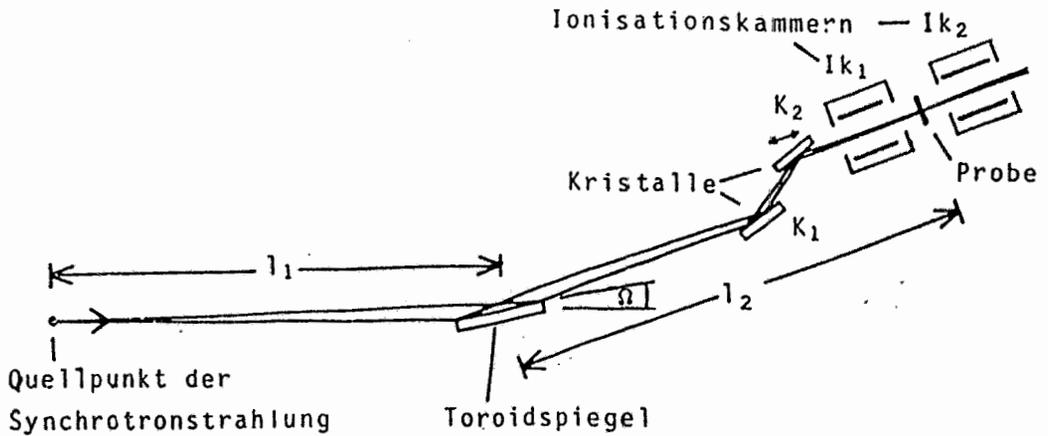


Absorption coefficient of ferrocene at the Fe K-edge



Absorption coefficient of polycrystalline Cu at the K-edge

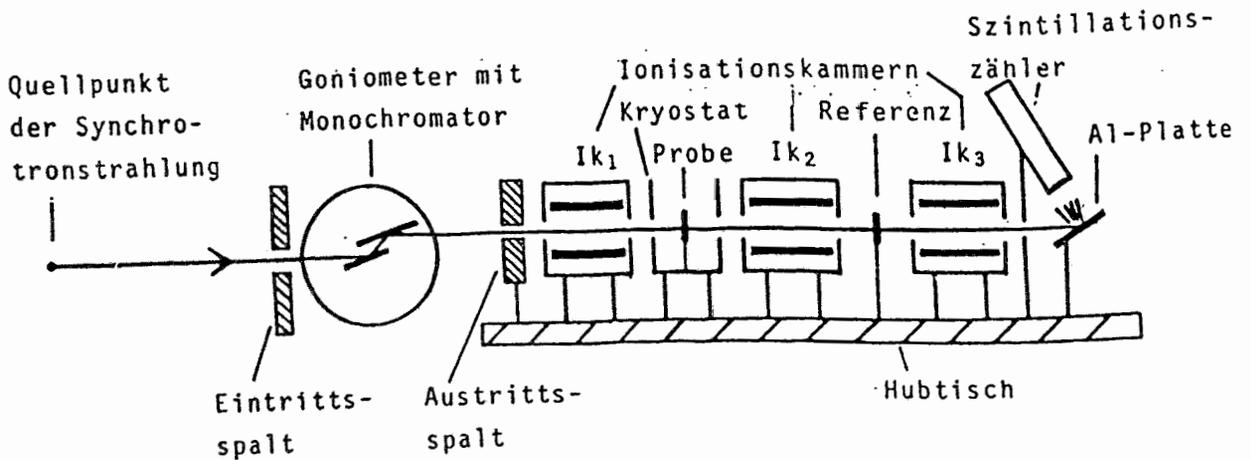
# Experimente für Röntgen absorptionsmessungen



Aufbau des EXAFS II-Experimentes

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad E [\text{keV}] = \frac{12.4}{\lambda [\text{\AA}]}$$

$$\mu(E) \cdot x = \ln \left\{ \underbrace{I_0(E)}_{\text{einfallende Intensität}} / \underbrace{I_T(E)}_{\text{transmittierte Intensität}} \right\}$$



Aufbau des ROEMO-Experimentes

## Röntgenabsorptionsspektroskopie zur Bestimmung der atomaren Nahordnung

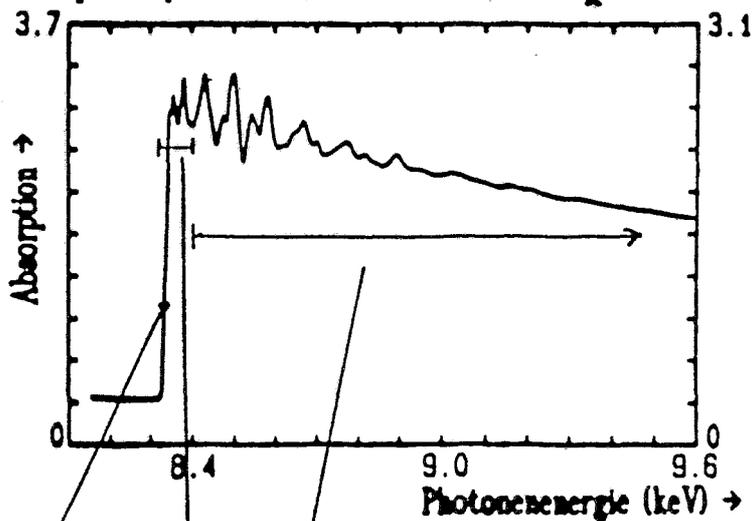
(Ansprechpartner am HASYLAB: R. Frahm)

Bei ausreichend großen Photonenenergien tritt Ionisation der inneren Atomshalen (K- oder L-Schalen) auf

- Photoelektronen werden vom absorbierenden Atom emittiert
- Absorptionskoeffizient der Probe steigt sprunghaft an
- Absorptionskanten

**Aber:** Kein einfacher Abfall des Absorptionskoeffizienten oberhalb der Kante  
**Sondern:** Komplexe Feinstruktur durch Streuung der Photoelektronen an den Nachbaratomen → Informationen über atomare Umgebung

**Beispiel:** Absorptionsspektrum einer Ni-Metallfolie ( $E_K = 8.3 \text{ keV}$ )



Exakte Kantenlage

Nahkantenbereich (XANES)

Kantenferner Bereich (EXAFS)

→ Valenzzustand des absorbierenden Atoms

→ Bindungswinkel (schwierig auszuwerten)

→ Zahl und Abstand der Nachbaratome

→ Identifikation der Nachbaratome

Methode gut etabliert

Photoelektronen gehen nur von den absorbierenden Atomen aus

- Röntgenabsorptionsspektroskopie ist *elementspezifisch*, d.h. die atomare Struktur um das absorbierende Atom herum wird untersucht
- wichtig bei verdünnten Systemen.

Das breite Spektrum der Synchrotronstrahlung erlaubt die Untersuchung der Absorptionskanten vieler Elemente.

Die hohe Intensität der Synchrotronstrahlung ist für präzise Messungen notwendig.

*Probensysteme:* Kristalline und amorphe Substanzen

Flüssigkeiten

molekulare Gase

- sehr weiter Anwendungsbereich für die Strukturaufklärung, z.B. Struktur von
  - Katalysatoren (z.B. Entschwefelung von Rohöl)
  - *technologisch wichtigen neuartigen Materialien* (magnetische Werkstoffe, metallische Gläser, Keramiken, Supraleiter ...).

*Typische Meßzeit für ein Absorptionsspektrum:* ca. 15 min

*Neueste Entwicklung:* Entwicklungen von Experimenten für zettabhängige Messungen zur Untersuchung dynamischer Prozesse

→ Kinetik von chemischen Reaktionen

→ Ablauf von Katalytischen Reaktionen (Ziel: Optimierung)

Am HASYLAB (s. z.B. Jahresberichte )

1.) Z.Zt. Aufbau eines EXAFS-Experimentes mit dispersiver Optik

→ EXAFS-Spektren von reinen Metallfolien in ca. 16 ms

→ " " Edelmetallkatalysatoren in einigen Sekunden

(M. Hagelstein<sup>1</sup>, S. Cunis<sup>1</sup>, R. Frahm<sup>2</sup>, W. Niemann<sup>3</sup> und P. Rabe<sup>1</sup>,

<sup>1</sup> FHS Ostfriesland, Emden, <sup>2</sup> HASYLAB, <sup>3</sup> Haldor Topsøe Lab., DK-Lyngby)

Erste Testmessungen bis Ende 1988

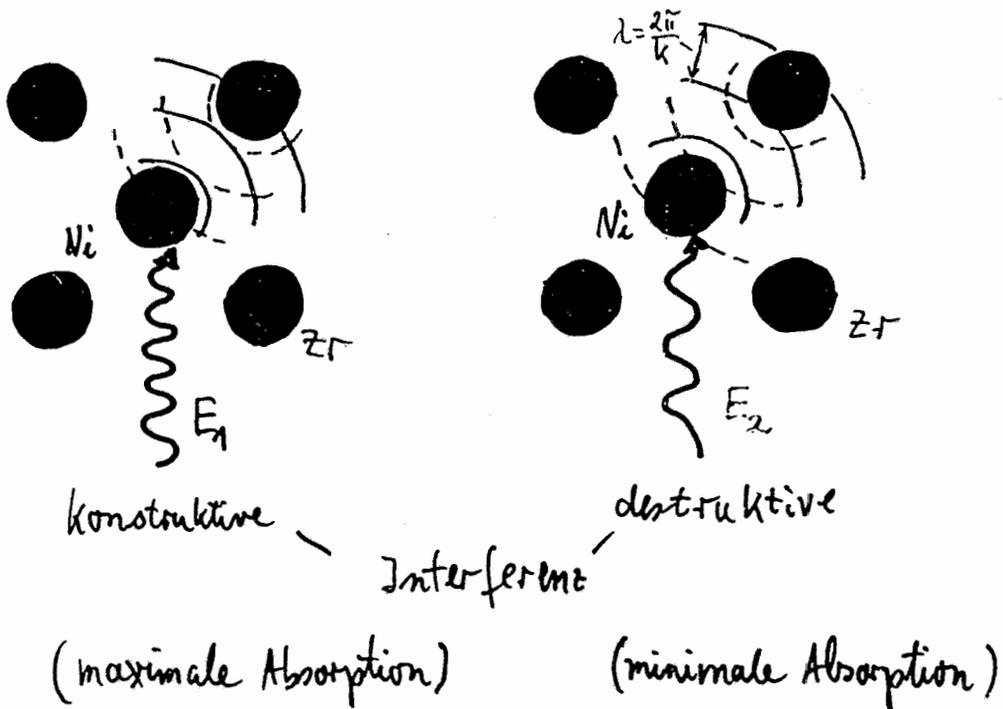
, ab 1989

Nutzerbetrieb

2.) Schnell scannende Monochromatoren (QEXAFS): mehrere Sekunden

(R. Frahm, HASYLAB). Tests 1987 durchgeführt, erste Anwendungen 1988

# EXAFS, extended X-ray absorption fine structure



$$k = \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2} (E - E_0)}$$

Wellenzahl des Photoelektrons

## Vorteile:

Ordnungszahl des Zentralatoms kann ausgewählt werden

Benachbartes Atom kann identifiziert werden

Besonders gut geeignet für verdünnte Systeme

## Probensysteme:

Kristalline und amorphe Substanzen  
Flüssigkeiten  
Molekulare Gase

# Übersicht über die EXAFS-Auswertung bis zur Rücktransformierten

## Theoretische Beschreibung

Gaußförmige Paerverteilungsfunktion der Nachbaratome

$$\chi(k) = -\frac{1}{k} A(k) \sin[2kr + \Phi(k)]$$

mit

$$A(k) = \frac{N}{r^2} \left| f(\pi, k) \right| e^{-\frac{2r}{\lambda}} e^{-2\sigma^2 k^2}$$

wobei

$k$  Wellenzahl des Photoelektrons

$r$  Mittlerer Atomabstand

$\Phi$  Streuphase, bewirkt durch die Potentiale des Aufatoms ( $\Phi_A(k)$ ) und des Nachbaratoms ( $\Phi_B(k)$ ),  $\Phi = \Phi_A + \Phi_B$

$N$  Koordinationszahl

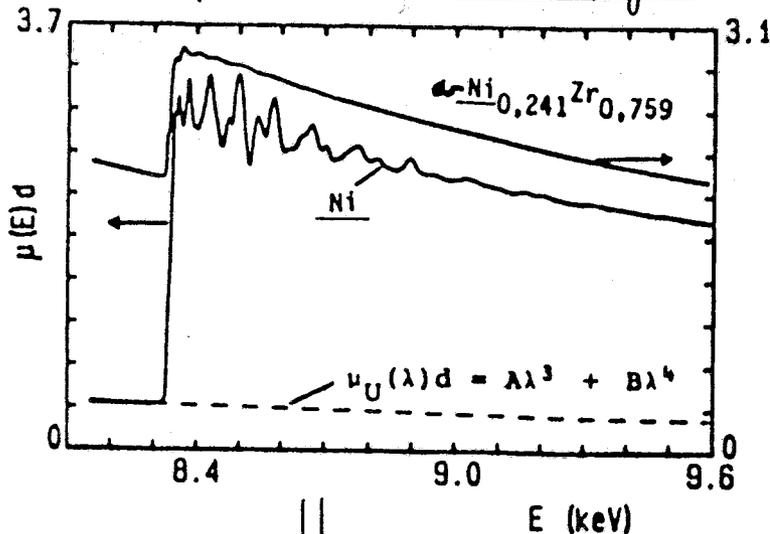
$|f(\pi, k)|$  Betrag der Rückstreuamplitude des Nachbaratoms

$\lambda$  Mittlere freie Weglänge des Photoelektrons

$\sigma$  Relative quadratische Auslenkung des Nachbaratoms bzgl. Aufatom

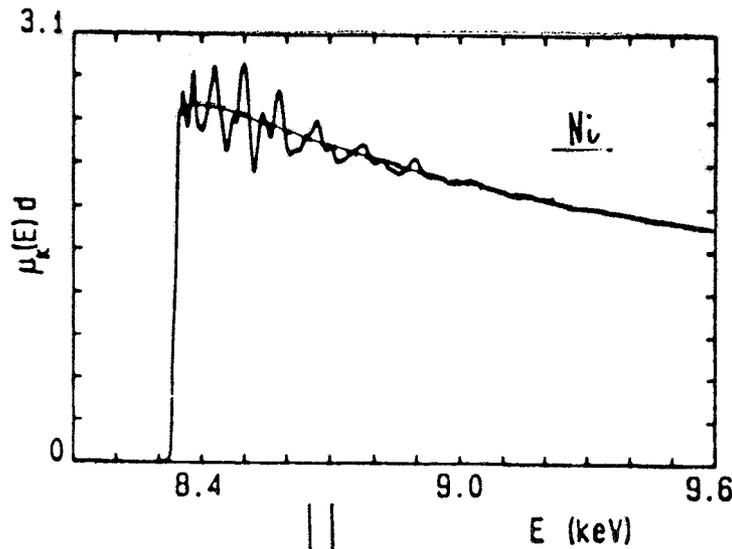
Üblicherweise:  $\chi(k) = \sum \chi_i(k)$ . Einzelne Koordinationsschalen durch Fourier-Transformation trennen. Referenzsubstanzen gehen so  $\Phi(k)$  und  $A(k) \cdot \frac{r^2}{N}$ .

Beispiele von EXAFS-Messungen



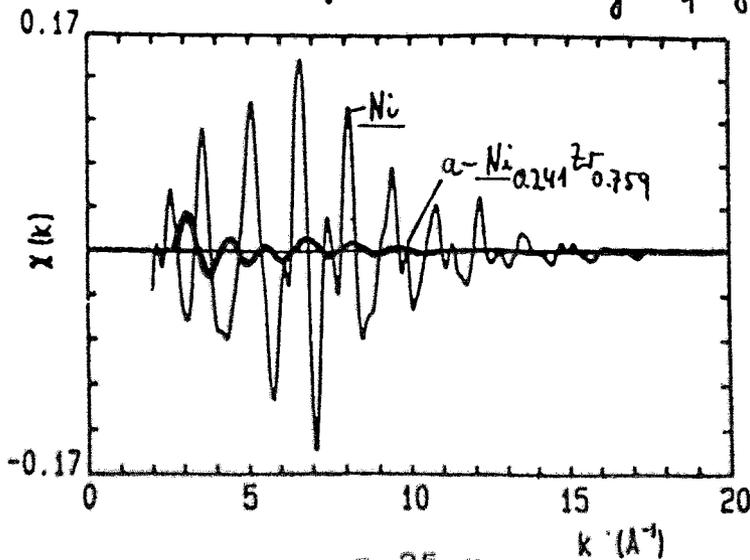
Absorptionsspektren (77K)

Subtraktion von  $\mu_U$



K-Schalen Absorption

Normalisierung auf gestrichelte Linie

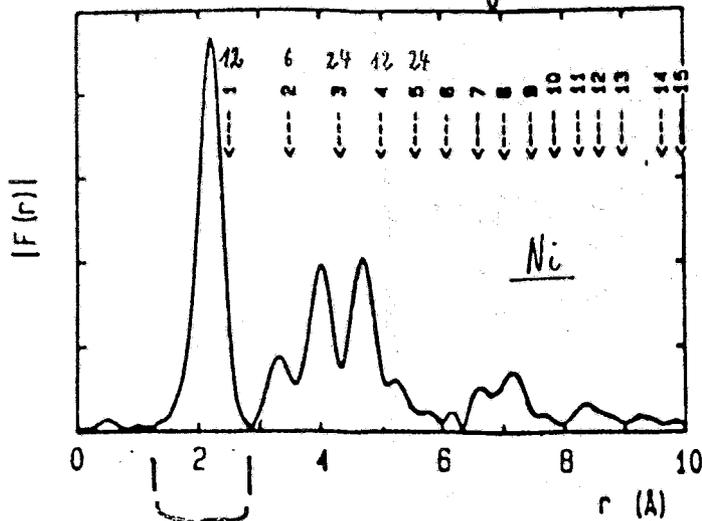


EXAFS-Spektren

$$k[\text{\AA}^{-1}] = \sqrt{\frac{1}{4}(E - E_0)[\text{eV}]}$$

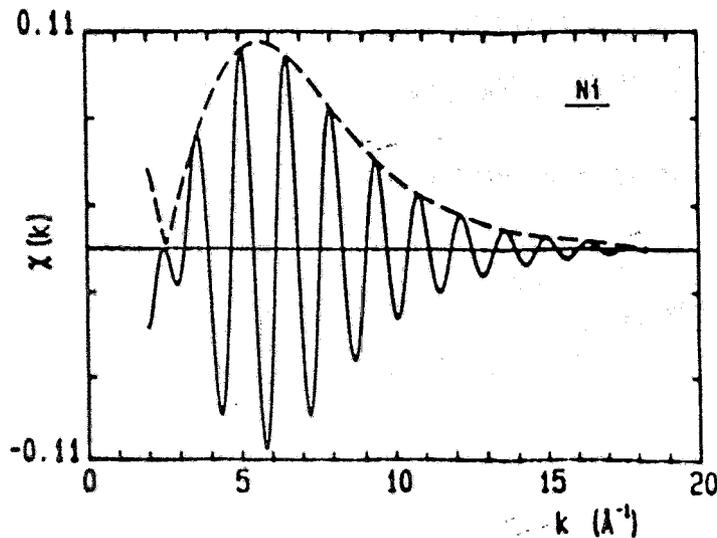
$$\frac{2m_e}{h^2}$$

Weitere Datenauswertung

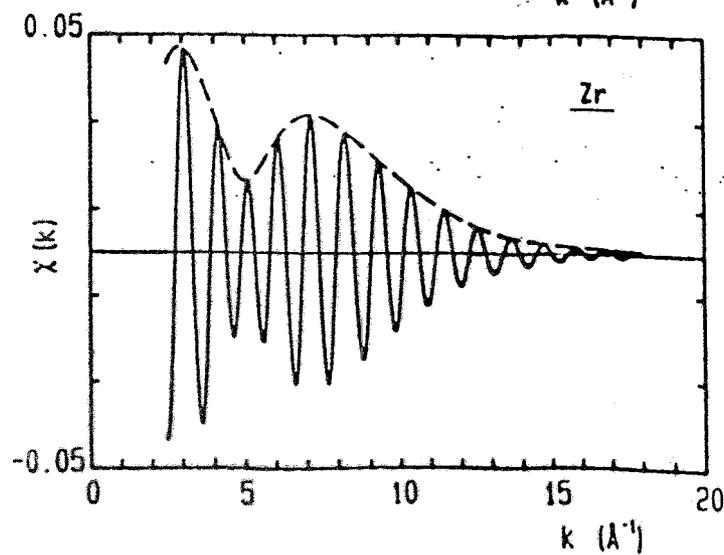


Fouriertransformierte des EXAFS-Spektrums vom  $k$ -Raum in den  $r$ - (Abstands) Raum

↕ Rücktransformation in den  $k$ -Raum



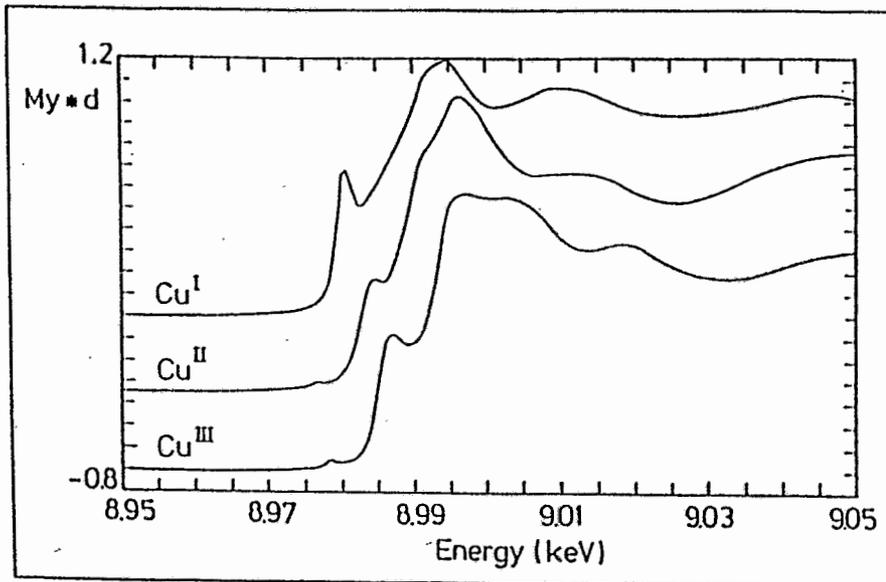
Anteil der nächsten Nachbarn am EXAFS-Spektrum für Ni-Metall



Desgleichen für Zr-Metall

Experimentelle Rückstreuamplituden  $A(k)$  bestimmt.  
 $\chi(k)$  können nun berechnet werden.

## Valenzabhängigkeit der Lage von Absorptionskanten



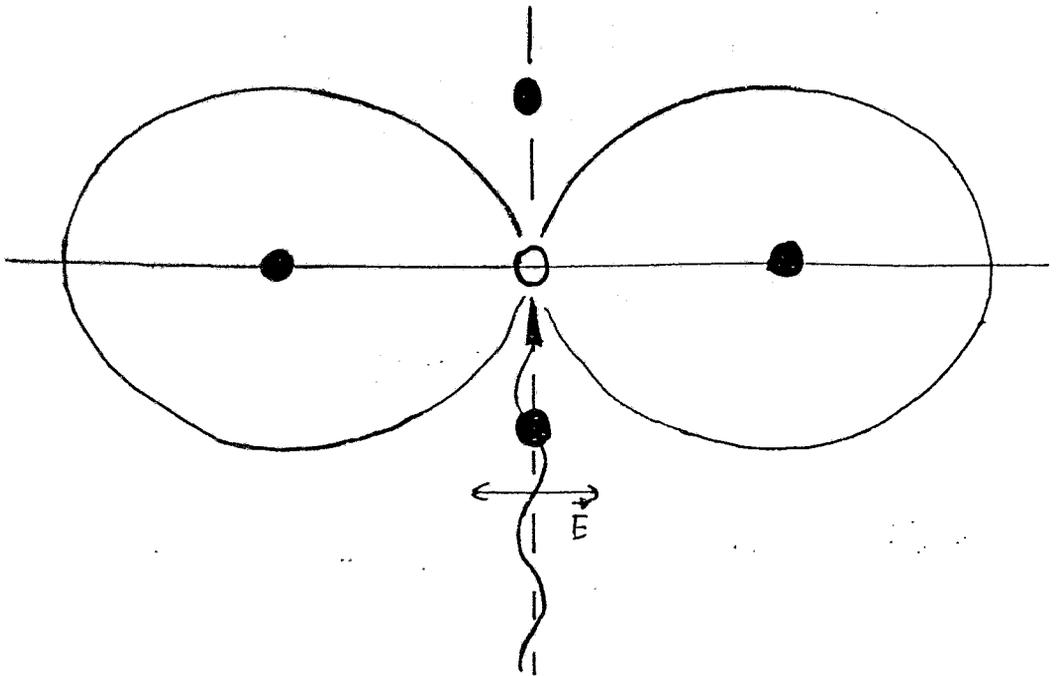
Kantenverschiebung  $\Rightarrow$  Valenzzustand  $\Rightarrow$  Reaktionschemie

(wichtig z.B. für Supraleiter mit hohem  $T_c$ )

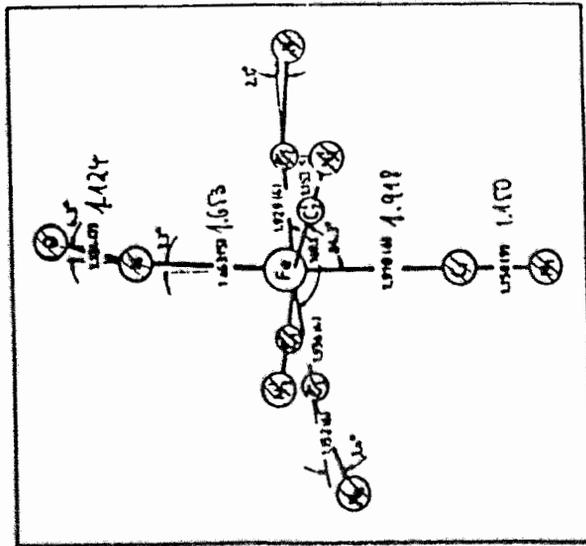
= 1 für polykristalline Proben

Anisotrope Proben:  $X(k) = 3 \cos^2 \theta_i \cdot \dots$

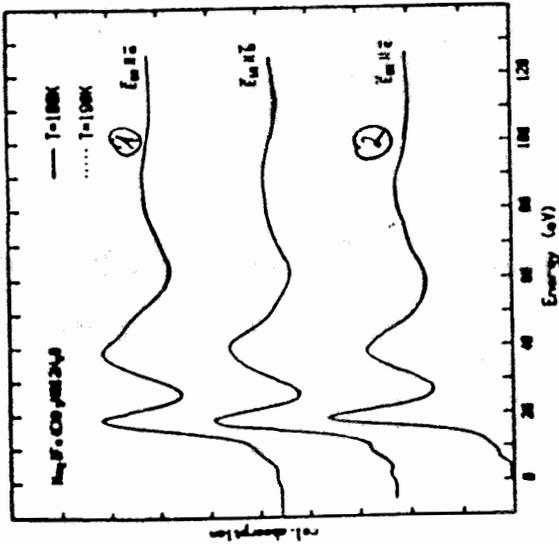
$\theta_i$ : Winkel zwischen Richtung Polarisationsvektor und Vektor  $\vec{R}_i$  vom Aufatom zum Streuatom



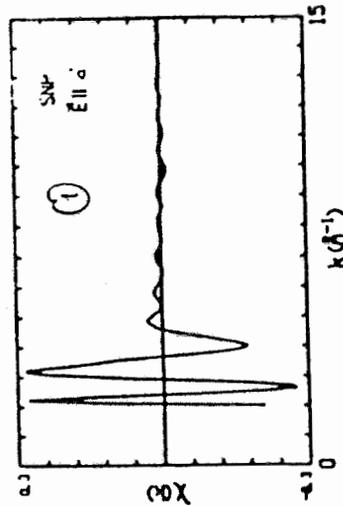
$\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 3 dim. optischer Speicher (Pumpen mit Lasern bei  $< 160\text{K}$  : rot  $\leftrightarrow$  schwarz)



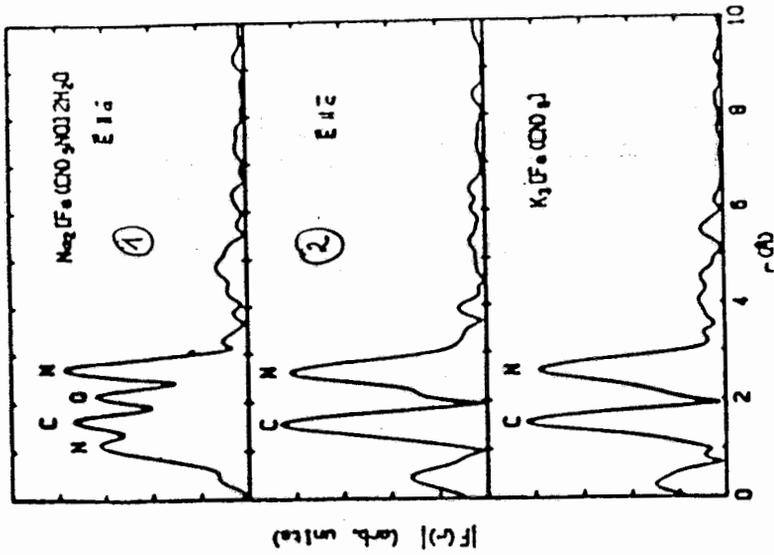
Molekülstruktur des Nitrosylprussiat-ions nach Bottomley und White [BW 79].



Temperaturabhängigkeit der Fe K - Nahkantenstruktur von Matriumnitrosylprussiat für die kristallographischen a-, b- und c- Achsen.



Absorptionsfeinstruktur  $\chi(k)$  von Matriumnitrosylprussiat.



Betrag der Fouriertransformierten als Funktion des Abstandes von Kaliumferrocyanid und Matriumnitrosylprussiat für  $\bar{E}11\bar{c}$  und  $\bar{E}11\bar{a}$ .

Gäddeke, Koch, Dräger, Frahm, Saile  
Chemical Physics 124, 113 (1988)

## Wichtige Fragen bei der Katalysatorforschung

- Welche Phasen liegen im aktiven Katalysator vor
- Größe und Struktur der Partikel
- Aktive Zentren und Wirkungsweise
- Wirkungsweise von Promotoren / Inhibitoren
- Elektronische Struktur (Valenz)

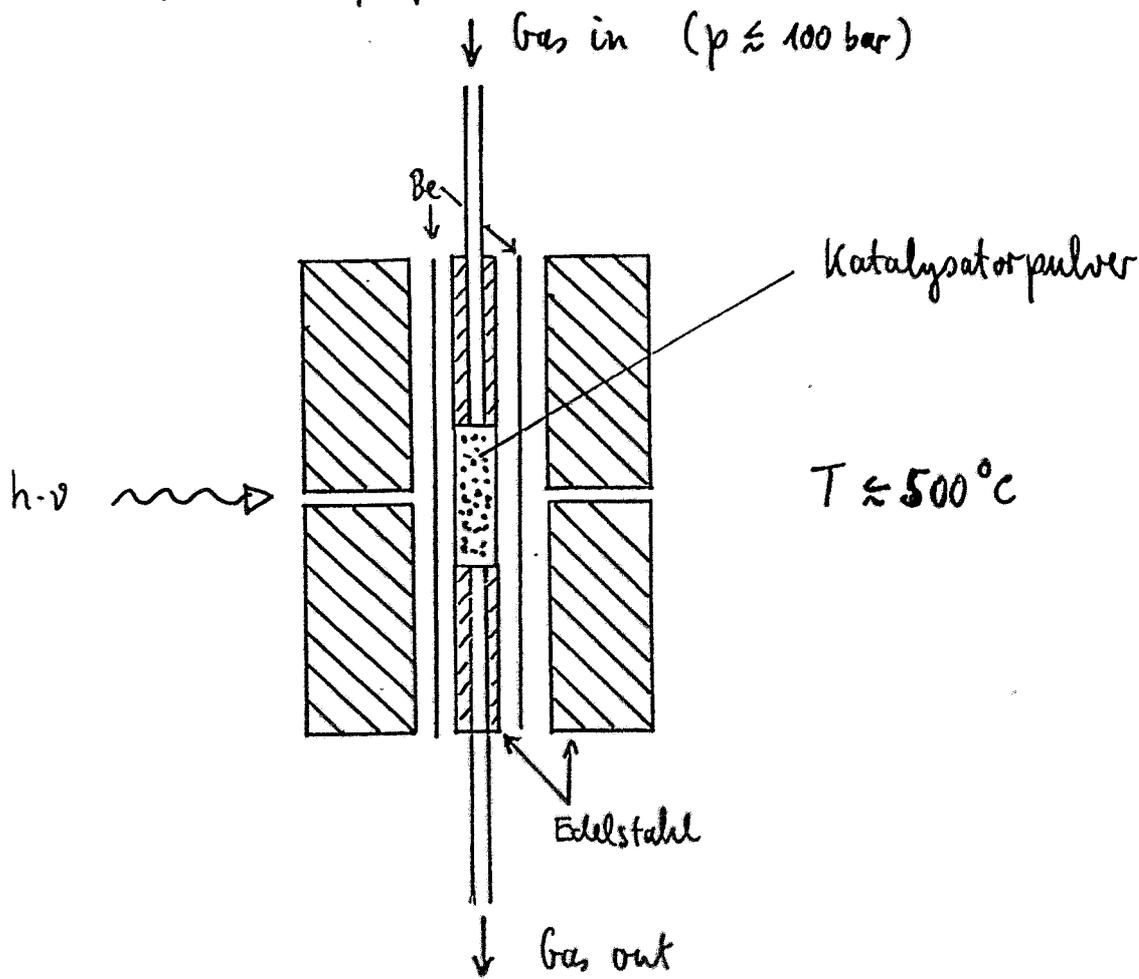
⇒ Optimierung der Eigenschaften (Aktivität, Lebensdauer, Betriebsbedingungen)

⇒ Gezieltes Design von Katalysatoren

## Experimentelle Probleme

- In situ Untersuchungen notwendig (hoher Druck, hohe Temp)
- Kleine Partikelgröße (amorph z.B. für Röntgenbeugung)
- Koexistenz verschiedener Phasen

EXAFS *in situ* Zelle der Fa. Topste am HASYLAB  
(Clausen, Nilmann, Topste)



Reaktionsprodukte  
(Gaschromatograph,  
Massenspektrometer,  
IR-Spektrometer)

⇒ Gleichzeitige Messung von EXAFS und Katalyt. Aktivität

## NH<sub>3</sub>-Katalysatoren bei Synthesebedingungen

W. Niemann, B.S. Clausen, H. Topsøe

a) Ber. Bunsenges. Phys. Chem. 91, 1292 (1987)

b.) in: Physics and Chemistry of Small Clusters, Plenum 1987, S. 909

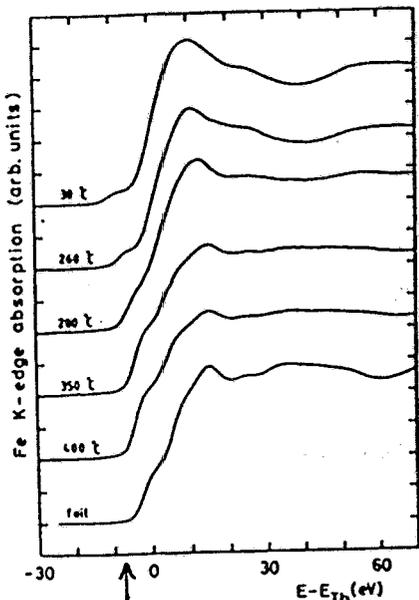
Untersuchungen am HASYLAB durchgeführt (EXAFS II)

Probenpräparation:

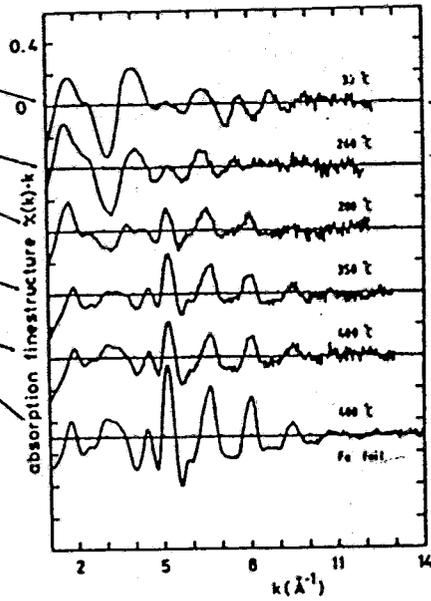
Fe- und Al-Nitrat gemeinsam abgedreht und danach calciniert.  
zwei unterschiedliche Promotoren: K bzw. Co

Reduktion der Katalysatorsubstanz in H<sub>2</sub>-Atmosphäre bei ansteigender Temperatur (30 - 400°C). Bei verschiedenen Temperaturen wurden EXAFS-Spektren gemessen.

K - Promotor

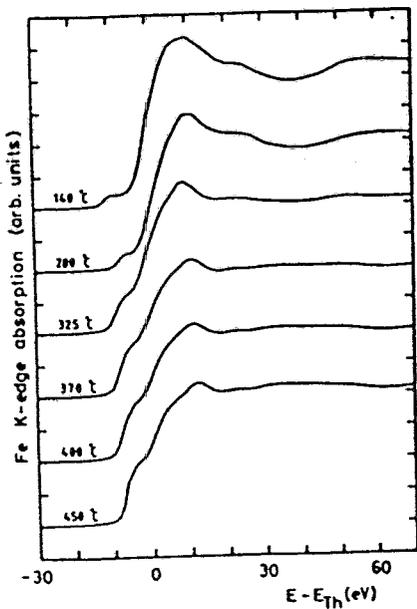


Reduktion beendet bei  $\approx 350^\circ\text{C}$

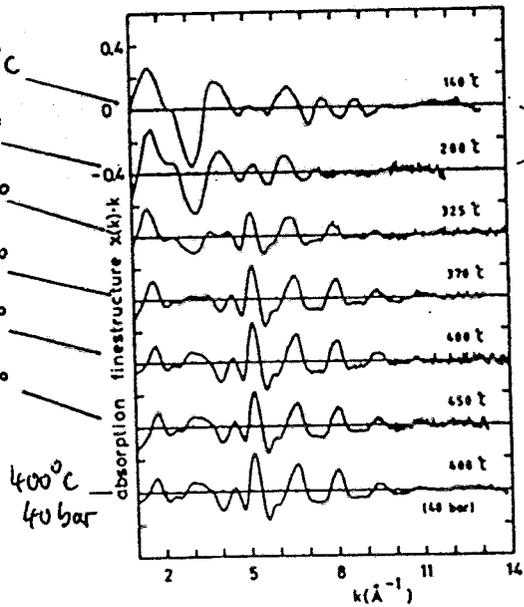


gleiche Struktur

Cs - Promotor



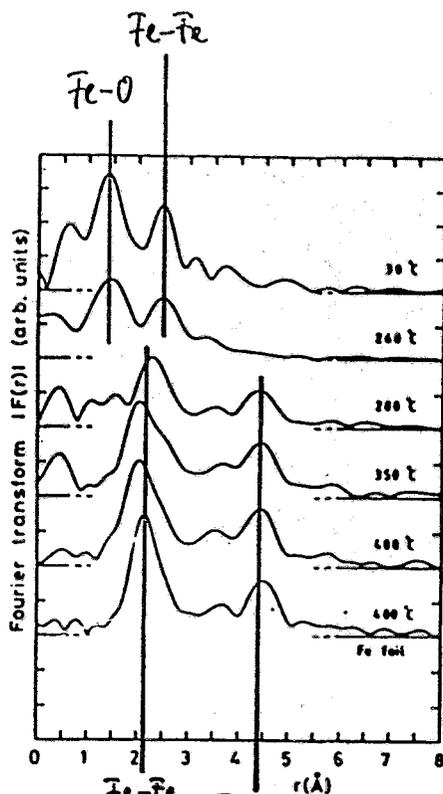
Reduktion beendet bei  $\approx 370^\circ\text{C}$



gleiche Struktur

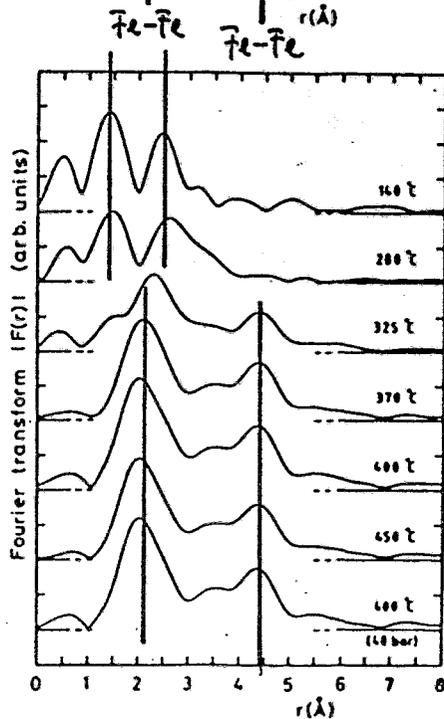
Bei  $280/310^\circ\text{C}$  ändert sich die EXAFS  $\rightarrow$  Fe-Teilchen wachsen  
 $\begin{matrix} \text{K} & \text{Cs} \\ | & | \end{matrix}$   
 Ab  $350/370^\circ\text{C}$  EXAFS sehr ähnlich der von Fe-Folie

K-Promotor



30°C  
 260°  
 280° ← 330°C : NH<sub>3</sub> Produktion beginnt  
 350°  
 400°  
 400°, Fe-Folie

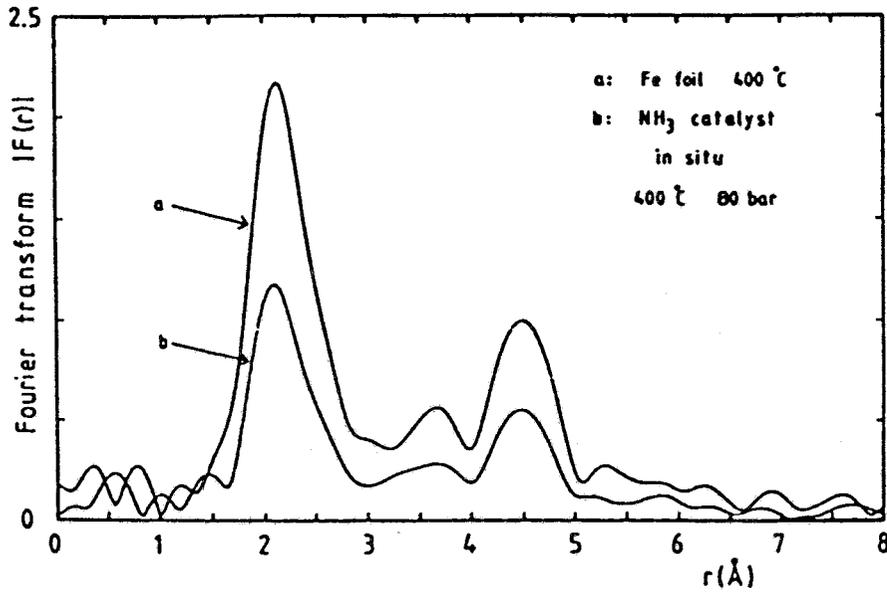
Co-Promotor



⇒ Reduzierter Katalysator hat Struktur wie bcc-Fe

⇒ Vergleich der Koordinationszahlen ergibt Teilchengröße von einigen 10 Å.

Nächster Schritt: XANES/EXAFS der Promotoren untersuchen



K-Promotor

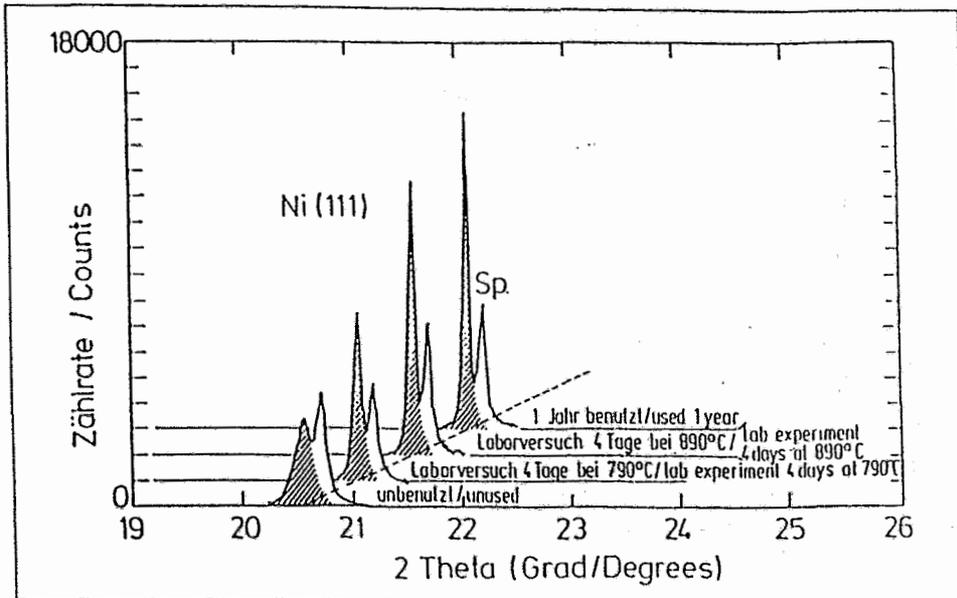
Abnahme der Koordinationszahl  $\rightarrow$  kleinere Teilchengröße

# Pulverdiffraktometrie (XRD) am Spaltkatalysator

Ni-Teilchen auf Substrat (Spinell)

Erdgas (allgemein: Kohlenwasserstoffe)  $\rightarrow$   $H_2 + (O + CO_2)$

Betriebstemperatur:  $850^\circ C$ , Aktivität läuft nach einigen Monaten nach



Teilchengröße: Einkristalle: Scharfe Reflexe  
Polykristalline Substanzen: Breite Reflexe  
Amorphe " : Sehr breite, schwache Beugungsstrukturen

$\Rightarrow$  Ni-Teilchen "wachsen" durch Sinterung von ursprünglich  $200 \text{ \AA}$   $\phi$  auf  $1200 \text{ \AA}$   $\Rightarrow$  geringere aktive Oberfläche

## Beugungsexperimente an amorphen Substanzen

$n$ -Komponenten :  $n \cdot (n+1) / 2$  unabhängige partielle Paarverteilungen  
 $\Rightarrow n \cdot (n+1) / 2$  Beugungsexperimente mit unterschiedlichen Atomformfaktoren notwendig

$\Rightarrow n$  EXAFS-Messungen notwendig, da Anfangsatom ausgewählt werden kann und Nachbaratome identifiziert werden können (Idealfall!)

Für  $n = 2/3$ :  $3/6$  Beugungsexperimente  
 $2/3$  EXAFS-Messungen

$\Rightarrow$  EXAFS besonders wichtig bei vielkomponentigen oder verdünnten Systemen

## Röntgenbeugung an mehrkomponentigen Systemen

Einzelne Messung der Streuintensität liefert totalen Strukturfaktor

Faber-Ziman -  $S(q)$ :

$$S_{FE}(q) \propto \sum_{\alpha} \sum_{\beta} c_{\alpha} c_{\beta} f_{\alpha} f_{\beta}^{*} S_{\alpha\beta}(q)$$

↑ ↑  
Atomfaktoren

$$f(q, E) = f_0(q) + f'(E) + i f''(E)$$

↑  
 $\propto \mu(E)$

Kramers-Kronig-Relation:

$$f'(E_0) = \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\bar{E} f''(E)}{E_0^2 - E^2} dE + \delta f'$$

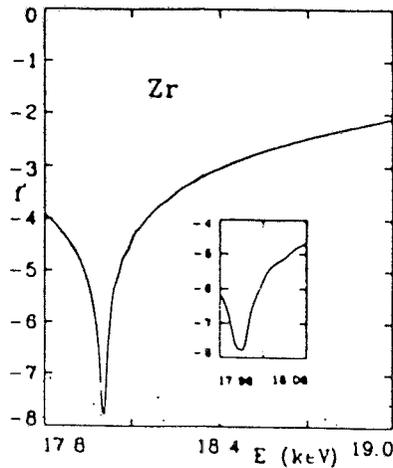
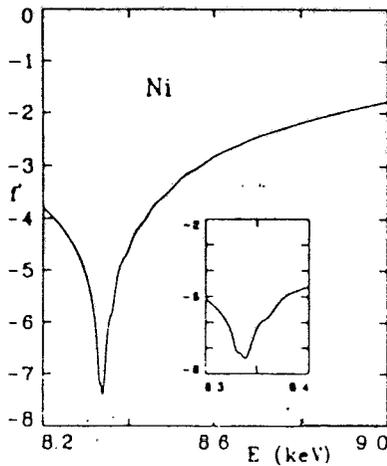
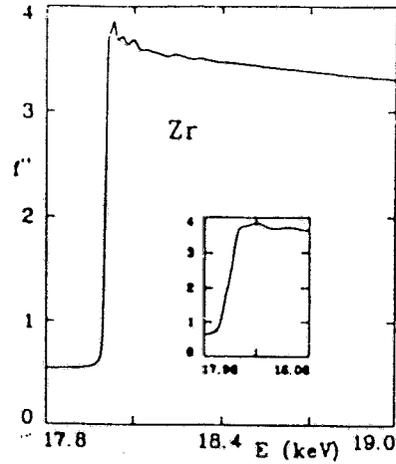
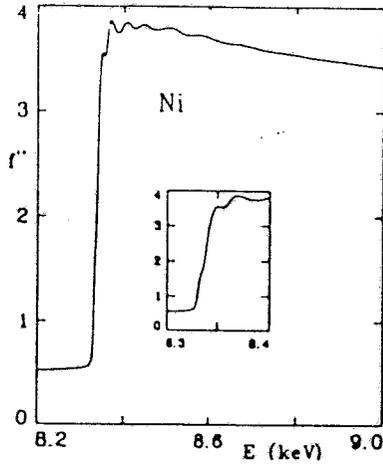
relativistische Korrektur  
 $\delta f' = \frac{5}{3} \cdot \frac{E_{tot}}{mc^2}$  totale Energie des Atom  
0...-3,  
z.B. Zn:  $\delta f' = -0.159$

- ⇒ starke Variation von  $f'$  an Absorptionskanten
- ⇒ Möglichkeit zur Trennung partieller Strukturfaktoren

# Anomalous dispersion

$$f(E, q) = f_0(q) + f'(E) + i f''(E) \quad (\text{nicht relativistisch})$$

$\swarrow$   $\searrow$   
 Kramers-Kronig-Transformation



$f'$  und  $f''$  für  $\alpha$ -NiZr<sub>2</sub> (Paul, Press, Frahm, HASYLAB  
Jahresbericht (1988))

# Neue Methoden

## Messung der Feinstruktur in einem Braggreflex

BREFS – Bragg reflectivity extended fine structure  
(Arcon et al., Univ. Ljubljana)

DAFS – Diffraction anomalous fine structure  
(L.B. Sorensen et al., Univ. Washington)

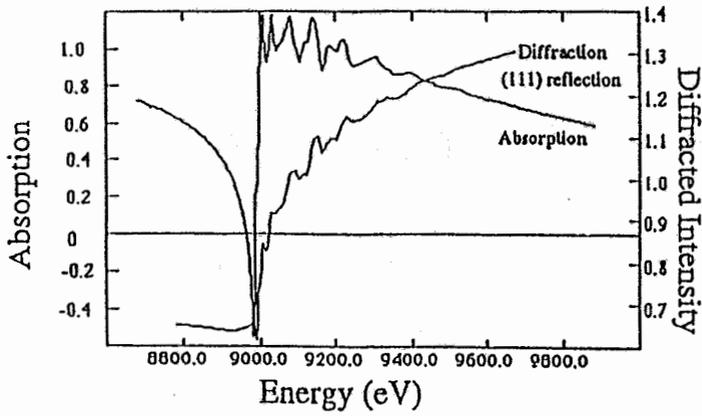
DIFFRAXAFS – Diffraction XAFS  
(I. Pickering et al., EXXON)

### Referenzen:

NSLS-Nutzertreffen, Upton, Mai 1992

ICAS-Konferenz, Malente / Hamburg, August 1992

H. Stragier et al., PRL 69, 3064, 23. Nov. 1992



## XAFS and DAFS Filtered First-shell Data

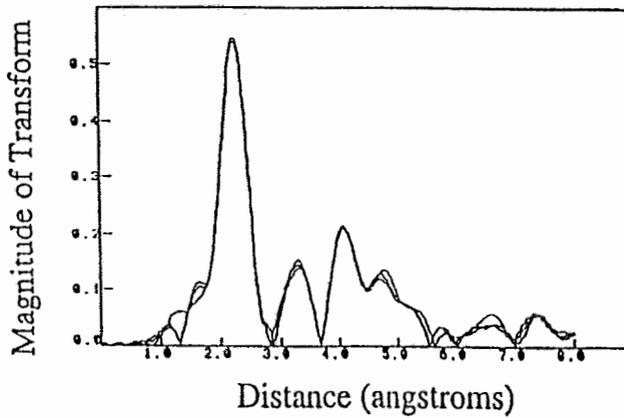
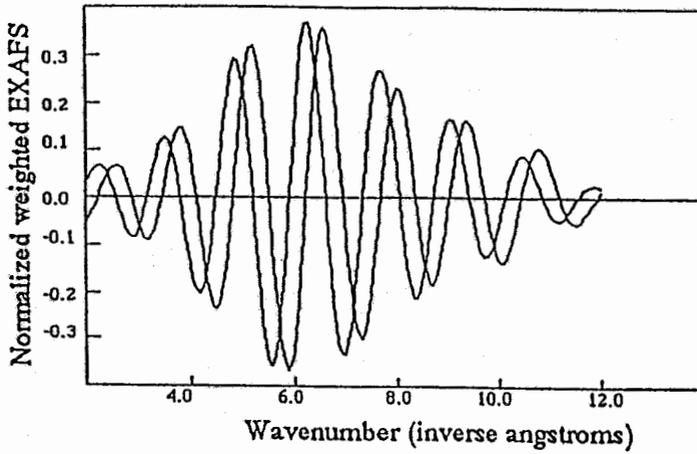
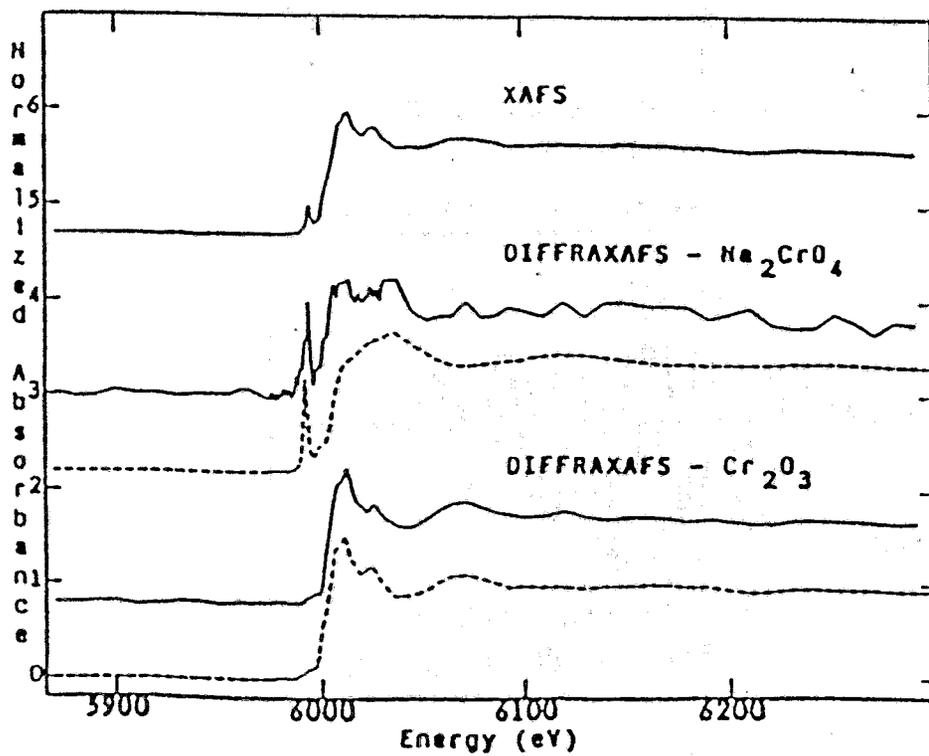
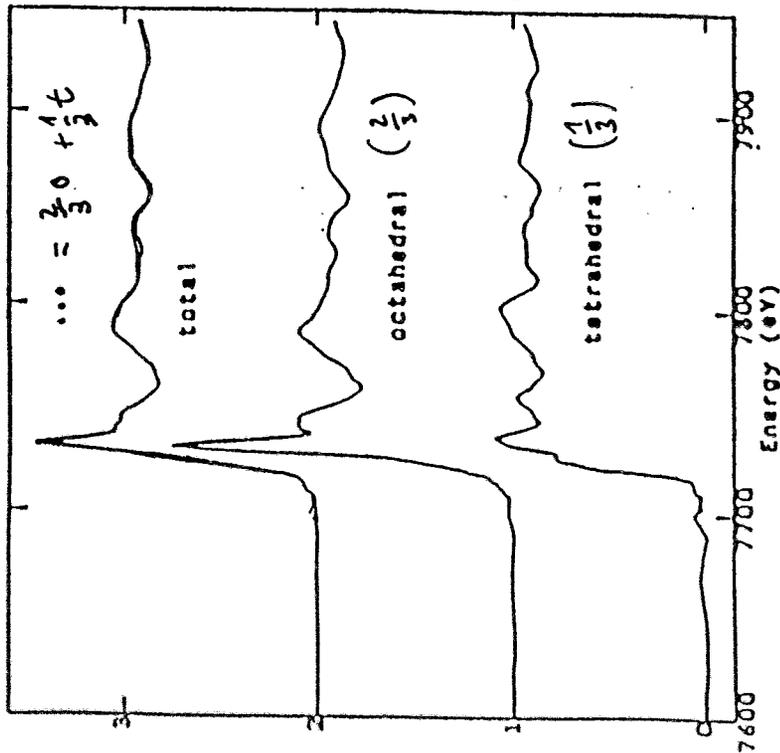


Fig. 34 Superposition of the EXAFS and DAFS spectra from a copper crystal: a) Raw data; b) Isolated first shell oscillations illustrating  $\pi/2$  phase shift; and c) Fourier transforms. J. O. Cross, II. Straigier, L. B. Sorensen (U. of Washington), C. E. Bouldin, and J. Woicik (NIST).

$\text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Na}_2\text{CrO}_4$  - Pulver, gemischt

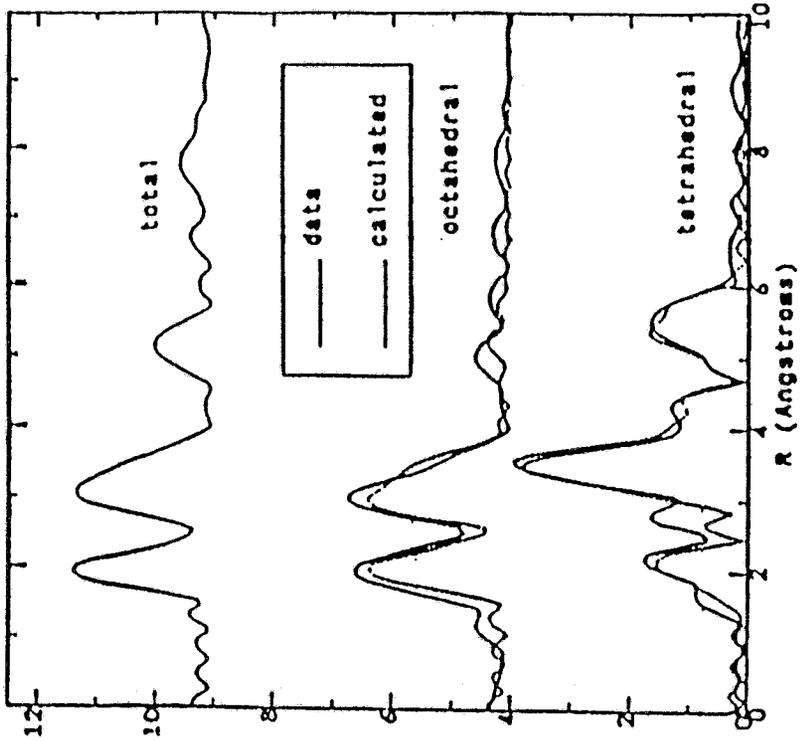


$\text{Co}_3\text{O}_4$  - Pulver



Bragg-peaks  
(422) / 1

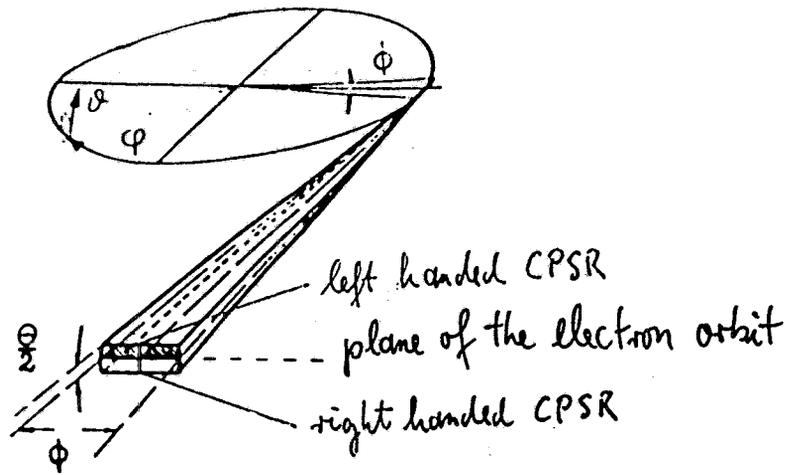
(222)



( äquivalente Positionen im Spinell )

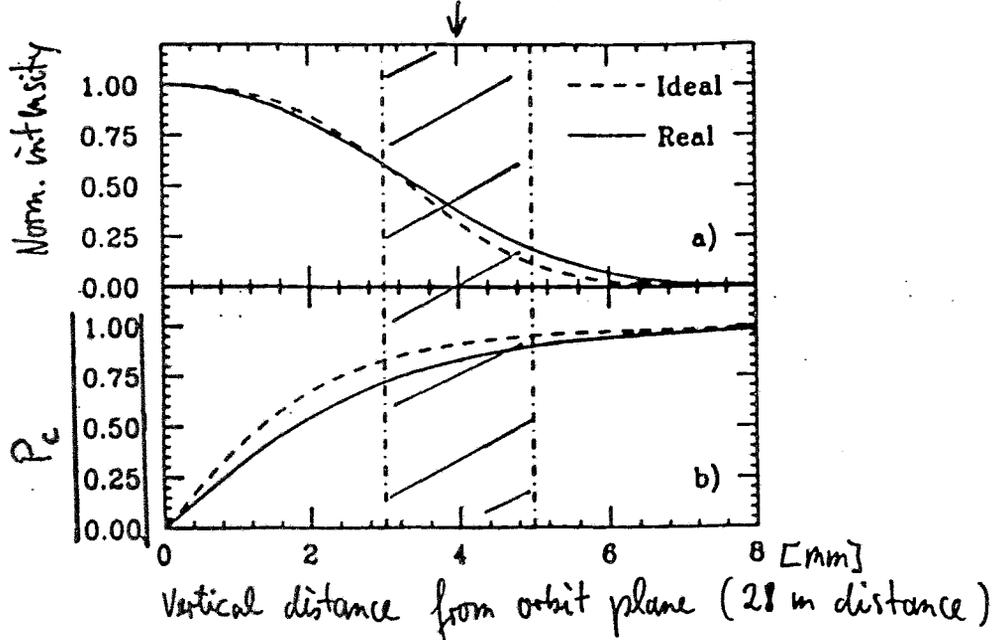
# Synchrotron radiation as source of circularly polarized X-ray

"Inclined view method"

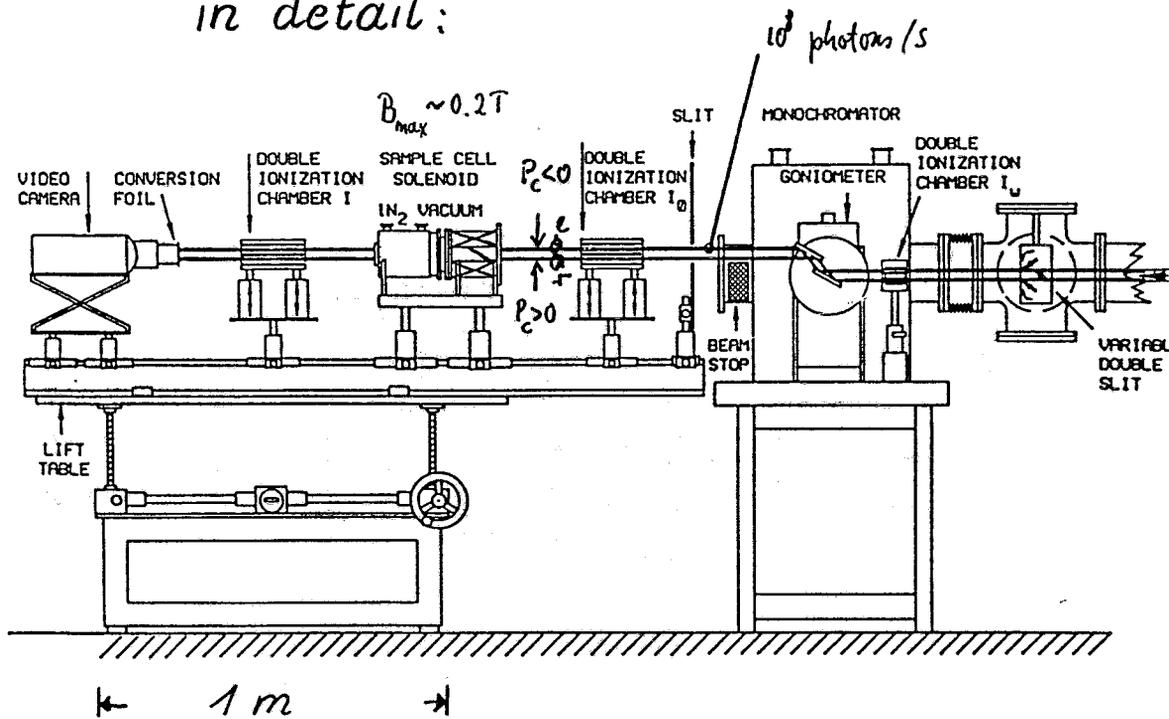


DORIS, 3.7 GeV, 100 mA, calculated intensity for  $E_{ph} = 10 \text{ keV}$

Typical angular acceptance



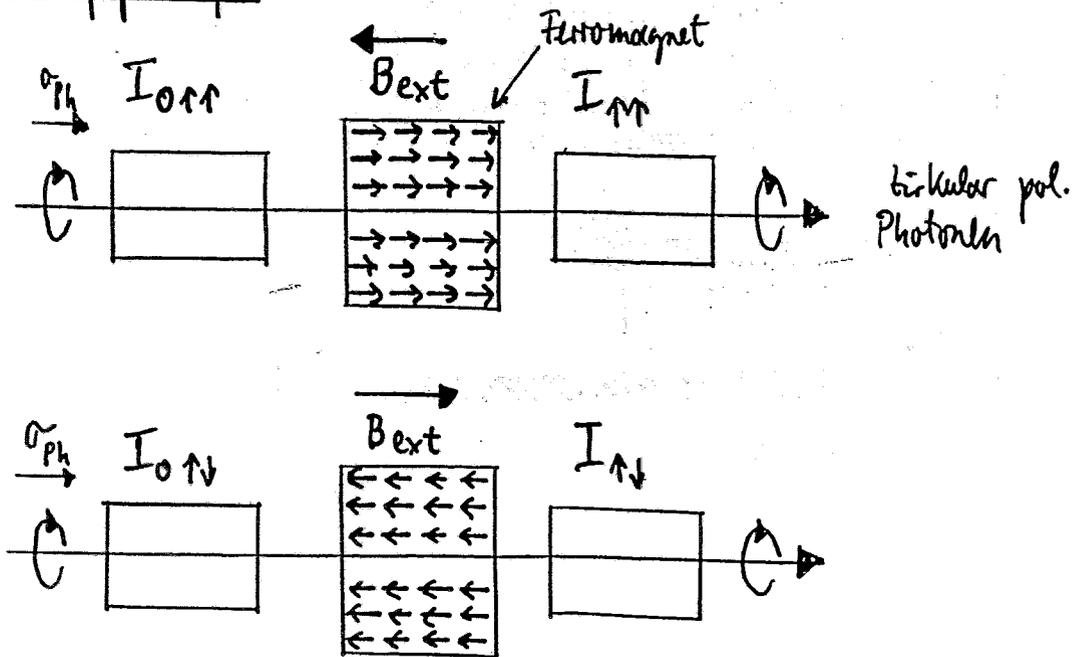
# Experimental setup in detail:



RÖMO II - experiment

Ziel: Abhängigkeit der Absorption von Richtung des Photonspins relativ zum Spin der Elektronen im Absorber

### Meßprinzip



### Spinabhängige Photoabsorption

$$\frac{\frac{I_{\uparrow \uparrow}}{I_{0 \uparrow \uparrow}} - \frac{I_{\uparrow \downarrow}}{I_{0 \uparrow \downarrow}}}{\frac{I_{\uparrow \uparrow}}{I_{0 \uparrow \uparrow}} + \frac{I_{\uparrow \downarrow}}{I_{0 \uparrow \downarrow}}} \approx \frac{I_{\uparrow \uparrow} - I_{\uparrow \downarrow}}{I_{\uparrow \downarrow} + I_{\uparrow \downarrow}} = \frac{\Delta I}{I} \neq 0$$

Werden spinpolarisierte Photoelektronen erzeugt

⇒ Absorption abhängig von Dichte der unbesetzten Zustände mit gleicher Spinrichtung

$$\text{Mit } \Delta g = g_{\uparrow\uparrow} - g_{\uparrow\downarrow}, \quad \mu = \mu_0 + \mu_c, \quad P_e = \frac{n_{\uparrow\uparrow} - n_{\uparrow\downarrow}}{n_{\uparrow\uparrow} + n_{\uparrow\downarrow}}$$

$$\frac{\mu_c}{\mu_0}(E) = P_e \frac{\Delta g}{g}(E)$$

$$\frac{\mu_c}{\mu_0} = \frac{\Delta I/I}{P_{c, \text{eff}} \text{ Meff} \ln \frac{I}{I_0}}$$

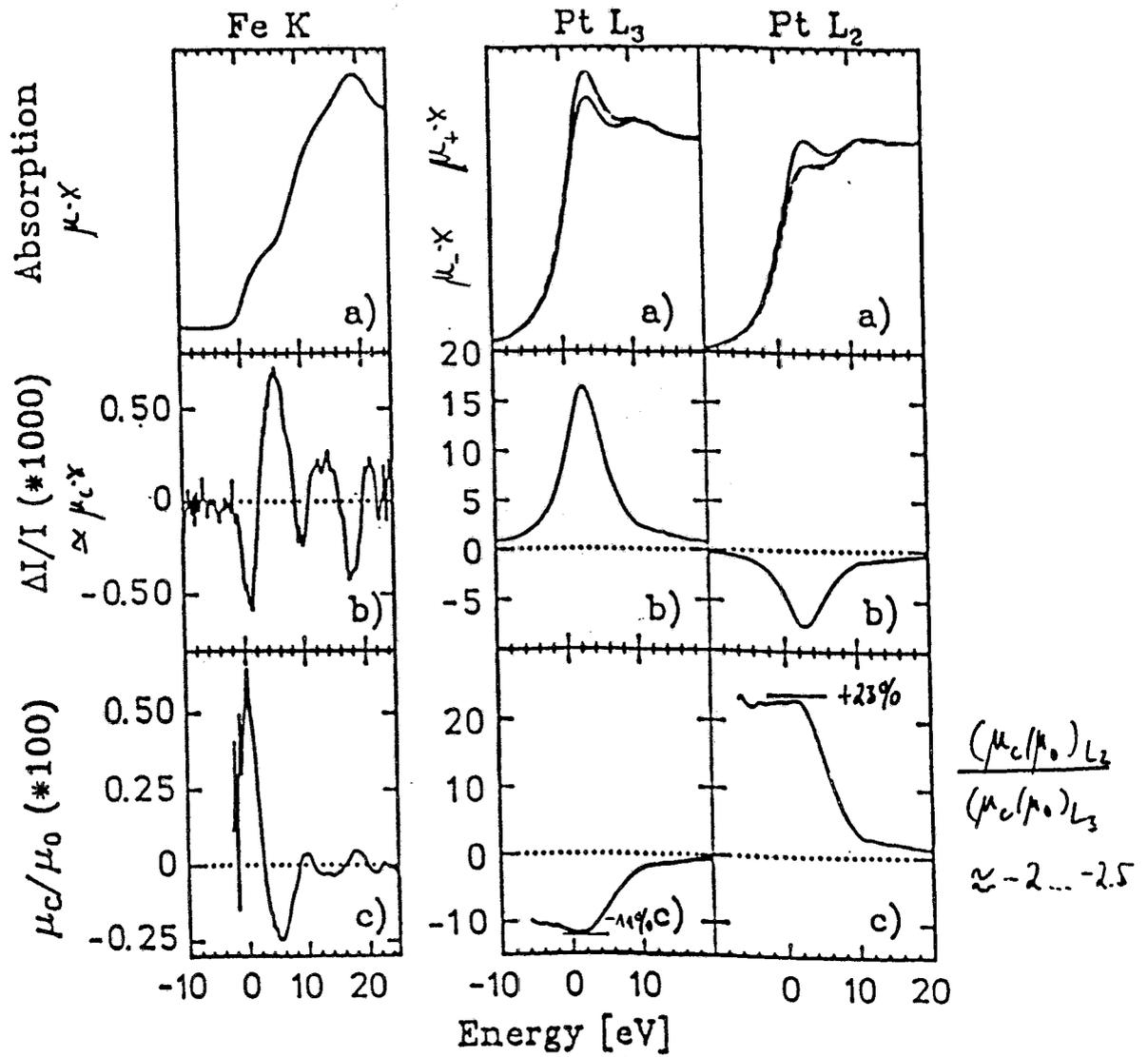
$P_e$  kann für freie Atome berechnet werden

<u>Gd</u>	$L_1$ -Kante	-0.15
	$L_2$ - "	-0.45
	$L_3$ - "	+0.2

<u>Fe, Co, Ni</u>	K-Kante	+0.01
-------------------	---------	-------

⇒ L-Kanten zeigen größte Effekte

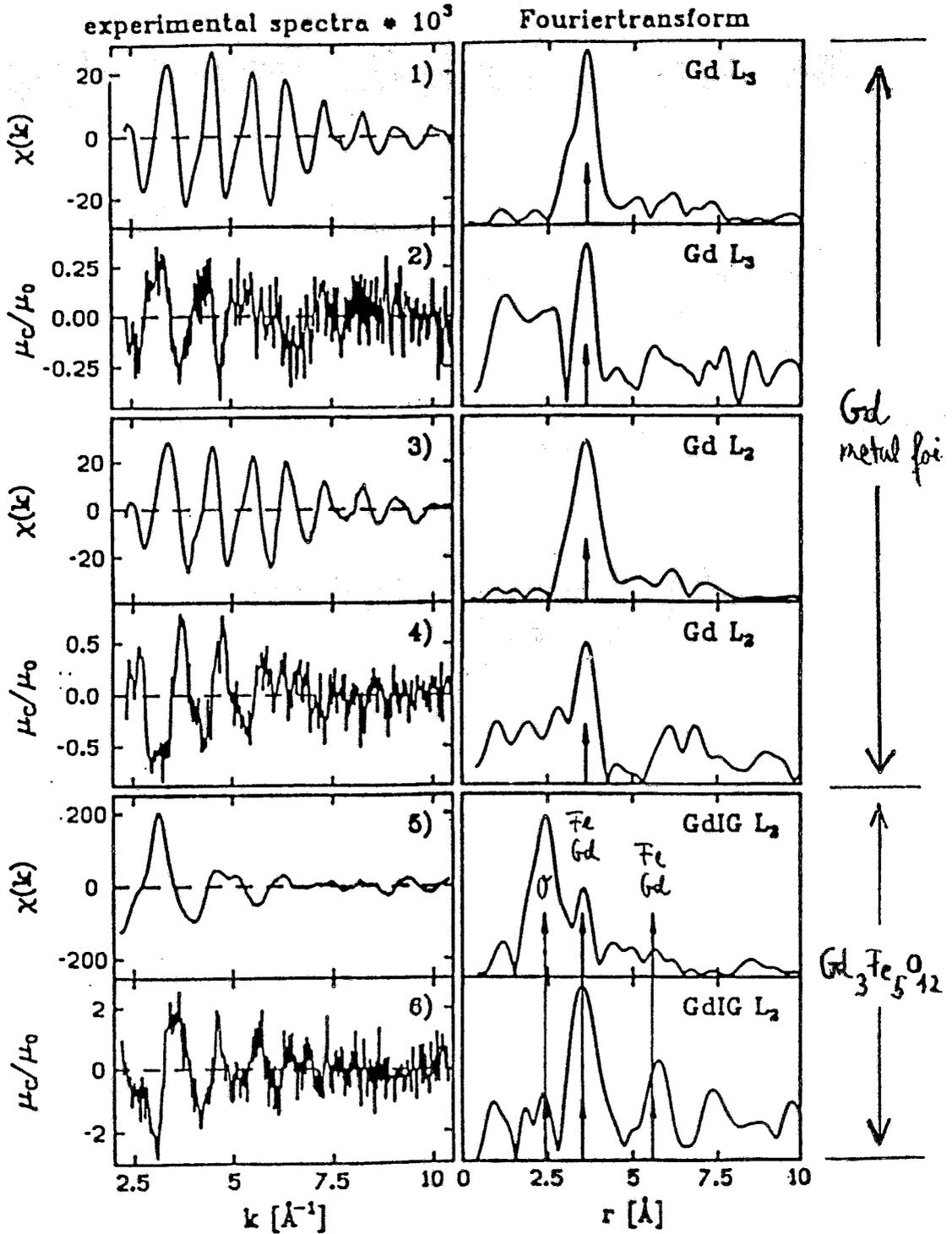
# Spinabhängige Absorption einer Fe<sub>80</sub>Pt<sub>20</sub>-Legierung



Große Effekte: Erste Methode,  
 $\rho_c$  im Röntgenbereich zu messen

Spin-dependent EXAFS (SPEXAFS)

(PRL 62, 2620 (1989))



All spectra measured at  $T \approx 100\text{K}$

## Neueste Entwicklung: Zeit aufgelöste Strukturuntersuchungen

z.B.:

atomare Struktur { Chemische Reaktionen, Reaktionskinetik (z.B. Katalysatoren)  
Phasenumwandlungen als  $f(p, T, \dots)$   
Oberflächenstrukturen als  $f(\text{Belastung}, t, T, \dots)$

Elektronische Struktur { Valenz einzelner Atomsorten

Magnetische Struktur { Magnetische Nahordnung als  $f(p, T, \dots)$   
Lokale Magnetisierung

## QEXAFS (Quick scanning EXAFS)

[ R. Frahm, Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res. A270 (1988), 578  
" , Rev. Sci. Instrum. 60 (1989), 2515  
" , Habilitationsschrift, Rostock (eingereicht), 1992 ]

Konventioneller EXAFS-scan : step by step mode,  
typische Meßzeit : 15 min.

QEXAFS-scan : Motoren laufen quasi kontinuierlich,  
typische Meßzeit : 5 s für EXAFS } 0,01-0,03s / Datapunkt  
≤ 1 s " XANES }

|| Standard EXAFS-Experiment wird verwendet ||

⇒ Messungen in Fluoreszenz etc. möglich  
großer Spektralbereich in einem Experiment (~ 15 keV)

### Gegenwärtige QEXAFS-Experimente

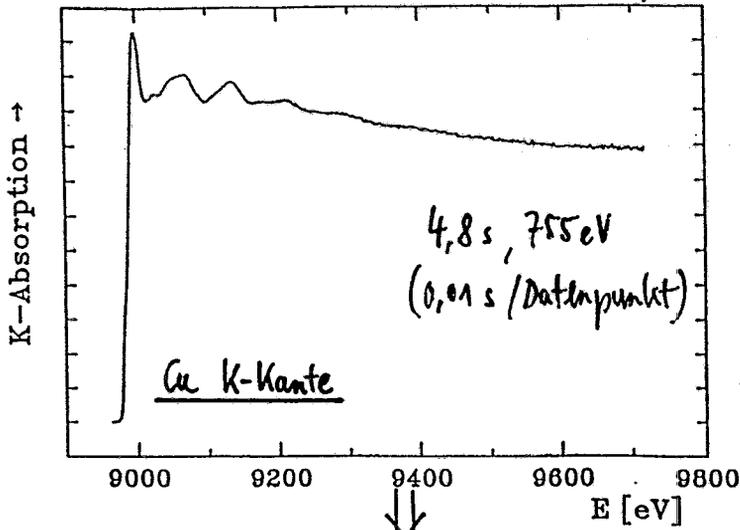
Mehrere Experimente am HASYLAB (EXAFSF-Programm)

LURE (Orsay bei Paris, P. Lagarde et al.)

SRS (Daresbury, B. Edwards et al.)

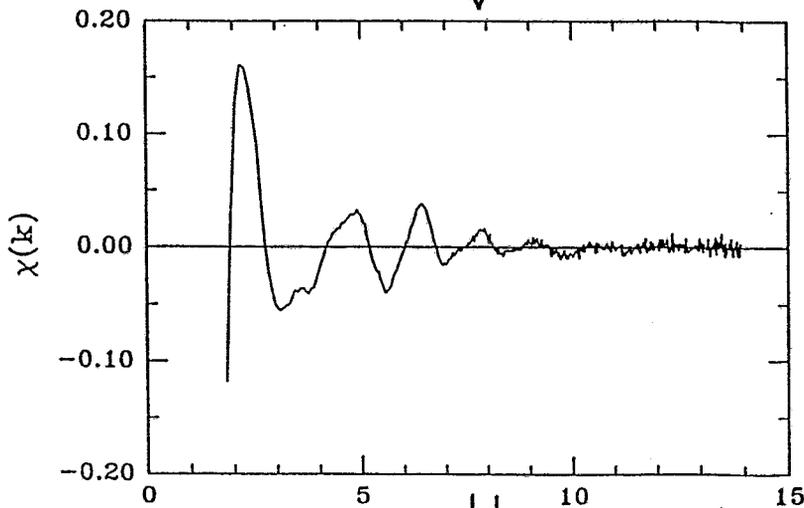
SSRL (Stanford, BL 10.2, EXAFSF-Programm)

NLSL (X-MA, EXAFSF-Programm)

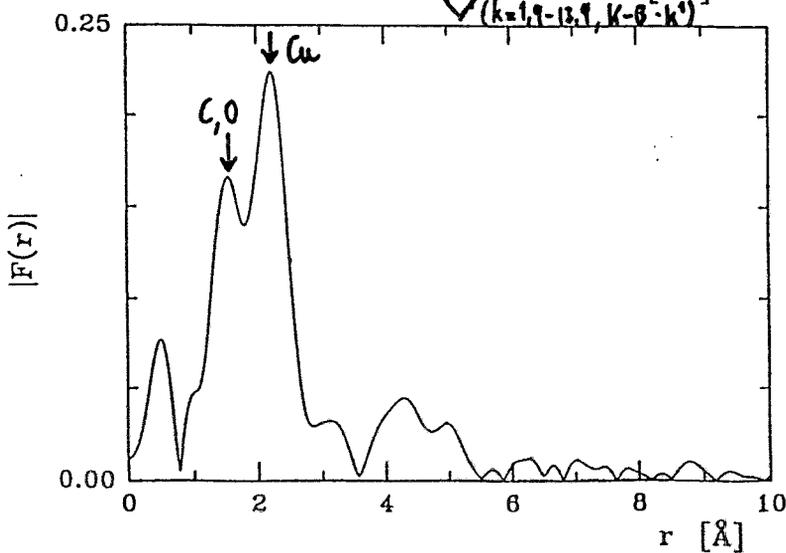


Ex situ:

500 Å W  
+ 5 Monolagen Cu  
+ ≈ 10 Å C-Abdeckung

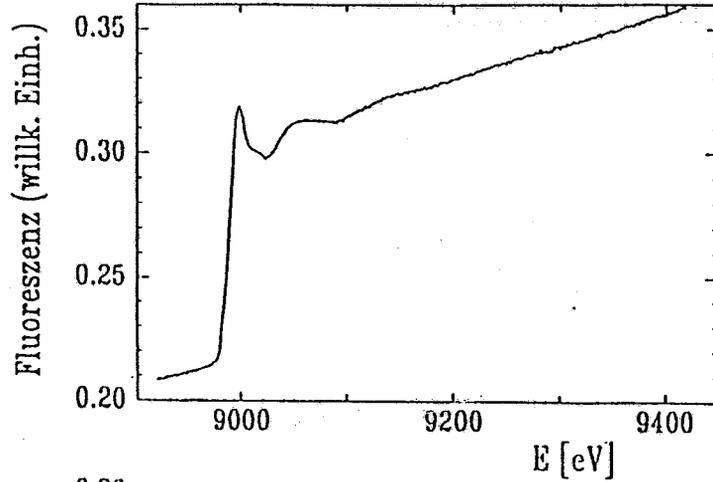


↓  
(k=1,9-13,9, k-B·k')

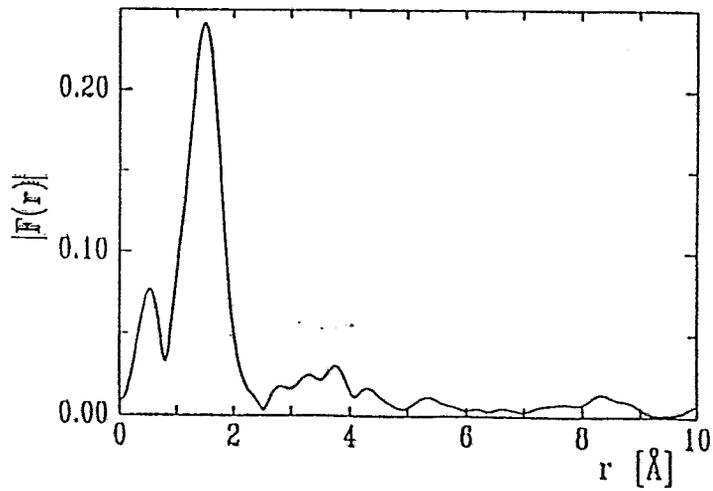
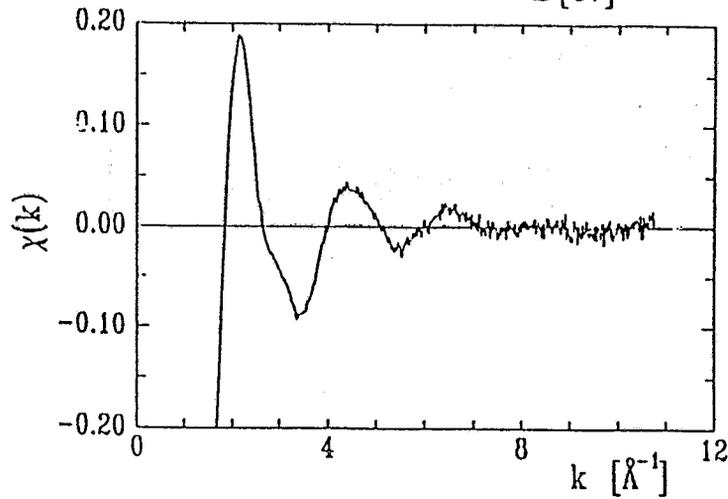


(W Cu 041 O. 2 H 17)

0.5 ML Cu / 500 Å W + 10 Å C



18.4s Scanzeit  
0.03 s / Datenpunkt



## Energy dispersive EXAFS (DEXAFS)

First Experiments:

T. Matsushita et al., Jpn. J. Appl. Phys. 20, 2223 (1981)

R.P. Phizackerley et al., Appl. Cryst. 16, 220 (1983) <sup>SSRL (Stan)</sup>

⇒ A. Fontaine et al., z.B. NIM A246 452 (1986) LURE (Orsay)

→ 2 Experiments am SRS (Daresbury)

[ 1 Experiment Photon Factory (T. Matsushita) (Tsukuba) ]

⇒ ab 1988: HASYLAB

FT Ostfriesland

M. Hagedorn

S. Cunis

P. Rabe

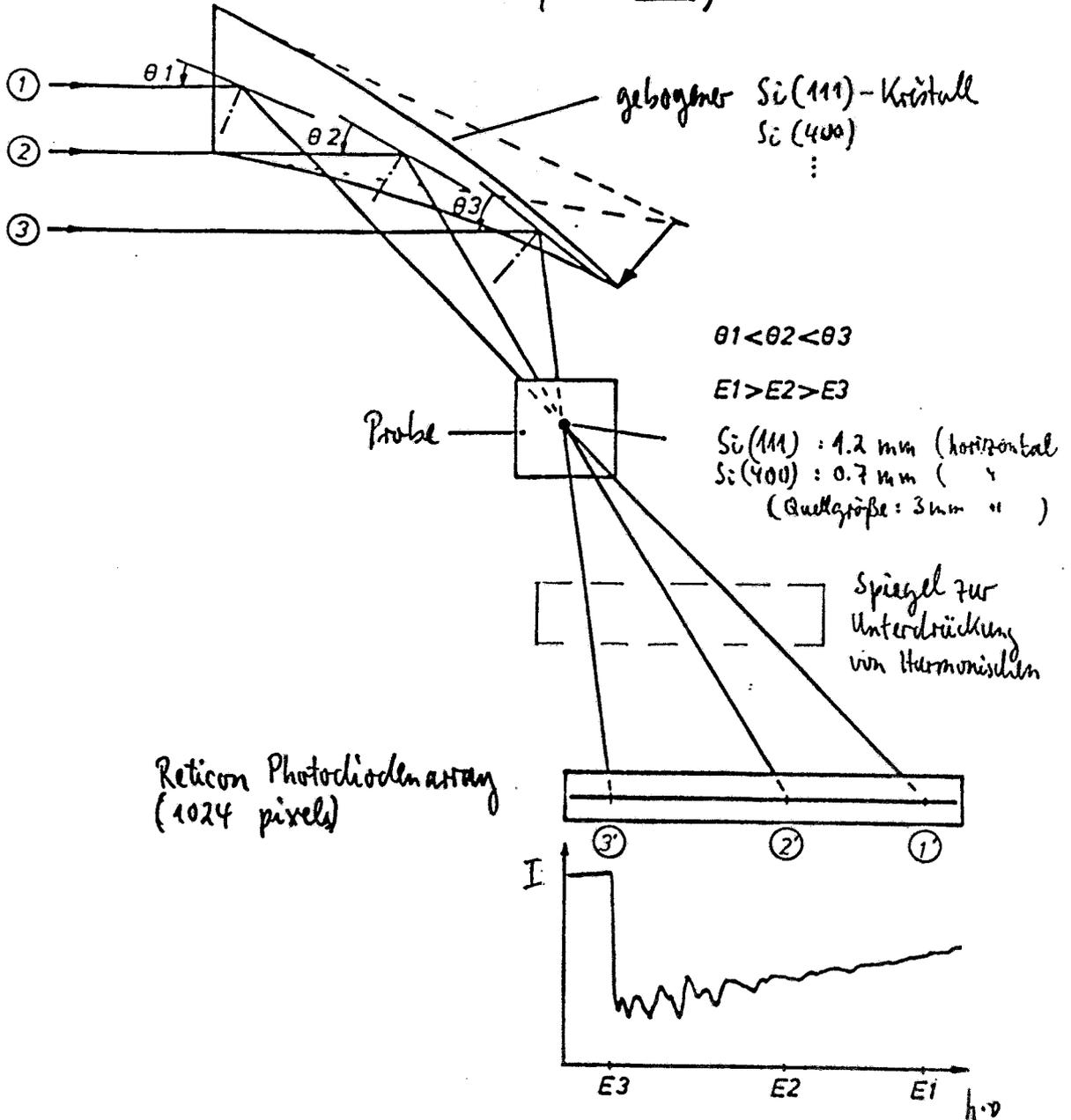
Haldor Topsoe

W. Niemann

HASYLAB

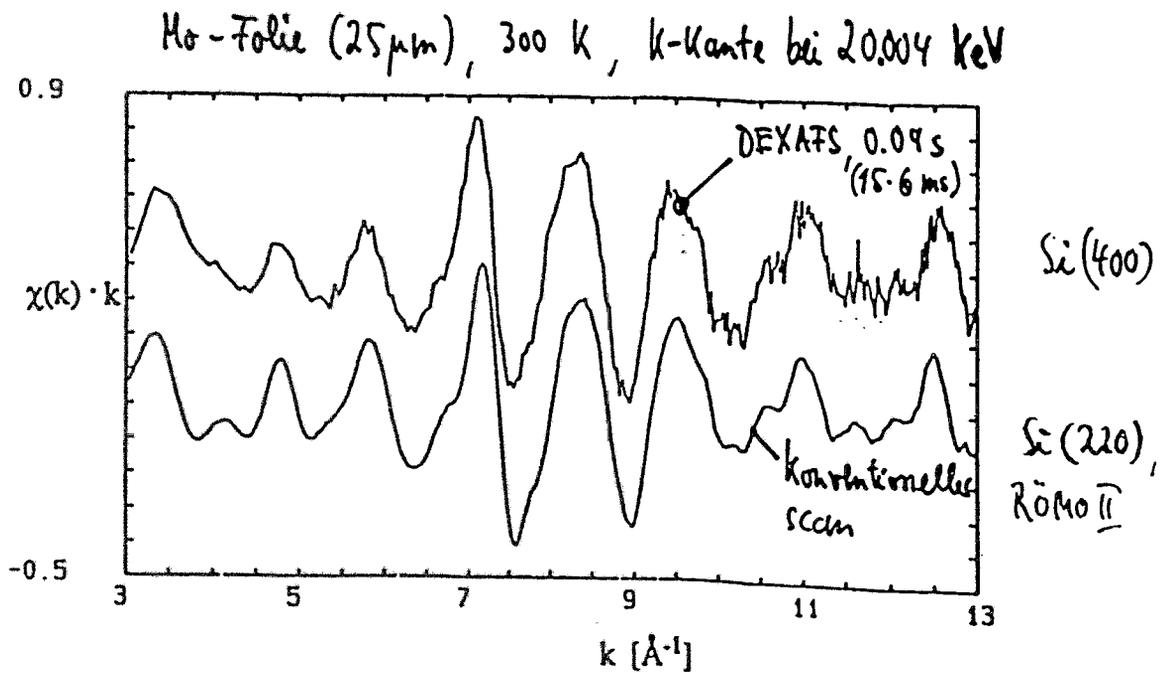
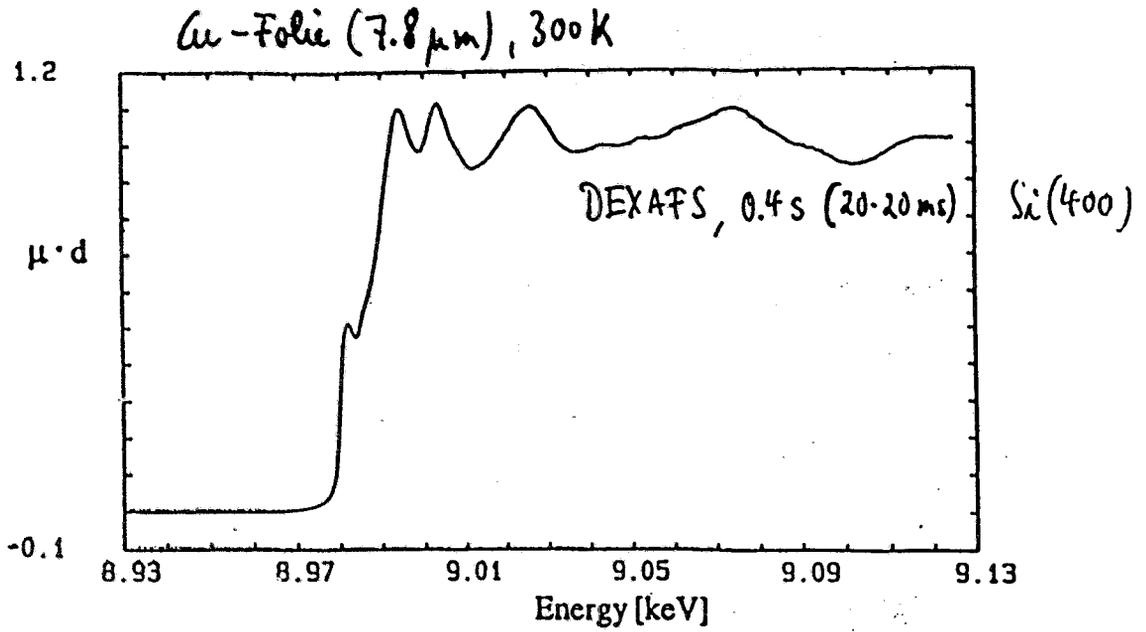
R. Frahm

DEXAFS (Energiedispersive EXAFS) (Hagelstein, Guro, Frahm, Kiemann, Rahe, Physica B 158, 324 (1989))



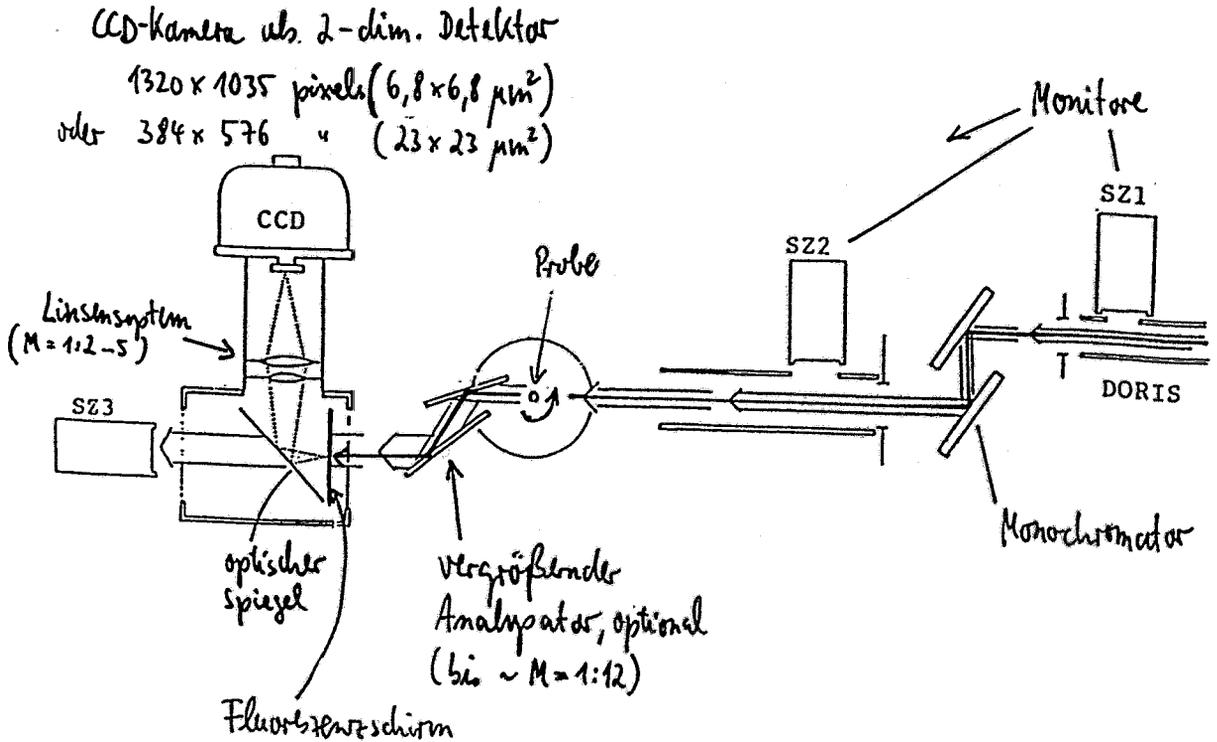
Zeitauflösung im ms-Bereich  
 Nur Transmissionsmessung möglich

(Hinweis: Kleine echte Fokussierung für eine Photonenenergie !)



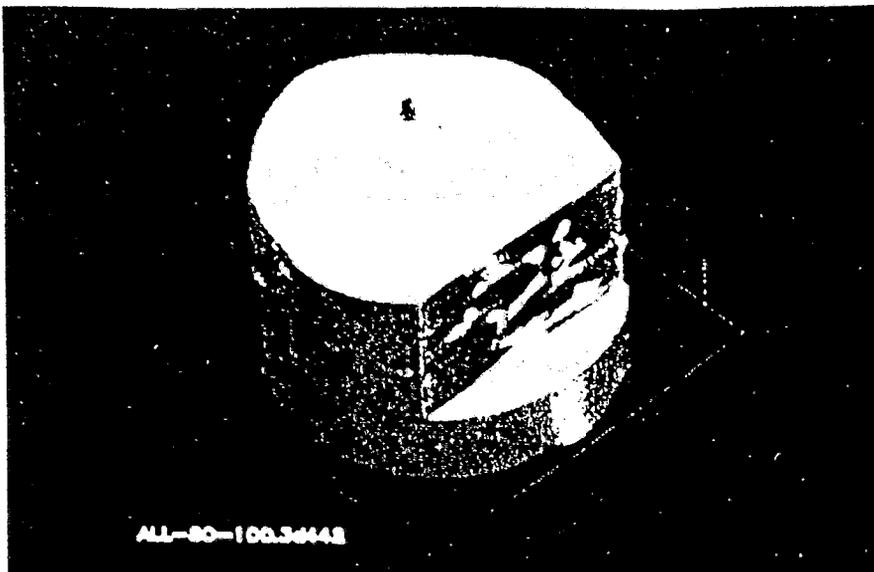
# Mikrotomographie am HASYLAB

Ziel: Zerstörungsfreie, elementenspezifische 3-dimensionale Materialforschung mit  $\mu\text{m}$ -Auflösung (z.B. Katalysatoren, neuartige Werkstoffe ...)



Räumliche Auflösung:  $10 \mu\text{m}$  ( $\text{CaWO}_4$  Einkristall als Fluoreszenzschirm)  
 $5 \mu\text{m}$  (mit 2-fach vergrößerndem Analysator)

Weitere Optimierung:  $\approx 1 \mu\text{m}$

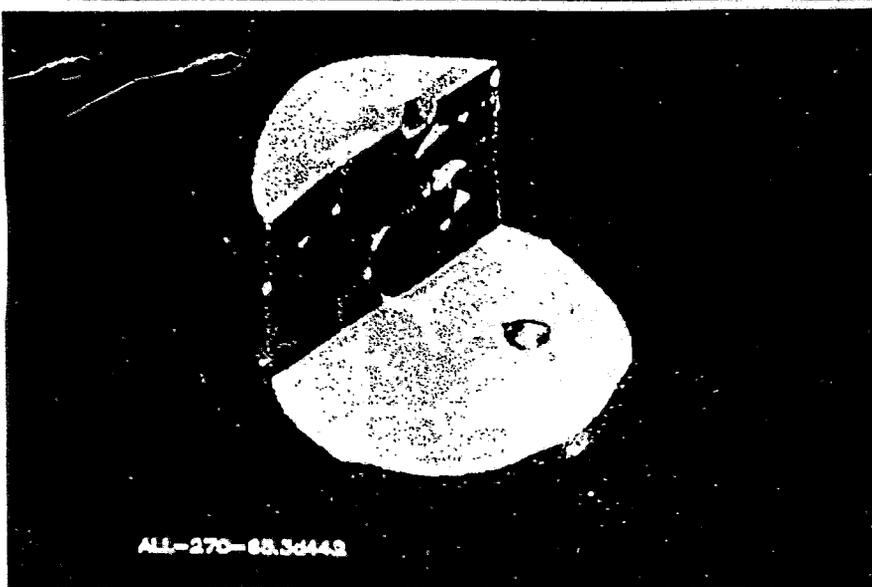


ALL-80-100.3d448

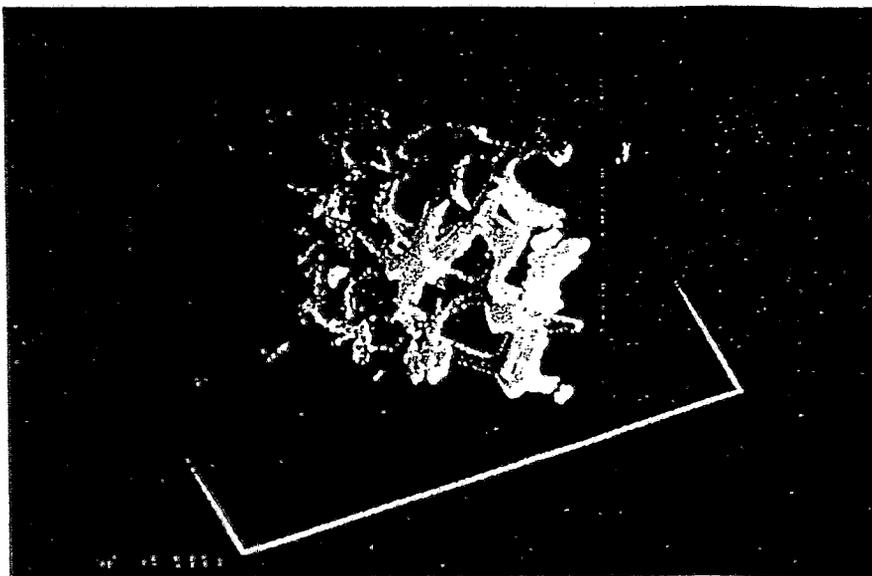
Probe:

C-Trägermaterial  
mit Cu und I  
beschichtet  
(Katalysatormaterial)

ca. 2 mm  $\phi$



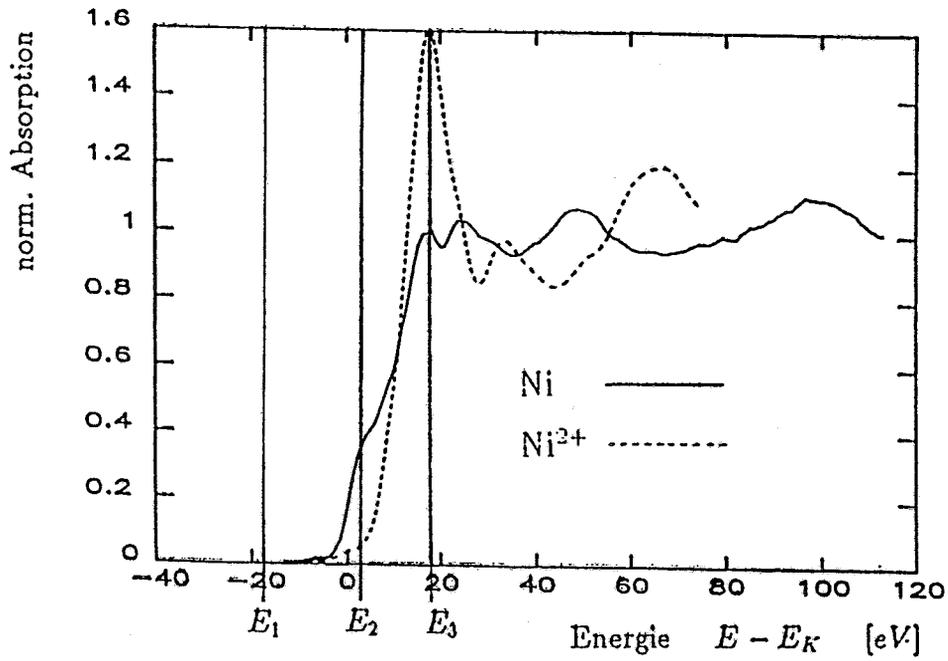
ALL-270-85.3d448



Cu-Dichte  
 $\geq 22 \text{ mg/g}$

Um Dortmund  
Sandia Natl.  
LLNL  
↓  
Livermore,

# Valenzselektive Mikrotomographie



XANES-Spektren  
von Ni-Folie  
und NiO-Pulver

⇒ Oxidationsstufen voneinander trennbar

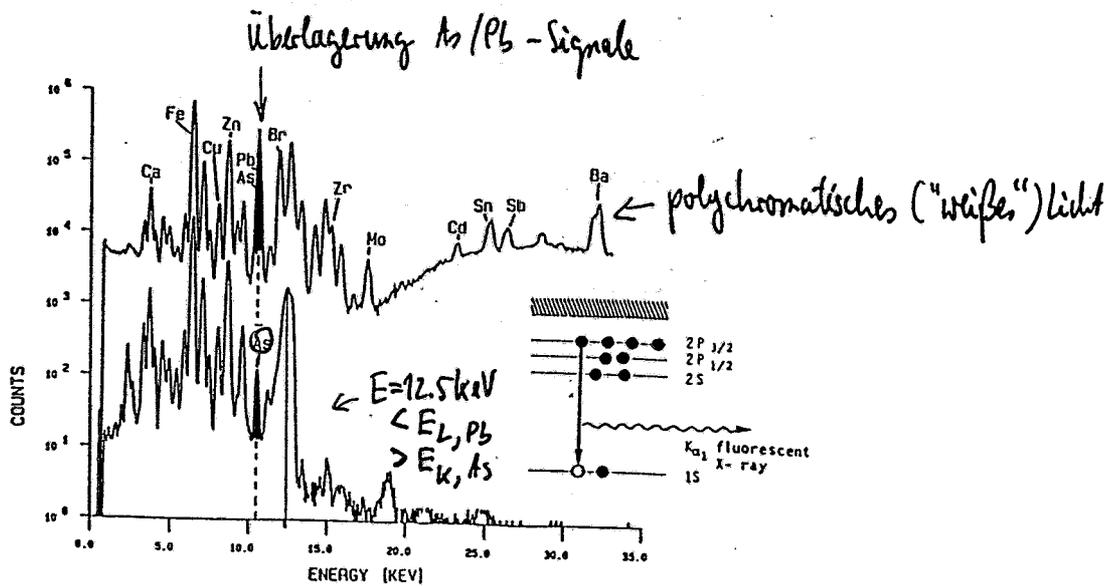
# Röntgenfluoreszenzanalyse

Nachweisgrenze:

"weißer" Strahl: 1 pg ... 10 fg, je nach Element  
oder 1-100 ng/cm<sup>2</sup>

Ortsauflösung: 1 ... 10 μm

Vorteil der Synchrotronstrahlung: Wählbarkeit der Anregungsenergie

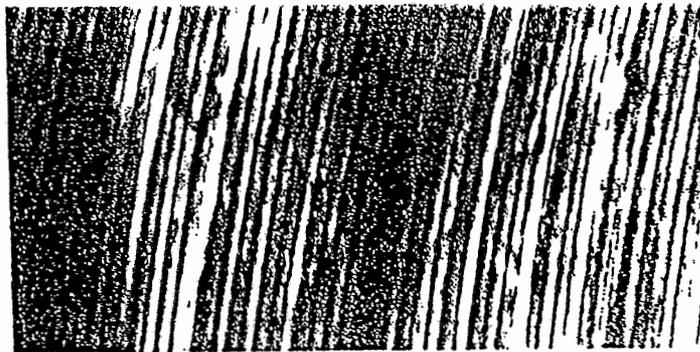


Fluoreszenzspektrum eines Aerosols

## Topographie

Strukturelle Defekte führen zu Gitterverzerrungen  
⇒ sichtbar im Bragg-Reflex

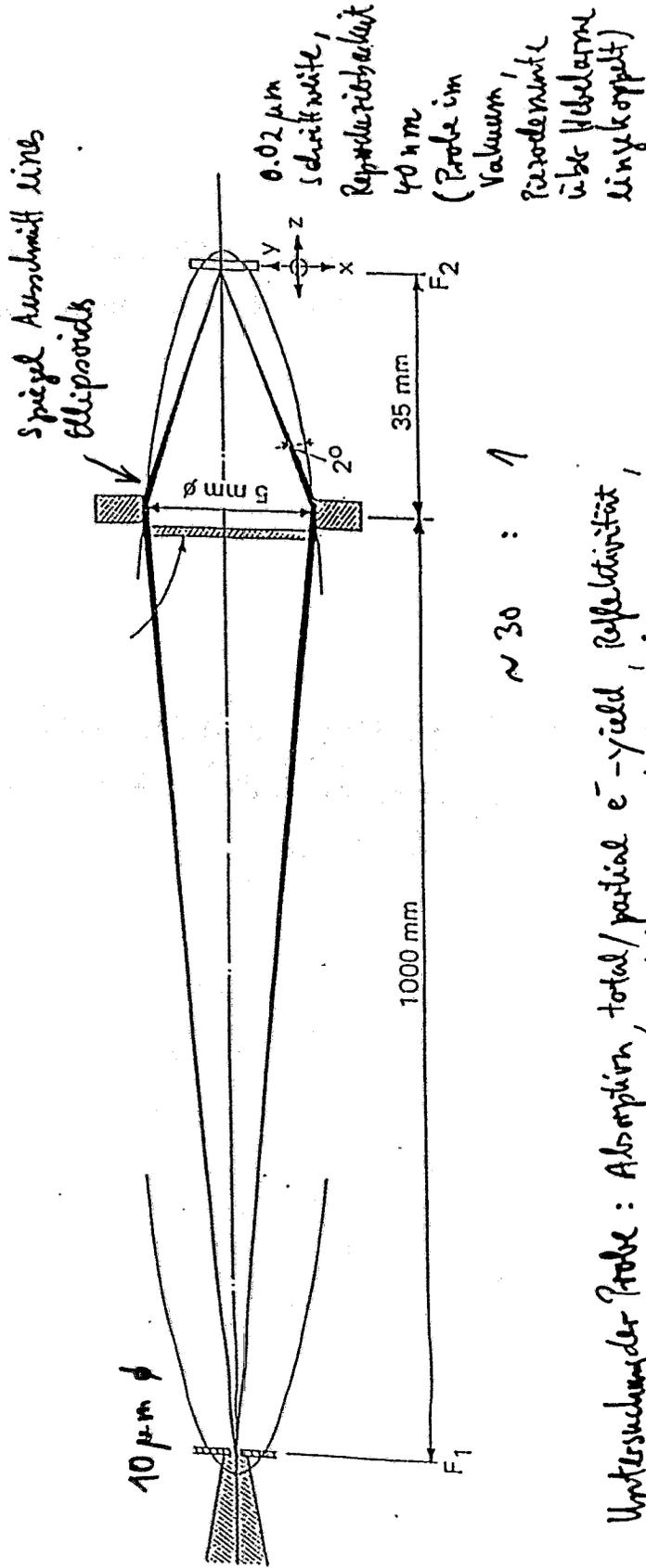
Beispiel: Streifenförmige Gitterverzerrungen von  $\frac{\Delta d}{d} = 10^{-7}$   
in einem Si-Kristall durch Temperaturschwankungen  
bei der Fächtung



6 mm

# Photoelektron - Rastermikroskop

$h\nu = 15 - 1500 \text{ eV}$  (C. Kunz et al., Univ. Hamburg)

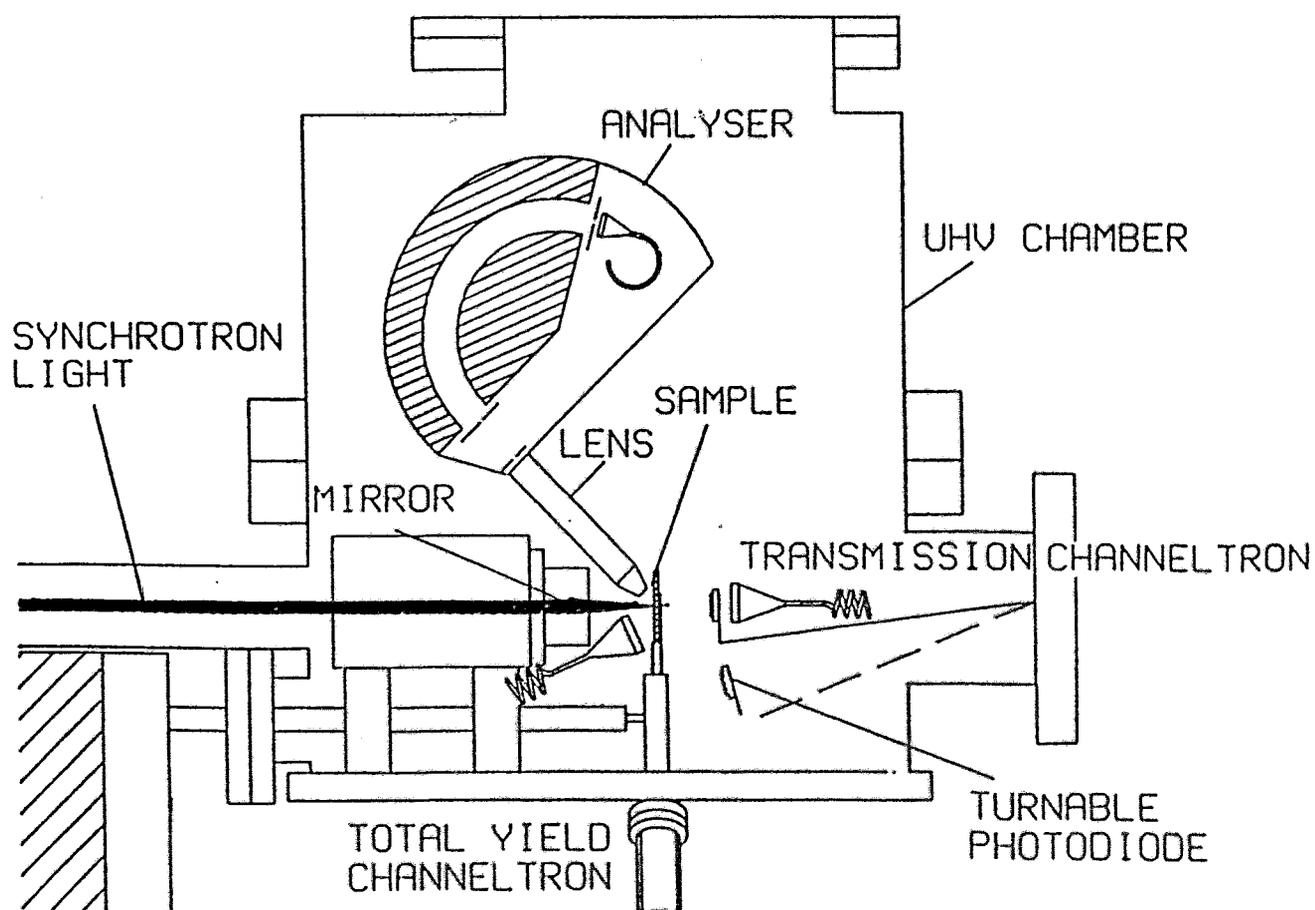


$\sim 30 : 1$

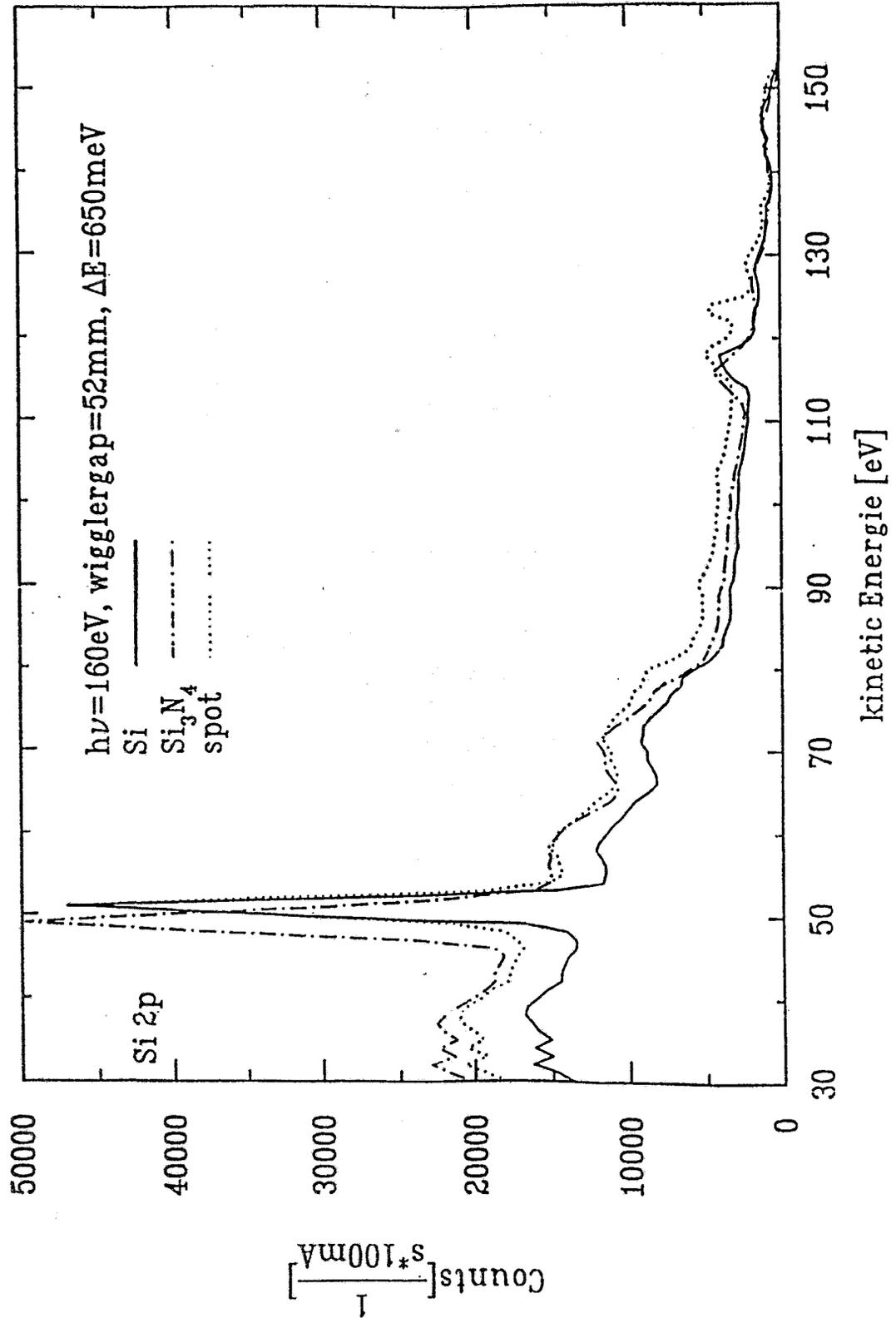
Untersuchung der Probe: Absorption, total/partial  $e^-$ -yield, Reflektivität, Fluoreszenz, photostimulierte Desorption  
 elementarspezifische Analyse (z.B. Halbleitersubstrate, Untersuchungen der Dotierung, Verunreinigungen...)

• **Detection :**

- Transmission.
- Total photoelectron yield.
- Fluorescence yield.
- Photoelectron spectroscopy :  
spherical analyser  $E/\Delta E = 75$ .



**Schematic of the detectors**

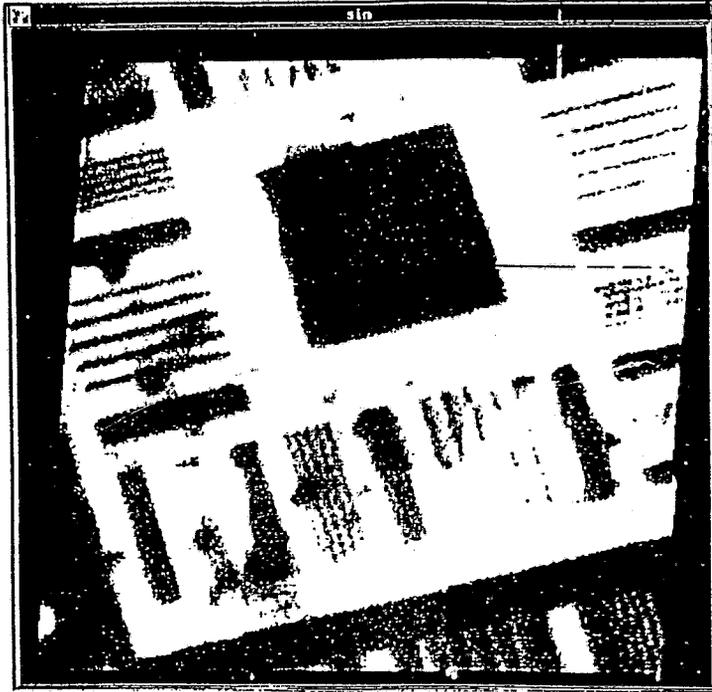


50µm

270x270 pixel  
≈ 400x410 µm<sup>2</sup>

Teststruktur:

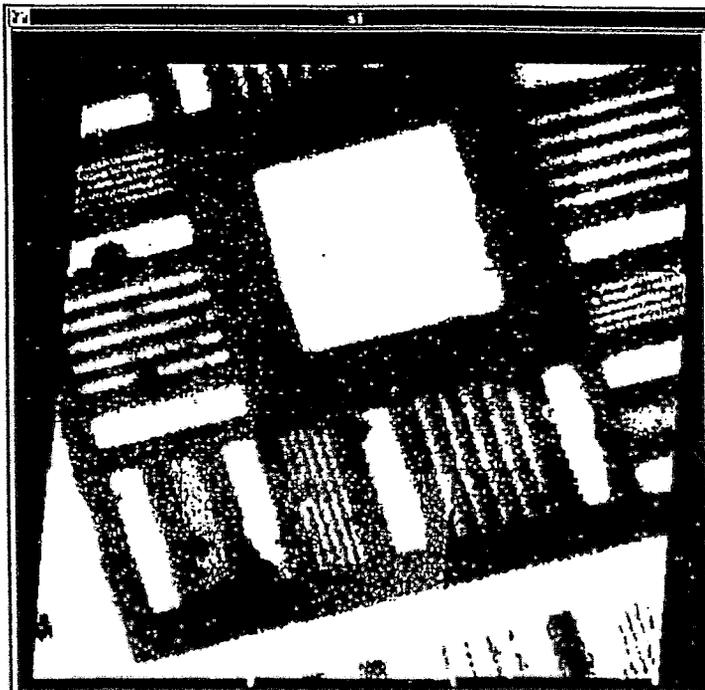
Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> auf Si



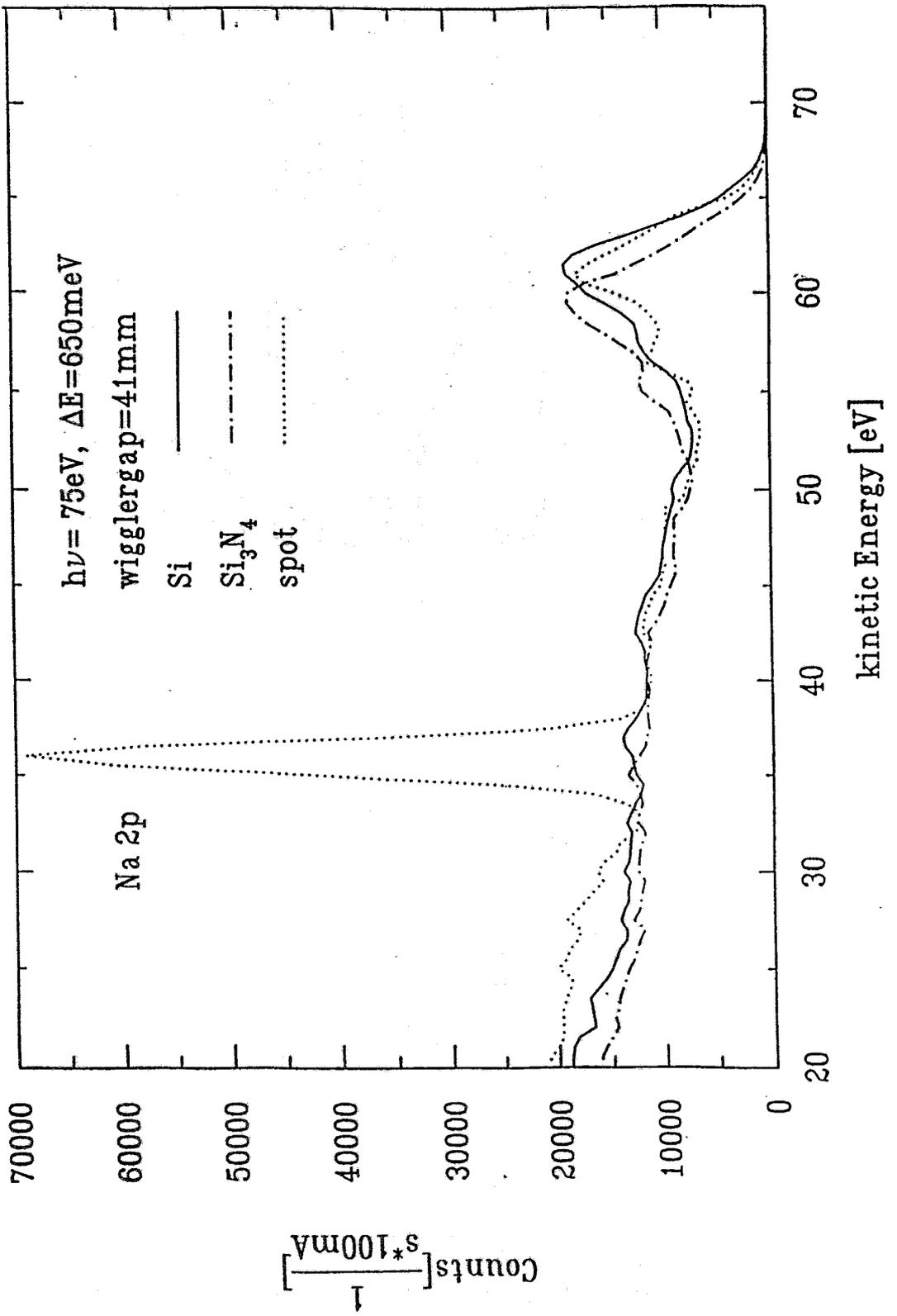
[160eV  
0.03s/pixel]

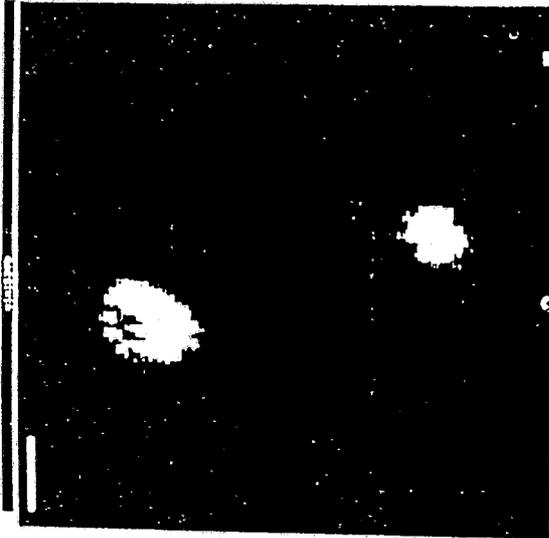
Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

50µm



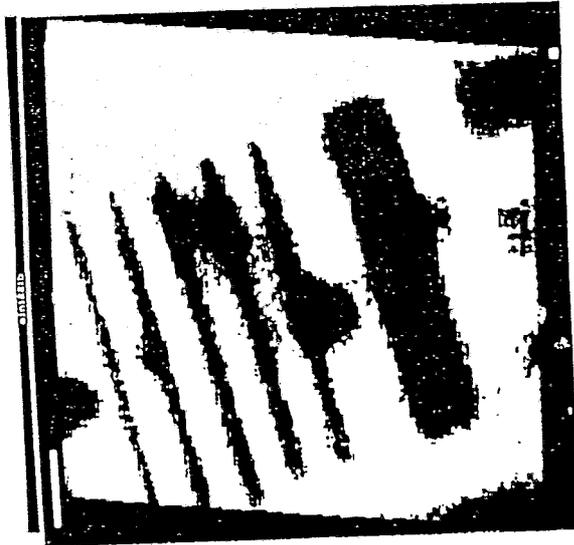
Si





75eV

← Na



# Die Wunderlampe von Bahrenfeld

Eigentlich geht es beim Hamburger Forschungszentrum DESY um Teilchenbeschleuniger. Doch die sind gleichzeitig Strahlungsquellen, mit deren Licht man einmalige Experimente machen kann. Vom „Synchrotronlicht“ handelt der zweite Teil des DESY-Reports von Thomas Borchert.

längenband gleichzeitig. Dazu ist die Synchrotronstrahlung so intensiv wie keine andere Strahlquelle. Die Forscher begeistert außerdem, daß der Strahl, ähnlich wie Laserlicht, extrem gut gebündelt ist.

Bei HASYLAB arbeiten Physiker, Biologen, Chemiker, Geologen und Mediziner eng zusammen. Ihr Arbeitsprinzip ist immer gleich: Sie bestrahlen Materialien und untersuchen, wie Strahlung und Probe dabei verändert werden.

So konnte mit Röntgenstrahlung das Aussehen des Grippevirus und verschiedener Eiweiße untersucht werden. Daraus läßt sich manchmal auf die Funktionsmechanismen im Organismus schließen – Medikamente können verbessert werden.

Chemiker konnten „zusehen“, wie ein Katalysator die industriell wichtige Erzeugung von Ammoniak unterstützt. Physiker untersuchen, was genau mit der Oberfläche eines Stoffes passiert, der schmilzt.

Auch Grundlagenforschung für künftige Computer wird betrieben: Die Produktion extrem kleiner Elektronik-Chips ist mit Synchrotronstrahlung möglich; ebenso wie die Abbildung sehr kleiner Strukturen.

Kleinste Spuren von Stoffen lassen sich nachweisen. So analysierten Forscher beim DESY die Druckfarbe einer historischen Gutenberg-Bibel und außerirdische Staubpartikel.

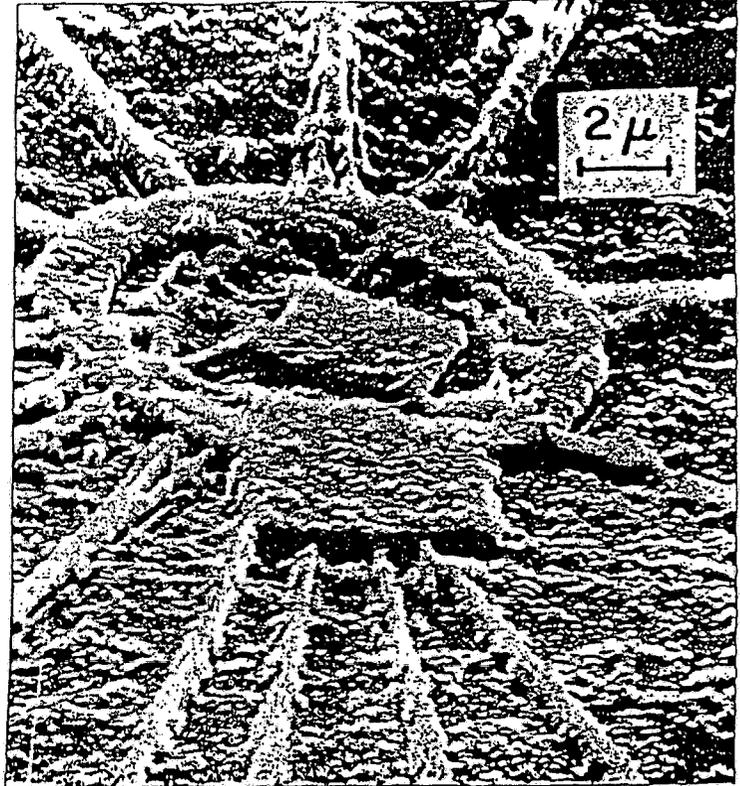
Andere entwickeln eine neue Methode, um Röntgenaufnahmen vom Herzen zu machen.

Schon am Ende des vergangenen Jahrhunderts erarbeitete der Physiker Heinrich Hertz (der Hamburger Fernsehurm ist nach ihm benannt) die Grundlagen für die Entstehung elektromagnetischer Strahlung.

Wenn elektrisch geladene Teilchen (bei DORIS Elektronen und Positronen) auf eine Kreisbahn gezwungen werden, strahlen sie. Tangential ist die Strahlrichtung: wie Scheinwerferlicht eines Autos, das um die Kurve fährt.

An einer Außenkurve des 288 Meter messenden Oval-Rings von DORIS steht denn auch die Meßhalle von HASYLAB. In einer Ecke verläuft das Vakuumrohr, in dem die Teilchen kreisen – verborgen in einem Betontunnel, der den unkontrollierten Austritt der Röntgenstrahlung verhindert.

Durch verschließbare Löcher in der Mauer wird die Strahlung kontrolliert an die Experimente in der Halle herangeführt – ebenfalls in Vakuumrohren, damit die Luftmoleküle das Synchrotronlicht nicht schwächen. Die Strahlengänge sind kom-

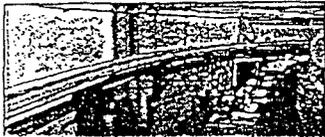


Mit dem Röntgenanteil der Synchrotronstrahlung von DESY sichtbar gemacht: die innere Struktur einer Kieselalge (2 μ sind zwei tausendstel Millimeter). Fotos: DESY



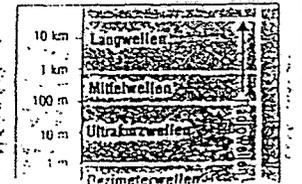
Die Natur be- redet ten Ele- mentar- chen Physi- kern Kummer. Immer schnel- ler möchten sie die Elektronen in den unter- dischen Rin- gen von Bahrenfeld im Kreis herum- fagen. Doch statt schneller zu wer- den, senden sie Teilchen elektroni- schen Strahlung aus und verlieren dabei die Beschleunigungsergie.

Die Teilchen beschleunigen sich in den unterirdischen Ringen von Bahrenfeld im Kreis herum. Doch statt schneller zu werden, senden sie Teilchen elektroni- schen Strahlung aus und verlieren dabei die Beschleunigungsergie.



## Wellenberge

Ob Licht, Radiowellen oder Röntgenstrahlung – für Physiker sind alle das gleiche: elektromagnetische Wellen, die durch schwingende elektrische Felder entstehen. Nur der Abstand zwischen den Wellenbergen (die Wel-



## The Investigation of Thin Films and Surfaces Using Synchrotron X-radiation

St. Doyle  
Technische Hochschule Darmstadt

① based on work carried out at the  
Daresbury Synchrotron Radiation Source (SRS)  
in Cheshire, GB.

② based on 2 major experimental projects  
carried out at the SRS between 1987-1991

The following colleagues are ~~at~~ acknowledged:

Strathclyde Uni, Glasgow : K.J. Roberts, J.N. Sherwood  
S. Pizzini

ICI Chemicals + Polymers, UK : R.J. Oldman, I. Dring

Southampton Uni, UK : F.C. Walsh, M.E. Herron

Warwick Uni, UK : J. Robinson.

## Structural Characterisation of "Real" Surfaces

- ① wide variety of techniques are available for characterisation of ultra-clean surfaces in UHV  
- eg, LEED, Auger, SIMS etc

BUT

How does UHV surface relate physically/chemically to surface under gas or liquid?

- eg, catalysis, electrochemistry, surface oxides

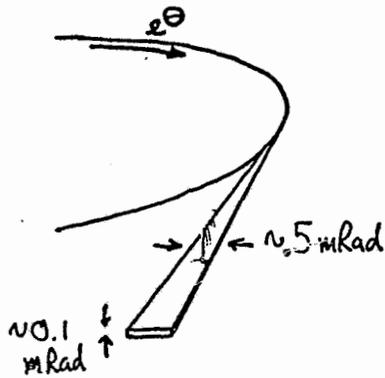
THUS

There is a need to develop experiments which permit in-situ investigation of surfaces

- advantages of S.R. - high intensity

variable wavelength

## Advantages of S.R. compared to conventional sources of x-rays



### high collimation

- vertical divergence  $\sim 0.1 \text{ mrad}$
- horiz. divergence  $\sim 0.5 \text{ mrad}$

### continuous energy spectrum

### high intensity

These properties allow a wide range of experiments not possible using laboratory sources

- $\lambda$  ( $E$ ) dependent phenomena - Auger, EXAFS etc.
- focusing experiments -  $\sim \mu\text{m}^2$  with high intensity
- factor 100-1000 increase in time resolution  
.. chemical, kinetic, structural transitions can be studied - down to  $\sim \text{msecs}$ .

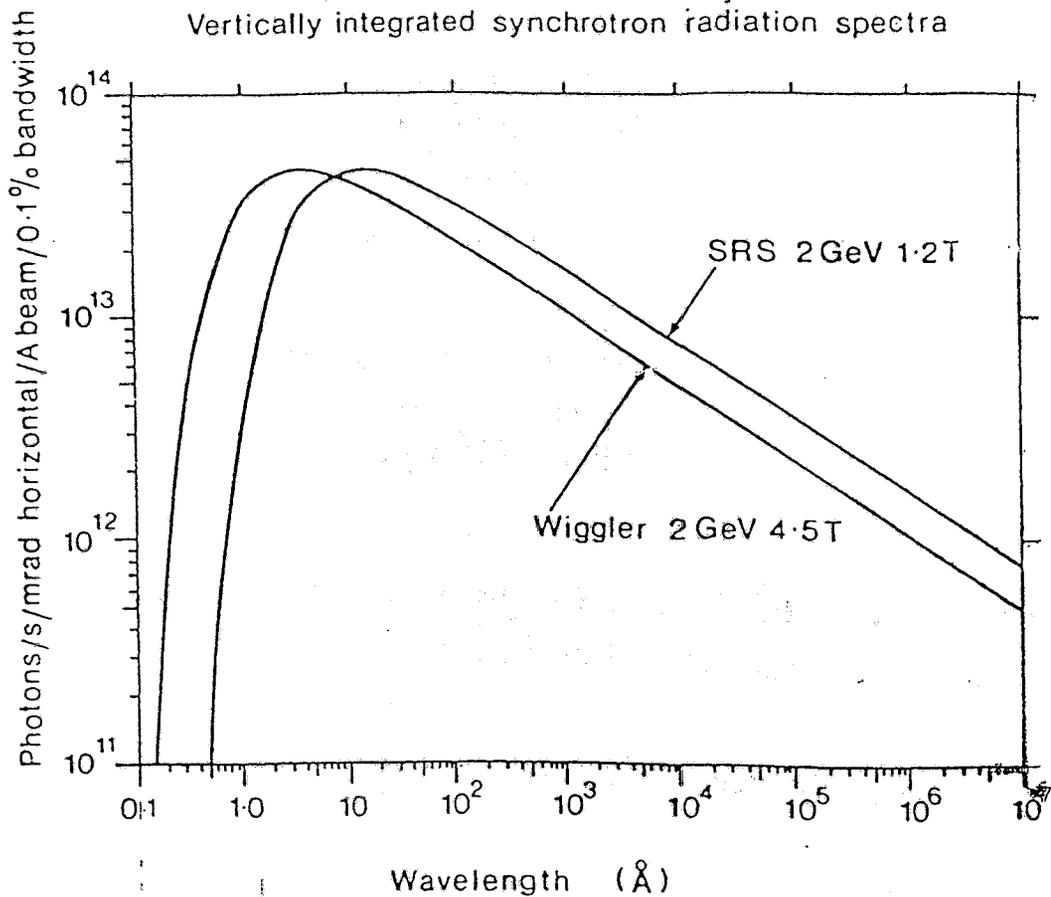
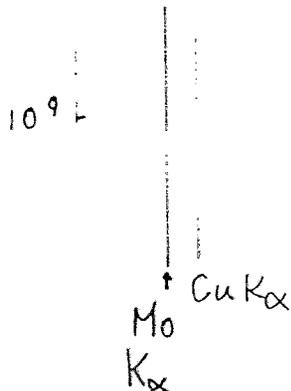


Fig. 1. Spectral curves from normal bending magnet (1.2 T) and from 4.5 T wiggler magnet, for a 2 GeV 1 A beam in the SRS. (The wavelength scale in Å may be converted to other units by use of the relations:  $1000 \text{ \AA} = 100 \text{ nm} = 0.1 \mu \equiv 12.399 \text{ eV}$ ).



## X-ray Characterisation of Thin Films + Surfaces

### ① How do we make X-rays surface sensitive?

- (a) Total External Reflection - flat surfaces (roughness  $< \sim 100 \text{ \AA}$ )
- (b) grazing incidence ( $1-2^\circ$ ) - enhanced surface signal w.r.t. substrate (films  $1000 - 10,000 \text{ \AA}$ )
- (c) "dispersed" metal particles (particle size  $\approx 10 - 100 \text{ \AA}$ )  
- high S/V ratio

### ② Experimental Techniques

- (a) X-ray Absorption - EXAFS, REFLEXAFS
- (b) In-situ, time resolved, thin film diffraction
- (c) Combined EXAFS/XRD.

### ③ Materials

- (a) REFLEXAFS of Cu/Cu-oxide films on glass.
- (b) REFLEXAFS at the Cu/GaAs interface
- (c) In-situ XRD of  $\text{PbO}_2/\text{PbSO}_4$  system
- (d) Phase composition of Fe corrosion inhibitor
- (e) EXAFS of dispersed Pt-metal
- (f) Combined XRD/EXAFS of phase transitions.

Total Reflection of X-rays occurs when X-rays incident on a flat surface at or below the critical angle for total reflection. Total external reflection (TER) occurs because R.I. in solid medium is less than unity.

R.I.

$$n = 1 - \delta - i\beta$$

For  $\lambda$  ( $E$ ) away from an absorption edge,  $\delta, \beta$  given by:

$$\delta = r_e N_e \lambda^2 / 2\pi, \quad \beta = \mu \lambda / 4\pi$$

~~is probably~~

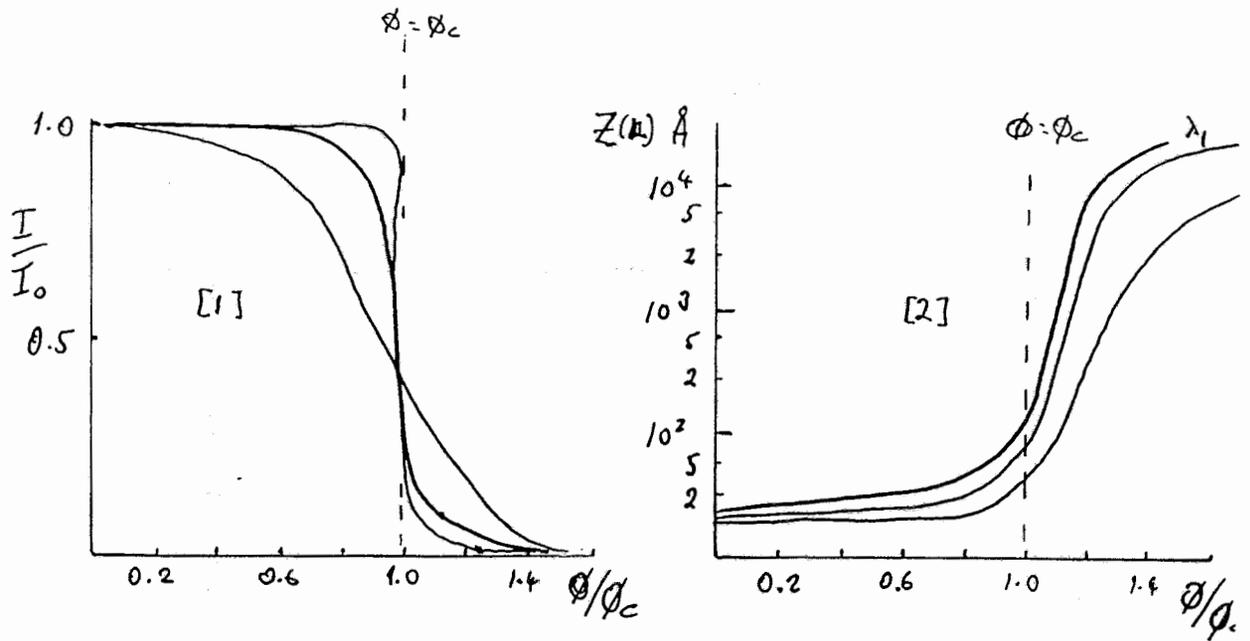
Since  $\delta$  is always positive, TER occurs below the critical angle  $\phi_c$ , where (from Snell's law);

$$\phi_c \simeq \sin \phi_c = \sqrt{2\delta}$$

eg: for  $\lambda = \text{CuK}\alpha$

Material	$\delta$	$\beta$	$\phi_c^\circ$
Silicon	$7.4 \times 10^{-6}$	$1.7 \times 10^{-7}$	0.22
Aluminium	8.3 "	1.6 "	0.23
Quartz	8.5 "	1.1 "	0.24
Copper	26.1 "	5.8 "	0.41
Gold	49.6 "	4.9 "	0.57

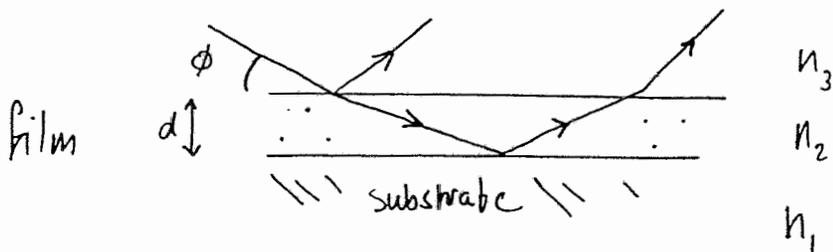
$$\Rightarrow \phi_c \propto \lambda^2, \quad \phi_c \propto \rho(e)$$

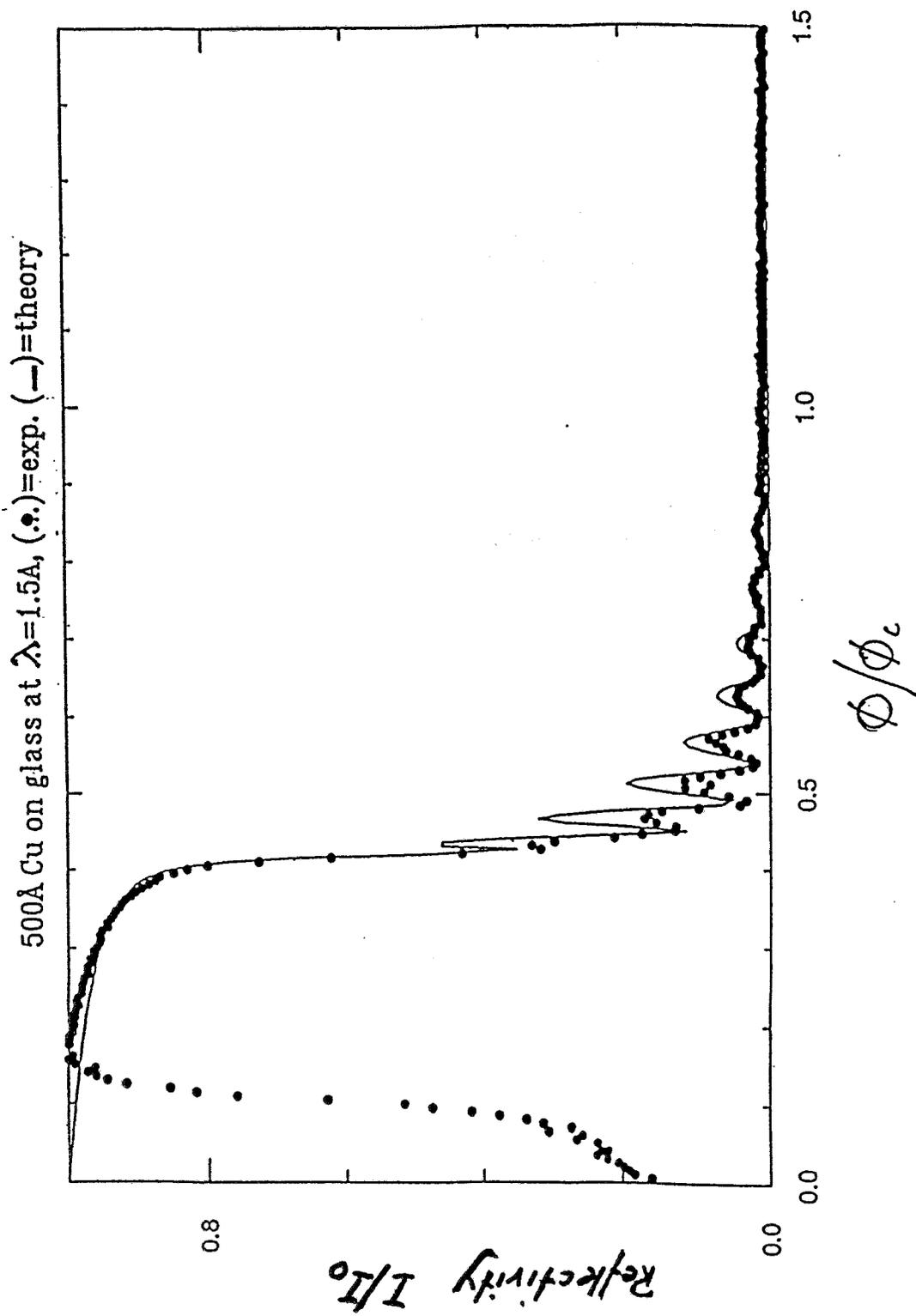


For  $\phi \leq \phi_c$ ,  $Z(L) \sim 10-50 \text{\AA}$ , i.e.:  $\lambda$  independent

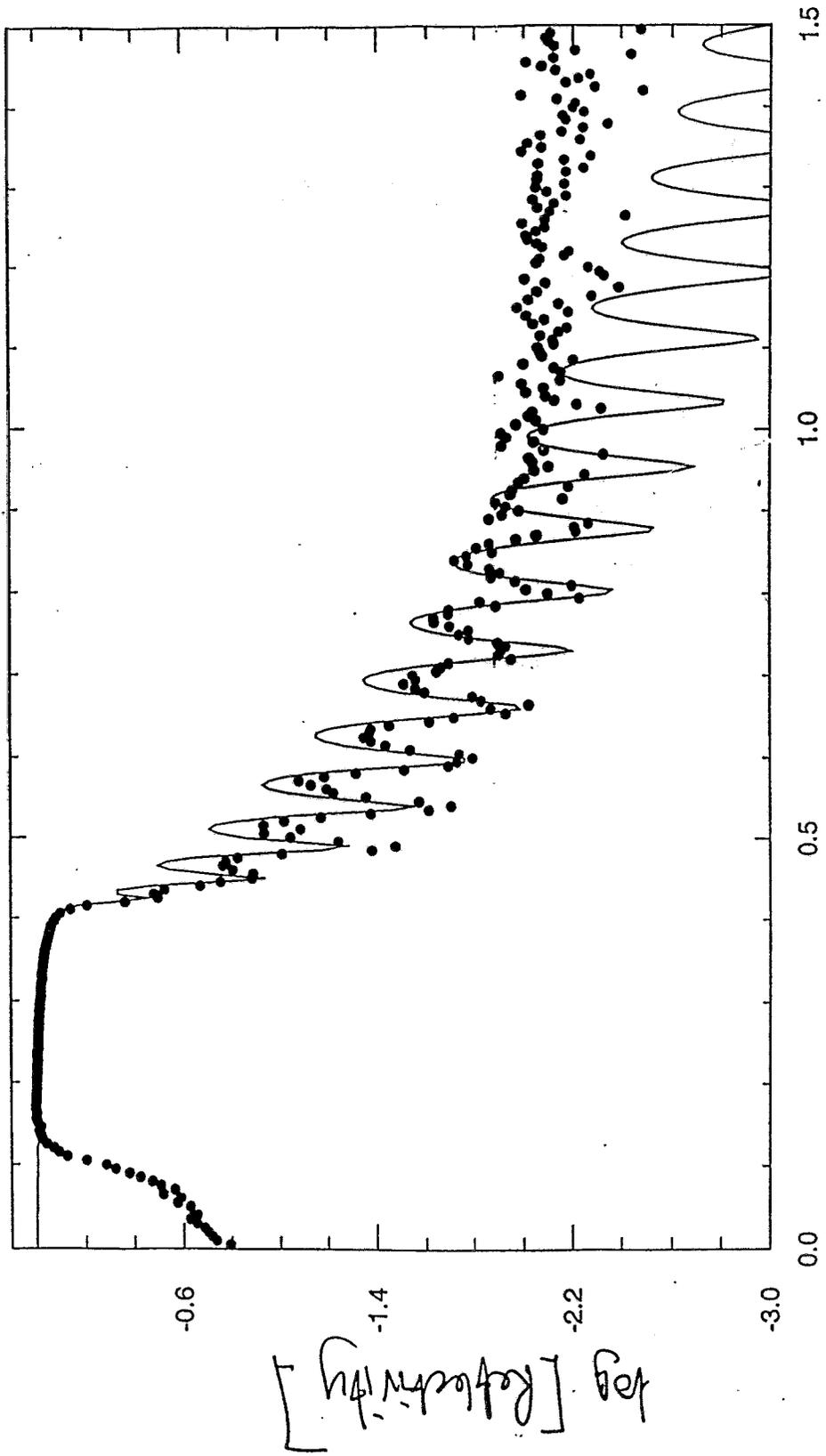
Shape of reflectivity curve [1] depends upon absorption ( $\delta/\rho$ )

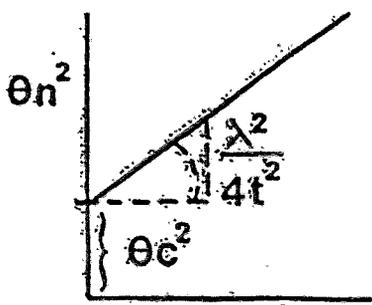
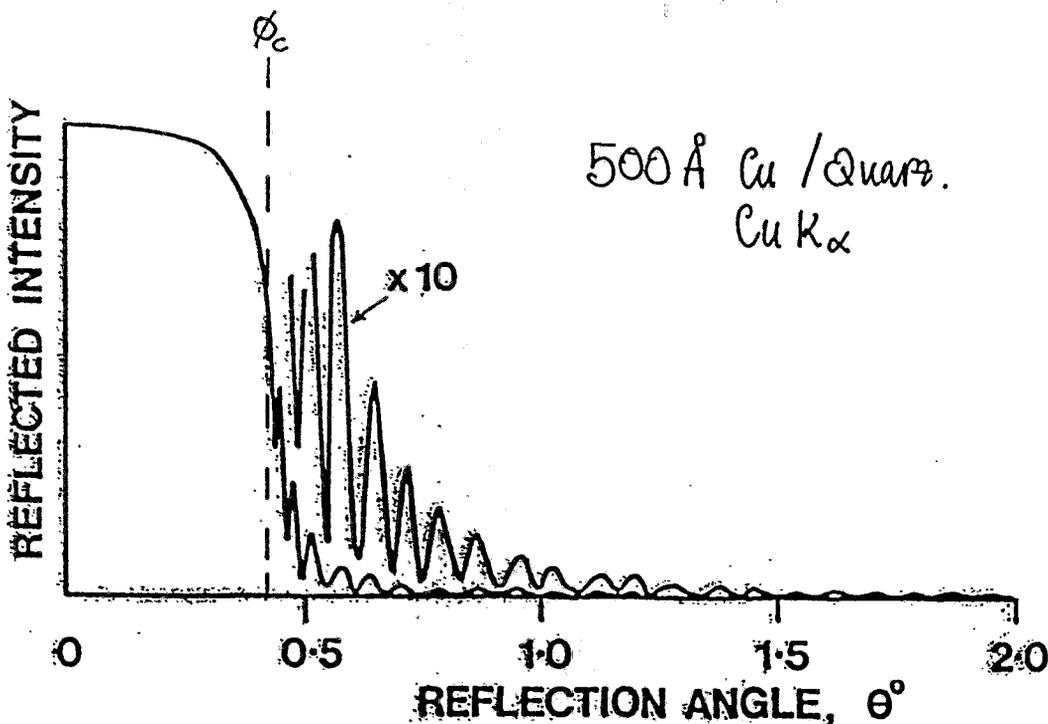
For  $> 1$  boundary (i.e. more than 1 layer) the reflectivity curve shows fringes resulting from interference between beams reflected from boundaries as a function of  $\phi$ .





500Å Cu on glass at  $\lambda = 1.5\text{\AA}$ , ( $\bullet$ )=exp. ( $-$ )=theory





FILM THICKNESS,  $t$ , = 500 Å  
CRITICAL ANGLE,  $\theta_c$ , = 0.415°

$(n - R)^2$

$R = \text{phase term} = 0, \frac{1}{2}$ 

- no phase shift,  $R = 0, \text{max} = \frac{1}{2}, \text{min}$
- $\lambda/2$  ph. shift,  $R = \frac{1}{2}, \text{max}$

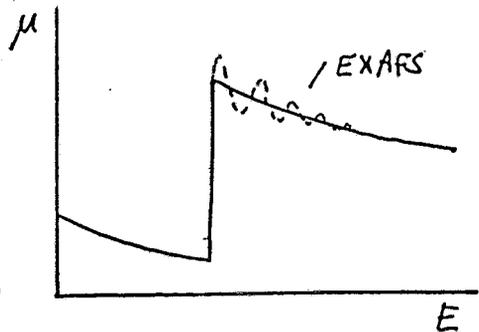
$n = \text{fringe order}, 0 \dots \text{max. observed.}$

# EXAFS

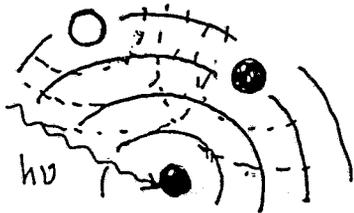
What is EXAFS?

Extended X-ray Absorption Fine Structure

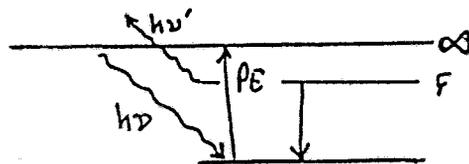
- oscillations observed in the absorption coefficient at energies above an absorption edge.



How does it arise?



A photon of energy  $h\nu$  ejects a photoelectron from the atom:



Part of the photoelectron wave is scattered by neighbouring atoms and the interference of outgoing (PE) and backscattered waves produces the observed modulations.

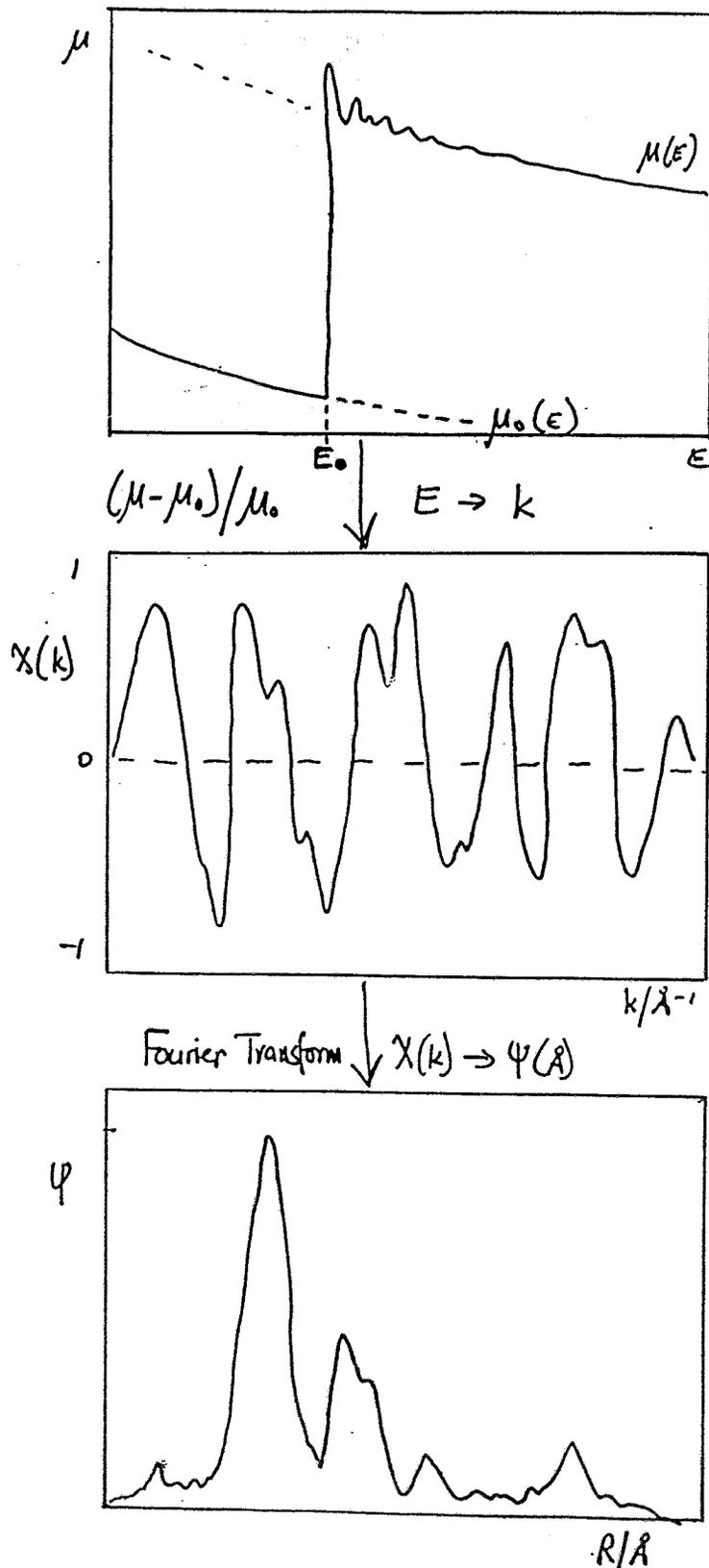
Thus EXAFS is a site-specific probe which gives information on the distribution of atoms around a particular site.

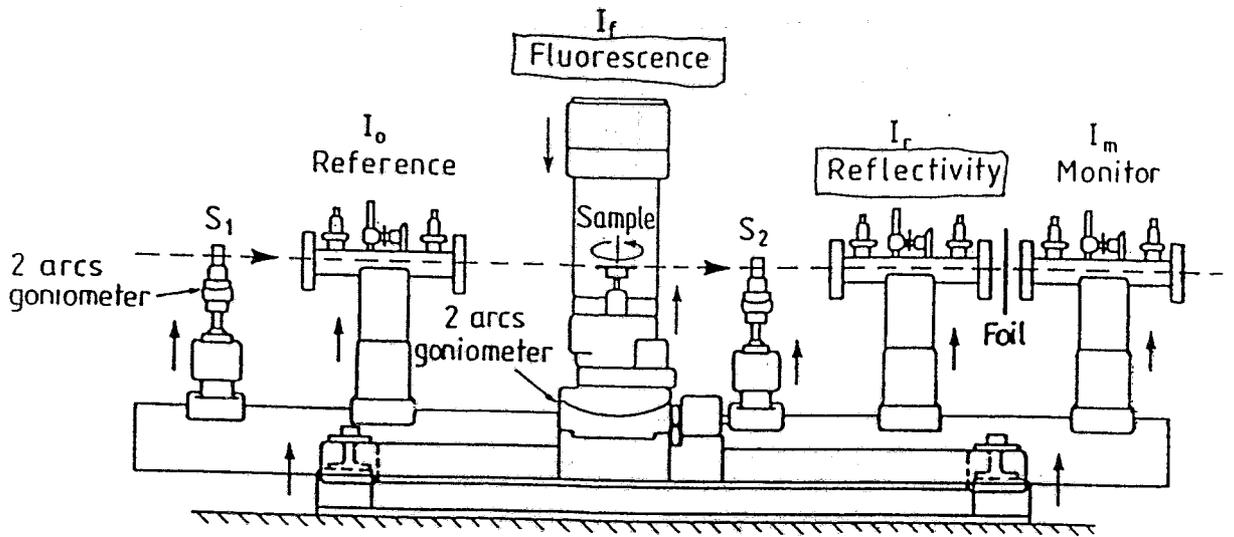
The observed modulation is the sum of all interferences which in turn are dependent upon:

- ① The number of atoms at a particular distance
- ② The distance between the "central" atom and its neighbors
- ③ The "scattering power" of the neighbouring atoms

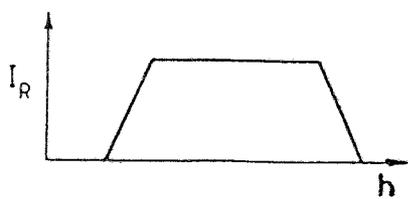
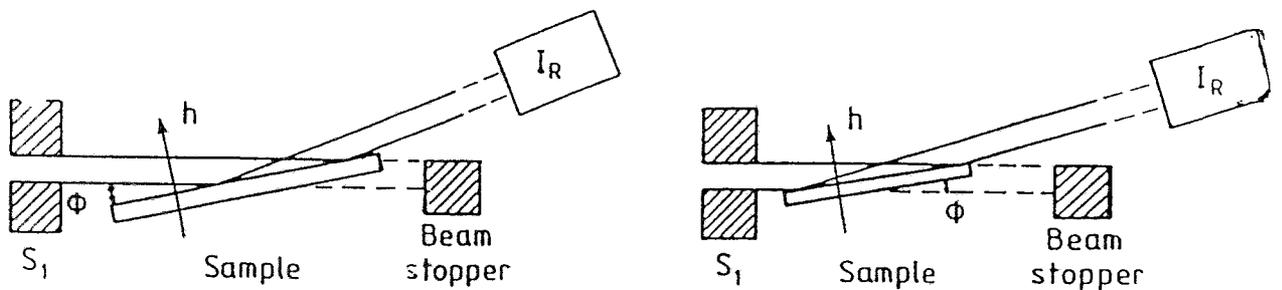


# BASIC Principles of EXAFS Analysis.

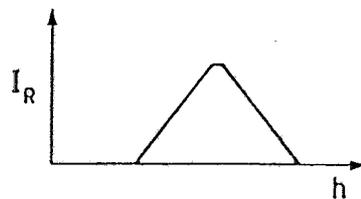




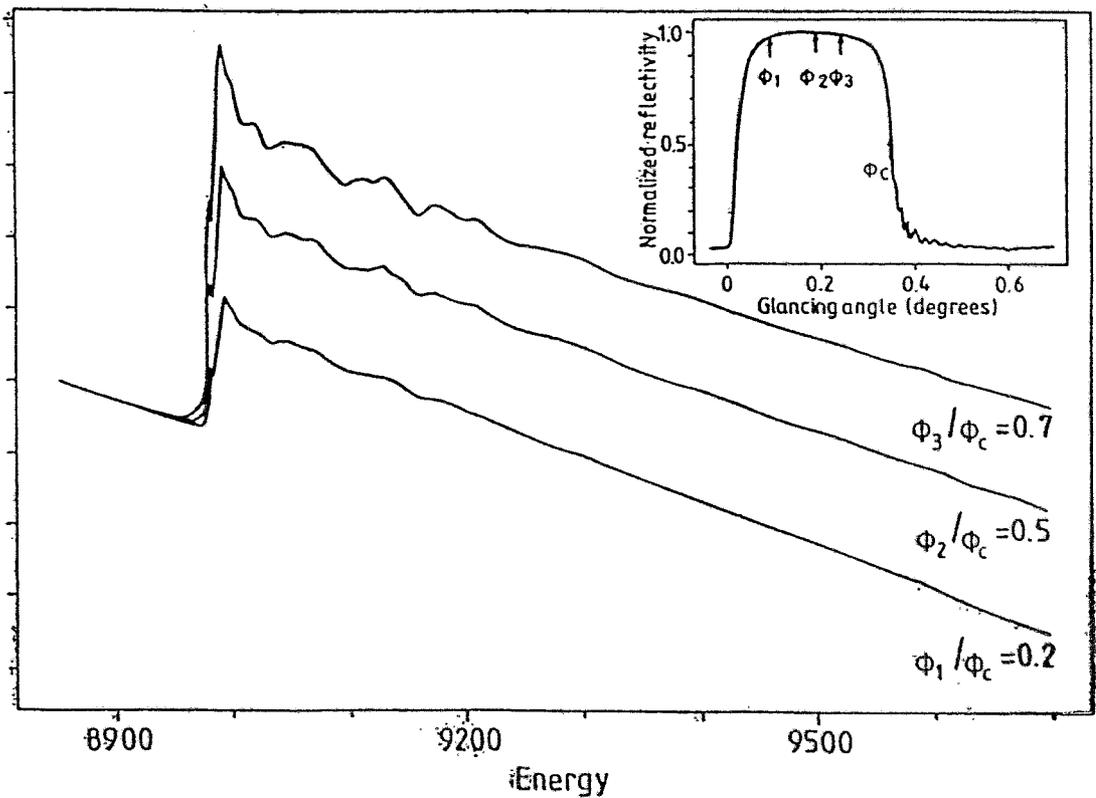
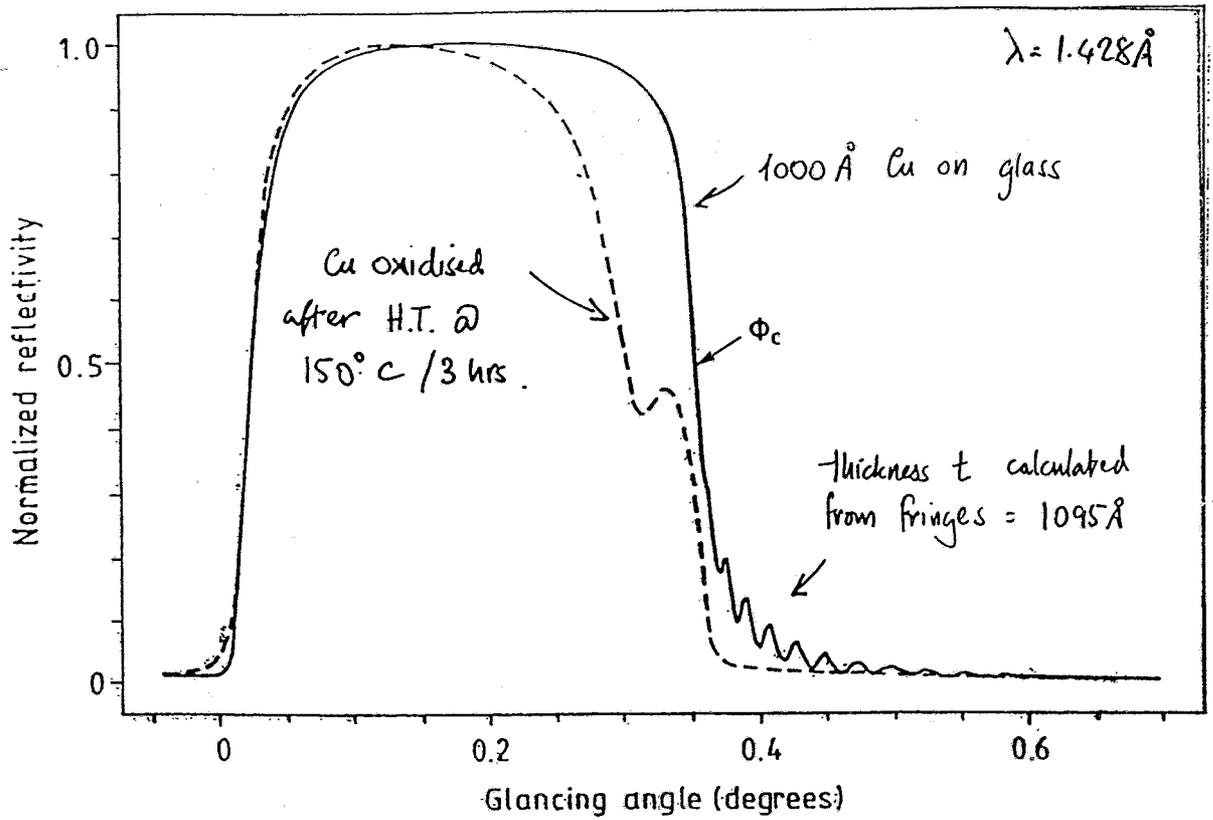
Experimental system for REFEXAFS at Daresbury Lab.

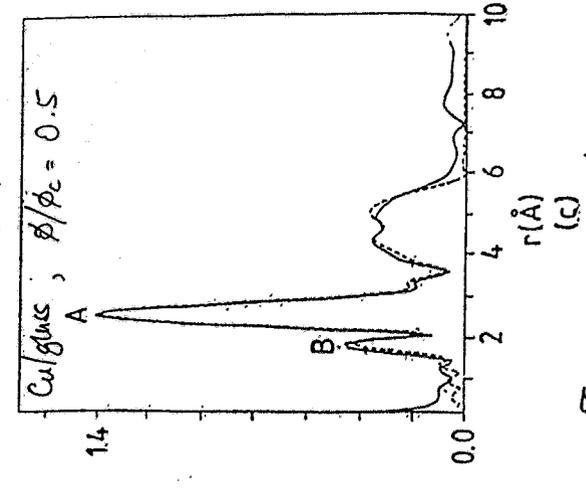
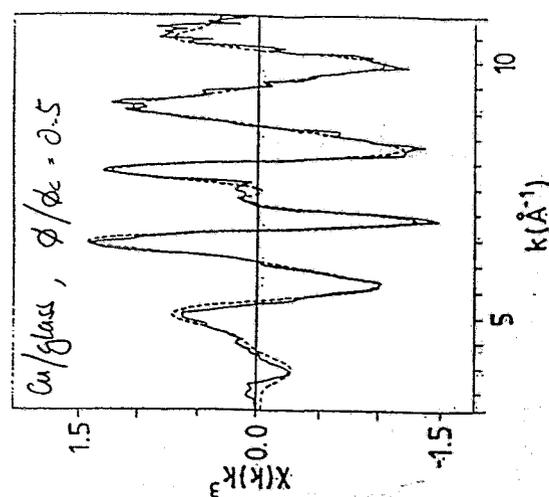
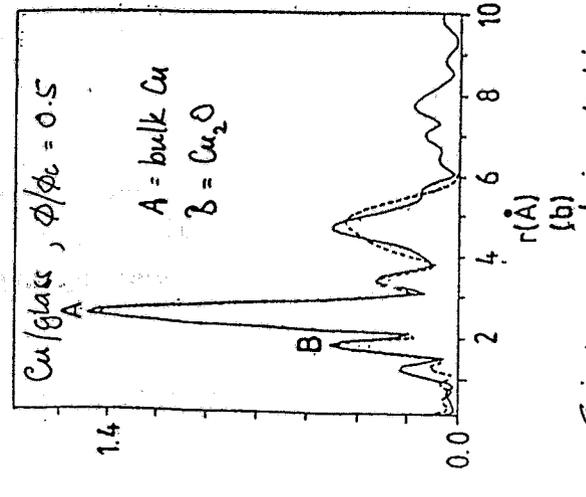
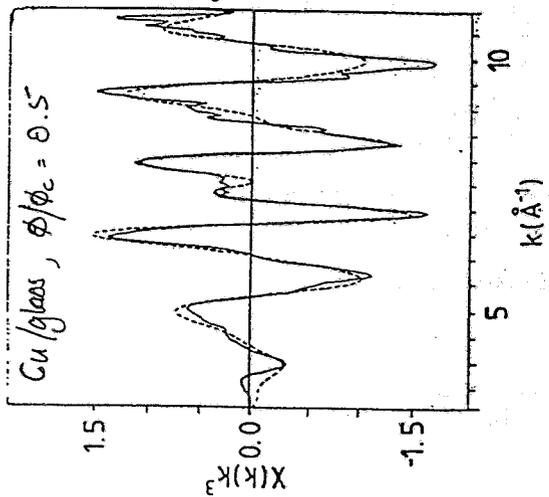
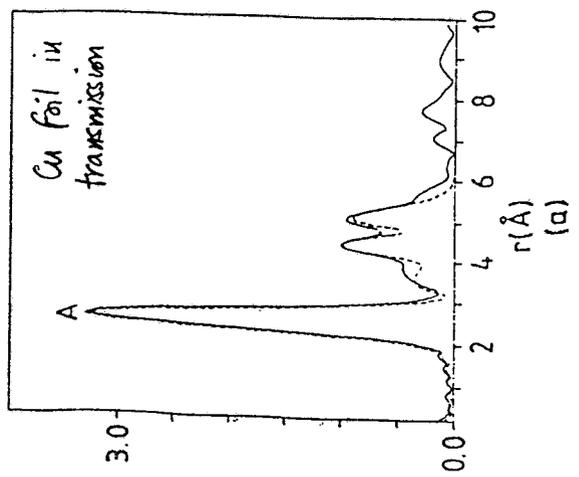
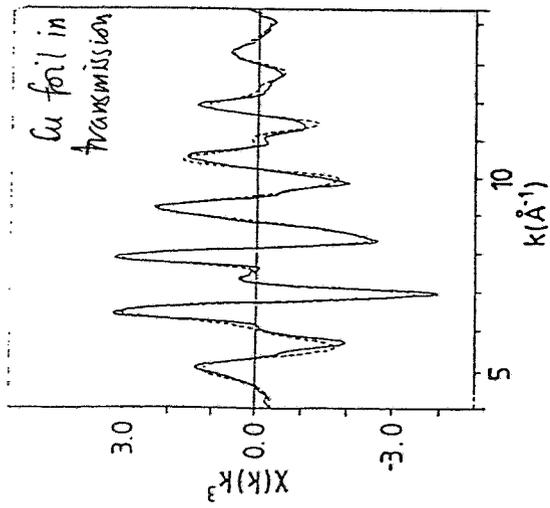


(a)



(b)





Signal measured in reflection

Fluorescence signal measured

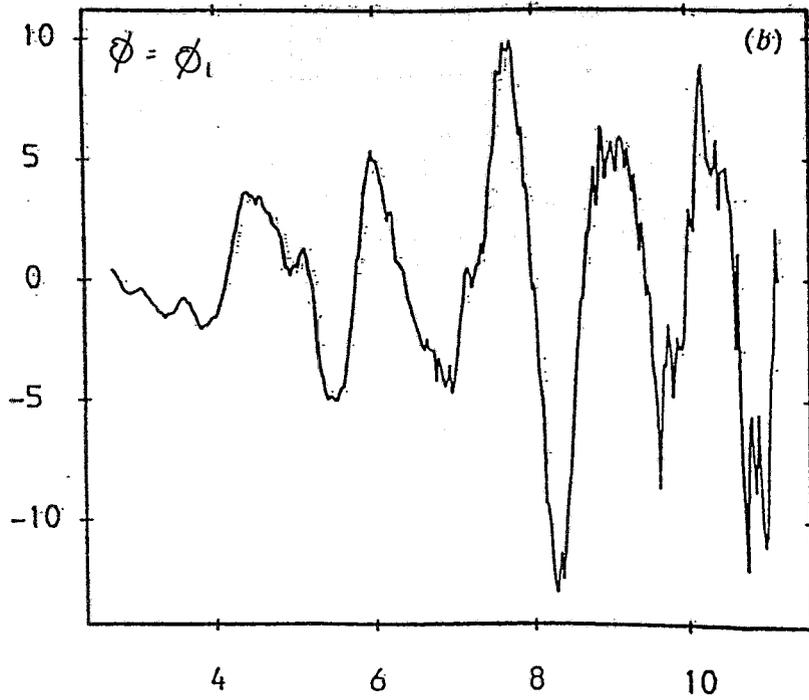
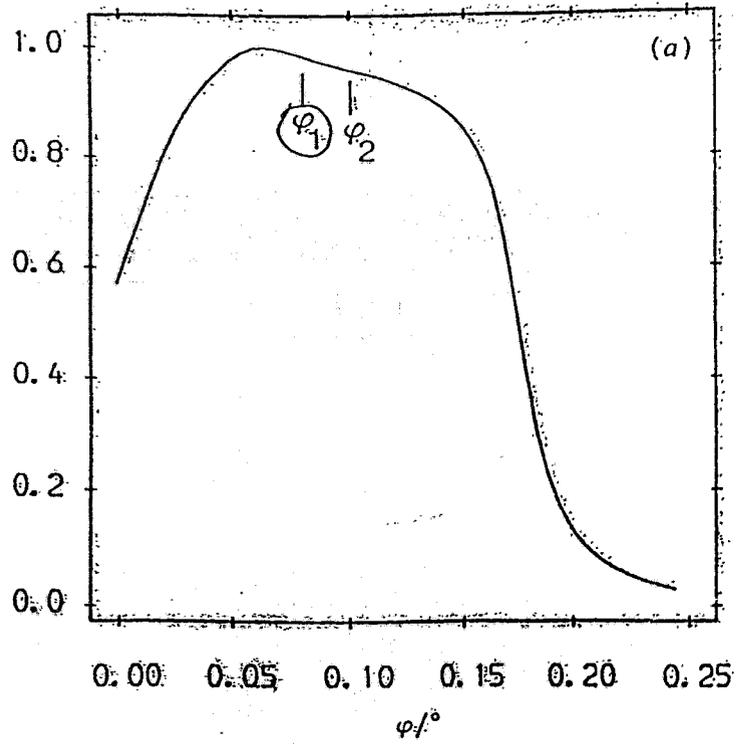
Table 1. Shell distances  $R(\text{\AA})$ , coordination numbers  $N$  and Debye-Waller factors  $2\sigma^2 (\text{\AA}^2)$  obtained from least-squares fits of the ReEXAFS spectra of the Cu film deposited on glass

atom	$N$	$R$	$2\sigma^2$	
$\phi_1$				
O	1.4	1.91	0.010	} $\phi/\phi_c = 0.1$
Cu	5.2	2.53	0.018	
Cu	3.9	2.81	0.015	
Cu	6.1	3.05	0.027	
Cu	3.7	3.43	0.029	
$\phi_2$				
O	1.2	1.85	0.010	} $\phi/\phi_c = 0.5$
Cu	6.6	2.52	0.018	
Cu	2.6	2.77	0.015	
Cu	5.0	2.98	0.027	
Cu	1.3	3.45	0.029	
$\phi_3$				
O	1.1	1.86	0.010	} $\phi/\phi_c = 0.7$
Cu	6.7	2.54	0.018	
Cu	2.3	2.81	0.015	
Cu	3.2	3.01	0.027	
Cu	3.0	3.49	0.029	

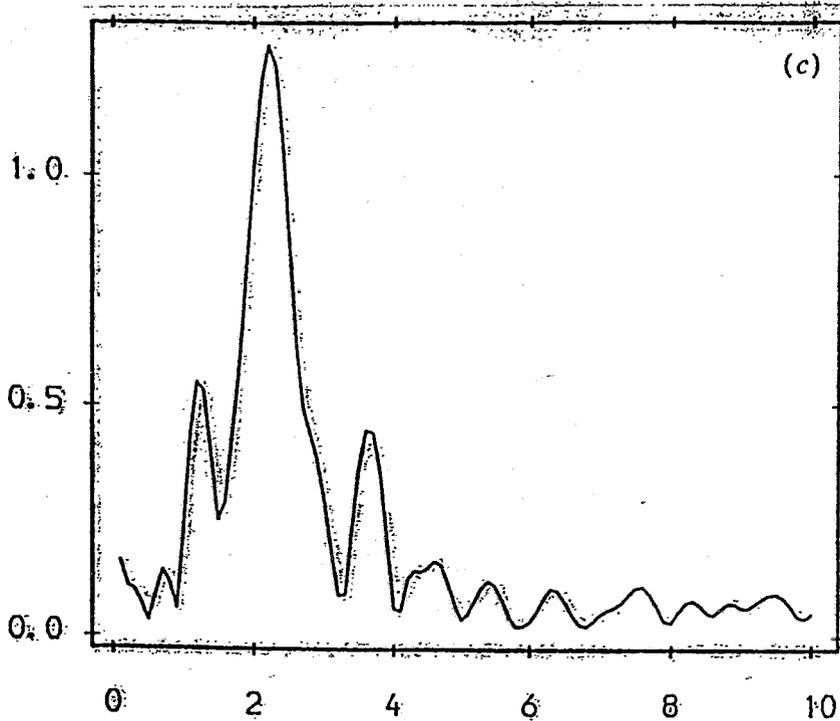
Cu (metal)			Cu <sub>2</sub> O			CuO		
atom	$N$	$R$	atom	$N$	$R$	atom	$N$	$R$
Cu	12	2.556	O	2	1.841	O	4	1.947
Cu	6	3.615	Cu	12	3.007	O	2	2.766
			O	6	3.526	Cu	4	2.884
						Cu	4	3.071
						Cu	2	3.159
						Cu	2	3.410
						Cu	2	3.727

The three glancing angles  $\phi_1$ ,  $\phi_2$  and  $\phi_3$  are as indicated in fig. 2(a). The crystallographic values of  $N$  and  $R(\text{\AA})$  for Cu, Cu<sub>2</sub>O and CuO are also reported.

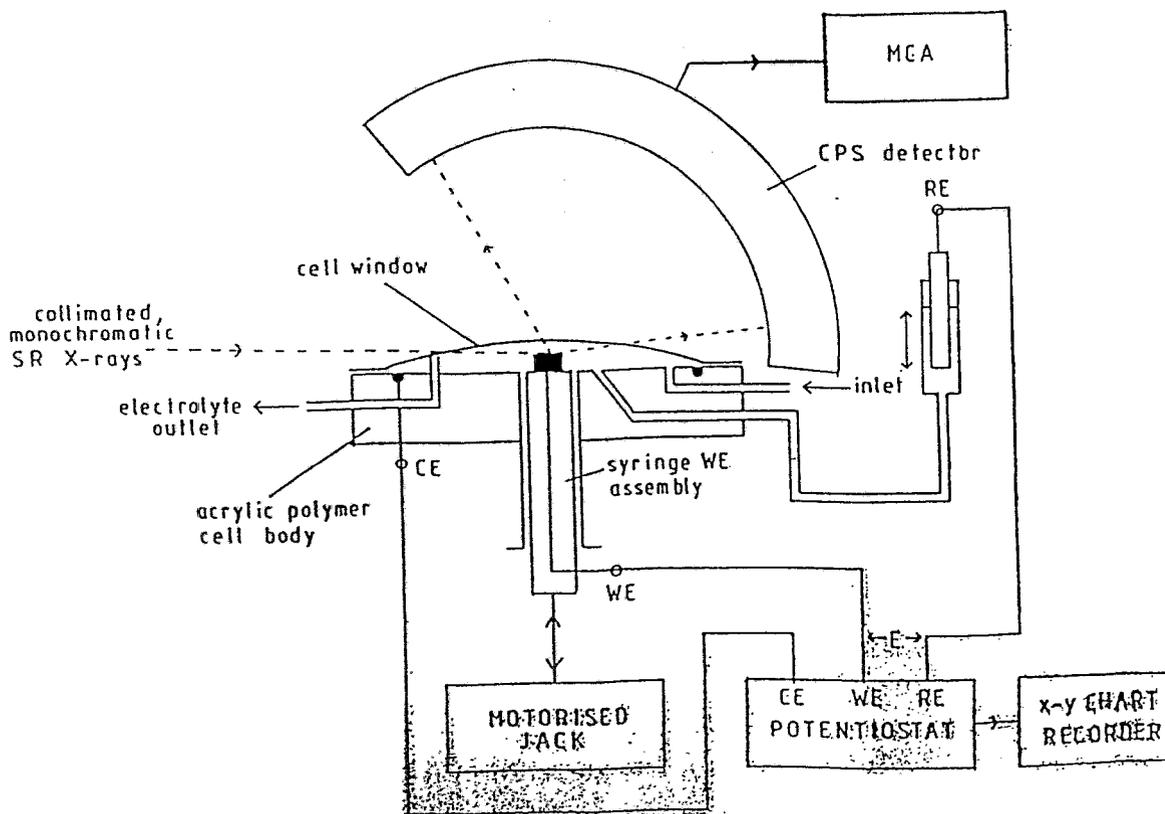
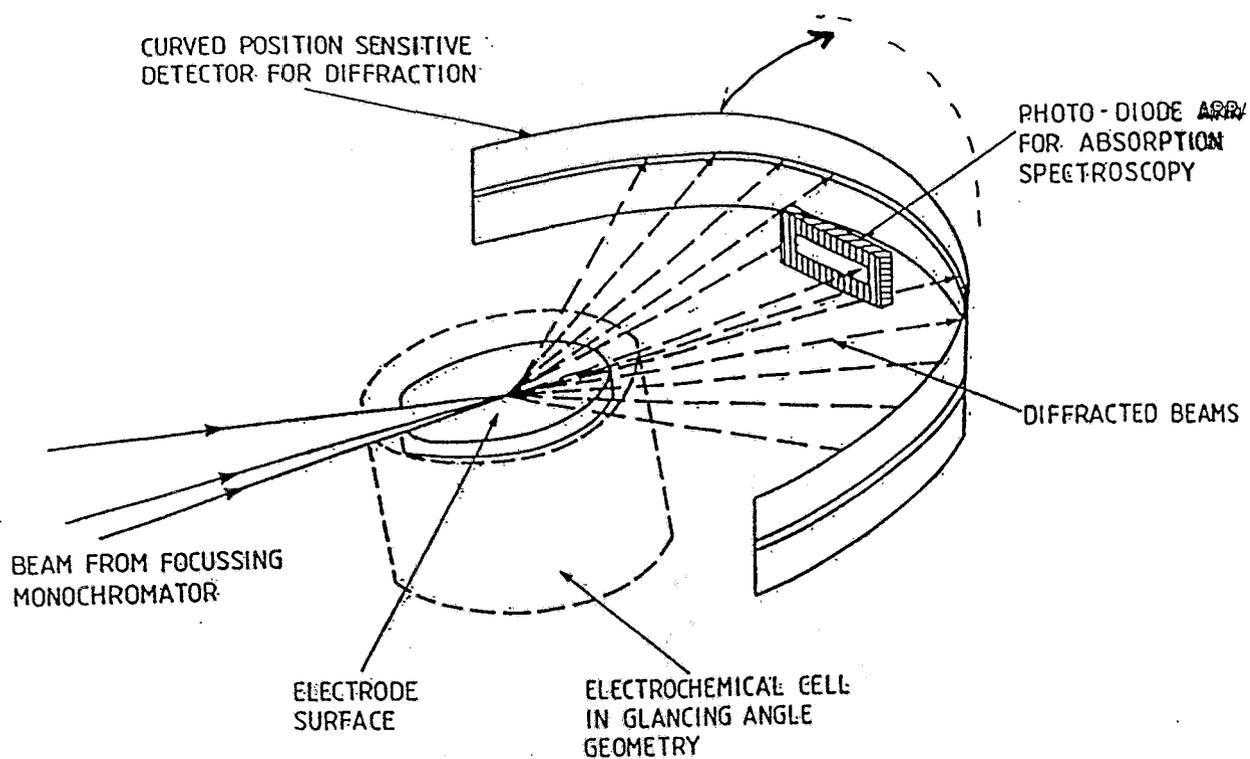
$R$  EXAFS  $\approx \pm 0.02 \text{\AA}$

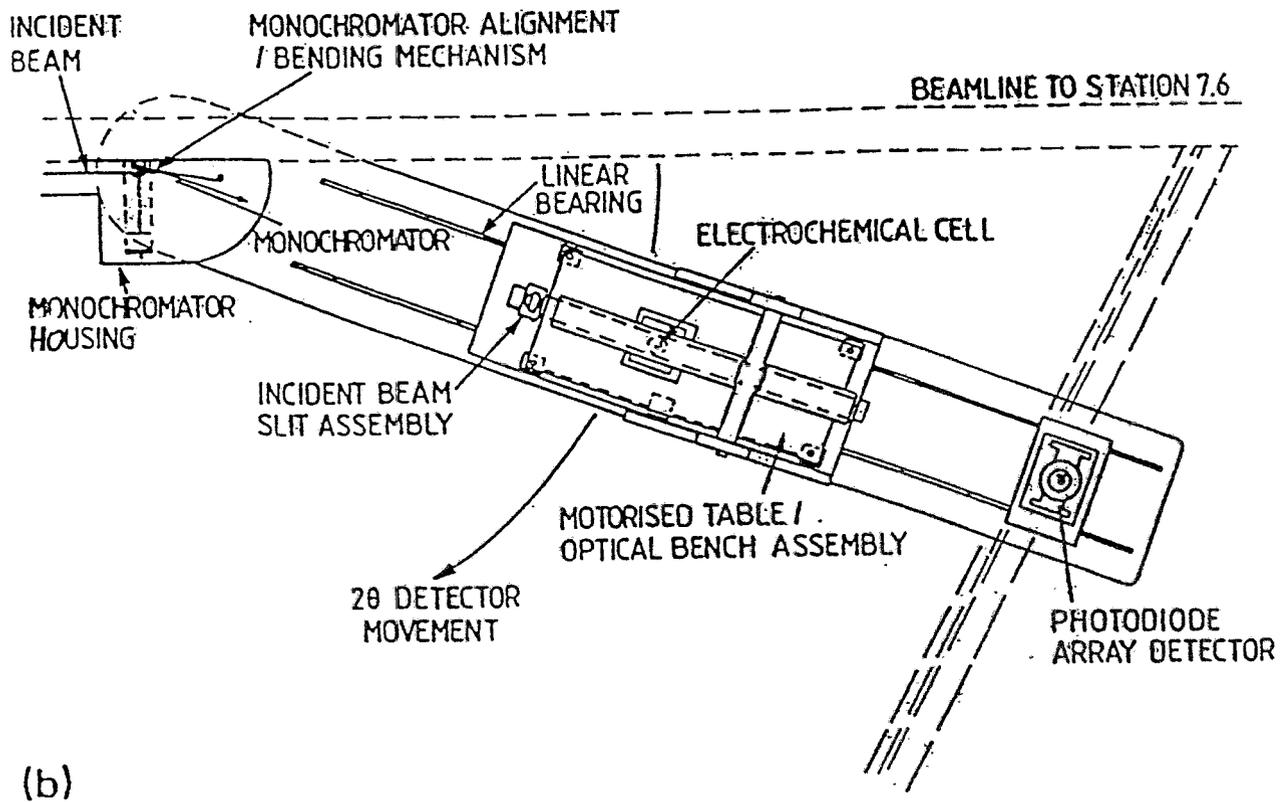
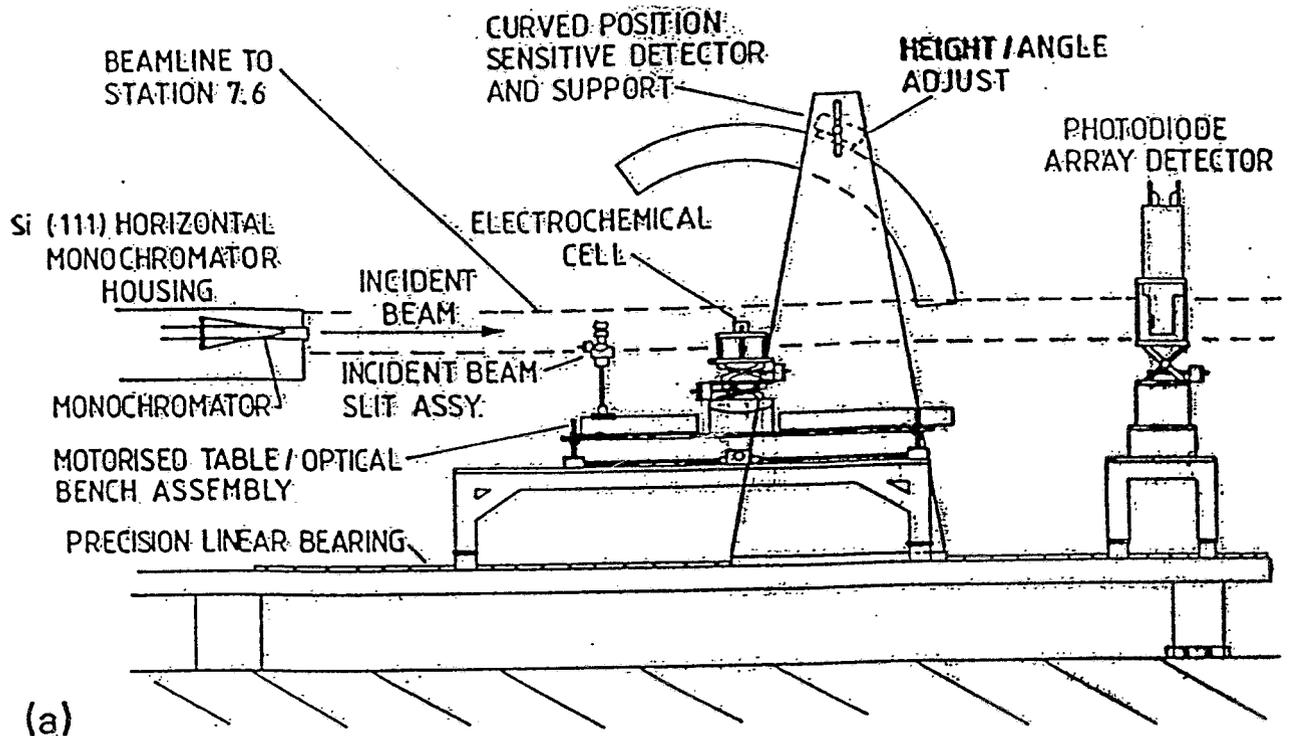


GaAs, 7.6 cm wafer.



**Fig. 4.** Experimental data for polished GaAs. (a) Reflectivity curve recorded at an energy of 11.78 keV, showing the positions of the two glancing angles  $\phi_1$  and  $\phi_2$  at which RefEXAFS spectra were recorded. (b) As K-edge  $k^3$ -weighted RefEXAFS spectrum recorded at glancing angle  $\phi_1$ . (c) Fourier transform of (b).





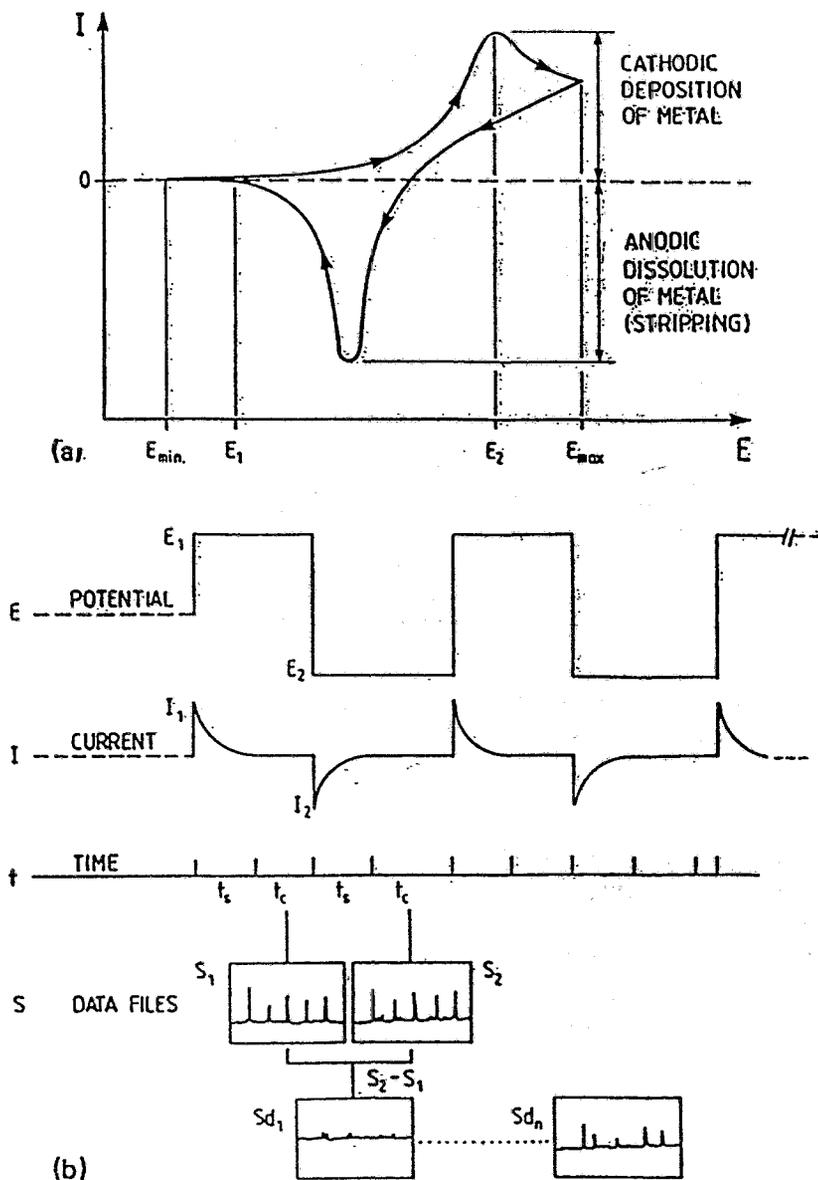
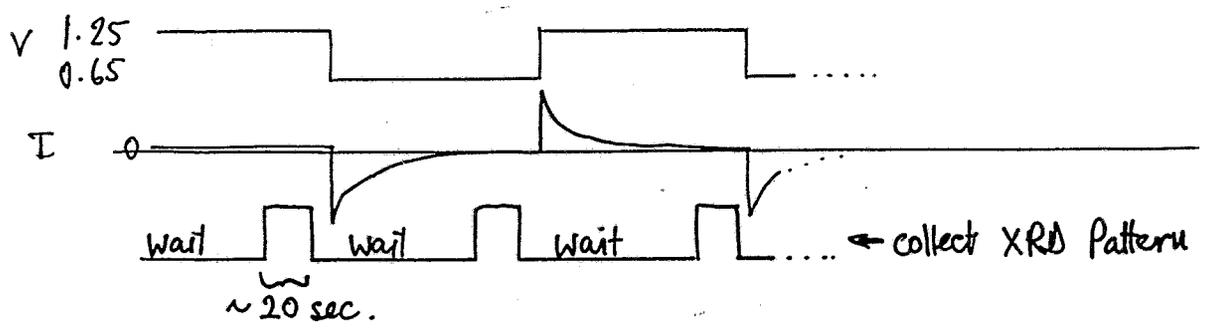
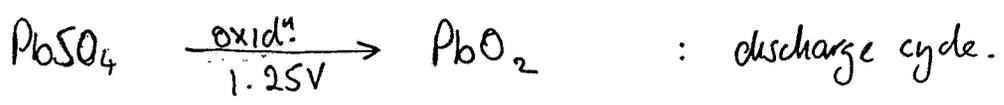
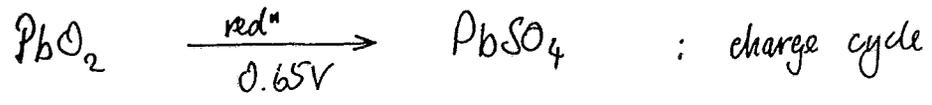
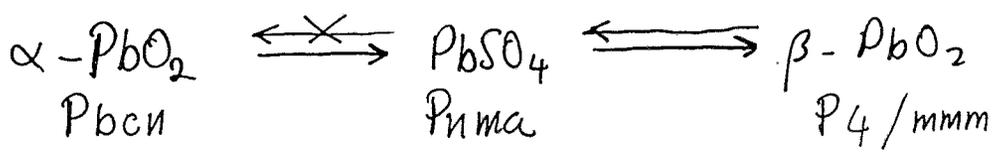


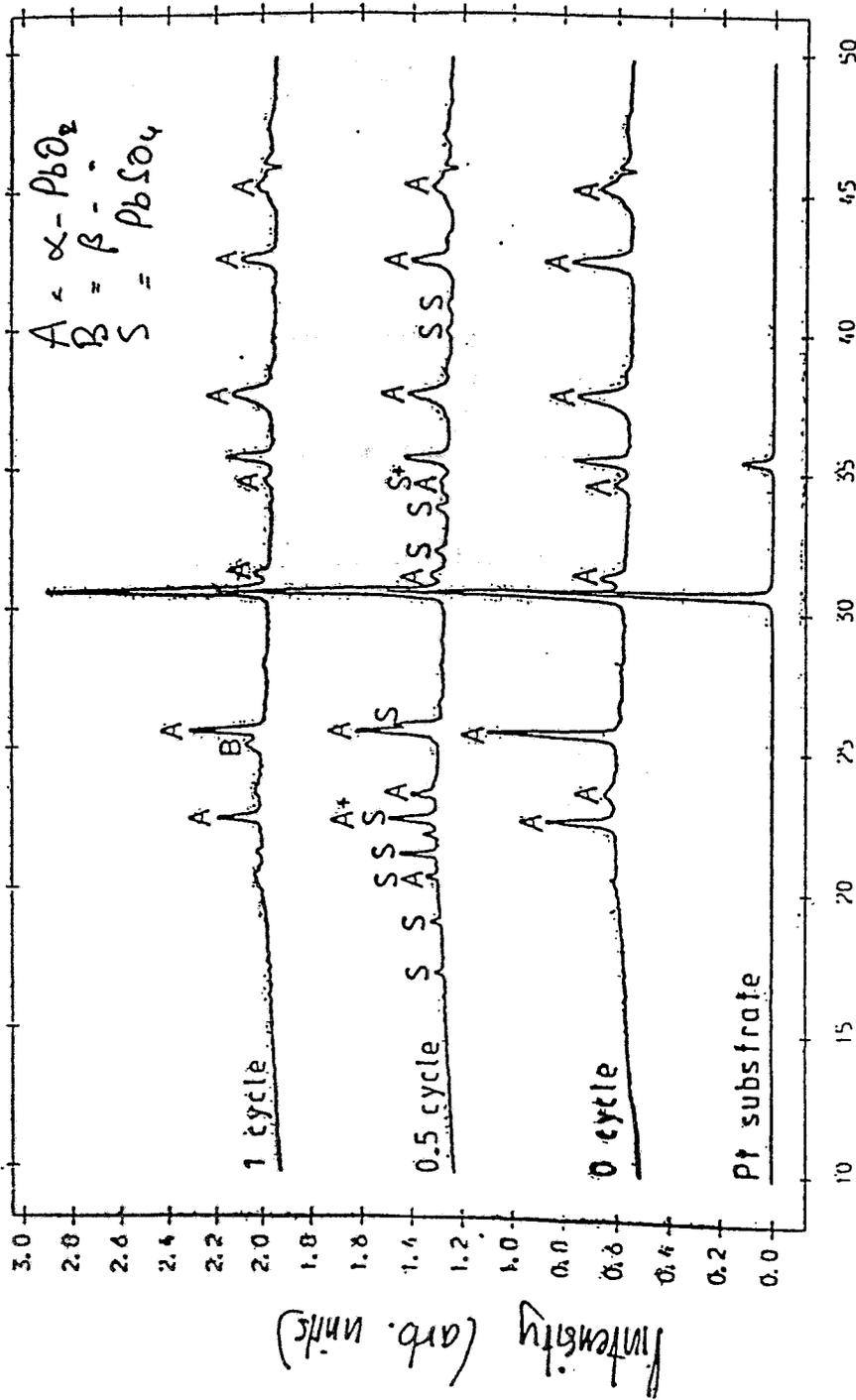
FIG. 5. Schematic showing the strategy for obtaining a difference diffractogram via modulation of the electrode potential. (a) Cyclic voltammogram for the deposition and stripping of a metal film. The electrode potential is swept at a constant rate between the limits  $E_{min}$  and  $E_{max}$ , while the cell current is continuously monitored. (b) The electrode potential-time stimulus waveform and the resulting current-time response from an electrode. Potentials  $E_1$  and  $E_2$  are selected according to the features in the cyclic voltammogram. The frequency for potential modulation typically lies within the range 0.1–10 Hz.

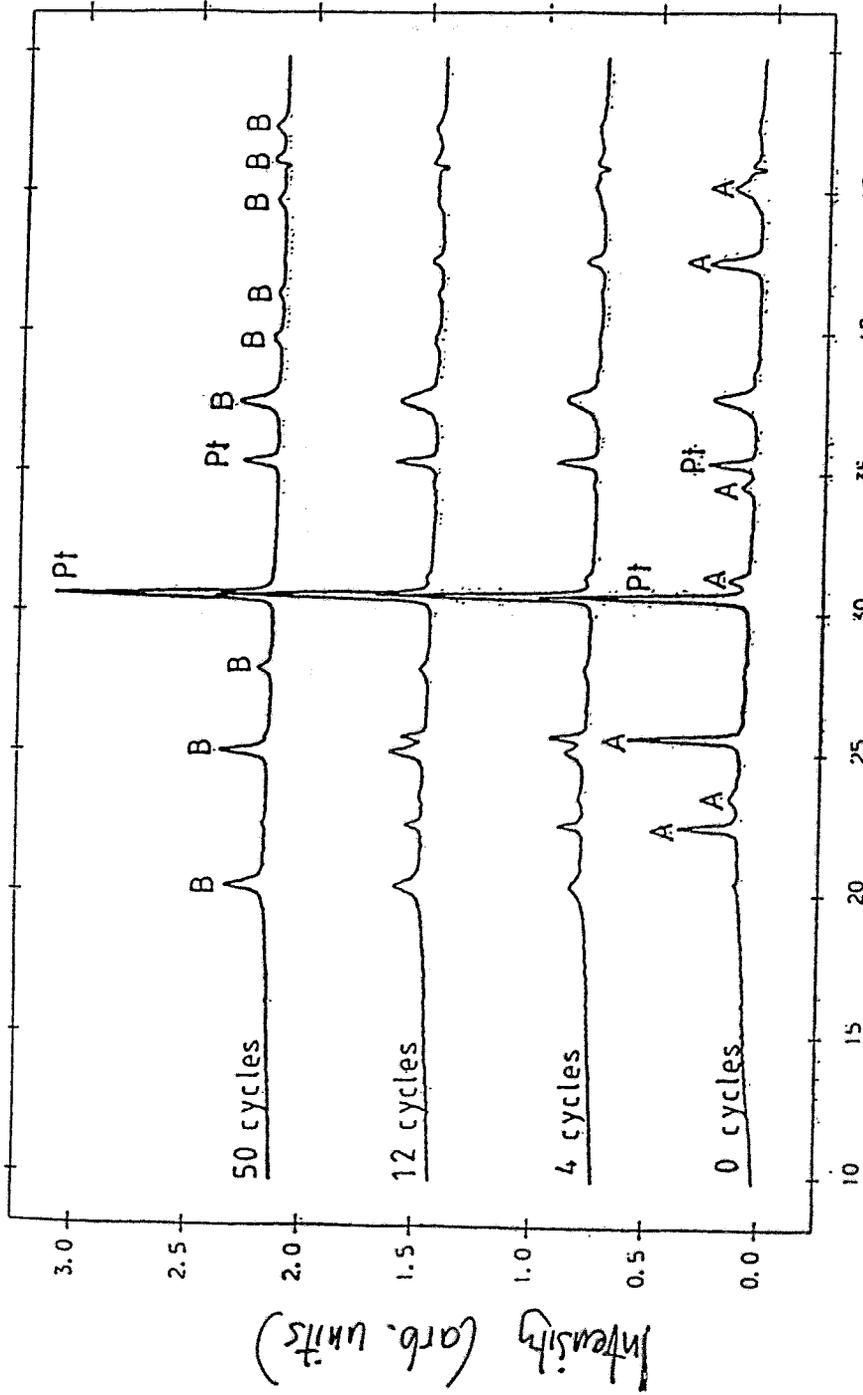
In-situ XRD investigation of the  $PbO_2 \rightleftharpoons PbSO_4$  system.



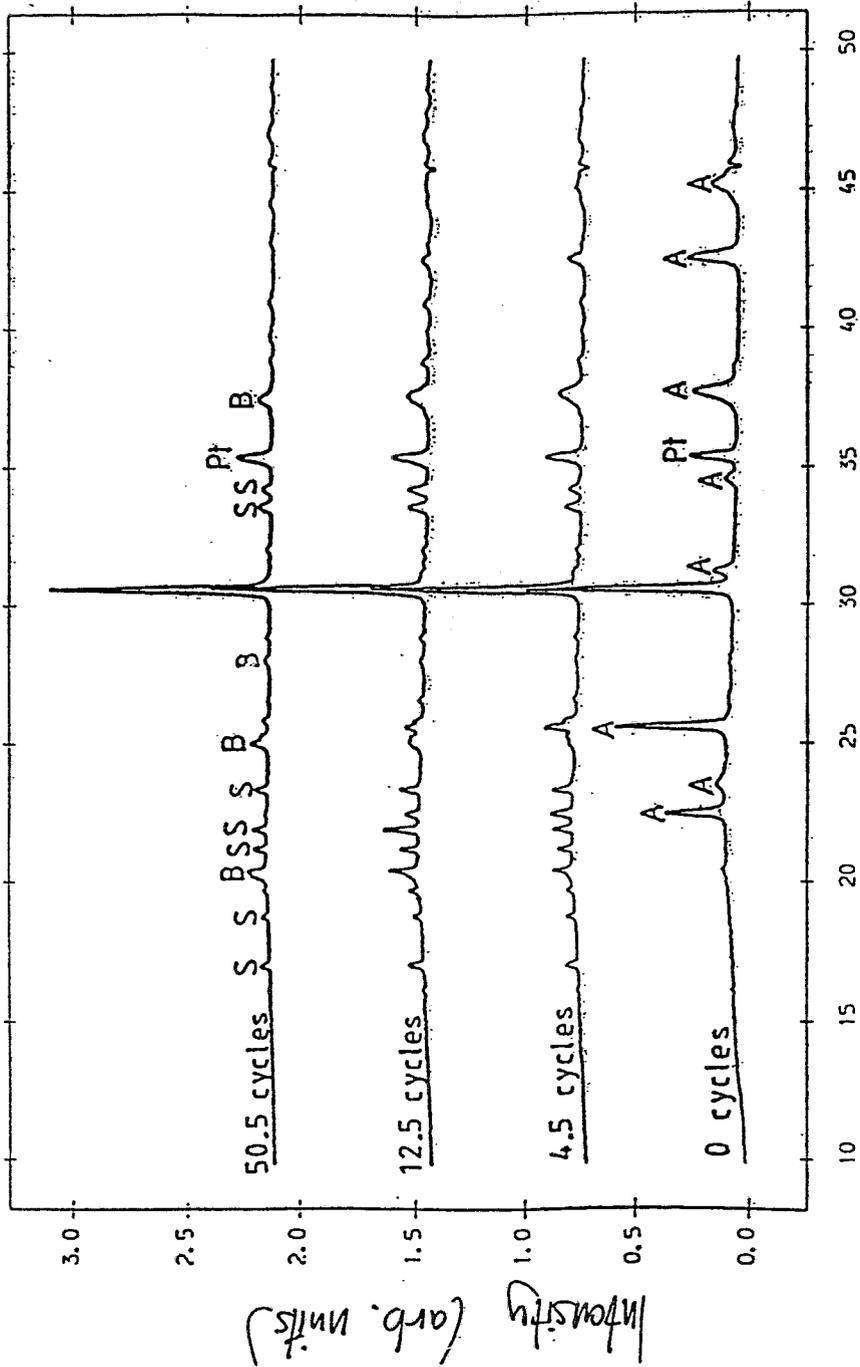
Structural Transformations:







20/°



2θ / °

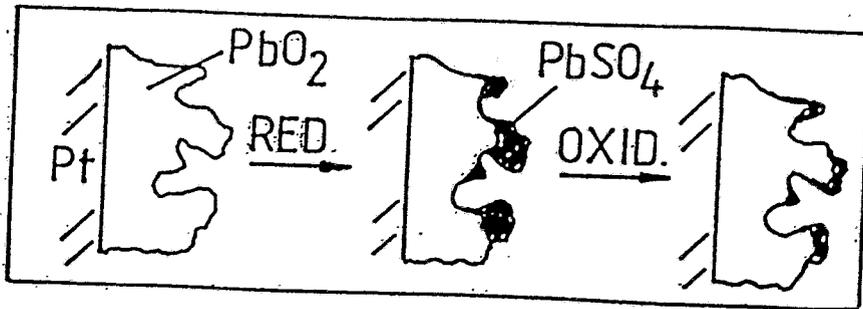


Figure 5: Transformation of  $\alpha\text{-PbO}_2$  to  $\beta\text{-PbO}_2$  with increasing number of potential cycles of the electrode for the 'porous' electrode (see inset).

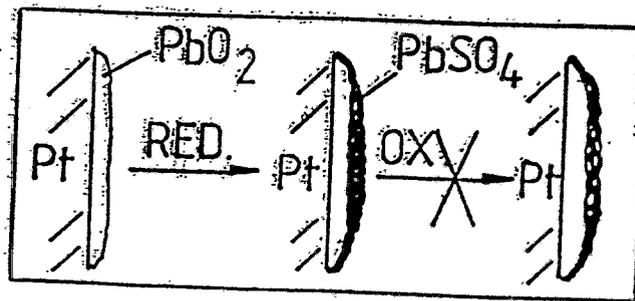


Figure 6 : transformation of  $\beta\text{-PbO}_2$  to  $\text{PbSO}_4$ , for the 'non-porous' electrode, (see inset)

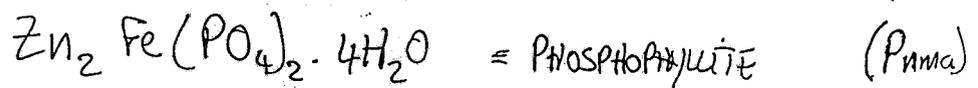
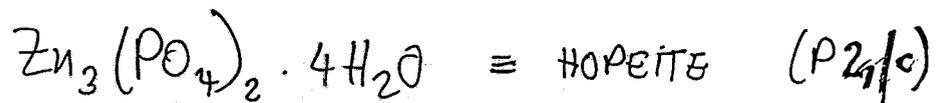
## Zn/ZnFe Phosphate as corrosion inhibitor for Fe

- used for car body parts

Zn/ZnFe phosphate film formed by immersion of metal in acidic  $Zn_3(PO_4)_2$  mixture at 0V potential

Film thickness  $\approx 1-10 \mu m$  after treatment

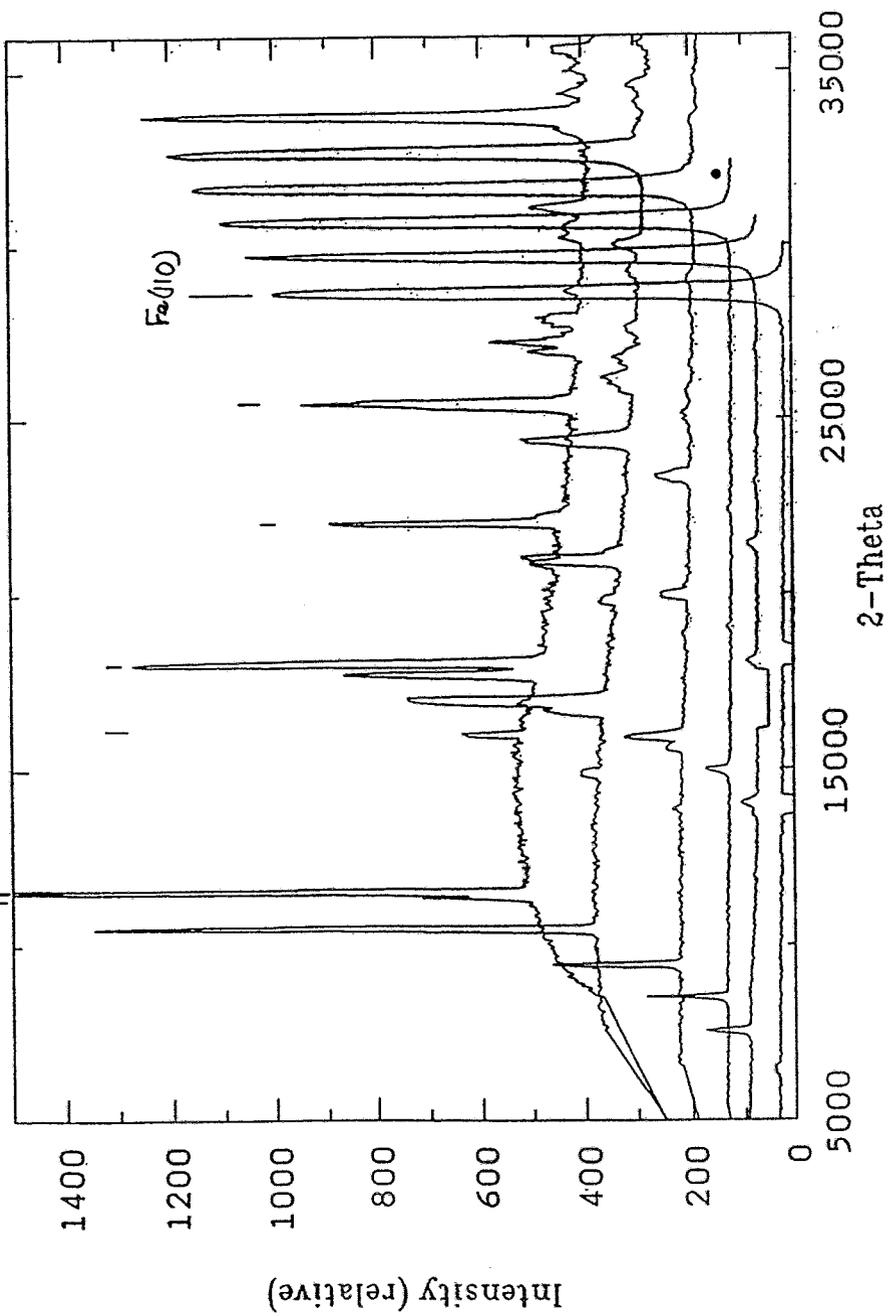
Consists of 2 Phases:



$Zn_3$  phase dominates  $\sim 5:1$

$\sim \text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$   
 $\sim \text{Zn}_2\text{Fe}(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

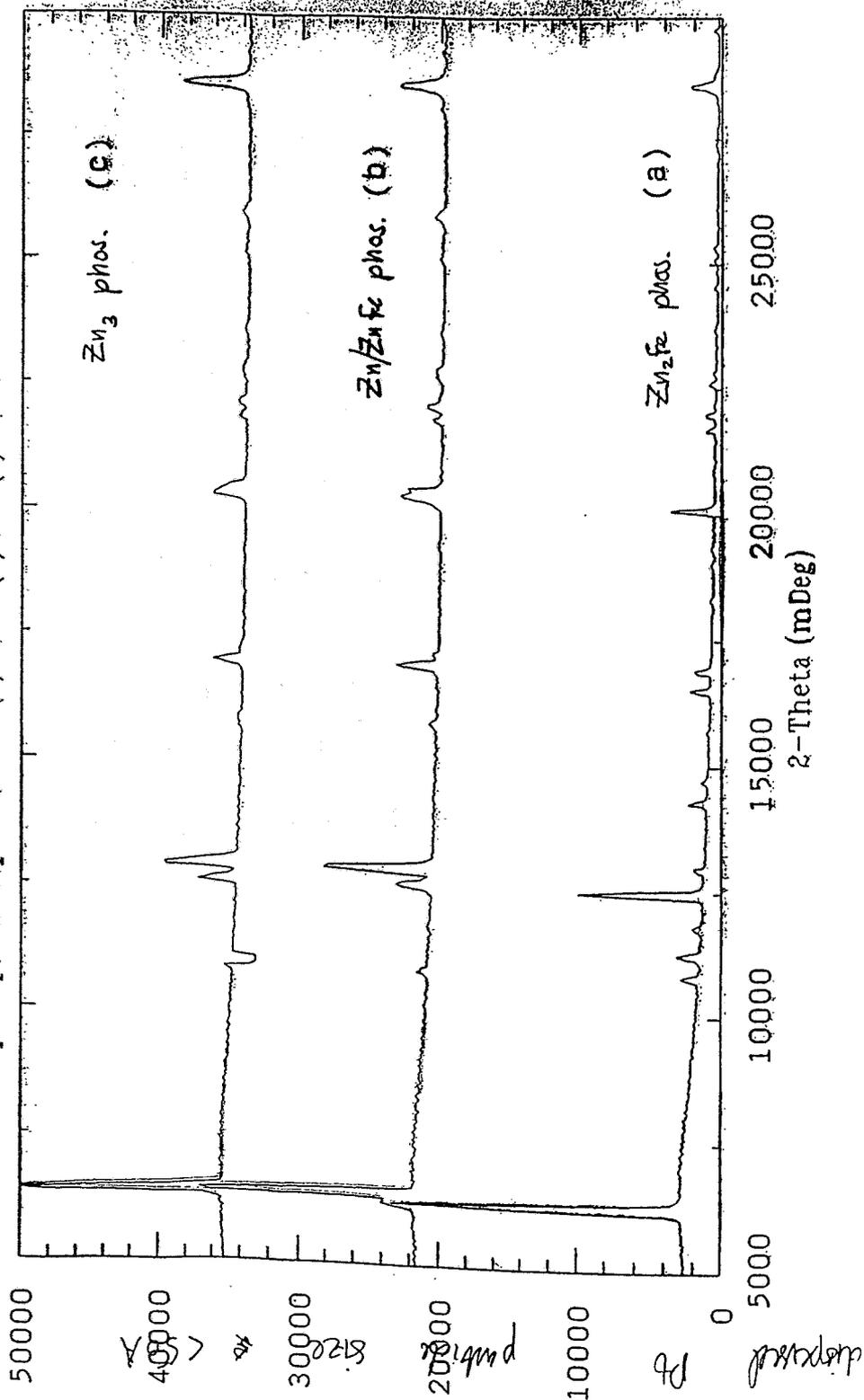
Evolution of Zn/Fe phosphate with time

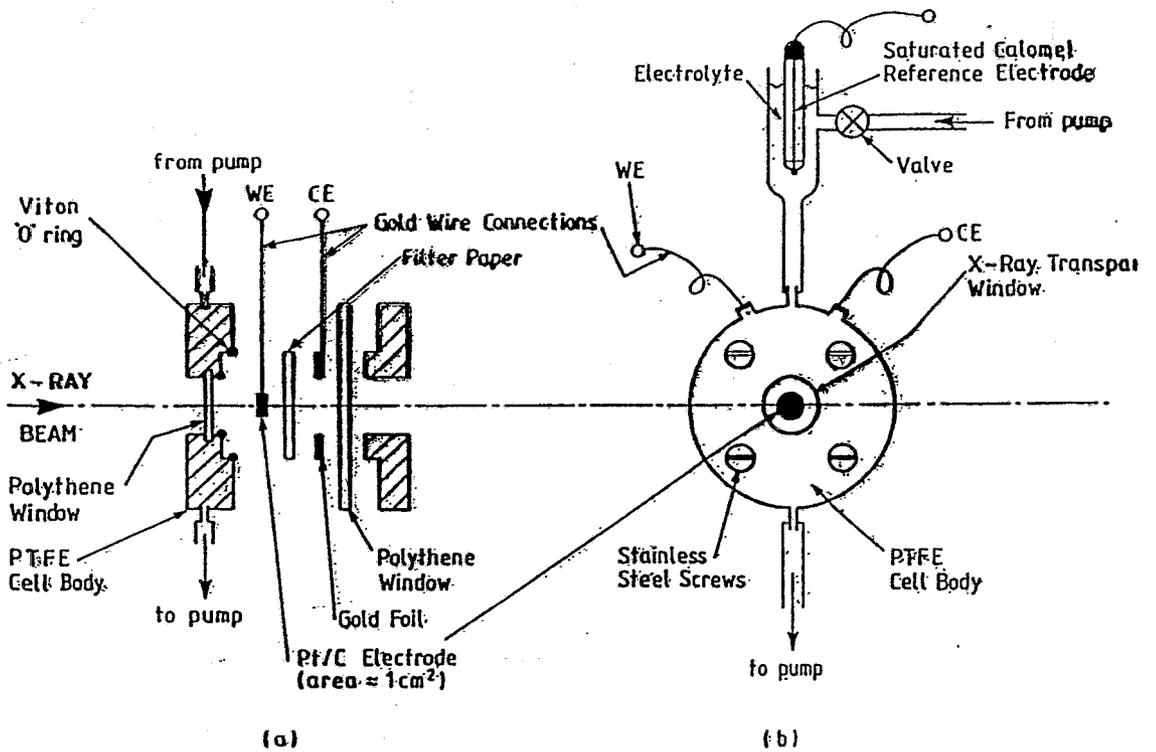


300 se  
 90 sec  
 30 sec  
 15 sec  
 7 sec

EXAFS Study of highly dispersed Pt metal/carbon

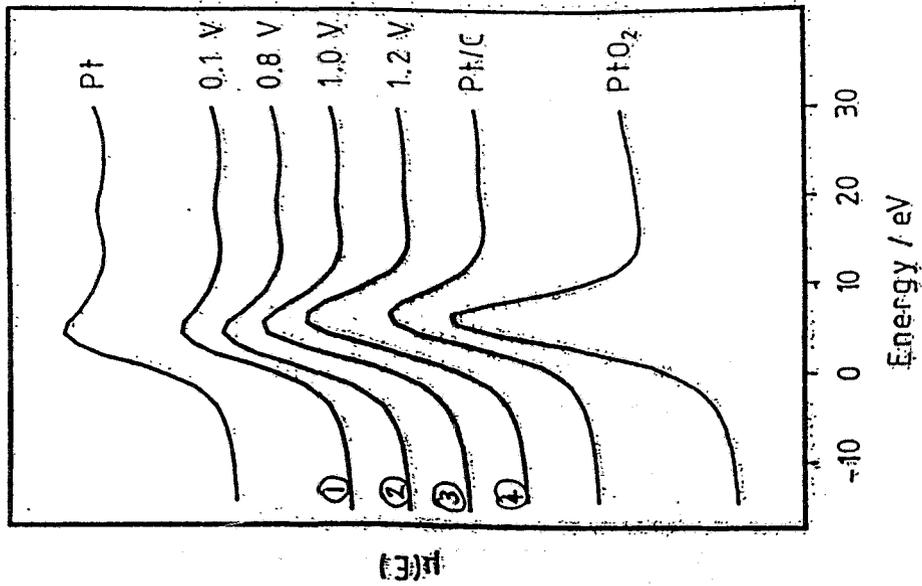
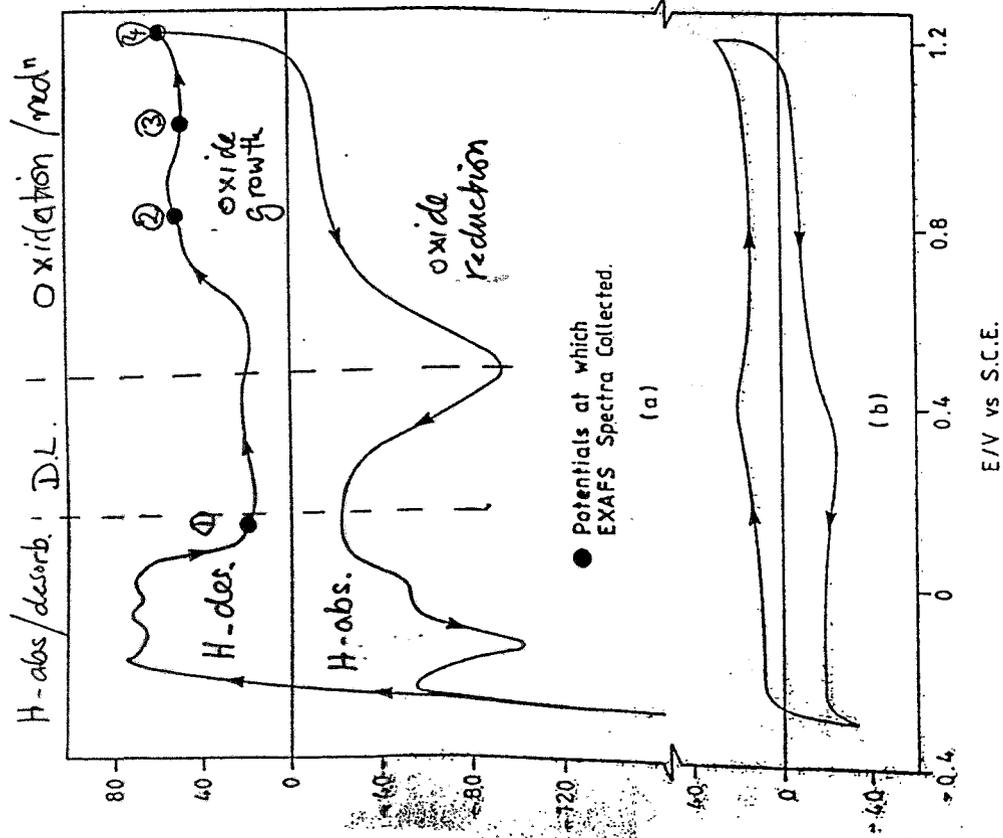
Zn Fe phosphate deposition at (a) -1.2V (b) 0.0V (c) +1.6V





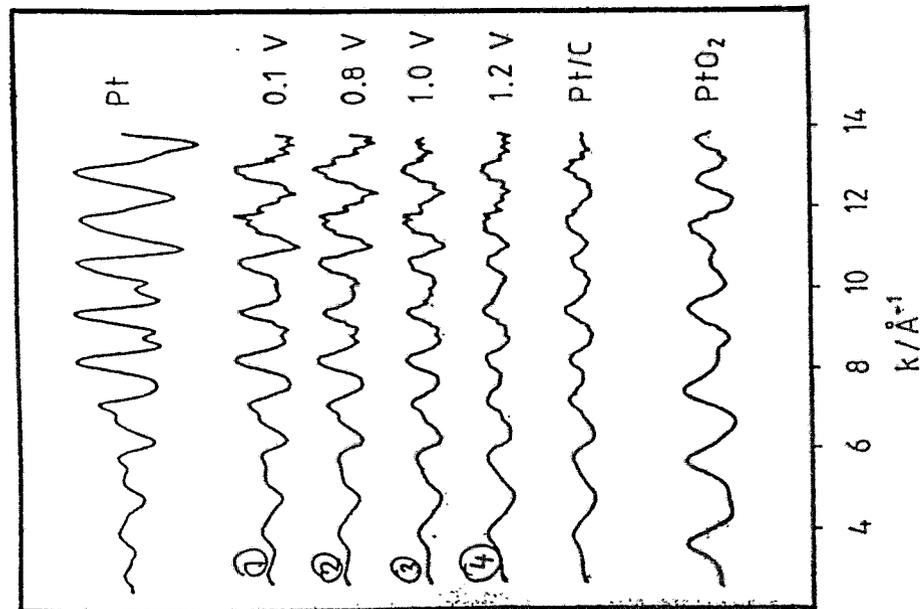
Transmission cell for in-situ EXAFS under controlled potential (E) conditions.

Pt/C "fuel cell" material - highly dispersed Pt metal particles -  $\approx 10-20\text{\AA}$  diameter

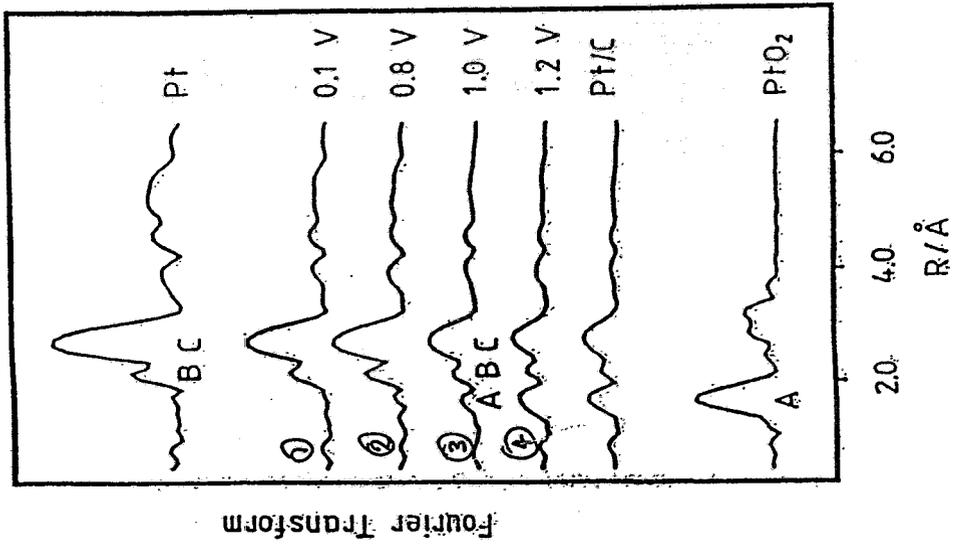


near-edge (XANES) spectra  
 for Pt/C, Pt, PtO<sub>2</sub>

(a) C.V. for Pt metal in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
 (b) " " Pt/C fuel cell material in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



$\chi(k)$  EXAFS for Pt/C  
Pt, PtO<sub>2</sub>



Fourier Transform

$R(A)$  for Pt/C, Pt, PtO<sub>2</sub>

Table I: A comparison of the crystallographic radial distribution functions around Pt atoms in Pt metal and  $\alpha$ -PtO<sub>2</sub>, with structural parameters derived from EXAFS data for these materials, and for a dry fuel cell electrode.

Platinum Metal								
Crystallographic Data			Pt (foil) EXAFS Data			Pt (black) EXAFS Data		
atom	N	r/Å	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>
Pt	12	2.774	12	2.77	0.010	8.7	2.76	0.010
Pt	6	3.923	6	3.91	0.016	4.6	3.87	0.016
Pt	24	4.805	24	4.76	0.020	14.0	4.74	0.020

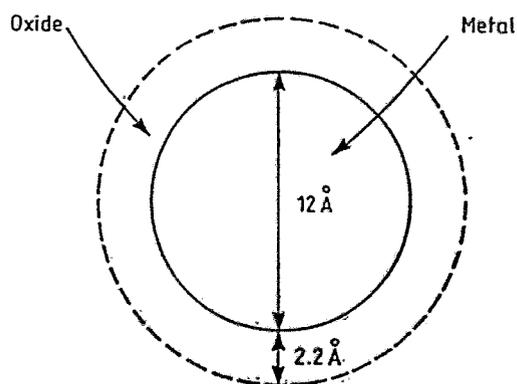
$\alpha$ -PtO <sub>2</sub>						Pt/C catalyst (dry)			
Crystallographic Data			EXAFS Data			EXAFS Data			
atom	N	r/Å	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>	atom	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>
O	6	2.070	6	2.07	0.006	O	2.6	2.07	0.012
Pt	6	3.100	6	3.08	0.014	Pt	3.3	2.76	0.012
O	2	3.597	6	3.58	0.006	Pt	1.3	3.90	0.016
O	4	3.598				Pt	4.2	4.75	0.025
O	6	3.728	6	3.75	0.018				

Table II: The structural parameters obtained from the best least squares fits to the EXAFS spectra for the Pt/C fuel cell electrode at potentials of 0.10 V, 0.80 V, 1.00 V and 1.20 V.

0.1 V				0.8 V			
atom	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>	atom	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>
Pt	7.5	2.76	0.012	O	0.8	2.07	0.012
Pt	2.6	3.90	0.017	Pt	6.4	2.76	0.012
Pt	13.0	4.74	0.026	Pt	3.3	3.90	0.017
				Pt	10.3	4.75	0.026
1.0 V				1.2 V			
atom	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>	atom	N	r/Å	2 $\sigma^2$ /Å <sup>2</sup>
O	1.8	2.07	0.013	O	2.8	2.05	0.013
Pt	4.7	2.76	0.012	Pt	2.9	2.76	0.013
Pt	2.3	3.89	0.017	Pt	1.9	3.91	0.017
Pt	7.1	4.75	0.026	Pt	4.6	4.75	0.026

Table III: Calculated radial distribution functions around Pt atoms in spherical FCC clusters compared with nearest neighbour co-ordination numbers derived from EXAFS data.

Particle size (Å)	Atoms in cluster	Co-ordination numbers				Foot notes
		$N_1$	$N_2$	$N_3$	$N_{ox}$	
Platinum metal						
6	13	5.5	1.8	3.7		
8	19	6.3	1.9	5.1		
10	43	7.3	3.1	8.9		
12	55	7.9	3.3	9.6		
14	86	8.3	3.4	12.1		2
EXAFS at 0.1 V		7.5	2.6	13.0		
EXAFS at 1.0 V		4.7	2.4	7.1	1.8	
16.4	86	5.0	2.1	6.1	1.3	3
16	141	8.8	3.9	13.6		
20	249	9.4	4.3	15.0		
40	2123	10.8	5.1	19.6		
$\infty$	$\infty$	12.0	6.0	24.0		
Oxide (based on $\alpha$ -PtO <sub>2</sub> )						
surface	31	monolayer on 12 Å Pt particle			3.5	4
bulk	$\infty$				6.0	



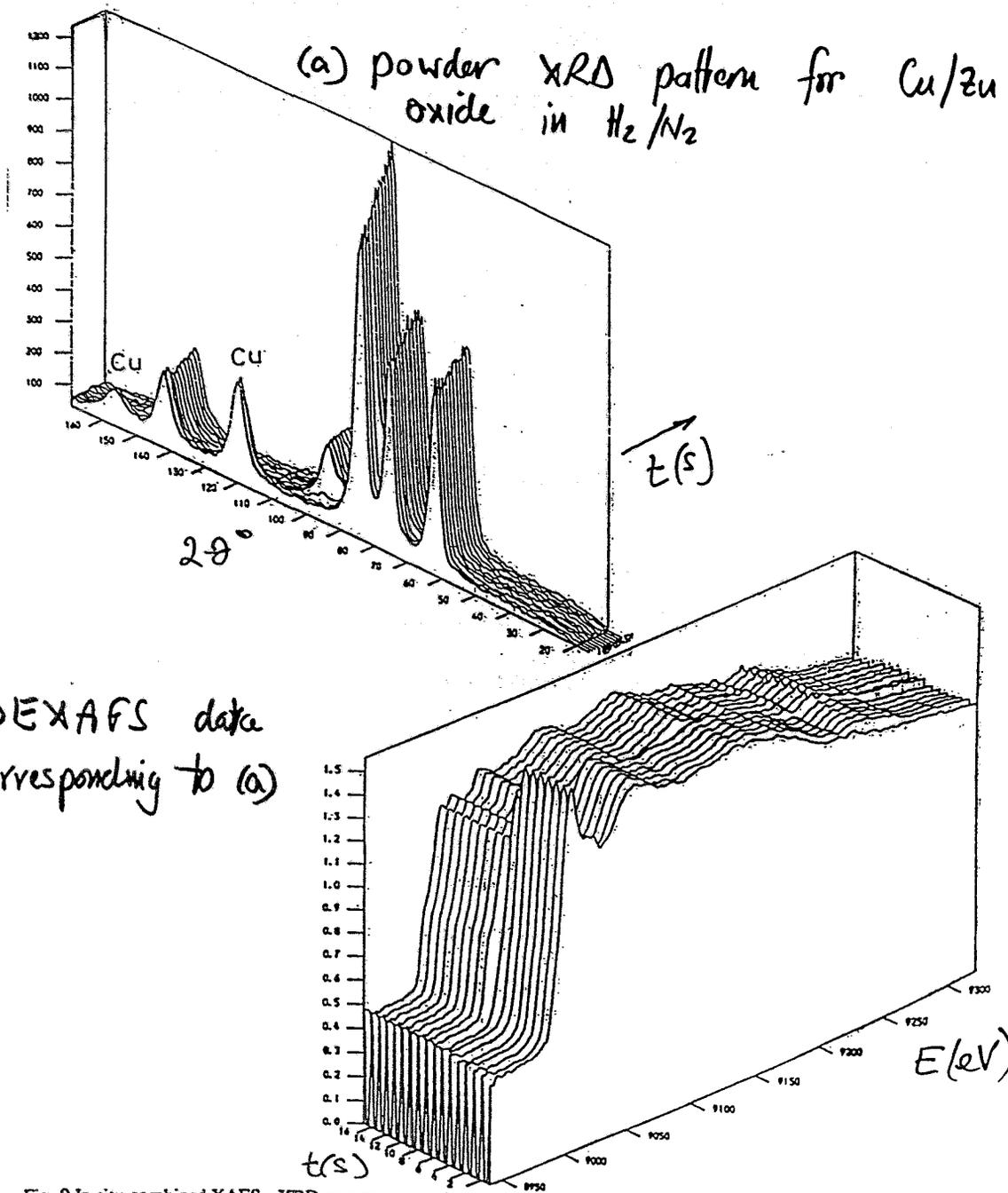


Fig. 9 In situ combined XAFS - XRD measurements following the thermal reduction of a 5/95 Cu-Zn mixed oxide in a 10%  $H_2/N_2$  mixture. The diffraction lines for metallic Cu are indicated.

# Conclusions

Using SR

- ① a growing range of techniques is available which enable direct structural / chemical investigation of surfaces
- ② control of surface environment via pH, E, pressure etc, allows observation of phases not otherwise observable.
- ③ time/energy/spatial resolution of modern detectors allows real-time kinetic/structural investigations

# Vorstellung des Projektes einer Synchrotronstrahlungsquelle in Rossendorf

W. Matz, D. Einfeld  
Forschungszentrum Rossendorf  
Studiengruppe Synchrotron

---

Forschungszentrum Rossendorf

*Zukunftsoption*

Strahlentechniken in der  
Bioanorganischen Chemie  
Radiochemie

**Strahlencentrum Rossendorf**

Komplex für  
Ionenstrahltechnik

Synchrotronstrahlungs-  
quelle

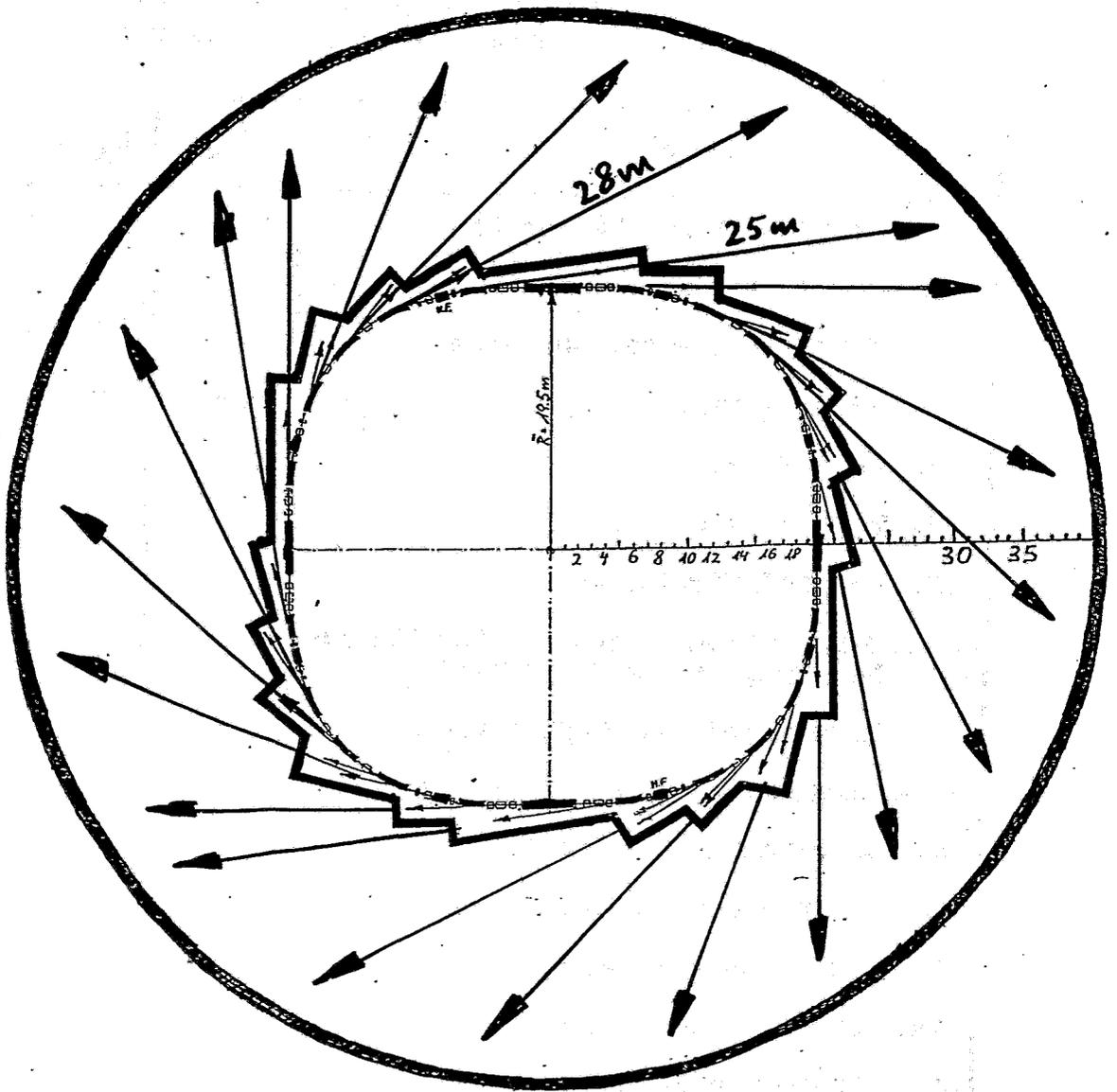
Kooperation mit  
Materialforschungs-  
einrichtungen der Region

Tab. 1.1: Übersicht über Forschungseinrichtungen in Sachsen,  
die Materialforschung betreiben.

1. Hochschulen
<ul style="list-style-type: none"> <li>1) Technische Universität Dresden</li> <li>2) Technische Universität Chemnitz</li> <li>3) Bergakademie Freiberg</li> <li>4) Universität Leipzig</li> </ul>
2. Institute der "Blauen Liste"
<ul style="list-style-type: none"> <li>1) Forschungszentrum Rossendorf (450 Mitarbeiter)</li> <li>2) Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden (285 Mitarbeiter)</li> <li>3) Institut für Polymerforschung Dresden (170 Mitarbeiter)</li> <li>4) Institut für Oberflächenmodifizierung Leipzig (60 Mitarbeiter)</li> </ul>
3. Einrichtungen der Fraunhofer-Gesellschaft für
<ul style="list-style-type: none"> <li>1) Elektronenstrahl- und Plasmatechnik Dresden (75 Mitarbeiter)</li> <li>2) Werkstoffphysik und Schichttechnologie Dresden (55 Mitarbeiter)</li> <li>3) Keramische Technologien und Sinterwerkstoffe Dresden (75 Mitarbeiter)</li> <li>4) Umformtechnik und Werkzeugmaschinen Chemnitz (95 Mitarbeiter)</li> <li>5) Mikroelektronische Schaltungen und Systeme Dresden (130 Mitarbeiter)</li> <li>6) Automatisierung des Schaltkreis- und Systementwurfs Dresden (30 Mitarbeiter)</li> <li>7) Pulvermetallurgie und Verbundwerkstoffe Dresden (20 Mitarbeiter)</li> <li>8) Akustische Diagnostik und Qualitätssicherung Dresden/ Rossendorf (30 Mitarbeiter)</li> </ul>

Tabelle 1.2: Synchrotronstrahlungsmethoden für die Materialforschung in Relation zu Energiebereichen  
 (Die Kreuze sind ein Maß für die relative Wichtigkeit der Methoden in unterschiedlichen Energiebereichen. Die Anzahl der Kreuze enthält gleichzeitig eine subjektive Wichtung der Häufigkeit des Einsatzes der jeweiligen Methode.)

Methode	<2 keV	2...20 keV	>20 keV
1. Absorption (XANES, EXAFS)	+ + +	+ + +	+
2. Reflexion	+ + +	-	-
3. Fluoreszenz-Spurenanalyse	+ +	+ + +	+
4. Photoemission	+ + +	+	-
5. Mikroskopie	+ + +	+ +	-
6. Topographie	-	+	-
7. Pulverdiffraktion	-	+ + +	+
8. Diffraktion an nichtkristallinen Festkörpern und an Schmelzen	-	+ + +	+
9. Hochaufgelöste Diffraktion	-	+ +	+ +
10. energiedispersive Diffraktion	-	+ +	+
11. Einkristall-Diffraktometrie	-	+ + +	+ + +
12. Dünnschichtdiffraktometrie	-	+ +	+
13. Kleinwinkelstreuung	-	+ + +	+
14. Mößbauer-Spektroskopie	-	+ + +	+ + +
15. Compton-Streuung	-	+	+ +
16. Röntgenmikrotomographie	-	+ + +	+ + +



ROSY

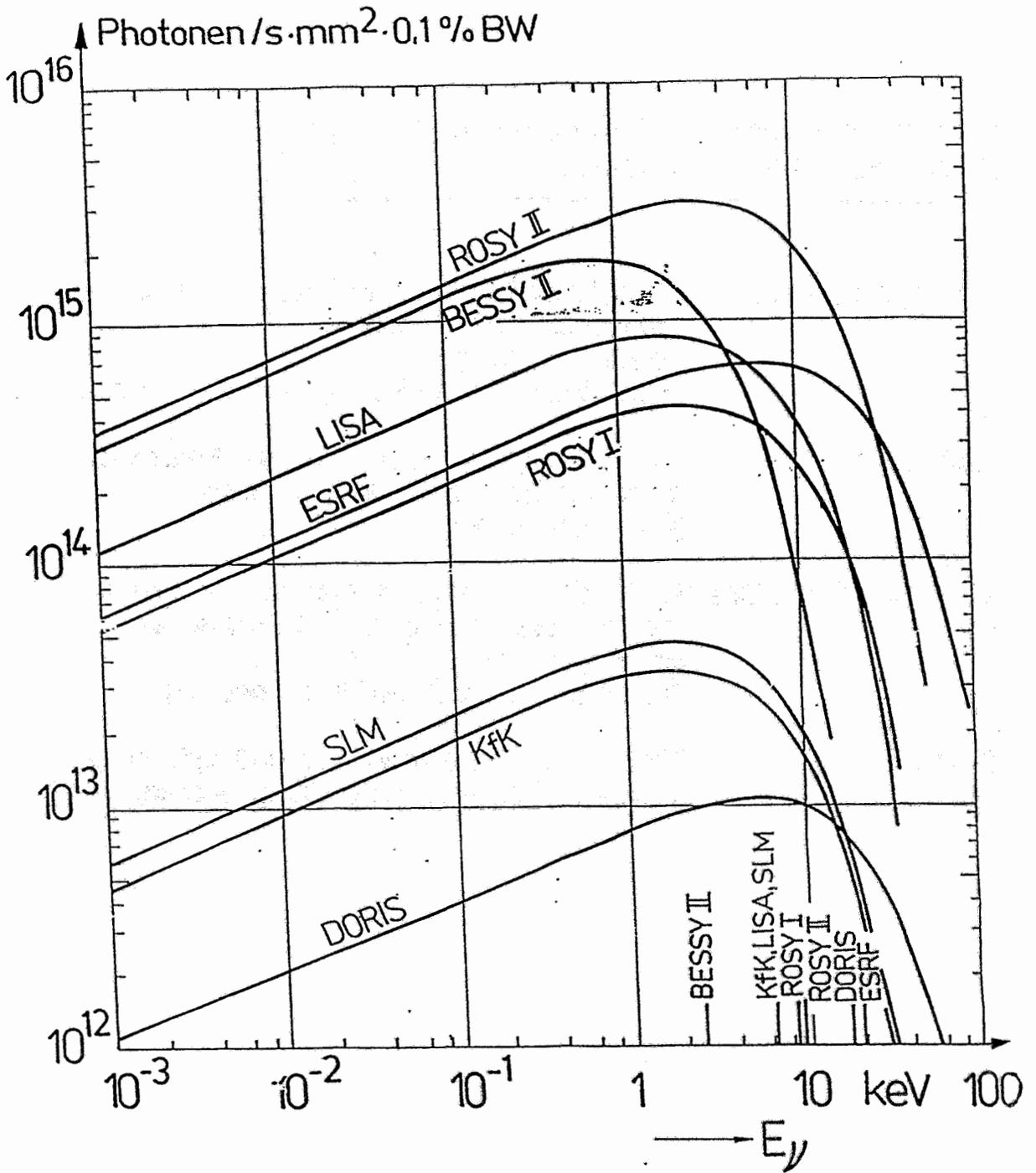
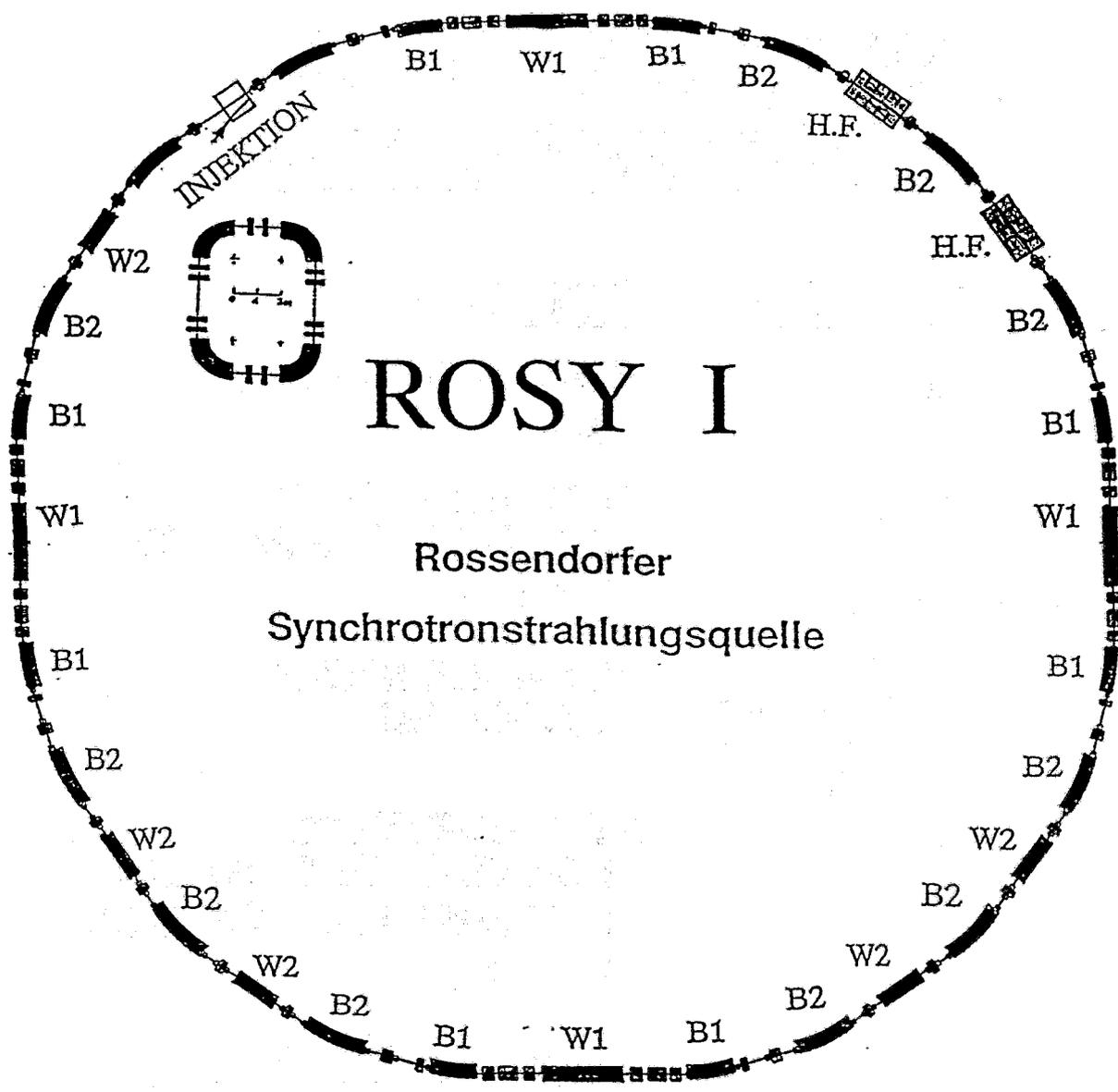


Abb. 2.8: Vergleich der Photonenströme aus den Ablenkmagneten für verschiedene Synchrotronstrahlungsquellen

## Nutzungsbereiche von ROSY durch Institute des Forschungszentrums Rossendorf

---

- Ionenstrahlphysik:** Dicke, Kristallstruktur und Zusammensetzung von implantierten Schichten  
Spannungsanalyse  
in-situ Beobachtung des Implantationsprozesses
- Radiochemie:** Elementanalyse in Feststoffen und Aerosolen bei extrem geringen Konzentrationen (Ökoradiochemie)
- Bioanorganische Chemie:** Struktur von Übergangsmetallkomplexen und organischen Tracern mit Diffraktions- und Absorptionsmethoden ( bildgebende Verfahren für Biomedizin)
- Kernphysik:** Photonenproduktion durch Laserrückstreuung (max. 416 MeV) -> Kernstrukturexperimente

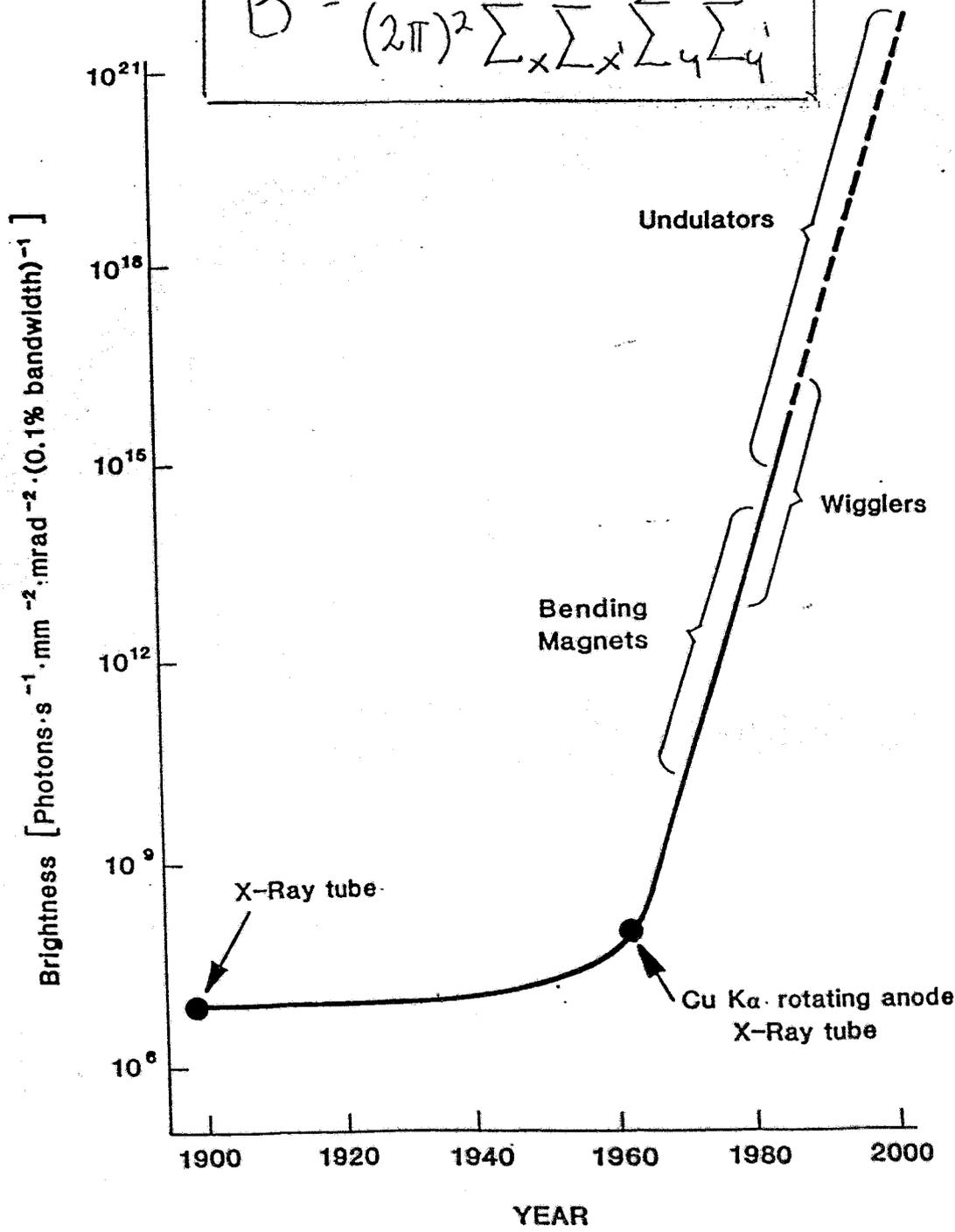


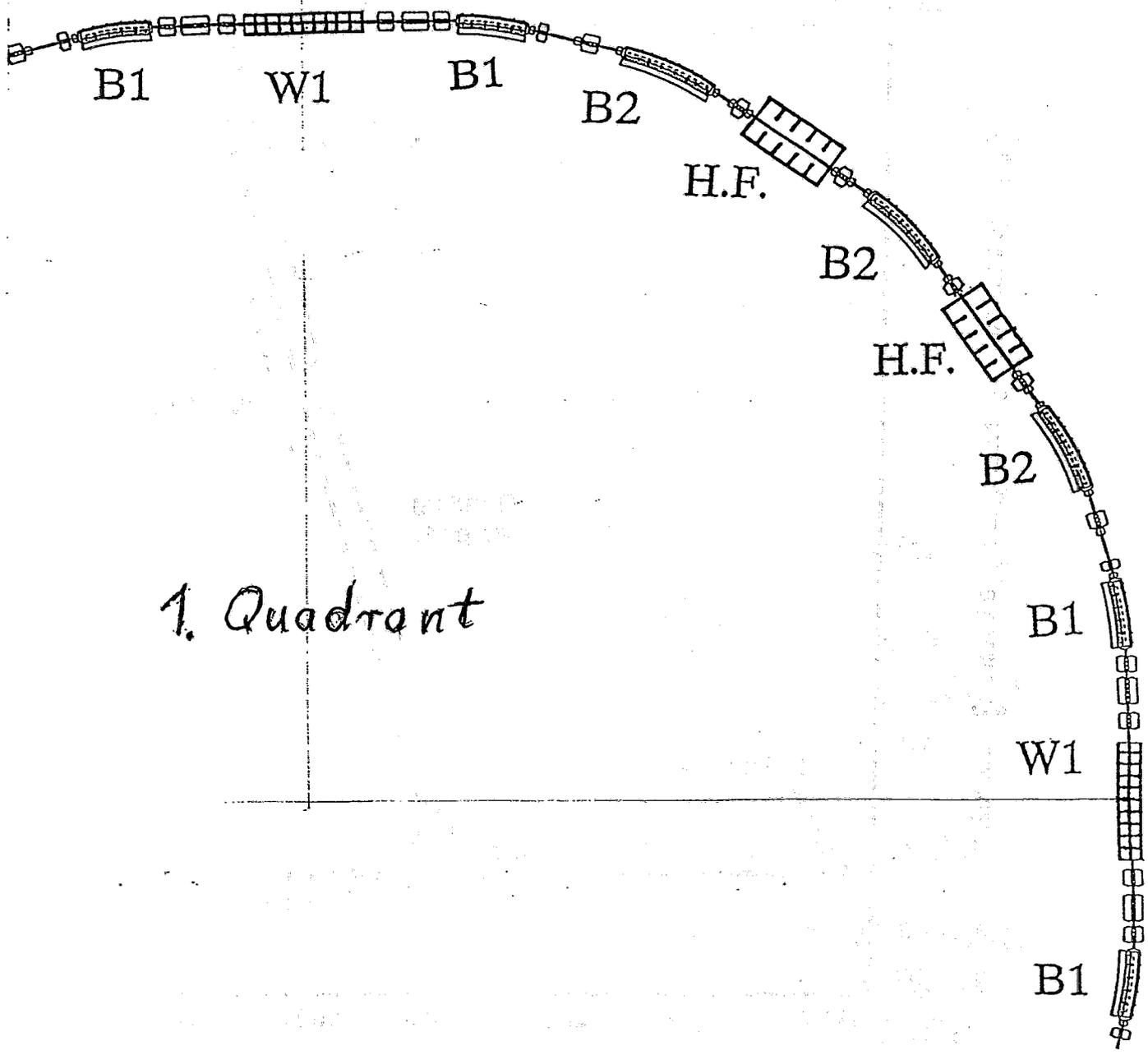
**TEIL II**  
**Maschinenkonzept**  
 - Dezember 1992 -

# DEVELOPMENT OF SYNCHROTRON LIGHT SOURCES

<u>GENERATION</u>	<u>SOURCE</u>
0	<i>SYNCHROTRONS</i> (CYCLIC)
1	<i>STORAGE RINGS</i> BUILT FOR HIGH ENERGY PHYSICS
2	<i>STORAGE RINGS</i> DEDICATED
3	<i>STORAGE RINGS</i> LOW EMITTANCE RINGS OPTIMIZED FOR INSERTION DEVICES
4	<i>STORAGE RINGS,</i> <i>LINEAR ACCELERATORS</i> LOWER EMITTANCE, RADIATION APPROACHING DIFFRACTION LIMITS AT SHORTER WAVELENGTH

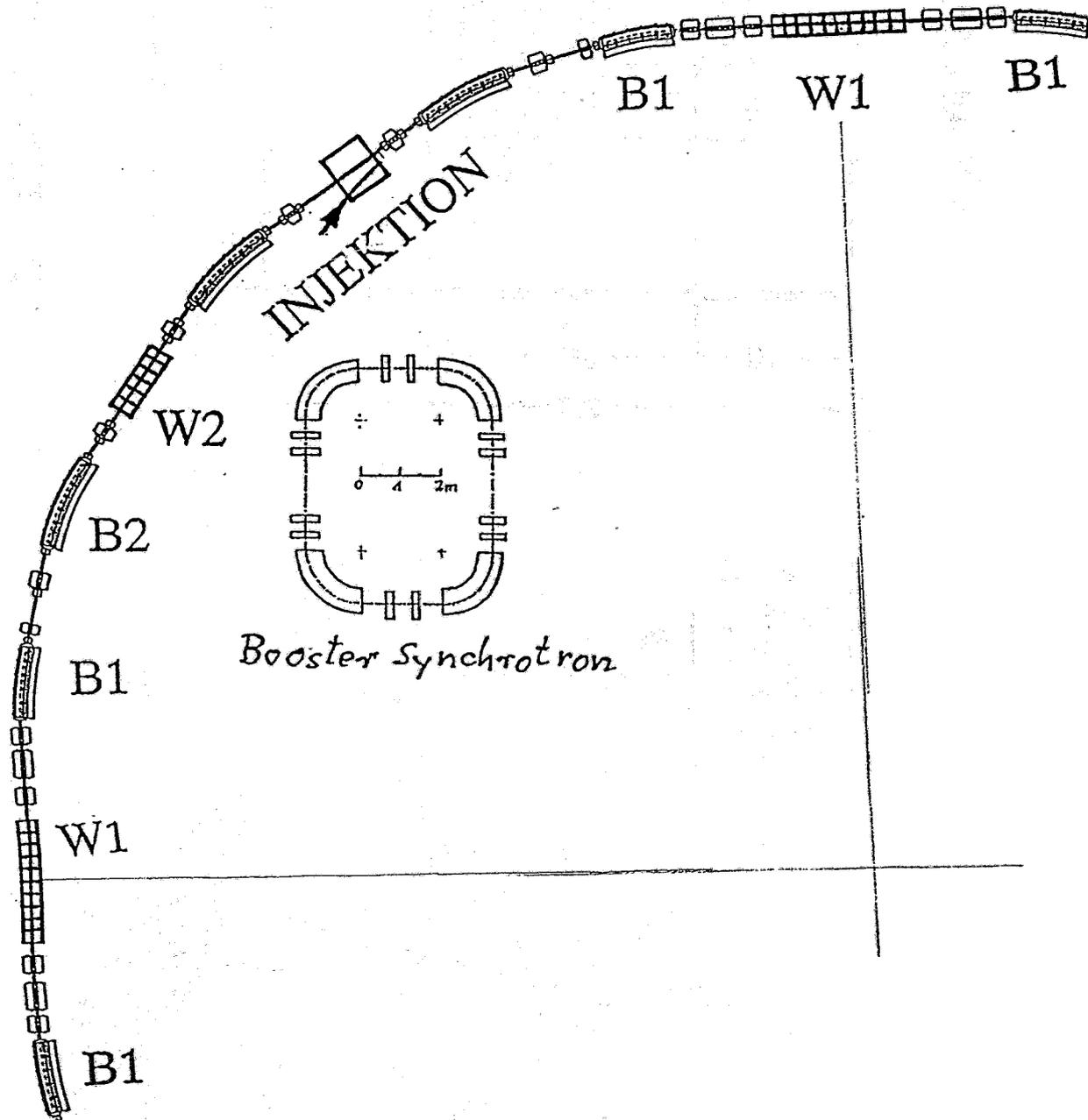
$$B = \frac{\Phi}{(2\pi)^2 \sum_x \sum_{x'} \sum_y \sum_{y'}}$$



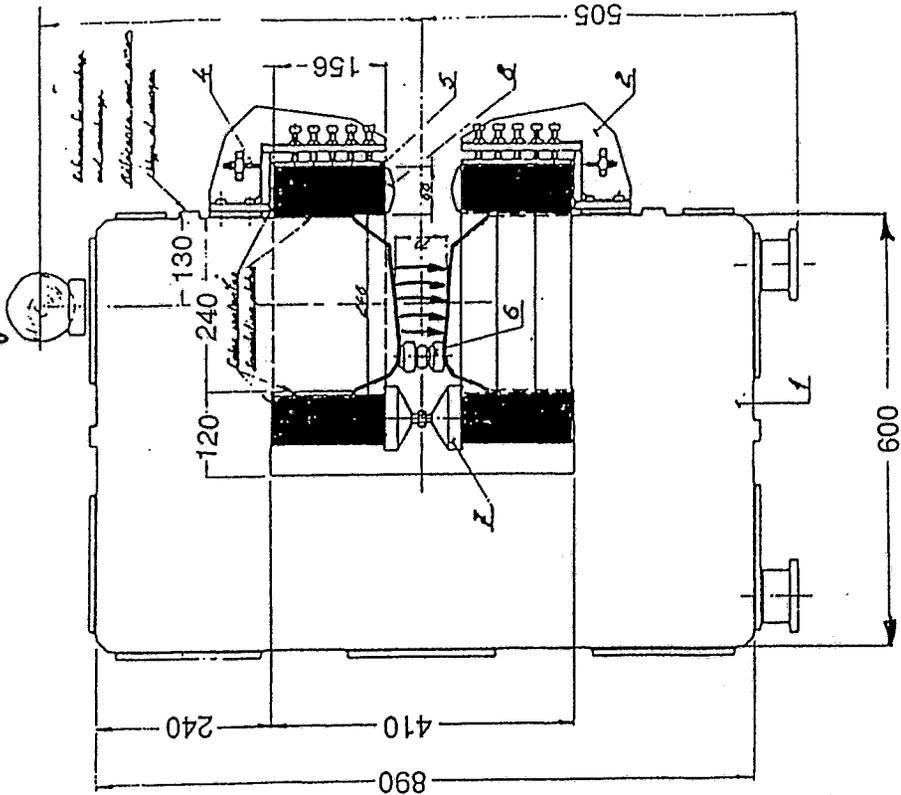


1. Quadrant

# 2. Quadrant

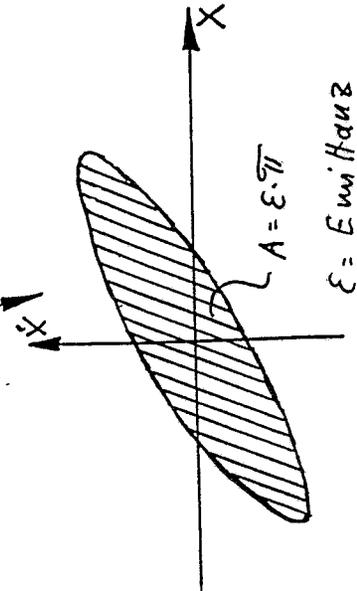
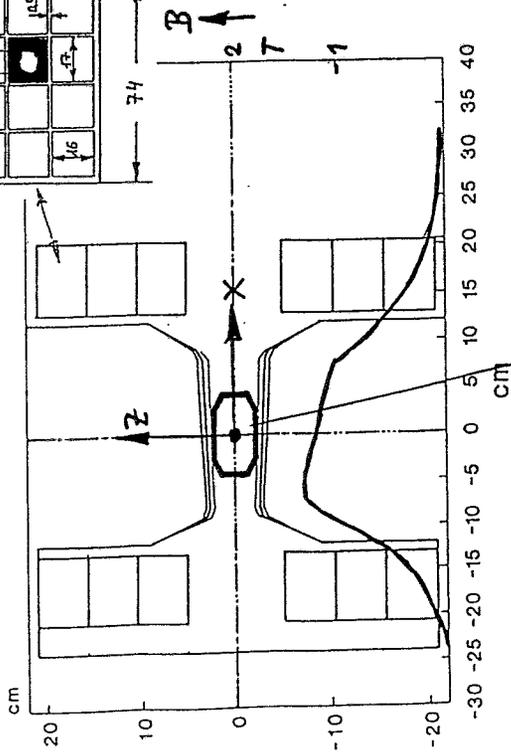
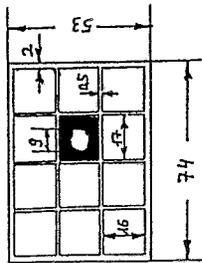


# Ablenkmagnet



*Elektronen  
Kammer*

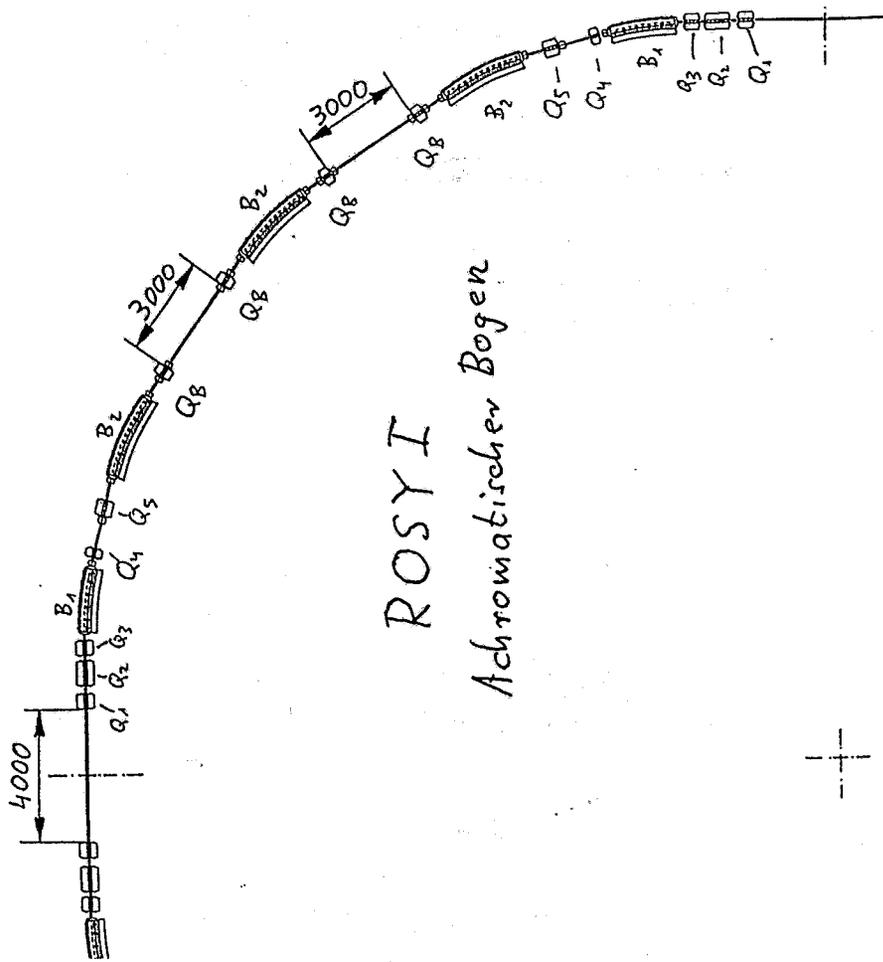
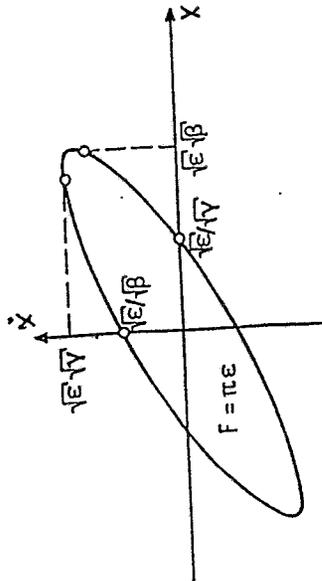
Abb. 18: Ablenkmagnet des Speicherringes ELETRA, der auch als Ablenkmagnet für ROSY I vorgeschlagen wird.



Emitanz

$$\epsilon_x = C_q \frac{\gamma^2}{J_x} \Phi^3 k F(\mu)$$

$$= C_q \frac{\gamma^2}{J_x} \Phi^3 k^*$$

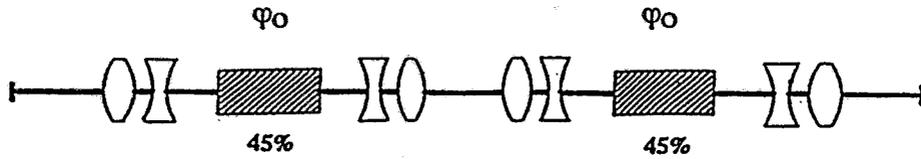


ROSYI

Achromatischer Bogen

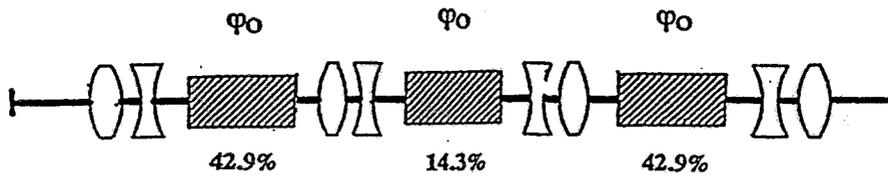
$$\epsilon_x = K \cdot Cq \cdot \gamma_0^2 \cdot \frac{1}{J_x} \cdot \frac{1}{4\sqrt{15}} \cdot \varphi_0^3$$

**DOUBLE BEND ACHROMAT CELL. (DBA)**



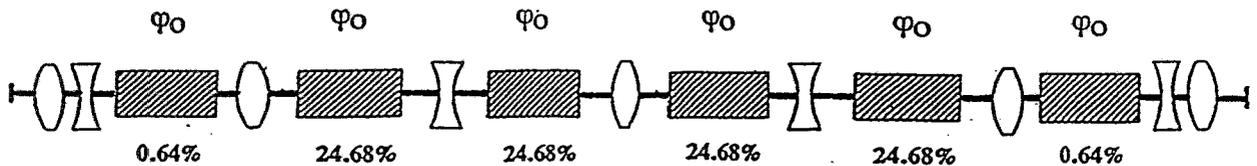
$$K = 1$$

**TRIPLE BEND ACHROMAT CELL (TBA)**



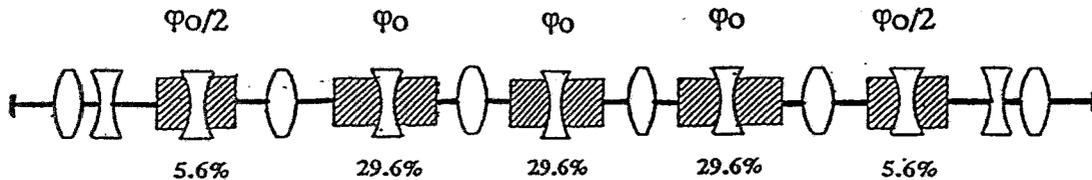
$$K = 1/1.29$$

**FODO BEND ACHROMAT CELL (FODO)**



$$K = 26.15$$

**GRADIENT FODO BEND ACHROMAT CELL (FODO-mod.)**



$$K = 1/3.5$$

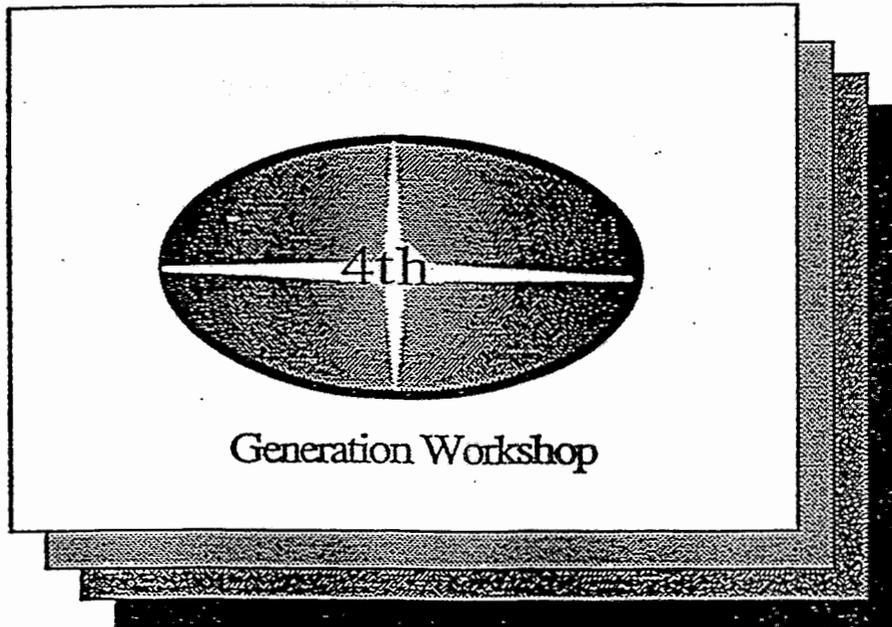
# A Modified QBA Optics for Low Emittance Storage Rings

D. Einfeld\* and M. Plesko\*\*

\* Fachhochschule Ostfriesland, \*\* Sincrotrone Trieste

## *Abstract:*

A modified quadruple bend achromat (QBA) optics as a lattice for a low emittance storage ring is presented. The novel feature of this lattice is the use of horizontally defocussing bending magnets with different bending angles to keep the radiation integrals low. A realistic storage ring with six achromats, non-dispersive straight sections of 4.6 m each and a total circumference of 124.8 m is studied. At an energy of 2.5 GeV the emittance yields only  $20 \pi$  nm rad. The chromaticities and the sextupole strengths are moderate, the dynamic aperture is large and the momentum acceptance is more than  $\pm 9\%$  relative. A similar 3 GeV storage ring with 12 achromats and a circumference of 300 m yields an emittance of  $3 \pi$  nm rad. Possible applications and extensions of the QBA structure for diffraction limited storage rings are discussed.



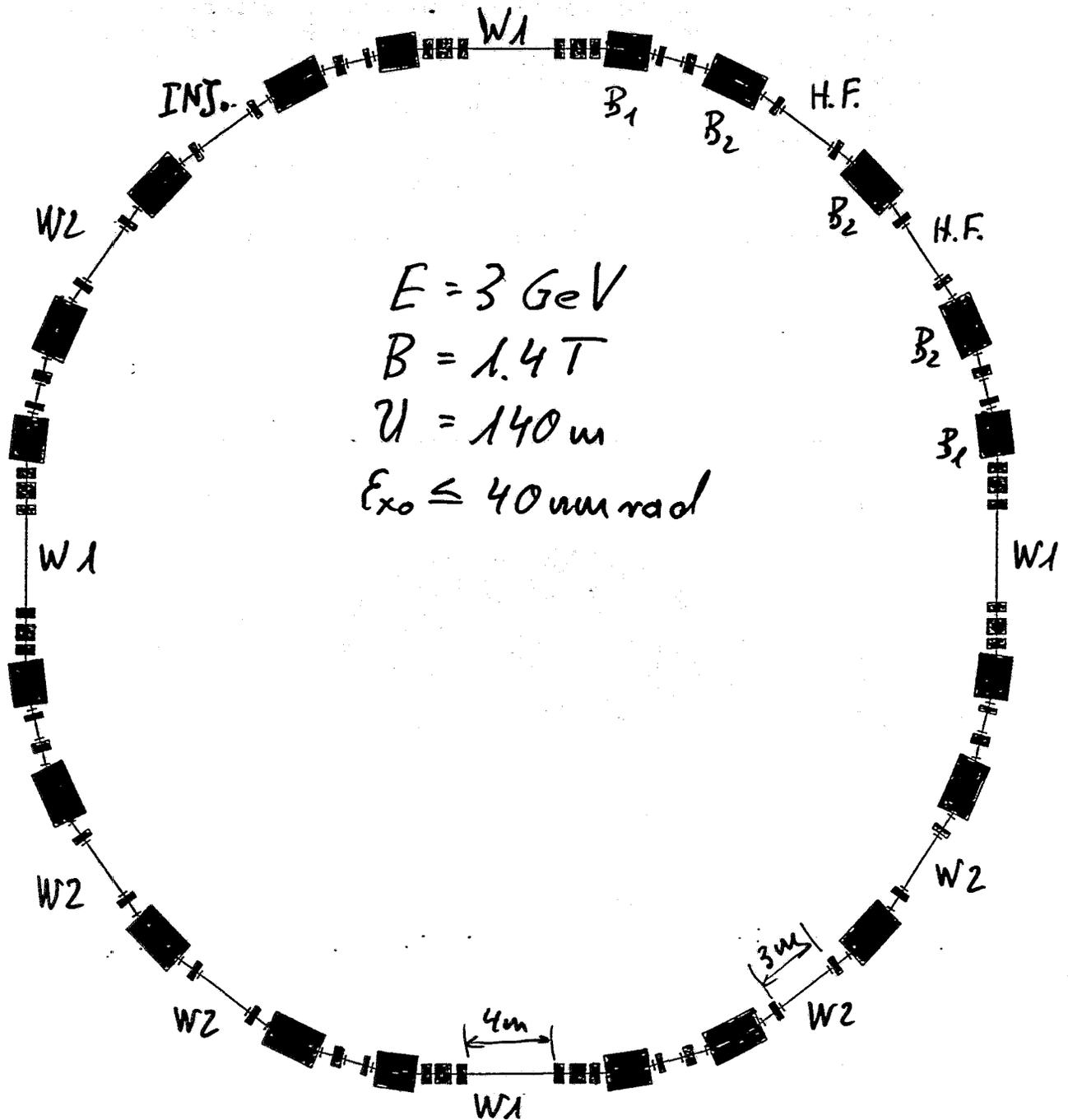
PRESENTED:

## WORKSHOP ON 4TH GENERATION LIGHT SOURCES

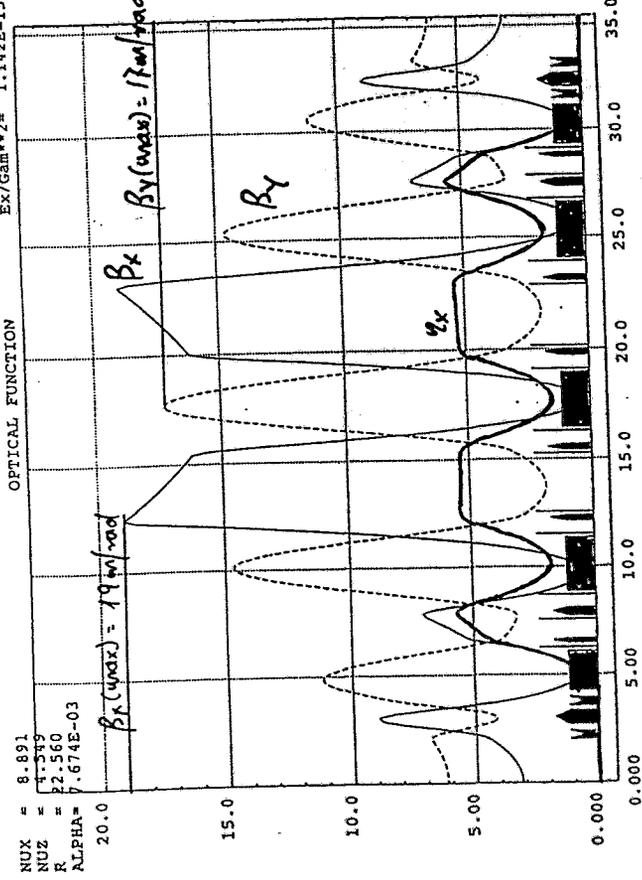
February 24-27, 1992

Stanford Synchrotron Radiation Laboratory  
2575 Sand Hill Road, P.O. Box 4349, Bin 69  
Menlo Park, California 94309-0210

# ROSYI



1/10 waves  
Ex/Gam\*2 = 1.142E-15



NUX = 8.891  
NUZ = 4.519  
R = 22.560  
ALPHA = 7.674E-03  
20.0

DATA - F12

$$E_x = 39 \mu\text{m rad}$$

$$u = 142 \mu$$

$$Q_x = 8.881$$

$$Q_y = 4.549$$

$$\alpha = 7.67 \cdot 10^{-3}$$

$$A = E^2/\beta$$

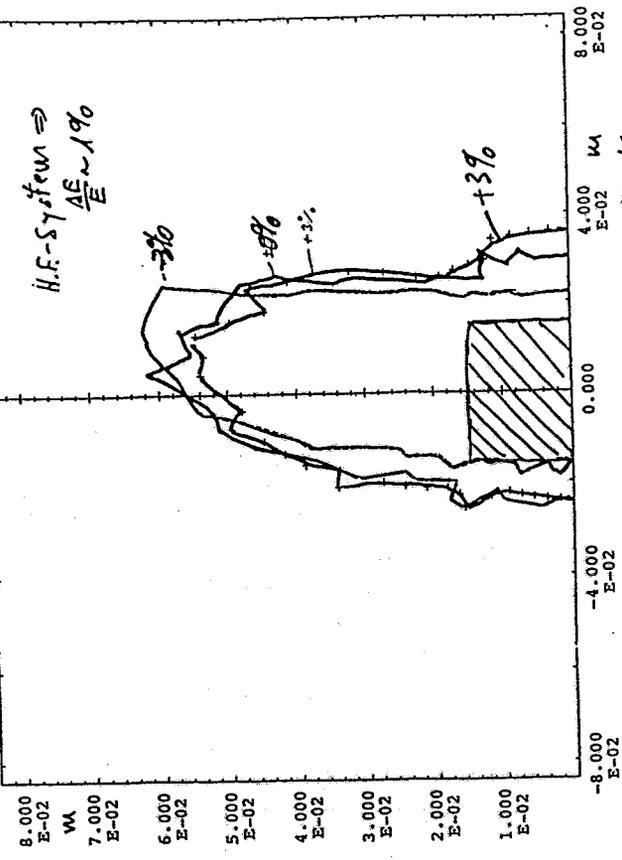
$$A_x = \frac{40 \cdot 40}{19} = 94 \mu\text{m rad}$$

$$A_y = \frac{25 \cdot 25}{17} = 37 \mu\text{m rad}$$

$$G_x = \sqrt{E_x \cdot \beta} = 330 \mu\text{m}, G_{xM} = 150 \mu\text{m}$$

$$G_y = \sqrt{E_y \cdot \beta} = 140 \mu\text{m}, G_{yM} = 230 \mu\text{m}$$

A7  
Dynamische Apertur



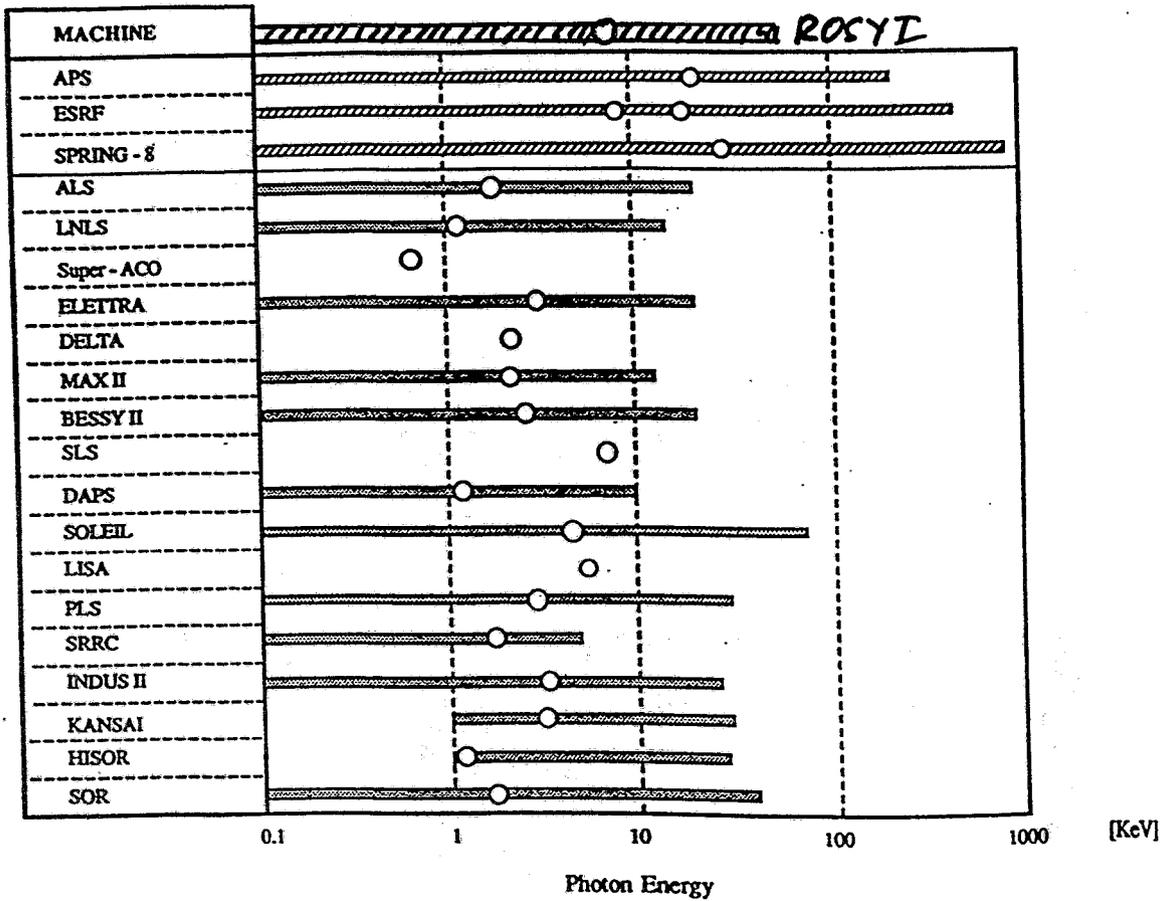
H.F.-System  $\Rightarrow$   
 $\frac{AE}{E} \sim 1\%$

$$E_{x0} = \sqrt{A_x \cdot \beta_{x0}} = 794.3' = 16.8 \text{ mm}$$

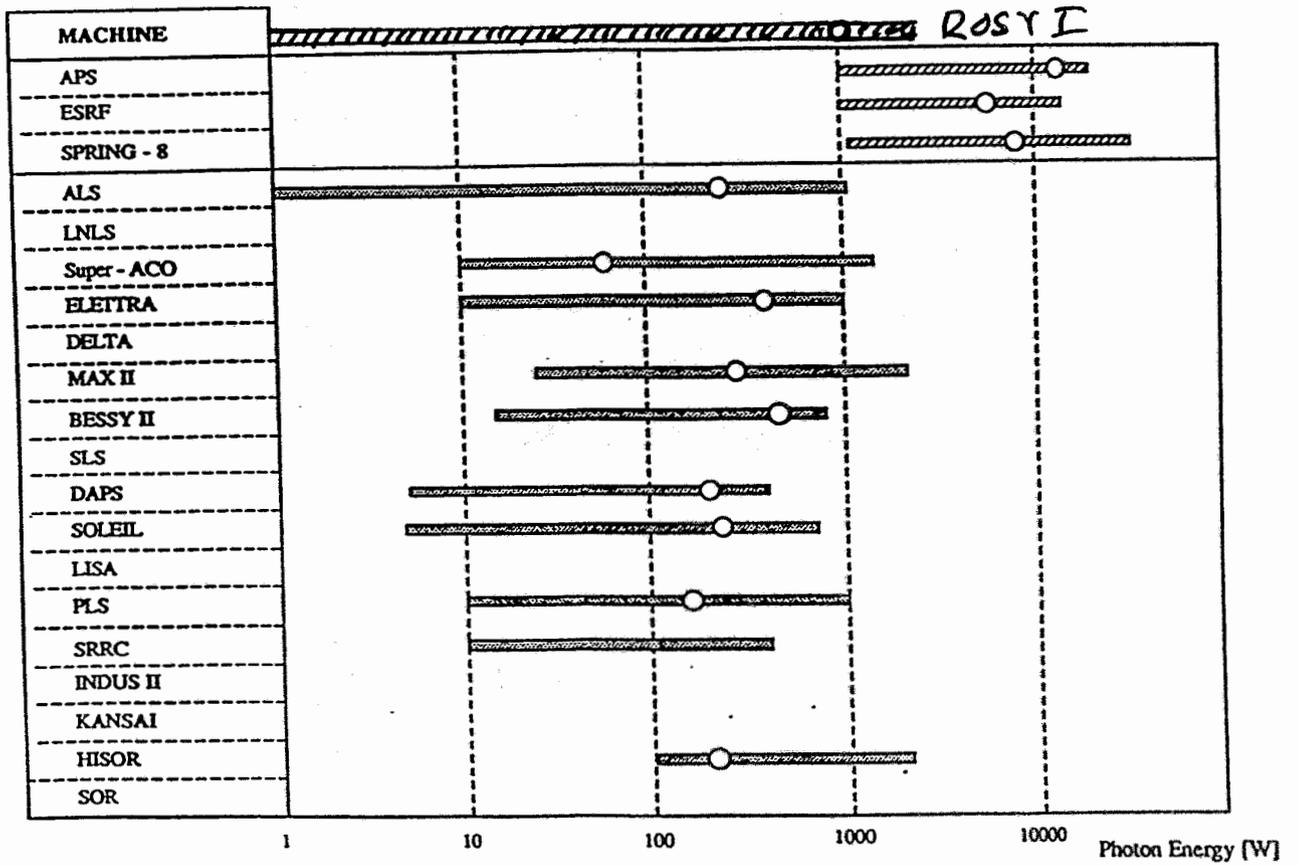
$$E_{y0} = \sqrt{A_y \cdot \beta_{y0}} = 37.6' = 14.9 \text{ mm}$$

physikal. Apertur

$$\frac{E_{x0}}{G_x} = \frac{24}{0.33} = 72.7, \quad \frac{E_y}{G_y} = \frac{50}{0.14} = 357$$

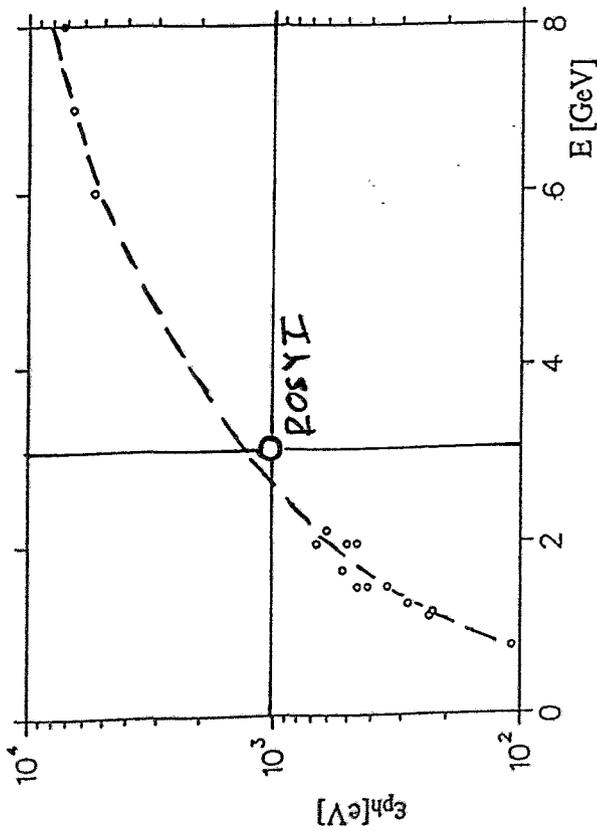


Photon energies from bending magnets and wigglers:  
 (○ : critical photon energy of the bending magnet)

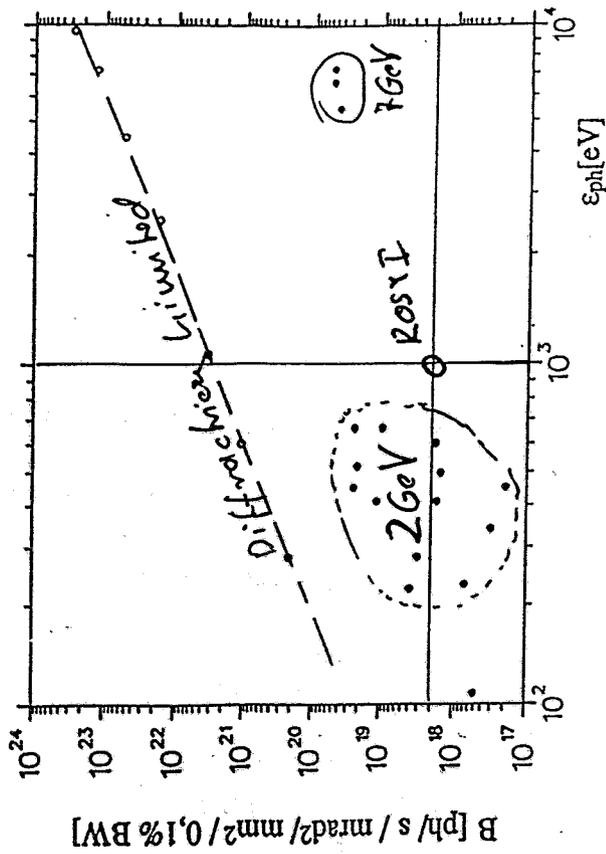


Photon energies from undulators

( ○ : photon energy with maximum brilliance)



3rd Generation Light Sources: Photon energy (for which brilliance becomes maximum) versus machine energy (gap = 20mm).

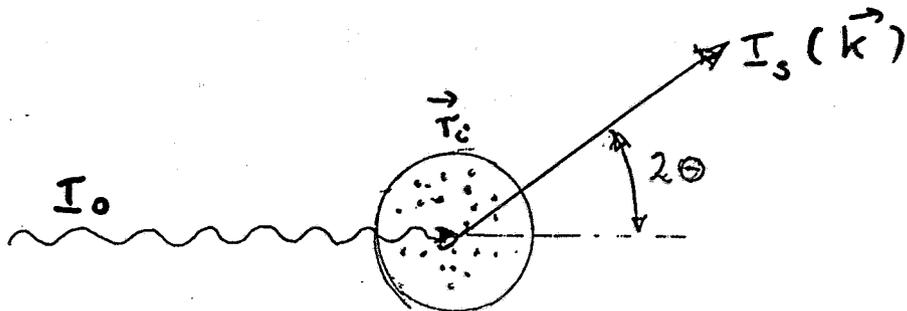


3rd Generation Light Sources: Maximum brilliance versus photon energy ( $I = 1A$ ,  $L_u = 5m$ , gap = 20mm).

# Zeitaufgelöste Röntgendiffraktometrie bei hohen Temperaturen

---

## METHODE RÖNTGENDIFFRAKTOMETRIE



Interferenz der an den Elektronenhüllen der Atome elastisch gestreuten Röntgenwellen

$$\downarrow I \sim \sum_m \sum_n f_m f_n e^{ik(\vec{r}_m - \vec{r}_n)}$$

direkte Information über die geometrische Anordnung der Atome (Abbildung des reziproken Gitters)

# ZIELSTELLUNG

Roh-(Ausgangsstoffe) →  
Prozeß der Herstellung → Werkstoff (Bauteile)

→ Direktbeobachtung der geometrischen Strukturen  
und deren Änderungen  $f(Z, T, \dots)$   
(Gitterstruktur, Phasen, Realstruktur)

→ Aussagen zu

- Phasendiagramm
- Phasenbildung, Reaktionsfolgen
- Phasentransformation
- TTT-Diagramm
- Kinetik

→ Aufklärung der zugrunde liegenden Mechanismen



→ Eigenschaftsverständnis     $\Rightarrow$  Werkstoffentwicklung  
→ Prozeßoptimierung

# VORTEILE DER VERWENDUNG VON SR

\* hohe Intensität



\* Reduzierung der Meßzeit

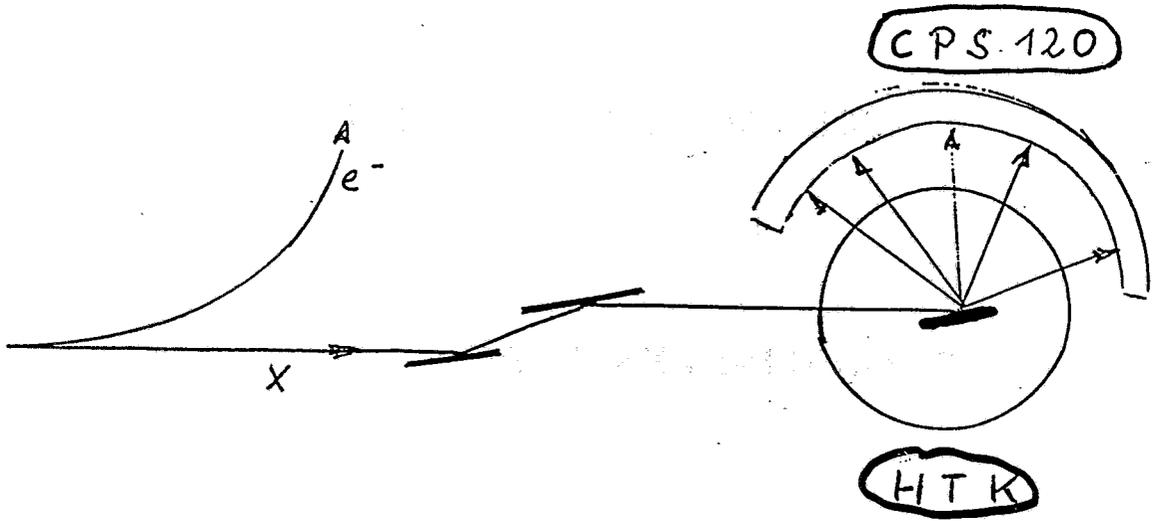


\* in situ Beobachtung

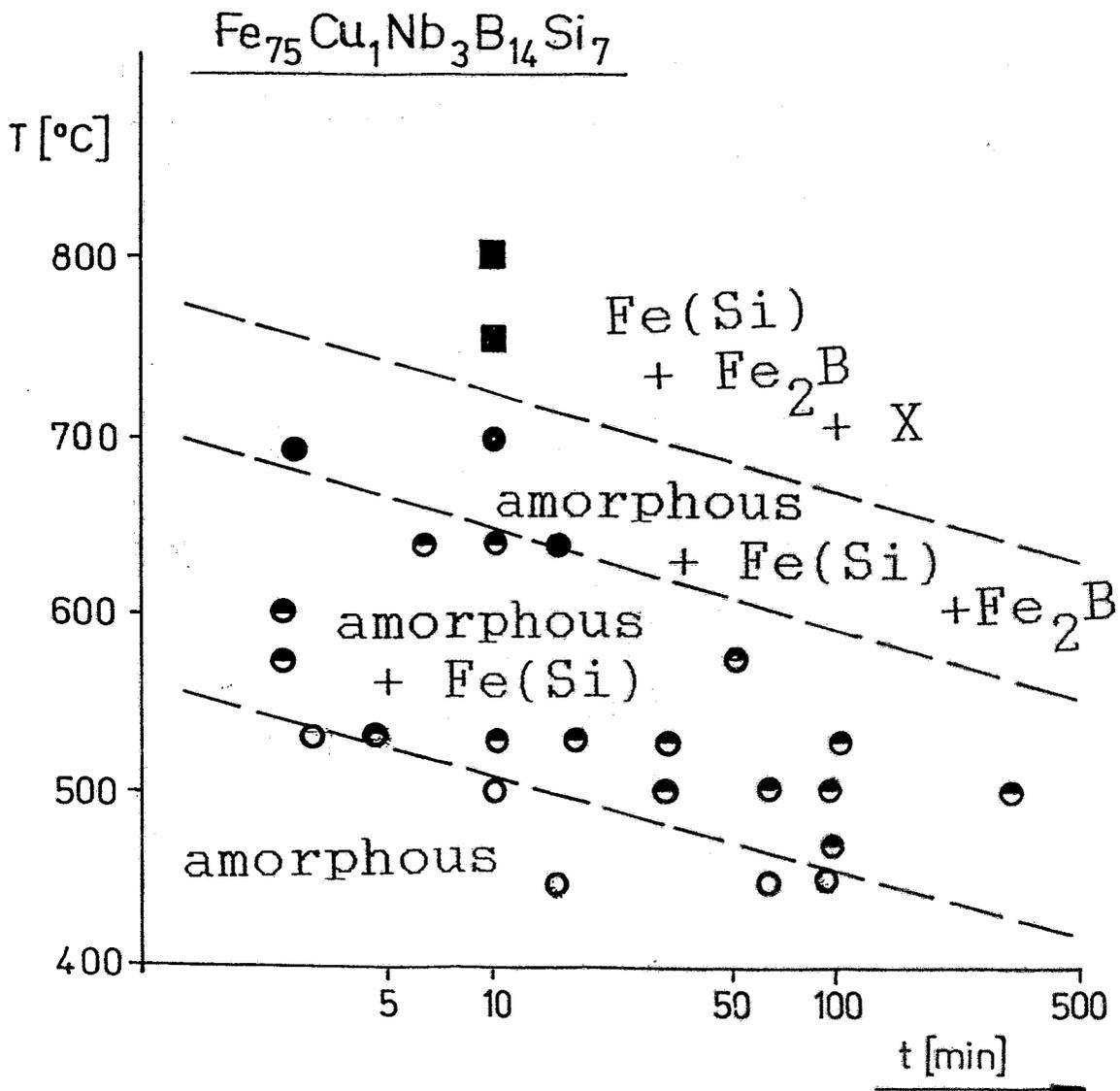
## MEßZEIT PRO RÖNTGENDIAGRAMM $Z_m$

konv. Röhre	Szint. detekt.	$10^2$ min
konv. Röhre	OED	$10^1$ min
Drehanode	OED	$10^2$ s
SR	OED	$10^{-6} \dots 10^0$ s

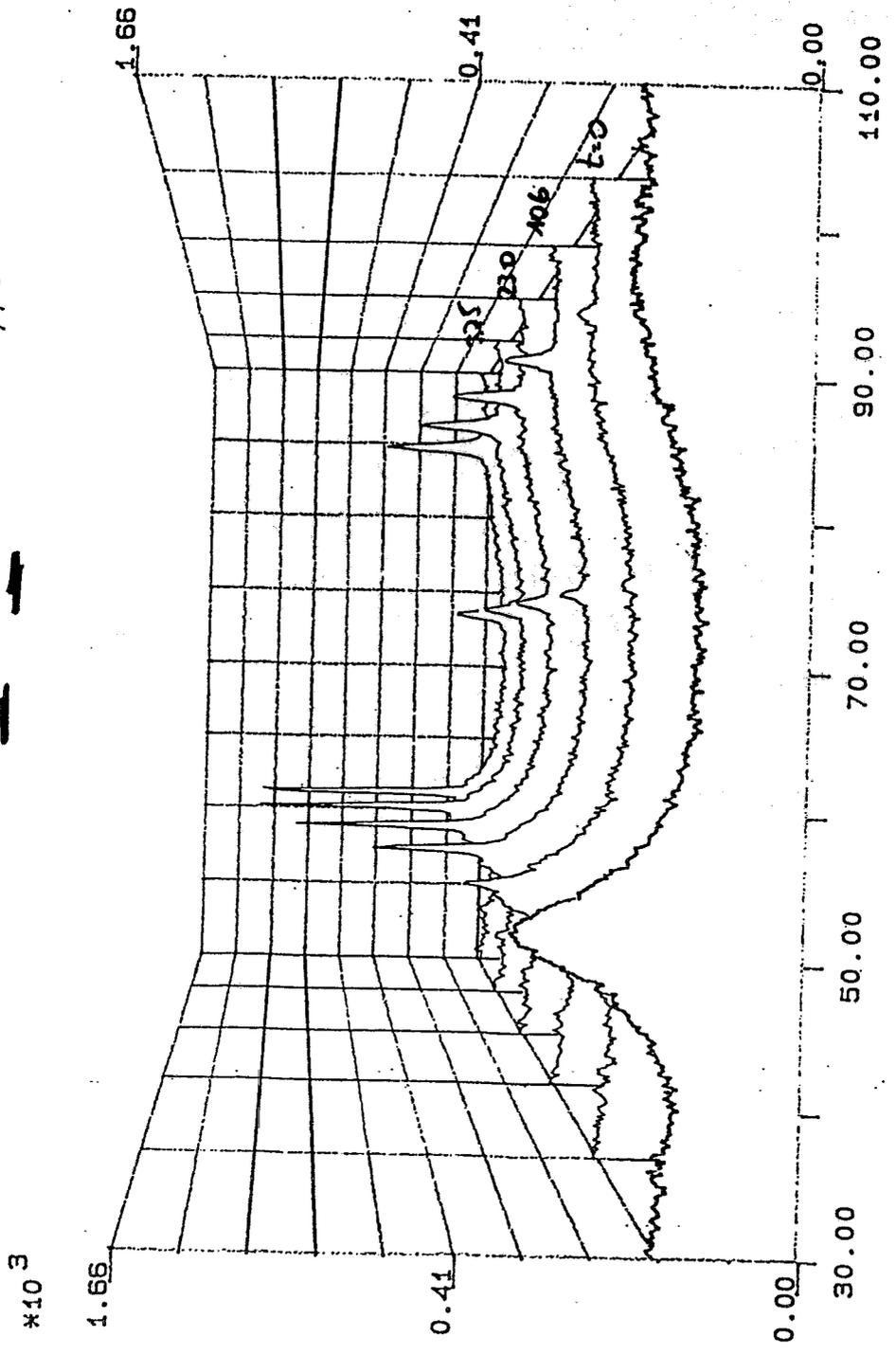
# Experimentelle Anordnung



# TTT - Diagramm



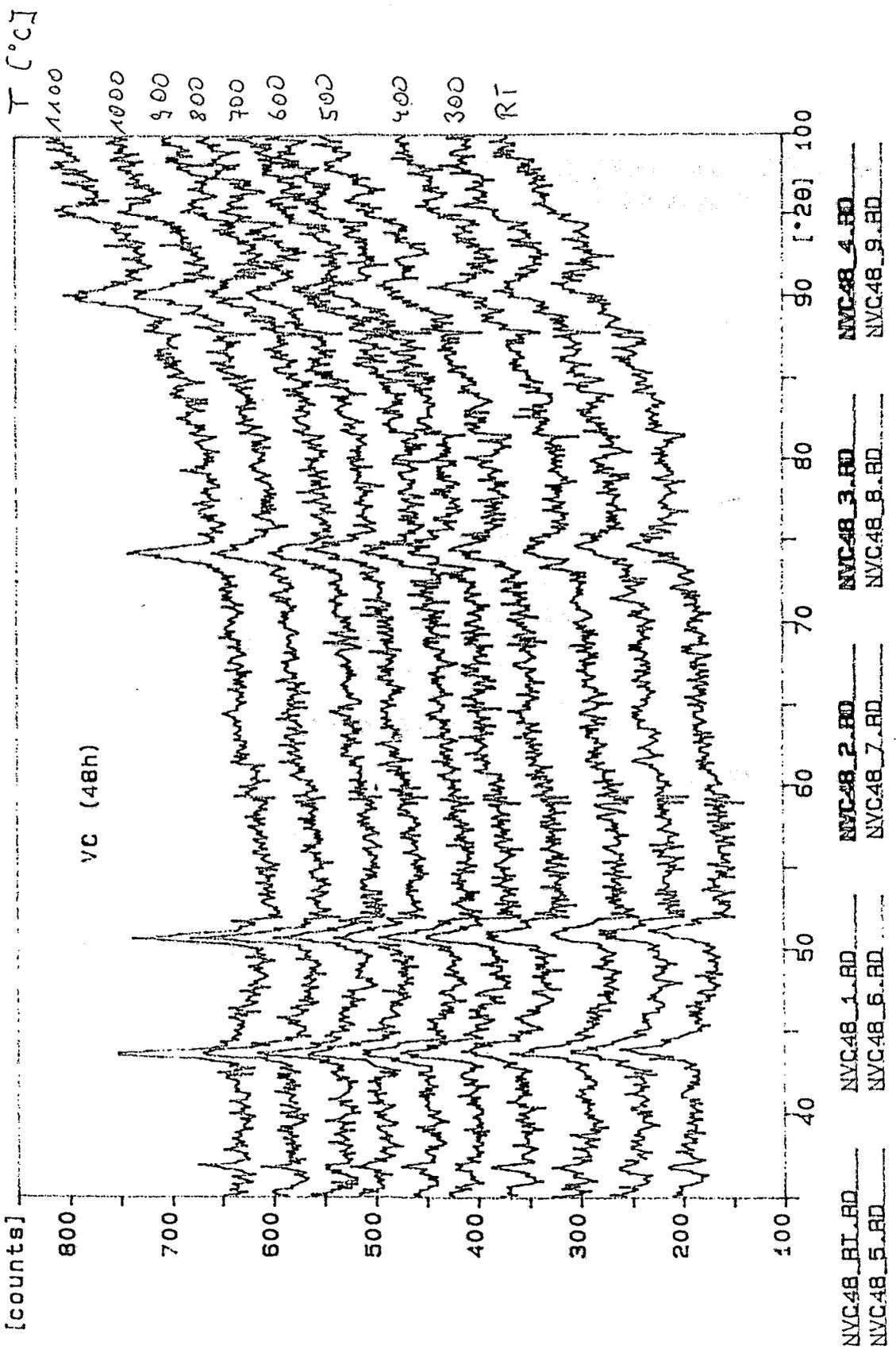
Probe 3222 T=600°C Fe 75.5 Cu 0.5 Nb 1.5 Si 7.0  
 3-dec-1992 10:52  
 15.5 7.0



M3222\_01.RD t=0 M3222\_1.RD t=1735 M3222\_5.RD t=2275 M3222\_9.RD t=3465  
 M3222\_19.RD t=15195 M3222\_13.RD

VC\_48h\_I-RT - 1000C

14-dec-1992 15:15



## **Overview on Users (or Potential Users) of Synchrotron Radiation in the CSFR**

**J. Hrdy**  
**Institute of Physics, Prague**

### **EXAFS**

*Institute of Physics, Prague (Dr. Červinka)*  
noncrystalline materials (amorphous polymers,  
polyesters, polycarbonates,  
chalcogenide glasses,  
oxide glasses, based on SiO<sub>2</sub> or super ionic glasses  
amorphous carbon,  
metallic glasses)  
**(anomalous scattering, time resolved scattering)**

*Institute of Physics, Bratislava (Dr. Jergel)*

### **X-ray emission spectroscopy**

*Institute of Physics, Praha (Dr. Polčik)*  
excitation by SR would increase the speed and quality of experiments  
resonance effects  
high T<sub>C</sub> materials

### **Small angle scattering**

*Chemical Technology University Pardubice (Dr. Steinhart)*  
polymer nets,  
biological nets

*Institute of Macromolecular Chemistry Praha (Dr. Pleštil)*

### **X-ray topography / High resolution diffraction**

*Institute of Physics, Praha* (Dr. Šourek)

Topography of  $A_3B_5$  materials  
multilayer and thin surface layer characterization  
standing waves

*Institute of Physics, Praha* (Dr. Polcarová, Dr. Brádlér)

layers reflectivity,  
multilayers,  
ferroelectric materials  
high  $T_c$  materials

### **X-ray photoemission**

*Institute of Physics, Praha* (Dr. Cháb)

### **Soft X-ray reflection spectra**

*Institute of Physics, Praha* (Dr. Pajasová)

### **X-ray diffraction**

*Institute of Physics Praha* (Dr. Petříček)

single crystal diffraction  
modulated structures  
computing systems (JANA)

*Institute of Physics Praha* (Dr. Čerňanský, Dr. Čermák)

metals  
binary alloys (FeC, CuZr, NiNb)  
metastable systems, time resolved experiments during fast cooling

*Faculty of Mathematics and Physics, Charles University Praha*

powder diffraction  
microbeam diffraction (small volumes)  
depth effects

thin layers,  
nitrides and carbides of transition metals  
high  $T_c$  materials

*Institute of Macromolecular Chemistry Praha* (Dr. Huml)

proteins  
interaction of enzymes with drug substrates

*Chemical Technology University Praha* (Dr. Novotný, Dr. Maixner)

proteins  
optically active materials

*Institute of Molecular Biology Bratislava* (Dr. Ševčík)

structures of proteins

*Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering* (Dr. Ganev)

X-ray tensometry (dynamical processes during deformation)  
microdiffraction  
microtopography

***Industrial laboratories***

*ŠKODA Plzeň* (Dr. Fiala)

phase analysis  
high resolution  
product analysis  
product of degradation processes (small contr.)

**Mössbauer spectroscopy**

*Institute of Physical Metallurgy, Brno* (Dr. Zemčík)

**X-ray optics**

*Institute of Physics, Praha* (Dr. Hrdy)

W. Schmitz

Universität Leipzig  
Fachbereich Chemie  
Institut für Kristallographie,  
Mineralogie und Materialwissen-  
schaft

Januar 1993

## Zur potentiellen Nutzung einer Synchrotronstrahlenquelle in Dresden

### 1) Begründung des spezifischen Interesses:

Am Institut für Kristallographie, Mineralogie und Materialwissenschaft der Universität Leipzig wird Ausbildung im Diplomstudien-  
gang Mineralogie betrieben. Dazu gehört Forschung auf relevanten  
Gebieten der Kristallographie und der Technischen Mineralogie. Für  
das Gebiet der Kristallographie können die Anforderungen an eine  
Synchrotronstrahlenquelle den Ausführungen von Prof. Paufler, dem  
ehemaligen Leiter des Fachbereiches, entnommen werden.

Die Gruppe Technische Mineralogie befaßt sich z. Z. mit Umwelt-  
problemen, wie der Entsorgung von festen umweltbelastenden  
Rückständen aus Verhüttungsprozessen (Folie Theissenschlamm)  
oder Nutzbarmachung von Braunkohlenfilteraschen für Bauzwecke.  
Die röntgenographische Phasenanalyse ist dabei eine wesentliche  
Arbeitsmethode. Der Vielzahl an Komponenten in diesen Abprodukten  
ist die konventionelle Technik der röntgenographischen Phasenana-  
lyse nicht gewachsen und liegt in der Nachweisgrenze der Phasen deut-  
lich (mehrere Zehnerpotenzen) unter den modernen chemischen Ana-  
lysemethoden der Elemente oder Ionen. Diese Lücke kann durch den  
Einsatz einer Synchrotronstrahlenquelle geschlossen werden, denn  
erst die Zuordnung eines chemischen Elements zu einer Verbindung  
gibt Aufschluß über dessen Schädlichkeit.

Braunkohlenfilteraschen können in Gegenwart von Wasser fest wer-  
den. Dieser Mechanismus ist aufzuklären. Gute Ergebnisse bringen  
die konventionellen Verfahren der röntgenographischen in-situ-Mes-  
sungen für die Langzeitveränderungen (Folie 3D-Abbildungen). Die  
wesentlichen Vorgänge in den ersten Minuten, die durch pH-Wert-  
und kalorische Messungen belegbar sind, können konventionell nicht  
erfaßt werden und belegen die Notwendigkeit leistungsfähigerer  
Strahlenquellen.

### 2) Abschätzung des Meßbedarfs

Der Bedarf würde bei ca. 100 Messungen/a liegen.

### 3) Spezifische Anforderungen

Anschluß eines leistungsfähigen Pulverdiffraktometers mit ortsauflö-  
sendem Detektor.

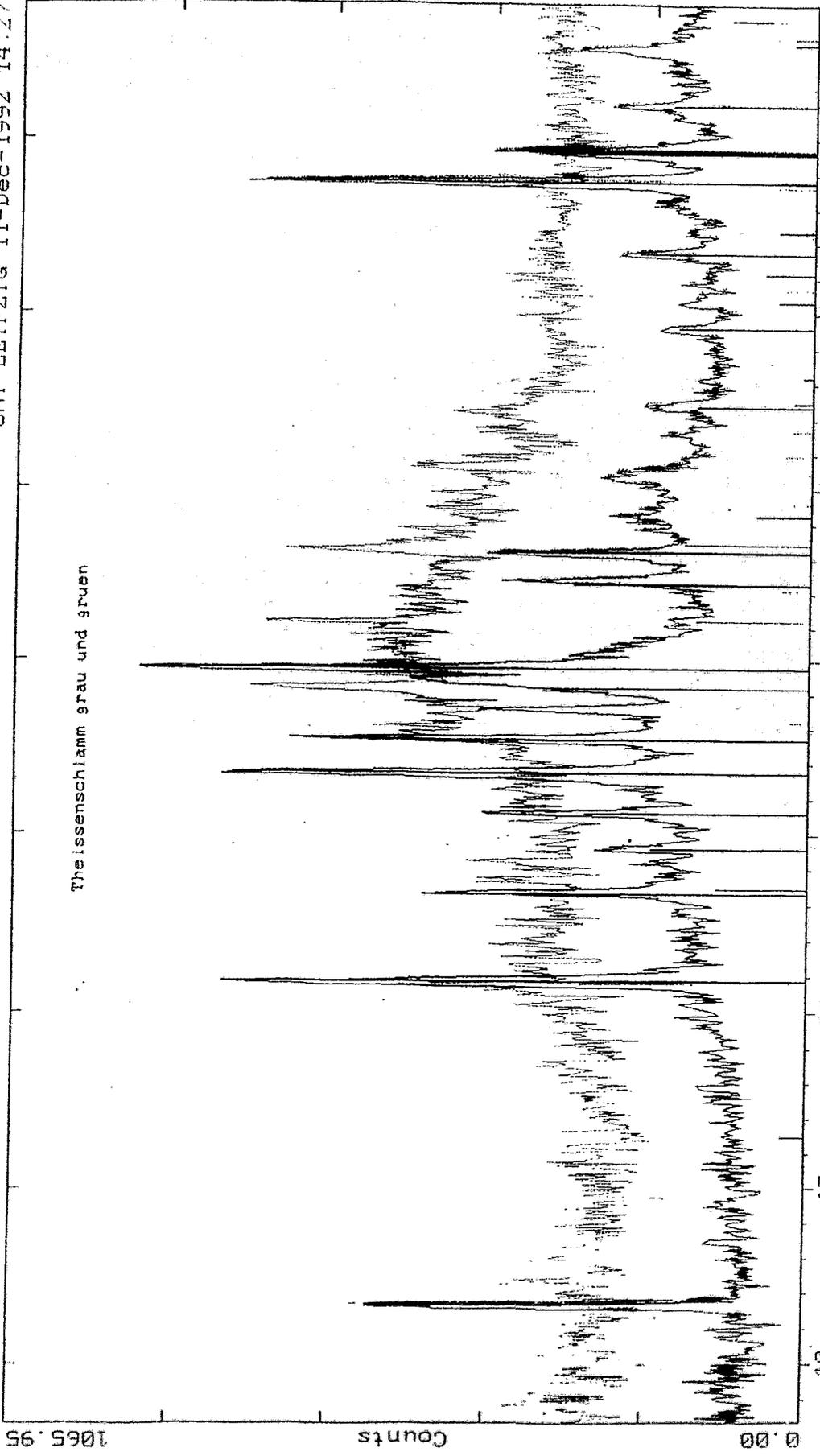
---

Abkürzungen (3D-Folie): A: Anhydrit, E: Ettringit, G: Gips,  
F: Folie, Q: Quarz

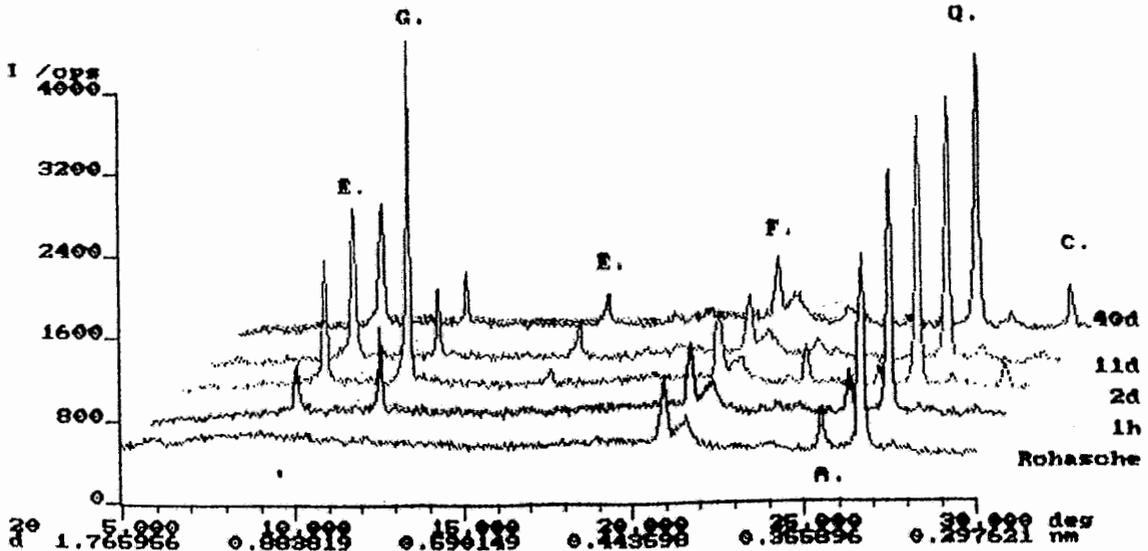
2-Theta - Scale

UNI LEIPZIG 11-Dec-1992 14:27

Theissenschlamm grau und gruen

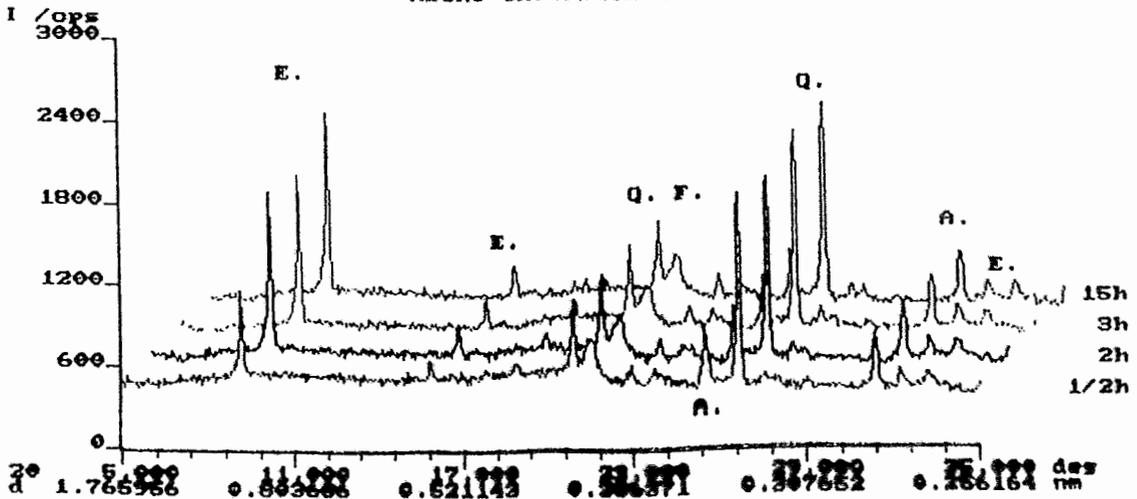


C:\USERDATA\SCHMITZ\814THV.RAW 814TH (CT: 2.0s, SS:0.0500s, WL: 1.5406Ao)  
 C:\USERDATA\SCHMITZ\815THV.RAW 815TH (CT: 2.0s, SS:0.0500s, WL: 1.5406Ao)  
 S-2577 D P6S04 Anglesite, syn (WL: 1.5406Ao)



1. Range: 2θ/w 5.000... 50.000, 0.050 deg; 2.00 s  
 APX 63 / POWDER COMPARE RANGES

Asche Thierbach (hydratisiert)



1. Range: 2θ/w 5.000... 50.000, 0.050 deg; 2.00 s  
 Sample : hydratation jw,sp  
 Backgr.: No Separat: No Smooth: 0  
 File : TBO101.VAL Rad: CU

# Anforderungen seitens der Strukturaufklärung am FB Physik der Technischen Universität Dresden

P. Paufler  
Technische Universität Dresden  
Institut für Kristallographie und Festkörperphysik

## Synchrotronstrahlungs-Kristallographie

### 1. Hoher Photonenfluß, kurze Wellenlänge:

- Auswertung schwacher Reflexe, Satelliten
- Reduzierung von Absorption, Extinktion, Mehrfachflexen durch kleinere Proben und kurze Wellenlängen

### 2. Durchstimmung der Wellenlänge in weitem Bereich:

- Nutzung der anomalen Streuung für elementselektive Diffraktion, Streuphasenbestimmung

### 3. Geringe Vertikaldivergenz, hohe Monochromasie:

- schmale Linienbreiten, hohe Auflösung
- thermisch diffuser Streuanteil klein

### 4. Polarisation:

- Tensor der Atomformamplitude

### 5. Weiße Strahlung:

- Nutzung des gesamten Wellenlängenangebots, hohe Geschwindigkeit der Datensammlung, zeit aufgelöste Strukturanalyse

Probleme der Strukturaufklärung am FB Physik der TU Dresden,  
zu deren Lösung Synchrotronstrahlung benötigt wird  
(geordnet nach Meßplätzen)

Pulverdiffraktometrie:

Strukturverfeinerung und Strukturbestimmung an intermediären Phasen

- mit hoher Zahl von Atomen (z.E.>100) und/oder niedriger Symmetrie (z.B. Pbam) der Elementarzelle, (\*Hohe Auflösung der SR-Diffraktogramme)
- als Fremdphasenbestandteil niedrigen Gehalts (z.B. < 3%), (\*Hohe Intensität der SR)
- mit Komponenten wenig verschiedener Ordnungszahl (\* Nutzung der anomalen Dispersion)
- mit in-situ Beobachtung von Phasenumwandlungen bei Temperaturen > 300K, (\*Hohe Intensität)

<aktuelle Projekte: HTSL>

Einkristalldiffraktometrie:

Strukturverfeinerung und Strukturbestimmung an intermediären Phasen

- sehr kleiner Abmessungen (z.B. um) (\*Hohe Intensität der SR)
- mit Fehlordnung durch Stöchiometrieabweichung (\*anomale Dispersion)
- mit Fehlordnung durch plastische Verformung (\*hohe Intensität diffuser Streuung)
- mit Besonderheiten wie bei Pulverdiffraktometrie angegeben

<aktuelle Projekte: HTSL, NiAl>

Dünnschichtdiffraktometrie:

Bestimmung folgender Größen von Einzel- und Vielfachschichtsystemen intermediärer Phasen:

- Oberflächenstruktur (\*Hohe Intensität)
- in-situ Messung von Festkörperreaktionen im Schicht-Substrat-System bei erhöhter Temperatur, (\*Hohe Intensität)
- Ordnungszustände in epitaktischen Schichten unter Spannung mit Komponenten wenig verschiedener und/oder niedriger Ordnungszahl (\*anomale Dispersion, hohe Intensität)
- Schichtdicken, Rauigkeiten usw. bei geringen Brechzahlunterschieden (\*Hohe Intens.)
- Brechungsindizes dünner Schichten in Abhän-

gigkeit von der Wellenlänge (\*Wellenlängenspektrum)

<aktuelle Projekte: GaInAsP/GaAs, Ni/C>

Feinstruktur der Absorption:

Bestimmung der Paarkorrelationsfunktion in intermediären Phasen mittels EXAFS und Fluoreszenz-EXAFS an dünnen Schichten und kompakten Kristallen (\*Polarisation, Wellenlängenspektrum)

<aktuelle Projekte: GaInAsP/GaAs, NiAl>

## Bildplatte(Imaging Plate)

Strukturanalyse an Einkristallen nach dem Laue-Verfahren

- vorzugsweise in äußeren Feldern (Keine Bewegung von Probe oder Detektor), z.B. unter mechanischer Spannung

Orientierungsbestimmung sehr kleiner Kristalle nach dem Laue-Verfahren

<aktuelle Projekte: HTSL, NiAl>

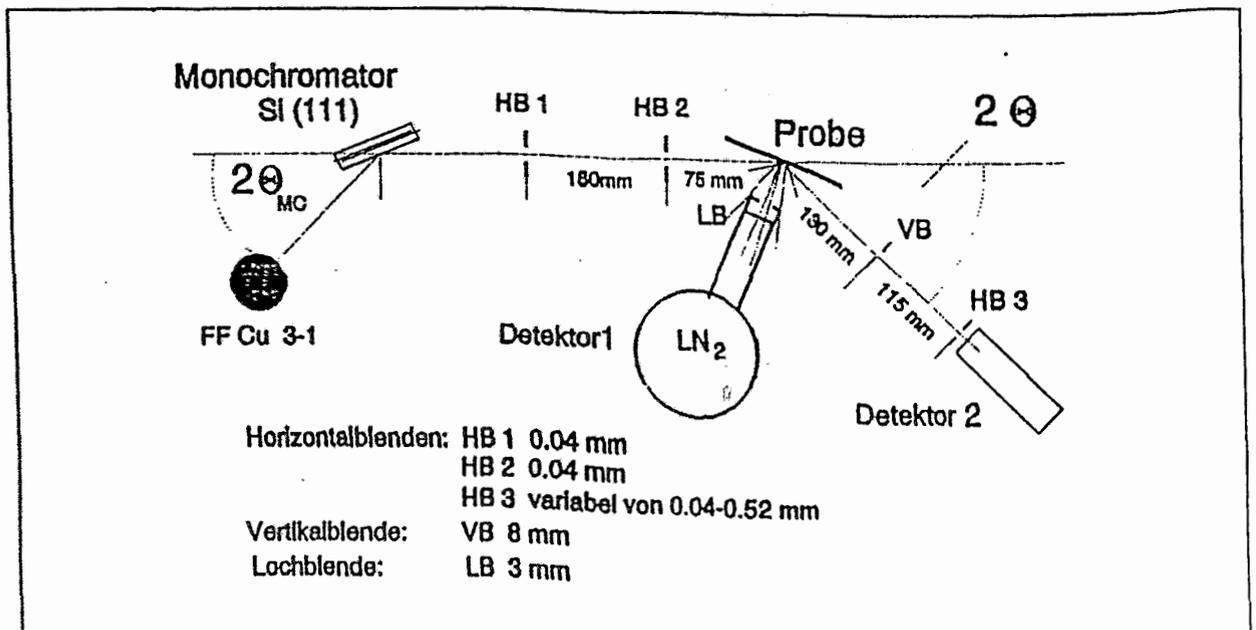


Abb. 32 Experimenteller Aufbau

(Th Holz: TU 1992)

## Synchrotronstrahlungsexperimente im Konzept der Werkstoffforschung an der TU Bergakademie Freiberg

H.Oettel, P.Klimanek  
Institut für Metallkunde der TU Bergakademie Freiberg

### 1. Fachbereiche und Studiengänge der Bergakademie mit Bezug zur Werkstoffforschung

In drei Fachbereichen erfolgt eine werkstoffbezogene Ausbildung von Studenten:

- Fachbereich Werkstoffwissenschaft (9 Professuren): Ausbildung innerhalb des Studienganges Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie für die Studienrichtungen Metallische Werkstoffe (Metallkunde), Anorganisch-nichtmetallische Werkstoffe, Werkstofftechnik und zukünftig Kunststoffe;
- Fachbereich Metallurgie und Werkstofffertigungstechnologie (9 Professuren): Ausbildung innerhalb des gleichen Studienganges Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie für die Studienrichtungen Stahltechnologie, NE-Metallurgie, Gießereitechnik, Metallformung und zukünftig Werkstofffertigungstechnologie;
- Verfahrens- und Silikattechnik: Studiengang Silikattechnik (ohne Aufgliederung in Studienrichtungen, 3 Professuren);

Folgende Fachbereiche sind stark in das Konzept der Werkstoffforschung an der Bergakademie einbezogen: Fachbereich Maschinenbau und Energietechnik (Mechanik, Verschleiß, Lebensdauer von Bauteilen), Fachbereich Physik (Halbleiterforschung, Festkörperspektroskopie), Fachbereich Chemie (Thermodynamik, Werkstoffanalytik, Werkstoffsynthese), Fachbereich Mathematik (Strukturmodelle, mathematische Modellierung).

Damit umfaßt die Werkstoffforschung nahezu alle Werkstoffgruppen von der Herstellungs- und Verarbeitungstechnologie über die Struktur-Eigenschaftsbeziehungen bis hin zum Beanspruchungsverhalten und Werkstoffeinsatz.

### 2. Zukünftige Profillinien der Werkstoffforschung an der TU Bergakademie Freiberg

Folgende vier Schwerpunkte werden die Werkstoffforschung der Bergakademie in der Zukunft kennzeichnen:

Herstellung, Struktur und Eigenschaften heterogener Werkstoffe:

- Heterogene Volumenwerkstoffe (Dispersions- und Kurzfaserverbunde, grobzweiphasige Werkstoffe);
- Heterogen beschichtete und oberflächenbehandelte Werkstoffe (mehrphasige Schichten, Mehrlagenschichten, Gradientenschichten, Dispersionsschichten, metastabile und strukturell stark gestörte Schichten);
- Diffusionsvorgänge in heterogenen Werkstoffen;
- Mechanisches und Bruchverhalten heterogener Werkstoffe (statische und zyklische Beanspruchungen, Plastizität bei

- erhöhten Temperaturen und Deformationsgeschwindigkeiten, Bruchmechanik);
- Thermodynamik und Eigenschaften von Grenzflächen;
- Mikrodispers verfestigte Werkstoffe;
- Makroskopisch heterogene Werkstoffe und Bauteile sowie poröse Werkstoffe;

#### Elektronikwerkstoffe:

- Herstellung von Verbindungshalbleitern mit definierten Defektstrukturen und damit Eigenschaften;
- Keramische Funktionswerkstoffe;
- Sensorik für Wärmebehandlungsprozesse;

#### Werkstoffdiagnostik:

- Mechanische, tribologische und strukturelle Charakterisierung von Schichten;
- Bruchmechanische Kennzeichnung und Bruchsicherheitsbewertung heterogener Werkstoffe;
- Mathematische Strukturmodelle auf der Grundlage der stochastischen Geometrie und ihre Anwendung (räumliche Statistik, Bildanalyse);
- nichtkonventionelle Struktur- und Gefügeanalytik ein- und vielkristalliner Werkstoffe insbesondere mit Neutronen- und Synchrotronstrahlung sowie Ultraschall;
- Festkörperspektroskopie;

#### Werkstofftechnologien:

- Umschmelzen und Umschmelzlegieren von Werkstoffoberflächen mit energiereicher Strahlung;
- Kombinationsverfahren zur Oberflächenbehandlung von Werkstoffen;
- Pulver- und Sintertechnologien;
- Kombinierte Ur- und Umformverfahren;
- Gießen von Schichtverbunden;
- Endabmessungsnahes Gießen;
- Thermomechanische Behandlung metallischer Werkstoffe;
- Hochgeschwindigkeitsumformung;
- Hydrothermaltechnologien zur Roh- und Werkstoffbildung;

### 3. Bereiche für den Einsatz der Synchrotronstrahlung für die Werkstoffforschung an der Bergakademie

In einer Vielzahl der oben aufgeführten Forschungsrichtungen lassen sich mit großem Vorteil Synchrotronstrahlungsexperimente einsetzen, in einer Reihe von Fällen ist sogar der Einsatz der Synchrotronstrahlung Voraussetzung für eine erfolgreiche Bearbeitung der Themenstellungen. Folgende werkstoffwissenschaftliche Fragestellungen und damit verbundene methodische Aufgaben sind dafür zu nennen:

- Verformungsverhalten heterogener Werkstoffe:
  - hochauflösende Profilanalytik insbesondere zur Charakterisierung von Versetzungsstrukturen;
  - Texturanalyse;
  - Gitterparameter- und Eigenspannungsanalyse;
  - Phasenanalyse;

Alle diese Verfahren müssen orts aufgelöst betrieben werden.

- Ausscheidungen und Phasenumwandlungen:  
Die hierfür notwendigen Untersuchungsvarianten entsprechen den für das Verformungsverhalten genannten, wobei zur Quantifizierung von Ausscheidungszuständen noch eine ortsaufgelöste Messung von Integralintensitäten hoher Genauigkeit benötigt wird.
- Strukturelle Charakterisierung von dünnen Schichten:  
Auch hier kommen die bereits angesprochenen ortsaufgelösten Untersuchungsvarianten zum Einsatz. Wesentlich ist aber, daß hier eine Tiefenauflösung durch Variation der Wellenlängen und damit der Eindringtiefe erreicht werden muß.
- Bruchverhalten zäher Werkstoffe nach statischer und zyklischer Beanspruchung auch in verschiedenen Umgebungen:  
Von besonderem Interesse ist eine orts- und tiefenaufgelöste Defektanalytik an den Rißufern (Profil-, Eigenspannungs- und Texturanalyse).
- Realstrukturanalyse an Ein- und Einzelkristallen:
  - Chemische und verzerrungswirksame Defekte in Verbindungshalbleitern (Messungen von fundamentalen und quasiverbotenen Reflexen mit extremer Reproduzierbarkeit und hoher Ortsauflösung, Defektmapping).
  - Deformationsverhalten von Einzelkristalliten im Vielkristallverbund von ein- und mehrphasigen Werkstoffen (Profil- und Orientierungsanalyse);
  - Strukturanalytik an Einzelkristalliten;
- Festkörperspektroskopische Untersuchungsmethoden:  
Zu pflegen sind vorrangig EXAFS- und artverwandte Methoden sowie eventuell auch eine Mößbauerspektroskopie mit Synchrotronstrahlung.

Diese Untersuchungen werden vorwiegend vom Fachbereich Werkstoffwissenschaft und teilweise vom Fachbereich Physik getragen. Die Palette der stofflichen Aufgabenstellungen schließt aber notwendigerweise auch die der werkstofftechnologisch orientierten Fachbereiche (s.o.) ein.

## Strukturuntersuchungen an polykristallinen Materialien mittels Synchrotronstrahlung

Norbert Mattern

Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung (IFW) Dresden e. V.  
Institut für Festkörperanalytik und Strukturforchung (IFS)

Aus den Grundlagenforschungen zur Werkstoffentwicklung des IFW/IFS lassen sich folgende Aufgaben ableiten, die mit SR zu bearbeiten sind:

- Bestimmung der Kristallstruktur bzw. Strukturdetails aus Pulverdaten mittels hochaufgelöster Röntgenbeugung und unter Nutzung der anormalen Dispersion
- dynamische Verfolgung von Prozessen der Phasenbildung und Phasentransformation unter äußeren Feldern (insbes. Temperatur (hoch, tief), Druck)
- Struktur- und Strukturwandlung in amorphen Substanzen
- lokale Strukturanalyse ( $1 \mu\text{m}$ )
- Röntgenkleinwinkelstreuung unter Nutzung der anormalen Dispersion
- EXAFS an Metallen zur Nahordnung
- Textur und Spannungsanalyse (Tiefenprofile)
- Röntgenmikroskopie an keramischen Werkstoffen und Bauteilen
- Röntgenfluoreszenz
- Struktur dünner Schichten (auch in Totalreflexion)
- Profilanalyse (hochaufgelöst)

Der Schwerpunkt der Aufgaben liegt eindeutig auf Beugungsmessungen, wobei Wellenlängen von  $0,2 - 2 \text{ \AA}$  erforderlich sind.

# Anwendungen des Elektronensynchrotrons in der Kernphysik

D. Janssen

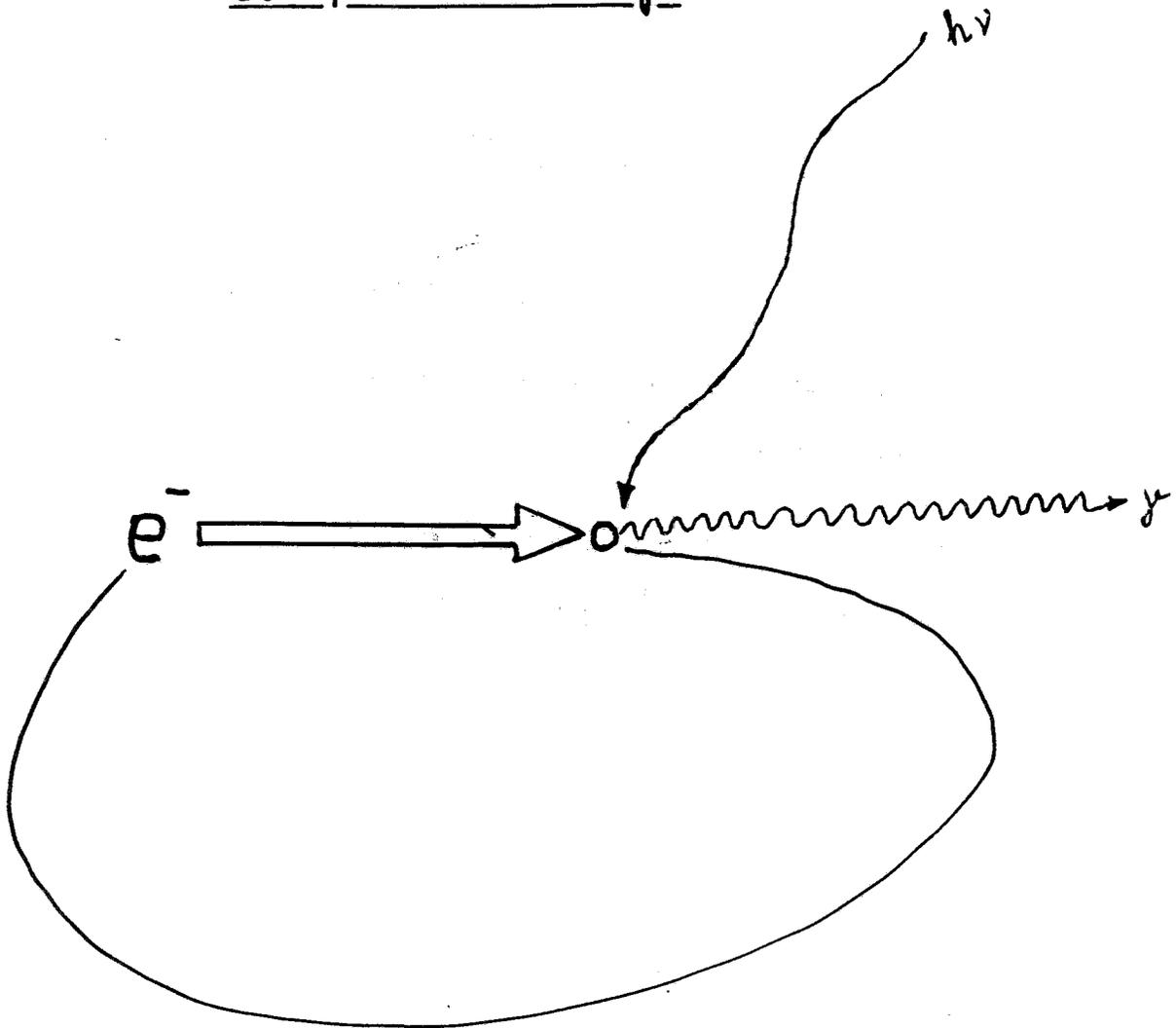
Forschungszentrum Rossendorf

WIP/HEP-Gruppe im Institut für Kern- und Hadronenphysik

## 1. Direkte Anwendung des Elektronenstrahls

- Elektronenstreuung liefert Aussagen über Ladungs- und Übergangsdichten in Atomkernen
- Messung von elektromagnetischen Strukturfunktionen freier und gebundener Nukleonen
- spezifische Anforderungen bezüglich Energievariation, Energieschärfe und Zeitstruktur
- Konkurrenz zu
  - MAMI (Mainz)
  - ELSA (Bonn)
  - DALIELAC (Darmstadt)

2. Erzeugung hochenergetischer  
 $\gamma$ -Strahlung mittels inverser  
Comptonstreuung



Prinzip des Experiments

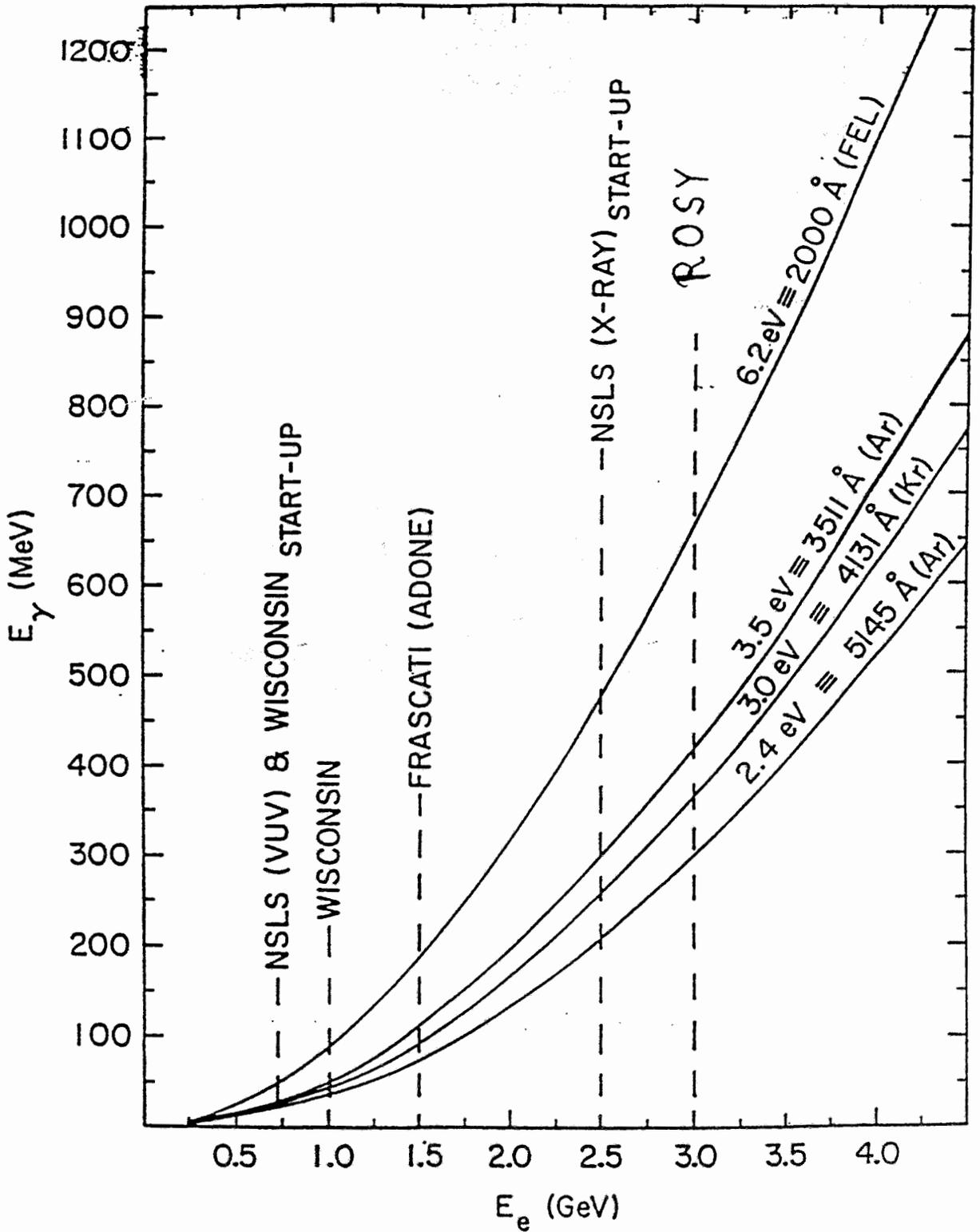


FIG. 3: The dependence of the maximum backscattered photon energy upon the electron beam energy is shown here by the solid curves for the indicated laser lines.

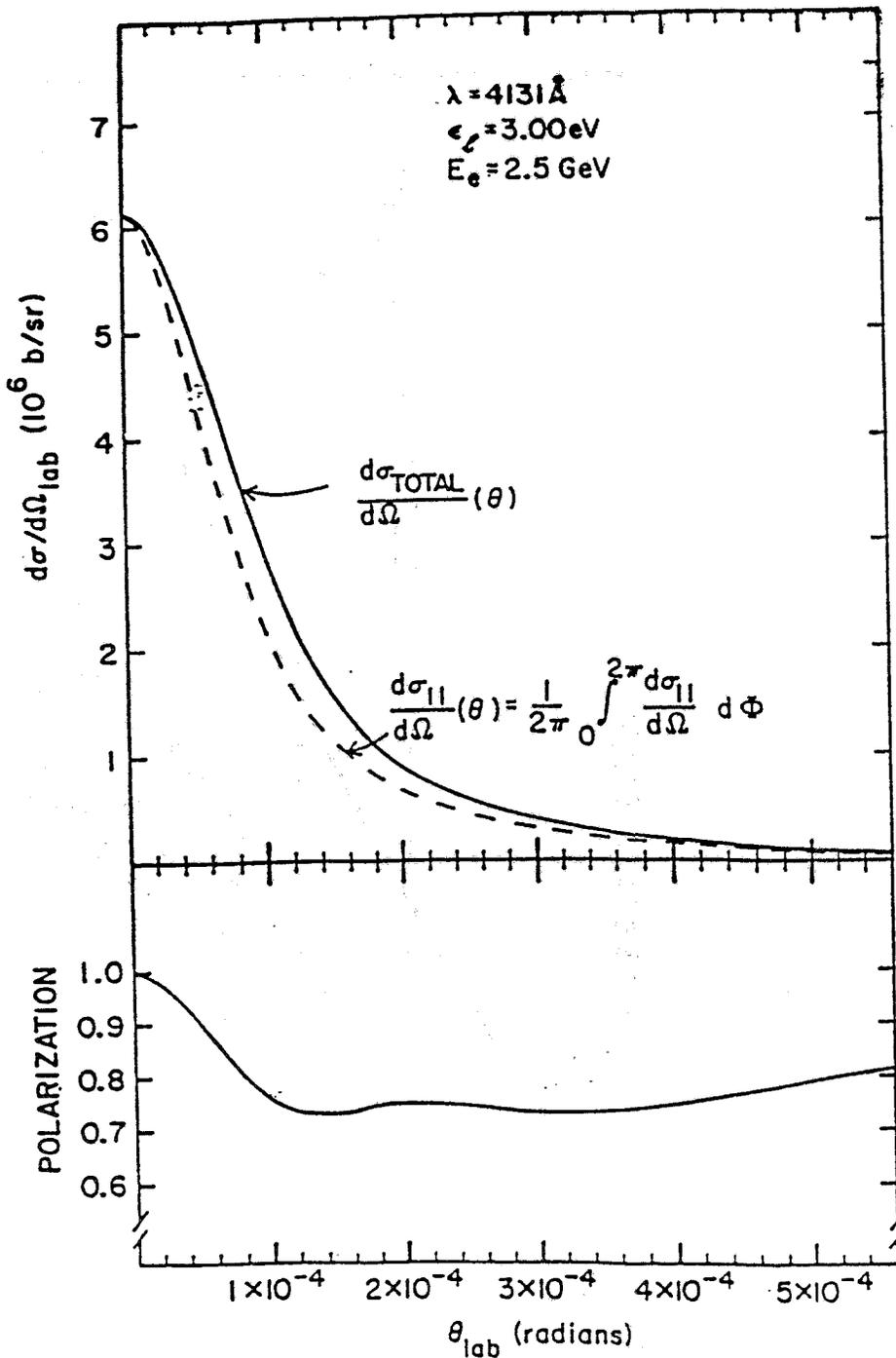


FIG. 7: The cross section for producing  $\gamma$  rays with linear polarization parallel to the laser polarization is shown by the dashed curve. The total backscattering cross section without regard to polarization (parallel + perpendicular) is shown in the top part of the figure as the solid curve. The ratio of these two cross sections, the  $\gamma$  ray beam polarization, is shown at the bottom.

In table II we have indicated the different Ladon beams now in operation, under construction or being planned.

TABLE II.

Project name	Ladon (°)	Taladon (+)	Legs (*)	Graal (**)
Location		Frascati	Brookhaven	Grenoble
Energy defining method	collimation	internal tagging	external tagging	internal tagging
Electron energy (GeV)		1.5	2.5	6
Photon energy (eV)		2.45	3.53	3.5
Gamma energy (MeV)	5 ÷ 80	35 ÷ 80	180 ÷ 300	300 ÷ 1500
	variable	simultaneous	simultaneous	simultaneous
Energy resolution FWHM (MeV)	0.07 ÷ 8	4 ÷ 2	6	18
%	1.4 ÷ 10	5	2	1.2
Electron current (A)		0.1	0.2	0.1
Gamma intensity (s <sup>-1</sup> )	10 <sup>6</sup>	5 · 10 <sup>5</sup>	10 <sup>7</sup>	10 <sup>7</sup>
Date of operation (expected)	1978-1989	1987	1995	

(°) Laser ADONE.

(\*) Tagged LADON.

(\*) Laser Electron Gamma Source.

(\*\*) Grenoble Anneau Accélérateur Laser.

TABLE III: Sources of Medium-Energy Quasi-Monochromatic Gamma Rays

	Resolution	Polarization	Monochromatic Flux ( $\text{sec}^{-1}$ )	Yield of accompanying $\gamma$ rays of unknown energy
$e^-$ bremsstrahlung end-point difference	-----	-----	$10^{11}$	Very large below end-point region
Tagged $e^-$ bremsstrahlung	10 MeV *	-----	$3 \times 10^{5 \dagger}$	Large component untagged
$e^+$ annihilation in flight	3 MeV	-----	$<10^6$	Very large from bremsstrahlung
tagged-two-photon $e^+$ annihilation in flight	$\sim 5$ MeV <sup>+</sup>	-----	$<10^4$ <sup>+</sup>	Very large component untagged
$e^-$ coherent bremsstrahlung in diamond	60 MeV	$\sim 33\%$ ‡	$10^6$	Large ‡
$e^-$ laser scattering at the NSLS (X-RAY ring)	2.7 MeV	$>90\%$	$2 \times 10^7$	None

\* Parameters quoted are from Bonn (Me79). The flux obtainable with a high-duty factor electron accelerator could be  $\sim 10^7$ , if such a machine existed in this energy range.

<sup>+</sup> Parameters quoted are extrapolated from initial tests at Saclay (Be80).

‡ Higher polarizations and lower backgrounds are available with this technique, but only for very high photon energies many GeV (Pa68, Ta80).

## Einfluß auf die Lebensdauer des Strahls

N SLS  $10^7$  PL/s ;  $4.3 \cdot 10^7$  EL/s ;  $2 \cdot 10^{12}$  EL ;  $\tau_{\text{comp}} = 13$  h ;  $\tau_{\text{ring}} = 8$  h

ESRF  $10^7$  PL/s ;  $\tau_{\text{comp}} = 47$  h ;  $\tau_{\text{ring}} = 10$  h

### 3. Kernphysikalische Experimente bei mittleren Energien

- Untersuchung der Delta-Riesenresonanz in  $(\gamma, \gamma')$
- Modifizierung der Delta-Resonanz in Kernmaterie, Untersuchung mittels Photoabsorption (Haupteffekt „Rückstreuung“)
- Test des Delta-Loch Modells in  $(\vec{\gamma}, \pi^0)$
- $\Pi$ -Mesonenkondensat in Kernmaterie
- Zwei- und Dreiteilchen Reaktionen

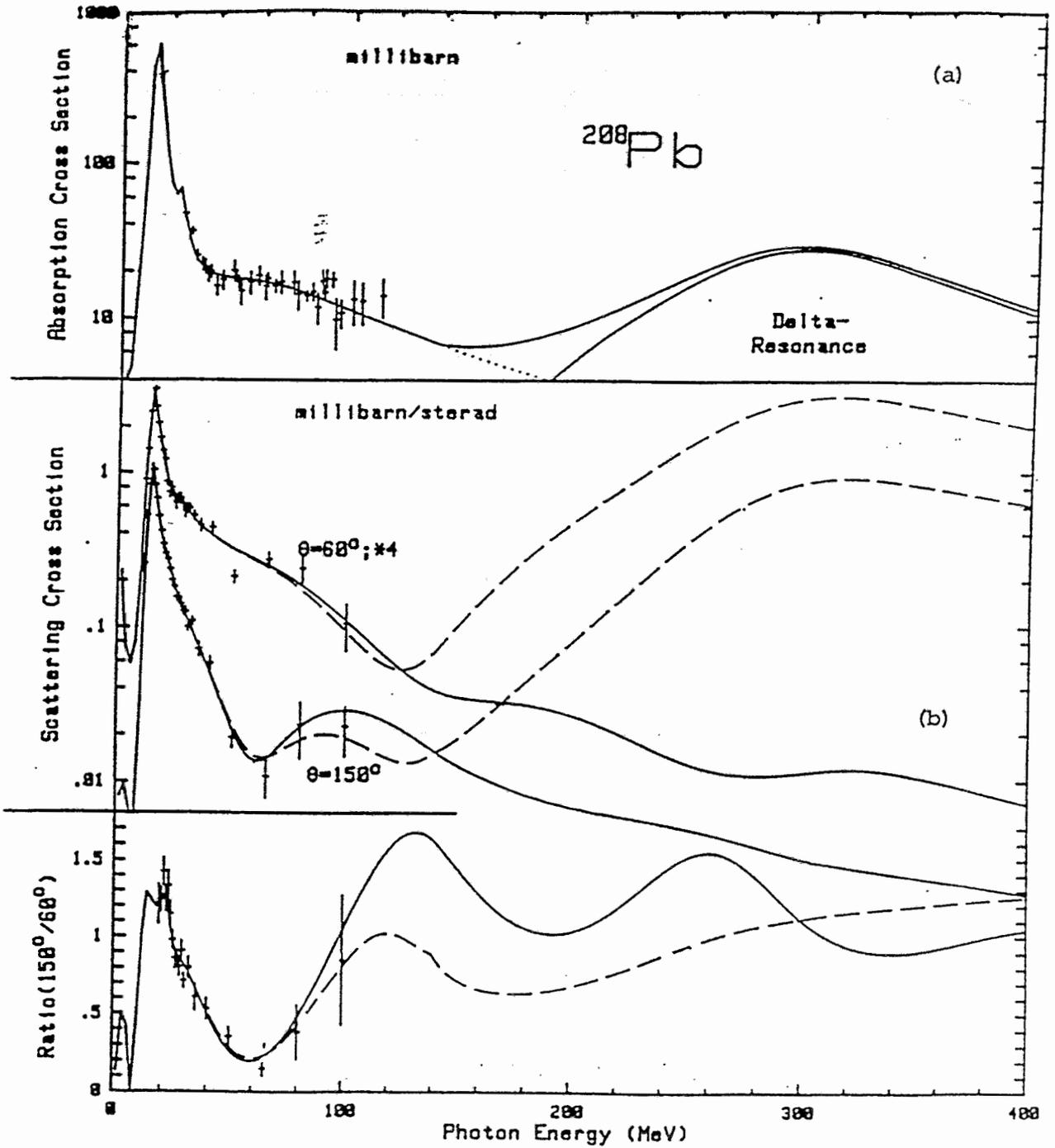


FIG. 31: (a) Photoabsorption for  $^{208}\text{Pb}$ , extrapolated up to the region of the delta.

(b) Elastic photon scattering from  $^{208}\text{Pb}$  with (dashed) and without (solid) a collective enhancement (Le81).

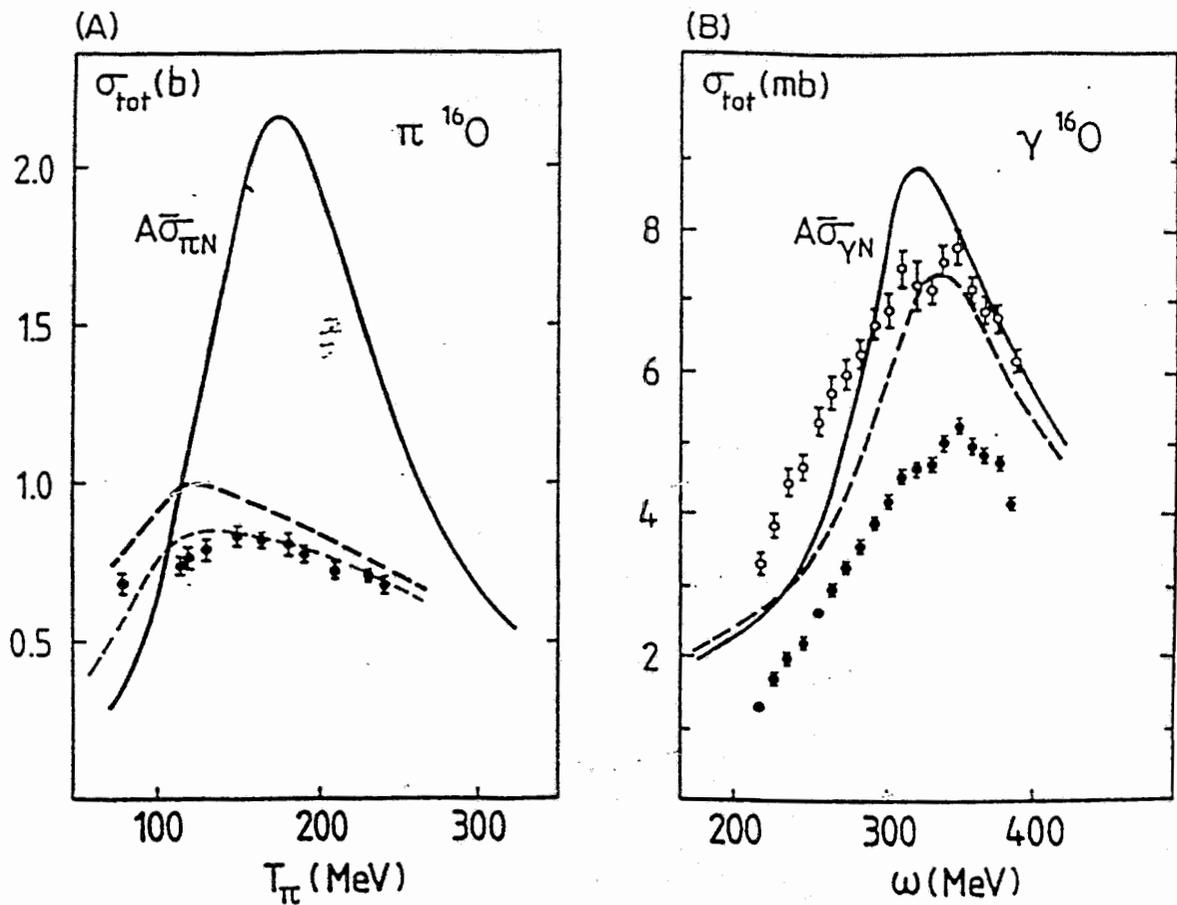


FIG. 34: Comparison of total absorption cross sections for pions (A) and photons (B) on  $^{16}\text{O}$ . Solid curves are the scaled nucleon cross sections. Dashed curves are the results of delta-hole model calculations (We81).

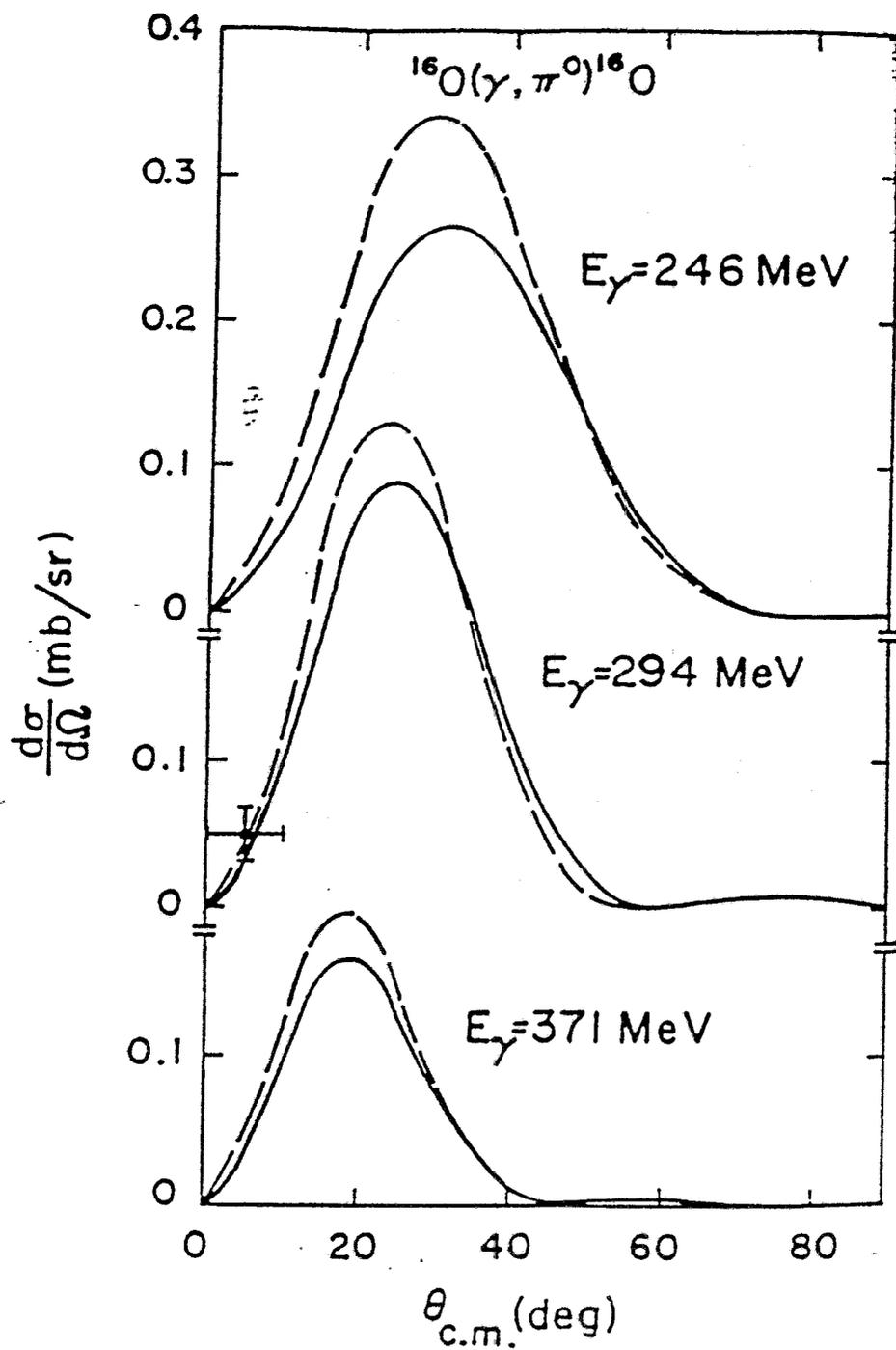


FIG. 36: Delta-hole model calculations for coherent  $\pi^0$ -photoproduction from  $^{16}\text{O}$  (Sa81). The data point at  $E_\gamma = 294 \text{ MeV}$ ,  $0^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$  is from (Me79).

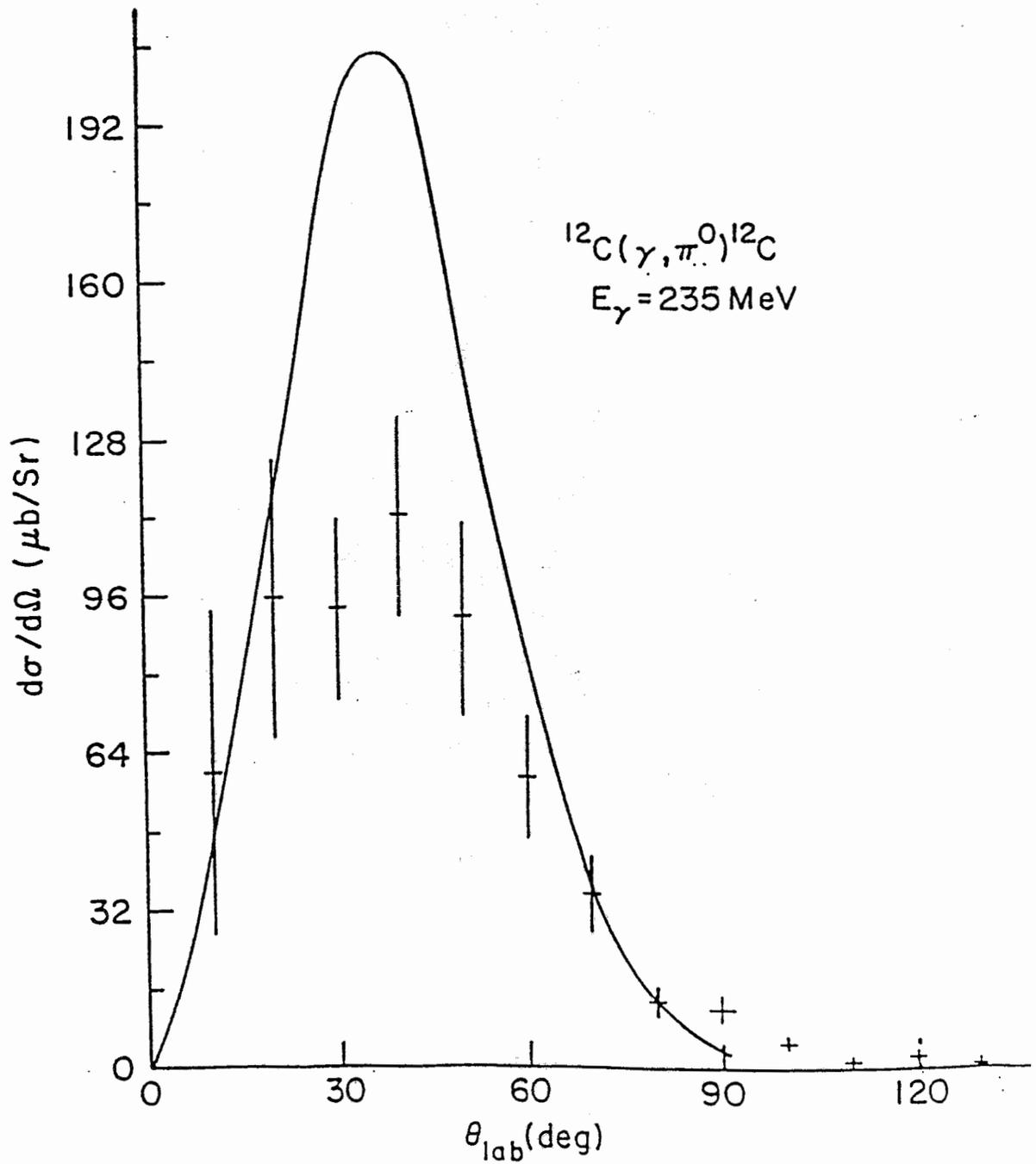


FIG. 38: Tagged-bremsstrahlung data for coherent  $\pi^0$ -photoproduction from  $^{12}\text{C}$  (Ro80). The solid curve is a delta-hole model calculation (Mo82).

the basic quark and gluon degrees of freedom, and found to be in reasonable agreement with the existing measurements [17]. The most striking experimental fact is that only the first pion-nucleon resonance ( $\Delta_{33}$ ) appears as a bump in the data. The contributions of the higher resonances are not apparent in the angular distributions. Polarization data might therefore help to understand this phenomenon.

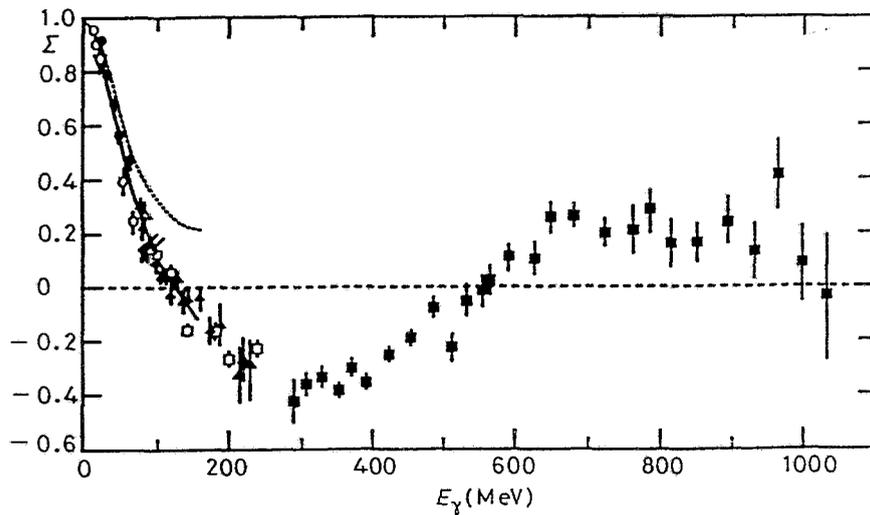
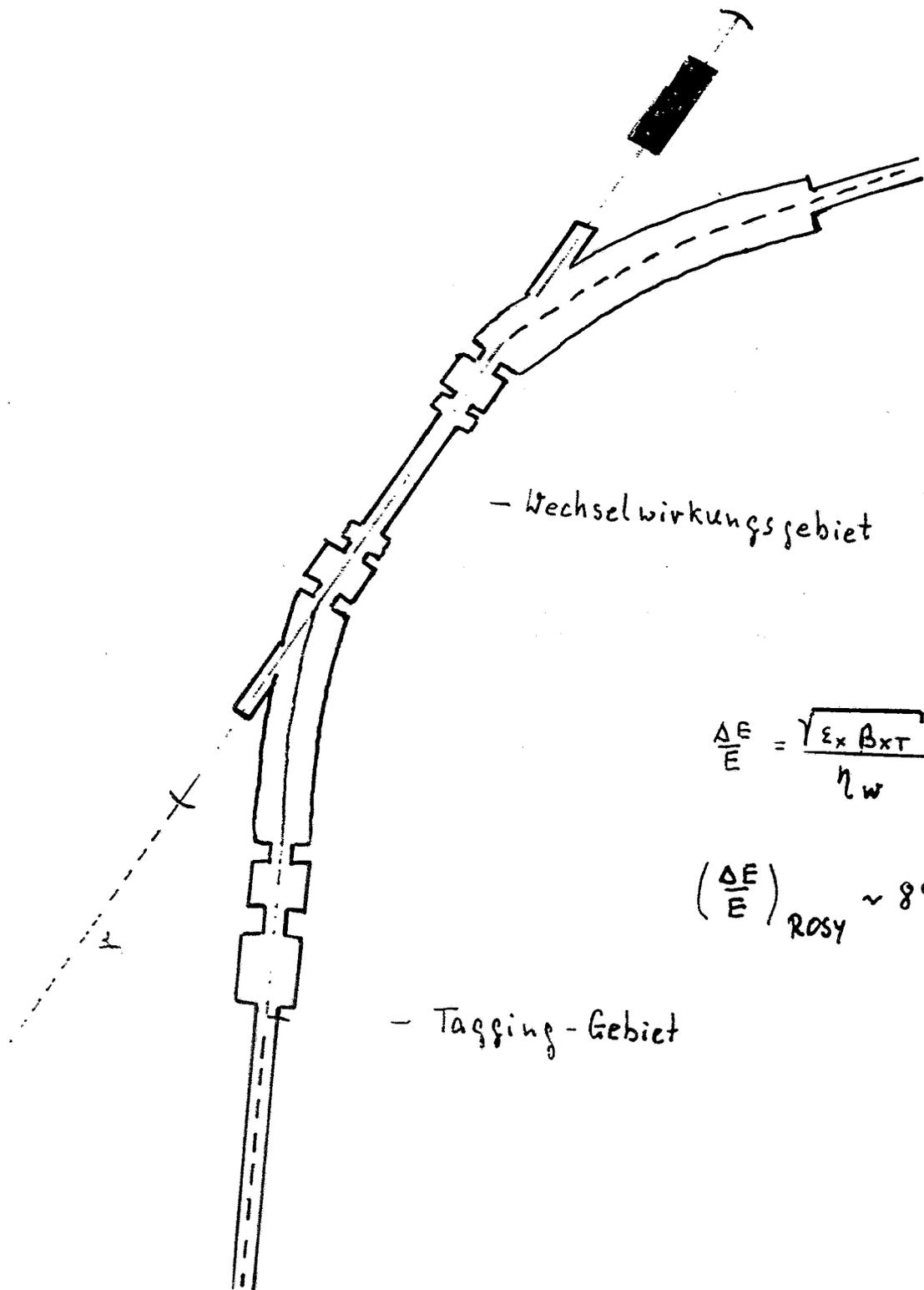


Fig. 9. - The asymmetry for the reaction  $\gamma + d \rightarrow p + n$  as a function of gamma-ray energy at c.m. angle of  $90^\circ$ . N + MEC + IC, ---- normal;  $\nabla$   $\Delta$  Liu [14a],  $\nabla$  Del Bianco [14b],  $\bullet$  De Pascale [14c],  $\square$  Gorbenko [14d],  $\circ$  De Pascale [14e],  $\blacksquare$  Adamian [14f].

...the total cross-section of  $0.5 \mu\text{b}$  at 1 GeV and a liquid  
...integration rate of 0.5 per second:

#### 4. Realisierung für ROSY 1



- Wechselwirkungsgebiet

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\sqrt{\epsilon_x \beta_{XT}}}{\eta_w}$$

$$\left(\frac{\Delta E}{E}\right)_{\text{ROSY}} \sim 8\%$$

- Tagging-Gebiet

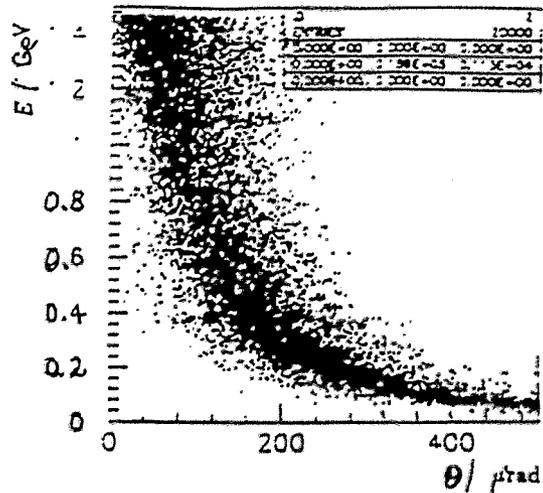
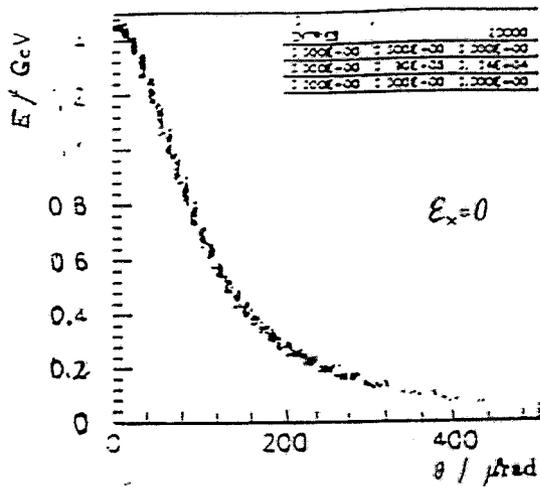
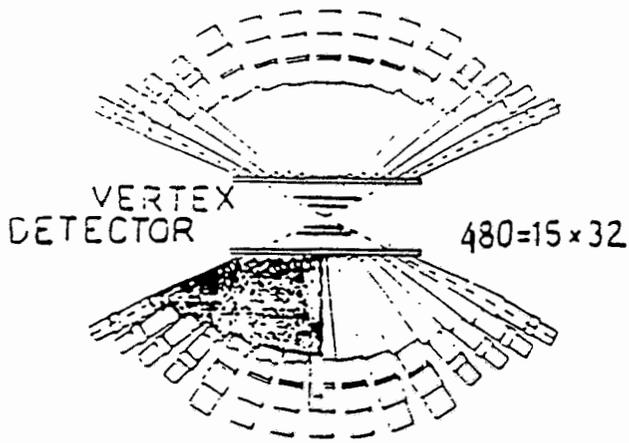


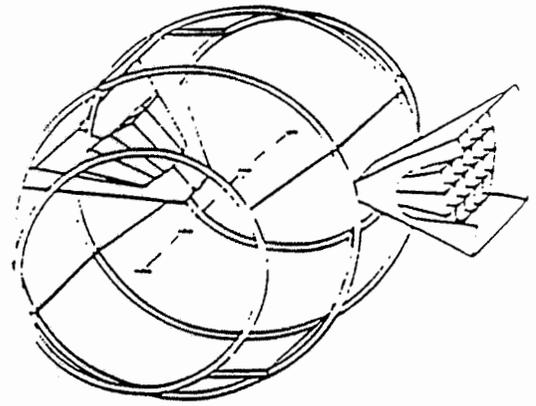
Figure 7. The relation between emission angle and photon energy for a 'perfect' electron beam (on the left) and a beam with the E.S.R.F. emittance.

Experiment: Inverse Comptonstreuung am ESRF

# CRYSTAL BALL



Section of the Crystal Ball



Perspective view

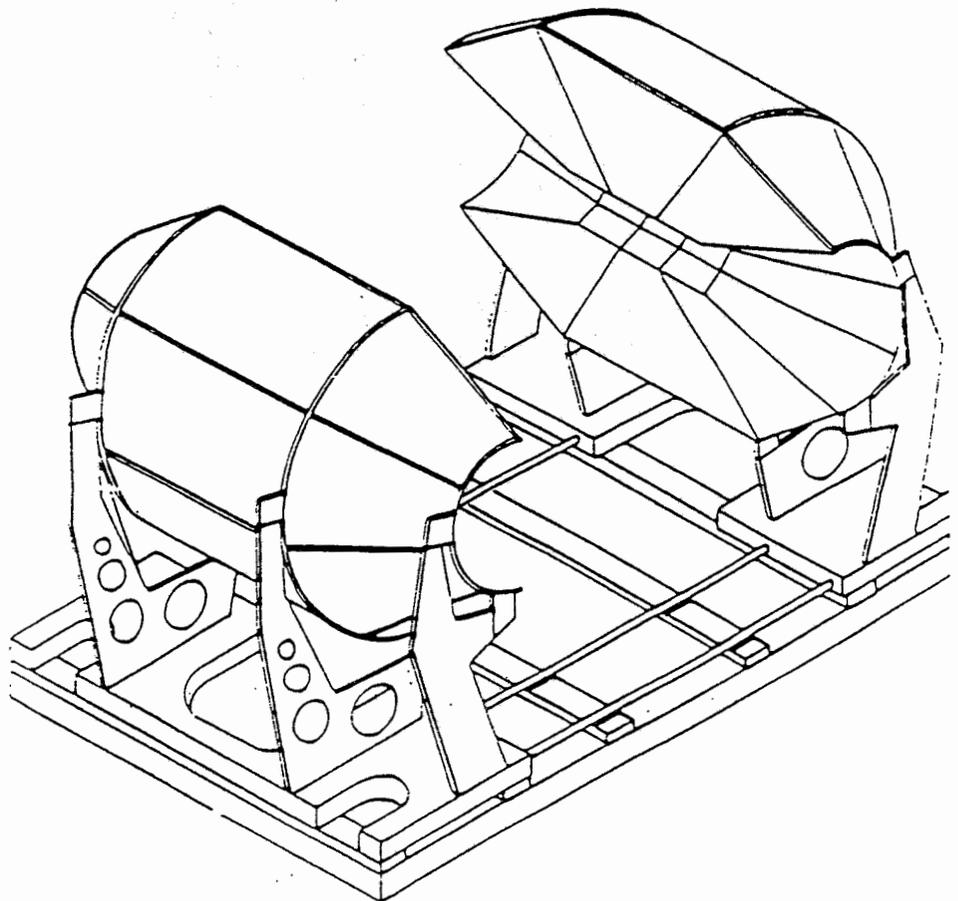


Figure 16. Section and perspective view of the *Rugby Ball*, total view of the support structure (taken from [1]).

4π - Detektor des Experiments "Inverse Compton -  
 streuung" am ESRF  
 37

# STRUKTURAUFKÄRUNG VON LEGIERUNGSSCHMELZEN

W. Hoyer  
Technische Universität Chemnitz-Zwickau  
Fachbereich Physik

Aussage des Wissenschaftsrates: Material- und Werkstoffforschung sind tragende  
Elemente der Forschung an der TU Chemnitz-Zwickau

FB Physik, Chemie, Werkstoffe

FB Physik:	Oberflächen- und Grenzflächenphysik	}	
	Dünne Schichten		
	Technische Physik		3 C4
	Festkörperphysik		3 C3
	organische Festkörper		
	Analytik an Festkörper-Oberflächen		
	Physik der Flüssigkeiten	}	
	Röntgen- und Neutronenstreuung		1 C4
	Theorie ungeordneter Systeme		3 C3
	Strukturmodellierung		

### **Diffraktometrie:**

- Aufklärung der Nahordnung in nichtkristallinen Stoffen  
Element- und Legierungsschmelzen  
amorphe, nanokristalline Schichten  
partielle Strukturfunktionen → resonante Streuung
- Phasenanalyse
- "zeitaufgelöste" Beugungsexperimente  
Kinetik von Mikroentmischungsvorgängen  
Phasenseparation in monotektischen Legierungen  
Vorstadien der Phasenumwandlung flüssig-fest
- hochauflösende Beugungsexperimente an dünnen Schichten und Schichtoberflächen

### **Textur- und Spannungsmessung:**

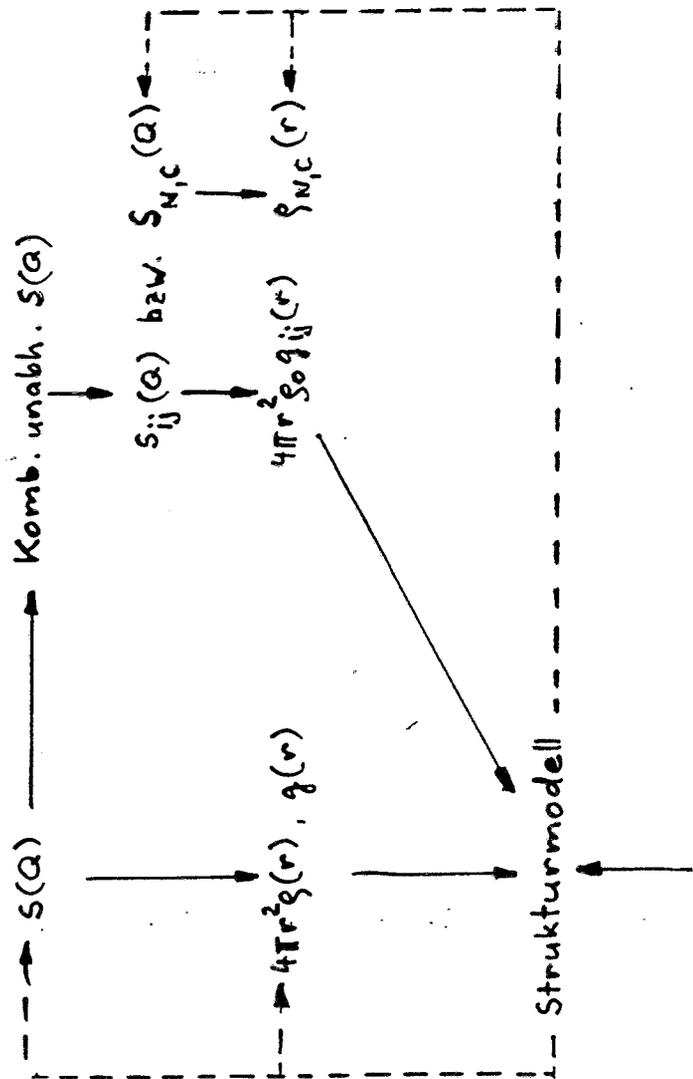
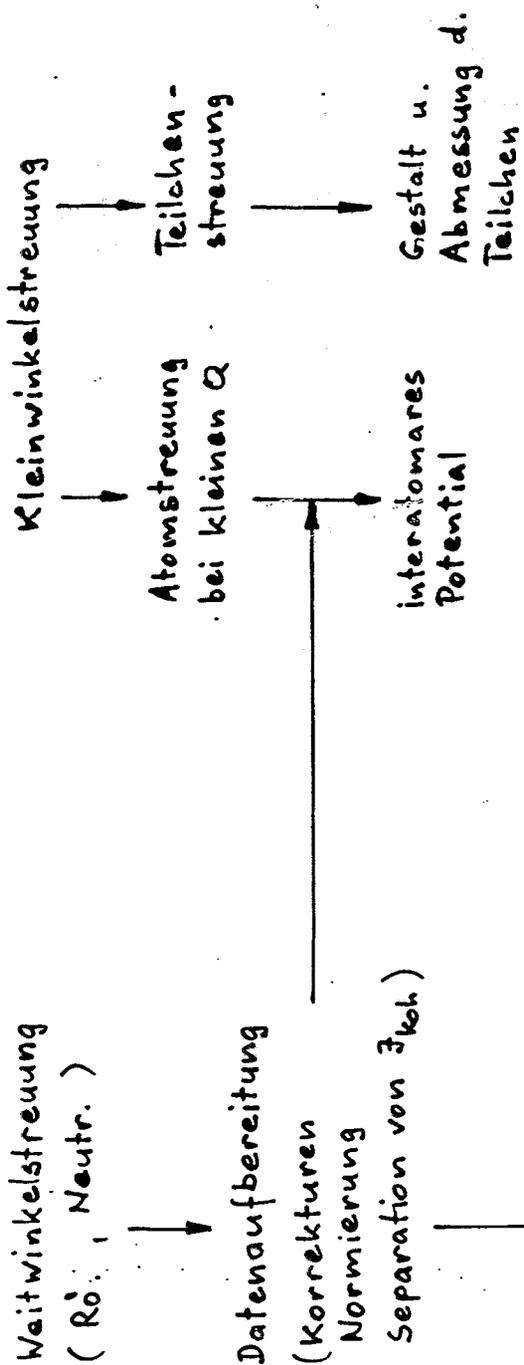
- innere Spannungen in Schichten
- Spannung Schicht-Substrat
- herstellungsbedingte Texturen in Schichten

### **EXAFS / XANES:**

- elementspezifische Untersuchung der Nahordnung  
(Triplettkorrelationsfunktionen)

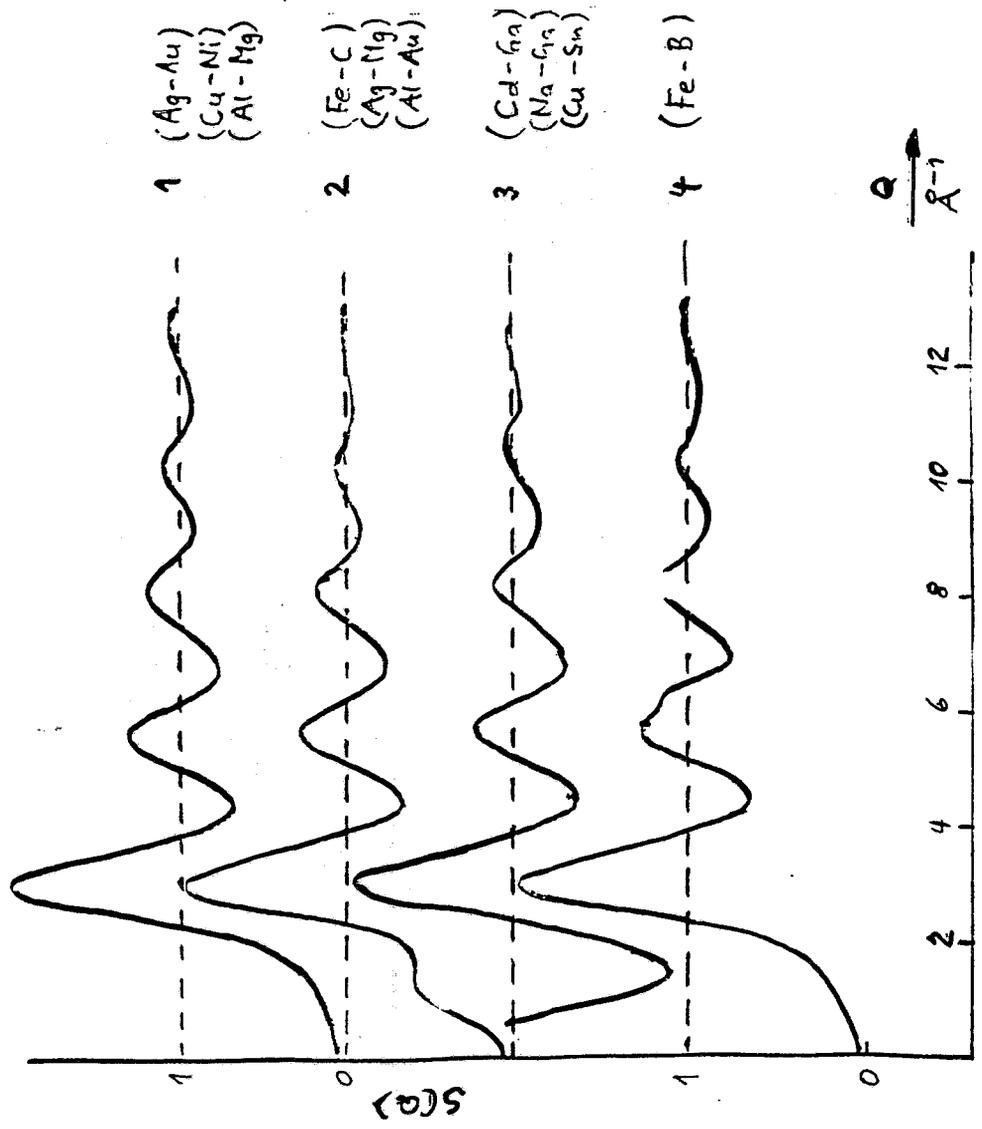
### **Kleinwinkelstreuung**

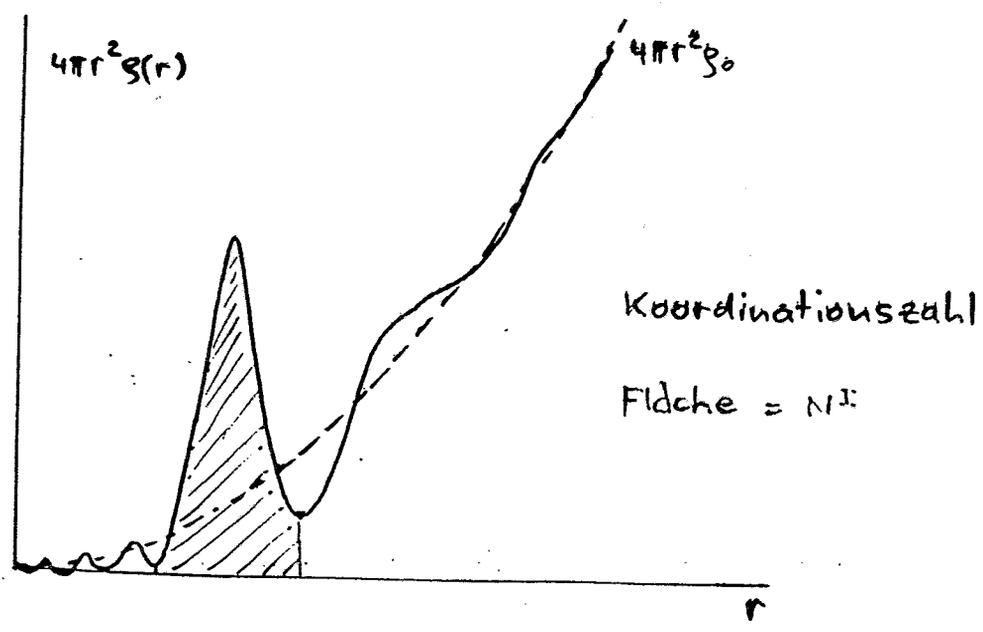
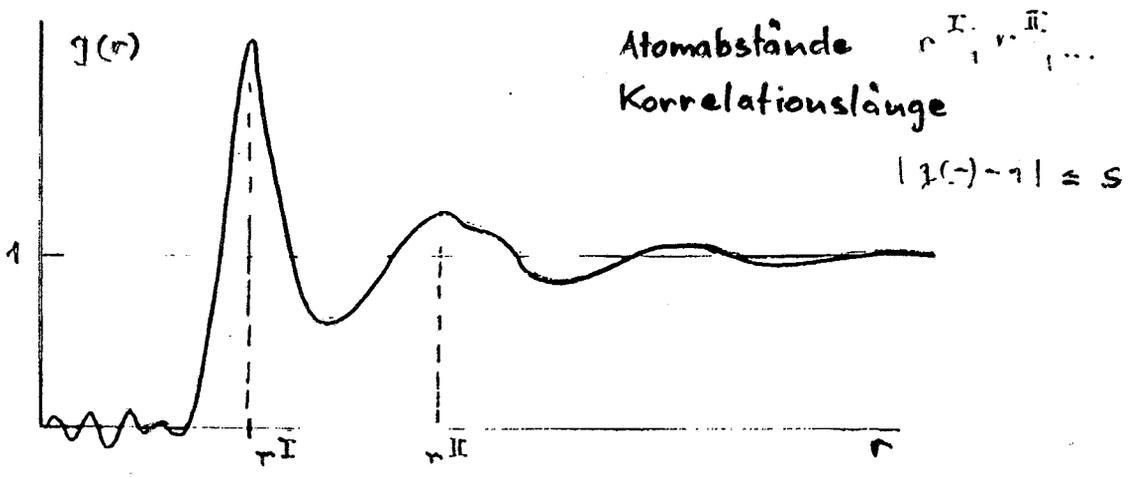
- Ordnung mittlerer Reichweite (Assoziatbildung)
- Präformierung (Selbstassoziation) von Phasenübergängen  
(flüssig-flüssig in monotekt. Leg., flüssig-fest in eutektischen Legierungen)



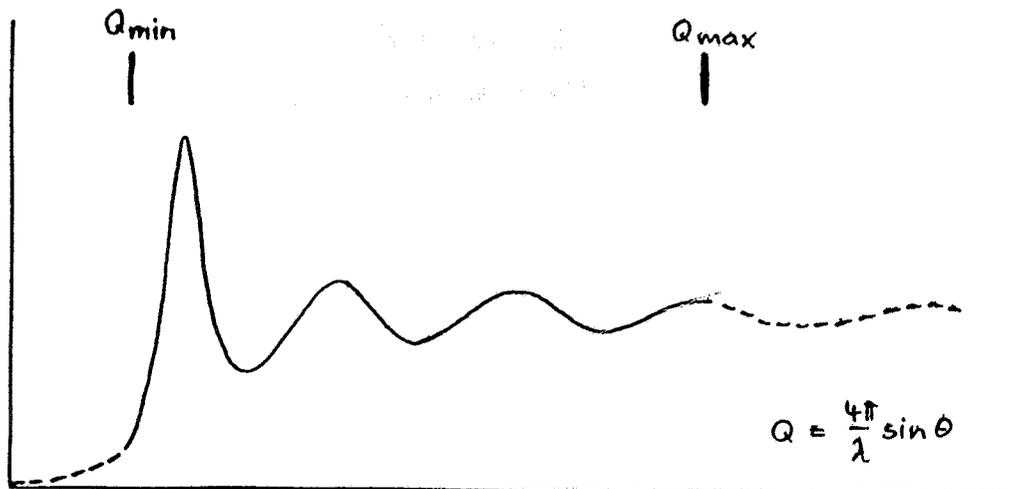
$$S^{F2}(Q) = \frac{\int_A^{k_{oh}} (\rho) - (\langle b^2 \rangle - \langle b \rangle^2)}{\langle b \rangle^2} = \frac{3k_{oh}(\rho) - c_1 c_2 (\Delta b)^2}{\langle b \rangle^2}$$

$$Q = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda}$$





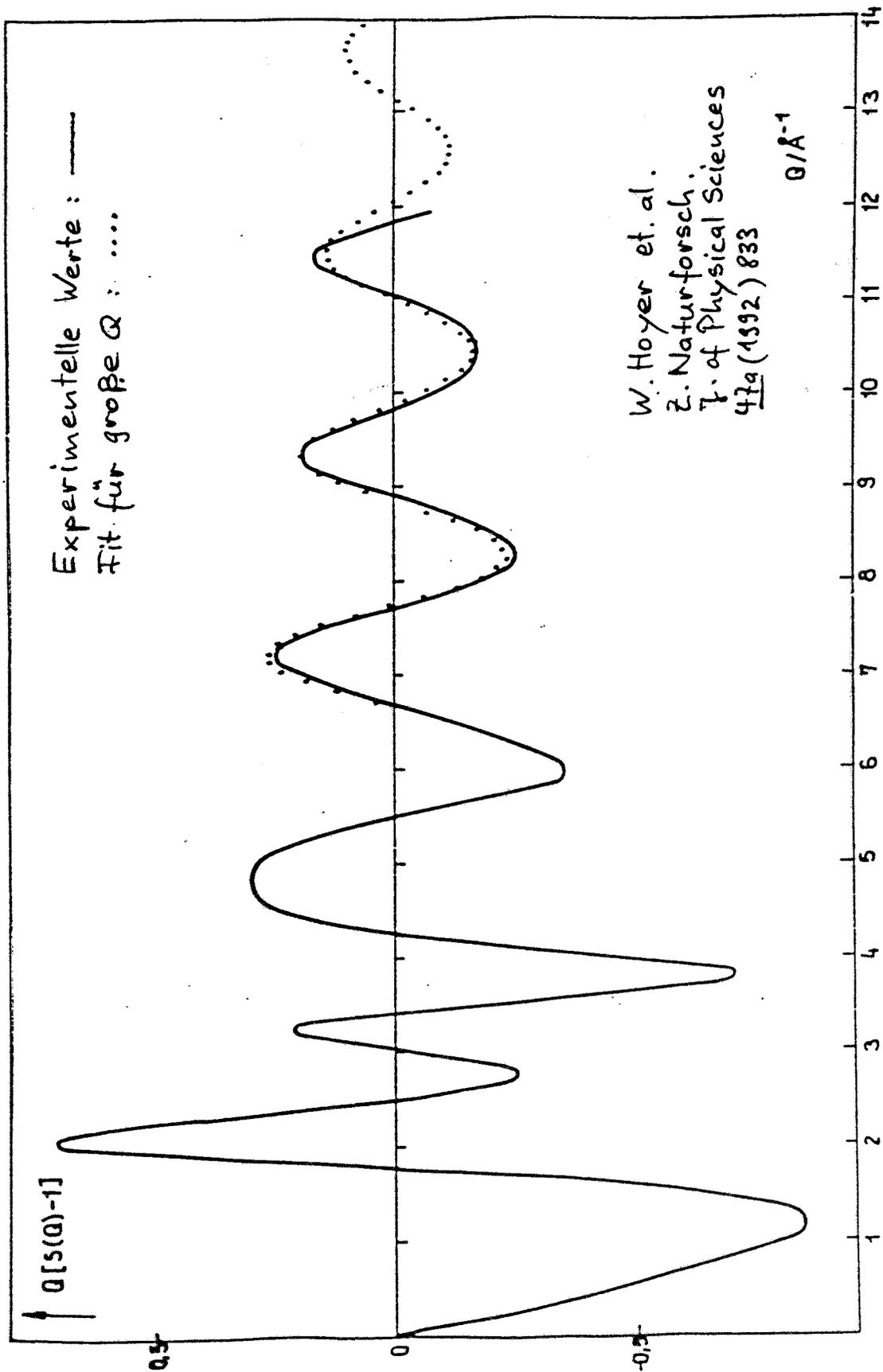
$$g(r) = 1 + \frac{1}{2\pi^2 \rho_0 r} \int_0^{\infty} Q [S(Q) - 1] \sin Qr \, dQ$$



$Q_{\max}$  : Neutr.:  $9 \dots 11 \text{ \AA}^{-1}$   
 Röntgen:  $12 \dots 16 \text{ \AA}^{-1}$  (Mo-K $\alpha$ ,  $\lambda = 0.71 \text{ \AA}$ )  
 Flugzeit:  $\geq 20 \text{ \AA}^{-1}$

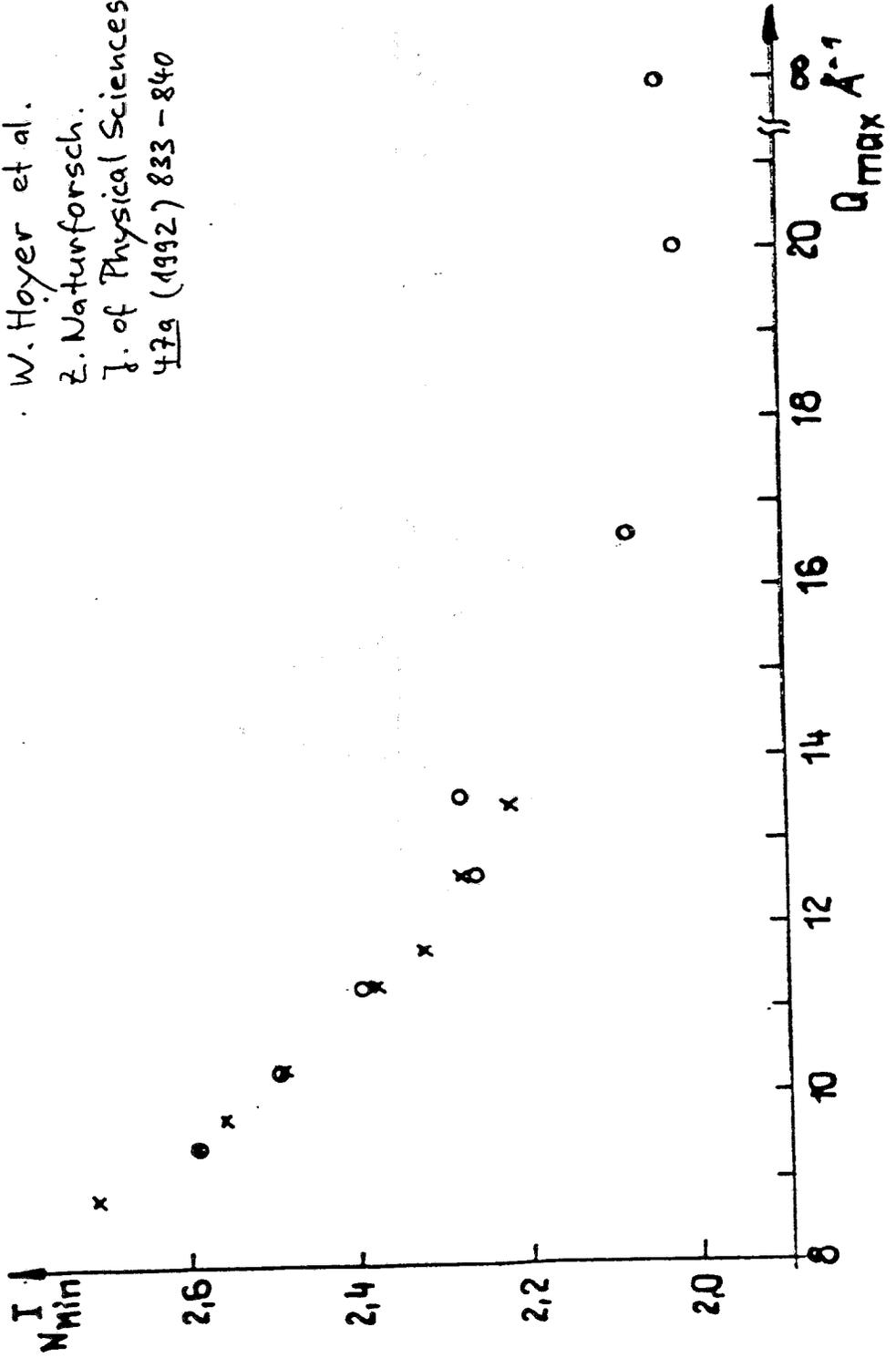
$Q_{\min}$  : Refl.:  $1 \text{ \AA}^{-1}$   
 Transm.:  $0.5 \text{ \AA}^{-1}$

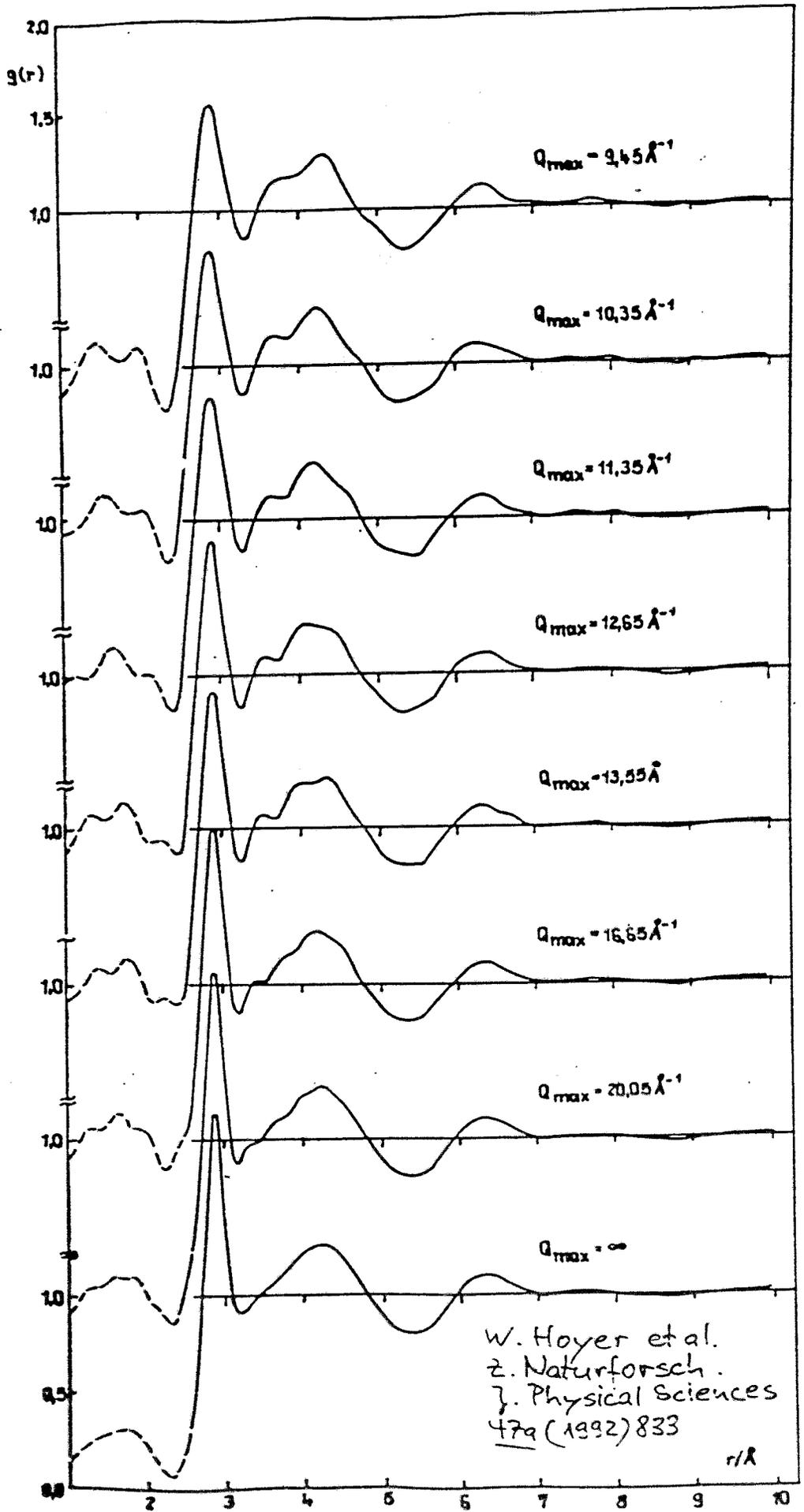
Experiment erlaubt  
auch kleinere Werte, aber KW-Streuung!



Koo.-Zahl als Funktion  
von  $Q_{\max}$

W. Hoyer et al.  
Z. Naturforsch.  
J. of Physical Sciences J  
47a (1992) 833-840





$$g(r) = \frac{S(r)}{S_0} = 1 + \frac{1}{2\pi^2 S_0 r} \int_0^\infty Q [S(Q) - 1] \sin Qr \, dQ \quad \left. \vphantom{\int_0^\infty} \right\} \begin{matrix} r^I, r^{II}, \dots \\ N^I, N^{II}, \dots \end{matrix}$$

$$4\pi r^2 g(r)$$

$$S(Q) = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \frac{c_i c_j b_i b_j}{\langle b \rangle^2} S_{ij}(Q) \quad \text{Faber-Ziman Form}$$

$n$  - Anzahl der Strukturbestandteile  
 $N$  - Anzahl partieller Strukturfaktoren

$n$	2	3	4	5
$N$	3	6	10	15

$$(N = \frac{n}{2}(n+1))$$

$$g_{ij}(r) = \frac{S_{ij}(r)}{c_j S_0} = 1 + \frac{1}{2\pi^2 S_0 r} \int_0^\infty Q [S_{ij}(Q) - 1] \sin Qr \, dQ$$

$$\rightarrow \begin{matrix} r_{11}^I, r_{12}^I, r_{22}^I \\ N_{11}^I, N_{12}^I, N_{22}^I \end{matrix}$$

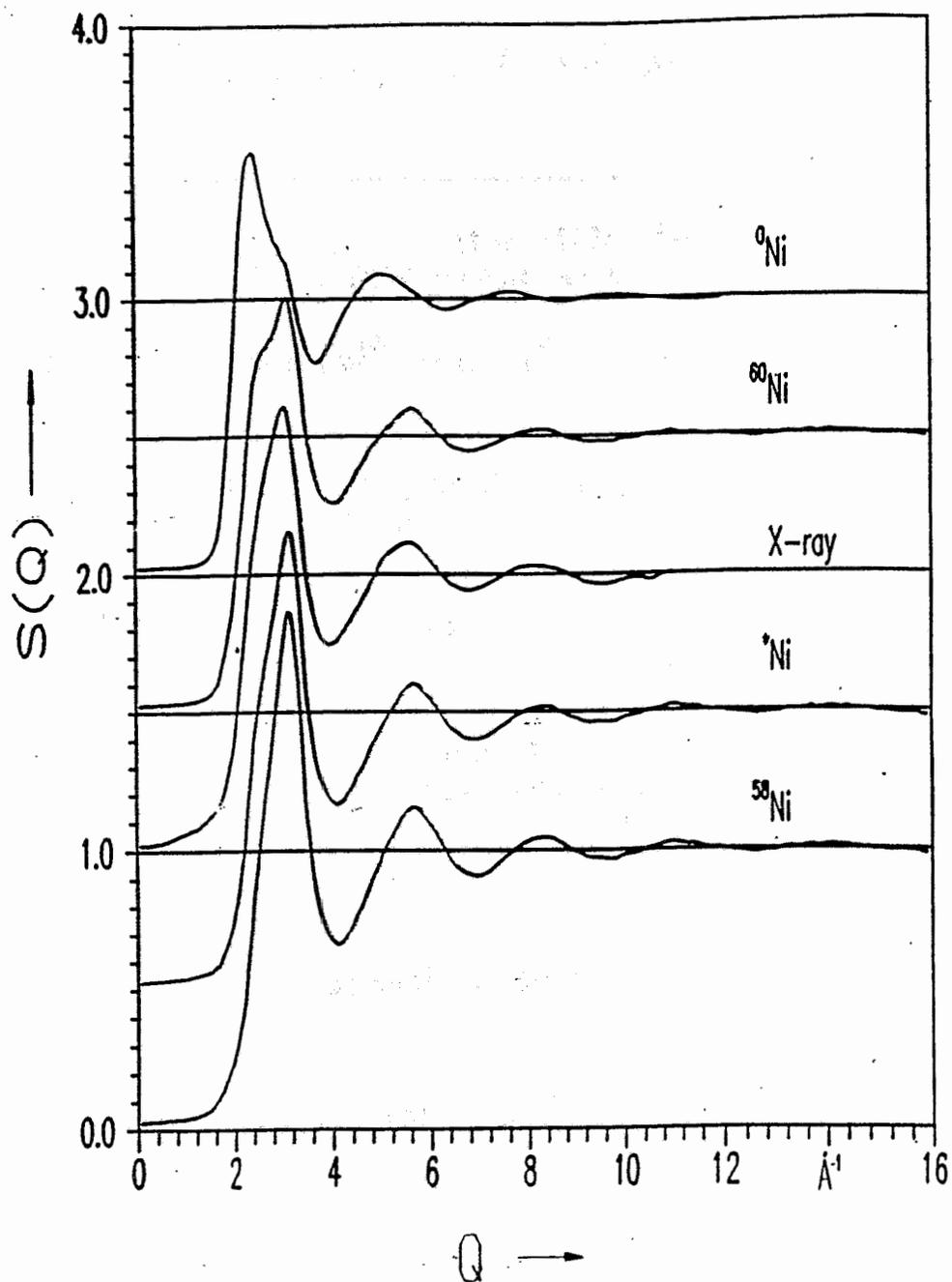
$$S(Q) = S_{NN}(Q) + \frac{2\Delta b}{\langle b \rangle} S_{NC}(Q) + \frac{(\Delta b)^2}{\langle b \rangle^2} [S_{CC}(Q) - c_1 c_2] \quad \text{Bhatia u. Thornton}$$

$$4\pi r^2 g_{CC}(r) = \frac{2r}{\pi} \int_0^\infty \left[ \frac{S_{CC}(Q)}{c_1 c_2} - 1 \right] \sin Qr \, dQ$$

$$= 4\pi r^2 c_1 c_2 \left[ \frac{g_{11}(r)}{c_1} + \frac{g_{22}(r)}{c_2} - \frac{2g_{12}(r)}{c_2} \right]$$

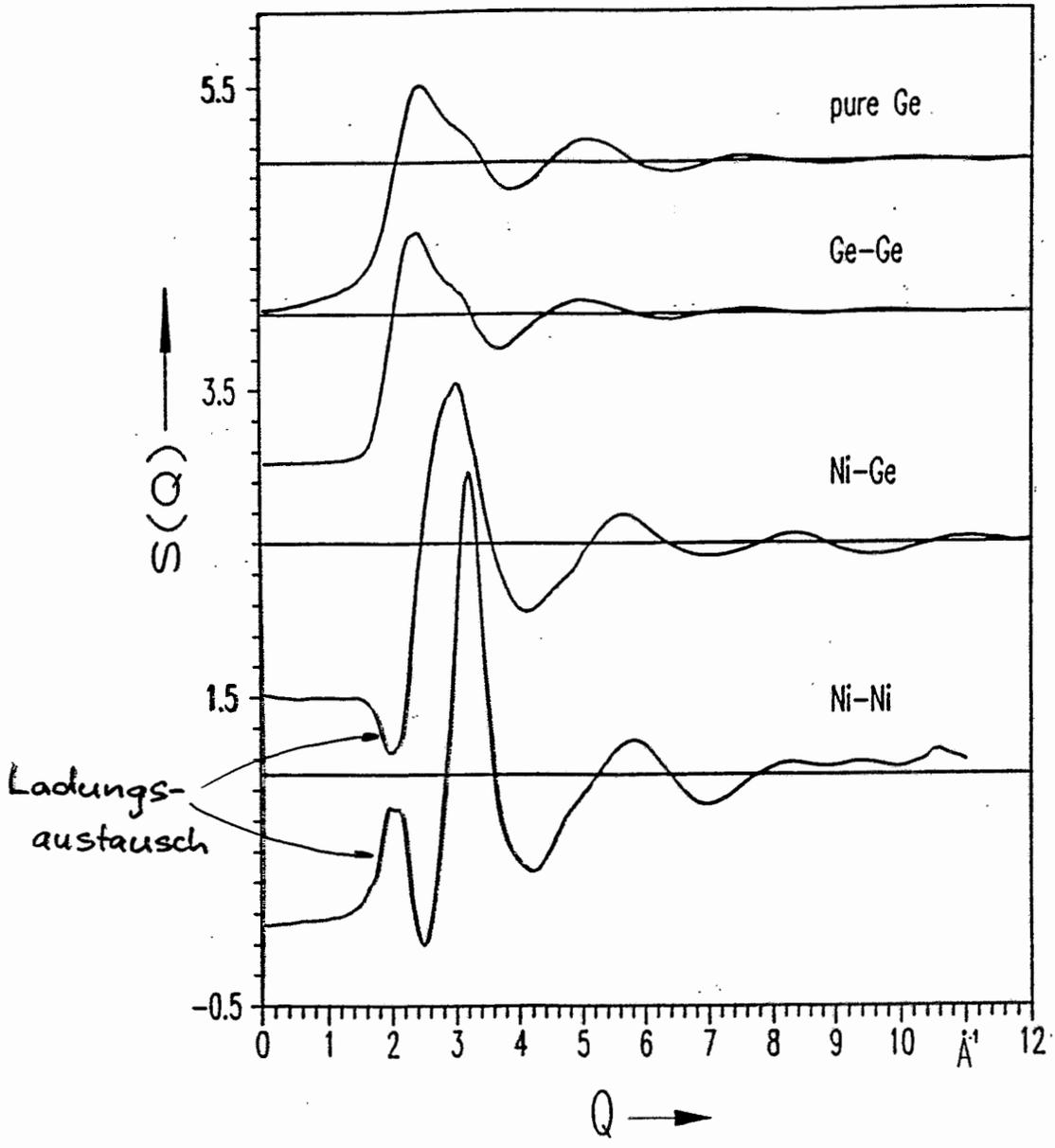
Bestimmung von  $S_{ij}$  bzw.  $S_{N-c}$  (praktisch nur möglich für  $n=2$ )

Methoden		Determinante
Dreistrahlexp. $N + R + E$	$b(N) \neq b(R) \neq b(E)$ aber $b(R) = b(E)$ , e <sup>-</sup> -Exp.	schlecht
Isotopensubst. 3-N	$^{nat}Ni: 1.03$ , $^{62}Ni: -0.87$ , $^{60}Ni: 0.28$	gut
Zweistrahlexp. $2 \cdot N, R$	$b(N) \neq b(R)$ , z.B. $b(N) < 0$ , $b(N) > 0$ $b(R) > 0$	gut
anomale Disp. 3-R	$b(Mo) \neq b(Cu) \neq b(Co)$ Synchrotronstr.	sehr schlecht gut
isomorphe Subst. $2 \cdot R, 1 \cdot N$	ein Element durch chemisch ähnliches ersetzt	gut
"Nulllegierung" 1-N	geeignete Konz. u. Isotope $\langle b \rangle = 0$	
	$f_A^{koh}(a) = \langle b \rangle^2 S_{NN} + 2 \langle b \rangle \Delta b S_{Nc} + (\Delta b)^2 S_{cc}$	
Konzentrations- methode	Annahme: $S_{ij} \neq S_{ij}(c)$	schlecht



**Fig. 1** Different weighted total structure factors of  $\text{Ni}_{33}\text{Ge}_{67}$  at  $1000^\circ\text{C}$

Halun, Th. TUC  
 priv. Mitt. , 1992



**Fig. 2** Partial structure factors of  $\text{Ni}_{33}\text{Ge}_{67}$  at  $1000^\circ\text{C}$

Halm, Th. TUC  
 priv. Mitt., 1992

Was wir gern hätten :

- möglichst kleine nutzbare Wellenlänge ( $0.5 \text{ \AA}$ )  
um Abbruchfehler klein zu halten ( $rI, n^2$ )
- durchstimmbares Wellenlängenband ( $0.5 \dots 3 \text{ \AA}$ )  
um resonante Streuung zu nutzen ( $S_{ij}, S_{n-c}$ )
- große Wellenlänge ( $2 \dots 3 \text{ \AA}$ ) für KW-Streuung  
(Selbstassoziation)

**XAS- und PES-Experimente mit Synchrotronstrahlung**

**R. Szargan**

**Fachbereich Chemie der Universität Leipzig**

**Linnéstr. 2, O-7010 Leipzig**

# SYNCHROTRONEXPERIMENTE

## — ÜBERSICHT —

---

	<u>QUELLE</u>		<u>MONOCHROMATOR / REGION</u>	<u>ART</u>	
			<u>AUFLÖSUNG</u>		
1976-82	ARUS	ERE	KGM	100...400eV / 1eV	XANES
1979-86	VEPP-2M	NOV	PGM	40...500eV / 0.5eV	XANES
			KGM		PES
1984	VEPP 4	NOV	KKMC	5...12keV / 1eV	XANES
1986-88	VEPP 3	NOV	KKMC	5...12keV / 1eV	XANES
1987-92	BESSY	BER	HE-PGM	150...1000eV / 0.3eV	XANES
			KMC	900...3000eV / 1eV	
			TGM	20...200eV / 0.06eV	PES
				0.3eV	
1990-92	BONN-SYN ELSA	BONN	DKMC	2...11keV / 1eV	XANES / EXAFS
1990-92	DORIS III	HAM	DKMC	2...15keV / 1eV	XANES /
			(RÖMO II)		EXAFS
			IKMC	2...22keV / 2eV	
			(DEXAFS)		
1991-92	SPEAR/ ALS	STAN BERK	TGM	25...170eV / 5meV	PES XANES

---

# PES-Synchrotronexperimente

## ZIELE

Oberflächenkomposition

Grenzflächenreaktionen

Schottky-Barrieren

Bandverbiegungen

Oberflächenphotospannungen

Gapzustände

Bandstruktur

## SYSTEME

Ga In As P

FeS<sub>2</sub>-Adsorbate

InP(110)+Ti

GaP(110) + Al, In, Sn, Cs, P

W Se + Pt

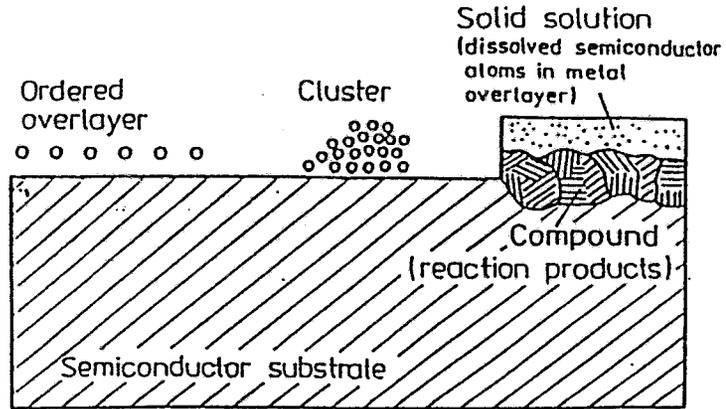
Ga(100) + Sn

GaP(110) + Cs

InP(110) + Cs

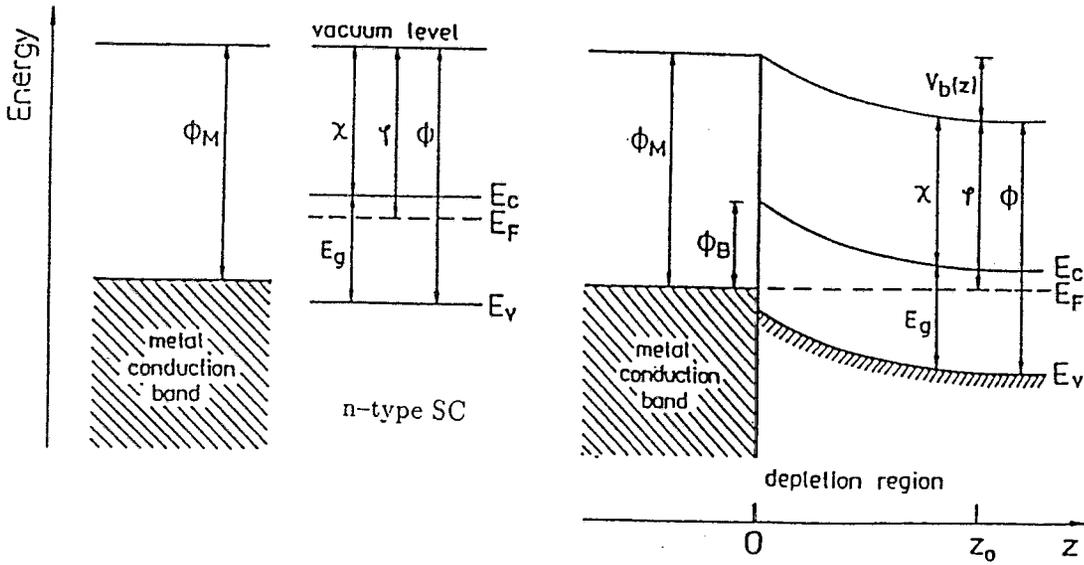
GaAs(110) + Na

# Metals on substrates

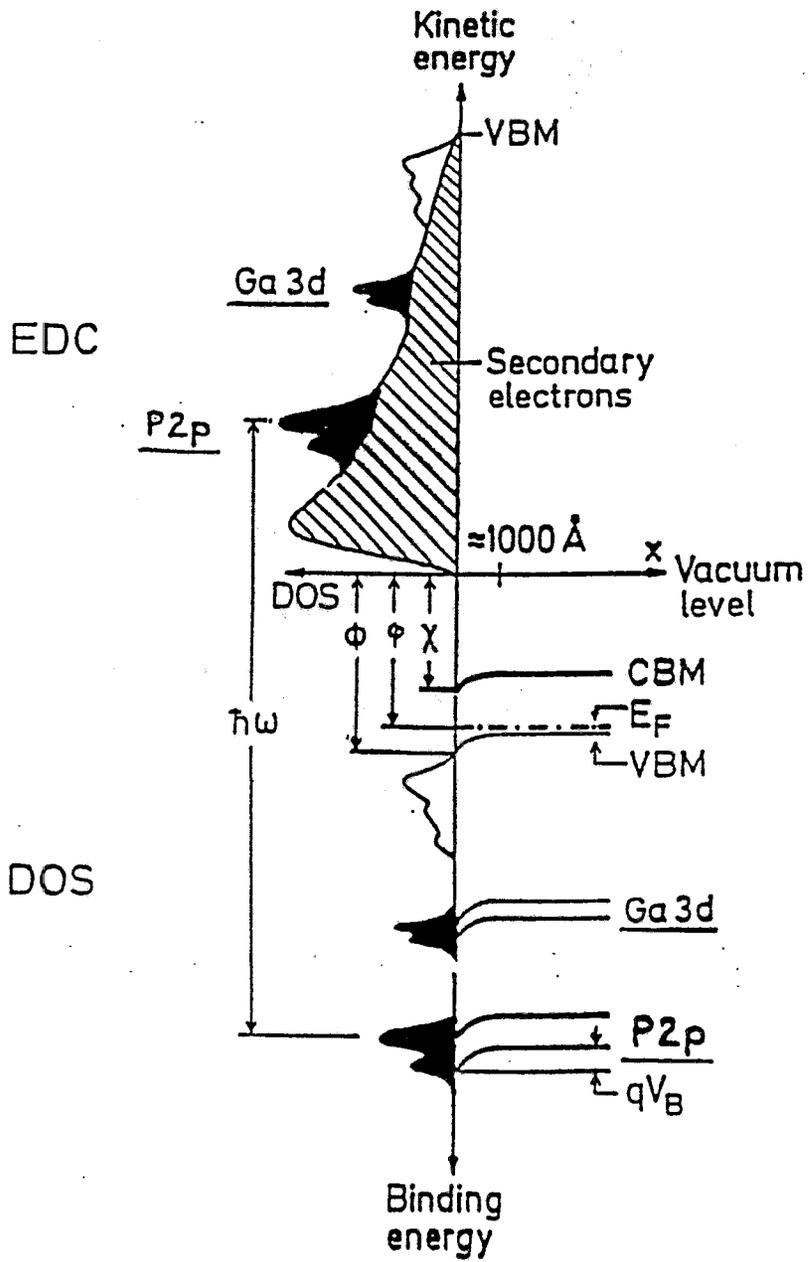


(a) before contact

(b) equilibrium situation

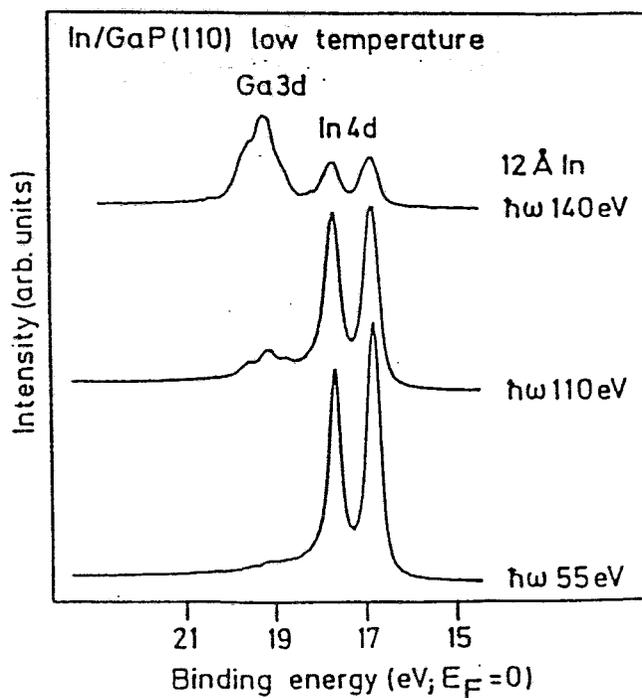
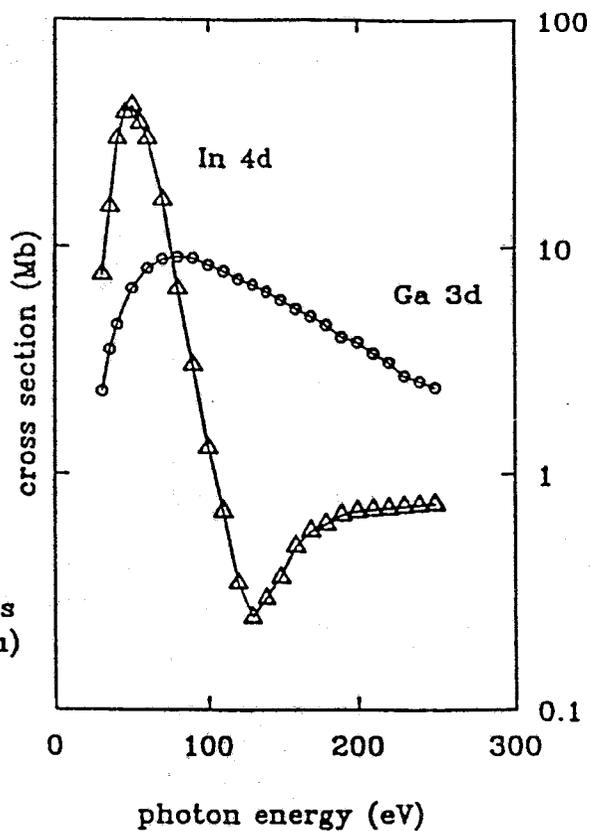


# PES information



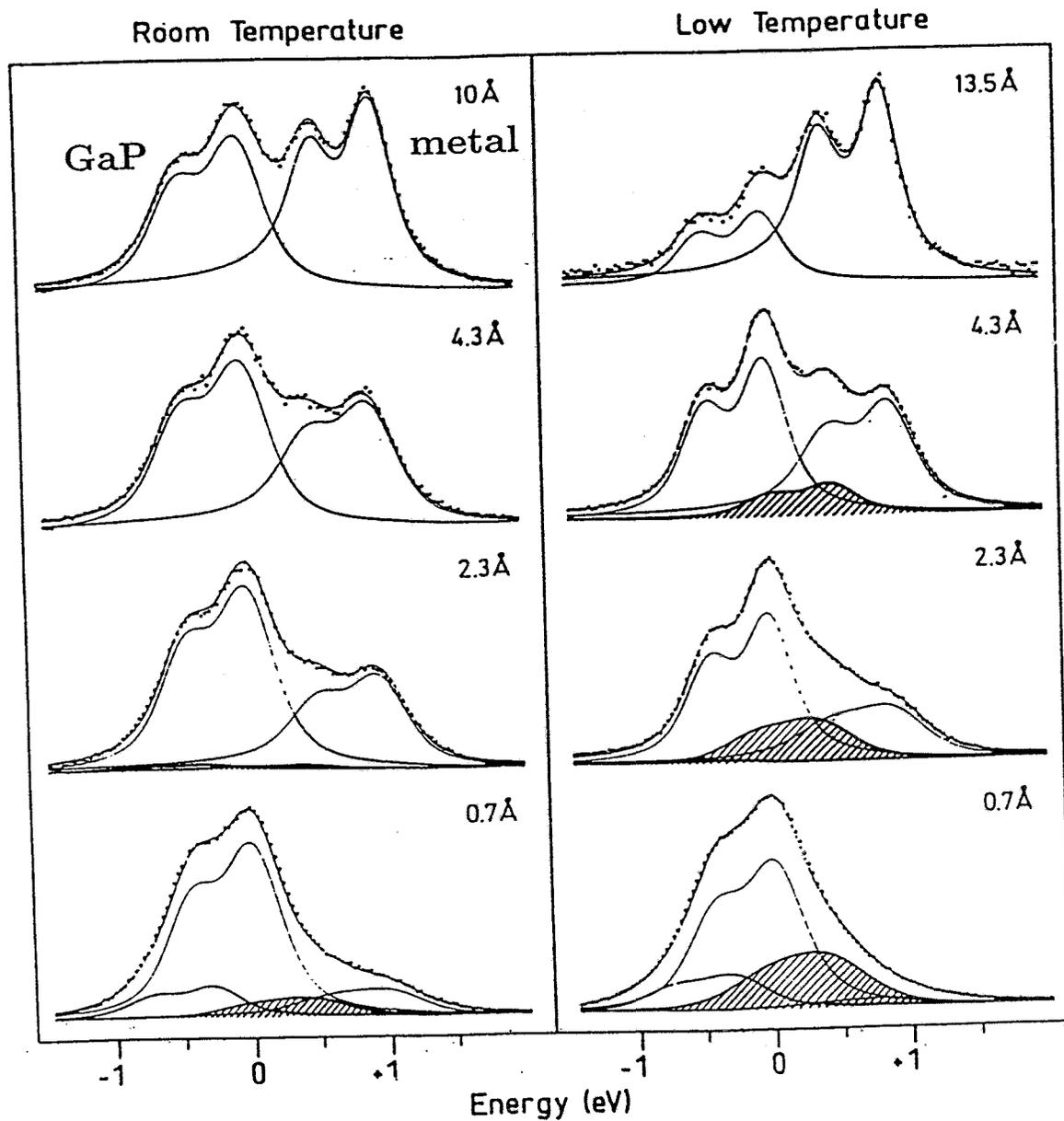
# PES signal discrimination

Atomic photoionisation cross sections (from Yeh and Lindau)

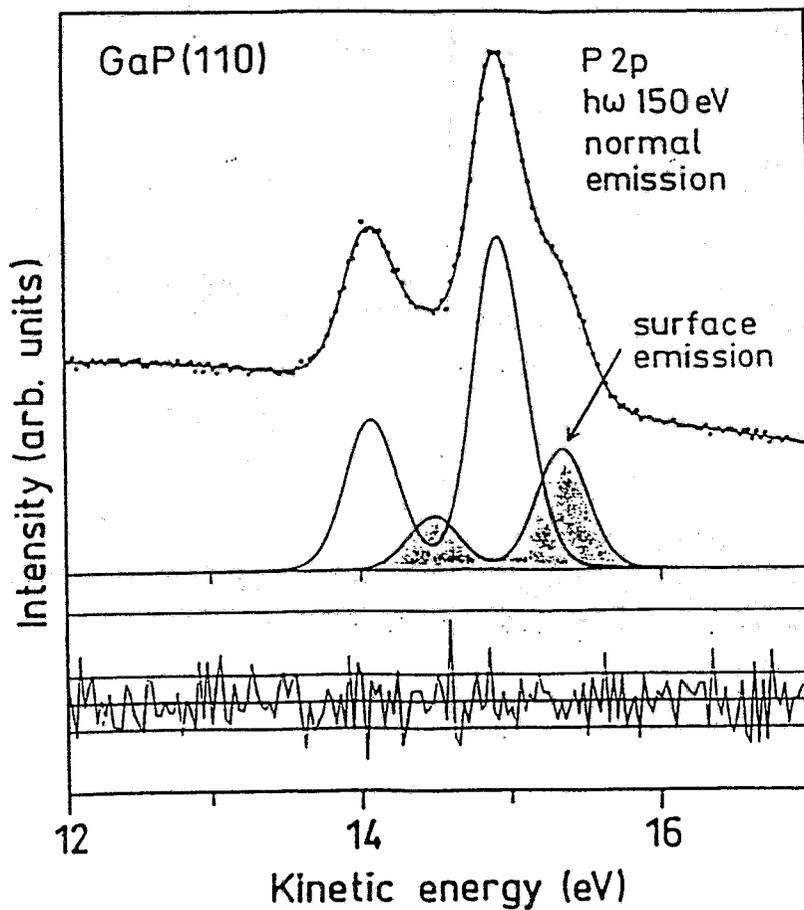
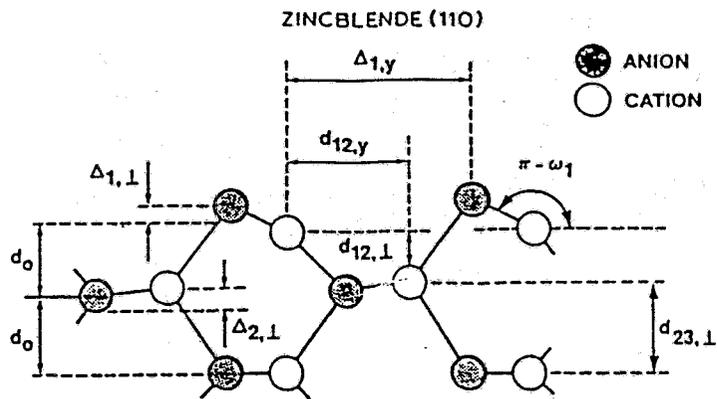


# Morphology of Al/GaP(110)

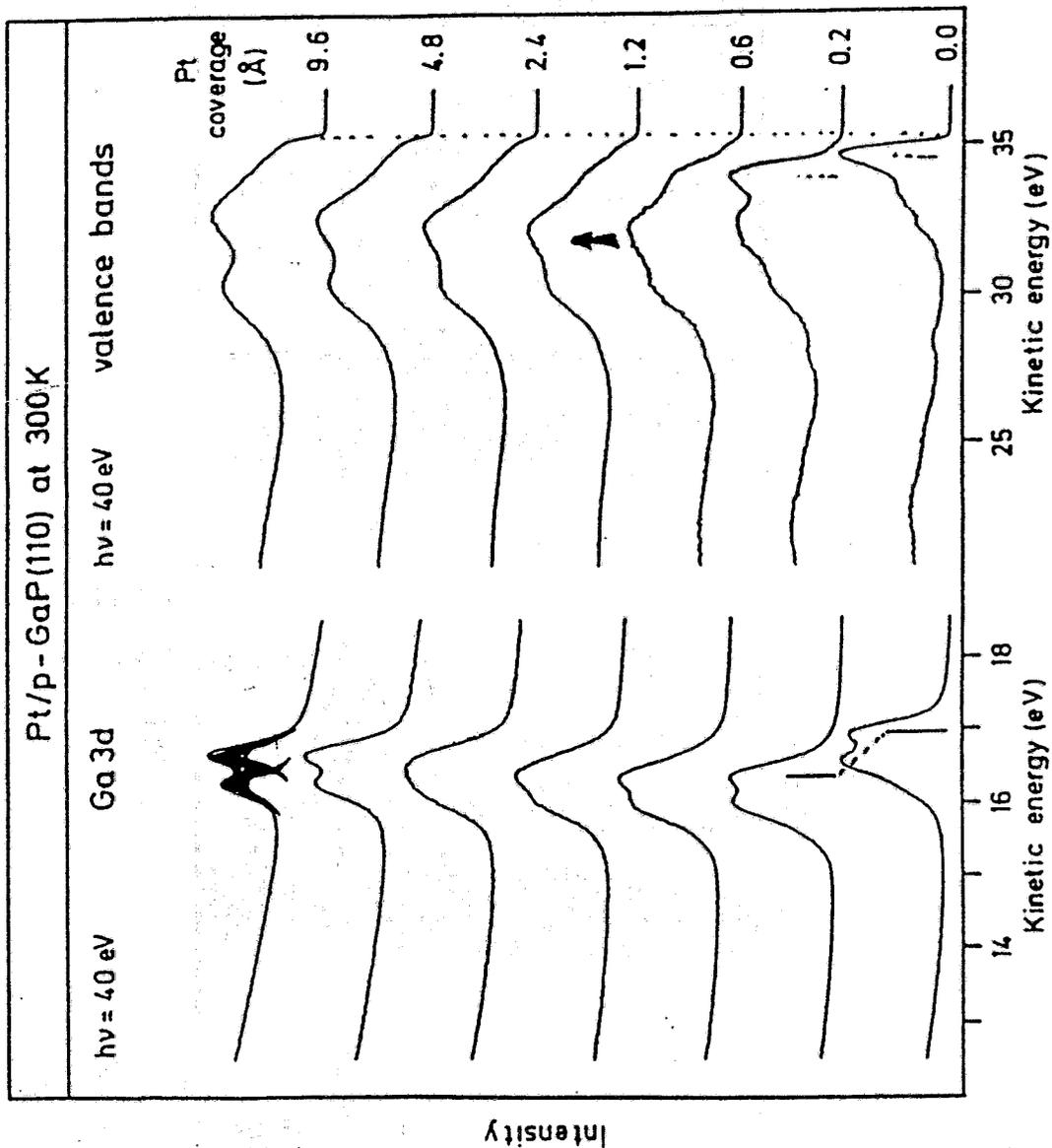
Ga 3d



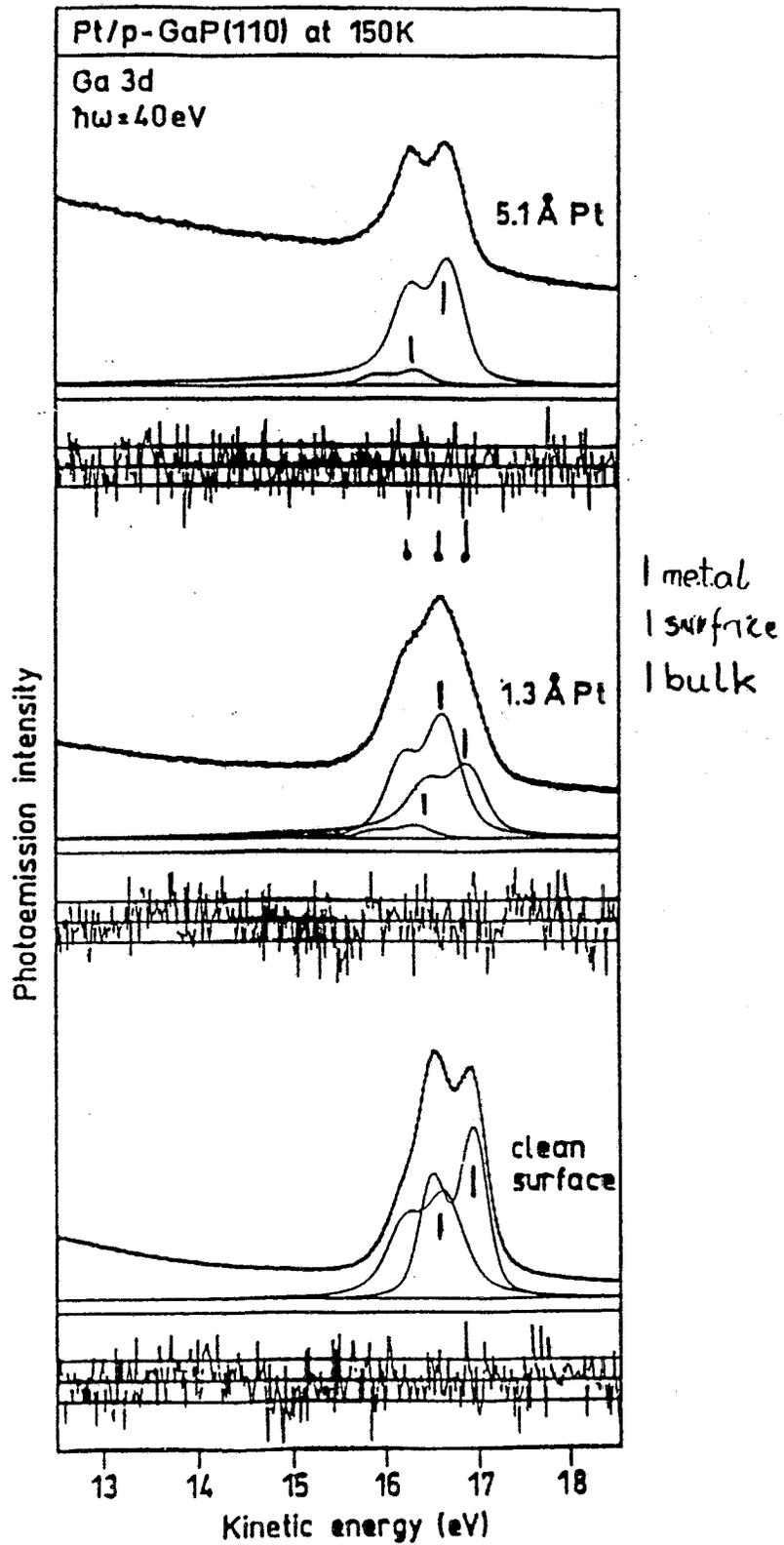
# PES surface emission I



# Effect of metal coverages on PES signals I

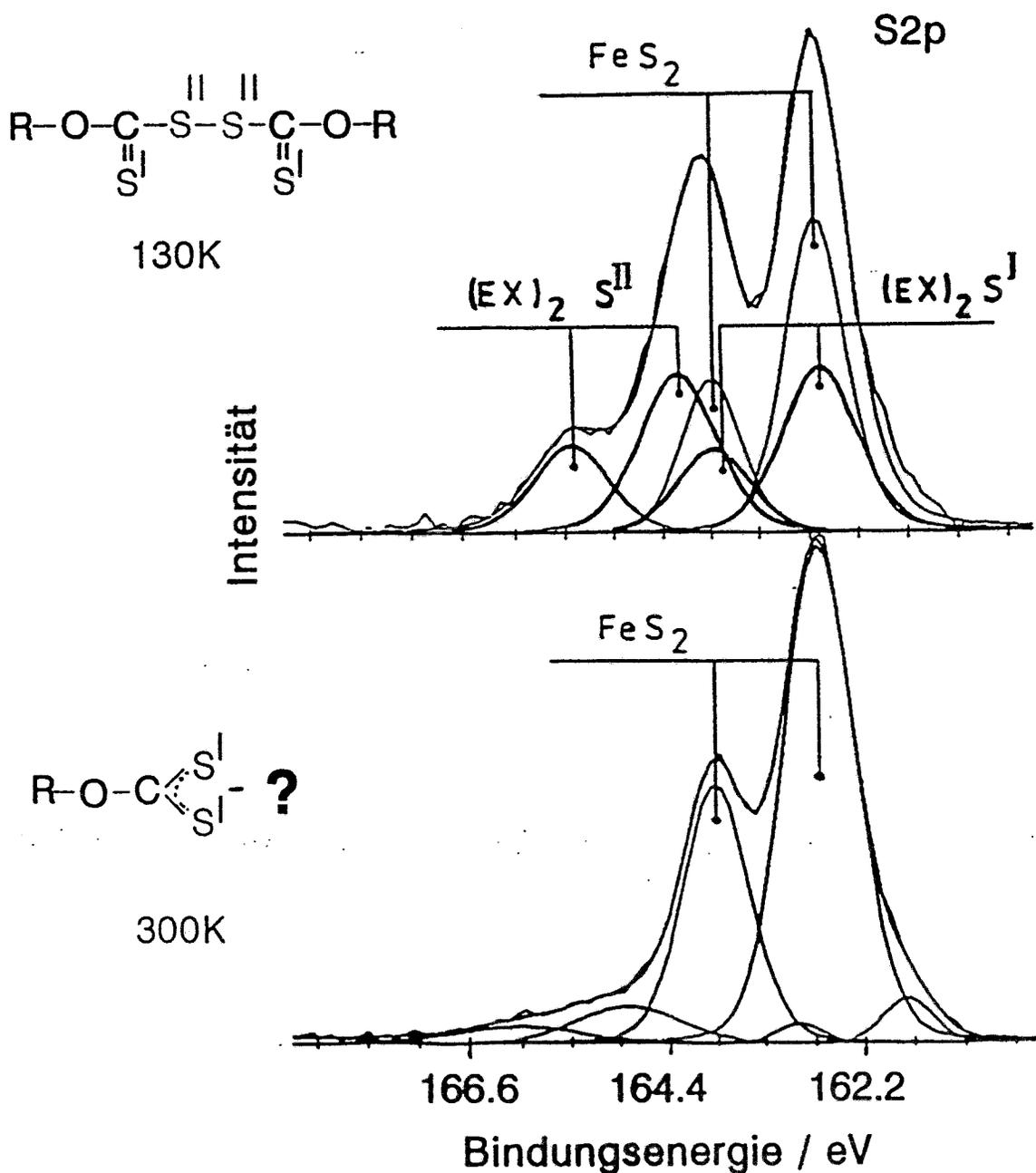


# Effect of metal coverages on PES signals II



# Komplexierung von Pyrit mit KEX Einfluß eines oxidierenden Potentials

pH4; pH9 /  $6.25 \times 10^{-5}$  mol/l KEX / +450mV vs. SHE  
15min /  $T_1 = 130\text{K}$ ;  $T_2 = 300\text{K}$

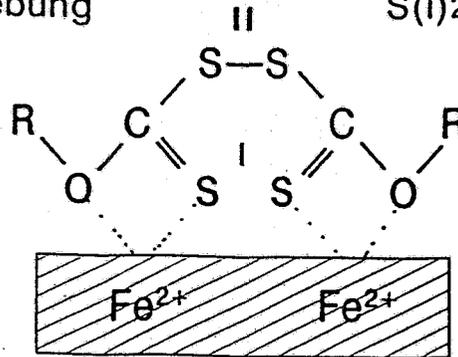


# Strukturvorschlag für (EX)<sub>2</sub>- Adsorbatkomplex

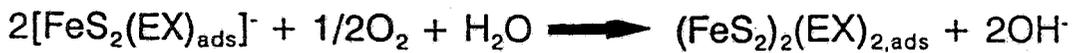
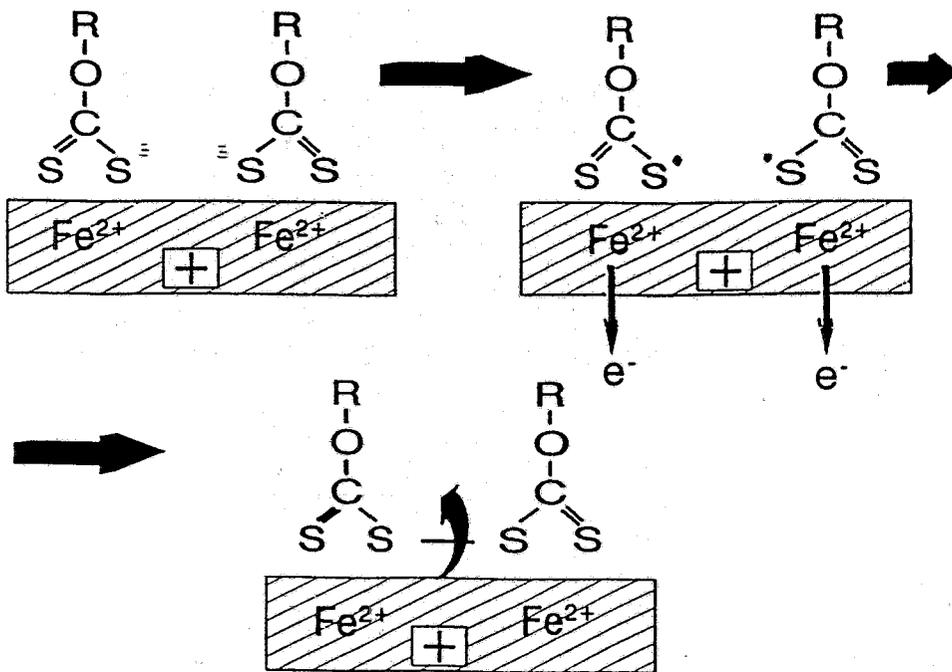
Referenz: Dixanthogen/Gold

O1s-Verschiebung  
0.5eV

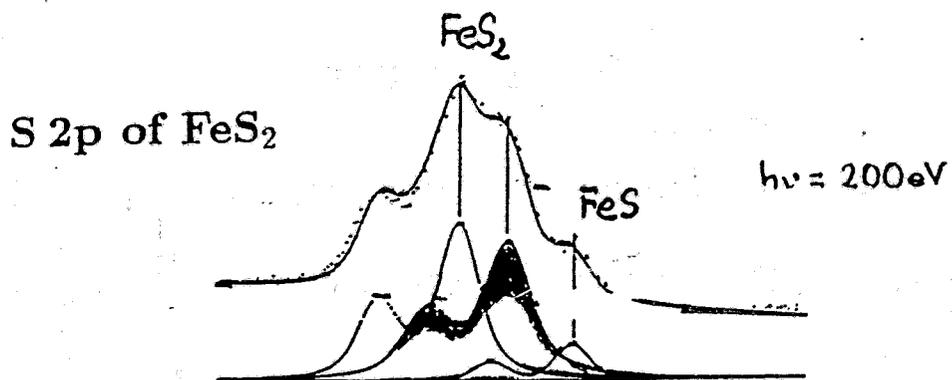
S(1)2p-Verschiebung  
0.3eV



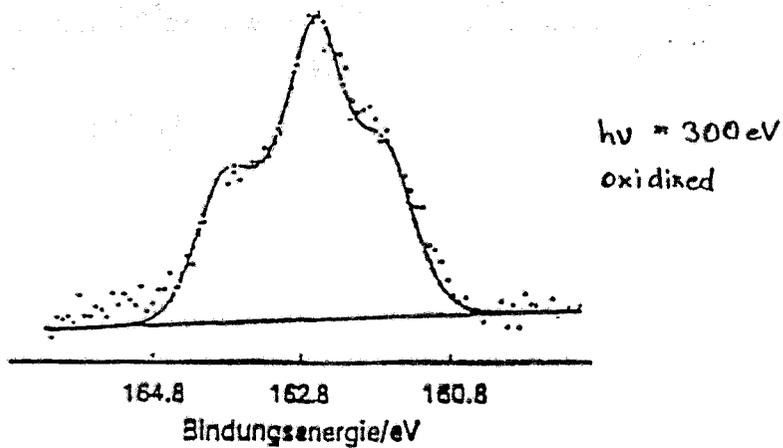
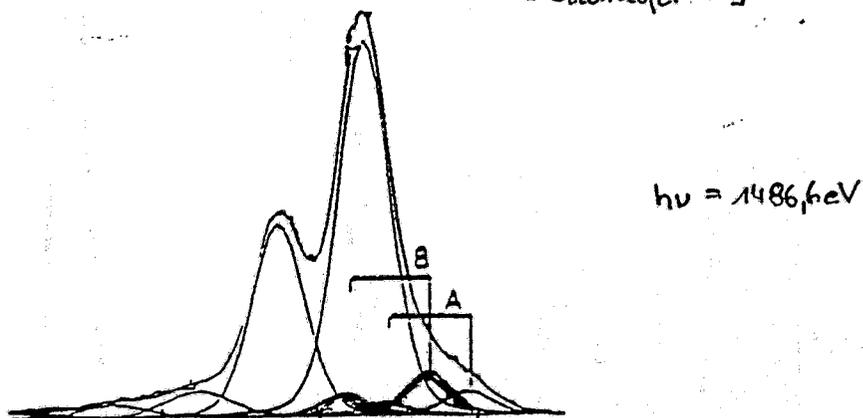
## Bildungsmechanismus - Kontaktoxidation



# PES surface emission II

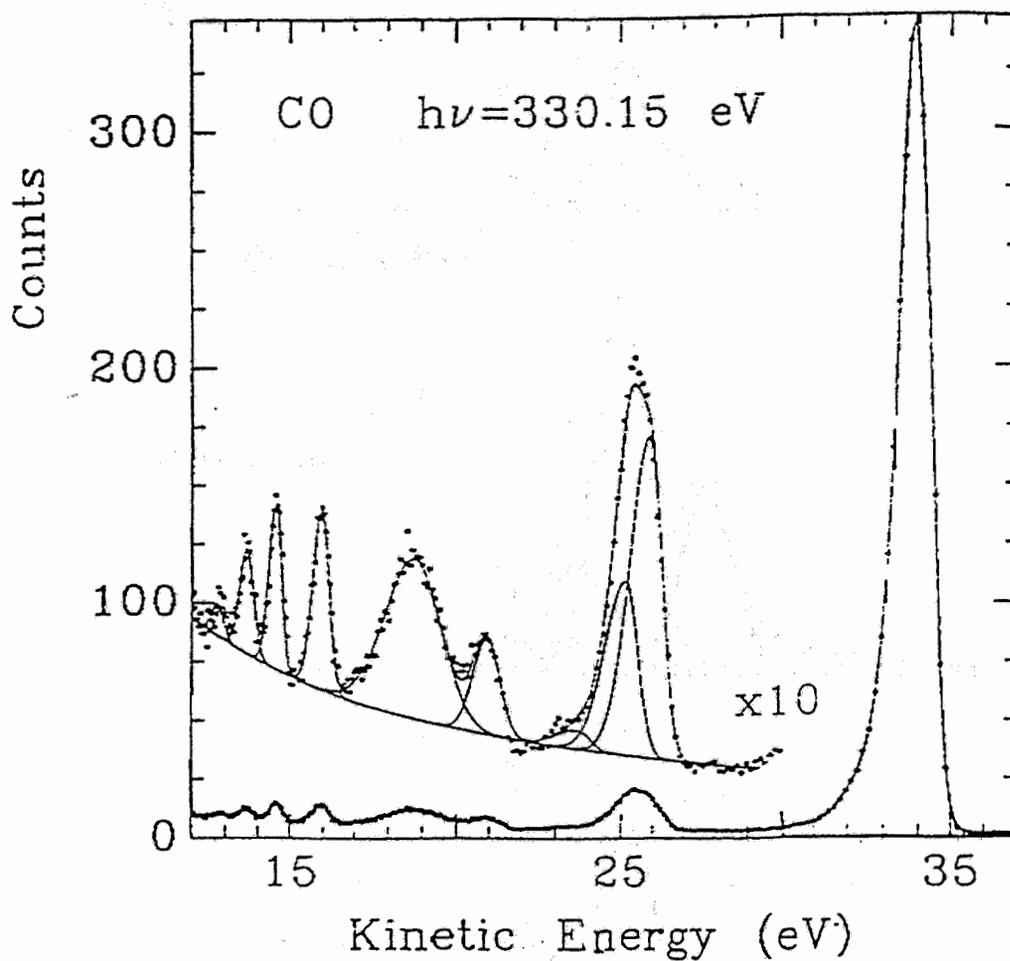


[Pettenkofer 94]



# PES of molecular gases I

TOF spectrum



# XAS-Synchrotronexperimente

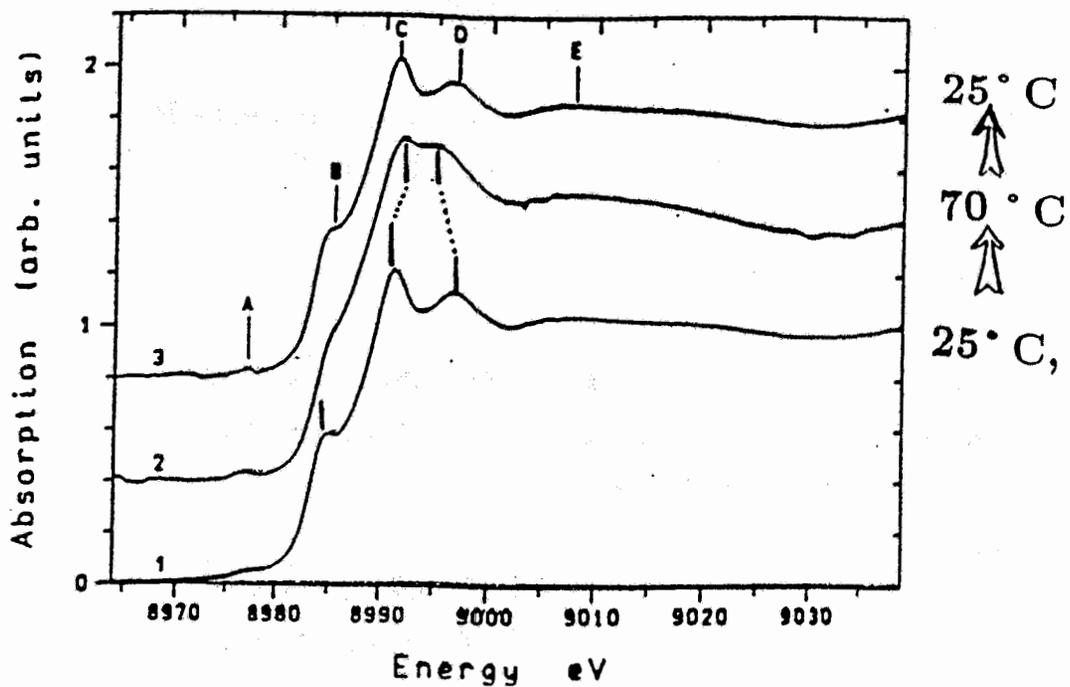
## ZIELE

- Struktur und Dynamik angeregter Moleküle
- • Wirkungsquerschnitte
- Konfiguration, Koordination und Bindungseigenschaften von Metallionen in komplexen Verbindungen

## SYSTEME

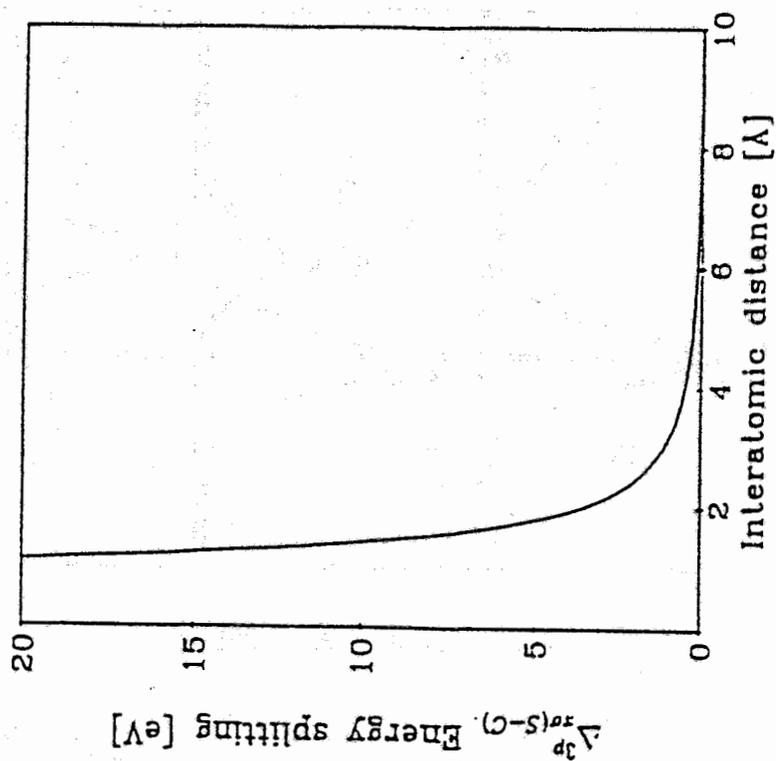
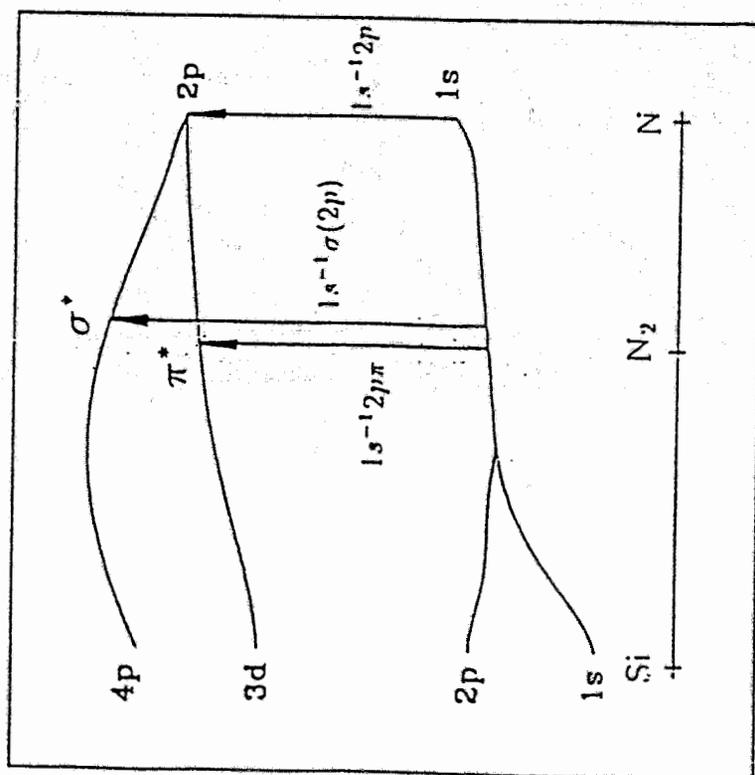
- C-, Si-, und P-haltige molekulare Gase
- Organische Verbindungen mit Heteroatomen
- Koordinationsverbindungen von 3d-Metallen und Platin
- Katalysatoren, Elektrodenmaterialien, Gläser, Polymere

# XANES analysis of bonding I X-ray thermochromism

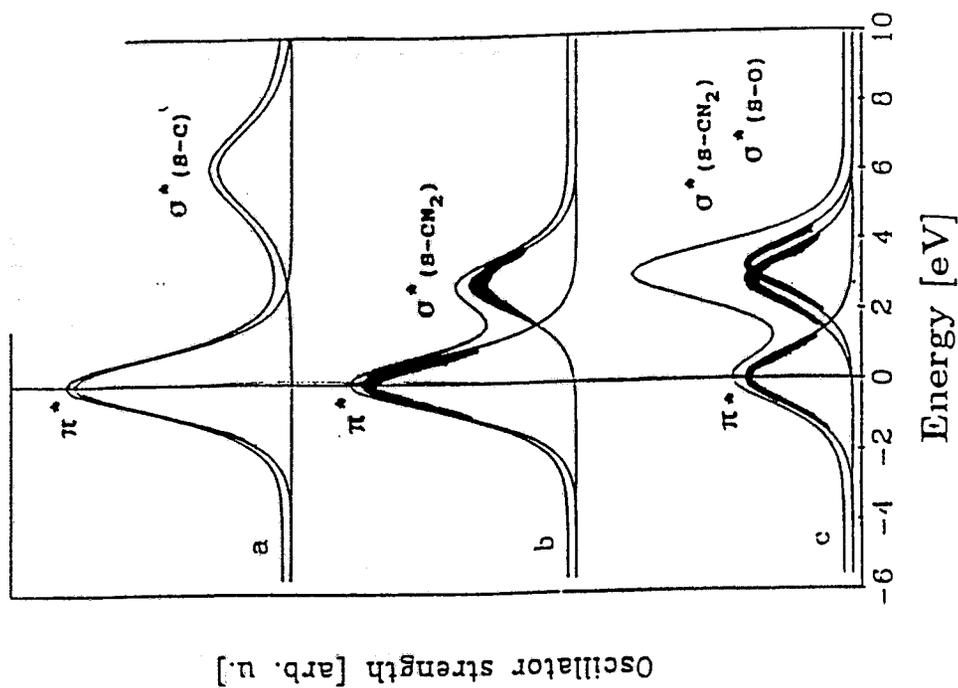
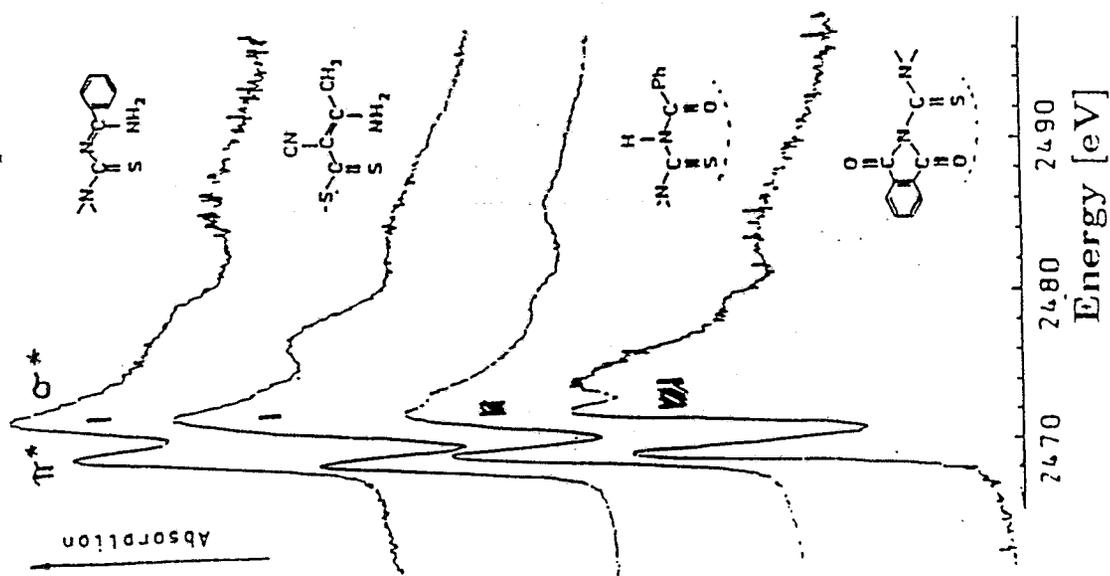


Cu K-XANES of  $(\text{Et}_2\text{NH}_2)_2\text{CuCl}_4$

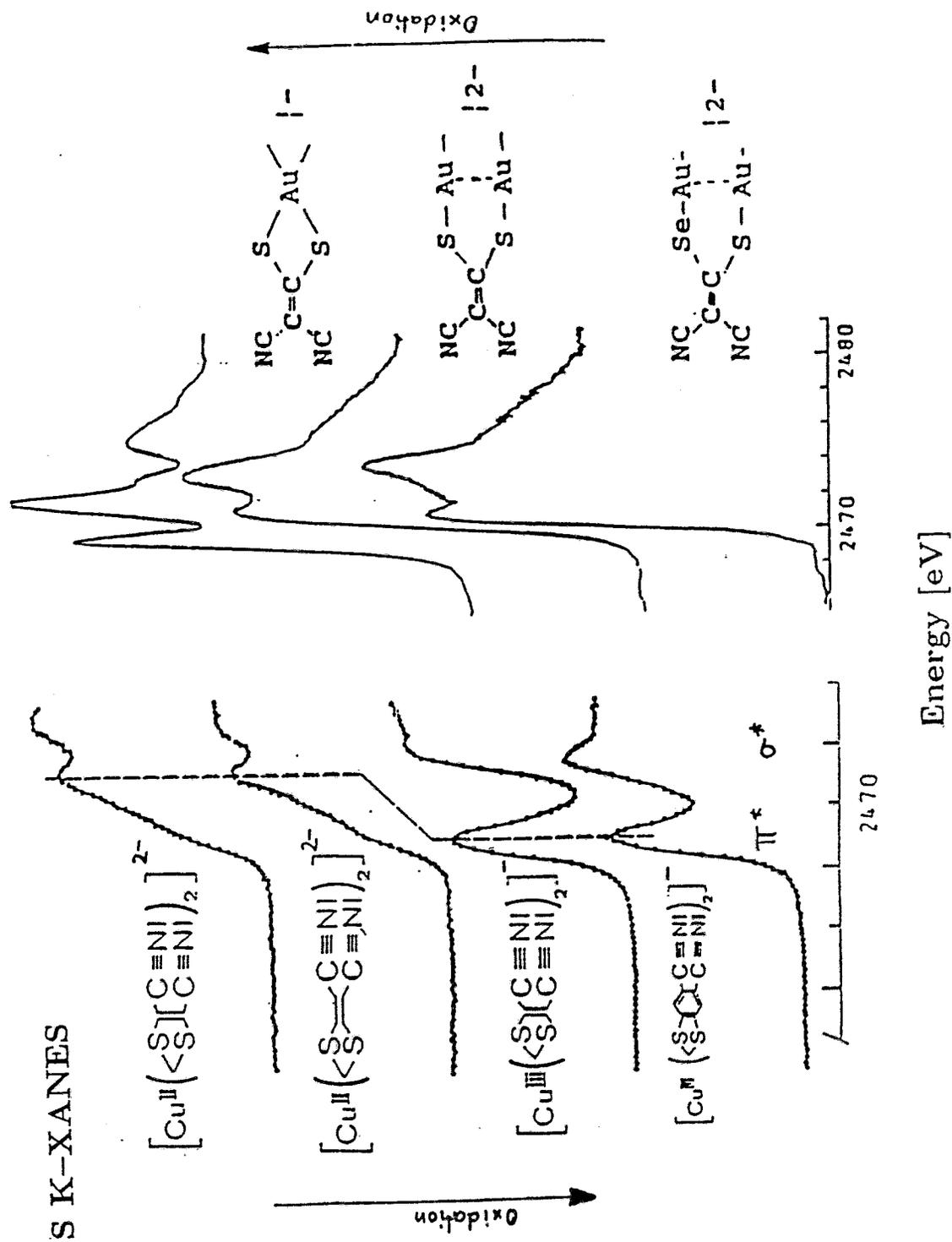
# Orbital correlation and resonances



Quasiatomic interpretation of S K XANES spectra  
in compounds with sulfur-carbon double bond

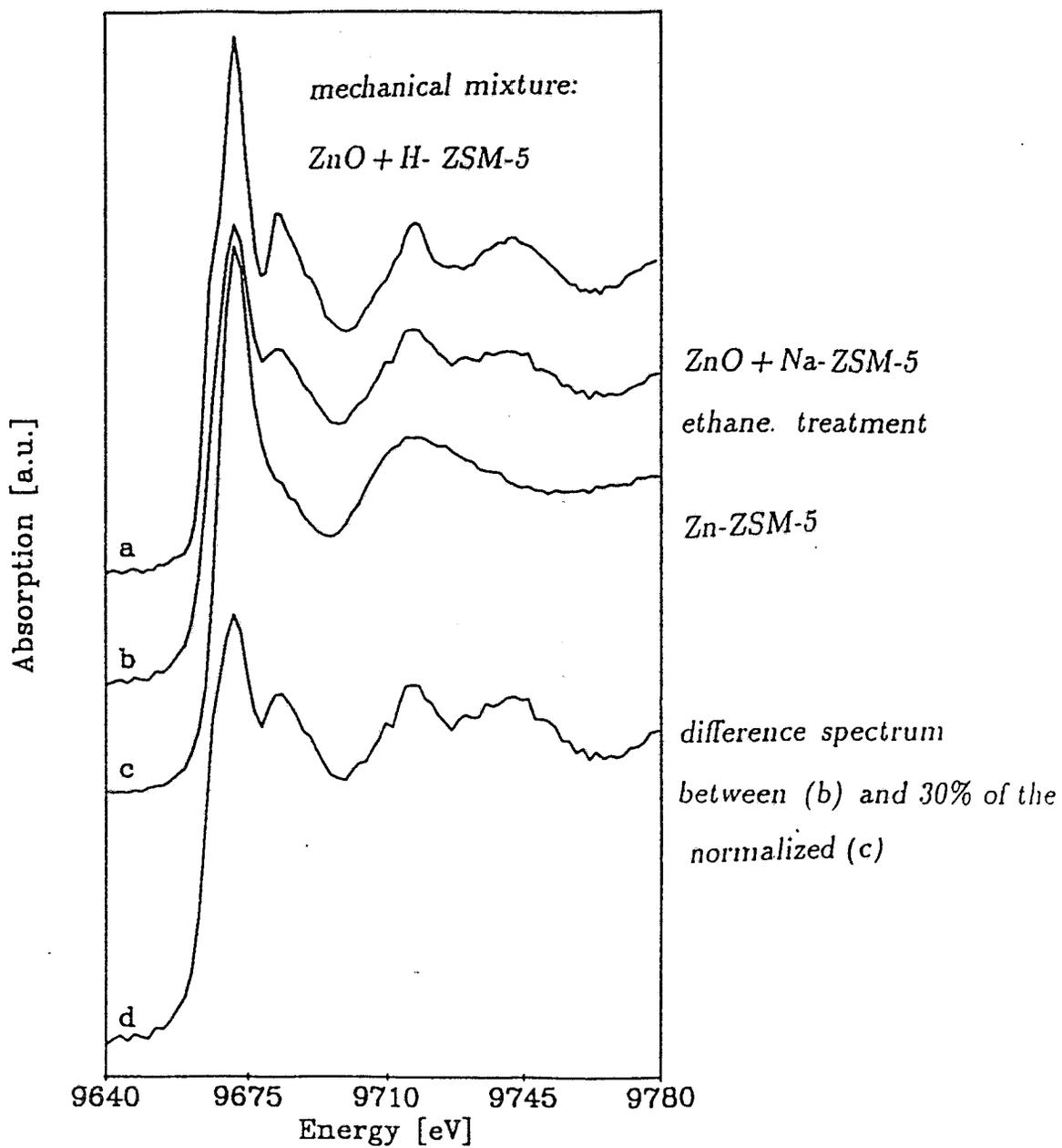


XANES analysis of bonding II  
 Configuration of dithio(seleno)late complexes



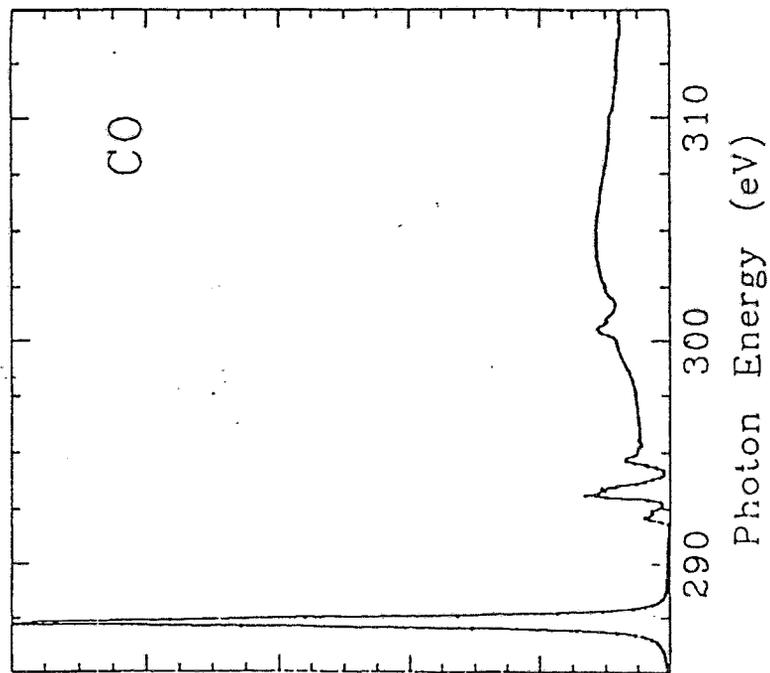
# Characterization of Zn centers in ZSM-5 zeolites

## Zn K XANES

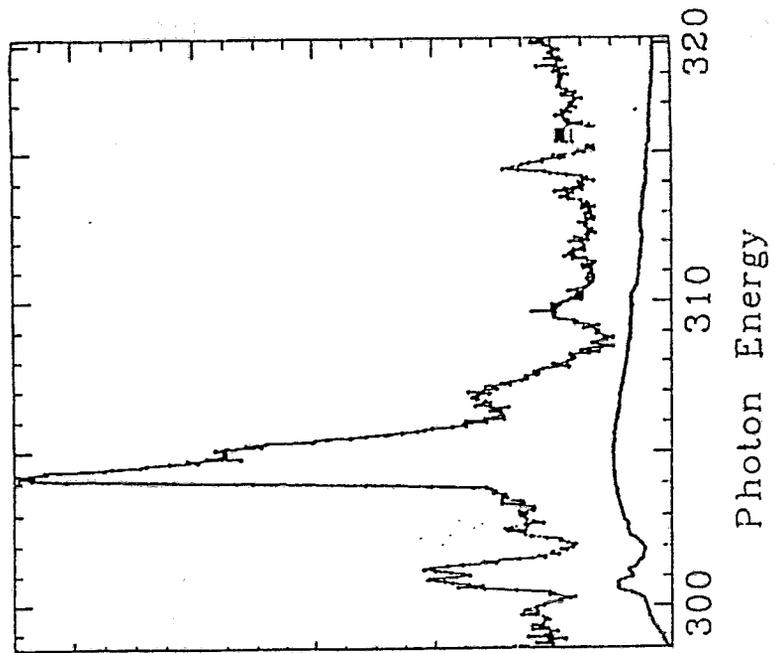


# Photoionisation of molecular gases I

Absorption spectrum



ZEKE photoemission



## MITARBEITER

P. STREUBEL  
T. CHASSÉ  
K.-H. HALLMEIER  
T. REICH  
F. THIEL

S. KARTHE  
I. UHLIG  
C. HENNIG  
R. HESSE

## PARTNER

### XAS

J. HORMES/ UNI BONN  
M. PANTELOURIS  
S. STEIL  
W. BRAUN BESSY  
G. KAINDL/ FU BERLIN  
C. LAUBSCHAT  
O. STREBEL  
W. METZ/ UNI HAMBURG  
M. FRÖBA  
M. HAGELSTEIN ESRF GRENOBLE  
D.A. SHIRLEY LBL BERKELEY  
E.S. GLUSKIN/ IKP NOVOSIBIRSK  
G.N. KULPINANOV  
G. ERIZIAN PI EREVAN

### PES

K. HORN FHI BERLIN  
W. HEICHLER MLU HALLE  
W. JÄGERMANN HMI BERLIN  
W. RICHTER/ TU BERLIN  
D. ZAHN  
E. SUONINEN UNI TURKU

## THEORIE

E. HARTMANN IOM LEIPZIG  
A.A. PAVLYCHEV UNI PETERSBURG  
W.H.E. SCHWARZ UNI SIEGEN

## MATERIAL

L. BEYER HT LEIPZIG  
W. DIEZSCH/ UNI LEIPZIG  
B. SCHULZE  
D. ILLIĆ VARTA AG ELLWANGEN  
W. SCHNEIDER/ TU DRESDEN  
K. WIESENER

# Synchrotron-Strahlung für Untersuchungen an Dünnen Schichten

- Experimentelle Wünsche der Dünnschichtforschung

G. Reiss, IFW Dresden e.V. , IFF - Abteilung Dünne Schichten

---

- **Trends in der aktuellen Dünnschichtforschung**
  - Herstellung künstlicher Materialien
    - Quantum-Well-Strukturen
    - Multilagen  
(epitakt., polykrist. und amorph)
    - Mehrphasige Systeme  
(epitaktisch, nanokristallin, granular, amorph)
  - In situ Untersuchungen
    - Struktur
    - elektronische Eigenschaften
    - magnetische Eigenschaften

- **Dünnschichtabteilung am IFW (IFF)**
  - Systeme
    - metallische Schichten
    - mehrphasige, reaktive Systeme (Metall + ... )
    - mehrlagige Metallschichten (künftig)
  - Untersuchungen (ex-situ)
    - Herstellungsprozeß
    - Struktur
    - Wärmebehandlung, Oxidation
    - mechanische Eigenschaften
    - Elektronentransport, Hall-Effekt, Thermokraft ...
    - magnetische Eigenschaften (künftig)

----> Künftig in-situ Untersuchungen notwendig

- **In-situ Untersuchungen hauptsächlich bzgl.**
  - Struktur
  - Elektrische u. elektronische Eigenschaften
  - Magnetische Eigenschaften

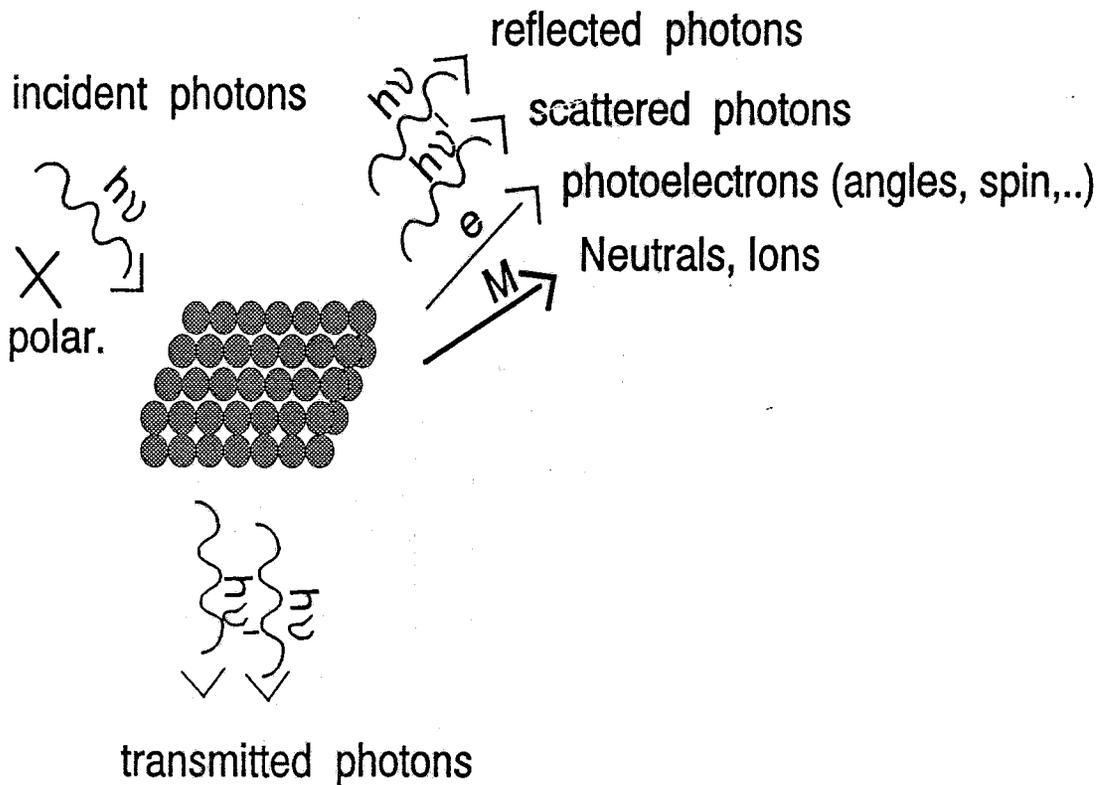


Abb. 1 : Prinzipielle Untersuchungsmöglichkeiten an Dünne Schichten mit der Synchrotronstrahlung

**Vorteil : Hohe Brillianz erlaubt in-situ Untersuchungen mit sehr guter Auflösung (Zeit, Energien, .. )**

- Struktur
- Standard-Untersuchungen LEED, RHEED
- Synchrotron-Strahlung:
- X-ray Standing Waves fluorescence

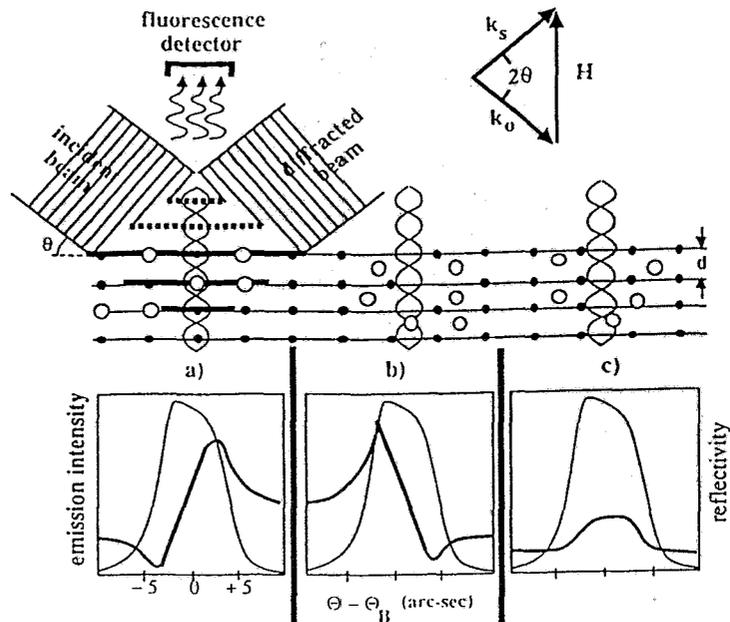


Fig. 12. Schematic illustration of for XSW fluorescence experiment. The interference pattern arising from the superposition of plane waves with incident wave vector  $k_0$  and  $k_s$  is shown to have a periodicity ( $= \lambda / 2 \sin\theta$ ) equivalent to the periodicity of the diffraction plane, due to Bragg's law for the bulk crystal yielding also  $\lambda / 2 \sin\theta_B$  or  $k_0 + H = k_s$  (see inset top right).  $H$  is the reciprocal lattice vector for the diffraction plane with spacing  $d = 1/H$ . As the Bragg angle is scanned, the phase of the XSW relative to the regular diffraction planes and the plane of the impurity atoms (shaded in grey) manifest itself in different fluorescence peak shapes. We differentiate between 3 cases: a) Impurity atoms lie in regular diffraction planes, i.e. they substitute for regular atoms, b) Impurity atoms are located on well-defined interstitial sites, and c) Impurity atoms are distributed incoherently between diffraction planes. The heavy lines (bottom panels) represent the fluorescence intensity, the lighter ones, with the top-hat shape, the Darwin-Prins reflectivity (or "rocking curve").

erlaubt in situ Studium 'vergrabener Interfaces' und eingebauter Fremdatome, mit anderen Techniken kaum möglich

- Grazing Incidence Surface Diffraction

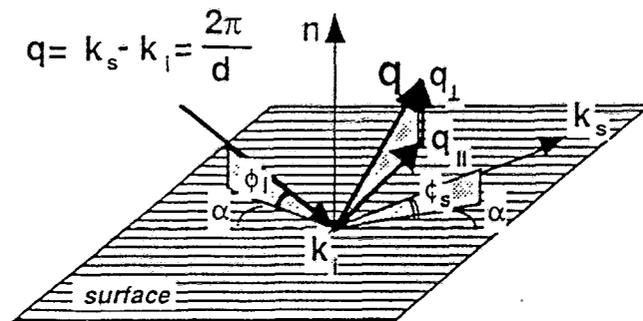


Fig.14 Grazing incidence surface diffraction. As seen from the surface the incident x-ray beam subtends an angle  $\phi_i$  ( $\sim 0.4$  deg for a Cu

Oberflächenrekonstruktionen, Entscheidung lagenweises oder inselartiges Wachstum (Crystal Truncation Rods) u.s.w.

# Elektronische Eigenschaften

## Photoelektronenspektroskopie

- Beispiel 1: Sind kleine Cluster aus Metallatomen metallisch ?

Fehlen einer ausgeprägten Fermikante für Pt-Cluster  
Si -- nichtmetallisch ?

Anwendungen beim Wachstum insbesondere im  
Anfangsstadium und bei Multilagen

- Beispiel 2: Wie entwickeln sich Schottky-Barrieren?

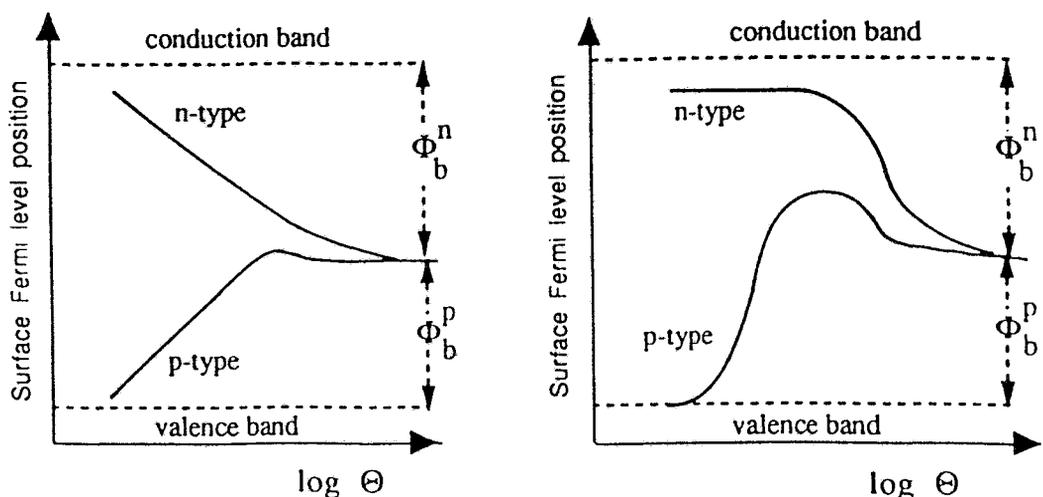


Fig. 7: General behavior of the surface Fermi level position within the semiconductor gap, observed for different metals on GaAs(110), as a function of metal coverage ( $\log \Theta$ ), semiconductor doping type, and temperature.

Ideale Methode für in-situ Untersuchungen zu den elektronischen Eigenschaften (kleine Teilchen, Grenzflächen..)

# magnetische Eigenschaften Im Mittelpunkt : Multilagen

## Spin-dependent X-ray absorption (Circular Magnetic X-ray Dichroism)

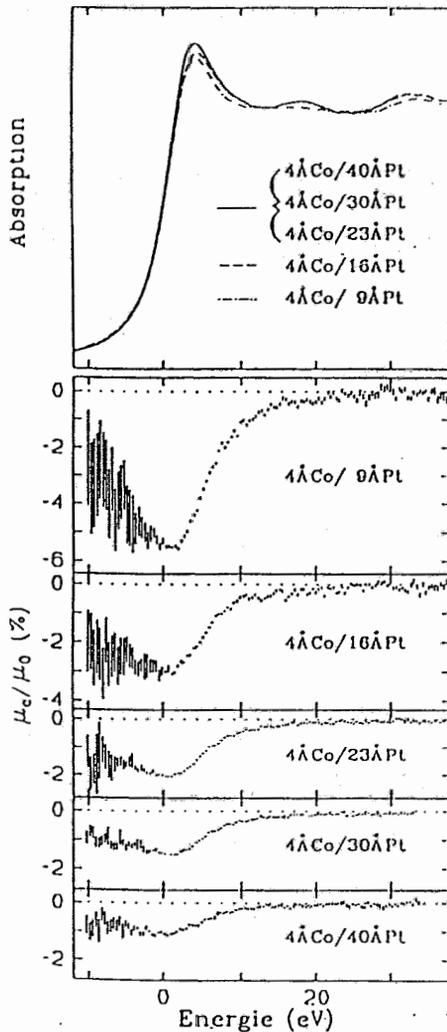
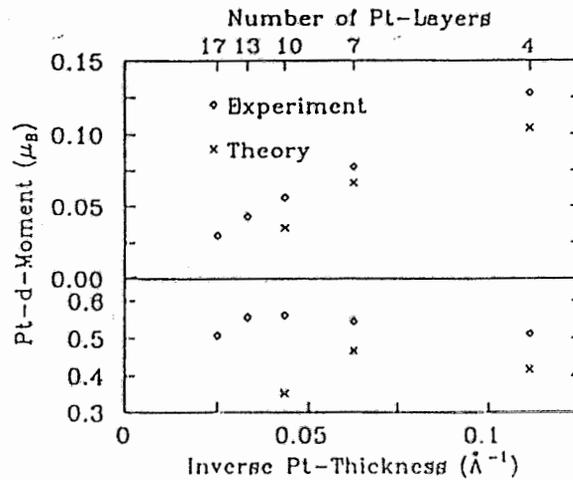


Fig. 7: Normal absorption and CMXD profile at the Pt L<sub>3</sub>-edges in Pt/Co multilayers with different Pt thickness corresponding to 2 monolayers Co and 4, 7, 10, 13 and 18 monolayers Pt.

Fig. 8: Theoretical (x) and experimental average Pt moment (a) and total Pt moment (b) in Co/Pt multilayers deduced from the spin-dependent absorption profiles in Fig. 7.



Welche magnetischen Eigenschaften haben die Atome an den Grenzflächen von Multilagen ?

Wie ist der Zusammenhang mit der Spinstreuung der Leitungselektronen (--> Giant MagnetoResistance)

## Fazit

- Synchrotron-Strahlung eröffnet ideale Untersuchungsmöglichkeiten für die moderne Festkörperphysik

- Hauptinteressen der Dünnschichtforschung am IFW / IFF sind Messungen an mehrkomponentigen bzw. mehrlagigen Schichten mit metallischen Komponenten

- Strukturuntersuchungen zum Wachstum und zum Einbau von Fremdatomen

**XSW , GI**

- Untersuchungen zum elektronischen Verhalten granularer Schichten und zur elektronischen Struktur an Grenzflächen

**Photoelektronenspektroskopie**

- Messungen zur magnetischen Struktur mehrlagiger Schichtsysteme

**CMXD**

**Polish Scientist's Contributions to the Studies  
with Use of the Synchrotron Radiation**

**A. Kisiel  
Jagellonian University Krakow  
Institute of Physics**

1. Jagellonian University in Cracow (Institute of Physics, Institute of Chemistry, Central Laboratory of the Physical, Chemical, and Structural Analysis).
2. Warsaw University (Institute of Physics, Chemical Faculty).
3. Warsaw Technical University (Institute of Physics).
4. Silesian University in Katowice (Institute of Physics and Chemistry of Metals).
5. Wrocław University (Institute of Experimental Physics, Institute of Chemistry).
6. Adam Mickiewicz University in Poznań (Institute of Physics).
7. University of Łódź (Institute of Chemistry).
8. Institute of Physics, Polish Acad. Sci. (PAN) in Warsaw.
9. Institute of Physical Chemistry of PAN in Warsaw.
10. Institute of Metallurgy of PAN in Cracow.
11. Institute of Low Temperature and Structural Research of PAN in Wrocław.
12. Unipress (PAN) in Warsaw.
13. Academy of Mining in Cracow (Institute of Nuclear Physics and Technique).
14. Institute of Nuclear Physics in Cracow.
15. Institute of Nuclear Chemistry and Technique in Warsaw.
16. Institute of Atomic Energy in Świerk.
17. Institute of Iron Metallurgy in Gliwice.

Industrial Institutes

Medicine Faculties and Hospitals

1. Diffraction studies (single crystals, especially microcrystals and polycrystalline samples). Time resolved X-ray diffraction studies of phase transitions; Reaction kinetics in controlled environment. Absolute structure determination using tuneable synchrotron radiation beam with controlled cross-fire (small, medium size molecules containing only light atoms). Use of resonance scattering in macromolecular structure determination. Single and multicrystal X-ray topography, surface diffraction. standing wave method applied to the real structure of materials. Diffuse scattering, reflectometry.
2. X-ray absorption studies (XAS) and X-ray emission spectroscopy applied to the analysis of the electron structure of metals, semiconductors, organic compounds, and macromolecules (XANES method). Local structure analysis of solids (metal alloys and semiconducting mixed compounds, nonstoichiometric/doped compounds) using Extended X-ray Absorption Fine Structure (EXAFS).
3. VUV spectroscopy and photoemission studies for metals and semiconducting compounds.
4. Biological and medical applied studies using EXAFS and XANES methods. Investigations of the transfer processes for the intermediate phases in biological and organic systems (including mineral components). The resonance analysis of trace elements in tissues. X-ray lithography.

**Selected list of the publications made by polish  
authors  
in cooperation with international groups**

1. X-RAY SPECTROSCOPY - XANES and EXAFS

- W.M. Kwiatek;

Institute of Nuclear Physics, Cracow,  
Brookhaven National Laboratory, New York,  
HASYLAB at DESY in Hamburg:

*Synchrotron Radiation Induced X-Ray Emission - SRIXE.*

- A. Kolodziejczyk;

University of Mining and Metallurgy, Cracow,  
BESSY, Berlin:

*XANES Experiments for High-Temperature Superconductors.*

- J. Oleśzkiewicz, R. Markowski, A. Kisiel;

Jagellonian University, Cracow,  
Laboratori Nazionali di Frascati, Frascati:

*X-Ray Absorption Near Edge Spectra for CdTe.*

- A. Burian;

Department of Solid State Physics, Polish Acad. Sci. Zabrze,  
LURE, Orsay:

*Extended X-Ray Absorption Fine Structure Evidence for Ho-  
mopolar Bonding in Amorphous Cd-As and Zn-P.*

- K. Lawniczak-Jablonska, S. Pascarelli, F. Boscherini, R. Kozubski;  
Institute of Physics Polish Acad. Sci., Warsaw,  
Laboratori Nazionali di Frascati, Frascati,  
Jagellonian University, Cracow:  
*Occupancy in Ternary Ordered Ni Al Fe Alloys Estimated by EXAFS.*
- E. Sobczak, S. Mobilio;  
Institute of Physics Polish Acad. Sci. Warsaw,  
Laboratori Nazionali di Frascati, Frascati:  
*Extended Structure of Fe BIS as Compared to Fe K EXAFS.*

## 2. PHOTOEMISSION SPECTROSCOPY - SURFACE PHYSICS

- E. Sobczak, P.O. Nilsson, K. Karlsson;  
Institute of Physics Polish Acad. Sci., Warsaw,  
Chalmers University of Technology, Sweden:  
*Photoemission of Cd(0001) Using Synchrotron Radiation,*
- K.-U. Gawlik, J. Brugmann, S. Harm, C. Janowitz, R. Manzke,  
M. Skibowski, C.-H. Solterbeck, W. Schattke, B.A. Orlowski;  
University of Kiel,  
Institute of Physics Polish Acad. Sci., Warsaw:  
*Electronic Structure of the CdTe(100)-(1x1) surface.*

### 3. X-RAY DIFFRACTION AND SCATTERING

- J. Grochowski, P. Serda;

Jagellonian University, Cracow,

DESY Hamburg:

*Resonant Scattering of Light Atoms - Measuring Methods and Applications.*

- W. Wierzchowski, M. Moore;

Institute of Electronic Materials Technology, Warsaw,

London University, S.E.R.C. Daresbury Laboratory:

*Observation of Interference Fringers in Bragg-Case Synchrotron Double-Crystal Images of Stacking Faults in Diamond.*

### 4. OPTICAL VACUUM SPECTROSCOPY

- D. Debowska, M. Zimnal-Starnawska, A. Kisiel, M. Piacentini, N. Zema, W. Girit;

Jagellonian University, Cracow,

University of Rome "La Sapienza", Rome,

Istituto di Struttura della Materia, CNR, Frascati: ADONE

*Vacuum Ultraviolet Reflectivity of CdFeTe.*

### 5. Atomic and Molecular Spectroscopy

- M. Stankiewicz

Jagellonian University, Cracow,

S.E.R.C. Daresbury Laboratory,

*The studies of the photoionization effects*

The Proposals in Progress or Submitted to Realisation  
in 1992

I X-ray spectroscopy

A. EXAFS studies

1. K. Ławniczak - Jabłońska Institute of Phys. PAN (Warsaw)  
A Local Structure of Ternary Metallic Alloys

a) Laboratori Nazionali di Frascati (ADONE)

b) LURE (PARIS)

2. A. KISIEL, M. Starnańska, J. Konior, J. Łażewski  
Jagellonian University (Cracow)

A Local Structure of Quaternary Semiconducting  
Compounds ( $Cd_{1-x}Mn_xTe_{1-y}Se_y$  and  $Cd_{1-x}Fe_xTe_{1-y}Se_y$ ) with  
Transition Metals

Laboratori Nazionali di Frascati (ADONE) - PUA

3. A. KISIEL, M. Starnańska  
Jagellonian University (Cracow)

A Local Structure of Ternary Sulfides with  
Transition Metals ( $Zn_{1-x}Me_xS$ )

Laboratori Nazionali di Frascati - ADONE - PULS

4. E. Rokita, T. Cichocki, L. Jarczyk, A. Striatkowski  
A. Wróbel - Jagellonian University

Strontium as an Indicator of Intermediate  
Phases in Bone Mineralization

DESY

## B. XANES studies

1. A. Kisiel, R. Markowski, J. Oleszkiewicz - Jagellonian Univ.  
Experimental and Theoretical studies of the  
Conduction Band Structure of for Binary and  
Ternary Semiconducting Compounds ( $A^{\text{II}}\text{MeB}^{\text{VI}}$  -  
 $A^{\text{II}} = \text{Hg, Cd, Zn}$ , Me - transition metals,  
 $B^{\text{VI}} = \text{Te, Se, S}$ )

1.5-14 keV  
450-1000 eV  
a) Laboratori Nazionali di Frascati - ADONE - PWA  
2. Soft X-Ray Emission Spectroscopy of  $\text{ZnMeSe}$  and PULS  
b) DESY (Nordgren)

## C. SEXAFS studies

10-15 keV  
1. J. Auleytner Institute of Phys<sup>P</sup> (Warsaw)  
An Analysis of the Si Surface Implanted As Ions  
Laboratori Nazionali di Frascati - ADONE - PULS

## II Photoemission Spectroscopy

50-500 eV  
A. D. Debowska, A. Kisiel - Jagellonian University  
Y. Piacentini, N. Zema - Rome University I - La Sapienza  
Photoemission studies of  $\text{ZnMeSe}$  (Me = Hg, Fe, Co)  
Mixed Compounds  
Wisconsin University

50-500 eV  
2. B. Opatowski, J. Kowalski - Institute of Phys. PAN  
Warsaw  
Photoemission studies of semiconducting compounds  
DESY, LURE

III X-Ray Diffraction and Scattering

• J. Grochowski - Jagellonian Univ. (Cracow)

Investigation of Resonant Scattering for Micro-Crystalline Samples  
DESY - Hamburg (HASYLAB)

• Synchrotron Radiation Enhanced Anomalous Scattering for Light Atoms - Part II

DESY - Hamburg (HASYLAB)

• Y. Wofsy - Academy of Mining and Metallurgy (Cracow)

How to Distinguish Perfect Quasi-crystals from Twins and other structures Using Diffraction Experiments.

• W. Wierzbowski, H. Kooze (Warsaw)

The Images of Dislocations in Synchrotron Bragg-Case Section Topography of Diamond  
S.E.R.C. Daresbury Lab.

Warsaw University

• I. Sosnowska  
High Resolution Synchrotron Radiation and Neutron Diffraction Study of Crystal Structure (Baz2Fe2O9)

DESY - HASYLAB

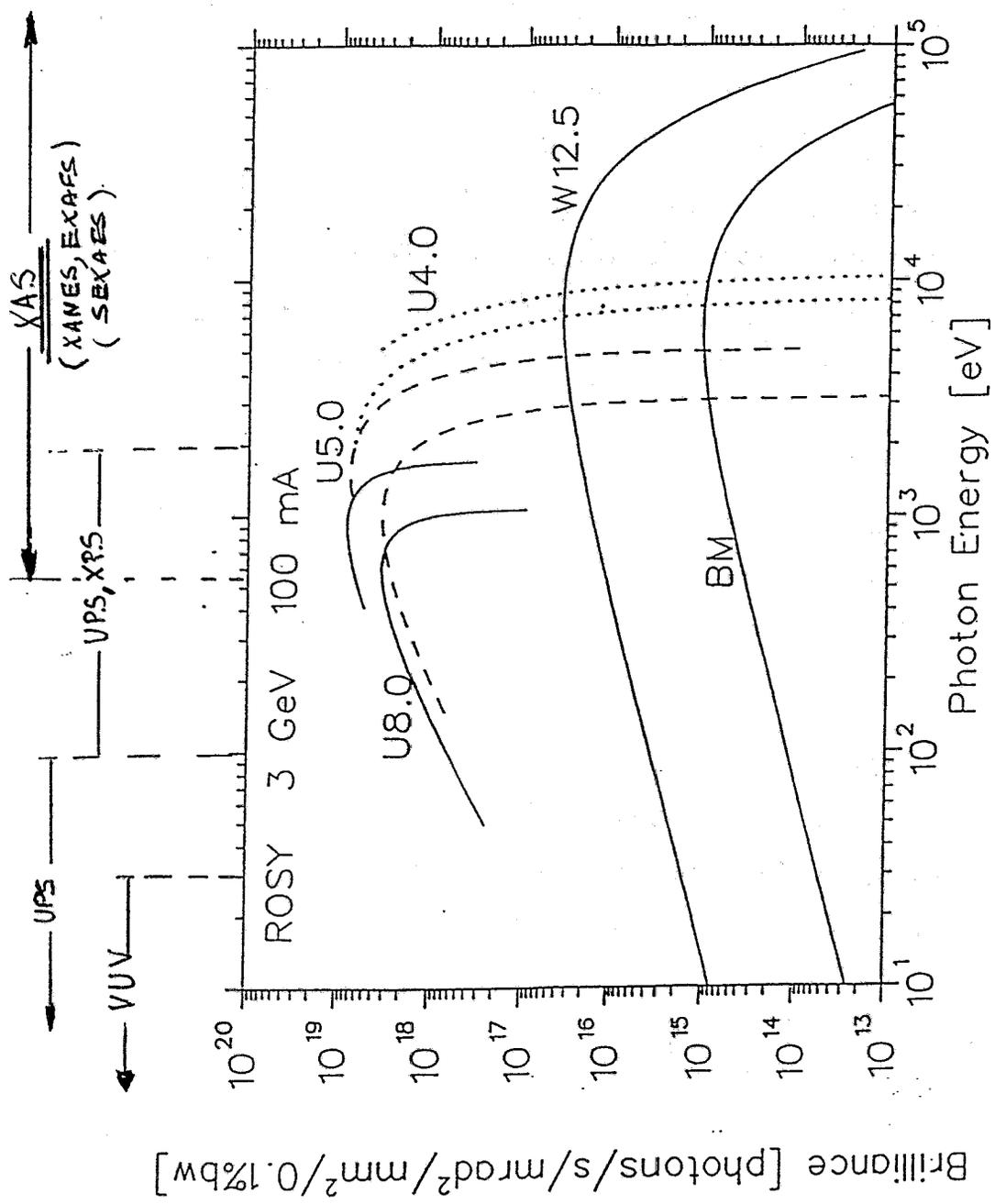


Tabelle 1.4: Vorläufige Liste notwendiger Meßplätze an der Synchrotronstrahlungsquelle ROSY abgeleitet aus dem regionale Bedarf. Die angegebene Betreiberinstitutionen sind aus heutiger Sicht Interessenten.  
(Es wurden bisher noch nicht alle potentiellen Nutzer befragt)

Instrument / Meßmethode	Anzahl	Betreiber
● Pulverdiffraktometer (PD) (mit Option anomaler Streuung )		
- Standardgerät	1	TUD
- Hochauflösung	1	IFW
- für nichtkristalline Stoffe	1	TUC
● Einkristalldiffraktometer (EKD)	1	TUD
● Dünnschichtdiffraktometer (DSD)	2	FZR(1)
● energiedispersives Diffraktometer (EDX)	1	IPF
● Kleinwinkelstreuung (KWS)	2	TUD, FZR
● Absorptionsspektroskopie (XAS)	2	BAF(1)
● Röntgentopographie (RTOP)	1	FZR
● Oberflächenfluoreszenzanalyse (OFA)	1	FZR
● Mikrotomographie (MT)	1	
Röntgen-TEM (RTEM)	1	
● Scanning-PE-Mikroskopie (SPEM)	1	Uni L
● Mößbauerspektroskopie (MB)	1	FZR(?)

- YUV studies (Reflectivity, Transmission, Luminescence)
- UPS and XPS

## Conclusions

A topical scientific activity of the Polish scientists with use of the synchrotron radiation is directed to:

1. Diffraction studies in form presented before.
2. X-ray topography
3. EXAFS, SEXAFS and XANES studies used to the analysis of the crystalline and electronic structure in inorganic, organic and biological systems
4. VUV Spectroscopy for the analysis of the electronic structure of the inorganic and organic systems
5. Resonance and Angle Resolved Photoemission spectroscopy for the analysis of the core and valence band states.
6. Atomic and molecular spectroscopy for the analysis of the highly ionized atoms and molecules.

# Anwendung von Synchrotronstrahlungsmethoden in der Ionenstrahlphysik

Wolfgang Matz      Forschungszentrum Rossendorf e.V.  
                         Studiengruppe Synchrotron und  
                         Institut für Ionenstrahlphysik und Materialforschung

## Themen der Ionenstrahlphysik im FZR

- Erzeugung von isolierenden, halbleitenden und leitenden vergrabenen Schichten durch Hochdosisimplantation in Silizium
- Studium von Ionenstrahlinduzierten Defekten in Halbleitern
- Bildung neuer Phasen bei der Hochdosisimplantation in Metalle
- Ionenstrahlmischen von metallischen Schichtstrukturen
- Abscheidung von Schichten mittels Ionenstrahlen
- neue Effekte durch Hochenergieimplantation

## Probleme *dünnere Schichten*

an der Oberfläche oder  
dicht unterhalb der Oberfläche  
(vergrabene Schichten)

an Halbleitern, Metallen,  
(Keramiken, magnet. Materialien)

# Aussagen aus Experimenten mit Synchrotronstrahlung

dünne Oberflächenschicht erfordert Abgrenzung vom Volumen durch fast streifenden Einfall (hohe Intensität im Primärstrahl nötig: Kollimation, Streuvolumen)

## \* Phasenanalyse von implantierten Schichten

Beispiel: TiN-Schichten / Anteil der Unterlagenstreuung

- Phasenidentifikation
- Analyse von Mischphasen (anomale Streuung)
- Cluster- oder Teilchengrößen von Ausscheidungen aus KWS

## \* Schichtdickenbestimmung

Reflektometrie

(Abgrenzung zur Ionenstrahlanalytik ist zu prüfen)

## \* Struktur von Oberflächen und inneren Grenzflächen

- Orientierung
- Spannungen (misfit)
- (Rauhigkeit, Welligkeit ?)

**\* EXAFS zur Untersuchung von Nahordnungsphänomenen**

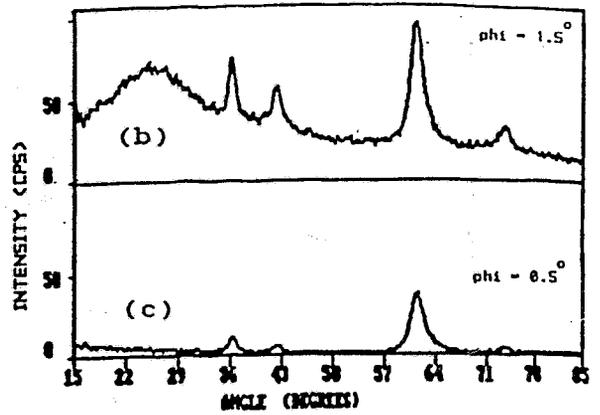
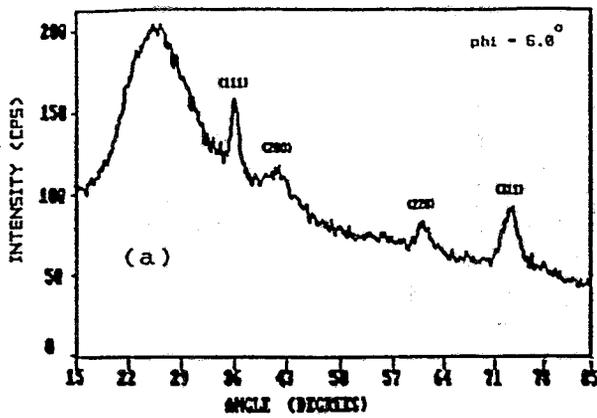
- Phasenbildung, Umgebungsentwicklung
- Dotierungseffekte

Beispiel: As-Implantation in amorphes und kristallines Silizium

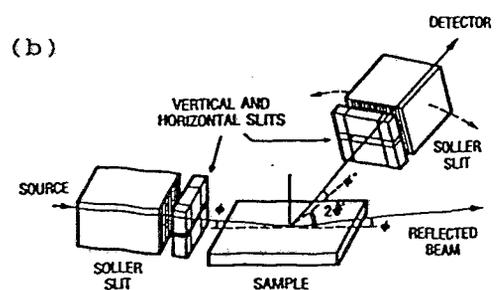
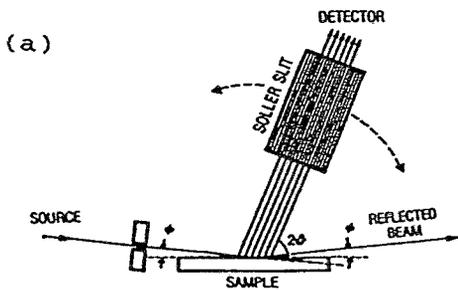
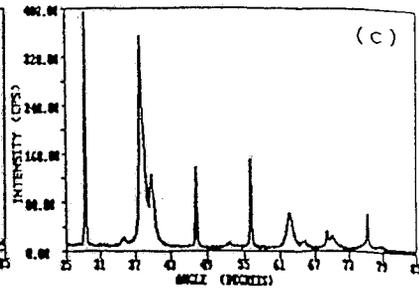
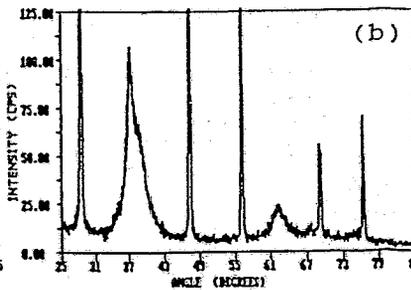
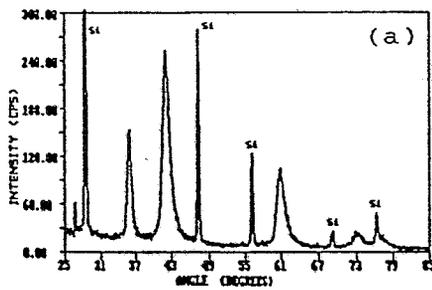
**\* spektroskopische Techniken**

# TiN - Film (3000 Å) auf Glassubstrat

Effekt unterschiedlicher Einfallswinkel



Strukturelle Änderungen durch verschiedene Abscheidebedingungen



As in Silicon

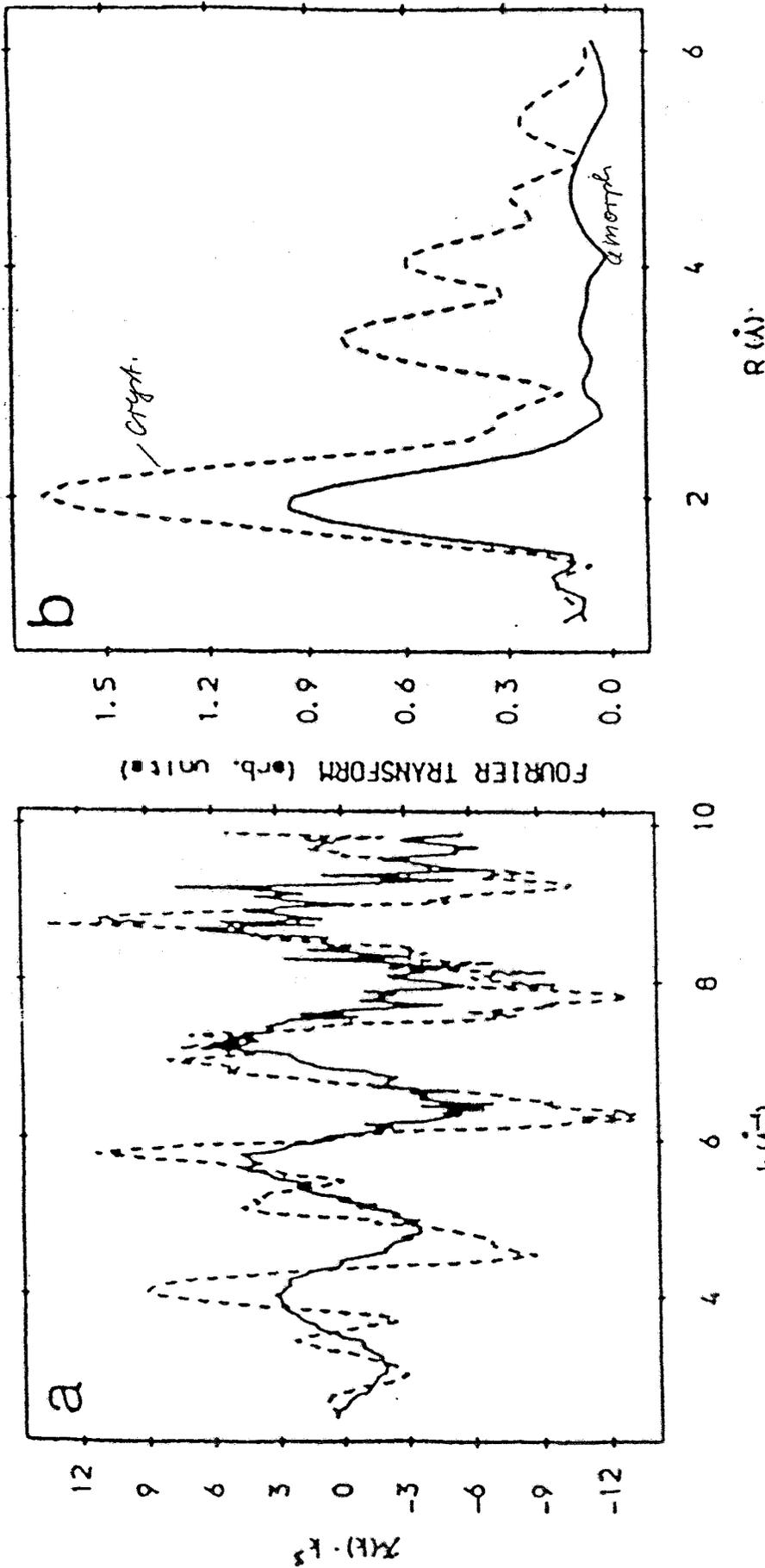


Figure 6. Left. Weighted EXAFS spectrum of 0.5% As implanted in amorphous Si (solid line) compared to 0.04% As in crystalline Si. Right. Fourier transforms of the raw data without phase shift correction.

$5 \cdot 10^{14}$  atoms/cm<sup>2</sup>  
 $\rightarrow 1000 \text{\AA}$   
 $\frac{3}{2}$  deg incidence angle

# Streuexperimente mit Synchrotronstrahlung an Polymeren

A. Pohlers, IPF Dresden e. V., Abt. Analytik

## 1. Einordnung:

Bei der Strukturaufklärung polymerer Werkstoffe haben Röntgenstreuexperimente eine große Bedeutung erlangt. Ausgehend von den Aufgabenschwerpunkten unseres Institutes ist die Aufklärung des thermischen und zeitlichen Strukturverhaltens neuentwickelter oder verarbeiteter Polymerwerkstoffe, einschließlich Faserproben, insbesondere

- das Erwärmungs- und Abkühlverhalten im Temperaturbereich von  $-200 \dots 600^\circ\text{C}$ ,
- thermisch induzierte Strukturänderungen bzw. Phasenumwandlungen,
- das thermische und zeitliche Relaxationsverhalten der Proben u.ä.

von besonderem Interesse. Die Messungen werden i.a. in Transmission durchgeführt, wobei die Gesamtmeßzeit pro Probe und Experiment 1..4 Stunden betragen kann.

Obwohl gegenwärtig das institutseigene Röntgenfeinstrukturlabor modernisiert und erweitert wird, sind wir an der Ergänzung der eigenen WAXS/SAXS-Meßtechnik durch Mitnutzung externer Meßplätze, insbesondere von simultanen Meßanordnungen mit Synchrotronstrahlung, interessiert. Durch den Querschnittscharakter unserer Analytikabteilung variieren die anfallenden Analysenaufgaben, so daß künftig neben temperaturabhängigen Untersuchungen an Polymeren auch Messungen in Abhängigkeit von anderen physikalischen Parametern (z.B. Spannungsuntersuchungen an Spritzgußteilen) sowie die Kombination verschiedener Analysenmethoden denkbar sind.

## 2. Simultane WAXS/SAXS-Meßverfahren:

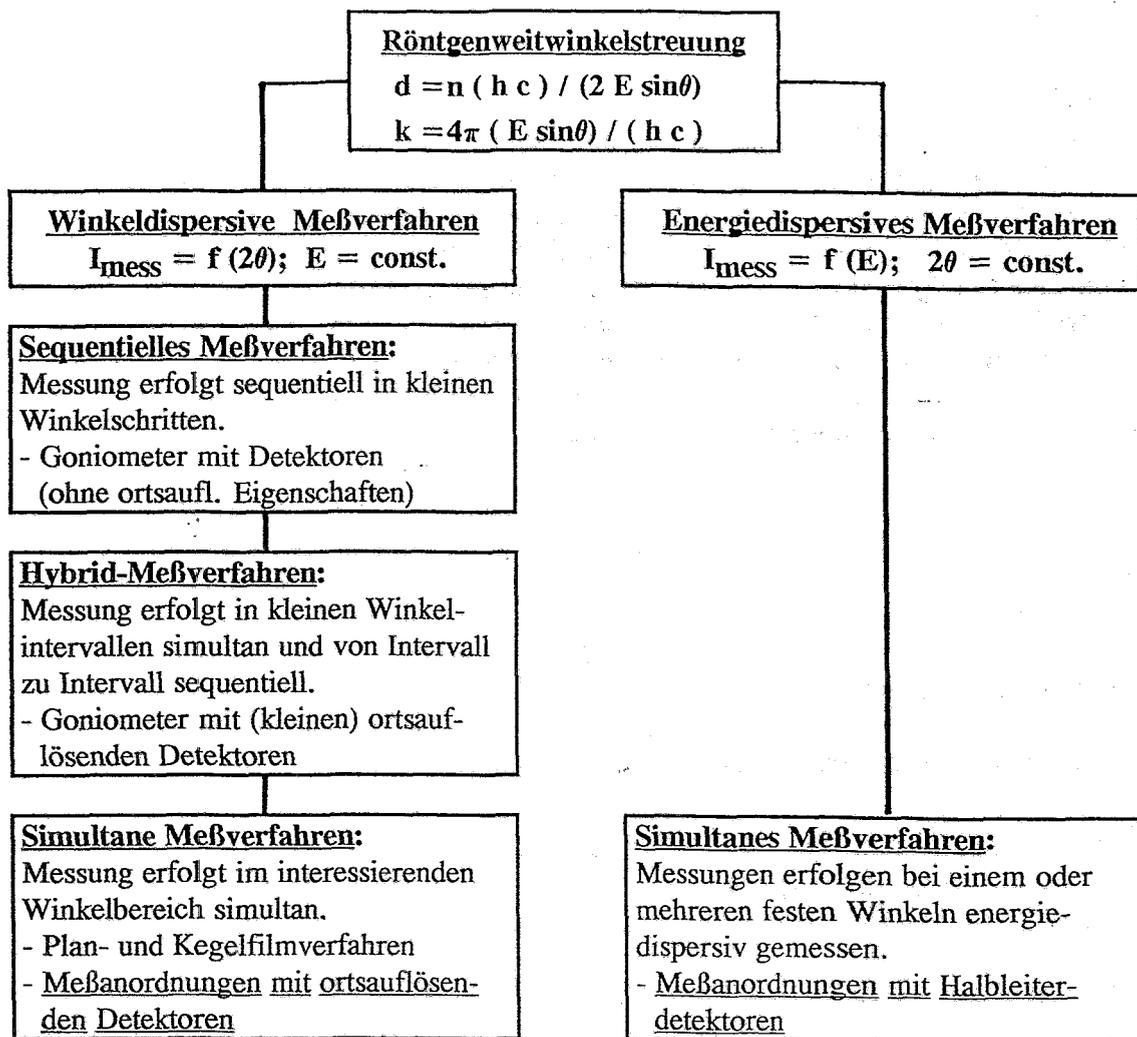
Wie aus Tab. 1a ersichtlich, gibt es zwei simultane WAXS-Meßverfahren:

- das winkeldispersive Meßverfahren mit großem ortssensitiven Detektor (PSD),  
und
- das energiedispersive Meßverfahren mit Halbleiterdetektor (HLD).

Beide Verfahren basieren auf einer Vielkanalmessung der Streukurve und benötigen während der Messung keine Goniometerbewegung. Hierdurch vereinfacht sich der mechanische Versuchsaufbau, zugleich erhöhen sich aber auch die Anforderungen an die Nachweiselektronik und die Aufbereitung der Meßdaten. Wegen der Proportionalität zwischen  $k$  (bzw.  $d^{-1}$ ) und dem Produkt  $(E \cdot \sin\theta)$  sind die beiden Verfahren ungeachtet unterschiedlicher technischer Anforderungen physikalisch gleichwertig und die Auswertung der Streukurven aus beiden Verfahren (Tab. 1b) stimmen nach den meßspezifischen Korrekturen und dem Übergang in den Impulsraum (zur Streuvariablen  $k$ ) überein.

Als simultanes SAXS-Verfahren kommt ausschließlich das winkeldispersive Verfahren mit ein- oder zweidimensionalen PSD in Frage. Der prinzipielle Aufbau solcher Meßanordnungen entspricht dem des simultanen winkeldispersiven WAXS-Verfahren, jedoch ergeben sich auch höhere Anforderungen an die Strahlkollimation durch das Messen in Primärstrahlhöhe. Diesen Anforderungen kommt die Synchrotronstrahlung ihre geringen Strahldivergenzen entgegen. Außerdem erlaubt ihre hohe Primärintensität, durch Vergrößerung des Meßkreisradius die Winkelauflösung und den Grenzwert  $k_{\min}$  zu verbessern.

**Tab. 1a: Verfahren der Röntgenweitwinkelstreuung**



**Tab. 1b: Versuchsdurchführung mit Synchrotronstrahlung**

<b>Winkeldispersives Verfahren ( mit linearem PSD )</b>	<b>Energiedispersives Verfahren ( mit HLD )</b>
<b>Vorbereitung der Messung:</b> - Optimieren des Strahleintrittes - Einstellen der Energie am Doppelmonochromator - Kanal-Winkel-Kalibrierung - Messen von $\eta_{\text{rel}} = f(2\theta)$	<b>Vorbereitung der Messung:</b> - Optimieren des Strahleintrittes - Optimierung der Meßanordnung unter Beachtung der Strahlintensität - Kanal-Energie-Kalibrierung - Messen von $(I_0 \eta_{\text{rel}}) = f(E)$
<b>Versuchsdurchführung:</b> - Vielkanalmessung der Streukurve als $f(2\theta, \text{physikalischer Parameter})$ - Monitorierung der integralen $I_0$ - Korrektur von $I_0 \eta_{\text{rel}}(2\theta)$ - Korrektur d. inkoh. Streuung $[f(2\theta)]$ - PLA-Korrekturen als $f(2\theta)$ usw.	<b>Versuchsdurchführung:</b> - Vielkanalmessung der Streukurve als $f(E, \text{physikalischer Parameter})$ - Monitorierung von $(I_0 \eta_{\text{rel}}) = f(E)$ - Korrektur von $(I_0 \eta_{\text{rel}}) = f(E)$ - Korrektur d. inkoh. Streuung $[f(E)]$ - PLA-Korrekturen als $f(E)$ usw.

**Tab.2a: Einige Synchrotronstrahlungsquellen für den Röntgenbereich**

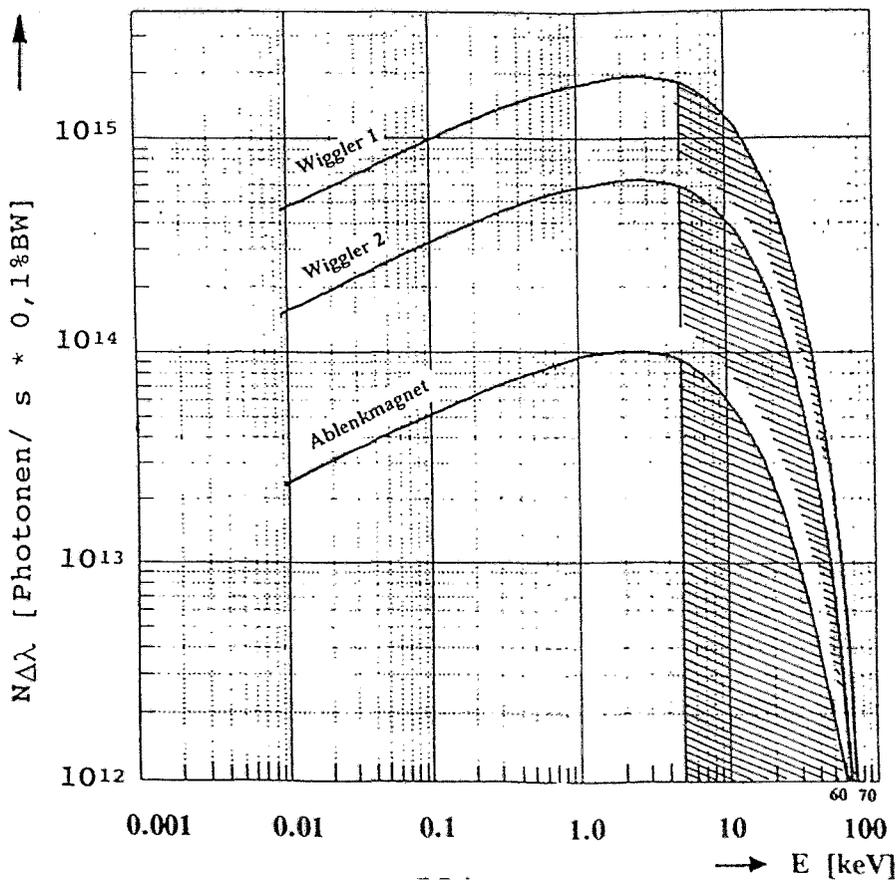
Name	Standort	Status	E /GeV	R / m	B / T	$E_c$ /keV	$E_{max}$ /keV
DORIS III	Hamburg	a	4,5(..5,6)	12,1	1,5	16,7(..32,2)	80..100
ELSA	Bonn	a	3,5	10,8	-	8,23	60..70
LISA	Bonn	c	2,5	5,60	-	6,19	ca. 40
SLM I	Mainz	c	2,5	5,56	1,5	6,23	ca. 40
BESSY II	Berlin	c	1,7	4,2	-	2,6	-
ESRF	Grenoble	b	6,0	25	-	19,2	80..100
ROSY I/II	Dresden	c	3,0..3,2	7,15	1,33..1,4	8.38..9,0	60..70

a..in Nutzung, b..in Bau, c..geplant

**Tab.2b: Strahlungsquellen für das energiedispersive Meßverfahren**

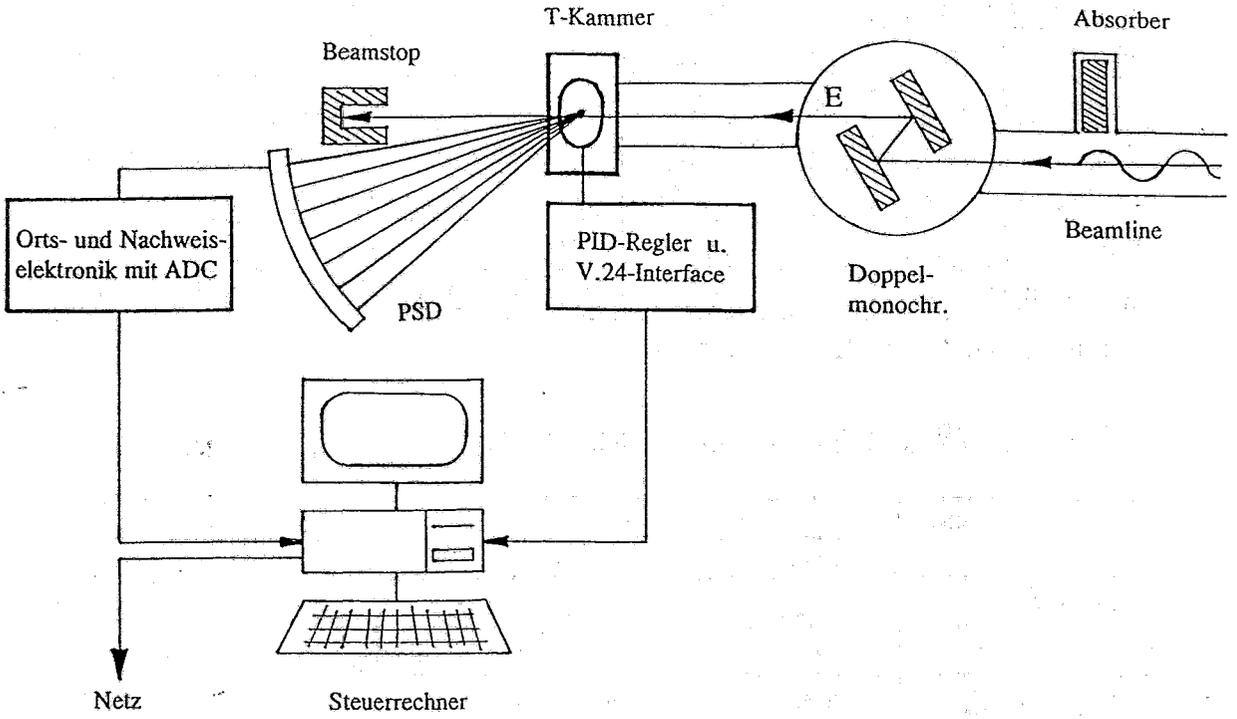
Strahlungsquelle	Bremsstrahlung		Synchrotronstrahlung	
	Cr-Röhre	Cu-Röhre	DORIS	ROSY
$E_{min}$ / keV	6,5	9,0	ca. 5	ca. 5
$E_{max}$ / keV	50 .. 53	50 .. 53	80 ..100	60 .. 70
$E_{max} / E_{min}$	7,5..8,0	5,5..6,0	16 .. 20	12 .. 14
$I_{max} / I_{min}$	ca. 10		10..50	ca. 500

**Abb.1: Geplanter spektraler Intensitätsverlauf von ROSY I**

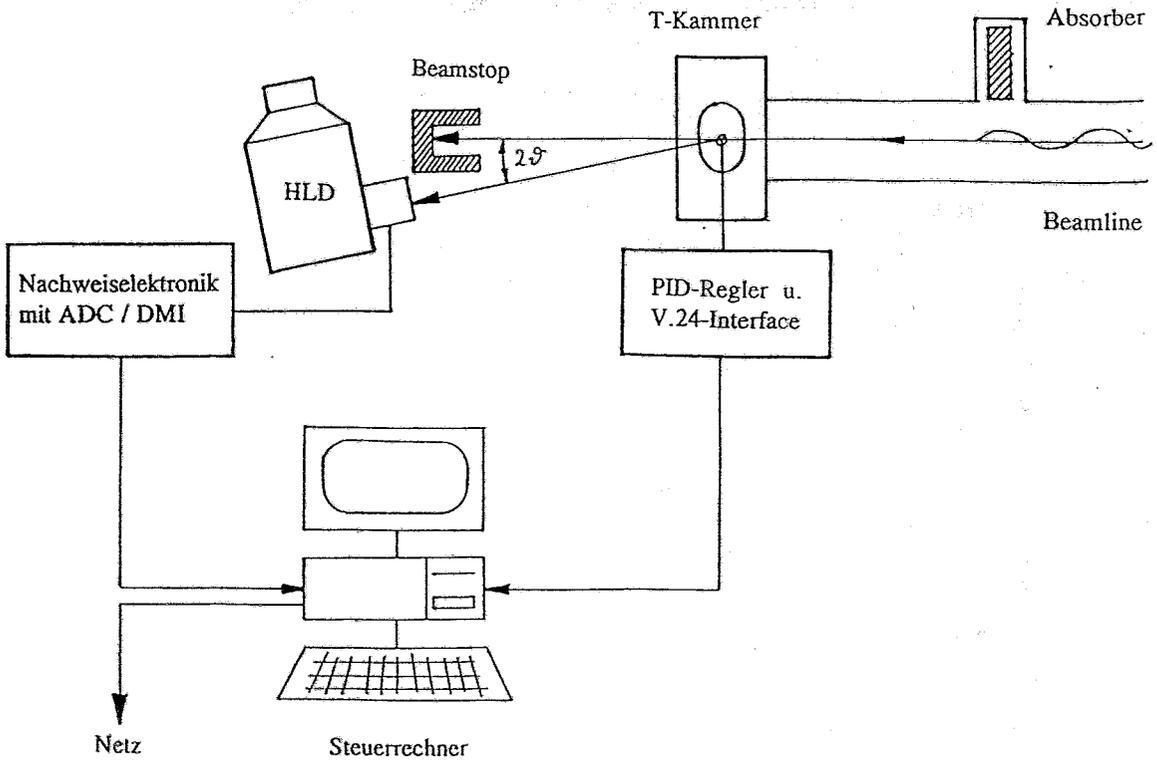


**Abb.2: Simultane WAXS-Messungen mit Synchrotronstrahlung**

Winkeldispersive Meßanordnung



Energiedispersive Meßanordnung



### 3. Polymer-Meßplatz für ROSY:

Für das energiedispersive Meßverfahren folgt der simultan erfassbare Bereich der Streuvariablen  $k$  aus:

$$\left. \begin{array}{l} \frac{k_{\max}}{k_{\min}} = \frac{d_{\min}}{d_{\max}} = \frac{E_{\max}}{E_{\min}} \end{array} \right| \theta = \text{const.} \quad (1)$$

Bei Verwendung von Bremsstrahlung bestimmt die  $K_{\beta}$ -Strahlung des Anodenmaterials die minimal nutzbare Energie  $E_{\min}$  und die maximal nutzbare Energie  $E_{\max}$  ergibt sich aus der Anodenspannung  $U$ :

$$E_{\max} \approx 0,85 e |U| \quad (2)$$

Der simultan meßbare  $k$ -Bereich (Tab. 2b) ist für viele Belange, insbesondere bei der FOURIER-Transformation von Interferenzfunktionen, unzureichend, so daß mehrere Messungen bei unterschiedlichen Winkeln notwendig sind.

Bei der Nutzung von Synchrotronstrahlung wird  $E_{\min}$  von der Transmission des Detektorfensters und dem Auftreten von Fluoreszenzstrahlung bestimmt und die Energie  $E_{\max}$  ist eine Funktion der kritischen Energie  $E_c$  der Synchrotronstrahlungsquelle. Um wünschgemäß einen  $k$ -Bereich von  $10..200 \text{ nm}^{-1}$  simultan erfassen zu können, ist eine kritischen Energie  $E_c \gtrsim 15 \text{ keV}$  notwendig. Der Auswahl von Synchrotronstrahlungsquellen in Tab. 2a zeigt aber, daß diesen Wert nur den Strahlungsquellen DORIS III und ESRF erreicht wird. Insbesondere ist auch die geplante kritische Energie von BESSY II zu klein, um diese Quelle vorteilhaft für WAXS- oder SAXS-Messungen einsetzen zu können.

Auch Synchrotronstrahlungsquelle ROSY I wird für das energiedispersive Meßverfahren wegen der zu geringen kritischen Energie und dem entsprechenden spektralen Intensitätsverlauf in Abb. 1 unzureichend geeignet sein:

- Die maximal nutzbare Energie der Strahlung ist zu klein.
- Die Intensität fällt im interessierenden  $k$ -Bereich um ca. 2,5 Größenordnungen.
- Die integrale Intensität der Strahlung ist zu hoch (Versagen der Nachweiselektronik).

Wie aus Abb. 2 ersichtlich, fehlt bei energiedispersiven Meßanordnungen primärseitig der intensitätsschwächende Doppelmonochromator und die Synchrotronstrahlung wird direkt an der Probe gestreut. Zwar kann möglicherweise

- durch konstruktive Änderung der Ring- bzw. Wiggler-Elemente,
- durch Spezialausführungen von HLD und Nachweiselektronik,
- durch Änderungen in der Betriebsweise des Ringes (Single-Bunch-Mode) und
- die Verwendung zusätzlicher Absorber

eine Verbesserung der Versuchsanordnung erreicht werden, jedoch sind insbesondere die Sonderfertigungen kostenintensiv und spezielle Betriebsweisen des Ringes für andere Nutzer störend.

Hingegen ist ROSY I für winkeldispersive Messungen an Polymeren optimal ausgelegt:

- Die kritische Energie liegt in der Nähe der  $\text{CuK}$ -Strahlung.
- Die Strahlung hat im interessierenden Energiebereich von  $6..25 \text{ keV}$  eine hohe Intensität.
- Dieser Energiebereich ist mit einem Doppelmonochromator leicht durch-stimmbar.
- Wegen Ähnlichkeit der Meßanordnungen ist ein universeller WAXS/SAXS-Meßplatz möglich.
- Es sind weitgehend handelsübliche Meßtechnik und Standardlösungen nutzbar.

**Abb.3: Beispiel einer temperaturabhängigen WAXS-Untersuchung**

**Poly-p-phenylenisophthalat**

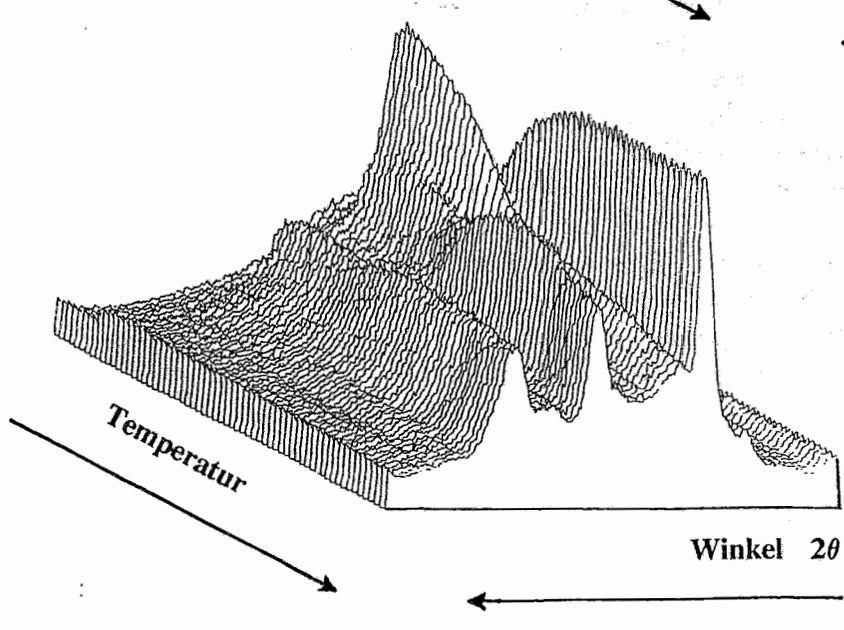
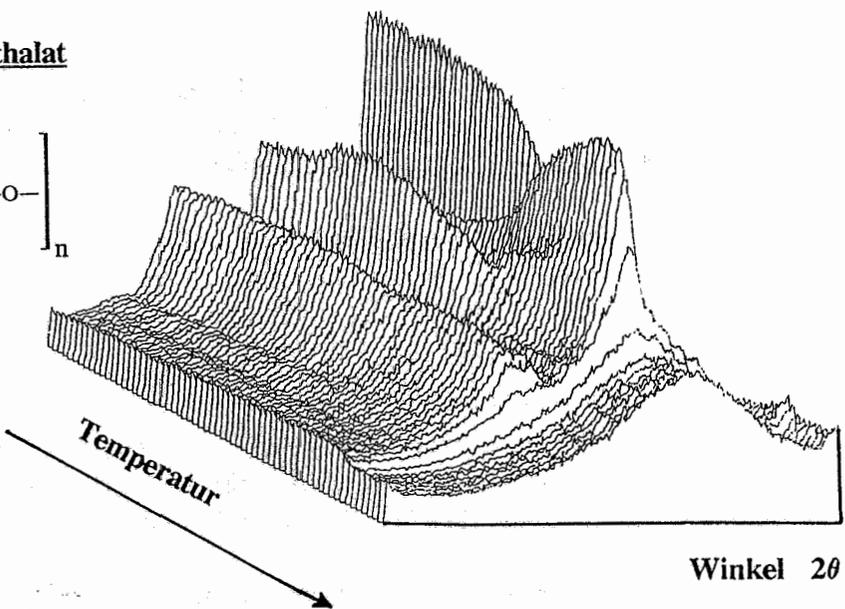
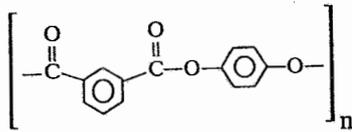
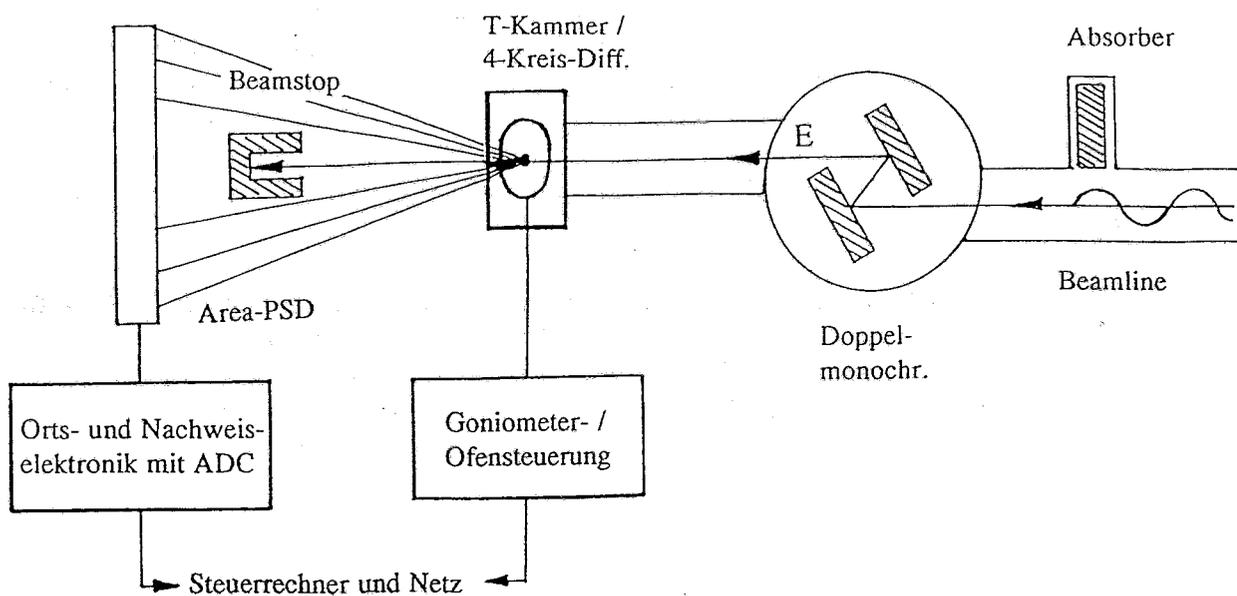
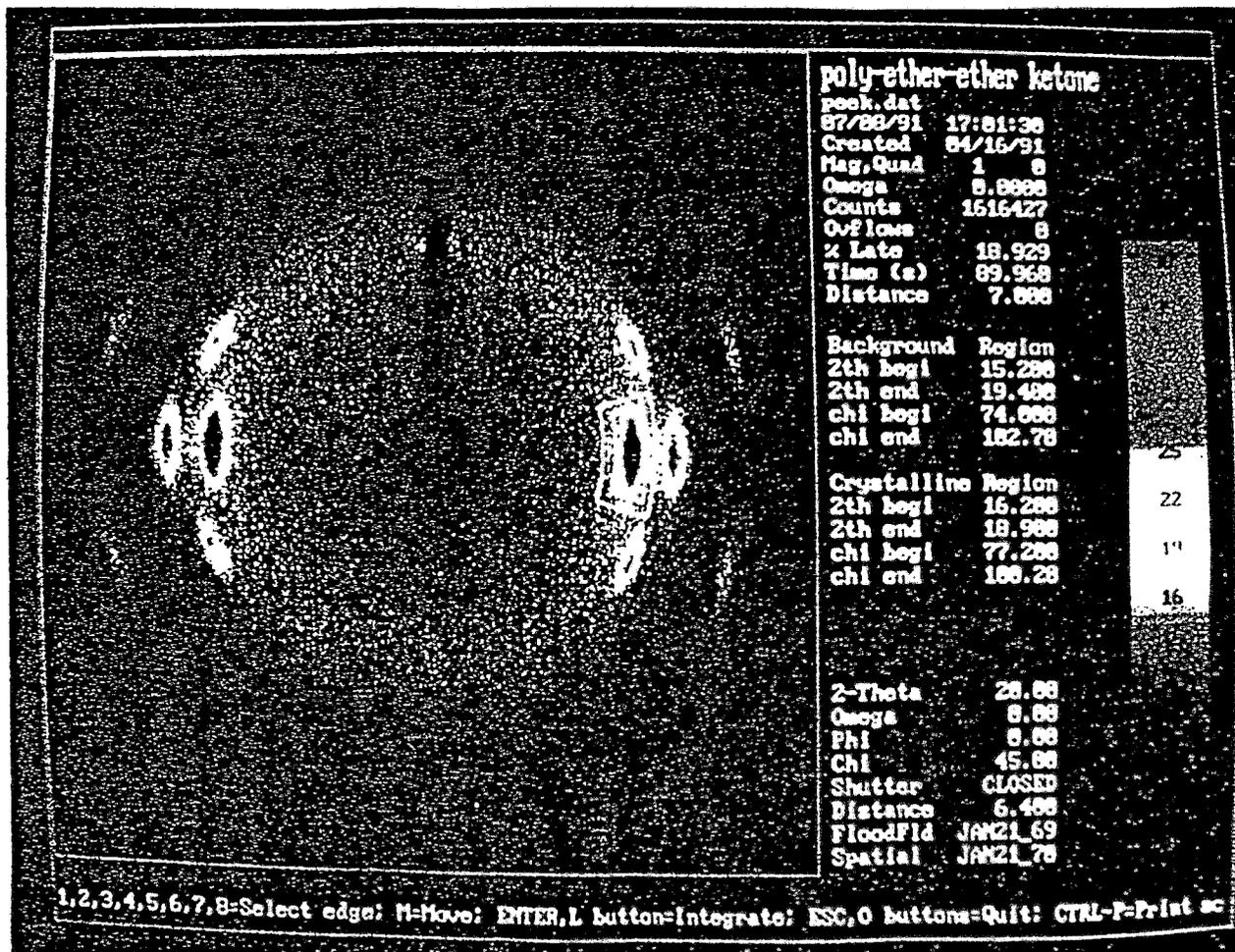


Abb.4: SAXS / WAXS - Meßplatz mit einem Flächendetektor



Bsp. einer 2D-WAXS-Messung (KETON-Faserprobe, SIEMENS AG):



Es wird deshalb vorgeschlagen, an Stelle des ursprünglich geplanten EDX-Meßplatzes einen kombinierten WAXS/SAXS-Meßplatz zur Untersuchung von Polymerwerkstoffen vorzusehen. Mit ihm sollen Streuexperimente in Transmission und im Temperaturbereich von etwa -200 .. 600 °C möglich werden. Den Einsatz eines solchen Meßplatzes zeigt Abb. 3 am Beispiel temperaturabhängiger WAXS-Untersuchungen des flüssigkristallinen Poly-p-phenylen-isophthalates (eigene Messungen an der DORIS-Beamline ALPHA 2). Die Messungen erfolgten im Temperaturbereich von 30 .. 420°C und zeigen deutlich die verschiedenen Phasenumwandlungen bzw. Strukturänderungen bis zum Aufschmelzen des Polymers.

Abb. 4 zeigt eine modifizierte Meßanordnung mit einem Flächendetektor (z.B. GADDS od. X 1000, SIEMENS AG) an Stelle des gebogenen linearen PSD (z.B. STOE-PSD), wodurch zweidimensionale SAXS- und WAXS-Untersuchungen möglich werden. Solche Meßanordnung erlauben u.a. das Bestimmen des Orientierungsgrades von Faserproben sowie einfache Texturuntersuchungen an Spritzgußteilen. Für anspruchsvollere Texturuntersuchungen (bei Raumtemperatur) muß an Stelle der Temperaturkammer ein 4-Kreis-Diffraktometer eingesetzt werden.

Grundsätzlich sind Meßplätze nach Abb. 2 und 4 auch für Analysenaufgaben anderer Nutzer, z.B. für entsprechende SAXS/WAXS-Untersuchungen an anorganischen und metallischen Gläsern sowie für viele Meßaufgaben an polykristallinen Materialien, insbesondere auch für die Pulverdiffraktometrie, nutzbar. Um einen hohen Auslastungsgrad der Beamlines und ein störungsfreies Messen zu gewähren, ist eine On-Line-Kopplung der Steuerrechner mit einer zentralen Rechenstation (Multi-User, Multi-Task) notwendig. Dieser Zentralrechner sammelt alle anfallenden Meßfiles der einzelnen Meßstationen und übernimmt die Datensicherung. So ist unabhängig vom Experiment jederzeit eine Sichtung und Aufbereitung der Meßergebnisse möglich.

#### 4. IPF-Beteiligung am Projekt ROSY:

Das IPF ist grundsätzlich am Projekt ROSY, insbesondere an der Mitnutzung eines simultanen SAXS/WAXS-Meßplatzes, interessiert. Wegen der projektierten Eigenschaften der Strahlungsquelle ist hierfür jedoch die Errichtung eines EDX-Meßplatzes wenig sinnvoll. An seiner Stelle wird eine winkeldispersive Meßanordnung mit ein- oder/und zweidimensionalen ortsempfindlichen Detektor (PSD) empfohlen. Ein solcher Meßplatz kann außer für Strukturuntersuchungen an Polymeren auch erfolgversprechend für zahlreiche Analysenprobleme anderer Nutzer eingesetzt werden, so daß seine Auslastung auch bei nur zeitweiliger IPF-Nutzung (ca. 1 Monat pro Jahr) als gesichert erscheint.

Zum gegenwärtigen Zeitpunkt kann ein beratender Beitrag bei der Projektausarbeitung erbracht werden. Aussagen über eine gerätetechnische und finanzielle Beteiligung bei der Projektrealisierung erfordern genauere Kenntnisse der technischen Randbedingungen, insbesondere der Schnittstelle Strahlrohr-Meßplatz und seiner regeltechnischen Grundausstattung. Zur Wahrung einer einheitlichen Grundausstattung der Beamlines sollte diese Schnittstelle nach den Doppelmonochromator gelegt werden, d.h.

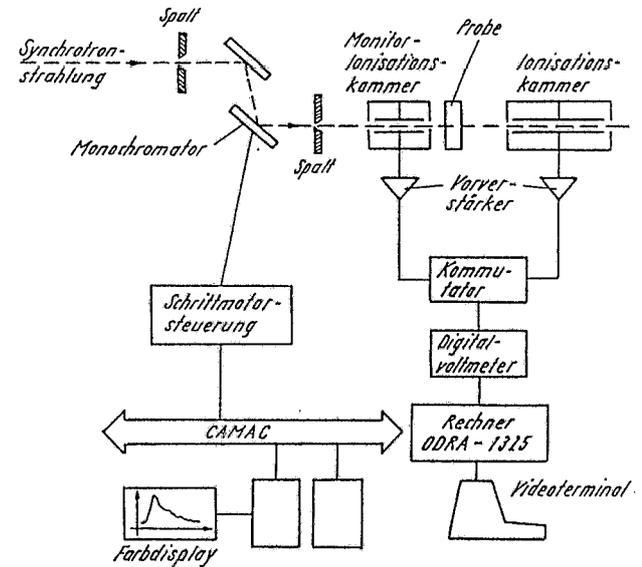
- die Strahlenschutzeinrichtungen (Shutter, Absorber),
- die Einrichtungen zur Strahljustage (totalreflektierende Spiegel) sowie
- der Doppelmonochromator und seine Regeleinrichtungen

werden als Einrichtungen des Strahlrohres bereitgestellt. Aus heutiger Sicht kann eine materielle und personelle Beteiligung beim Aufbau des Meßplatzes nur langfristig über das Einwerben von Projektmitteln finanziert werden.

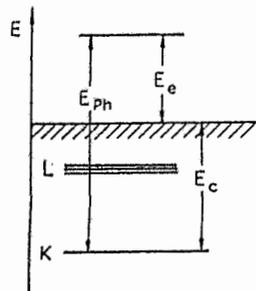
EXAFS-Untersuchungen  
für die Materialforschung

1. Untersuchungsmethodik
2. Physikalische Grundlagen von EXAFS
3. Anwendungsbeispiel:  
Kristallisation von  $\text{SrO-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$ -Gläsern  
(G. MOSEL, U Rostock, TH. HÜBERT, BAM Berlin)
4. EXAFS-Anwendungsgebiete (kond. Materie)

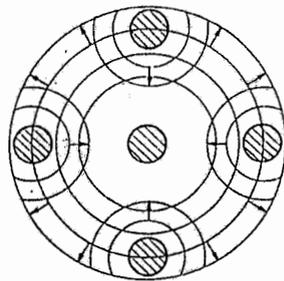
Untersuchungsmethodik  
Transmissions - EXAFS



# Physikalische Grundlagen von EXAFS

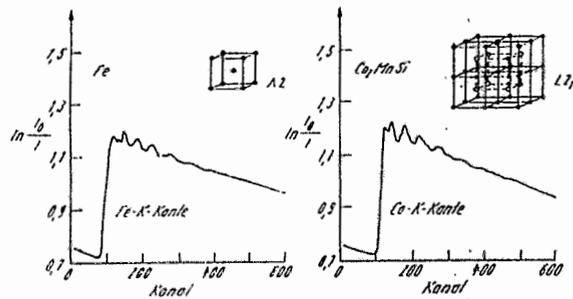


Anregung



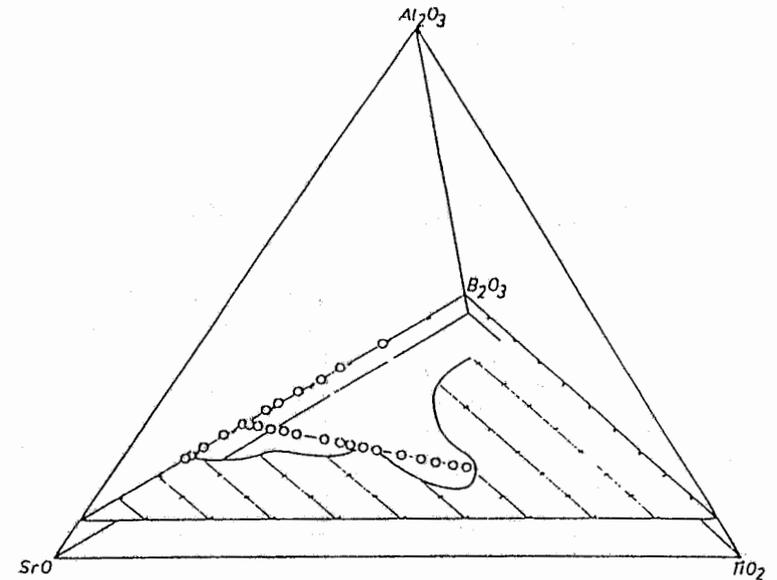
Rückstreuung

eines Photoelektrons



Modulation des Absorptionskoeffizienten  $\mu(h\nu)$

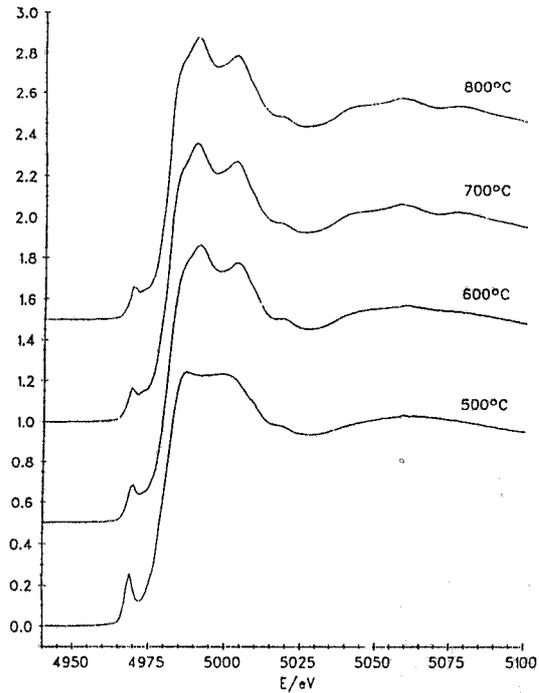
# Kristallisation von $SrO-TiO_2-Al_2O_3-B_2O_3$ -Gläsern



Proben -Plan

# Kristallisation von $\text{SrO-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$ -Gläsern

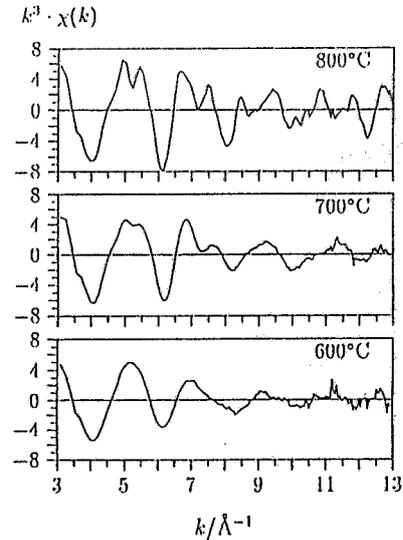
Kantennahe Feinstruktur der Röntgenabsorption (XANES)



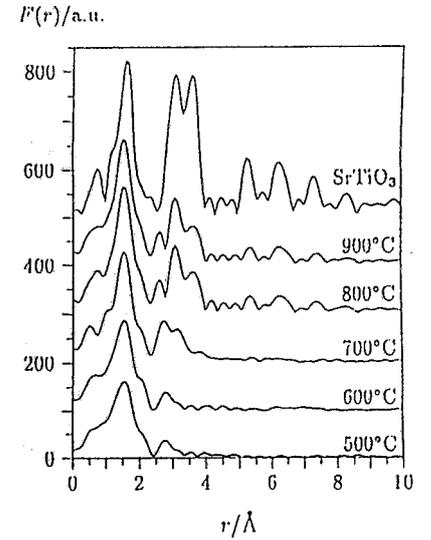
Ti-K-XANES von wärmebehandelten Gläsern

# Kristallisation von $\text{SrO-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$ -Gläsern

Wärmebehandlung eines Glases mit 43 mol. %  $\text{TiO}_2$



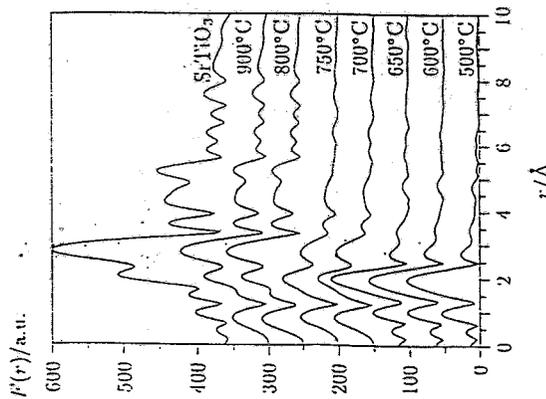
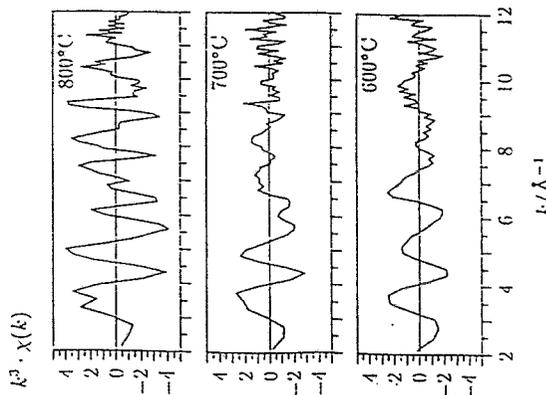
Ti-K-EXAFS-Modulation



Fourier-Transformierte

# Kristallisation von SrO-TiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gläsern

Wärmebehandlung eines Glases mit 43 mol. % TiO<sub>2</sub>



Sr-K-EXAFS-Modulation

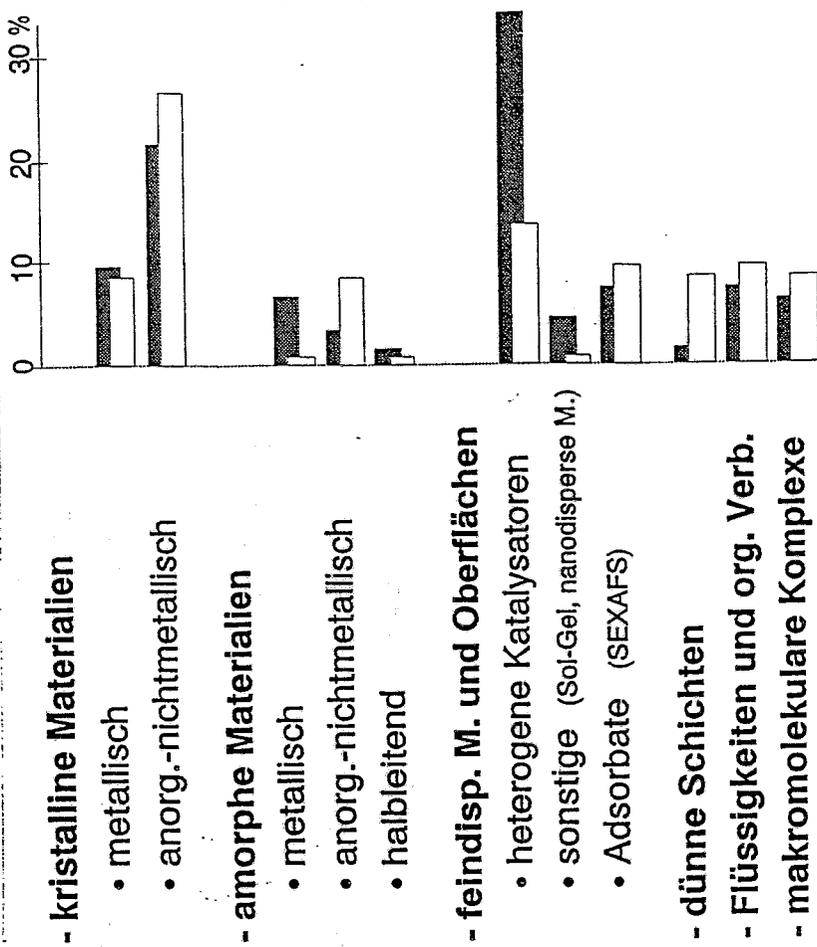
Fourier-Transformierte

# EXAFS-Anwendungsgebiete

Photon Factory 1990 & 1991



XAFS-VII - Conf. 1992



## - kristalline Materialien

- metallisch
- anorg.-nichtmetallisch

## - amorphe Materialien

- metallisch
- anorg.-nichtmetallisch
- halbleitend

## - feindisp. M. und Oberflächen

- heterogene Katalysatoren
- sonstige (Sol-Gel, nanodisperse M.)
- Adsorbate (SEXAFS)

## - dünne Schichten

- Flüssigkeiten und org. Verb.
- makromolekulare Komplexe

# Anwendung von Synchrotronstrahlung in der bioanorganischen und radiopharmazeutischen Chemie

R. Bergmann

Forschungszentrum Rossendorf e.V.

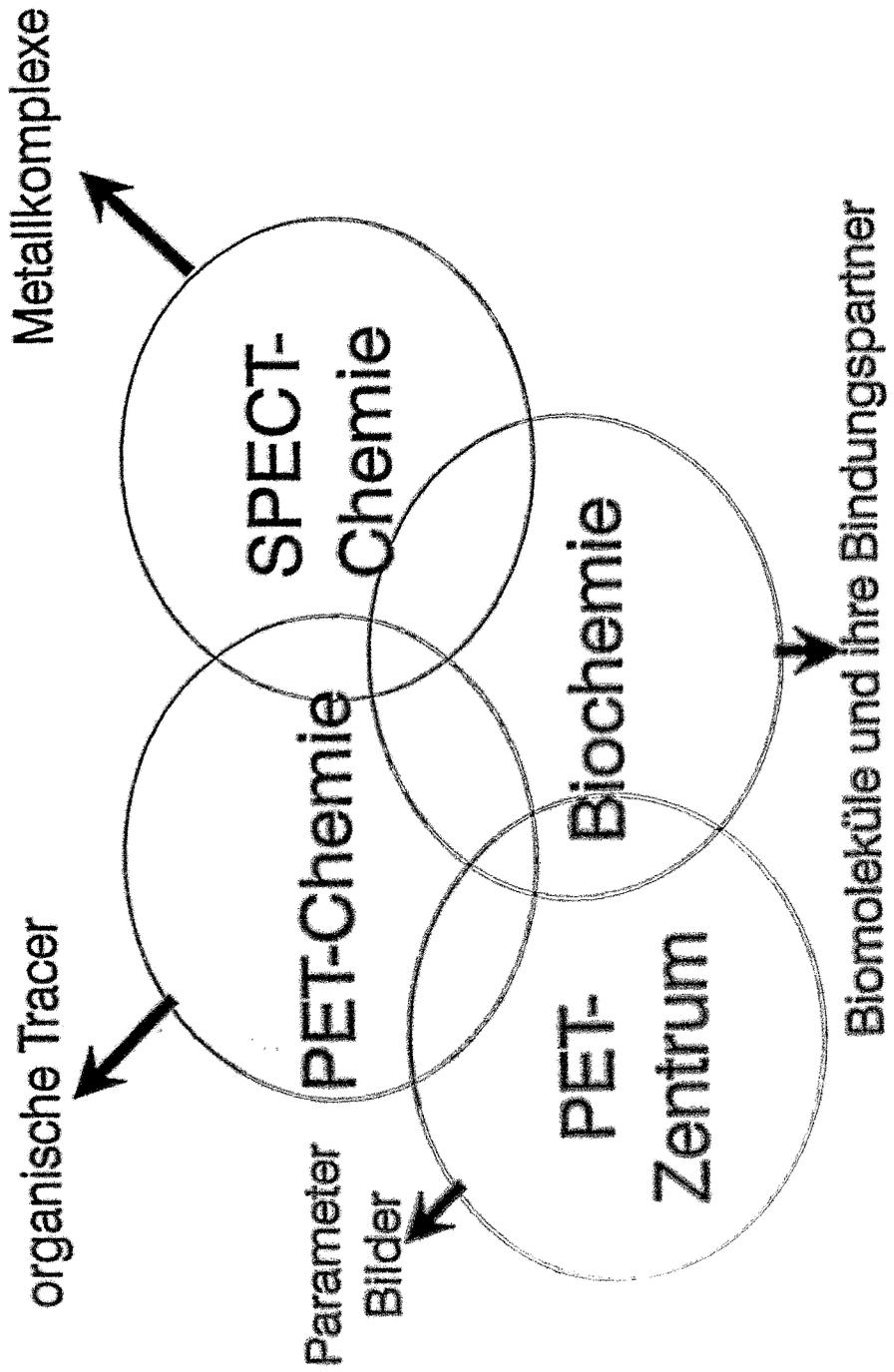
Institut für Bioanorganische und Radiopharmazeutische Chemie

Fachgebiete: Bioanorganische Chemie  
Biochemie  
biomedizinische Tracerchemie  
Molekularmedizin

Anwendungen: Positronen-Emissions-Tomographie    PET  
Single-Photonen-Computer-Tomographie    SPECT

Charakterisierung von Biomolekülen und ihrer Reaktionspartner, der Dynamik  
ihrer Wechselwirkungen als molekulare Grundlage der Lebensprozesse

Auswahl, Synthese, biokinetische Charakterisierung *in vitro* und *in vivo*,  
mathematische Modellierung, pharmazeutische Zubereitung, Anwendung  
radioaktiver Tracer (C-11, O-15, F-18, Tc-99m,...) in der biomedizinischen  
Grundlagenforschung und Diagnostik



# SPECT-Chemie

Metallkomplexe in extrem geringen Konzentrationen, radioaktiv, kleine Kristalle  
(Tc-99m, Re, Pt, V, Ti, Fe, Cu, Zn, Ni)

In Kombination mit Kernresonanz-Spektroskopie, Elektronenspin-Spektroskopie,  
Massenspektrometrie) Bestimmung struktureller Parameter, wie Bindungswinkel,  
-abstände, -verzerrungen,  
Definition der ertsen Koordinationssphäre des Metalls.

Röntgenabsorptions-Spektroskopie (EXAFS, XANES)

# PET-Chemie

Strukturuntersuchungen an organischen Tracern

Selektive Fragmentierung (z.B. C-F Bindungen)

Zirkulardichroismus (Kohlenhydrate, Aminosäuren)

# Biochemie

Biomedizinische Grundlagenuntersuchungen:

Strukturelle und kinetische Untersuchungen der Wechselwirkungen von organischen- und Metallkomplex-Tracern mit Biomakromolekülen.

Untersuchung von Wechselwirkungs- und Transportphänomenen in Modellmembranen und Liposomen.

Struktur der spezifischen Bindungsstellen für Pharmaka in Biomolekülen

Ermittlung der notwendigen räumlichen, dynamischen und Ladungsvoraussetzungen zur Bindung an das biologische Partnermolekül (Drug Design)

Simulationsrechnungen und Strukturoptimierung

Basis für das Verständnis grundlegender Stoffwechselprozesse, die rationale und effektive Entwicklung von Mitteln zur Diagnostik und Therapie

Bestimmung von Transportgeschwindigkeitskonstanten (z.B. von Serotonin durch die Blut-Hirn-Schranke)

## Bildgebende Verfahren

PET, SPECT liefern ausschließlich funktionelle Parameter die mit dem entsprechenden anatomischen Bild (MRS) den physiologischen Strukturen zugeordnet werden sollten.

Herz: DSA - invasiv, Gefahr von einer allergischen Reaktion

### Digitale Angiographie

Energie-Subtraktionsmodus (hoher Fluß bei SR), gute Zeit- und Ortsauflösung

### Röntgenmikroskopie

Untersuchung von feuchter, lebender und sich bewegender Zellen

## Zusammenfassung

1. Struktur, und Dynamik von Biomolekülen und Tracern bei niedrigen Konzentrationen und kleinen Kristallen,
2. Bildgebende Verfahren (Angiographie, Mikroskopie)
2. Günstige örtliche Gegebenheiten in der Kombination der SR-Anwendungen mit PET.

## Röntgenkristallstrukturanalyse zur Aufklärung von Mechanismen chemischer Reaktionen

J.Sieler, Universität Leipzig, Institut für Anorganische Chemie,  
Linnestraße 3, 0-7010 Leipzig

Um aus der statischen Methode der Röntgenstrukturanalyse Aussagen zu dynamischen Prozessen zu erhalten, sind folgende drei Strategien denkbar:

### Aufklärung von Reaktionsmechanismen

Isolierung von  
Intermediaten

Modellverbindungen  
von Zwischenstufen

Ausgangsstoff/  
Endprodukt

CO<sub>2</sub>-Aktivierung  
am Ni(0)-Zentrum  
in Gegenwart von  
Alkinen

Stereospezifische  
Butadienpolymerisation  
am kationischen  
Allylnickel(II)-Zentrum

Kolbe-Schmitt-  
Synthese

Die Isolierung von Intermediaten gelingt nur, wenn mit einer zeitabhängigen spektroskopischen Methode die Reaktion verfolgt werden kann. In den folgenden Ausführungen wird die Mechanismusaufklärung der CO<sub>2</sub>-Aktivierung an Nickel(0)-Komplexen dargestellt.

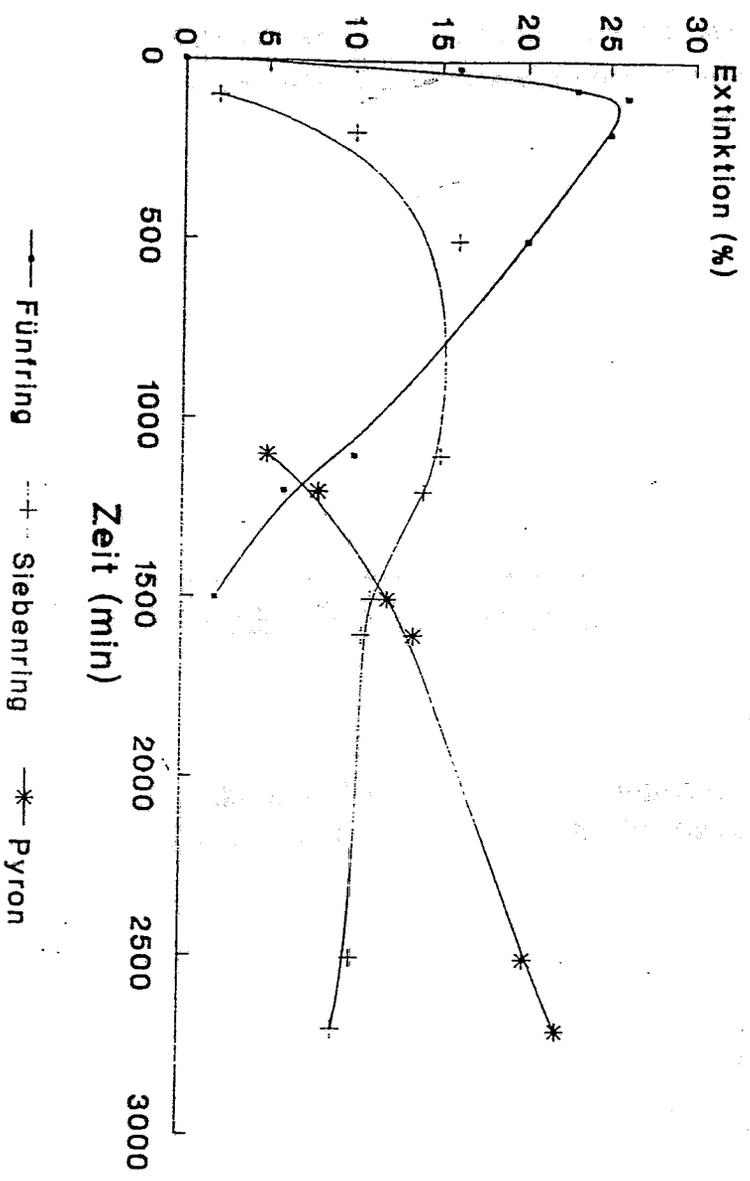
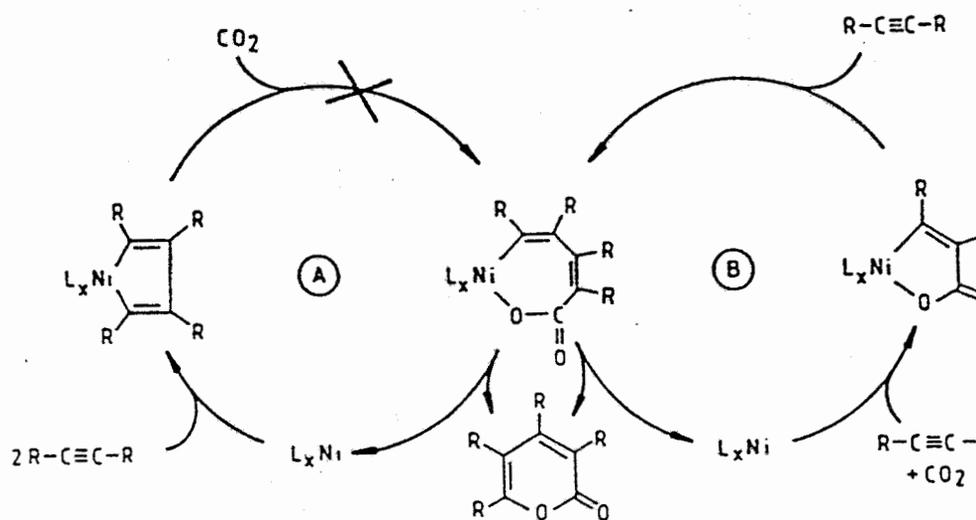


Bild 1: Das zeitabhängige IR-Spektrum der Reaktion von  $\text{CO}_2$  und Hexin in Gegenwart eines Nickel(0)-Komplexes zeigt das Auftreten von drei Reaktionsprodukten.

Mechanismusvermutung:



Reaktionsprinzip + Endprodukt

Bild 2: Der Mechanismus der Reaktion kann durch den Weg A oder B vermutet werden.

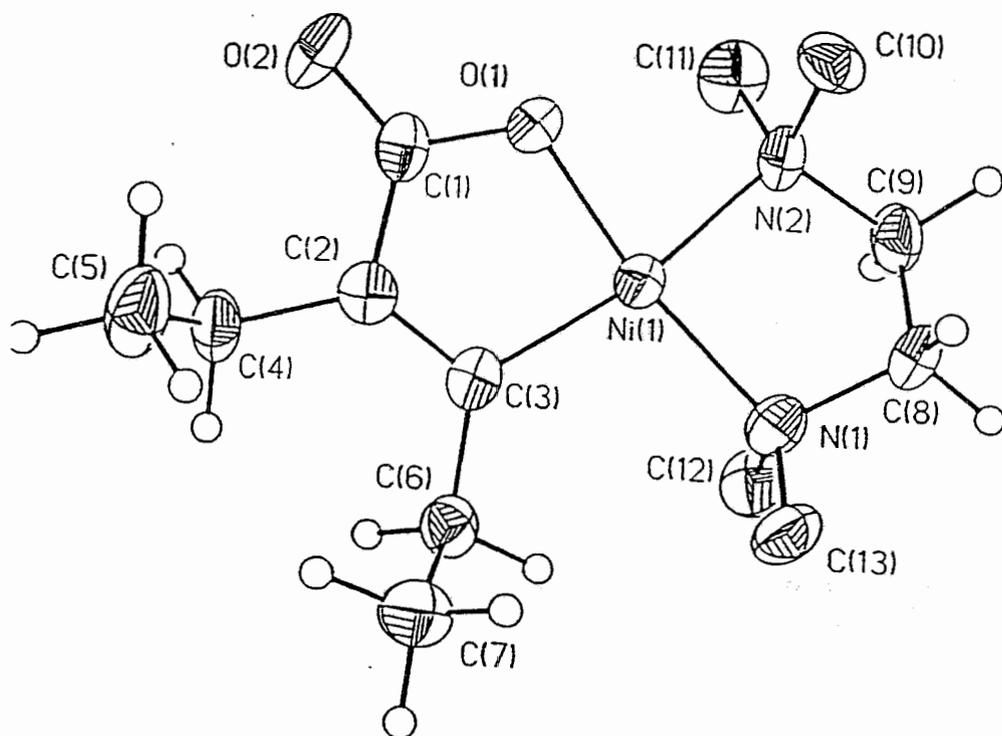
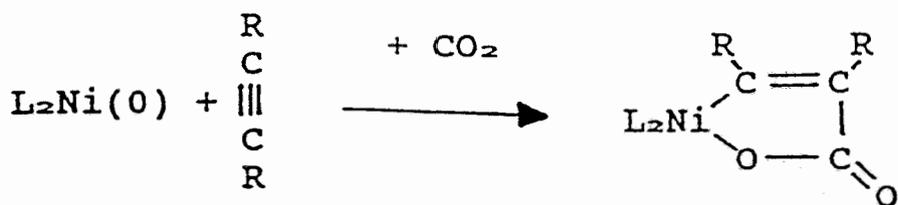


Bild 3: Die Molekülstruktur des ersten Intermediats(I) der Reaktion zeigt, daß der Mechanismus B zutreffend ist.

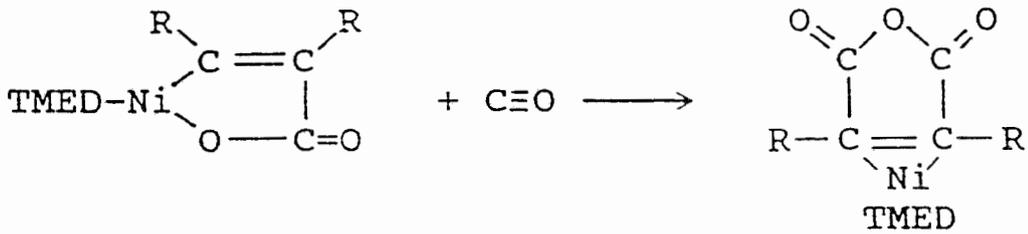
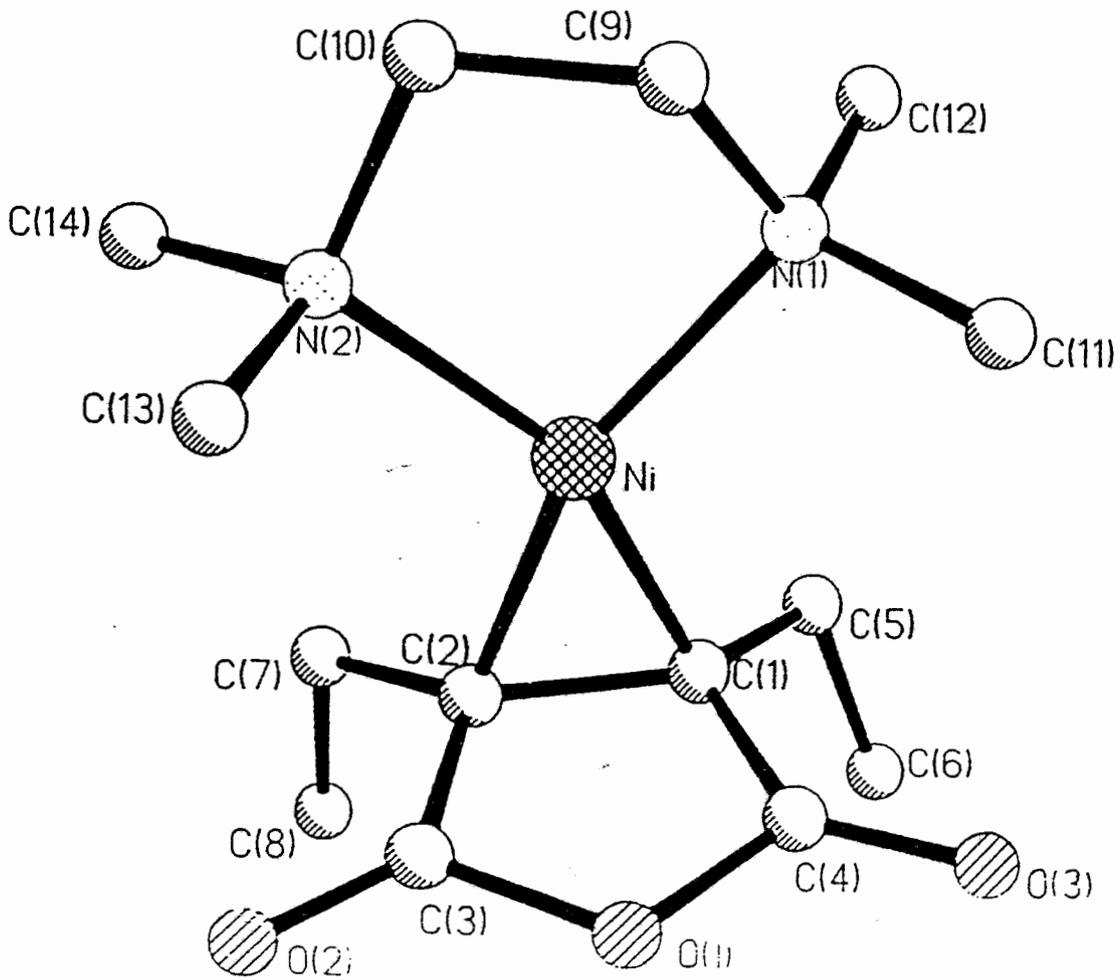


Bild 4: Dargestellt ist die Molekülstruktur eines weiteren isolierten Komplexes(II), der aus dem ersten Intermediat durch Addition von CO entsteht.

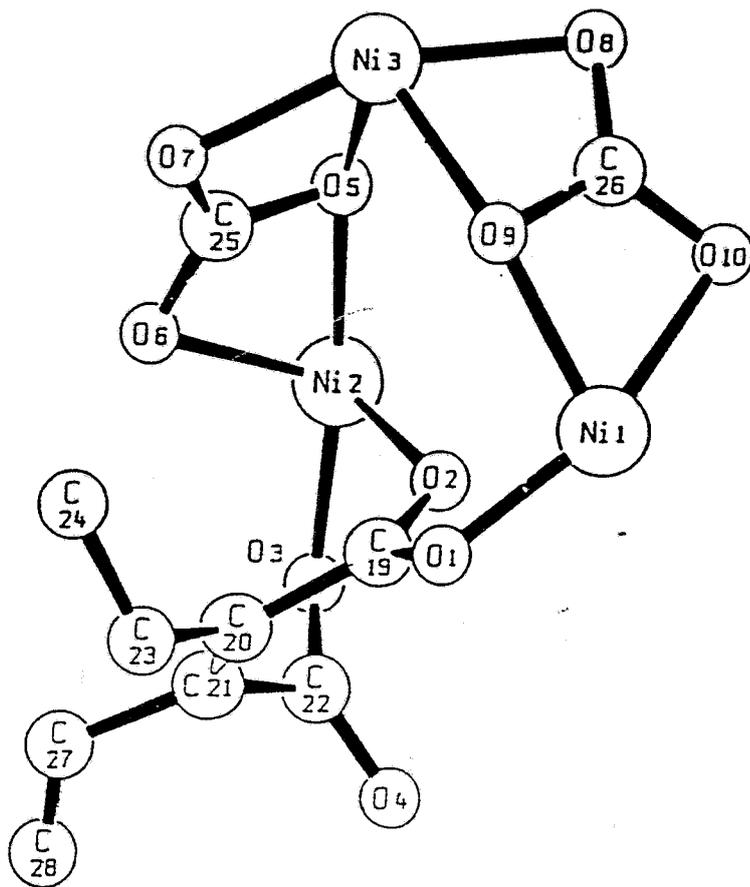


Bild 5: Die Struktur eines Carbonatokomplexes(III), der ebenfalls bei der Reaktion entsteht.

# Zusammenfassung

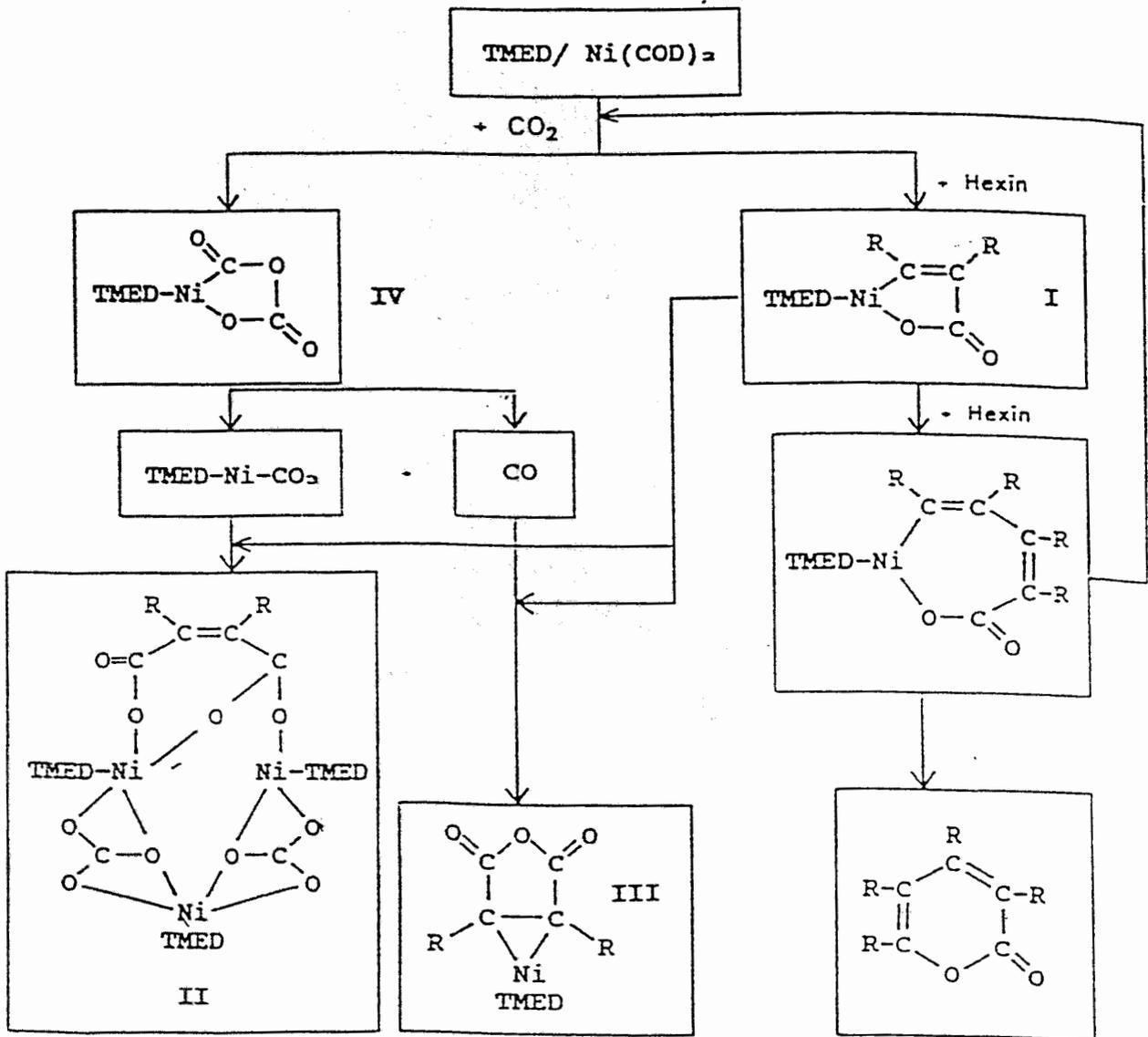


Bild 6: Zusammenfassung der Strukturuntersuchungen

Bei Überschuß von Hexin verläuft die Reaktion nach dem Mechanismus auf der linken Seite.

Ist die Reaktionslösung an Hexin verarmt, kommt es zur Reduktion von  $\text{CO}_2$  zu  $\text{CO}$  durch die Bildung der Verbindung(IV).