

## Microprobes Division Fachverband Mikrosonden (MI)

Hartmut S. Leipner  
 Martin-Luther-Universität  
 Interdisziplinäres Zentrum für  
 Materialwissenschaften  
 06099 Halle  
 hartmut.leipner+DPG@cmat.uni-halle.de

Enrico Langer  
 Technische Universität Dresden  
 Institut für Festkörperphysik  
 Helmholtzstraße 10  
 01062 Dresden  
 langer@physik.tu-dresden.de

### Overview of Invited Talks and Sessions

(lecture rooms HSZ 401, and BEY 81; poster P5 IFW)

#### Tutorials

MI 1.1	Sun	16:00–16:45	HSZ 401	<b>Energy dispersive X-ray spectroscopy, from the method to the instrumentation</b> — •JANA BERLIN
MI 1.2	Sun	16:45–17:30	HSZ 401	<b>WDS technique - advanced analytical tool for the SEM</b> — •FRANK BAUER
MI 1.3	Sun	17:45–18:30	HSZ 401	<b>Hard X-ray scanning microscopy and tomography with elemental, chemical, and structural contrast</b> — •CHRISTIAN G. SCHROER
MI 1.4	Sun	18:30–19:15	HSZ 401	<b>2D- and 3D-microanalysis using focussed MeV-ion beams</b> — •TILMAN BUTZ

#### Invited Talks

MI 2.1	Mon	9:30–10:15	BEY 81	<b>Diffraction techniques in the scanning electron microscope: making SEM a universal tool for microstructure research</b> — •STEFAN ZAEFFERER
MI 3.1	Mon	14:30–15:15	BEY 81	<b>Transmission electron microscopy of interface and defect phenomena of functional materials</b> — •WOLFGANG JÄGER
MI 3.2	Mon	15:15–16:00	BEY 81	<b>The contrast mechanisms of LL-BSE electrons in FE-SEM - Characterization of polymer, single proteins, and oxidization states of elements</b> — •HEINER JAKSCH
MI 5.1	Tue	9:30–10:15	BEY 81	<b>Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen</b> — •GÜNTER ZSCHORNACK

#### Sessions

MI 1.1–1.4	Sun	16:00–19:15	HSZ 401	<b>Tutorial on State of the Art of X-Ray Microanalysis</b>
MI 2.1–2.9	Mon	9:30–13:15	BEY 81	<b>Electron Backscattering and Kossel X-Ray Diffraction</b>
MI 3.1–3.5	Mon	14:30–16:45	BEY 81	<b>TEM- and SEM-based Material Analysis</b>
MI 4.1–4.6	Mon	17:30–19:30	P5	<b>Poster: Microanalysis and Microscopy</b>
MI 5.1–5.9	Tue	9:30–12:45	BEY 81	<b>X-Ray Spectrometry and Tomography</b>

#### Mitgliederversammlung des Fachverbandes Mikrosonden

Dienstag 13:30–14:30 BEY 81

- Bericht des Fachverbandsvorsitzenden
- Planung der DPG-Tagung im Max-von-Laue-Jahr 2012
- Verschiedenes

## MI 1: Tutorial on State of the Art of X-Ray Microanalysis

Time: Sunday 16:00–19:15

Location: HSZ 401

**Tutorial**

MI 1.1 Sun 16:00 HSZ 401

**Energy dispersive X-ray spectroscopy, from the method to the instrumentation** — •JANA BERLIN — Bruker Nano GmbH, Berlin, Germany

One of the most important interactions of beam and sample in the electron microscope is the generation of element-specific X-ray radiation. Energy dispersive X-ray spectrometry (EDS) uses semiconductor detectors to collect this radiation from the sample. "Energy-dispersive" means that the detector measures the relative abundance of emitted X-rays versus their energy. The signal can be evaluated both qualitatively (element identification) and quantitatively (element concentration in mass% or atom%). Spot measurements as well as one, two and nowadays even three-dimensional data acquisition are possible.

The instrumentation used for detection and analysis has made big advances within the past decade. Thermoelectrically cooled silicon drift detectors (SDD) have become state of the art technology, replacing liquid nitrogen cooled Si(Li) detectors. Properties and applications of the SDD technology in the analysis of different sample categories will be discussed to round off this tutorial.

**Tutorial**

MI 1.2 Sun 16:45 HSZ 401

**WDS technique - advanced analytical tool for the SEM** — •FRANK BAUER — Oxford Instruments, Otto von Guericke Ring 10, D-65205, Wiesbaden, Germany

The typical and very common micro analytical equipment on scanning electron microscopes are energy dispersive systems (EDS). An advanced method in analytical investigations for higher accuracy and sensitivity is the wavelength dispersive X-ray spectroscopy (WDS) - in the normal practice the resolution of the detector and sensitivity for elements is in minimum ten times better. Compared to EDS the wavelength dispersive technique needs additional minimum requirements for the scanning electron microscope (SEM) in case of beam current, emission, geometry, etc.

The fundamental physical background of this technique will be shown. Examples of the advantages and also the limitations of WDS are discussed.

**15 min. break****Tutorial**

MI 1.3 Sun 17:45 HSZ 401

**Hard X-ray scanning microscopy and tomography with elemental, chemical, and structural contrast** — •CHRISTIAN G. SCHROER — Institut für Strukturphysik, TU Dresden, 01062 Dresden, Germany

In this tutorial, hard x-ray scanning microscopy and tomography is reviewed. There is a growing demand for these techniques in many fields of science, from physics and chemistry, to materials, earth, and environmental science, biology and nanotechnology. The large penetration depth of hard x-rays in matter allows one to investigate the inside of a specimen without destructive sample preparation or inside a special sample environment, such as a chemical reactor or a pressure cell. In combination with tomographic techniques, the three-dimensional inner structure of the sample can be reconstructed. X-ray analytical techniques, such as fluorescence, absorption or scattering (SAXS, WAXS) can be used as contrast in the scanning microscope, yielding elemental, chemical, and nano-structural contrast. Currently, spatial resolutions around 50 nm are achieved. In combination with coherent x-ray diffraction imaging techniques, spatial resolutions down to 10 nm and below are reached. A variety of application examples are given.

- [1] A. Schropp, et al., J. Microscopy (2010). DOI: 10.1111/j.1365-2818.2010.03453.x.
- [2] C. G. Schroer, et al., Phys. Rev. Lett., 101 (9), 090801 (2008).
- [3] C. G. Schroer, et al., Appl. Phys. Lett., 88 (16), 164102 (2006).
- [4] C. G. Schroer, et al., Appl. Phys. Lett., 82 (19), 3360 (2003).
- [5] C. G. Schroer, Appl. Phys. Lett., 79 (12), 1912 (2001).

**Tutorial**

MI 1.4 Sun 18:30 HSZ 401

**2D- and 3D-microanalysis using focussed MeV-ion beams** — •TILMAN BUTZ — Institute for Experimental Physics II, Universität Leipzig, 04103 Leipzig, Germany

This tutorial introduces the following ion beam techniques for analysis and material modification: Analysis: Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS), mainly for thin film analysis; Particle Induced X-Ray Emission (PIXE), elemental maps, main and trace elements; Scanning Transmission Ion Microscopy (STIM), density contrast; STIM-tomography, 3D density; PIXE-tomography, 3D elemental images, main elements only. Modification: Proton Beam Writing (PBW), photo resists, semiconductors, 2D- and 3D-microstructures, creating magnetic order in graphite; Proton Beam Sculpting, 3D-microstructures with complex morphology; Targeted irradiation of living cells with counted ions, low dose radiation research.

Examples for all techniques will be given. The requirements for the application of these ion beam techniques will be discussed. Advantages compared to electron microprobes will be addressed as well as limitations, e.g. the issue of radiation damage. At present, lateral resolutions below 100 nm are achievable by STIM and about 350 nm by PIXE. Minimum detection limits depend on the element and can be as low as 0.1 µg/g. Microstructures with feature sizes in the order of 100 nm can be created.

## MI 2: Electron Backscattering and Kossel X-Ray Diffraction

Time: Monday 9:30–13:15

Location: BEY 81

**Invited Talk**

MI 2.1 Mon 9:30 BEY 81

**Diffracton techniques in the scanning electron microscope: making SEM a universal tool for microstructure research** — •STEFAN ZAEFFERER — Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Max-Planck-Str. 1, D-40237 Düsseldorf

The scanning electron microscope (SEM) is a well-established instrument for surface observation and analysis of chemical composition of small volumes using x-ray spectroscopy. The application of diffraction methods in the SEM is, in contrast, by far not fully exploited. The basic principles of the three main diffraction techniques available in the SEM, namely electron backscatter diffraction (EBSD), electron channelling contrast imaging (ECCI), and Kossel x-ray diffraction will be shortly introduced. Subsequently the focus will be on the two electron diffraction techniques. Exciting new fields of applications are measurement of residual elastic stresses by pattern cross-correlation, quantitative description of dislocations using the Nye-tensor approach, 3-dimensional microstructure characterization based on automated serial sectioning and accurate and statistically meaningful texture measurements (all by EBSD) and observation of individual lattice defects as dislocations, stacking faults or nano-twins with high contrast and

resolution by ECCI. The techniques will be discussed in terms of their possibilities and limits in particular with respect to the conventional TEM electron diffraction methods and x-ray diffraction (XRD) techniques. It will be shown that the techniques are about to become serious competitors of these methods for the investigation of crystalline materials.

MI 2.2 Mon 10:15 BEY 81

**Method for measuring local strains in polycrystals using EBSD or KOSSEL** — •STEFAN WEGE, HORST WENDROCK, and JÜRGEN ECKERT — IFW Dresden, Institute for Complex Materials, Helmholtzstraße 20, D-01069 Dresden

Lattice parameters and orientation at any point of the surface of individual crystallites can be calculated from X-ray (KOSSEL technique) or electron backscatter diffraction patterns (EBSD). A method for high accurate determination (relative error  $5 \cdot 10^{-5}$  of all of the 6 lattice parameters of a crystallite from a single KOSSEL-Pattern was developed. The comparison of this precisely measured parameters with the well-known parameters of the unconstrained crystal without internal strain leads to the local strain and, subsequently to the residual stress of

third order.

The detection of EBSD-pattern is much faster than for KOSSEL-pattern for a comparable signal to noise ratio. Furthermore, the local resolution is increased for electron diffraction method.

In this presentation we describe a new method to calculate orientation and strain of crystallites in polycrystals using EBSD-patterns. One reference crystal per sample is needed. The analysis is based on measuring points of the band edge by calculating profiles perpendicular to band edges. The method allows to calculate the full strain tensor (despite isotropic strain) and the orientation of the crystals. The method was applied to an arbitrary test sample with known strain. First result leads to the assumption that the accuracy of the method is around  $2.5 \cdot 10^{-4}$ . Further test of the method has to follow and an automatization of the creation and analysis of profiles is needed.

#### MI 2.3 Mon 10:30 BEY 81

**Automatische Erfassung und Vermessung kegelschnittförmiger Röntgenbeugungsreflexe unter Beachtung der Reflexfeinstruktur** — •FRANK HENSCHEL und JÜRGEN BAUCH — TU Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaften, 01062 Dresden

The vorgestellte Methodik ermöglicht durch die Implementierung weitgehend automatischer Verfahren einen schnellen Zugang zu einer vielfältig auswertbaren Datenbasis vieler Röntgenbeugungsaufnahmen. Wesentlicher Bestandteil ist die automatische Erfassung kegelschnittförmiger Beugungsreflexe, dessen Prozess sich aus zwei Teilen zusammensetzt: der Detektion der gesuchten Bildobjekte sowie der anschließenden subpixelgenauen Modellierung der Reflexe (Reflexfeinstruktur). Zur ersten automatischen Detektion wird neben weiteren Methoden der Bildanalyse die 3D-Hough-Transformation verwendet, durch deren Mustererkennung zunächst ungenaue Objektparameter ermittelt werden können. In einem zweiten direkt anschließenden Schritt erfolgt die subpixelgenaue Modellierung der Reflexlinien. Hierfür werden entlang der Reflexe eine hinreichend große Anzahl von Querprofilen ausgewertet und die darin ermittelten Punktdaten für eine Ausgleichsrechnung über die Kegelschnittparameter verwendet. Diese Ergebnisse, verbunden mit der beispielsweise dem Kossel-Verfahren behafeten Genauigkeit, sind gut geeignet für die Berechnung und Ausgabe von Präzisions-Dehnungstensoren, die unter Beachtung der elastischen Konstanten in Eigenspannungstensoren überführt werden können. Zusätzlich ergibt sich die Aussicht, Besonderheiten der Reflexfeinstruktur kristallographischen Ursachen zuzuordnen.

#### MI 2.4 Mon 10:45 BEY 81

**Crystal transformation processes studied via EBSD-illustrated for the case hematite/magnetite** — •WOLFGANG WISNIEWSKI — Otto-Schott-Institut Jena

The phases hematite and magnetite were formed within the same crystal body during the crystallisation of a glass with the composition 16 Na<sub>2</sub>O \* 10 CaO \* 49 SiO<sub>2</sub> \* 25 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A strict orientation relationship between the phases is described in which the [111]-direction of two magnetite orientations is parallel to the [0001]-direction of the hematite phase. It is thus argued that hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) is the phase primarily crystallised and magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) is the result of a phase transformation after the primary crystal growth.

#### MI 2.5 Mon 11:00 BEY 81

**EBSO analysis of functional magnetic materials** — •THOMAS GEORGE WOODCOCK, KONRAD GÜTH, NILS SCHEERBAUM, and OLIVER GUTFLEISCH — IFW Dresden, Institute for Metallic Materials, PO Box 270116, 01171 Dresden, Germany

Functional magnetic materials such as high performance permanent magnets and magnetic shape memory alloys have a broad spectrum of current and potential applications. These range from electric motors in hybrid cars to active damping systems for buildings in earthquake zones. The development of these materials requires the solution of a variety of materials problems. For example, the coercivity mechanism in Nd-Fe-B sintered magnets is known to depend strongly on the Nd-rich phases within the microstructure. EBSD has been used to identify the crystal structure of these phases and study their orientation and defect density. The magnetic remanence of Nd-Fe-B powders processed reactively using hydrogen (HDDR) is known to depend on the alignment of the <001> axes of the grains. This texture is induced during processing and depends strongly on the processing parameters. EBSD has been used to study the texture in such materials, which have a grain size of ~ 300 nm. The magnetic field induced strain in Ni-Mn-Ga based magnetic shape memory alloys is known to be derived from twin boundary motion. EBSD studies of Ni<sub>2</sub>MnGa fibres following

magnetisation along two different directions allowed the position and density of such twin boundaries to be observed.

#### 15 min. break

#### MI 2.6 Mon 11:30 BEY 81

**Analytische Untersuchungen mit EBSD, EDX und WDX von alternativen Energien** — •FELIX REINAUER und MICHAELA SCHLEIFER — EDAX, Wiesbaden, Deutschland

Die Deckung des weltweit steigenden Energiebedarfs in Industrie und Haushalten stellt eine große Herausforderung dar. Photovoltaik, Thermoelektrika und Brennstoffzellen sowie die Speicherung der Energie beinhalten Prozesse, die zur Verbesserung der Ausbeute genau verstanden werden müssen. Die Elektronenrückstreudiffraktometrie (EBSD) stellt eine Methode dar, Funktions- und Fehleranalyse in solchen Materialien zu betreiben. In Kombination mit energie- und wellenlängendifpersiven Röntgenanalytik können Effekte genauestens untersucht werden.

#### MI 2.7 Mon 12:15 BEY 81

**Investigation of intermetallic phases in multi-component Al-Si** — •ASTA RICHTER<sup>1</sup> and CHUN-LIANG CHEN<sup>2</sup> — <sup>1</sup>Technische Hochschule Wildau, Bahnhofstrasse 1, 15745 Wildau, Germany — <sup>2</sup>Department of Materials Science and Engineering, I-Shou University, Kaohsiung 840, Taiwan

Multicomponent Al-Si alloys are important for the engineering applications such as automotive pistons. The presence of additional elements in the Al-Si alloy system allows many complex intermetallic phases to form, which are analysed by a combination of EBSD and EDX. The mechanical properties of different intermetallic phases have been investigated by using nanoindentation. In particular, the hardness and modulus of a number of phases have been established for a range of alloy compositions. In this study, the results show that both hardness and reduced modulus increase as the Ni ratio (Ni/(Ni+Cu)) of the AlCuNi phases increases (Al<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub> > Al<sub>7</sub>Cu<sub>4</sub>Ni > Al<sub>2</sub>Cu). The elastic modulus can be correlated with the formation temperature of the intermetallic phases. The intermetallic phases with a high heat of formation have a tight binding between atoms, and therefore their elastic modulus should be higher. The Al<sub>9</sub>FeNi phase possesses a high E/H ratio and can encourage the formation of initiation sites of cracks and debonds.

#### MI 2.8 Mon 12:30 BEY 81

**EBSD-Untersuchungen zum Rekristallisationsverhalten von Zinnlegierungen** — •CHRISTINA WEIPPERT, VILLAIN JÜRGEN, CORRADI ULRIKE und LUAN ZHANG — University of Applied Sciences Augsburg, Augsburg, Germany

Das Alterungsverhalten von Zinnlegierungen wird hauptsächlich durch Kriech - und Rekristallisationseffekte bestimmt. Mittels EBSD-Untersuchungen an SnAgCu-Lotlegierungen konnte der Schädigungsmechanismus der dynamischen Rekristallisation beschrieben werden. Durch Subkornbildung, Rekristallisation, Korndrehung, Koagulation von intermetallischen Phasen kommt es letztendlich zur Rißbildung. Ergänzend wurden Nanohärtemessungen durchgeführt um die Änderung der mechanischen Eigenschaften bei der Rekristallisation zu verfolgen.

#### MI 2.9 Mon 12:45 BEY 81

**Neue Ansätze zur verbesserten EBSD-Analytik** — •GERT NOLZE — Bruker Nano, Berlin, Deutschland

Mittlerweile sind moderne EBSD-Systeme in der Lage 900 EBSD patterns/s zu akquirieren und zu indizieren. Mit paralleler EDX-Spektren-Auswertung sind immer noch 740 Messpunkte/s realisierbar. Dank höherer Auflösung der Beugungsbilder lässt sich die Orientierungsgenauigkeit auf deutlich unter ein halbes Grad drücken, wobei die Messgeschwindigkeit mit 600 patterns/s nicht wesentlich geringer ausfällt.

Ausgefeilte Indizierungsstrategien erlauben zudem wiederholte Analysen (Re-Indexing) einer EBSD-Messung mit einer Geschwindigkeit von bis zu 50.000 Orientierungen/s. Die nachträgliche Implementation einer unerwarteten und somit während der Messung nicht berücksichtigten Phase ist somit lediglich eine Frage von wenigen Sekunden.

Zur gezielten Vorauswahl zu untersuchender Probenbereiche sind allerdings weitaus schnellere Hilfsmittel gefragt. Hierfür eignen sich insbesondere TV-fähige Mehrfachdetektor-Systeme, die durch getrennte Signalbearbeitung eine orientierungskodierte Farbdarstellung der REM-üblichen Graustufenbilder ermöglichen.

Gänzlich veränderte Ansätze zur Intensitätsbeschreibung der Beugungsbilder verbessern zudem die Zuverlässigkeit der Indizierung komplizierter Phasen, ermöglichen aber auch erst eine seriöse Verifikation unbekannter Phasen oder können als Referenzbilder zur Spannungsanalyse eingesetzt werden.

## MI 3: TEM- and SEM-based Material Analysis

Time: Monday 14:30–16:45

Location: BEY 81

### Invited Talk

**MI 3.1 Mon 14:30 BEY 81**  
**Transmission electron microscopy of interface and defect phenomena of functional materials** — •WOLFGANG JÄGER — Mikrostrukturanalytik, Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

Advanced high-resolution imaging and spectroscopic techniques of electron microscopy play a crucial role in characterizing the microstructure and the structure-property relationships of inorganic materials and interfaces. The presentation will describe applications of quantitative transmission electron microscopy methods to investigations of surface and interface phenomena of nanostructured functional materials and technologically relevant layer systems. Examples are aberration-corrected high-resolution TEM of incommensurate interfaces in misfit layer compounds<sup>1</sup>, metal intercalation and formation of surface nanostructures on chalcogenide layered crystals<sup>2</sup>, electron tomography<sup>3</sup> and interfaces<sup>4</sup> of diffusion-induced nanoinclusions in III-V semiconductors, nanostructured oxide semiconductors<sup>5</sup>, defect engineering for high-efficiency semiconductor solar cells<sup>6</sup>, and multilayer systems for x-ray optics<sup>7</sup>.

1. M. Garbrecht, E. Speecker et al., Ultramicroscopy (2011). 2. E. Speecker, A. Schmid, A. Minor et al., Phys. Rev. Lett. 96, 086401 (2006). 3. Ch. Kübel, Ch. Dieker et al., Proc. 17th Int. Microscopy Congress, Rio de Janeiro, I7.30 (2010). 4. Ch. Jäger, E. Speecker et al., Ultramicroscopy 92, 273 (2002). 5. Y. Ortega Villafruente, Ch. Dieker et al., Nanotechnology 21, 225604 (2010). 6. J. Schöne, E. Speecker et al., Appl. Phys. Lett. 92, 081905 (2008). 7. D. Häussler, Ch. Morawe, U. Roß et al., Surface & Coatings Technology 204, 1929 (2010).

### Invited Talk

**MI 3.2 Mon 15:15 BEY 81**  
**The contrast mechanisms of LL-BSE electrons in FE-SEM - Characterization of polymer, single proteins, and oxidation states of elements** — •HEINER JAKSCH — Carl Zeiss NTS GmbH, 73447 Oberkochen, Germany

Below landing energies of 4 kV, the backscatter coefficient becomes non linear and drops with increasing atomic number stronger than that from elements with low atomic numbers. At a certain landing energy we see equilibrium of backscatter yield and no contrast. Chromium is at 1 kV landing energy brighter than Gold. Carbon will be brighter than Gold around 400 eV landing energy! Due to this fact and the problem, that the mean free path length of BSE electrons from low-density materials, such as proteins or polymers, becomes extremely small, we have introduced new technologies to visualize these low intensity signals coming from electrons with very small energy loss. The low loss BSE electrons are now introduced in SEM. To understand the new contrast mechanisms experiments with hybrids, polymers and all kinds of different oxidation states of elements were made and will be shown. Essential for the contrast at low landing energies is not any more the atomic number or density as contrast mechanism, but only the bonding structure of outer shell electrons or plasmon losses. To get the information from the electrons a double stage filtering is necessary. In the examples these results are explained with the hybridization of carbon as  $sp^2$  and  $sp^3$  hybrids and shown with imaging examples. These hybrids are responsible for the contrast in all polymer and protein. These hybrids are responsible for the contrast in all polymer and protein. In general we have to consider the bonding-/ ionization energy or plasmon losses and not the nucleus charge as source of the contrast. In the shown examples it will be proven that density rules or z-number contrast fail in explaining the observed contrast. Monte Carlo simulations also are unable to model the fine contrast mechanisms. The sensitivity of the technology is explained with the detection of a single protein (8nm) in virus marked with GFP. The detection concept is verified with quantum dots (GaAlAs) of known band-gap with 2.5eV and 4.8eV. What we see there is the resonance of a more or less free electron, replaced by the primary electrons. Such "free" electrons typically show extreme high contrast due to the very small energy loss when replaced by primary electrons. One can use this contrast mechanism to detect functional groups in polymers or as

described above, in fluorophors in live science. As an outlook the technology will be a big step forward for the characterization of anything in live science and material science.

1) Reimer L., Scanning electron microscopy 2nd Edition, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York 1998. 2) Jaksch H., Low Loss BSE imaging in a FE-SEM, Proceedings IMC 2010, Rio de Janeiro.

### MI 3.3 Mon 16:00 BEY 81

**TEM study on light induced crystallization of amorphous silicon** — •MARTIN SCHADE<sup>1</sup>, TEIMURAZ MCCHEDLIDZE<sup>2</sup>, MARTIN KITTLER<sup>2</sup>, and HARTMUT S. LEIPNER<sup>1</sup> — <sup>1</sup>Interdisziplinäres Zentrum für Materialwissenschaften, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, D-06099 Halle — <sup>2</sup>IHP/BTU Joint Lab, Konrad-Wachsmann-Allee 1, D-03046 Cottbus und IHP Microelectronics, Im Technologiepark 25, D-15236 Frankfurt (Oder)

HR-TEM and STEM-analytics have been carried out in order to characterize the influence of laser power during light induced crystallization (LIC) of amorphous silicon. Therefore, a 60 nm thick amorphous silicon layer and a 120 nm thick silicon dioxide cover layer have been deposited on quartz substrate by means of RPECVD. LIC was performed by treating the samples with a laser operating at a wavelength of 532 nm with a spot size of around  $1 \mu\text{m}^2$ . The laser power was varied in order to achieve different crystalline fractions which could be controlled by Raman-microscopy.

TEM cross-sections exhibit that at an optimal laser power large undulating, mono-crystalline grains are formed. Lower laser powers lead to mixtures of defect rich crystalline grains and nano-crystallites. A higher laser power results in an ablation process with a massive formation of silicon dioxide.

### MI 3.4 Mon 16:15 BEY 81

**Enhancing electron diffraction through precession** — •GIUSEPPE PAVIA<sup>1</sup>, LOIC PATOUT<sup>2</sup>, GERD BENNER<sup>1</sup>, and HARALD NIEBEL<sup>1</sup> — <sup>1</sup>Carl Zeiss NTS, Oberkochen, Germany — <sup>2</sup>ONERA, Paris, France

Nanostructures are often investigated in Transmission Electron Microscopy (TEM), and electron diffraction (ED) can be used to solve nanocrystals. Electrons interact very strongly with matter, and the diffracted intensities are highly dynamical. Precession Electron Diffraction (PED) is a recent technique delivering more kinematical diffraction patterns.

We have used an in column energy filtered TEM equipped with precession electron diffraction hardware, which allows working up to 3 deg precession angle, and energy filtering of the precession patterns. High Order Laue Zones, useful for space group symmetry determination and to enhance fine structure details, appear more clearly.

We have compared a microdiffraction pattern and a precession microdiffraction pattern performed along the orientation [010] of a sample TiSi<sub>2</sub> with a space group Fddd. For cubic systems, this orientation allows to distinguish the Bravais lattice and the presence of glide mirrors. We show that with precession, we conserve the distinction of the gap and the difference of periodicity between the ZOLZ and the FOLZ is improved.

#### References

1. Vincent R. and Midgley P., (1994) Ultramicroscopy 53 271

### MI 3.5 Mon 16:30 BEY 81

**Indentation-induced dislocations and cracks in GaN bulk crystals** — •INGMAR RATSHINSKI<sup>1</sup>, HARTMUT S. LEIPNER<sup>1</sup>, FRANK HEYROTH<sup>1</sup>, WOLFGANG FRÄNZEL<sup>2</sup>, and FRANK HABEL<sup>3</sup> — <sup>1</sup>Interdisziplinäres Zentrum für Materialwissenschaften, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Heinrich-Damerow-Straße 4, D-06120 Halle, Germany — <sup>2</sup>Institut für Physik, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Von-Danckelmann-Platz 3, D-06120 Halle, Germany — <sup>3</sup>Freiburger Compound Materials GmbH, Am Junger-Löwe-Schacht 5, D-09599 Freiberg, Germany

GaN bulk crystals with a density of in-grown dislocations in the mag-

nitude of  $10^6 \text{ cm}^{-2}$  have been deformed at room temperature using a Vickers indenter. The (0001) surface has been indented with loads in the range from 0.02 N to 4.90 N with two different orientations of the indenter. Dislocations and cracks at the indentations were observed by means of optical microscopy, scanning electron microscopy and cathodoluminescence. Dislocations occur at all indentations for

the loads used in the investigations. The dislocation arrangement corresponds to the symmetry of the indented surface. Higher loads lead to radial cracks at the corners of the indentations as well as lateral cracks beneath the surface. The crack system is determined predominantly by the symmetry and orientation of the indenter. Geometrical relations have been found between dislocations and cracks.

## MI 4: Poster: Microanalysis and Microscopy

Time: Monday 17:30–19:30

Location: P5

MI 4.1 Mon 17:30 P5

**Neues Verfahren zur Qualitätsüberwachung der Bulks von einkristallinen Turbinenschaufeln** — •JÜRGEN BAUCH, DIETMAR WÜNSCHE, FRANK HENSCHEL und HANS-JÜRGEN ULLRICH — Technische Universität Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaft, 01062 Dresden

Einkristalline Turbinenschaufeln kommen an den kritischsten Stellen einer Turbine zum Einsatz, also bei maximaler mechanischer und thermischer Beanspruchung. Aus diesem Grund bedarf es einer ausgereiften Qualitätsüberwachung. Bisher erfolgte diese durch LAUE-Aufnahmen oberflächennaher Bereiche beider Seiten der Schaufel und einer Röntgeninspektion des Bulks. Von den LAUE-Aufnahmen an den beiden Oberflächen wurde auf die Kristallgütigkeit im Bulk geschlossen. Dieser Schluss ist jedoch riskant. Das vorgestellte Verfahren dient zur Registrierung von Realstruktur-Informationen in massiven Kristallkörpern mittels harter Röntgenstrahlung, wobei auf dem Detektor (Röntgenflachdetektor, Film, Image-Plate) gleichzeitig und vom gleichen Probenvolumen sowohl eine röntgenschattenmikroskopische Abbildung makroskopischer Fehler und Strukturen (z.B. Lunker, Ausscheidungen, makroskopische Strukturen) als auch Beugungsreflexe harter Röntgenbremsstrahlung mit Informationen zur Kristallstruktur (z.B. Kristallorientierung, Verzerrungen, innere Spannungen) abgebildet werden. Mit diesem Verfahren können einkristalline und grobkristalline Proben mit einer Dicke von bis zu einigen Zentimetern in Durchstrahlung untersucht werden (Patent DE 10 2008 008 829 B4).

MI 4.2 Mon 17:30 P5

**Angular backscatter filtering with an immersion lens SEM** — •INGO GESTMANN<sup>1</sup>, BEN LICH<sup>1</sup>, LIBOR NOVAK<sup>2</sup>, ERIC BOSCH<sup>1</sup>, and LUBOS TUMA<sup>2</sup> — <sup>1</sup>FEI Company, Achterweg 5, 5600KA Eindhoven, The Netherlands — <sup>2</sup>FEI Company, Podnikatelska 6, 61200 Brno, Czech Republic

Over the last few decades the use of scanning electron microscopy (SEM) in the characterization of materials has shifted from the simple imaging case to a more complex, multi-modal imaging and analysis model, using the various signals that are available as a result of beam-specimen interactions. These signals can be collected simultaneously and even mixed in real time.

The value of using secondary electron (SE) imaging information in addition to backscattered electron (BSE) imaging, as well as the analytical possibilities such as energy dispersive spectroscopy (EDS), electron backscattered electron diffraction (EBSD) and wavelength dispersive spectroscopy (WDS) is widely recognised, but of growing importance is the ability to also differentiate different energy bands in SE and BSE signals, allowing us to extract even more information from the SEM image.

The detection efficiency of various angles of the BSE signal can be optimized using a magnetic immersion field in combination with stage bias. Experimental results can also be compared with simulations, to get a better understanding of the origin of signals and their correlation with specific features of the specimen.

MI 4.3 Mon 17:30 P5

**Intermetallic phase formation in the system aluminium–gold studied by EBSD** — •STEFAN SCHEIBE, BENJAMIN MÄRZ, ANDREAS GRAFF, and MATTHIAS PETZOLD — Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik IWMH, Halle, Deutschland

In the system aluminium–gold 5 stable intermetallic phases ( $\text{Al}_{11}\text{Au}_6$ ,  $\text{Al}\text{Au}$ ,  $\text{Al}\text{Au}_2$ ,  $\text{Al}_3\text{Au}_8$ ,  $\text{Al}\text{Au}_4$ ) exist. The combination of aluminium and gold is often used for wire bond interconnects in microelectronic devices. Intermetallic Al–Au phases are formed at the Al–Au bond interface of these interconnects and affect their reliability. To understand the possible failure mechanisms it is important to know which

phases are involved and where they are located.

In the study, two different sample types were used. To investigate phase formation in systems with excess of gold, Au wires were bonded on Al substrates. In contrast, Al wires were bonded on Au substrates to observe phase formation under excess of aluminium. After annealing at  $150^\circ\text{C}$  for different times, phase evolution was studied by EBSD. A metallographic preparation in combination with argon ion beam etching was developed to meet the requirements of the EBSD analysis. Pseudosymmetry, the similarity of diffraction patterns for different phases and the susceptibility to corrosion were specific challenges in this investigation. A precise phase differentiation with high spatial resolution was possible in most of the investigated cases. These results allow a better understanding of the Al–Au bonding mechanism as a function of the interface microstructure.

MI 4.4 Mon 17:30 P5

**Untersuchungen zum Phasenwachstum im Cu–Sn System** — •SIEGFRIED DÄBRITZ<sup>1</sup> und VOLKER HOFFMANN<sup>2</sup> — <sup>1</sup>Institut für Festkörperphysik, Technische Universität Dresden, 01062 Dresden — <sup>2</sup>Leibniz Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden, IFW Dresden e.V., Helmholtzstraße 20, 01069 Dresden

In mikroelektronischen Kontaktzonen werden bevorzugt Cu und Sn-Lote verwendet. Bei Betriebstemperaturen kommt es entsprechend dem parabolischen Zeitgesetz zur merklichen Diffusion der Elemente an den Kontaktstellen, wobei Sn als Lötwerkstoff eine zunehmende Bedeutung erlangt, seitdem Pb mehr und mehr aus dem Produktionsprozess ausschied. Für die Untersuchung der Diffusionsvorgänge im System Cu–Sn wurden Cu-Proben mit  $20 \mu\text{m}$  Sn beschichtet und anschließend 500 h sowie 1000 h bei  $473 \text{ K}$  unter Ar-Atmosphäre getempert. Der Wachstumsprozess der entstehenden intermetallischen Phasen  $\text{Cu}_3\text{Sn}(\epsilon)$  und  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5(\eta)$  wurde mit der optischen Glimmentladungsspektrometrie (GD-OES) untersucht und mit metallografischen Querschliffen verglichen. Das Intensitätsverhältnis der Linien  $\text{CuII}$  219.2 nm zu  $\text{SnI}$  317.5 nm wurde anhand der bekannten Zusammensetzung der intermetallischen  $\epsilon$ - und  $\eta$ -Phase kalibriert und ergab eine lineare Abhängigkeit. Für die Quantifizierung der GD-OES Tiefenprofile wurde aufgrund der temperaturbedingten Porosität nur die Konzentration für alle Schichten und die Schichtdicke der  $\epsilon$ -Phase berechnet. Die ermittelten Dicken der Sn-Schicht und der  $\eta$ -Phase weichen systematisch zu kleineren Werten ab, da das verwendete Modell kompakte Festkörper voraussetzt. Die Autoren danken G. Sadowski für die elektrolytische Beschichtung und A. Weckbrodt für die Präparation der metallografischen Querschliffe.

MI 4.5 Mon 17:30 P5

**Simulation des Intensitätsverlaufs für eine neue Methode zum Nachweis von Antiphasengrenzen mittels Pseudo-Kessel-Verfahren an kompakten Proben im REM** — •ENRICO LANGER und SIEGFRIED DÄBRITZ — Technische Universität Dresden, Institut für Festkörperphysik, 01062 Dresden, Deutschland

Ausgangspunkt sind eigene experimentelle Beobachtungen zum Einfluß von Stapelfehlern auf Pseudo-Kessel-Röntgeninterferenzen in Rückstrahlrichtung. Diese Ergebnisse an Stapelfehlern können direkt auf Antiphasengrenzen (APG) übertragen werden, da man diese APG als einen speziellen Stapelfehler betrachten kann. Anstatt einer Phasenverschiebung von  $\alpha = \pm \frac{2\pi}{3}$  für intrinsische bzw. extrinsische Stapelfehler muß für Antiphasengrenzen eine Phasenverschiebung von  $\alpha = \pm \pi$  ( $\pi$ -Defekt) berücksichtigt werden. Aufgrund der Gemeinsamkeit einer Beugung auf Bragg-Linien besteht eine Analogie zwischen Weitwinkel-Röntgenbeugung im divergenten Strahl und der Weitwinkel-Elektronenbeugung im konvergenten Strahl (LACBED, Tanaka-Pattern) in der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM). Die Betrachtungen in der TEM [1] bilden die Grundlage für ein theoretisches Modell zu den geometrisch komplizierten Weitwinkel-Bragg-

Kurven bei der divergenten Röntgenbeugung im Rasterelektronenmikroskop (REM). Mittels kinematischer Beugungstheorie wurden die Rocking-Kurven für einen Idealkristall ( $\alpha = 0$ ) und einen Kristall mit einer Antiphasengrenze berechnet und gegenübergestellt. Im Ergebnis von dreidimensionalen Intensitätsberechnungen ist unter günstig gewählten geometrischen Aufnahmeparametern bei röntgenographischen Weitwinkel-Kurven eine deutliche Aufspaltung des Beugungsmaximums in zwei Maxima mit gleicher Intensität zu erwarten.

[1] J. P. Morniroli et al., Ultramicroscopy 98 (2003) 9-26.

MI 4.6 Mon 17:30 P5

**Nutzung des Effektes der geführten Transmission zur Abbremsung und Kompression von Ionenstrahlen im  $\mu\text{m}$  Bereich** — •MARTIN KRELLER und GÜNTHER ZSCHORNACK — Technische Universität Dresden, Fachrichtung Physik, Helmholtzstraße 10, 01062 Dresden

Der Effekt der geführten Transmission von geladenen Teilchen durch nichtleitende Kapillaren [1] ist Gegenstand aktueller Untersuchungen

verschiedener Forschergruppen. Wir berichten über Experimente zur Transmission von  $\text{Ar}^{12+}$  durch eine sich verjüngende Glaskapillare, wobei der Ionentransmission bei gleichzeitiger Abbremsung des Ionenstrahls besondere Aufmerksamkeit gewidmet wurde. In den Experimenten besitzt die Öffnung der verwendeten Kapillaren an der Strahlaustrittsseite einen Durchmesser im  $\mu\text{m}$ -Bereich.

Über einen Potentialunterschied zwischen Kapillareingang und -ausgang wird der Ionenstrahl beim Durchlaufen der Kapillare abgebremst und durch den konischen Verlauf der Kapillare komprimiert. Dabei verhindert die Ausbildung lokaler Ladungsfelder auf der Glaskapillaroberfläche das Divergieren und die Umladung des Ionenstrahls. Wir präsentieren Ergebnisse zur Ionentransmissionswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit vom Abbremspotential, Messungen zur Divergenz des abgebremsten Ionenstrahls und geben Werte für gemessene Strahlkompressionsverhältnisse an.

[1] N. Stolterfoht, J. H. Bremer, V. Hoffmann, R. Hellhammer, D. Fink, A. Petrov, and B. Sulik. Physical Review Letters, 88(13):133201, 2002.

## MI 5: X-Ray Spectrometry and Tomography

Time: Tuesday 9:30–12:45

Location: BEY 81

### Invited Talk

MI 5.1 Tue 9:30 BEY 81

**Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen** — •GÜNTHER ZSCHORNACK — Technische Universität Dresden, Fachbereich Physik, Dresden

Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen ist von grundlegendem Interesse für basisphysische Untersuchungen bis hin zur Gewinnung spezieller Atomdaten für die Fusionsforschung, Metrologie und Astrophysik. Mit der Verfügbarkeit von EBIS/EBIT-Ionenquellen sind hervorragende Voraussetzungen für die energie- und wellenlängendiffusive Spektrometrie von Röntgenstrahlung aus Prozessen der Direkten Anregung, der Strahlenden Rekombination und der Dielektronischen Rekombination gegeben. An Hand ausgewählter Resultate berichten wir über spektroskopische Messungen an wasserstoff- bis neonähnlichen Fe-, Ar-, Kr- und Xe-Ionen, welche in hochdichten Elektronenstrahlen erzeugt wurden. Neben klassischer Röntgenspektroskopie wurde zeitaufgelöst die Röntgenstrahlung bei fortschreitender Ionisation in der Ionenfalle von EBIS/T vermessen und ausgewertet. Darüber hinaus werden Beispiele für die Röntgenemission bei der Wechselwirkung hochgeladener Ionen mit Festkörperoberflächen diskutiert. Der Vortrag gibt eine Übersicht über verschiedene relevante spektroskopische Techniken und zeigt Möglichkeiten, wie die Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen der Gewinnung grundlegender physikalischer Erkenntnisse dient.

MI 5.2 Tue 10:15 BEY 81

**Feinfokussierte Strahlen von hochgeladenen Ionen (HCl-FIB)** — •MIKE SCHMIDT<sup>1</sup>, GÜNTHER ZSCHORNACK<sup>2</sup>, VLADIMIR PETROVICH OVSYANNIKOV<sup>1</sup> und JAQUES GIERAK<sup>3</sup> — <sup>1</sup>DREEBIT GmbH, Dresden, Deutschland — <sup>2</sup>TU Dresden, Dresden, Deutschland — <sup>3</sup>LPN/CNRS, Marcoussis, Frankreich

Die DRESDEN EBIS/T Plattformtechnologie umfasst kompakte bei Raumtemperatur betriebene Elektronenstrahlionenquellen/-fallen (engl.: Electron Beam Ion Sources/Traps, EBIS/T) aber auch eine neue flüssighelium-freie supraleitende EBIS. Diese Quellen eignen sich für zahlreiche Anwendungsfelder. In diesem Beitrag geben wir einen Überblick über aktuelle Aktivitäten zur Erzeugung feinfokussierter Strahlen hochgeladener Ionen. Wir stellen eine FIB-Lösung für Sub-Mikrometer Strahlen von Edelgasionen und zahlreichen anderen Spezies hochgeladener Ionen vor. Ein entsprechender Prototypenaufbau wurde entwickelt und in Betrieb genommen. Der Aufbau besteht aus einer modifizierten Dresden EBIS, einer FIB-Säule und einer Targetkammer zur Modifikation und Untersuchung verschiedener Proben. Die Targetkammer ist mit einem Probentransfersystem, einem Probenhalter, einem Probenpositioniertisch und einem Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) bzw. einem Laufzeitsekonduktionsspektrometer (TOF-SIMS) zur Oberflächenanalyse bzw. zur Elementenanalyse ausgestattet. Erste Experimente wurden durchgeführt und werden präsentiert. Diese Arbeit wird unterstützt vom EFRE Fund der EU und dem Freistaat Sachsen (Projects 12321/2000 and 12184/2000).

MI 5.3 Tue 10:30 BEY 81

**Hochauflösende Elektronenstrahlmikroanalyse im Submikrometerbereich** — •JÜRGEN BÖRDER — JEOL (Germany) GmbH, Oskar-von-Miller-Str. 1A, 85386 Eching

Die Zusammensetzung von Festkörpern ist auf vielen wissenschaftlichen Gebieten eine wichtige Information. Bisher konnten die benötigten Informationen durch Elektronenstrahlmikrosonden ausreichend beantwortet werden. Die hierbei erreichte laterale Auflösung bewegte sich, je nach Zusammensetzung und Beschleunigungsspannung, bei ca. 1  $\mu\text{m}$ .

Aufgrund immer kleiner werdender Strukturen versuchte man, unter entsprechenden Bedingungen, die Informationen unter 1  $\mu\text{m}$  mit einem Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop und EDS zu erhalten. Bei geringen Anregungsspannungen von 6-8keV konnte die laterale Auflösung erreicht werden. Jedoch ließen sich aufgrund der schlechten Energiedauflösung nur wenige Fragestellungen damit lösen.

Einen neuen Ansatz lieferte die Elektronenstrahlmikrosonde mit Thermischem Feldemitter. Bei dieser Anordnung verbindet man den hohen Strahlstrom bei kleinem Strahldurchmesser mit der guten spektralen Auflösung von Kristallspektrometern. Dadurch wurde eine Ortsauflösung von 200nm erreicht.

MI 5.4 Tue 10:45 BEY 81

**Untersuchungen des Titan / Titankeramik - Verbundes unter besonderer Berücksichtigung von EDX - Analysen** — •GERT RICHTER<sup>1</sup>, ALEXANDER SCHUBERT<sup>1</sup>, HEIKE MEISSNER<sup>1</sup>, URSULA RANGE<sup>2</sup>, KLAUS BÖNING<sup>1</sup>, BERND REITEMEIER<sup>1</sup>, ENRICO LANGER<sup>3</sup> und SIEGFRIED DÄBRITZ<sup>3</sup> — <sup>1</sup>Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik, TU Dresden, Fetscherstraße 74, 01307 Dresden — <sup>2</sup>Institut für Medizinische Informatik und Biometrie, TU Dresden, Fetscherstraße 74, 01307 Dresden — <sup>3</sup>Institut für Festkörperphysik, TU Dresden, Helmholtzstraße 10, 01069 Dresden

Titan hat sowohl in der Implantologie als auch in der prothetischen Versorgung mit Kronen und Brücken Bedeutung erlangt. Die Haftfestigkeit der aufgebrannten Keramik entspricht nicht immer den geforderten Kriterien. Mit Hilfe von speziellen Verfahren zur Diffusion von Silizium im Titan kann die Haftfestigkeit deutlich verbessert werden. Für die vorgestellten Untersuchungen wird das Magnetronputtern zur Erzeugung von amorphen TiSi- Schichten unterschiedlicher Zusammensetzung als Träger des Silizium genutzt. Die Festigkeit des Verbundes kann bis zu 60% gegenüber einer konventionellen Keramikbeschichtung gesteigert werden. Mittels EDX- Messungen werden Verteilungsprofile der Elemente unterschiedlicher Behandlungen in der Übergangszone Titan/Keramik erstellt und damit die Festigkeitssteigerung interpretiert.

MI 5.5 Tue 11:00 BEY 81

**Mikro-Röntgenfluoreszenz - Alternative oder Ergänzung zur Elektronenstrahlmikroanalyse?** — •MICHAEL HASCHKE, ULRICH WALDSCHLÄGER, UWE ROSSEK und ROALD TAGLE — Bruker Nano, 12489 Berlin, Deutschland

Mit der Verfügbarkeit von Röntgenoptiken wurde die Elementanalytik

mit Hilfe der Röntgenfluoreszenz-Spektroskopie auch für kleine Probenareale möglich. Die Konzentration der anregenden Strahlung mit Hilfe von Kapillaroptiken sichert eine ausreichend hohe Anregungsintensität, um auch von kleinen Probenflächen hohe Fluoreszenzintensitäten zu gewinnen. Damit steht die  $\mu$ -RFA im Wettbewerb zur Elektronenstrahl-Mikroanalyse. Dabei haben beide Methoden ihre speziellen Vorteile. Die Ortsauflösung wird wesentlich durch die Spotgrößen der anregenden Strahlung bestimmt. Diese ist durch die Fokussierbarkeit der Elektronen bei der Elektronenstrahl-Mikroanalyse deutlich besser. Andererseits ist die Empfindlichkeit für den Spurenachweis bei einer Anregung mit Röntgenstrahlung deutlich besser. Ein anderes Merkmal ist die Informationstiefe, die sich bei beiden Methoden unterscheidet und damit die möglichen Applikationen beeinflusst. Diese Parameter sowie auch die Bedingungen für die Messvorbereitung und -durchführung werden im Vortrag untersucht und deren Einfluss auf die analytische Leistungsfähigkeit diskutiert. Anhand von Beispielen werden die Möglichkeiten der Mikro-Röntgenfluoreszenz bei der Materialcharakterisierung vorgestellt.

### 15 min. break

MI 5.6 Tue 11:45 BEY 81

**Sequential femtosecond X-ray imaging** — CHRISTIAN M. GÜNTHER<sup>1,2</sup>, •BASTIAN PFAU<sup>1,2</sup>, ROLF MITZNER<sup>2,3</sup>, BJÖRN SIEMER<sup>3</sup>, SEBASTIAN ROLING<sup>3</sup>, HELMUT ZACHARIAS<sup>3</sup>, OLIVER KUTZ<sup>2</sup>, IVO RUDOLPH<sup>2</sup>, ROLF TREUSCH<sup>4</sup>, and STEFAN EISEBITT<sup>1,2</sup> — <sup>1</sup>TU Berlin, Institut für Optik und Atomare Physik, Hardenbergstr. 36, 10623 Berlin — <sup>2</sup>Helmholtz-Zentrum Berlin GmbH, A.-Einstein-Str. 15, 12489 Berlin — <sup>3</sup>Universität Münster, Physikalisches Institut, 48149 Münster — <sup>4</sup>HASYLAB at DESY, Notkestraße 85, 22607 Hamburg, Germany

Recording a *molecular movie* featuring atomic spatial resolution on the femtosecond timescale set by atomic motion can be considered as the ultimate goal of dynamic real-space imaging. Free-electron x-ray lasers with their (sub)nanometer wavelength, femtosecond pulse duration and high brilliance fuel the hope that this may ultimately become possible. Here, we demonstrate a holographic imaging approach capable of recording two independent images at variable delay times between 15 fs and 15 ps. A soft-x-ray beamsplitter allows to perform a Fourier Transform holography experiment in a cross-beam setup. The two resulting holograms with inherent time difference are superimposed on the CCD detector. During the reconstruction process the images are separated in space. The concept overcomes the readout time limitations of 2D area detectors.

MI 5.7 Tue 12:00 BEY 81

**The nano tomography setup at the HZG imaging beamline at PETRA III** — •MALTE OGURRECK, ASTRID HAIBEL, FELIX BECKMANN, FABIAN WILDE, MARTIN MÜLLER, and ANDREAS SCHREYER — HZG, Geesthacht, Germany

The new PETRA III synchrotron storage ring at DESY in Hamburg achieves a very high brilliance in combination with an extremely low emittance of 1 nmrad. These unique beam characteristics open new chances for many scientific fields, including several imaging applications. The Imaging Beamline IBL at PETRA III, operated by the HZG (Helmholtz-Zentrum Geesthacht), is dedicated to tomography and provides two endstations, one for micro tomography and one for nano tomography.

Here, we present the setup concept for the nanotomography endstation. The technical specifications will aim for 3D imaging with a spatial resolution of below 100 nm. This nanometer resolution will be achieved by using different combinations of compound refractive lenses as X-ray optics. In addition a microscopic optic for magnifying the images after the converting in visible light will be used, too. The overall setup is designed to be very flexible, which allows also the implementation of other optical elements (e.g. Fresnel zoneplates, KB mirrors) as well as the application of different magnifying techniques like cone-beam tomography or a X-ray microscopy.

MI 5.8 Tue 12:15 BEY 81

**X-ray nano-tomography and nano-spectroscopy with the HZB X-ray microscope** — •PETER GUTTMANN, STEFAN REHBEIN, STEPHAN WERNER, and GERD SCHNEIDER — Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, Wilhelm-Conrad-Röntgen-Campus, Albert-Einstein-Str. 15, 12489 Berlin, Germany

The HZB X-ray microscope at the undulator beamline U41 at BESSY II is a unique setup allowing cryo-tomography of biological samples to reveal 3D ultra-cellular structures without staining or sectioning of the samples [1]. Flat sample holders can be used which allows the investigation of e.g. adherent mammalian cells. The resolution for tomographic data sets of real biological samples was determined to 36 nm (Rayleigh criterion). For 2D images 11 nm lines and spaces can be resolved by using a higher order of the zone plate objective for imaging. Furthermore, due to the available monochromaticity of up to 10000 spectromicroscopy of nano-sized particles were performed with this full-field X-ray microscope. For creating NEXAFS spectra image stacks with about 10  $\mu\text{m}$  x 10  $\mu\text{m}$  field of view containing a lot of nano-particles for statistics in less than 2 hours were accomplished. The setup and characteristics of the x-ray microscope are described. Results in the field of biology and material sciences are presented.

Reference: [1] Schneider et al., Nat. Methods 7 (2010), 985-987

MI 5.9 Tue 12:30 BEY 81

**Development of high energy spin-resolved photoelectron spectroscopy technique for the exploration of novel functional materials for spintronic applications** — •G. STRYGANYUK<sup>1</sup>, E. IKENAGA<sup>2</sup>, X. KOZINA<sup>1</sup>, T. SUGIYAMA<sup>2</sup>, K. KOBAYASHI<sup>3</sup>, K. INOMATA<sup>4</sup>, A. GLOSKOVSKII<sup>1</sup>, G. SCHOENHENSE<sup>1</sup>, G. FECHER<sup>1</sup>, and C. FELSER<sup>1</sup> — <sup>1</sup>Johannes Gutenberg - University, Mainz, Germany — <sup>2</sup>Japan Synchrotron Radiation Research Institute, SPring-8, Hyogo, Japan — <sup>3</sup>National Institute for Materials Science, SPring-8, Hyogo, Japan — <sup>4</sup>NIMS, Tsukuba 305-0047, Japan

Growing interest in search and development of spintronic materials requires spin resolved studies of their electronic structure. We report on the development of spin-resolved HAXPES technique which is under the implementation at BL47XU beamline of SPring-8. Spin-resolved HAXPES technique is facilitated by a combination of Scienta R-4000-10keV hemispherical analyzer with new spin detector based on Spin-Polarized Low Energy (104.5 eV) Electron Diffraction (SPLEED) at W(100) surface. Spin-resolution efficiency of the detection system has been tested with secondary spin-polarized electrons from exchange-biased CoFe thin film on top of IrMn antiferromagnetic layer. The throughput of SPLEED detector has been improved via optimization of electron focusing. This improvement enabled the increase of resolution and spin-resolved measurements for valence states with a countrate of about 20-50 cps.

This work is financially supported by DFG-JST (FE633/6-1).