

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Schlussbericht

Verbund: 05K2007 - PETRA III: Material- und Strukturforschung

Zuwendungsempfänger: Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main
Projektleitung: Prof. Dr. Björn Winkler
E-Mail: b.winkler@kristall.uni-frankfurt.de
Förderkennzeichen: 05KS7RF1
Förderzeitraum: 01.07.2007 - 31.12.2010

Thema: Verbundprojekt: Messeinrichtungen für die Material- und Strukturforschung an PETRA III. Teilprojekt 2: Laserheizung für die 'extreme conditions'-Station.

Zuwendung: 712.064,00 €
Projektträger: Projektträger DESY

Zusätzlicher Kontakt: wolfgang.morgenroth@desy.de
Zusätzlicher Name: Wolfgang Morgenroth

Genutzte Großgeräte:	Labor DESY	Gerät PETRA III	Experiment
Diplomarbeiten:	0		
Dissertationen:	0		
Habilitationen:	0		
Publikationen:	15		
Konferenzbeiträge:	7		
Patente:	0		
Bachelorarbeiten:	0		
Masterarbeiten:	0		

Dieser Bericht wurde beim Projektträger über einen individuellen Online-Zugang vom Projektleiter eingereicht und am 09.07.2011 17:52 für eine Veröffentlichung freigegeben.

Schlussbericht

Aufbau der Laserheizung für die „Extreme Conditions“ - Experimentierstation an PETRA III

Zuwendungsempfänger: Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main

Projektleitung: Prof. Dr. Björn Winkler

Zusammenfassung

Das Ziel des Projekts war es, eine international wettbewerbsfähige Laserheizung für die „Extreme Conditions“ Experimentierstation an PETRA III aufzubauen. Das Ziel ist erfolgreich unter Einhaltung der Ausgabenplanung erreicht worden.

Die geplante Experimentiereinrichtung zur Laserheizung und spektroskopischen Untersuchung unter extremen Druck- und Temperaturbedingungen soll die „Extreme Conditions“ Experimentierstation P02.2 an PETRA III in Hamburg ergänzen. HASYLAB/DESY hat parallel zur Durchführung unseres Projektes den Bau dieser Experimentierstation aufgenommen und Ende 2010 / Anfang 2011 in Betrieb genommen.

Das Vorhaben begann mit der Konzeption, Konstruktion, Beschaffung und dem Aufbau in Frankfurt. Hierzu wurde als Werkstattmitarbeiter David Merges gewonnen. Schwieriger gestaltete sich die Einstellung eines wissenschaftlichen Mitarbeiters. Erst zum Juni 2008 wurde Dr. Wolfgang Morgenroth eingestellt. Wesentlich für den Erfolg des Projektes war die modulare Planung des Aufbaues, die eine Anpassung an die Experimentierstation und sich ändernde Randbedingungen ermöglicht hat. Die Planung der Konstruktion wurde dadurch erschwert, dass als Ansprechpartner erst zum Februar 2009 ein verantwortlicher Wissenschaftler für die Experimentierstation P02 an PETRA III eingestellt worden ist. Weiterhin problematisch waren Verzögerungen beim Aufbau der beam line, die dazu führten, dass die ersten *in situ* Experimente erst nach Projektabschluss durchgeführt werden konnten.

Die von uns aufgebaute Laserheizung wurde nach Absprache mit Experten konstruiert und es flossen Erfahrungen aus dem Betrieb von ähnlichen Aufbauten, etwa an der APS (Chicago), ALS (Berkeley) und ESRF (Grenoble) in die Planung ein. Es gab eine intensive Zusammenarbeit mit Dr. Reinhard Boehler, ehemals MPI in Mainz, jetzt Geophysical Laboratory Washington. Das von uns gebaute System sollte stationär sein, da für die geplanten Experimente portable Geräte weder leistungsfähig noch flexibel genug sind.

Die Arbeiten wurden in enger Zusammenarbeit mit R. Boehler (in der Anfangsphase des Projektes) und H.-P. Liermann (verantwortlicher Wissenschaftler für die „Extreme Conditions Station“ P02 an PETRA III) und seinen Mitarbeitern durchgeführt. Außerdem gab es eine enge Abstimmung mit den Verbundpartnern „Teilprojekt 1: Hochauflösendes Pulverdiffraktometer für hochenergetische Synchrotronstrahlung, TU Dresden“ und „Teilprojekt 3: Instrumentierungen und methodische Entwicklungen zur hochauflösenden Eigenspannungsanalyse mit hochenergetischer Synchrotronstrahlung, TU Berlin“, da das Pulverdiffraktometer und die „Extreme Conditions“ Beamline sich einen Undulator an PETRA III teilen.

Bericht

Darstellung der Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen, mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele

Das Ziel des Projekts war es, eine international wettbewerbsfähige Laserheizung für die „Extreme Conditions“ Experimentierstation an PETRA III aufzubauen. Dieses Ziel ist erreicht worden (Abb. 1).

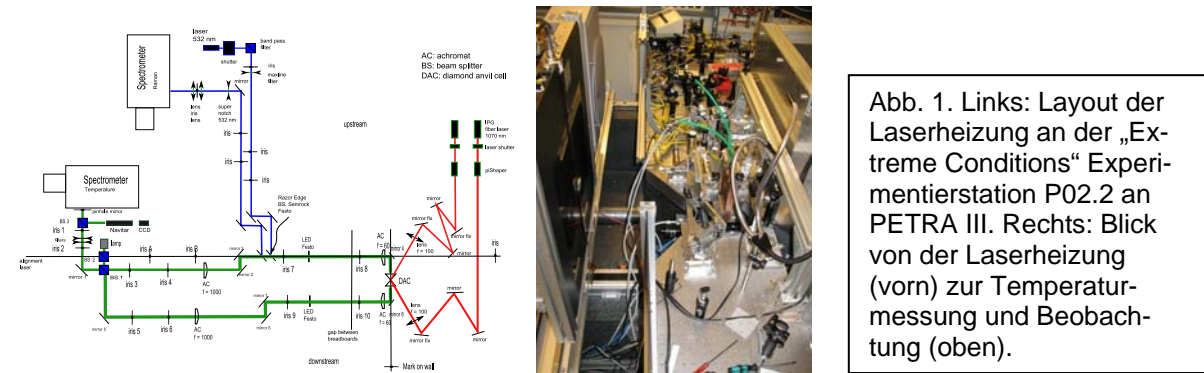


Abb. 1. Links: Layout der Laserheizung an der „Extreme Conditions“ Experimentierstation P02.2 an PETRA III. Rechts: Blick von der Laserheizung (vorn) zur Temperaturmessung und Beobachtung (oben).

Ausgangspunkt für die Konzeption war ein von Dr. Bohler, MPI Mainz, entwickeltes transportables System zur Laserheizung an Experimentierplätzen an Synchrotronstrahlungsquellen. Dieses Vorbild wurde für den stationären Aufbau modifiziert. Die Komponenten wurden beschafft und getestet und das System zunächst in Frankfurt aufgebaut und in Betrieb genommen. *Ex situ* Laserheizexperimente wurden zur Demonstration der Leistungsfähigkeit der Anlage erfolgreich durchgeführt. Dazu war zunächst eine Erweiterung der Infrastruktur zur Probenpräparation notwendig. Es wurden daher in Frankfurt sowohl ein Gasladungssystem (Abb. 2) als auch eine Laserdrehbank (Abb. 3) gebaut. Das Gasladungssystem, mit dem Edelgase als Druckmedien in Diamantstempelzellen eingebracht werden, wird seitdem intensiv und sehr erfolgreich zur Präparation von Hochdruckexperimenten von in- und ausländischen Nutzergruppen eingesetzt. Das System ist einfach und sicher zu bedienen.



Abb. 2: Druckbehälter des Gasladers und Kompressor

Die Laserdrehbank erlaubt das Bohren präziser Löcher in die Metallgaskets (Abb. 3).

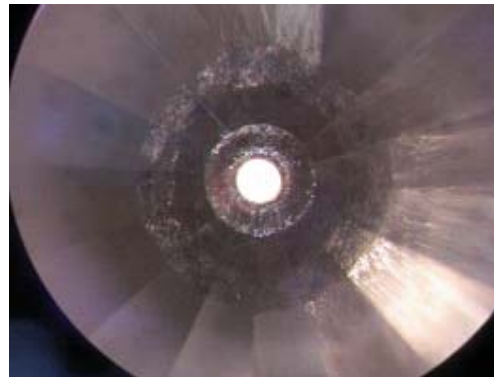
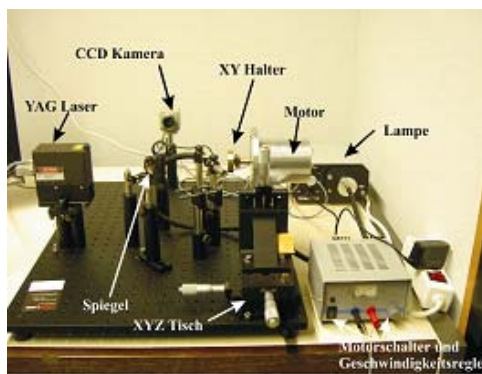


Abb. 3: Laserdrehbank und Gasketloch

Mit der (verspäteten) Fertigstellung der notwendigen Infrastruktur an PETRA III erfolgte der Transport des Laserheizsystems im Frühjahr 2010 nach Hamburg. Das System wurde zunächst offline aufgebaut und nach notwendig gewordenen Modifikationen im Herbst 2010 auf die Experimentierstation transferiert. Hierbei waren häufige Anpassungen an die erst in Planung und Aufbau befindliche Experimentierstation notwendig.

Der ursprünglich beantragte CO₂ Laser zur Heizung transparenter Proben konnte aufgrund der Kürzungen der Bewilligungssumme im Vergleich zur beantragten Summe nicht angeschafft werden.

Zur Temperaturmessung wurden Programme zur schnellen Datennahme sowie zur Kalibrierung und Temperaturermittlung nach drei unterschiedlichen Methoden entwickelt (das Wiensche und Plancksche Strahlungsgesetz sowie die 2 Farbmethode) (Abb. 4).

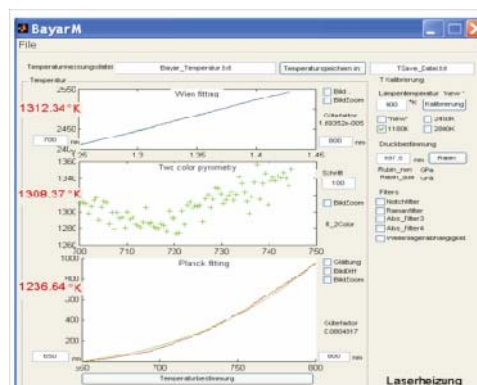
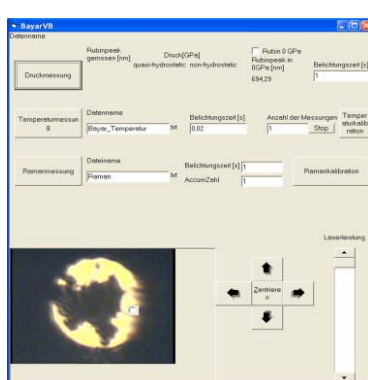


Abb. 4: Programme zur Datennahme (links) und Temperaturermittlung nach Wienschem und Planckschem Strahlungsgesetz und der 2 Farbmethode (rechts).

Unsere in Frankfurt vorbereiteten und durchgeführten *ex situ* Laserheizexperimente haben unsere *in situ* Laserheizexperimente ermöglicht, die beispielsweise zur Entdeckung neuer Rhenium- und Tantalnitride geführt haben.

Darstellung der wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises gliedern sich in folgende Hauptgruppen:

1. Laserheizsystem. Hierfür wurden der Yb Fiberlaser, zwei Spektrometer und optomechanische Komponenten beschafft. Zwei weitere Laser sind Teil des in das Laserheizsystem integrierten online Ruby-/Raman-Messplatzes.
2. Gasladungssystem. Neben Komponenten zum mechanischen Aufbau und der Steuerelektronik ist insbesondere der Membrankompressor zu nennen.

3. Laserbohrsystem. Ein hochwertiger Laser ist hierfür neben weiteren Komponenten zur Probenrotation im Einsatz.
4. Probenpräparation. Zu dieser Gruppe gehören das angeschaffte Mikroskop, Diamantstempelzellen und Ersatzdiamanten. Insbesondere das Laserheizen strapaziert die Diamanten, so dass sie nach häufiger Benutzung nur noch bei Experimenten mit geringen Belastungen verwendet werden können. Ein kommerzielles Membranzellsystem wurde beschafft, um druckabhängige Messungen effizient durchführen zu können.
5. Tagungsteilnahme AIRAPT-2009 in Tokio. Auf dieser internationalen Hochdrucktagung wurde der Stand unserer Planungen und des Aufbaus präsentiert und diskutiert.

Anmerkung: Während der Projektlaufzeit stellte sich heraus, dass Gerätebeschaffungen teilweise nicht mit den veranschlagten Summen durchführbar waren. So war es in einigen Fällen sehr viel günstiger, statt fertiger Geräte Komponenten zu kaufen und diese selbst zusammen zu montieren. Eine weitere signifikante Umwidmung kam dadurch zu Stande, dass der wissenschaftliche Mitarbeiter erst mit einigen Monaten Verspätung eingestellt werden konnte. Die dadurch freiwerdenden Mittel wurden genutzt, um unvorhergesehene Kostensteigerungen in allen anderen Ausgabenpositionen auszugleichen.

Darstellung der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Ein online „state-of-the-art“ Laserheizsystem ist für einen modernen Hochdruckexperimentierplatz an einer Synchrotronstrahlungsquelle der 3^{ten} Generation unverzichtbar. Die „Extreme Conditions Station“ P02.2 an PETRA III wird durch das Laserheizsystem konkurrenzfähig im Wettstreit mit vergleichbaren Experimentierstationen an der ESRF, APS und in Japan. Das von uns aufgebaute Laserheizsystem nutzt einen Yb Fiberlaser mit einer Wellenlänge von 1070 nm, mit dem opake Proben geheizt werden können. Zur Heizung transparenter Proben ist außerdem ein CO₂ Laser notwendig. Diese Erweiterung des Laserheizsystems wurde für das laufende Folgeprojekt beantragt und bewilligt. Zwei Spektrometer stehen für Temperatur- und Ramanmessungen während der Beugungsexperimente mit Synchrotronstrahlung zur Verfügung. Unseres Wissens nach gibt es die Option von simultanen Raman- und Beugungsmessungen während Laserheizexperimenten an keiner vergleichbaren Experimentierstation. Diese Option eröffnet aber fundamental neue Möglichkeiten, etwa zur kalibrierungsfreien absoluten Temperaturbestimmung.

Neben den beschafften Einzelkomponenten wurden viele Komponenten für das Projekt durch die Institutswerkstatt angefertigt. Hierbei war es ausgesprochen hilfreich, dass im Projekt ein Werkstattmitarbeiter beschäftigt werden konnte. Dies hat die Konstruktion, die Fertigung und den Aufbau sehr vereinfacht und beschleunigt.

Zusammengefasst wurde der Aufbau des Laserheizsystems für die „Extreme Conditions Station“ mit angemessenen Mitteln durchgeführt und zum Abschluss gebracht.

Darstellung des voraussichtlichen Nutzens, insbesondere der Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Das von uns aufgebaute Laserheizsystem wurde bereits in der Aufbauphase in Frankfurt für Experimente genutzt. Zur Charakterisierung der lasergeheizten Proben musste auf internationale Hochdruckmessstrecken ausgewichen werden, da sich die „Extreme Conditions Station“ bis zum Ende des Projektes noch im Aufbau befand. Trotzdem konnten wir die Leis-

tungsfähigkeit des Aufbaus damit bereits nachweisen. Der Nutzen des stationären Laserheizsystems in Hamburg wird in Experimenten unterschiedlichster Art im Bereich Geowissenschaften, Physik und Materialforschung liegen. Der auf ca. 2 mal 2 μm fokussierbare Synchrotronstrahl ist ideal für stabile Röntgenexperimente lasergeheizter Proben. Seit der Inbetriebnahme der Beamline nach Projektabschluss wurden bereits von nationalen und internationalen Nutzern Experimente durchgeführt. Im Nachfolgeprojekt soll aufgrund dieser Experimente die Nutzerfreundlichkeit und die Flexibilität des Aufbaus verbessert werden. Dazu gehört auch der schon in der ursprünglichen Planung vorgesehene Aufbau einer CO_2 Laserheizung, die zunächst aufgrund des gekürzten Finanzrahmens zurückgestellt wurde.

Die in Frankfurt aufgebauten Einrichtungen zur Probenpräparation werden schon jetzt von den folgenden Kollegen und Arbeitsgruppen genutzt: AG Riedel, Darmstadt; Sergio Speziale, GFZ Potsdam; AG Schnick, LMU; AG Mihailova, Hamburg; AG Errandonea, Valencia (Spanien); AG Avalos-Borja, San Luis Potosi (Mexiko); AG Angel, Blacksburg (USA).

Darstellung des während der Durchführung des Vorhabens dem ZE bekannt gewordenen Fortschritts auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Während der Projektlaufzeit sind vergleichbare Experimentierstationen an anderen Synchrotronstrahlungsquellen der 3^{ten} Generation ebenfalls weiterentwickelt worden. Instrumentelle Weiterentwicklungen an anderen Stellen können dank des modularen Aufbaus unserer Laserheizung leicht auf unser System übertragen werden. Vergleichbares gilt für die sich gegenwärtig in der Entwicklung befindlichen Methoden, beispielsweise zur Temperaturkalibration. Im Augenblick ist aber unser Aufbau sicherlich gleichwertig mit anderen Aufbauten. Eine wesentliche Entwicklung an anderen Experimentiereinrichtungen ist zurzeit die Erprobung neuer Detektortypen. Auch hier gibt es aber mindestens gleichwertige Arbeiten in Hamburg, so dass, entsprechende Investitionen vorausgesetzt, unser Aufbau auch in Zukunft wettbewerbsfähig bleiben kann.

Darstellung der erfolgten oder geplanten Veröffentlichungen des Ergebnisses

Publikationen

Publikationen in referierten Fachzeitschriften oder –büchern

- Bayarjargal L, Winkler B, Haussühl E, Boehler R (2009) Influence of deviatoric stress on the pressure-induced structural phase transition of ZnO studied by optical second harmonic generation measurements. *APL* 95 (6), 061907
- Crichton WA, Bouvier P, Winkler B, Grzechnik A (2010) The structural behaviour of LaF_3 at high pressures. *Dalton Transactions*, 39, 4302 – 4311
- Friedrich A, Winkler B, Bayarjargal L, Morgenroth W, Juarez-Arellano EA, Milman V, Refson K, Kunz M, Chen K (2010) Novel rhenium nitrides. *PRL* 105, 085504
- Friedrich A, Winkler B, Bayarjargal L, Juarez-Arellano EA, Morgenroth W, Biehler J, Schröder F, Jinyuan Yan, Clark SM (2010) In situ observation of the reaction of tantalum with nitrogen in a laser heated diamond anvil cell. *J. Alloys Compd.*, 502 (1), 5 – 12
- Friedrich A, Juarez-Arellano EA, Haussühl E, Boehler R, Winkler B, Wiehl L, Morgenroth W, Burianek M, Mühlberg M (2010) Persistence of the stereochemical activity of the Bi^{3+} lone electron pair in $\text{Bi}_2\text{Ga}_4\text{O}_9$ up to 50 GPa and crystal structure of the high-pressure phase. *Acta Cryst.* B66, 323 – 337
- Friedrich A, Winkler B, Refson K, Milman V (2010) Vibrational properties of Re_3N from experiment and theory. *Phys Rev B*, 82 (22), 224106

- Friese K, Morgenroth W, Posse JM, Grzechnik A (2011) Disorder in BaThF₆ – refinement of anharmonic displacement parameters from high-pressure single-crystal X-ray diffraction data. Dalton Transactions, 40 (9), 1902 – 1910
- Grzechnik A, Morgenroth W, Friese K (2009) Disordered pyrochlore CsMnInF₆ at high pressure. J. Solid State Chemistry 182, 1792 – 1797
- Grzechnik A, Tolkieln M, Morgenroth W, Friese K (2010) High-pressure behaviours of HoMn₂O₅ and BiMn₂O₅. J. Phys.: Condens. Matter, 22, 275401
- Juarez-Arellano EA, Friedrich A, Wilson D, Wiehl L, Morgenroth W, Winkler B, Avdeev M, Macquart R, Ling Ch (2009) Single-crystal structure of HoBaCo₄O₇ at ambient conditions, at low temperature, and at high pressure. Phys. Rev. B 79, 064109
- Olsen LA, Friese K, Makovicky E, Balic-Zunic T, Morgenroth W, Grzechnik A (2011) Pressure induced phase transition in Pb₆Bi₂S₉. Phys Chem Minerals, 38:1 – 10
- Waskowska A, Gerward L, Olsen JS, Morgenroth W, Maczka M, Hermanowicz K (2010) Temperature- and pressure-dependent lattice behaviour of RbFe(MoO₄)₂. J. Phys.: Condens. Matter, 22, 055406
- Wiehl L, Friedrich A, Haussühl E, Morgenroth W, Grzechnik A, Friese K, Winkler B, Refson K, Milman V (2010) Structural compression and vibrational properties of Bi₁₂SiO₂₀ sillenite from experiment and theory. J. Phys: Condens. Matter 22, 505401
- Winkler B, Juarez-Arellano EA, Friedrich A, Bayarjargal L, Jinyuan Yan, Clark SM (2009) Reaction of titanium with carbon in a laser heated diamond anvil cell and re-evaluation of a proposed pressure-induced structural phase transition of TiC. J. Alloys Compounds, 478, 392 – 397
- Winkler B, Juarez-Arellano EA, Friedrich A, Bayarjargal L, Schröder F, Biehler J, Milman V, Clark SM, Yan J (2010) In situ synchrotron X-ray diffraction study of the formation of TaB₂ from the elements in a laser heated diamond anvil cell. Solid State Sciences, 12, 2059 – 2064

Konferenzbeiträge und Vorträge

- AIRAPT – 2009 Tokyo: “High-pressure in situ single crystal X-ray diffraction with synchrotron radiation”, W. Morgenroth et al, Posterpräsentation 29P77
- AIRAPT – 2009 Tokyo: “The Extreme Conditions Beamline at PETRA III, DESY: Possibilities to conduct time resolved monochromatic and pink beam diffraction”, H.-P. Liermann et al, Posterpräsentation 28P94
- AIRAPT – 2009, Tokyo: “Synthesis of binary transition metal carbides in laser-heated diamond anvil cells”, B. Winkler et al, eingeladener Vortrag 27B11
- LHS workshop Dezember 2009, Berkeley, USA: “Laser heating at the Extreme Conditions Beamline P02.2 at PETRA III, DESY”, W. Morgenroth et al, Posterpräsentation
- SNI 2010, Berlin: „Die stationäre Laserheizung an der “Extreme Conditions” Station an PETRA III“, W. Morgenroth et al, Posterpräsentation
- SPP 1236 – 3. Berichtskolloquium 2010, Oberursel: „High-(p,T) syntheses and characterisation of binary transition metal carbides and nitrides of the period 6 elements: Tantalum and rhenium nitrides“, A. Friedrich, Vortrag
- HASYLAB users´ meeting 2009: „The laser heating facility for the P02.2 station“, W. Morgenroth et al, Posterpräsentation

Abschlussarbeiten (Diplom etc)

- Keine

Interne Berichte

- Manual „Justierung und Betrieb des Laserheizsystems an P02.2“, L. Bayarjargal, Z. Konôpková, W. Morgenroth
- Manual und Software „Temperaturkalibration und -messung“, L. Bayarjargal, W. Morgenroth