

Doctoral thesis / *Dissertation*

for the doctoral degree / *zur Erlangung des Doktorgrads*

Doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

Laboratory Based Nano Computed Tomography
with Higher Photon Energy for Materials Characterization and
Semiconductor Analysis in Simulation and Practical Application

*Laborbasierte Nano-Computertomographie mit hoher Energie
für die Materialcharakterisierung und Halbleiterprüfung
in Simulation und Anwendung*



Submitted by / *Vorgelegt von*

Dominik Dennis Müller

from / *aus*

Würzburg

Würzburg, 2022

Submitted on / *Eingereicht am*: **30.03.2022**

Members of thesis committee / *Mitglieder des Promotionskomitees*

Chairperson / *Vorsitz*:

Prof. Dr. Matthias Bode

1. Reviewer and Examiner / *1. Gutachter und Prüfer*:

Prof. Dr. Simon Zabler, TH Deggendorf

2. Reviewer and Examiner / *2. Gutachter und Prüfer*:

Prof. Dr. Peter Jakob, Universität Würzburg

3. Examiner / *3. Prüfer*:

Prof. Dr. Randolf Hanke, Universität Würzburg

4. Examiner / *4. Prüfer*:

Dr. habil Torsten Staab, Universität Würzburg

5. Examiner / *5. Prüfer*:

Prof. Dr. Matthias Kadler, Universität Würzburg

.....
Day of thesis defense / *Tag des Promotionskolloquiums*: **20.01.2023**

Abstract

Various concepts of X-ray microscopy have become established in laboratories. Nowadays, they allow insightful analysis of a wide range of sample systems. In this context, "laboratory scale" refers to the analytical methods that operate as a stand-alone instrument. They are independent from beam generation at a large-scale synchrotron research facility with a kilometer-sized electron storage ring. Many of the technical innovations in the laboratory are transferred techniques developed at the synchrotron. Others are based on the continuous further development of previously established concepts. By itself, resolution is not decisive for the specific suitability of a microscopy system in general. The energy spectrum used for imaging should also be matched to the specimen and a tomography system must be able to preserve the imaging performance for 3D images.

After an overview of different X-ray microscopy techniques, this work examines how source-based nano-CT in projection magnification is a promising technology for materials analysis. Here, higher photon energies can be used than in competing approaches as required by more absorbent samples for examination, such as those with a high metal content. The core component limiting resolution and performance in an otherwise ideal CT device is the X-ray source used. The greatest leaps in imaging performance can be expected through design innovations in the X-ray source. Therefore, In the course of this work, it is discussed when brilliance is and is not an appropriate measure to evaluate the performance of X-ray sources, what difficulties practical measurement is subject to and how this affects the comparability of values. Monte Carlo simulations show how the brilliance of different designs on X-ray sources can be theoretically determined and compared, and this is demonstrated by the example of three modern concepts of X-ray sources, which can be used for microscopy. Next, this thesis considers the limits of the performance of transmission X-ray sources. Using the coupled simulation of a nano focus X-ray source based on Monte Carlo and FEM methods, this thesis investigates whether established literature models are still applicable to these modern source designs. The simulations are then used to derive a new way to determine the performance limits for nano focus X-ray sources and the advantage of modern targets made of multiple layers.

Then, a new laboratory-scale nano-CT device based on the nano focus X-ray source and projection magnification is theoretically discussed before it is presented with an evaluation of its performance. It is specifically designed to enable high-resolution measurements on material systems in 3D, which were not feasible with previous methods as they were limited by a lack of resolution or energy. Therefore, the practical performance of the device can finally be validated on real samples and issues from materials science and semiconductor inspection. The shown measurements of defects in automotive microchips in this way were not previously possible.

Zusammenfassung

Verschiedene Konzepte der Röntgenmikroskopie haben sich mittlerweile im Labor etabliert und ermöglichen heute aufschlussreiche Einblicke in eine Vielzahl von Probensystemen. Der „Labormaßstab“ bezieht sich dabei auf Analysemethoden, die in Form von einem eigenständigen Gerät betrieben werden können. Insbesondere sind sie unabhängig von der Strahlerzeugung an einer Synchrotron-Großforschungseinrichtung und einem sonst kilometergroßen Elektronenspeicherring. Viele der technischen Innovationen im Labor sind dabei ein Transfer der am Synchrotron entwickelten Techniken. Andere wiederum basieren auf der konsequenten Weiterentwicklung etablierter Konzepte. Die Auflösung allein ist dabei nicht entscheidend für die spezifische Eignung eines Mikroskopiesystems im Ganzen. Ebenfalls sollte das zur Abbildung eingesetzte Energiespektrum auf das Probensystem abgestimmt sein. Zudem muss eine Tomographieanlage zusätzlich in der Lage sein, die Abbildungsleistung bei 3D-Aufnahmen zu konservieren.

Nach einem Überblick über verschiedene Techniken der Röntgenmikroskopie konzentriert sich die vorliegende Arbeit auf quellbasierte Nano-CT in Projektionsvergrößerung als vielversprechende Technologie zur Materialanalyse. Hier können höhere Photonenenergien als bei konkurrierenden Ansätzen genutzt werden, wie sie von stärker absorbierenden Proben, z. B. mit einem hohen Anteil von Metallen, zur Untersuchung benötigt werden. Das bei einem ansonsten idealen CT-Gerät auflösungs- und leistungsbegrenzende Bauteil ist die verwendete Röntgenquelle. Durch konstruktive Innovationen sind hier die größten Leistungssprünge zu erwarten. In diesem Zuge wird erörtert, ob die Brillanz ein geeignetes Maß ist, um die Leistungsfähigkeit von Röntgenquellen zu evaluieren, welchen Schwierigkeiten die praktische Messung unterliegt und wie das die Vergleichbarkeit der Werte beeinflusst. Anhand von Monte-Carlo-Simulationen wird gezeigt, wie die Brillanz verschiedener Konstruktionen an Röntgenquellen theoretisch bestimmt und miteinander verglichen werden kann. Dies wird am Beispiel von drei modernen Konzepten von Röntgenquellen demonstriert, welche zur Mikroskopie eingesetzt werden können. Im Weiteren beschäftigt sich diese Arbeit mit den Grenzen der Leistungsfähigkeit von Transmissionsröntgenquellen. Anhand der verzahnten Simulation einer Nanofokus-Röntgenquelle auf Basis von Monte-Carlo und FEM-Methoden wird untersucht, ob etablierte Literaturmodelle auf die modernen Quellkonstruktionen noch anwendbar sind. Aus den Simulationen wird dann ein neuer Weg abgeleitet, wie die Leistungsgrenzen für Nanofokus-Röntgenquellen bestimmt werden können und welchen Vorteil moderne strukturierte Targets dabei bieten.

Schließlich wird die Konstruktion eines neuen Nano-CT-Gerätes im Labormaßstab auf Basis der zuvor theoretisch besprochenen Nanofokus-Röntgenquelle und Projektionsvergrößerung gezeigt, sowie auf ihre Leistungsfähigkeit validiert. Es ist spezifisch darauf konzipiert, hochauflösende Messungen an Materialsystemen in 3D zu ermöglichen, welche mit bisherigen Methoden limitiert durch mangelnde Auflösung oder Energie nicht umsetzbar waren. Daher wird die praktische Leistung des Gerätes an realen Proben und Fragestellungen aus der Materialwissenschaft und Halbleiterprüfung validiert. Speziell die gezeigten Messungen von Fehlern in Mikrochips aus dem Automobilbereich waren in dieser Art zuvor nicht möglich.

Vorwort

Die Röntgenmikroskopie erlaubt die Untersuchung verschiedenster Proben mit Auflösungen im Mikro- und zum Teil sogar Nanometerbereich. Durch die spezifische Eigenschaft der Röntgenstrahlung Materie zu durchdringen, werden mikroskopische Einblicke in das Innenleben der Proben ermöglicht, ohne diese zu zerstören. Durch den Einsatz von Tomographietechniken sogar in 3D. Eine große Bandbreite an naturwissenschaftlichen Disziplinen setzt daher mit erheblichen Interesse diese Technologie zur Forschung ein. Als Beispiele seien die Biologie, Kristallographie, Materialentwicklung oder die Elektronikanalyse genannt.

Das Fachgebiet der Röntgenmikroskopie spaltet sich prinzipbedingt in zwei große Lager, welche auf den einschlägigen Konferenzen aufeinandertreffen: Auf der einen Seite stehen Entwickler und Anwender der Röntgenmikroskopie-Methoden an Synchrotron-Großforschungseinrichtungen. Die dort beheimateten kilometergroßen Elektronenspeicherringe ermöglichen die Erzeugung von intensiver Röntgenstrahlung. Mit diesem hoch brillanten Röntgenlicht können dort fortschrittlichste Mikroskopiemethoden entwickelt werden, welche die Untersuchung der Proben mit höchster Auflösung ermöglicht. Gleichzeitig ist der Zugang zu diesen dort beheimateten Instrumenten jedoch stark limitiert. Weltweit existiert etwa eine zweistellige Zahl an synchrotronbasierten Instrumenten zur Röntgenmikroskopie. Die meisten davon mit einem spezifischen Anwendungsgebiet (basierend auf eingesetzter Methodik oder Photonenenergie). Die Nachfrage nach Analysen an diesen Instrumenten ist weit höher als das Angebot. So erfordert der Zugang für interessierte Wissenschaftler ein langwieriges Antragsverfahren mit ungewissen Erfolgsaussichten.

Die zweite Fraktion in der Röntgenmikroskopie besteht aus Entwicklern und Anwendern von laborbasierten Methoden, also eigenständigen Geräten, die Platz in einer beliebigen Forschungseinrichtung finden können. Diese Labormethoden unterliegen der wesentlich niedrigeren zur Verfügung stehenden Strahlleistung aus einer Röntgenquelle anstelle der Synchrotronstrahlung. Dies erfordert daher einen weitaus effizienteren Umgang mit der verfügbaren Strahlung. Obwohl im Labor durchaus Technologien eingesetzt werden, die ursprünglich am Synchrotron entwickelt wurden, benötigen sie spezifische Anpassungen, da sich auch das Energiespektrum der Strahlung erheblich unterscheidet. Die Labormethoden unterliegen mit der möglichen Auflösung den Synchrotroninstrumenten etwa um eine Größenordnung. Der Charme ist jedoch der wesentlich einfachere Zugang zu diesen Methoden, indem ein solches Gerät bei Bedarf in nahezu jedem Labor Platz findet. Dort ermöglicht die Röntgenmikroskopie einmalige Einblicke in Probensysteme, wie sie oft mit keiner alternativen Untersuchungsmethode möglich wären.

Ein Kernfragment dieser Arbeit ist die Excillum NanoTube, eine neue transmissionsbasierte Röntgenquelle mit einem Nanofokus-Spot. Auf Basis dieser neuartigen Röntgenquelle konnte im Verlauf dieser Arbeit ein neues Gerät zur Computertomographie im Labor entwickelt werden, welches bisher etablierte Systeme in einer Vielzahl von Anwendungen leistungsmäßig übertrifft, was in den beiden letzten Kapiteln dieser Arbeit praktisch validiert wird. Die Röntgenquelle und das darauf basierende System wurden im zeitlichen Verlauf der Arbeit mehrfach zu weiter gesteigerter Leistung auf- und umgerüstet, was sich prinzipiell zu drei Gerätegenerationen zusammenfassen lässt.

Der Beginn dieser Arbeit gibt zuerst einen Überblick über die verschiedenen Methoden der Röntgenmikroskopie. Neben der technischen Beschreibung wird dabei auch versucht die damit verbundenen Begrifflichkeiten einzuordnen. Die folgenden Kapitel betrachten das Grundprinzip der NanoTube und einige alternative Konzepte. Anhand von hoch detaillierten Simulationen wird untersucht, wie diese zur Röntgenmikroskopie eingesetzten Quellen charakterisiert werden können und speziell, wie sie auf Basis dieser Simulationen weiterentwickelt werden können. Dazu betrachtet diese Arbeit auch intensiv die thermischen Verhältnisse bei der Röntgenstrahlerzeugung und vergleicht existierende Literaturmodelle. Abschließend zeigt die Arbeit, wie darauf aufbauend das Nano-CT-Gerät gebaut und charakterisiert wurde, welches anschließend auf seine praktische Leistung validiert werden konnte. Hierbei basieren Kapitel 5 und 6 auf der Veröffentlichung:

D. Müller et al., *Laboratory-Based Nano-Computed Tomography and Examples of Its Application in the Field of Materials Research*. *Crystals*, **11**, 6, pp. 677/1-14, 2021, doi: 10.3390/cryst11060677.

Kapitel 7 basiert auf:

D. Müller et al., *Nano-CT imaging of electrically stressed power device metallization*. *2021 IEEE International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits (IPFA)*, 2021, pp. 21488923/1-7, doi: 10.1109/IPFA53173.2021.9617279.

sowie der wiederum darauf aufbauenden Publikation:

D. Müller et. al., *Characterization of electrically stressed power device metallization using Nano-CT imaging*. *Elsevier Microelectronics Reliability*. **135**, pp. 114589/1-15, 2022, doi: 10.1016/j.microrel.2022.114589.

Eine vollständige Publikationsliste befindet sich im Anhang dieser Arbeit.

Inhalt

1	Laborbasierte Röntgenmikroskopie	1
1.1	Konzepte der Röntgenmikroskopie	2
1.2	Röntgenmikroskopie?	8
1.3	Motivation und Zielsetzung	9
2	Röntgenstrahlung, CT und Monte-Carlo	12
2.1	Röntgenstrahlung und Röntgenstrahlerzeugung	13
2.2	Schwächung bei Materiedurchgang	15
2.3	Computertomographie	16
2.4	Vergrößerung und Auflösung projektionsbasierter Systeme	17
2.5	Grundlagen MC Simulationen	20
3	Brillanz moderner Laborröntgenquellen	24
3.1	Die Bewertung der Helligkeit und Brillanz von Röntgenquellen	25
3.2	Brennfleckgröße und Brennfleckbestimmung	27
3.3	Theoretische Beschreibung und Zusammenhang der Brennfleckgröße mit der Modulationsübertragungsfunktion	28
3.4	„Mittlere Brillanz“	34
3.5	Simulation von Brillanzen moderner Laborquellen zur Röntgenmikroskopie	35
3.6	Einordnung der Brillanzen	49
4	Entwicklung eines Modells zur thermischen Simulation von Nanofokus-Transmissionstargets	52
4.1	Einführung	53
4.2	Literaturüberblick	53
4.3	Ein Modell für die Wärmeeintragszone	56
4.4	Thermische Simulationen eines Multilayertargets in einer Nanofokus-Röntgenquelle	77
4.5	Auswertung der „idealen“ Photonen-PSF	88
4.6	Das thermische Limit und der Einfluss auf die Brillanz	91
4.7	Prozesse beim Versagen des Multilayertargets	94
4.8	Fazit	97
5	Die ntCT - ein neues Gerät zur hochauflösenden Materialcharakterisierung mittels Nano-CT	100
5.1	Beschreibung des Aufbaus	101
5.2	Validierung der Auflösung	103
5.3	Weitere Charakterisierung	106

5.4	Probenvorbereitung	113
6	Praktische Anwendung I: Materialcharakterisierung	116
6.1	Untersuchung eines Multilayer V-NAND Speichers	117
6.2	Aktive Phase der Elektrode eines Lithium-Ionen Akkumulators	120
6.3	Hoch partikelgefülltes Elastomer als modernes Designmaterial	122
6.4	Fazit	125
7	Praktische Anwendung II: Leistungselektronik	126
7.1	Einführung	127
7.2	Herausforderungen an die Nano-CT Analyse	128
7.3	Aufbau der untersuchten Leistungshalbleiter	129
7.4	Ergebnisse	131
7.5	Zusammenfassung	137
8	Fazit - Neue Entwicklungen in der laborbasierten Röntgenmikroskopie	140
-	Referenzen	142
-	Anhang	155



1 Laborbasierte Röntgenmikroskopie

Das Schleifen von Glaslinsen ist eine seit tausenden Jahren fest etablierte Handwerkskunst in der Menschheitsgeschichte.¹ So ist es nicht verwunderlich, dass diese Technik bis heute bereits soweit perfektioniert wurde, um aus Glaslinsen Mikroskope für optisches Licht zu bauen, deren Auflösung nur durch die physikalischen Grenzen des Lichts beschränkt ist. Aus dem von Ernst Abbe aufgestellten und nach ihm benannten Limit ist das Auflösungsvermögen von wellenoptischen Systemen durch Beugung begrenzt auf die Größenordnung der betrachteten Wellenlänge (stark vereinfacht formuliert).² Für optisches Licht entspricht das also dem Bereich weniger hundert Nanometer.

Relativ zum Zeitrahmen der Glaslinsen ist die Entdeckung „eine[r] neue[n] Art von Strahlung“³ durch Wilhelm Conrad Röntgen 1895 an der hiesigen Institution geradezu neu. Die ersten Mikroskope, welche auf der Bildgebung mit Röntgenstrahlung basieren⁴, sind sogar erst seit den 1950er Jahren bekannt (und das auch nur in einfacher Durchstrahlungsgeometrie). Entsprechend ist die Forschung auf diesem Gebiet noch lange nicht an einem vergleichbaren Punkt der Auflösungsbegrenzung angekommen. Für Röntgenstrahlung lässt sich dies allerdings auch nicht im gleichen Maße verallgemeinern, da sich die Wellenlängen (je nach Definition der Grenzen der Photonenenergien) über mehrere Größenordnungen von etwa 1 pm bis 10 nm erstrecken (vergleiche optisches Licht etwa 350 – 800 nm).² Für den in dieser Arbeit fokussierten materialwissenschaftlich relevanten Bereich zwischen 10 bis 100 keV entspricht das Wellenlängen von weniger als 1 Å und somit subatomarer Auflösung. Die im Laufe dieser Arbeit besprochenen Geräte sind noch um Größenordnungen entfernt von ihrem wellenlängenbestimmten Beugungslimit und bieten somit viel Potential für zukünftige Forschung. Für „weiche“ Röntgenstrahlung, wie zur Untersuchung biologischer Proben geeignet, ist dieses Limit bereits in greifbarer Nähe (z. B. 7 nm Auflösung bei 700 eV/1.8 nm Wellenlänge⁵).

1.1 Konzepte der Röntgenmikroskopie

1.1.1 Projektionsvergrößerung

Bereits früh nach der Entdeckung der Röntgenstrahlen gab es erste naheliegende Versuche, die entwickelten analogen Röntgenbilder unter optischen Mikroskopen zu betrachten⁶ und damit Auflösungen von etwa 10 µm zu erreichen, begrenzt durch die Korngröße der verwendeten Röntgenfilme. Wirkliche „Röntgenmikroskope“ entstanden erst nach der Entwicklung von Mikrofokus-Röntgenquellen auf Basis fokussierter Elektronenstrahlen⁷. Besonders erwähnenswert sind dabei die Arbeiten von Cosslett⁴ ab den 1950er Jahren. Durch Fokussieren des Elektronenstrahls auf eine dünne Metallfolie (1 µm Wolfram), die gleichzeitig als Austrittsfenster der Strahlung diente, konnten bereits submikrometer Auflösungen bei der Röntgenuntersuchung erzielt werden (Nur 2D-Projektionen). Er nutze damit das noch heute gängige Prinzip der Projektionsvergrößerung (siehe Abschnitt 2.4 und Abb. 1.1 a) auf Basis eines kleinen Röntgenbrennflecks und eines vergleichsweise weit entfernten grobpixeligen

Detektors (bzw. damals grobkörnigen Analogfilms). Bereits wenige Jahre später begannen verschiedene Hersteller diese Geräte kommerziell zu verbreiten.⁸

Im Prinzip ist dies der einfachste Aufbau eines hochauflösenden Röntgenmikroskops. Die erreichbare Auflösung ist nur begrenzt durch die Ausdehnung des Brennflecks, also abhängig von der Entwicklung feinfokussierter Röntgenquellen. Das System unterliegt keinen chromatischen Beschränkungen und kann im Idealfall (abhängig vom verwendeten Detektor) das gesamte Emissionsspektrum zur Bildgebung nutzen und somit photoneneffizient arbeiten. Die Leistung ist jedoch begrenzt durch die Energie, welche die Quelle im Brennfleck deponieren kann. Diese ist wiederum gerade durch den Einsatz von dünnen Transmissionstargets zur Begrenzung der räumlichen Ausdehnung des Brennflecks durch Elektronenstreuung begrenzt, da diese Targets eine vergleichsweise schlechtere Wärmeableitung bieten.

Es existieren eine Reihe von Geräten nach diesem Prinzip auf dem Markt (z. B. RXS - Easytom, Bruker - Skyscan, GE - Nanotom), deren Auflösung sich im einstelligen Mikro- oder knapp Submikrometerbereich bewegt (in 3D).⁹ Die reine Auflösung dieser Systeme hat sich also seit den ersten Geräten aus den 1950er Jahren nicht relevant verbessert, außer dass aktuelle Geräte diese durch Einsatz der Computertomographie in 3D erreichen. An dieser Stelle soll kurz darauf hingewiesen werden, dass viele Hersteller mit erheblich besseren Auflösungen werben. Diese Aussagen sollten jedoch zum Teil mit einer gewissen Skepsis betrachtet werden, da nicht immer mit angegeben ist, auf welchem Weg dieser Wert ermittelt wurde, ob die auf diese Art bestimmte Auflösung technisch mit anderen Geräten vergleichbar ist oder ob es sich schlicht nur um die Angabe der Probenabtastung (Sampling) handelt.

Eine weitere Variation des projektionsvergrößernden Konzeptes existiert auf Basis umgenutzter Rasterelektronenmikroskope (REM). Hierbei wird als Grundlage der im Vergleich zu Mikrofokus-Röntgenquellen durch eine aufwendigere Optik und verbesserte Elektronenemitter feinfokussierte Elektronenstrahl genutzt und auf ein Target an der (REM-) Probenposition geleitet.¹⁰ Somit lassen sich sehr kleine Brennflecken umsetzen. Das Target kann dabei als massiver Block¹¹ oder eine dünne Metallfolie¹⁰ in Reflexionsgeometrie unter einem Strahlengang von 90° ausgeführt werden. Weiterhin kann die Metallfolie auch in Transmissionsgeometrie betrieben werden¹², was jedoch einen erheblichen Elektronenbeschuss der Probe unter langen Messzeiten zur Folge hat. Fortschrittlichere Konzepte nutzen als Target die vorderste Spitze einer fein strukturierten Nadel als Target.¹³ Dies hat den erheblichen Vorteil, dass der bereits fein fokussierte Brennfleck durch die Geometrie noch weiter beschränkt wird und in der Ausdehnung unempfindlich ist gegen Elektronenstreuung. Diese Systeme erreichen Auflösungen im Sub-100 nm Bereich^{10,11,14}, teilweise werden Auflösungen bis unter 50 nm berichtet.¹⁵ Diese Geräte stellen damit das aktuelle Limit an projektionsbasierter Auflösung im Labor dar. Der entscheidende Nachteil dieser REM-basierten Systeme ist jedoch die Leistung und die zu Verfügung stehende Photonenenergie. Limitiert durch die Leistung des genutzten Elektronenstrahls erreichen diese Geräte nur eine eingeschränkte Röntgenstrahlleistung, weit niedriger als die oben besprochenen Mikrofokusquellen. Hauptgrund ist der oftmals verwendete bessere (kleinere) aber

leistungsschwächere Elektronenemitter nach Feldemissions-Konzept. Aber selbst bei einem leistungsfähigeren Elektronenstrahl wäre die Leistung dieser Geräte erheblich durch die thermischen Grenzen der verwendeten Targets limitiert, da die dünne Metallfolie oder noch schlechter die dünne Metallnadel nur einen minimalen Materialquerschnitt zur Wärmeableitung aufweisen. Darüber hinaus beschränkt die zu Verfügung stehende Beschleunigungsspannungen der REM-Säulen (<30 keV) die Eignung zur Materialuntersuchung auf sehr kleine oder niedrigabsorbierende Proben. Noch ein weiterer Nachteil an diesen Aufbau ist, dass die zu untersuchende Probe zur hohen Vergrößerung nahe an den Brennfleck positioniert werden muss. Dies erfordert die Positionierung in der REM-Kammer (Vakuumfestigkeit), die Probe erfährt Beschuss durch gestreute Elektronen (erfordert elektrische Leitfähigkeit) und muss unter Umständen die thermische Belastung durch die vom Brennfleck ausgehende Wärmestrahlung tolerieren. Dennoch besitzen diese Geräte aufgrund ihres hervorragenden Auflösungsvermögens (weit besser als alle anderen projektionsbasierten Systeme) großes Potential zur hochauflösenden Röntgenuntersuchung. Allerdings gibt es vermutlich aufgrund des apparativen Aufwandes nur sehr vereinzelt publizierte hochauflösende Computertomographie-Untersuchungen (CT) mit solchen Geräten.

1.1.2 Detektorbasierte Systeme

Das zweite und etwas neuere Konzept zur Röntgenmikroskopie greift weitgehend das ursprüngliche Prinzip wieder auf, bei dem das zu untersuchende Objekt direkt auf einen Röntgenfilm platziert wurde und die Auflösung nur durch die Filmkörnung begrenzt war. Statt eines Films wird hier ein hochauflösender Röntgendetektor verwendet. Im Gegenzug kann dafür etwas weiter entfernt eine verhältnismäßig große und damit leistungsstarke Röntgenquelle verwendet werden. Die Abb. 1.1 b) zeigt die Schematik dieses Konzepts. Diese hochauflösenden Detektoren gehen besonders zurück auf die Arbeit von Koch¹⁶. Hierbei wird direkt hinter der Probe ein dünner einkristalliner Szintillator platziert.¹⁷ Dieser wandelt die einfallende und zuvor durch die Probe geschwächte Röntgenstrahlung in optische Photonen.² Das Licht von diesem Szintillationsschirm wird dann über ein optisches Mikroskop stark vergrößert auf eine Kamera mit idealerweise hoher Quanteneffizienz abgebildet.¹⁶ Die Limitierung in der Effizienz ist die Konversion im Szintillator. Dieser muss möglichst dünn (< 5 μm) sein, um die Streuung der Photonen zu minimieren, was ihn insbesondere transparent für Röntgenstrahlung höherer Energie macht. Zusätzlich reduzieren ineffiziente Optiken für das sichtbare Licht die Effizienz noch weiter. Dennoch sind mit diesem Prinzip in der Praxis wieder Auflösungen im Mikro- oder Submikrometerbereich möglich.^{9,18,19} Etablierte kommerzielle Geräte am Markt stammen insbesondere von Zeiss (Xradia Versa).

1.1.3 Vollfeldmikroskopie

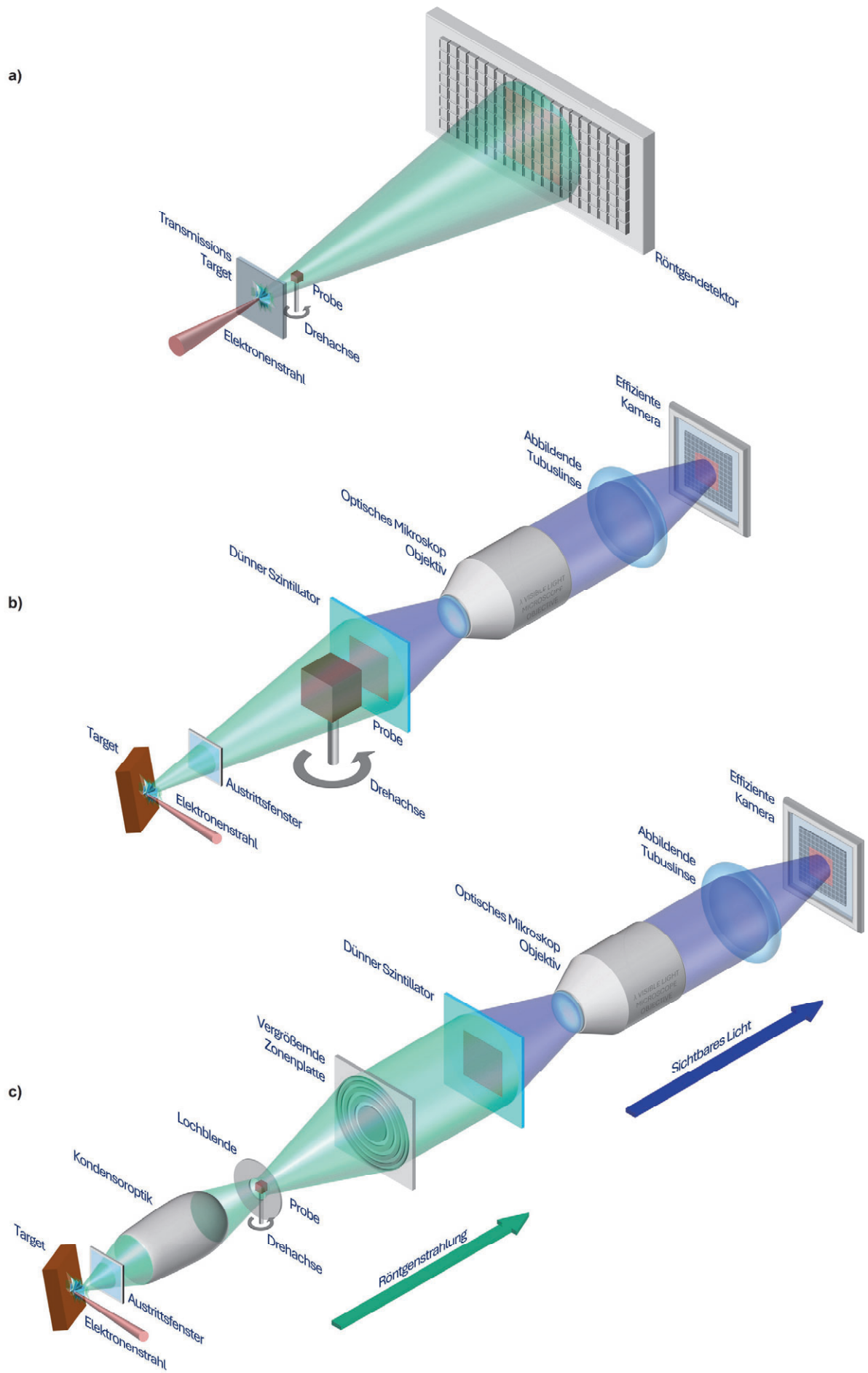
Das apparativ anspruchsvollste Konzept für Röntgenmikroskope im Laborumfeld stellt sicherlich das Vollfeldmikroskop dar. Es arbeitet nach dem Prinzip und Strahlengang eines klassischen Durchlichtmikroskops, wie es in fast jedem Labor zu finden ist, nur mit Röntgenstrahlung anstelle sichtbaren Lichts. Die zur Beleuchtung und Abbildung benötigten Optiken bestehen entsprechend aus Röntgenoptiken wie Fresnel-Zonenplatten, Spiegelkapillaren oder refraktiven

Linsen.⁷ Wegbereitend waren die Arbeiten von Schmahl²⁰ ab Ende der 1960er Jahre. Die Abb. 1.1 c) zeigt den schematischen Strahlengang eines solchen Mikroskops. Das Röntgenlicht einer leistungsfähigen Quelle wird über eine Beleuchtungsoptik (meist Fresnel oder Spiegelkapillare) eingefangen und auf die Probe fokussiert. Eine zweite abbildende Optik (meist Fresnel oder refraktive Linsen) projiziert das Röntgenlicht stark vergrößert auf den Szintillator eines hochauflösenden Detektors.⁷ Neben dem nur wenig effizienten Detektor limitieren die zusätzlichen röntgenoptischen Komponenten die Gesamteffizienz des Abbildungssystems noch weiter. Während Kapillar- und Spiegeloptiken nach der von Einstein propagierten Totalreflexion unter streifenden Einfall²¹ eine an sich hohe Effizienz beim Fokussieren liefern, sind sie gleichzeitig auf die Öffnung zu sehr kleinen Raumwinkelintervallen begrenzt.² Fresnel-Zonenplatten stellen vom Aufbau her ein rotationssymmetrisches Beugungsgitter dar, deren Größe und Abstand der Strukturen so gewählt ist, dass sie eine konstruktive Interferenz im Fokus erzeugen.²⁰ Statt absorbierenden Strukturen können diese auch als phasenschiebende Elemente ausgeführt werden, um überlagert mehr Licht im Fokus zu bewirken.²² Die maximale Bildauflösung, die mit einer Zonenplatte erreicht werden kann, ist streng verbunden mit der kleinsten Strukturgröße in den Randbereichen der Linse. Sie ist begrenzt auf das 1.22 Fache der kleinsten Elementgröße.²² Um die höchsten Auflösungen in der Abbildung zu erreichen, müssen die Linsen also im Nanometermaßstab fein strukturiert werden. Die Herausforderung besteht nun darin, die Strukturen nicht nur fein, sondern auf die Wellenlänge des einfallenden Lichts abgestimmt ausreichend „hoch“ zu gestalten, um signifikanten Einfluss (absorbierend oder phasenschiebend) auf die Röntgenstrahlung zu nehmen. Dies erfordert gerade für hohe Energien extreme Aspektverhältnisse.²³ Übliche lithografische Methoden der Halbleiterproduktion sind zwar darauf ausgerichtet noch wesentlich kleinere Strukturen zu produzieren, aber nicht annähernd in der erforderlichen Höhe. Für eine phasenschiebende Zonenplatte (Versatz um eine halbe Wellenlänge) aus Gold für eine Röntgenenergie von 9.25 keV (Gallium-Emissionslinie) beträgt die optimale Höhe der Strukturen zur besten Effizienz (theoretisch maximal 34 %) 1.8 μm .²⁴ Bei einer gewünschten Strukturgröße von 30 nm ergäbe das ein Aspektverhältnis von 60, weit höher als übliche lithographisch hergestellte Mikrostrukturen. Diese extremen Aspektverhältnisse bergen die Gefahr, dass die erzeugten Strukturen kollabieren, Abweichungen in Form und Position aufweisen, die erforderliche Höhe nicht erreichen oder nicht dicht gefüllt sind. Aus diesen Gründen weisen reale Zonenplatten eine erheblich niedrigere Effizienz auf (eigene Messungen bei 8.05 keV ergaben Effizienzen bis 8.5 %), zu höheren Energien stark abfallend. Um diese Hürden zu überwinden sind neue Konzepte in Design und Herstellung Gegenstand aktueller Forschung.^{23,25}

Aus diesen zuletzt genannten Gründen und dem Bedarf an monochromatischer Strahlung fand dieses Prinzip über Jahrzehnte primär nur an Synchrotronlichtquellen Einsatz und wurde dort weiterentwickelt. Zu Beginn der 2000er begann Yun²⁶ erste Laborgeräte auf dieser Basis zu entwickeln. Heute existieren kommerzielle Geräte von Zeiss (Xradia Ultra) und der Firma Sigray (TriLambdaXRM) am Markt. Diese Geräte arbeiten speziell mit den Emissionslinien von Chrom (5.41 keV) und Kupfer (8.05 keV) und erreichen dabei Auflösungen um

die 50 nm.^{27,28} Ein Nachteil dieser exzellenten Auflösungen sind jedoch wieder die niedrige Photonenenergie, welche die Auswahl auf kleine Proben oder niedrigabsorbierende Materialien beschränkt. Die bereits niedrige Effizienz in der Bildgebung sinkt durch den Einsatz wenig effizienter Optiken noch weiter. Ebenfalls nachteilig an dem Prinzip ist die Einschränkung der Probengröße durch den kurzen Schärfbereich der verwendeten Objektivlinsen. Dennoch hat dieses System mit weiteren Entwicklungen zu effizienteren Optiken^{23,25} oder neuen Optikkonzepten²⁹ großes Potential im Laborumfeld.

Abb. 1.1 (rechts) Schematischer Überblick über die drei üblichen Konstruktionen der laborbasierten Röntgenmikroskopie. a) geometrische Vergrößerung auf Basis einer kleinen Röntgenquelle, b) geometrische Vergrößerung auf Basis eines hochauflösenden Detektors, c) Vollfeldmikroskop auf Basis abbildender Röntgenoptiken. Die Maßstäbe der gezeichneten Komponenten sind zur besseren Darstellung willkürlich skaliert.



1.2 Röntgenmikroskopie?

Der Begriff „Röntgenmikroskopie“ ist bei weiten nicht einheitlich definiert. Jacobsen⁷ spricht bei Auflösungen unter 10 μm von Röntgenmikroskopie. Verbreitet bezeichnen Hersteller von CT-Geräten einfach ihr jeweils höchstaflösendstes Gerät als „XRM“, also „X-Ray-Microscope“. Ebenso uneinheitlich und inflationär wird insbesondere im Marketing der Begriff „Nano-CT“ verwendet, oftmals für Geräte die eher der „ μ “ oder „sub- μ “-Kategorie zuzuordnen wären.⁹ Zu Begriffsklärung soll in Abb. 1.2 anhand der zuvor vorgestellten Untersuchungsmethoden eine kurze Einordnung der Begriffe und der Gerätekategorien erfolgen.

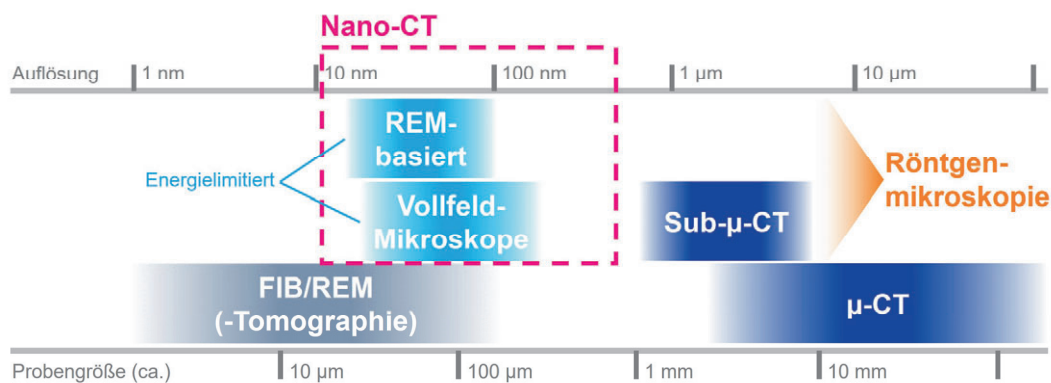


Abb. 1.2 Einordnung der Begriffe Nano-CT und Röntgenmikroskopie zu einer Auflösungs- und Größenskala und den üblichen Laborgeräteklassen.

Die in der Industrie und Forschung etablierte Mikrocomputertomographie (oft abgekürzt als μ -CT) verwendet hohe Energien, um auch hochabsorbierende Materialproben zu durchstrahlen und erreicht mit den meist projektionsbasierten Systemen Auflösungen im niedrigen Mikrometerbereich.³⁰ Die unter 1.1 vorgestellten projektions- oder detektorbasierten Geräte sind überwiegend der Sub- μ -Kategorie zuzuordnen. Diese stellen damit die obere Grenze für Geräte, die oft mit dem Term „Röntgenmikroskop“ bezeichnet werden. Von der Seite der höchsten Auflösung her betrachtet, fallen die Geräte der Vollfeldmikroskope sowie der REM-basierten Geräte in die Kategorie der Röntgenmikroskope. Allerdings unterliegen diese den besprochenen Einschränkungen zu niedrigerer Photonenenergie. Zur Vollständigkeit erwähnt ist weiterhin die FIB/REM-Tomographie, welche noch höhere Auflösungen in der 3D-Analyse liefert, jedoch nicht mit Röntgentechnik arbeitet.

Um den Titel „Nano-CT“ zu tragen, sollten die Geräte in der Lage sein, eine Auflösung mindestens im Bereich weniger hundert Nanometer zu erreichen. Nach unten sind dabei die Grenzen wieder durch die REM- und Vollfeld-Geräte definiert, zu höheren Auflösungen kann als Grenze mindestens 500 nm gesetzt werden, um der Bezeichnung ausreichend zu entsprechen und die Geräte von der Sub- μ -Kategorie abzugrenzen.

1.3 Motivation und Zielsetzung

In der zuvor gezeigten Einteilung zeigt sich eine Lücke der zur Materialanalyse geeigneten Geräte. Während die höchstaflösendsten Geräte nicht die Photonenenergie besitzen, um hochabsorbierende Metalle im Durchmesser von mehr als nur wenigen Mikrometern zu untersuchen, bieten Sub- μ Geräte nicht die oft benötigte Auflösung weit unter einem Mikrometer. (Exemplarische Proben dieser Kategorie werden später in Abschnitt 6 und 7 gezeigt.) Um speziell höhere Energien zu nutzen, kommt von den vorgestellten Konzepten nur die Projektionsvergrößerung in Frage, um ein Gerät zu entwerfen, diese Lücke zu schließen (Abb. 1.3). Da die erreichbare Auflösung in erster Linie nur durch die Leistungsfähigkeit der Röntgenquelle limitiert wird, ist das der Ansatzpunkt für neue Innovationen. Diese muss jedoch, um allen Anforderungen an ein solches Gerät zu entsprechen, einem Kompromiss genügen aus maximaler Auflösung, ausreichend hoher Photonenenergie und Strahlungsintensität.

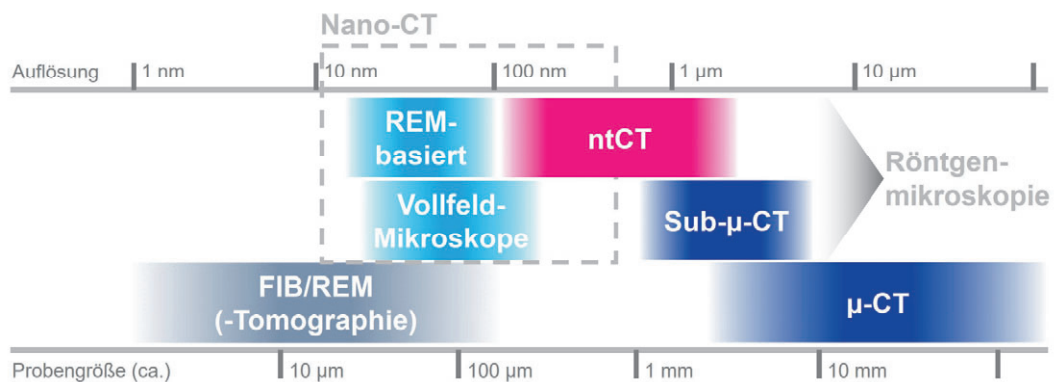


Abb. 1.3 Ziel dieser Arbeit soll es sein die Lücke in den Analysegeräten aus Abb. 1.2 mit einem neuen Nano-CT-Gerät zu schließen, genannt ntCT.

Im ersten Schritt soll daher ein Kriterium gesucht werden, um neben der Auflösung die Leistungsfähigkeit von Röntgenquellen zu bewerten. Hierzu soll die Messung der Brillanz als geeigneter Vergleichswert bewertet und neben den Hindernissen einer neutralen Messung als alternativer Zugang Simulationen gezeigt werden, um verschiedene Konzepte der Röntgenstrahlerzeugung miteinander zu vergleichen.

Nachdem ein Bewertungskriterium gefunden wurde, sollen die mit den aktuell etablierten technischen Möglichkeiten bestehenden Leistungsgrenzen von geeigneten Röntgenquellen in der Theorie betrachtet werden. Dies betrifft speziell die thermische Beständigkeit von dünnen Transmissionstargets auf Diamantsubstraten. So sollen die klassischen Modelle der maximalen Leistungsfähigkeit betrachtet werden und mit modernen Simulationsmethoden auf ihre Anwendung an Nanofokusquellen überprüft werden. Hieraus soll ein (röntgen-)technologieübergreifender Überblick über die Grenzen der Leistungsfähigkeit verschiedener Röntgenquellen erarbeitet werden.

Folgend auf die Betrachtung der Leistungsgrenzen von Transmissionsröntgenquellen soll dann die Konstruktion eines neuen laborbasierten Nano-CT-Gerätes gezeigt und dieses auf seine Leistungsfähigkeit charakterisiert werden. Abschließend kann an realen Proben die zuvor theoretisch betrachtete Abbildungsleistung des Gesamtsystems an aktuellen Fragestellungen aus der Materialforschung validiert werden.

2 Röntgenstrahlung, CT und Monte-Carlo

2.1 Röntgenstrahlung und Röntgenstrahlerzeugung

In einer klassischen Röntgenröhre wird ein Elektronenstrahl durch eine zwischen der (früher oft Glüh-) Kathode und der Anode angelegte Hochspannung beschleunigt und auf die üblicherweise metallische Anode (Target) geschossen.³ Während ein Großteil der vom Elektronenstrahl eingebrachten Energie dabei in Wärme umgewandelt und vom Targetmaterial abgeführt wird, strahlt ein kleiner Anteil der Energie in Form von hochenergetischen Photonen wieder ab, der Röntgenstrahlung.²

Die Effizienz der Umwandlung in Röntgenlicht ist näherungsweise linear zur Kernladungszahl des Targetmaterials Z sowie der Beschleunigungsspannung der eintreffenden Elektronen U .²

$$\eta = 1.1 \cdot 10^{-9} \frac{1}{V} \cdot Z \cdot U \quad 2.1$$

Für übliche Röntgenröhren (z. B. Wolfram, $Z=74$ und 120 kV) ist die Effizienz damit im Bereich von nur 1 %.

Die erzeugte Röntgenstrahlung in einer Röntgenröhre basiert in erster Linie aus der Überlagerung der Strahlung aus zwei Entstehungsprozessen, der Bremsstrahlung sowie der charakteristischen Strahlung. Interagiert ein eintreffendes energiereiches Elektron mit dem elektrischen Feld in einem Atom (Abbremsen/Richtungsänderung), dann kann es einen Teil seiner verlorenen Energie in Form eines hochenergetischen Photons aussenden. Die Energieverteilung dieser Bremsstrahlung ist in dicken Targets“ („dick“ bezieht sich auf weiter ausgedehnt als die Elektronenreichweise) mit mehrfacher Elektronenstreuung ist kontinuierlich verteilt.² Die Abb. 2.1 zeigt die Schematik dieses Prozesses. Die maximale Photonenenergie ergibt sich nach Duane und Hunt³¹, wenn das eintreffende Elektron seine vollständige Energie an ein Photon abgibt. Also maximal die ursprüngliche Beschleunigungsenergie. Zu niedrigeren Photonenenergien ergibt sich in der Verteilung der Strahlungsenergie I nach Kramers³² der bekannte lineare Zusammenhang

$$I(E_{\text{Photonen}}) = C \cdot (E_{\text{Elektronenstrahl}} - E_{\text{Photonen}}) \quad 2.2$$

mit einer materialabhängigen Konstante C . Die Abb. 2.2 zeigt diese theoretisch verteilte Bremsstrahlung. In realen Quellen unterliegt die erzeugte Strahlung noch verschiedenen Schwächungsprozessen insbesondere zu niedrigeren Energien, wie einer teilweise Selbstabsorption der Strahlung im Target oder eine Schwächung beim Durchgang eines Austrittsfensters.

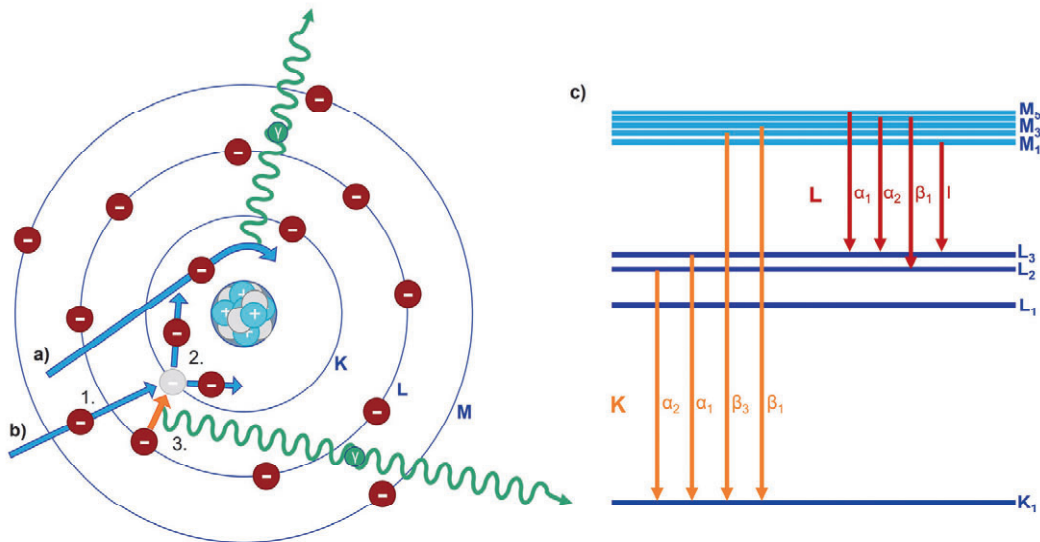


Abb. 2.1 Schematik der wichtigsten Mechanismen der Röntgenstrahlerzeugung beim Beschuss eines Targets mit beschleunigten Elektronen. a) Bremsstrahlungserzeugung durch Ablenkung eines eintreffenden Elektrons im elektrischen Potentialfeld des Atoms. b) Erzeugung der charakteristischen Strahlung durch Herauslösen eines Schalelektrons und anschließendem Füllen durch ein Elektron aus einer höheren Schale bei dem die Energiedifferenz in Form eines Photons abgegeben wird. c) Entstehung der charakteristischen Linien im Spektrum aus der diskreten Energieverteilung in einem Atom beim Auffüllen der Vakantien.

Reicht die Elektronenergie aus, um die Bindungsniveaus der Targetelektronen zu überwinden, so kann es dazu kommen, dass das eintreffende Elektron ein gebundenes Elektron heraus schlägt (oder seltener auf ein freies höheres Energieniveau hebt). Im ionisierten Atom wird diese Leerstelle dann von einem Elektron einer höheren Schale aufgefüllt. Je nach Anzahl der vorhandenen Energieniveaus kann dies auch eine Kaskade an Elektronenübergängen auslösen. Die Differenz in den Energieniveaus gibt das absteigende Elektron in Form eines Photons ab. Da die Energie dieses Elektronenübergangs spezifisch für die Schalenkonfiguration, also charakteristisch für das Element ist, wird diese Art der Strahlung auch als charakteristische Strahlung bezeichnet und z. B. in der Fluoreszenzanalyse von Materialien benutzt.²

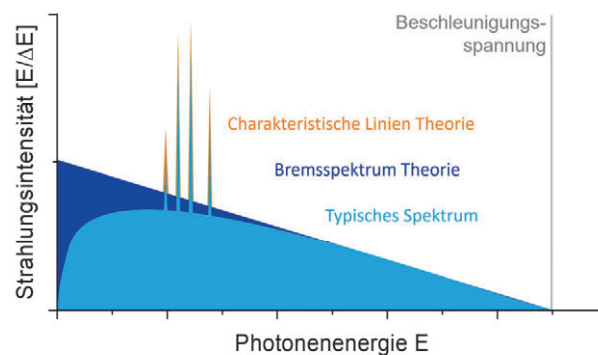


Abb. 2.2 Theoretisch erzeugtes und typisches Energiespektrum der erzeugten Röntgenstrahlung aus Bremsstrahlung und charakteristischer Strahlung.

Die Bezeichnung der Spektrallinien folgt dem Schema der Schale, in welche das Elektron übergegangen ist (K, L, M, ...). Ein Index (α, β, \dots) beschreibt aufsteigend die überwundene Energiedifferenz zur Ursprungsschale. Bei ausreichend genauer Analyse der Energieniveaus kann eine weitere Aufspaltung der Übergänge in die nummerierten Indizes beobachtet werden, verursacht durch die abweichenden Energieniveaus der einer Schale zugeordneten Atomorbitale.²

2.2 Schwächung bei Materiedurchgang

Röntgenstrahlung durchdringt Materie, wird bei diesem Materialdurchgang jedoch in der Intensität geschwächt. Dieser Mechanismus ist die Grundlage der schwächungsbasierten Röntgenbildgebung. Die Absorption basiert bei den im Labor üblichen Energien auf Photoabsorption oder Compton-Streuung. Bei der Photoabsorption schlägt das eintreffende Photon bei ausreichender Energie ein Hüllenelektron aus dem Material (ähnlich der charakteristischen Röntgenstrahlerzeugung). Die entstehende Fehlstelle kann unter Fluoreszenz wieder aufgefüllt werden. Bei der Compton-Streuung wechselwirkt das Photon mit inelastisch mit einem schwach gebundenen Hüllenelektron. Hierbei kommt es zu einem Energieübertrag.²

Die Schwächung der Strahlungsintensität I_0 bei einem Materialdurchgang der Länge d kann mit dem Lambert-Beer-Gesetz beschrieben werden nach

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d} \quad 2.3$$

mit dem material- und energieabhängigen Absorptionskoeffizienten μ . Dieser Schwächungsfaktor ist abhängig von Energie und Kernladungszahl nach^{2,7}

$$\mu \propto E^{-3} \quad \text{und} \quad \mu \propto Z^4 \quad 2.4$$

Die Abb. 2.3 zeigt exemplarisch die energieabhängige Intensität der transmittierten Röntgenstrahlung durch verschiedene klassische Materialien mit 100 μm Dicke. Erwartungsgemäß schwächen Materialien wie Luft, Kohlenstoff oder Silizium die Strahlung wesentlich schwächer als schwere Metalle wie Blei, Wolfram oder Gold. Die Sprünge in den Transmissionskurven stammen von den Energieübergängen der Photoabsorption.

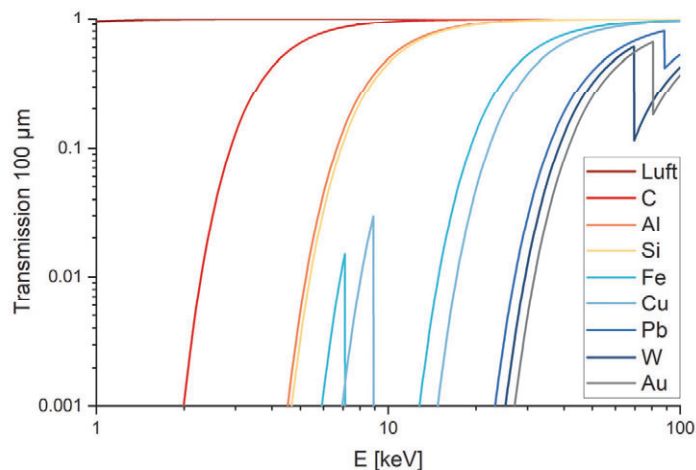


Abb. 2.3 Anteil der energieabhängig transmittierten Röntgenstrahlung durch 100 µm verschiedener Materialien. Luft zeigt nur schwach ausgeprägte Absorption, Gold die stärkste (von den hier dargestellten Materialien). (Materialwerte aus XOP 2.4³³)

2.3 Computertomographie

Die Computertomographie (CT) ist ein in Medizin und Materialprüfung etabliertes Verfahren zur dreidimensionalen Charakterisierung der inneren Struktur eines Objektes auf Basis einzelner 2D-Durchstrahlungsaufnahmen. Während bei der einfachen Durchleuchtung eines Objektes zwar die inneren Strukturen sichtbar werden, so enthalten diese Bilder keine Information über die Tiefenausdehnung dieser. Betrachtet man ein Probendetail in einer Projektion, so ist z. B. nicht unbedingt ersichtlich, ob dieses wirklich nur aus einem oder mehreren hintereinanderliegenden und sich gegenseitig verdeckenden Elementen besteht. Man benötigt demnach zusätzliche Blickwinkel durch das Objekt, was mit der Computertomographie realisiert wird.³⁴ Pionierarbeit auf dem Gebiet leistete Hounsfield³⁵ mit dem Bau eines Gerätes und der ersten computergestützten Auswertung der CT-Aufnahme eines Menschen.

Zur Anwendung in der Materialprüfung wird das Testobjekt auf einer Rotationsachse positioniert, von einer meist punktförmigen Röntgenquelle durchstrahlt und das dahinter entstehende 2D-Absorptionsbild von einem Detektor aufgenommen (Abb. 2.4). Anschließend wird das Objekt um einen kleinen Winkelschritt gedreht und eine weitere Projektion aufgenommen. Dieses Vorgehen wird praktiziert, bis die Probe aus den verschiedenen über 360° (in anderen Aufnahmegeometrien teilweise auch nur 180°) verteilten Richtungen durchstrahlt wurde. Anschließend wird aus dem Stapel an Durchstrahlungsbildern das 3D-Volumen rekonstruiert. Für die hier dargestellte Kegelstrahlgeometrie üblicherweise über das von Feldkamp propagierte Verfahren.³⁶

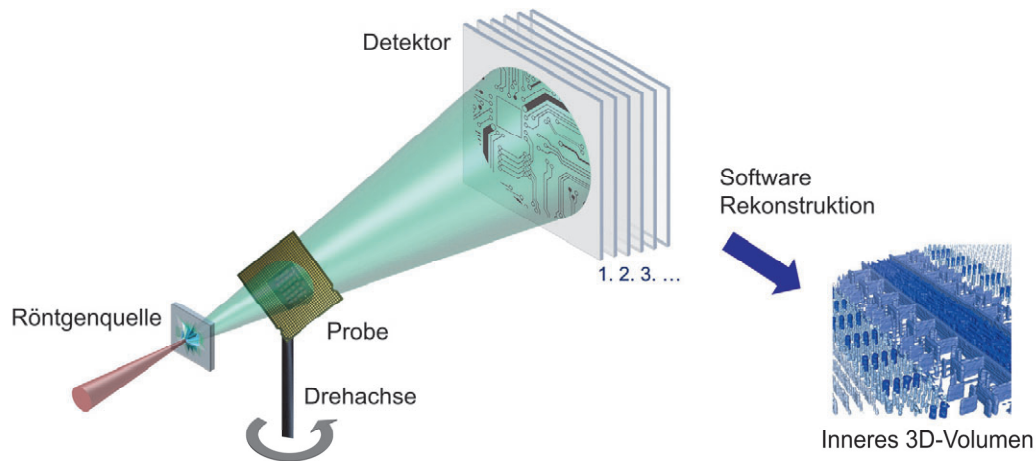


Abb. 2.4 Schematisches Prinzip einer Computertomographie zur Materialuntersuchung in Kegelstrahlgeometrie.

2.4 Vergrößerung und Auflösung projektionsbasierter Systeme

Während bei den linsenbasierten Systemen die mögliche Vergrößerung und Auflösung in erster Linie von Art und Qualität der röntgenoptischen Komponenten abhängt, so wird die Vergrößerung in projektionsbasierten Systemen nur durch die geometrische Konfiguration der Aufnahme und die erreichbare Auflösung (bei ansonsten idealem Aufbau) nur von der verwendeten Röntgenquelle und der Detektorauflösung bestimmt. Die Vergrößerung M eines projektionsbasierten Aufbaus ergibt sich daher ganz allgemein aus den Abständen zwischen der Röntgenquelle und der Probe (bzw. Drehachse) (Source-Object-Distance, SOD) sowie dem Abstand zwischen der Röntgenquelle und der sensitiven Detektorfläche (Source-Detector-Distance, SDD) entsprechend einer zentrischen Streckung nach

$$M = \frac{SDD}{SOD} \quad 2.5$$

Es soll an dieser Stelle darauf hingewiesen werden, dass (obwohl gelegentlich in der Literatur zu finden) die reine Maßangabe einer Vergrößerung nicht geeignet ist, um die Abbildungsleistung von Röntgensystemen zu vergleichen, da sie alleinstehend keinen Bezug zur Auflösung oder Abbildungsqualität eines Systems erlaubt.

Für große Abstände der Probe zur Röntgenquelle, also wenn die Probe unmittelbar vor dem Detektor platziert wird, ist die Auflösung eines solchen Systems Δ_D begrenzt durch das Auflösungsvermögen des Detektors Δ_{Det} . Wird die Probe vom Detektor entfernt, folgt die Auflösungsgrenze der geometrischen Vergrößerung nach

$$\Delta_D = \frac{\Delta_{Det}}{M} \quad 2.6$$

Die detektorbegrenzte Auflösung verbessert sich (sinkt) mit steigender Vergrößerung, also zunehmenden Abstand zum Detektor.

Für vergleichsweise kurze Abstände zwischen Probe und Röntgenquelle ist das Auflösungsvermögen des Systems begrenzt durch die Abbildungsvermischung

Δ_{Source} durch die endliche Ausdehnung der Röntgenquelle. Bei Annäherung an den Detektor skaliert auch dieser Effekt mit dem Vergrößerungsfaktor nach

$$\Delta_S = \Delta_{Source} \left(1 - \frac{1}{M}\right) \quad 2.7$$

Die quellbegrenzte Auflösung verbessert sich mit steigendem Abstand zur Quelle, somit entgegengesetzt zur detektorbegrenzten Auflösung.

Für sehr hochauflösende Systeme mit kleinen Detektorpixeln beeinflusst auch die Beugung des Lichts an Objektkanten die Unschärfe der Abbildung. Die Auflösung ist dabei energieabhängig begrenzt nach⁷

$$\Delta_{Diff} = 1.217 \sqrt{\frac{\lambda \cdot (SDD - SOD)}{2}} \cdot \frac{1}{M} \quad 2.8$$

Werden alle drei Faktoren ähnlich des quadratischen Mittels zusammengefasst⁷, kann die Auflösungsgrenze eines projektionsbasierten Systems Δ_{Proj} abgeschätzt werden mit

$$\Delta_{Proj} = \sqrt{\Delta_D^2 + \Delta_S^2 + \Delta_{Diff}^2} \quad 2.9$$

Betrachtet man exemplarisch den Fall eines quellbasierten Systems (entsprechend dem in Abschnitt 5 vorgestellten Gerät) mit einer maximalen Quellauflösung von 125 nm, einer Detektorpixelgröße von 75 μm (unter der Annahme eines perfekten Detektors, bei dem die Auflösung der Pixelgröße entspricht), einer Photonenenergie von 8.39 keV (entsprechend der Wolfram-Emissionslinie) und einem Gesamtabstand zwischen Röntgenquelle und Detektor von 450 mm, dann ergibt sich das in Abb. 2.5 gezeigte Verhältnis zwischen den Auflösungsgrenzen.

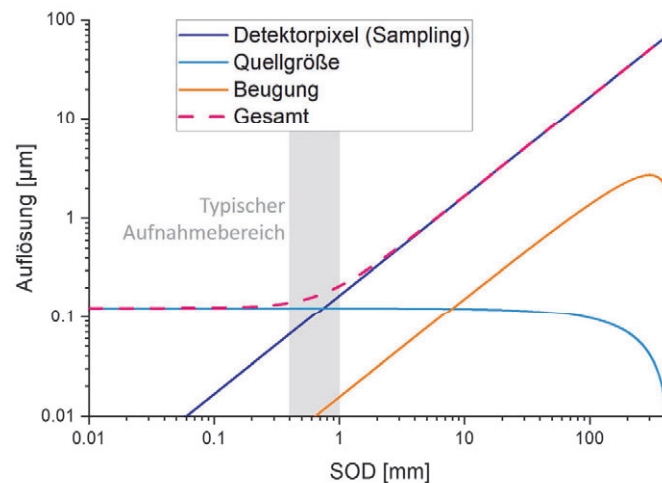


Abb. 2.5 Auflösungsgrenzen eines projektionsbasierten Systems am Beispiel des in Abschnitt 5 vorgestellten Systems in Abhängigkeit vom Abstands der Probe zur Röntgenquelle (Sample-Object-Distance, SOD) bei einem festen Abstand zwischen Quelle und Detektor von 450 mm und 8.39 keV Photonenenergie (Wolfram). Die ideale Probenposition befindet sich 0.4 bis 1 mm vor der Röntgenquelle.

Es zeigt sich, dass die Beugung in diesem Fall nur eine untergeordnete Rolle spielt und die maximal mögliche Auflösung in erster Linie ausschließlich durch die Röntgenquelle begrenzt wird. Da die Auflösung sowohl mit steigendem Abstand zum Detektor zunimmt (im Gegenzug jedoch das mögliche Sichtfeld abnimmt) sowie die Auflösung mit zunehmendem Abstand zur Röntgenquelle steigt, ergibt sich für diese Kombination eine optimale Probenposition (Kompromiss zwischen höchster Auflösung und großem Sichtfeld) sehr nahe an der Röntgenquelle, im Bereich zwischen 0.4 und 1 mm Abstand.

Ein weiterer Vorteil des projektionsbasierten Konzeptes gegenüber den Linsensystemen, speziell für die Anwendung der Computertomographie, ist neben der beliebig einstellbaren Vergrößerung die nahezu unbegrenzte Schärfentiefe. So können auch größere Proben gemessen werden, welche bei Linsensystemen bereits den nur schmalen scharfen Abbildungsbereich verlassen würden.

Auf vergleichbarem Weg kann man als zweiten Fall die Positionen in einem detektorbasierten System betrachten. Mit einer Quellauflösung von 10 µm, einem Detektorsampling von 300 nm und einem Gesamtabstand von 200 mm ergibt sich, wie in Abb. 2.6 dargestellt, überwiegend begrenzt durch die Beugung eine optimale Probenposition unmittelbar vor der sensitiven Detektorfläche.

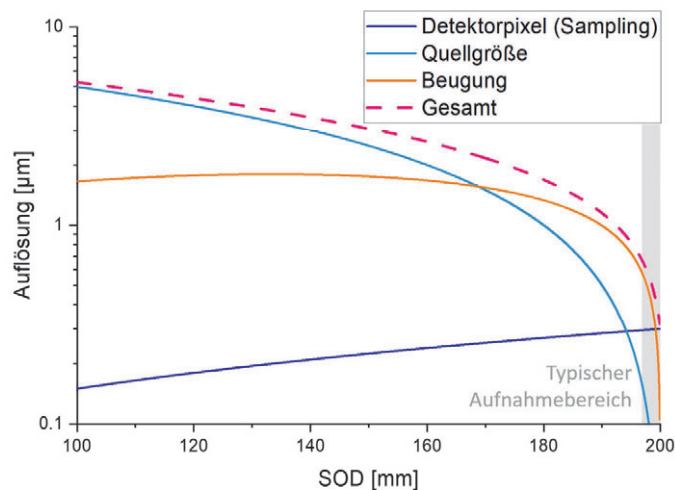


Abb. 2.6 Auflösungsgrenzen eines detektorbasierten Systems mit 10 µm Quellgröße, 8.39 keV, 0.3 µm Detektorsampling und 200 mm Gesamtabstand. Die ideale Probenposition für hohe Auflösung befindet sich unmittelbar vor dem Detektor.

2.5 Grundlagen MC Simulationen

Unter dem Begriff „Monte-Carlo“-Methoden (MC) oder Monte-Carlo-Simulationen (lose benannt nach dem bekannten Stadtteil mit Sitz der Spielbank in Monaco) werden langläufig eine breite Klasse von Algorithmen zusammengefasst, welche numerische Ergebnisse auf Basis einer Vielzahl von wiederholten Zufallsstichproben berechnen. Das Konzept besteht darin, bei komplexen Prozessen mit jedoch bekannten Wahrscheinlichkeitseintritt die deterministische Lösung zu nähern, wenn eine analytische Lösung zu aufwendig wäre. Die ersten Anwendungen von MC-Methoden in der Partikelphysik gehen zurück auf die Untersuchung von Neutronenstreuung in den 40er Jahren.³⁷ Die ersten Simulationen von Photonenstreuung folgten in den 50er Jahren, durchgeführt auf wissenschaftlichen Tischrechnern.^{38,39}

Bei der Monte-Carlo-Simulation des Strahlungstransports wird der zurückgelegte Weg eines Teilchens als eine zufällige Abfolge freier Flüge betrachtet, die mit einem Wechselwirkungsereignis enden, bei dem das Teilchen seine Bewegungsrichtung ändert, Energie verliert und möglicherweise Sekundärteilchen erzeugt. Die Monte-Carlo-Simulation einer gegebenen Versuchsanordnung (z. B. eines Elektronenstrahls, der auf Materie trifft) besteht in der sukzessiven numerischen Erzeugung von Zufallsverläufen. Um diese Verläufe zu simulieren, wird ein "Wechselwirkungsmodell", d. h. eine Beschreibung der Wechselwirkungsquerschnitte (Differential Cross Section, DCS) für die relevanten Mechanismen benötigt. Die DCS bestimmen die Wahrscheinlichkeit der Änderung der Zufallsvariablen, die eine Spur charakterisieren:³⁹

Der freie Weg zwischen aufeinanderfolgenden Wechselwirkungsereignissen.

Die Art der stattfindenden Wechselwirkung.

Der Energieverlust und die Winkeländerung bei einem bestimmten Ereignis.

Und, falls erzeugt, den Anfangszustand der emittierten Sekundärteilchen.

Sobald diese bekannt sind, können die zufallsbasierten Verläufe als Stichproben erzeugt werden. Wenn die Anzahl der Historien groß genug ist, können quantitative Informationen über den Transportprozess durch statistische Auswertungen gewonnen werden.

Geant4 ist eine universelle Plattform zur Simulation von Partikeldurchgängen durch Materie unter dem Einsatz von Monte-Carlo Methoden. Die am CERN entwickelte Software deckt ein weites Spektrum an physikalischen Prozessen zwischen der Energie von einigen eV bis zu TeV ab und lässt sich selbst auf komplexe Geometrien anwenden. Die Software stellt die Basis des Simulationsprozesses: Erstellung der Geometrie des Systems, die beteiligten Materialien, Definition der betrachteten Partikel, die Erzeugung von Primärteilchen, die Verfolgung von Teilchen durch Materialien, die Reaktion der Detektorkomponenten, die Erzeugung von Ereignisdaten sowie die Speicherung von Ereignissen und für die anschließende Analyse.⁴⁰

PENELOPE (Penetration and ENERgy LOss of Positrons and Electrons) ist ein Monte-Carlo-Code-System für die Simulation des kombinierten Elektron-Photonen-Teilchenschauers in beliebigen Materialien. Es deckt den Energiebereich von 1 GeV bis hinunter zu nominell 50 eV ab.³⁹ Das Physikmodell von PENELOPE ist in Geant4 integriert und kann dort speziell für die Simulation der Elektronen- und Photonwechselwirkungen eingesetzt werden, wobei es für (aus Betrachtung der Teilchenphysik) niedrige Energien (< 3 MeV) zuverlässigere Ergebnisse liefert als die alternativen Modelle.⁴¹ Die Simulation berücksichtigt die folgenden physikalischen Prozesse mit den genannten Wechselwirkungsquerschnitten (Auszug begrenzt auf die für diese Arbeit relevanten Prozesse):³⁹

Elastische Streuung von Elektronen: Numerische Wirkungsquerschnitte aus der Dirac „partial-wave“ Analyse, für das elektrostatische Potenzial, das aus den Dirac-Fock-Atomelektronendichten abgeleitet wurde. Die eingesetzten DCS wurden mit ELSEPA berechnet.⁴²

Inelastische Stöße von Elektronen: Born-DCS aus dem Sternheimer-Liljequist-Modell, einschließlich der Dichtekorrektur.^{43,44}

Ionisation durch Elektronenbeschuss: Numerisch berechnete Wirkungsquerschnitte für die Ionisierung der Elektronenschalen, bestehend aus einer Kombination der Bornschen Näherung für ebene Wellen (für hohe Energien über dem 16-fachen der Ionisierungsenergie) und der Bornschen Näherung für deformierte Wellen (für niedrigere Energien). Die Werte wurden über die von Bote und Salvat beschriebenen Theorien und numerischen Methoden berechnet.⁴⁵

Bremsstrahlungserzeugung: Die Energie der emittierten Photonen wird aus numerischen Spektren entnommen, die aus den skalierten Querschnittstabellen von Seltzer und Berger⁴⁶ abgeleitet wurden. Die intrinsische Winkelverteilung der emittierten Photonen wird durch einen analytischen Ausdruck beschrieben⁴⁷ mit Werten von Kissel⁴⁸.

Photonenabsorption: Gesamtwirkungsquerschnitte und Teilquerschnitte für die K-Schale und die L- und M-Unterschalen aus der „LLNL Photon Data Library“^{49,50}. Die anfängliche Richtung der Photoelektronen wird aus den von Sauter propagierten DCS der K-Schale entnommen.⁵¹ Werte berechnet mit PHOTACS⁵².

Rayleigh Streuung: Berechnet aus den Born-⁵³ und Sakurai-DCS⁵⁴ mit den Formfaktoren aus der EPDL⁵⁰-Datenbank.

Compton Streuung: DCS berechnet nach der relativistischen Impulsnäherung mit analytischen Ein-Elektronen-Compton-Profilen.⁵⁵

Die Eignung von PENELOPE zur Simulation von Röntgenquellen auf Basis der genannten Theorien ist in der Literatur bereits intensiv validiert worden (siehe z. B. Sechopoulos⁵⁶, Omar^{57,58} oder Pandola⁴¹) und zeigt hervorragende Übereinstimmung mit experimentellen Werten. Im späteren Verlauf dieser Arbeit werden die folgend durchgeführten Simulationen zusätzlich an einzelnen geeigneten Punkten mit Messungen oder Literaturwerten verglichen.

3 Brillanz moderner Laborröntgenquellen

Als erster Schritt auf dem Weg zur Entwicklung eines neuen Nano-CT Systems und der vorausgehenden Betrachtung dazu geeigneter Konstruktionen an Targets soll ein Maßstab validiert werden, um die Leistung der relevanten Röntgenquellen zu vergleichen.

3.1 Die Bewertung der Helligkeit und Brillanz von Röntgenquellen

Zum Vergleich und als Bewertungsmaßstab für die Leistungsfähigkeit von Lichtquellen, insbesondere der Röntgenquellen, hat sich das Maß der Brillanz etabliert. Speziell bei kleinen oder stark gebündelten Lichtquellen, wie es am Synchrotron der Fall ist, findet man üblicherweise diese Angabe. Sie kann auch als Maß für die Qualität eines Strahles betrachtet werden. Die Brillanz B ist definiert als Anzahl N der Photonen pro Zeit t , Emissionsfläche A , Raumwinkel $\Delta\Omega$ (entsprechend der Mantelfläche der Ausbreitungssphäre) und Bandbreite der Photonen Energie $\Delta E/E$.⁵⁹

$$B = \frac{N_{\text{Photonen}}}{t \cdot A \cdot \Delta\Omega \cdot \frac{\Delta E}{E}} \quad 3.1$$

Spezifisch wird das Energieintervall üblicherweise mit 0.1 % der Energie angegeben. Als Einheit ergibt sich daraus dann

$$\left[\frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{mrad}^2} \right] \quad 3.2$$

Zur Kenntlichmachung des Energieintervalls jedoch häufig geschrieben als⁶⁰

$$\left[\frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{mrad}^2 \cdot 0.1\% \text{ BW}} \right] \quad 3.3$$

Die Brillanz ist eine Erhaltungsgröße und kann nicht durch Eingreifen in den Strahlengang, sondern nur durch Veränderungen an der Lichtquelle erhöht werden. Es ist zwar möglich durch optische Komponenten einen Strahl höher zu fokussieren (Erhöhung der Flussdichte), gleichzeitig steigt dabei jedoch der Divergenzwinkel (Vgl. Liouville's Theorem^{61,62}).

Der Satz beschreibt jedoch die Eigenschaften der Strahlausbreitung, nicht der Strahlerzeugung. Übertragen entspricht das der Betrachtung einer homogenen Lichtquelle. Bei dieser führt das Einbringen einer Blende in den Strahl zwar zu einem kleineren Strahldurchmesser, senkt gleichzeitig jedoch die Photonenzahl und die Brillanz bleibt damit konstant. In der Realität und insbesondere abseits von Laser- und Synchrotronlichtquellen ist das Intensitätsprofil meist nicht homogen, sondern folgt z. B. einer zentral gepeakten Verteilungsfunktion. Die angegebene (mittlere) Brillanz einer solchen realen Lichtquelle ist somit ein Durchschnitt über eine bestimmte Emissionsfläche bzw. Strahlquerschnitt. In diesem Fall ist es jedoch möglich, durch Einbringen einer Blende kleiner als die Quellgröße Bereiche hoher Flussdichte zu isolieren (den höchsten Peak freistellen) und somit die mittlere Brillanz durch ein optisches Element zu erhöhen.

Eine Schwierigkeit der Brillanz ist die Rechnung mit einer prozentualen Bandbreite von 0.1 %. Während bei Lichtquellen mit einer über die Energie verteilt annähernd konstanten Photonenemission sich ebenso die Brillanz stetig verhält, unterliegen Laborröntgenquellen dem Einfluss scharfer Peaks in ihrem Intensitätsspektrum. Bei einer energetisch konstanten (bzw. energieunabhängigen) Röntgenquelle macht es also Sinn, für einen hohen Wert die Brillanz zu einer möglichst hohen Energie zu bestimmen, da dort das Energieintervall größer wird. Dies muss auch beim Vergleich von Brillanzen beachtet werden, die bei verschiedenen Photonenenergien bestimmt wurden. Bei spektrumsabhängigen Lichtquellen interessiert man sich jedoch meistens für die Photonenintensität in einem spezifischen Peak, in der Regel die stärkste charakteristische Emissionslinie eines Elements. Das führt teilweise in der Auswertung zu Problemen. Die Energiedifferenz der gespaltenen K_{α} Emissionslinie von Gallium liegt beispielsweise bei 26 eV, bei einer Energie von etwa 9.2 keV.⁶³ Die Linien sind also um 0.3 % ihrer Energie auseinander, zu viel, um in einem 0.1 % BW-Bin betrachtet zu werden. Das Verhältnis der Photonen in beiden Linien ist etwa 1:2, die Brillanz also um ein Drittel niedriger. Die Linien sind jedoch so nahe beieinander, dass diese in den allermeisten Anwendungsfällen nicht voneinander getrennt werden können und die Photonen aus beiden Peaks gemeinsam verwendet werden. Aus diesem Grund geben z. B. Hersteller anstelle der Brillanz gerne eine „Peakhelligkeit“ (Peak Brightness) an, in der ohne Energieintervall alle Photonen einer gespaltenen Emissionslinie zusammengefasst werden. Für die reale Anwendung ist dies in dem exemplarisch genannten Beispiel ein sinnvolles Vorgehen. Zu beachten ist an dieser Stelle, dass die Nomenklatur für Brillanz (Brilliance) und Helligkeit (Brightness) in der Literatur nicht einheitlich verwendet wird.⁶⁰ „Peak Brightness“, aber oftmals ebenfalls einfach nur als „Brightness“ oder „Brilliance“ bezeichnet, bezieht sich in Synchrotron oder Freie-Elektronen-Laser (FEL) bezogener Literatur häufig auf die höchste Brillanz zentral im Strahl im Maximum eines Photonenpulses. Speziell bei Vergleich mit FEL-Literatur (in Brillanzkurven sind häufig Synchrotrons und FEL gemeinsam gezeigt) ergibt sich leicht ein Faktor von 9 – 12 Größenordnungen zwischen mittlerer und Peak-Brillanz.^{64,65} Üblicherweise wird dabei der höhere Peak-Wert angegeben. Allgemein werden die Begriffe Brillanz und Helligkeit teilweise synonym verwendet. Es ist daher nötig (wenn auch nicht ausreichend) bei der Unterscheidung zumindest die angegebenen Einheiten mitzubeachten.

Für die praktische Bestimmung der Brillanz im Laborumfeld ergeben sich noch weitere Probleme. Während der benötigte Divergenzwinkel mit einer geeigneten Blende einfach bestimmt werden kann, ist für die Photonenzahl pro Energieintervall ein sehr fein aufgelöstes Spektrometer notwendig. Bei 10 keV ist für die 0.1 % BW eine Energieauflösung unter 10 eV erforderlich, um die Peaks im Spektrum ausreichend zu isolieren. Übliche Spektrometer weisen meist jedoch eine Auflösung deutlich über 100 eV auf.⁶⁶ Weiterhin problematisch ist auch die häufig nicht trivial und nicht einheitlich gelöste Bestimmung der Emissionsfläche. Mit der Brillanz existiert demnach ein gut geeignetes Qualitätsmaß, das jedoch verschiedenen Unsicherheiten und methodischem Aufwand in der Bestimmung unterliegt.

3.2 Brennfleckgröße und Brennfleckbestimmung

Die Definition der Brillanz stellt keine Angaben über die Voraussetzung an die Bestimmung der Emissionsfläche (Synonym dazu wird häufig der Begriff „Brennfleckgröße“ oder, wie im Folgenden bevorzugt, „Spotgröße“ verwendet) bereit. Insbesondere hat sich kein einheitliches Verfahren oder Vorgehen etabliert, speziell über die verschiedenen Größenordnungen hinweg, was bei der Vergleichbarkeit berücksichtigt werden muss.

Im Bereich der medizinischen, industriellen oder materialwissenschaftlichen Röntgenbildgebung im Labor ist die Brennfleckcharakterisierung eine verbreitete Fragestellung und daher auch Gegenstand verschiedener Normen, welche eine einheitliche Basis schaffen möchten. Unter anderem beschäftigt sich die europäische DIN EN 12543⁶⁷, die amerikanische ASTM E1165⁶⁸ sowie die internationale IEC 60336⁶⁹ mit dem Problem. Die DIN-Norm schlägt verschiedene gültige und insbesondere indirekte Methoden zur Messung vor, darunter die Abbildung mit einer Schlitzkamera und direktes Ablesen der Breite oder das Messen eines hochabsorbierenden Objektes im Strahlengang (z. B. Bleikugel oder Platindraht) und Ablesen der Kantenverwischung. Die ASTM empfiehlt neben der DIN die Abbildung des Brennflecks mit einer Lochblende auf einen Detektor oder (historisch bedingt) Röntgenfilm. Die IEC empfiehlt ebenfalls neben verschiedenen Methoden die Messung mit einer Schlitzkamera als etabliertes und zuverlässiges Verfahren. Insgesamt ermitteln die meisten Methoden (mit Ausnahme der Lochblende) die Linienspreizfunktion (Line-Spread-Function, LSF) der Röntgenquelle und setzen diese mit dem Quellfleck in einer Dimension gleich (Siehe auch 3.3.1). Die Quellfleckgröße wird dann anhand der Verteilungsbreite auf einem Niveau von 10 % - 20 % des Maximums (15 % nach IEC) der LSF abgelesen. Dies hat insbesondere historische Gründe, da das dem Niveau der Sensitivität von ehemals üblichen Röntgenfilmen entspricht und so händisch mit einer Lupe als Grenze aus den entwickelten Aufnahmen abgelesen werden konnte.⁶⁹ Da dieser abgelesene Wert relativ am Fuße der Verteilungsfunktion bestimmt wird, empfiehlt die Norm einen Faktor von 0.7 um ihn auf die Halbwertsbreite (Durchmesser auf der Höhe von 50 % des Maximums, FWHM) zu korrigieren. Dies orientiert sich am Verlauf einer Gaußkurve und stimmt für abweichende Formen nur bedingt. Insgesamt ergeben die verschiedenen technisch gültigen Methoden selbst innerhalb einer Norm zum Teil erhebliche Abweichungen in der Brennfleckgröße bis zu einem Faktor von 2.5.^{70,71} Die plausibelsten Ergebnisse liefert unter anderem die Abbildung mit einer Lochblende. Allerdings wird dazu eine exakte Blende mit einem Durchmesser kleiner als die Spotgröße benötigt, was speziell bei kleinen mikro- und nanoskaligen Brennflecken schwierig werden kann. Alternativ empfiehlt sich hier explizit das Abbilden einer exakten Kante (Knife-Edge) oder regelmäßigen Linienstruktur, mit anschließenden differenzieren zur LSF um diese dann mit der erwarteten Verteilungsfunktion anzunähern.⁷²

Im Feld der Synchrotronphotonenstrahlung existiert kein klassischer Brennfleck wie bei einer Röntgenröhre, daher wird als Emissionsfläche der entsprechende Strahlquerschnitt bei Erzeugung im „insertion device“

charakterisiert. Das Intensitätsprofil dieser Fläche wird meistens über eine Loch-^{73,74}, oder Schlitzblende⁷⁵ auf einen Szintillator abgebildet, mit einer Kamera erfasst und als Verteilungsfunktion ausgewertet. Die spektrale Intensität basiert häufig auf Simulationen oder Messungen bei niedriger Strahlintensität, da der Fluss moderner Synchrotrons die Messbereiche üblicher Spektrometer übersteigt.^{75,76} Als Alternative können indirekte Messungen herangezogen werden, wie beispielsweise über ein bekanntes Streuprofil einer Materialprobe im Strahlengang.⁷⁶ Für die Beschreibung der Geometrie hat sich hier ebenfalls die Gaußverteilung etabliert, auch wenn häufig in elliptischer und nicht rotationssymmetrischer Form. Die Beschreibung der „Strahlbreite“ und darauf aufbauend die betrachtete Fläche für die Brillanz bezieht sich hier üblicherweise auf das quadratische Mittel (RMS) des Strahlquerschnitts als Radius.^{77,78} Im Sinne der Gaußverteilung entspricht das der Standardabweichung σ .

Eine weitere, aber noch wenig etablierte Methode zur Brennfleckcharakterisierung im Labor, ist die direkte Linsenabbildung des Brennflecks auf einen hochauflösenden Detektor. Das Ergebnis ist ein exaktes Bild des realen Brennflecks ohne eine Abschätzung oder Umrechnung. Als geeignete Linse, um Röntgenstrahlen abzubilden, kommen diffraktive Fresnell-Zonenplatten (FZP) aus alternierend absorbierenden (oder phasenschiebenden) und transmittierenden Zonen in Frage.⁷ Zusätzlich wird ein möglichst hochauflösender Detektor benötigt. Da diffraktive Optiken monochromatisch abbilden (abhängig von der Photonenenergie ergeben sich unterschiedliche Brennpunkte und somit werden die nicht fokussierten Energien gleichzeitig unscharf abgebildet), muss die untersuchte Quelle über eine intensive charakteristische Photonenemission verfügen, wie es bei Kupfer oder Gallium der Fall ist. Benachbarte Emissionslinien müssen deutlich schwächer oder energetisch weit genug entfernt sein. Eine Umsetzung in der Praxis ist in 3.5.1 gezeigt.

Zusammenfassend muss bei der Angabe der mittleren Brillanz für die Vergleichbarkeit immer ebenso die Emissionsfläche und die Art ihrer Bestimmung mit betrachtet werden, denn die Ergebnisse können sich erheblich unterscheiden.

3.3 Theoretische Beschreibung und Zusammenhang der Brennfleckgröße mit der Modulationsübertragungsfunktion

3.3.1 Punkt- und Linienspreizfunktion (PSF und LSF)

In einem perfekt abbildenden Röntgensystem mit einem idealen Detektor ist die Qualität der Abbildung nur durch die Gegebenheiten des Brennflecks limitiert. Die Photonenemission der Quelle entspricht dabei der zweidimensionalen Punktspreizfunktion (Point Spread Function, PSF), welche mit einem Objekt gefaltet auf den Detektor projiziert wird. Ein perfekt punktförmiges Objekt erzeugt auch auf dem Detektorbild die Intensitätsverteilung der PSF. Ein infinitesimales Linienobjekt wird als die Überlagerung vieler einzelner PSFs abgebildet, der Linienspreizfunktion (Line Spread Function, LSF). Die LSF entspricht daher dem eindimensionalen Integral der PSF.⁷⁹

$$LSF(x) = \int_{-\infty}^{\infty} PSF(x, y) dy \quad 3.4$$

Betrachtet man in dem System eine wiederum perfekte Absorptionskante, dann erzeugt die LSF eine „Verwischung“ eben dieser Kante in der Abbildung. Diese Kantenspreizfunktion (Edge Spread Function, ESF) kann beschrieben werden als die stückweise Integration über die LSF.⁷⁹

$$ESF(x) = \int_{-\infty}^x LSF(x') dx' \quad 3.5$$

Im einfachen Fall ist die PSF rotationssymmetrisch zur Achse ihrer Ausbreitungsrichtung. Betrachten wir als Beispiel eine PSF, die durch einen rotationssymmetrischen Gauß mit der Amplitude A beschrieben wird, wie es bei der Beschreibung vieler Röntgenquellen angenommen wird.

$$PSF: g(x, y) = A \cdot \exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{2 \cdot \sigma^2}\right) \quad 3.6$$

Die Integration zur LSF ergibt in diesem Fall wieder eine Gaußfunktion identischer Breite.

$$LSF: L_g(x) = \int_{-\infty}^{\infty} g(x, y) dy = A \cdot \sqrt{2\pi} \cdot \sigma \cdot \exp\left(-\frac{x^2}{2 \cdot \sigma^2}\right) \quad 3.7$$

Und eine weitere Integration ergibt die ESF.

$$ESF: E_g(x) = \int_{-\infty}^x L_g(x') dx' = A \cdot \pi \cdot \sigma^2 \cdot \left(1 + \operatorname{erf}\left(\frac{x}{\sqrt{2}\sigma}\right)\right) \quad 3.8$$

Für den einfachen Gauß-Fall sind PSF und LSF identisch bezüglich ihres Verlaufs und unterscheiden sich nur in ihrer Amplitude. Die Abb. 3.1 zeigt die normierten Verläufe der drei Kurven. Dies ist jedoch ein Sonderfall. Betrachtet man den Verlauf einer in der mittleren Emission idealisierten zylinderförmigen PSF mit scharfen Kanten (homogene Emission über einen runden Querschnitt, „Flat Top Beam“), so ergibt sich hierfür eine schmalere LSF und damit steilere ESF. Vereinfacht kann man Ausdrücken, dass eine Kante damit schärfer abgebildet wird als ein einzelner Punkt. Als dritter Fall soll eine PSF in Form der Überlagerung von zwei oder mehr Gaußkurven unterschiedlicher Breite betrachtet werden. Die Verteilungsfunktion entspricht der Addition der einfachen Gaußverteilungen aus Gleichung 3.6, anteilig skaliert über die entsprechende Amplitude. Die LSF konserviert wieder die einzelnen Breiten der PSF-Anteile, jedoch skalieren nach Gleichung 3.7 die Amplituden zusätzlich mit der Standardabweichung, um den unterschiedlich starken Beitrag zur Gesamtintensität zu berücksichtigen. Zum Beispiel stecken bei gleicher Amplitude in der breiteren Gaußverteilung mehr Photonen als im schmalen Beitrag, die jedoch alle zur LSF beitragen. Das führt somit in diesem Fall zu einer breiteren LSF als PSF. Das System bildet also einen Punkt schärfer ab als eine Linie. Insbesondere bildet der hier betrachtete Doppelgauß eine Linie am schlechtesten ab, obwohl er von den drei betrachteten Fällen die niedrigste (und damit eigentlich beste) FWHM aufweist. Das zeigt wiederum die Gefahr der

Fehleinschätzung über die Spotgröße rein aus der Bestimmung der FWHM bei unterschiedlichen Verteilungsfunktionen.

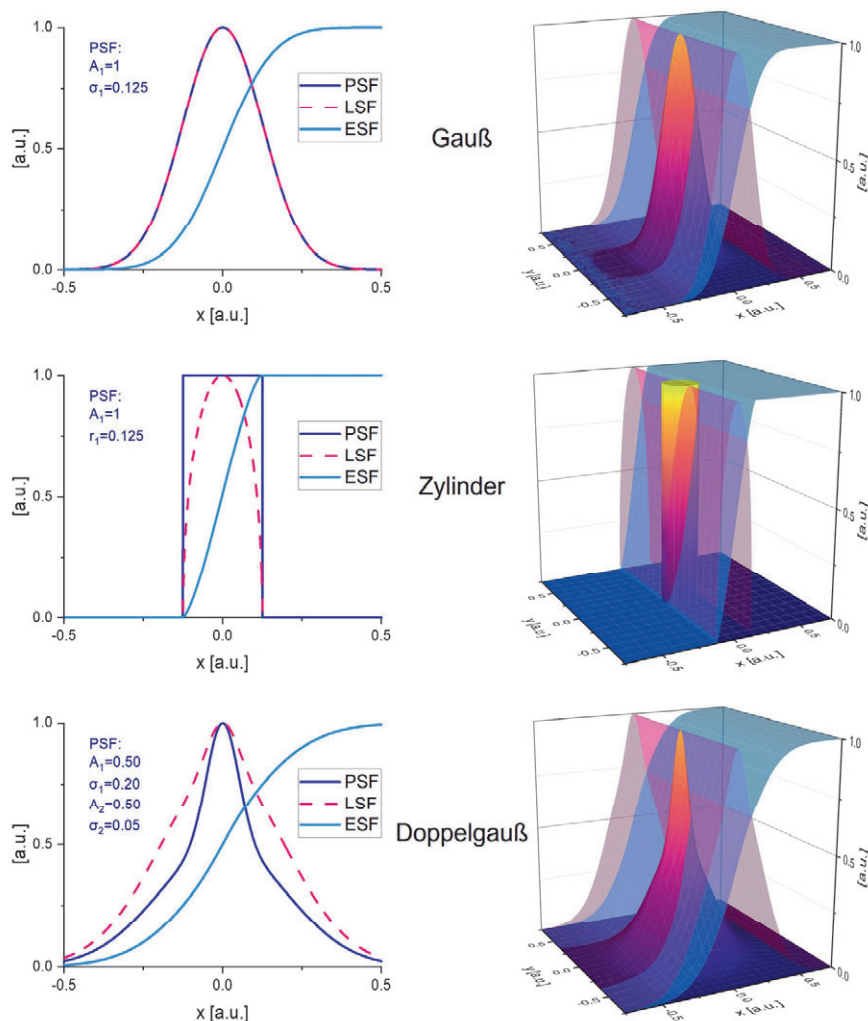


Abb. 3.1 Verlauf von PSF, LSF und ESF für drei exemplarische rotationssymmetrische Verteilungsfunktionen in 2D und repräsentativ in 3D.

Die im vorherigen Abschnitt besprochenen Spotbestimmung aus der LSF ist somit für den häufigen aber nicht immer gültigen Gauß-Fall der PSF zutreffend. Für andere Formen ist die angenommene Verteilungsbreite bei Gleichsetzen von LSF und PSF aber meistens noch eine gute Näherung. Weiterhin kann darauf hingewiesen werden, dass technische Anwender, die sich nach den Normen richten, üblicherweise nicht für die Abbildungsqualität eines idealisierten Punktes interessieren, sondern in der Praxis für die Abbildungsgüte einer betrachteten Kante oder einer Linie. Diese werden korrekt mit der LSF beschrieben. Die „Unsauberkeit“ besteht darin, in den Normen teilweise die LSF mit der Brennfleckgröße gleichzusetzen, was nur in Sonderfällen gilt.

3.3.2 Modulationsübertragungsfunktion (MTF)

Die Modulationsübertragungsfunktion (Modulation Transfer Function, MTF) beschreibt den Kontrast, den ein optisch abbildendes System erreicht, in Abhängigkeit der Frequenz (\sim Größe $^{-1}$) eines betrachteten Objektes (Objekt im Sinne

von Teilelement einer betrachteten Probe). Die MTF ist für niedrige Auflösungen (große Objekte) üblicherweise 1, der Kontrast (Licht zu keinem Licht) wird also perfekt übertragen. Zu höheren Frequenzen (kleinere Objekte) nimmt diese Übertragungsfunktion in einem realen System ab. Mit der Charakterisierung der MTF erhält man einen Maßstab dafür, wie gut ein optisches System ein Objekt bestimmter Frequenz abbildet. Sie kann also als Urteil über die Abbildungsqualität betrachtet werden.⁸⁰ Häufig wird anhand der MTF auch nur die erreichbare Auflösung eines optischen Systems ausgewertet, ohne die vollständige Verteilungsfunktion zu zeigen. Hierzu wird eine Grenze für den benötigten Kontrast definiert (üblich 10 %) und dann die höchste erreichbare Frequenz auf diesem Niveau angegeben.

Aus den vorausgegangenen Bestimmungen der PSF und LSF kann direkt die MTF der Quelle in Abhängigkeit der Bildfrequenz f betrachtet werden. Die MTF ist die Fouriertransformation der PSF in zwei Dimensionen (x, y) , oder die eindimensionale Fouriertransformation der LSF.⁸⁰

$$MTF(f_x, f_y) = \mathcal{FF}\{PSF(x, y)\} \quad 3.9$$

$$MTF(f) = \mathcal{F}\{LSF(x)\} \quad 3.10$$

Für die MTF einer einfachen Gauß LSF aus Gleichung 3.7 ergibt sich damit nach der Fourier-Transformation^{81,82}

$$MTF_g(f) = \mathcal{F}\{L_g(x)\} = \mathcal{F}\left\{A \cdot \sqrt{2\pi} \cdot \sigma \cdot \exp\left(-\frac{x^2}{2 \cdot \sigma^2}\right)\right\} \quad 3.11$$

$$MTF_g(f) = A \cdot 2\pi \cdot \sigma^2 \cdot \exp(-2 \cdot \pi^2 f^2 \sigma^2) \quad 3.12$$

Die MTF einer Gaußverteilung folgt also selbst einer Gaußkurve.

Für die Doppelgauß-PSF, also der Linearkombination von zwei (oder mehr) Gauß-PSFs, ergibt sich die MTF ebenfalls wieder als Linearkombination der MTFs der einzelnen LSFs, anteilig wieder skaliert über die Amplitude und der Standardabweichung σ . Der einzelne Beitrag zur $MTF(0)$ skaliert also je mit der PSF-Amplitude multipliziert mit σ^2 . Die gesamte MTF muss dann entsprechend wieder auf 1 normiert werden. Die Abb. 3.2 zeigt die daraus resultierende MTF für die Doppelgauß-PSF aus Abb. 3.1, aufgeteilt nach ihrem Beitrag.

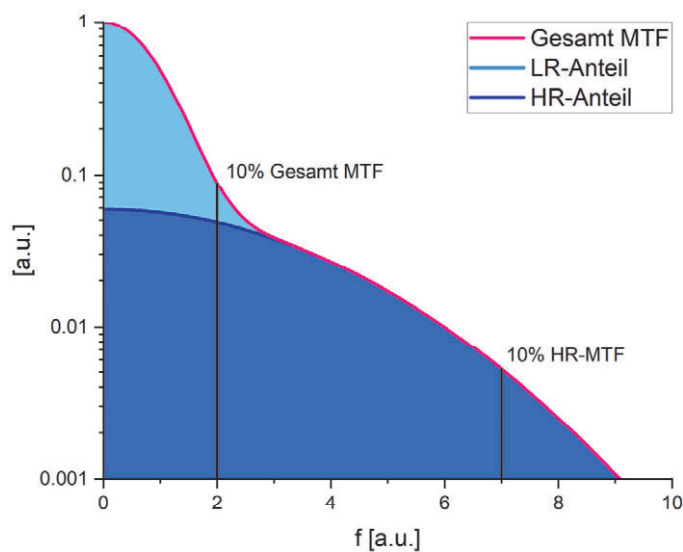


Abb. 3.2 MTF der Doppelgauß-PSF separiert nach ihrem Beitrag.

Die ursprünglich breite PSF, im Folgenden als „Low-Resolution“-Anteil (LR) bezeichnet, trägt überhaupt nur zu sehr niedrigen Frequenzen bis etwa $f=3$ zur Abbildung bei. Bei diesen niedrigen Frequenzen stammt dafür der überwiegende Anteil des Kontrasts aus dem LR-Anteil. Hohe Frequenzen werden dagegen nur durch den HR-Anteil abgebildet. Beim 10 %-Niveau der gesamten MTF tragen beide Kurven etwa gleich viel bei. Jedoch würde in diesem Fall die Abbildungsleistung des Systems erheblich unterbewertet werden. Speziell für die Untersuchung kleiner Proben sind sehr niedrige Frequenzen (insbesondere unterhalb der Probendimensionen) nicht relevant für die Abbildungsgüte. Stattdessen muss die von den Kurven eingeschlossene Fläche im benötigten Auflösungsbereich verglichen werden, welche effektiv proportional zu den übertragenen Photonen ist. Hier zeigt sich im weitergeführten Beispiel in Abb. 3.3 wie sich das Verhältnis erheblich zum „High-Resolution“-Anteil (HR) verschiebt, wenn nur mittlere und hohe Frequenzen benötigt werden.

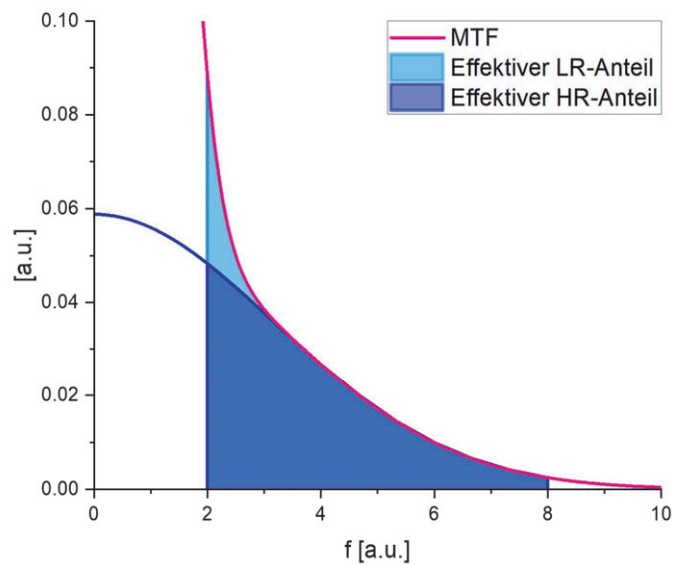


Abb. 3.3 Effektiv wirksamer Teil der MTF für die theoretische Untersuchung sehr kleiner Proben.

In einem solchen Fall, wenn die Breiten der Gaußkurven sich erheblich unterscheiden (mindestens etwa Faktor 2), ist es valide, für die Abbildungsqualität entsprechend nur die Photonen aus dem HR-Anteil zu betrachten. Der LR-Anteil wird nur zu einem Offset in der Bildhelligkeit führen. Das 10 % Kriterium findet dann entsprechend auf den Kontrast der minimalen Frequenzen im untersuchten Intervall Anwendung. In Abb. 3.4 ist zum Vergleich eine ähnliche Linearkombination aus 3 Gauß-PSFs mit einem zusätzlichen Beitrag mittlerer Auflösung (MR) und die entsprechende MTF gezeigt, wie sie später im Verlauf dieser Arbeit Anwendung findet.

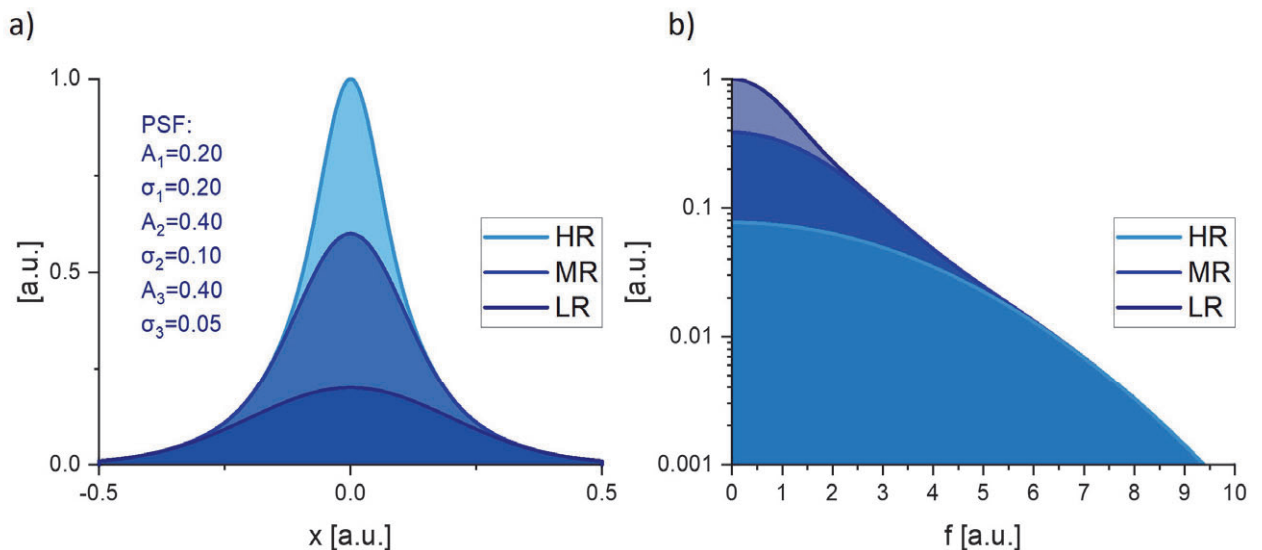


Abb. 3.4 Modell einer aus drei Gaußkurven zusammengesetzten PSF (a) und korrespondierende MTF (b).

3.4 „Mittlere Brillanz“

In Abschnitt 3.2 wurden verschiedene Methoden zur Spotgrößenbestimmung aufgezeigt, die als Ergebnis PSFs oder LSFs ausgeben. Der Zusammenhang und die Konvertierungsmöglichkeiten zwischen den Verteilungsfunktionen wurde in Abschnitt 3.3 betrachtet. Es gilt noch ein Kriterium zu finden, welches die eigentliche Spotgröße oder Emissionsfläche zumindest näherungsweise beschreibt. Mit diesem Kriterium kann dann die mittlere Flussdichte (Photonen pro Fläche) für die Brillanz bestimmt werden.

Wie beschrieben, ist in Synchrotron bezogener Literatur die Nutzung der Standardabweichung als Radius für die Spotgröße verbreitet. In der Laborbezogenen- oder Normungs-Literatur hingegen die FWHM. Beide Größen können im einfachen Gauß-Fall einfach über

$$FWHM = \sqrt{8 \ln(2)} \approx 2.355 \cdot \sigma \quad 3.13$$

ineinander umgerechnet werden. In der optischen Strahlcharakterisierung bzw. zur Brillanzbestimmung von Laserlicht ist das $1/e^2$ -Kriterium üblich, welches die Breite der Spotgröße auf einem Niveau beschreibt, bei dem die Intensität nur noch $1/e^2$ des Peakmaximums beträgt.⁸³ Bei einer Gaußverteilung entspricht das wiederum den $D4\sigma$ -Kriterium, also der vierfachen Standardabweichung im Durchmesser.

Das einfachste Vorgehen für die mittlere Flussdichte wäre nun einfach die Gesamtzahl der Photonen zu messen und durch die Fläche nach einem der genannten Kriterien zu teilen. Das wiederum würde zu einer erheblichen Überbewertung der Flussdichte führen, da in diesem Fall Photonen dem Peak zugeordnet werden, die zum Teil weit in den Ausläufern der Verteilungsfunktion liegen. Da es messtechnisch nur schwierig möglich ist den Photonenursprung zu selektieren, sind passende Umrechnungsfaktoren nötig. Das $1/e^2$ -Kriterium umschließt in seinem Radius bei einer Gaußverteilung 87 % aller Photonen ein. Die FWHM beinhaltet im radialsymmetrischen Fall 50 % aller Photonen. Das RMS-Kriterium mittelt über die inneren 39 % der Photonen. Die Abb. 3.5 zeigt diese Mittelungen grafisch in Form vom Querschnitt von zylinderförmigen PSFs mit jeweils identischen Volumen zu dem eingeschlossenen Gauß im gleichen Kriterium. Zusätzlich ist die zylindrische PSF des Falles der Gesamtzahl aller Photonen im FWHM-Durchmesser gezeigt, welche den Peak weit überragt.

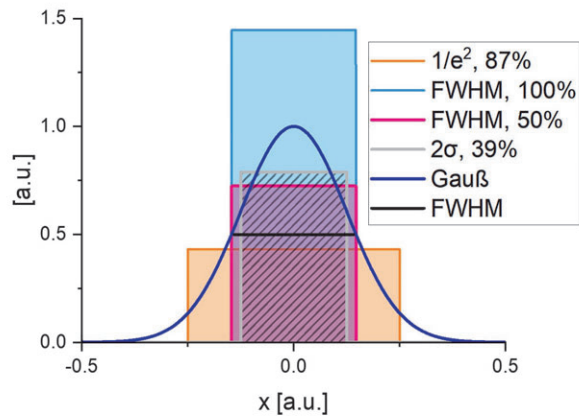


Abb. 3.5 Gauß-PSF und verschiedene Arten der Mittelung im Vergleich in Form von äquivalenten Zylinder-PSFs, deren Volumen dem der durch den Radius eingeschlossenen Gauß-PSF entspricht sowie zusätzlich den Fall aller Photonen der FWHM zugerechnet.

Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird als Beschreibungskriterium für die Spotgröße, sowie die darauf aufbauende Bestimmung der Flussdichte und der Brillanz, die Spotgröße über die FWHM definiert (wenn nicht anders angegeben) und die Gesamtphotonenzahl jeweils mit dem Faktor 0.5 gewichtet. Dies dient insbesondere der Vergleichbarkeit mit anderen Laborwerten. Allerdings ist der Fehler, der durch ein anderes Kriterium zur Emissionsfläche entsteht, im Regelfall kleiner als die bereits angesprochene Unsicherheit bei der praktischen Messung.

3.5 Simulation von Brillanzen moderner Laborquellen zur Röntgenmikroskopie

Aus dem vorausgegangenen Abschnitt wird ersichtlich, dass die Messung und praktische Bestimmung der Brillanz einer Laborröntgenquelle trotz ihrer Relevanz nicht trivial umzusetzen ist. Insbesondere sind die auf verschiedenen und nicht immer genannten Wegen ermittelten Werte aus der Literatur dadurch nur bedingt miteinander vergleichbar. Im Folgenden soll daher für drei in ihrer Marktposition alleinstehenden Röntgenquellen die Brillanz auf Basis von einheitlichen Monte-Carlo (MC) Simulationen bestimmt werden. Die so ermittelten Werte eines „idealen“ Systems auf der Grundlage realer Begebenheiten und Betriebsparameter sind dann als oberes Limit für die jeweilige Quelle in ihrer genannten Konfiguration zu verstehen. Die Simulationen wurden in Geant4⁴⁰ (Version 10.5) mit dem Physikmodell PENELOPE³⁹ (2008) durchgeführt. Als Software kam G4Beamline⁸⁴ (Version 3.6) zum Einsatz. Für jede Röntgenquelle wurden 1E9 Elektronen der jeweiligen Energie auf das Target geschossen und die dabei erzeugten Photonen auf einem virtuellen Detektor im Vakuum erfasst.

Die betrachteten Quellen umfassen die Excillum Liquid-Metal-Jet⁸⁵, welche als Laborröntgenquelle mit der höchsten Brillanz gilt, der Excillum NanoTube N2⁸⁶, eine transmissionsbasierte Nanofokus-Quelle mit dem kleinsten Röntgenspot bei höherer Energie sowie dem Fraunhofer XRM-2 mit einer Röntgenquelle auf Basis eines

Rasterelektronenmikroskopes⁸⁷, das die insgesamt kleinste Emissionsfläche aufweist. Alle drei genannten Geräte existieren am hiesigen Lehrstuhl, wodurch die theoretische Betrachtung durch praktische Erfahrung bzw. Verifikation gestützt werden kann. Eine Einordnung der in der Simulation bestimmten Werte zu Literaturwerten erfolgt in 3.6.

3.5.1 Excillum Liquid-Metal-Jet D2

Die Excillum Liquid-Metal Jet Röntgenquelle (LMJ) hat aufgrund ihres technischen Aufbaus eine Sonderstellung am Markt. Anstelle eines (festen oder bewegten) Vollmetalltargets besteht das Target in dieser Quelle aus einer aufgeschmolzenen Legierung (Ga/In, 95/5 w%), die mit hohem Druck (200 bar) in die Vakuumkammer eingeschossen wird. Dabei formt diese einen ausreichend stabilen, zylinderförmigen Strahl mit 200 μm Durchmesser, dessen Material sich kontinuierlich erneuert und somit für eine hervorragende Wärmeabfuhr sorgt.⁸⁸ Das flüssige Metall wird dann in einem großen Reservoir temperiert, bevor es im Kreislauf erneut in die Vakuumkammer eingeschossen wird. Die Abb. 3.6 zeigt die Schematik dieses Aufbaus.

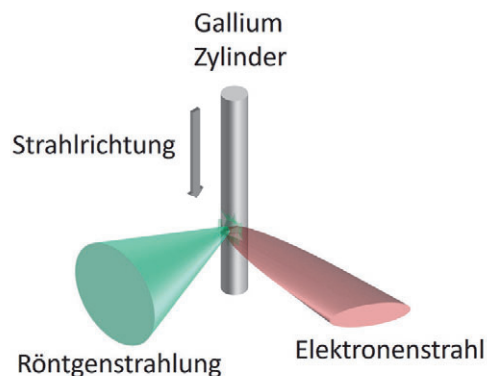
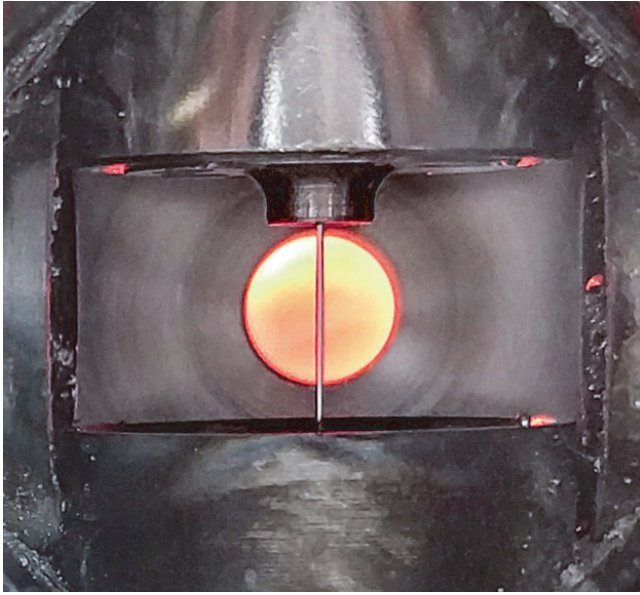


Abb. 3.6 Schema der Röntgenstrahlerzeugung in der Excillum Liquid-Metal-Jet Röntgenquelle.

Die eingesetzte Legierung ist bereits bei Raumtemperatur flüssig⁸⁹, unterliegt jedoch einer ausgeprägten Schmelzhysterese und oxidiert hautbildend bei Sauerstoffkontakt. Weiterhin auszeichnend für die Nutzung als flüssiges Target sind ein besonders niedriger Dampf- und hoher Siedepunkt von Galliumlegierungen.⁹⁰ Durch verschiedene Modifikationen war es möglich, ein Vakuumfenster in die Röntgenquelle zu integrieren, um die Position und Stabilität des Zylinders optisch zu verfolgen. Dies ermöglicht die in Abb. 3.7 gezeigten Aufnahmen vom aktiven Jet und dem optischen Leuchten des Brennflecks.

a)



b)

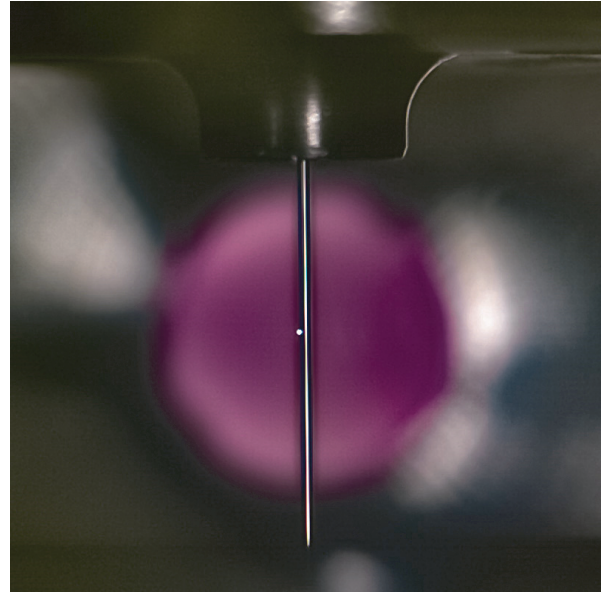


Abb. 3.7 Der durch verschiedene Modifikationen ermöglichte Blick in die Vakuumkammer der Liquid-Metal-Jet Quelle zeigt den zylindrischen Strahl der Galliumlegierung der von oben durch eine Saphirdüse eingeschossen wird. b) In der Nahansicht ist der 10 μm Elektronenspot als Lichtpunkt zu erkennen. Die orange leuchtende Scheibe im Hintergrund ist eine elektrisch beheizte Graphitfolie, welche das dahinterliegende Austrittsfenster aus Beryllium vor Spritzern und Ablagerungen der Metalllegierung schützt.

Das in der Simulation entstandene Spektrum der Gallium/Indium-Legierung bei 70 kV Beschleunigungsspannung ist in Abb. 3.8 gezeigt. Charakteristisch sind die herausstechenden Gallium-Linien K_{α} bei 9.25 keV und K_{β} bei 10.26 keV. Insgesamt stammen 31 % der emittierten Photonen aus der besonders intensiven Ga- K_{α} -Linie (1+2). Zusätzlich sind die Indium-Emissionslinien aus dem kleineren Legierungsbestandteil bei 24.21 keV und 27.28 keV zu erkennen.

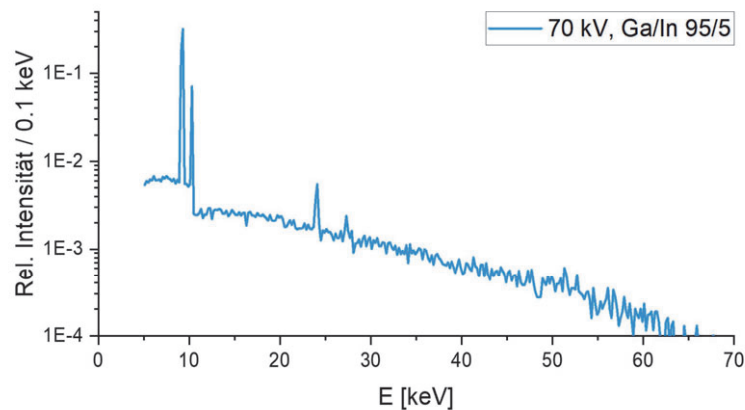


Abb. 3.8 Röntgenemissionsspektrum für eine Gallium/Indium-Legierung 95/5 bei 70 kV Beschleunigungsspannung.

Das 2D-Histogramm in Abb. 3.9 zeigt die lokale Photonenerzeugung der $K_{\alpha 1}$ Emissionslinie im Querschnitt des Targets aufsummiert über die Flussrichtung der Legierung. Der asymmetrische Elektronenstrahl mit 40 μm Breite (z, Gauß-FWHM) und 10 μm Höhe (y, Gauß-FWHM) trifft den Zylinder azentrisch, um in der um 90°

versetzten Projektion einen bestmöglich runden Spot zu erzeugen. Die Photonen stammen dabei aus einer Tiefe von bis zu 10 μm von der Targetoberfläche entfernt.

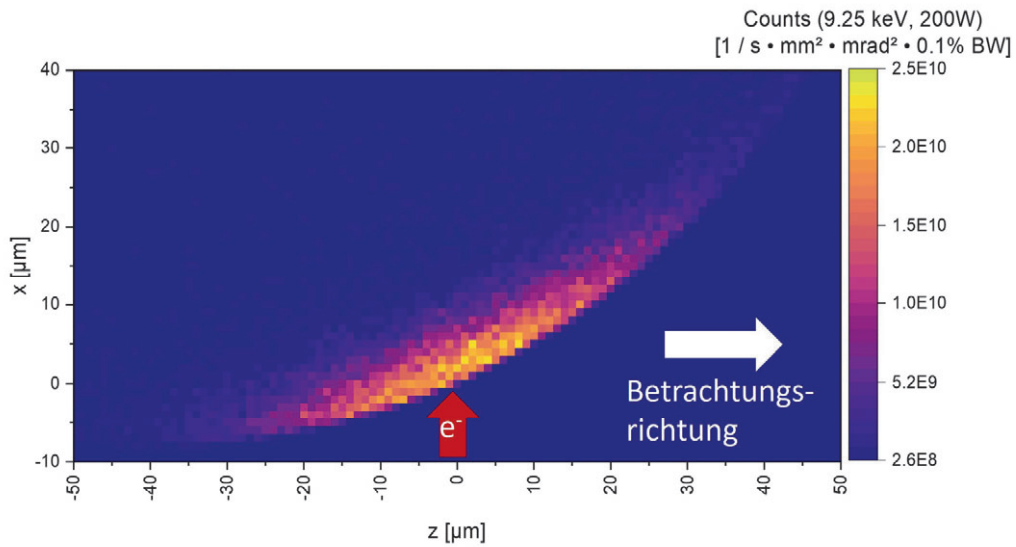


Abb. 3.9 Photonenerzeugung im Querschnitt des Targets, aufsummiert über die y -Dimension. Der Zylinderumriss ist gut zu erkennen. Es sind nur Photonen gezählt, welche das Target in die Betrachtungsrichtung verlassen.

Aus der versetzten Röntgenstrahlrichtung betrachtet erzeugen die Photonen, welche das Target verlassen, die in Abb. 3.10 gezeigte tropfenförmige Emissionsfläche. Aus dieser Verteilung kann die lokale Brillanz des Brennflecks berechnet werden. Es ergibt sich im Peak ein Wert von $3.3 \times 10^{10} \text{ s}^{-1} \text{ mm}^{-2} \text{ mrad}^{-2} \text{ 0.1\% BW}^{-1}$.

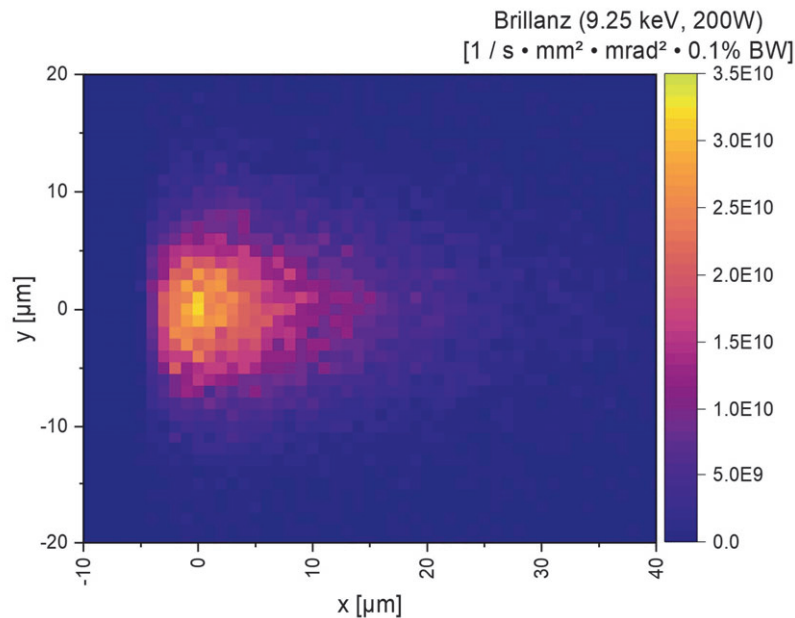


Abb. 3.10 Intensität der Emissionsfläche betrachtet aus der (Röntgen-) Strahlrichtung und dargestellt als lokale Brillanz. Der Elektronenstrahl kommt in dieser Ansicht von links.

Durch die Projektion der Elektronenstrahlellipse auf einen Zylinder ergibt sich im Gegensatz zu einem flachen und geneigten Target kein exakt symmetrischer Brennfleck. Der annähernd runde zentrale Peak ist in den Ausläufen senkrecht zur Flussrichtung einseitig hart begrenzt durch die geometrische Abmessung des Zylinders, auf der anderen Seite hingegen ergibt sich ein flaches Auslaufen zu einer Tropfenform.

Die Gauß-Anpassung für die PSF im vertikalen und horizontalen Schnitt durch den Brennfleck ist in Abb. 3.11 gezeigt. Während die vertikale Richtung nur eine leichte Verbreiterung der Gaußverteilung als Folge von Streuung zeigt und sich daher gut mit der identischen Verteilungsfunktion beschreiben lässt, passt die Anpassung in horizontaler Richtung nur für den oberen Bereich der Kurve. Die unteren Flanken sind, wie bereits am Brennfleck zu sehen, angeschnitten bzw. abgeflacht. Die ermittelte Spotgröße ergibt sich aus beiden Kurven dann zu einer leichten Ellipse von $11.2 \pm 0.1 \mu\text{m}$ auf $13.0 \pm 0.6 \mu\text{m}$.

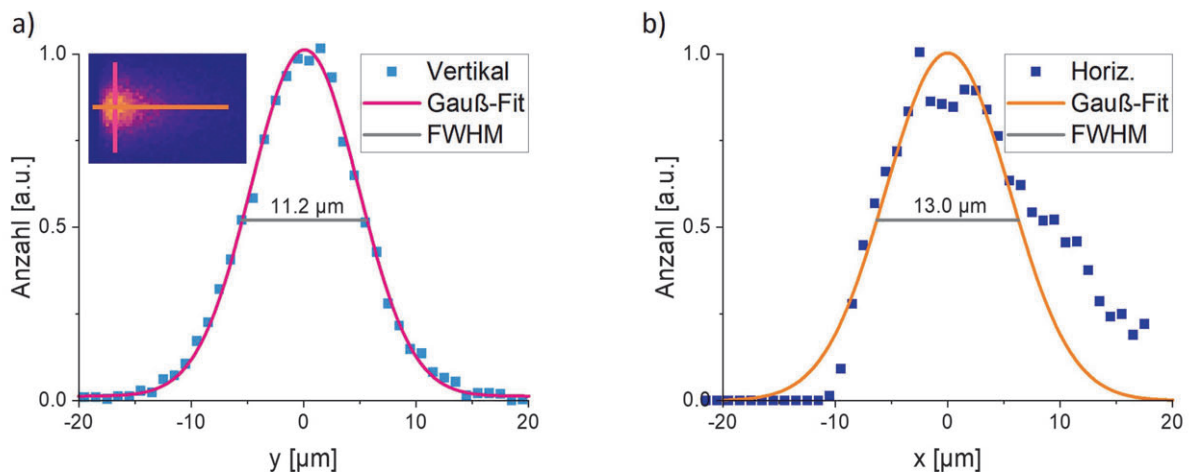


Abb. 3.11 Vertikaler (a) und horizontaler (b) Schnitt durch die Emissionsfläche, um die PSF für beide Richtungen per Gauß-Fit zu bestimmen.

Während die beiden Kurven die Spotgröße nur für die $K_{\alpha 1}$ -Emission zeigen, kann dieser Fit ebenso über verschiedene Energiestufen durchgeführt werden. Die Abb. 3.12 zeigt die vertikale FWHM in Energieabhängigkeit. Während für hohe Energien nahe der Primärenergie die Brennfleckausdehnung derjenigen des eintreffenden Elektronenstrahls entspricht, so steigt diese zu niedrigeren Energien als Folge der mehrfachen Streuung und Wechselwirkung der Elektronen mit dem Target leicht an. Umso „weicher“ die Röntgenstrahlung, desto größer somit die Ursprungsfläche.

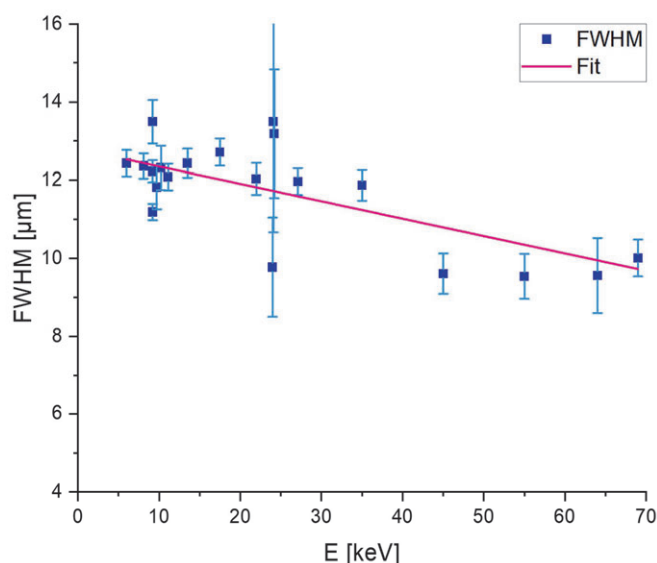


Abb. 3.12 Die Abhängigkeit der vertikalen Spotgröße von der eingestrahlten Energie zeigt die Verbreiterung zu niedrigeren Energien.

Aus dem simulierten Röntgenspektrum und den bestimmten Emissionsflächen lässt sich abschließend die in Abb. 3.13 gezeigte energieabhängige mittlere Brillanz der Liquid-Metal-Jet Röntgenquelle bei 70 kV Beschleunigungsspannung, 200 W Elektronenstrahlleistung und 10 μm Elektronenspotgröße berechnen. Zusätzlich wurden die Helligkeiten der zusammengefassten Ga- und In- K_{α} -Peaks eingezeichnet.

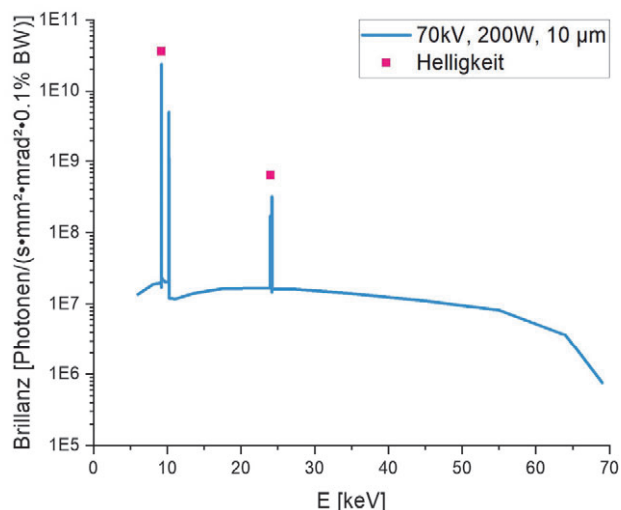


Abb. 3.13 Energieabhängige (mittlere) Brillanz der LMJ-Quelle ergänzt durch die Helligkeit der zusammengefassten Emissionslinien.

Die maximale (mittlere) Brillanz der Quelle am Ga-Peak beträgt $2.4 \cdot 10^{10} \text{ s}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2} \cdot \text{mrad}^{-2} \cdot 0.1\% \text{ BW}^{-1}$, die maximale Helligkeit $3.6 \cdot 10^{10} \text{ s}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2} \cdot \text{mrad}^{-2}$. Die Untersuchungen von Wansleben⁹¹ geben zur Einordnung eine gemessene Brillanz von $5.5 \cdot 10^{10}$ bei 20 μm Spotgröße an. Der Hersteller gibt bei 10 μm (zur

Vergleichbarkeit von 125 W auf 200 W skaliert) eine Helligkeit von $6.9 \text{ E}10 \text{ an.}^{92}$ Beide Werte liegen etwa um einen Faktor 2 über den hier aus der Simulation bestimmten. Nach den zu Beginn besprochenen möglichen Abweichungen bei der Brillanzbestimmung ist eine solch geringe Differenz sehr gut. Zum einen deutet es auf die Validität der Simulation hin (für die folgenden beiden Röntgenquellen existieren keine Referenzwerte), zum anderen darauf, dass die reale Röntgenquelle mit der Brillanz nahe an das theoretische Leistungsniveau herankommt.

Exkurs: Praktische Verifikation über eine Linsenabbildung

Durch die ausgeprägte Liniencharakteristik des Gallium-Spektrums ist es bei dieser Quelle möglich den Röntgenbrennfleck praktisch durch Abbildung mit einer Zonenplatte zu überprüfen. Die diffraktive Natur der Abbildung wirkt dabei als Energiefilter und bildet nur die Photonen der durch die geometrische Linsenposition eingestellten Energie ab. Die eingesetzte Zonenplatte besteht aus $1.2 \mu\text{m}$ hohen zirkularen Goldstrukturen, die auf dem $85 \mu\text{m}$ Durchmesser nach außen hin eine abfallende Strukturgröße bis nur noch 50 nm Breite aufweisen. Die Effizienz der Abbildung beträgt dabei 8.5% .²³ Der Brennfleck wird damit auf den Szintillator ($5.5 \mu\text{m}$ LSO:Tb, Crytur) eines hochauflösenden Detektors mit $0.6 \mu\text{m}$ Pixelgröße projiziert (siehe Anhang A1), welcher die Photonen in optisches Licht umwandelt und durch eine Mikroskopoptik optisch auf eine SCMOS-Kamera abbildet. Dieses reale Bild des Röntgenspots zu den identischen Ausgangsbedingungen der Simulation ist in Abb. 3.14 gezeigt.

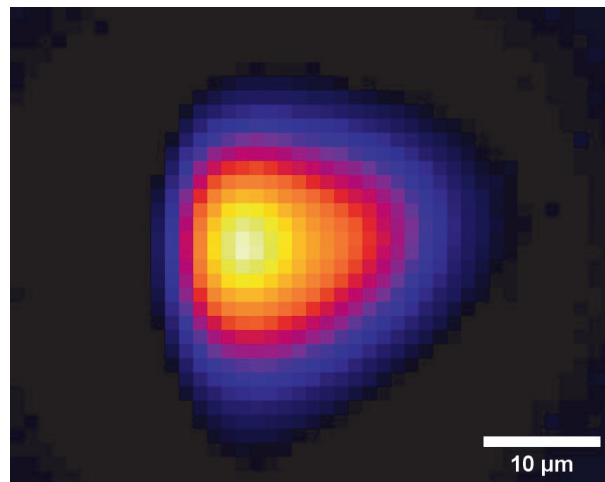


Abb. 3.14 Mit einer Fresnel-Zonenplatte und einem hochauflösenden Detektor gemessene Emissionsfläche einer LMJ-Quelle bei $10 \mu\text{m}$ Elektronenstrahlgröße.

Der Spot zeigt im Vergleich ein ähnliches Erscheinungsbild mit dem tropfenförmigen Ausläufer. Die hieraus erfolgte Bestimmung der Spotgröße parallel zum Vorgehen in der Simulation ist in Abb. 3.15 gezeigt. Die Werte liegen nahe an der Simulation ($\pm 25 \%$). Abweichungen können eine Folge der möglicherweise nicht identischen Elektronenstrahlposition am Galliumzylinder oder einer nicht exakt stimmenden Fokussierung der FZP bzw. des optischen Systems sein.

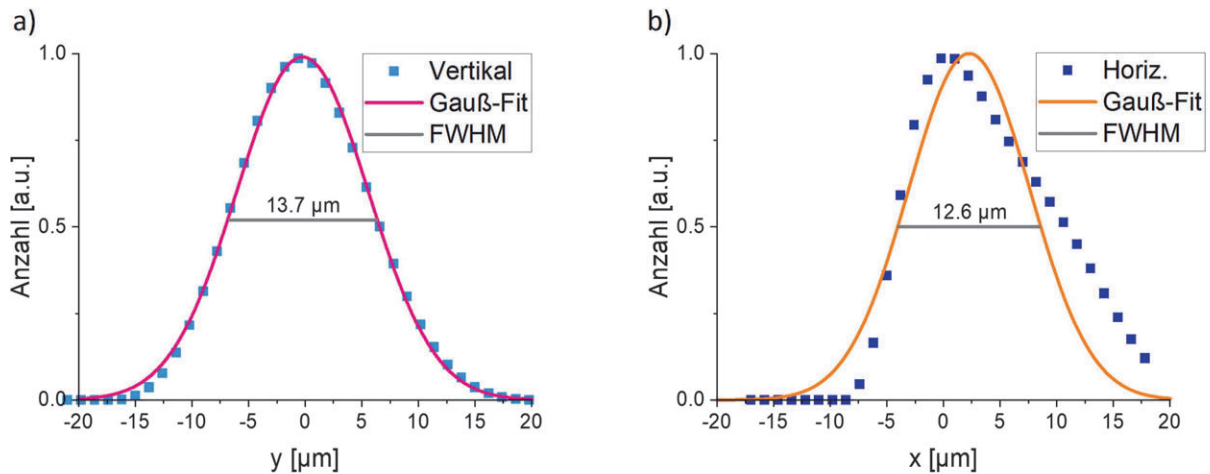


Abb. 3.15 Vertikale und horizontale Emissionsfläche bestimmt aus der gemessenen Intensitätsverteilung.

Mit diesem Beispiel kann demonstriert werden, wie eine Zonenplattenabbildung bei Vorliegen der Voraussetzungen eine geeignete Möglichkeit darstellt den Brennfleck einer Röntgenquelle detailliert zu charakterisieren.

3.5.2 Excillum NanoTube N2

Die Excillum NanoTube N2⁸⁶ ist eine Nanofokus-Röntgenquelle auf Basis eines dünnen Transmissionstargets aus 500 nm Wolfram auf einem 100 μm dicken Diamantsubstrat (Abb. 3.16), das für eine hohe Auflösung den Emissionsbereich der Photonen geometrisch beschränken soll. Das Diamantsubstrat dient neben der Wärmeableitung als Austrittsfenster der Quelle, so dass die Probe nahe am Röntgenspot positioniert werden kann, ohne im Vakuum zu stehen. Der fokussierte Elektronenstrahl weist einen minimalen Durchmesser von 300 nm FWHM auf, der anhand einer Strukturierung des Targets (Siehe Abschnitt 4.7) durch Messung des Targetstroms in Abhängigkeit der Position teilweise automatisiert auf Form und Größe kalibriert werden kann. Die maximale Targetleistung bei 110 kV Spannung und kleinstem möglichem Spot beträgt 1 W.

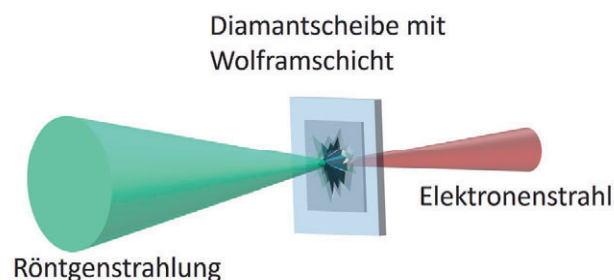


Abb. 3.16 Schematische Darstellung des Transmissionstargetprinzips der Excillum NanoTube.

Das simulierte Emissionsspektrum ist in Abb. 3.17 gezeigt und weist die für Wolfram charakteristischen K- (59 keV – 67 keV) und L- (8 keV – 12 keV) Emissionslinien auf. Am prägnantesten zeigt sich dabei die $L_{\alpha 1}$ -Linie mit 8.5 % der Gesamtintensität. Im Vergleich mit dem Spektrum eines Wolfram Vollmaterialtargets in Reflexionsgeometrie in Abb. 3.18 zeigt sich die schwächere Ausprägung der Linien

sowie eine Schwerpunktsverschiebung des Bremsspektrums zu niedrigeren Energien. Dies ist durch den Einfluss des auf die Wolframschicht folgenden leichtatomigen Diamantsubstrates verursacht, dessen Anteil am Spektrum separiert mit eingezeichnet ist. Zu beachten ist dabei, dass der große Anteil der konstruktiv abbildenden Photonen aus dem Wolfram stammt, in der Grafik entsprechend der Differenz beider Linien. Das Diamantsubstrat trägt eher zu einer breit verteilten Hintergrundstrahlung bei (siehe dazu auch Abschnitt 4.3).

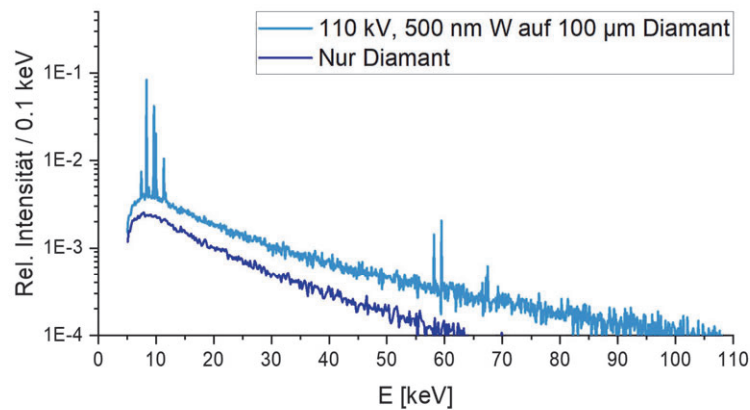


Abb. 3.17 Röntgenemissionsspektrum des NanoTube Transmissionstargets aus 500 nm Wolfram auf 100 µm Diamant bei 110 kV Beschleunigungsspannung. Zum Vergleich ist der Spektrumsanteil mit dargestellt, der nur aus dem Diamantsubstrat stammt und überwiegend zum Hintergrund beiträgt.

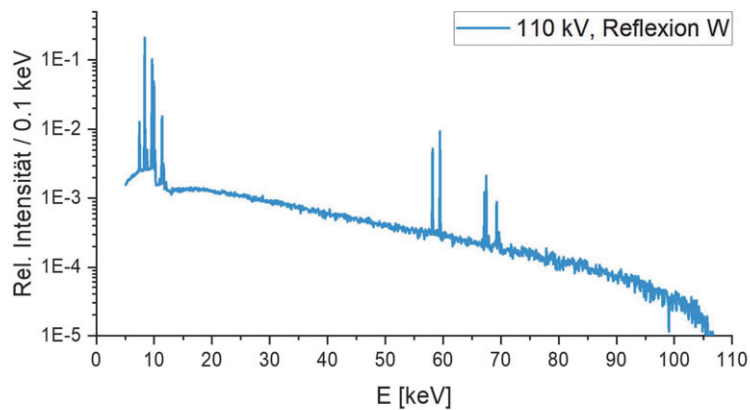


Abb. 3.18 Spektrum eines Wolfram Vollmaterialtargets in Reflexionsgeometrie bei 110 keV.

Die lokale Brillanz im Brennfleck der NanoTube ist in Abb. 3.19 gezeigt. Entsprechend der symmetrischen Geometrie im Aufbau ergibt sich in der Theorie ein ebenso radialsymmetrischer Röntgenspot, der neben einem steilen Peak allseitig weite Ausläufer der Intensitätsverteilung aufweist.

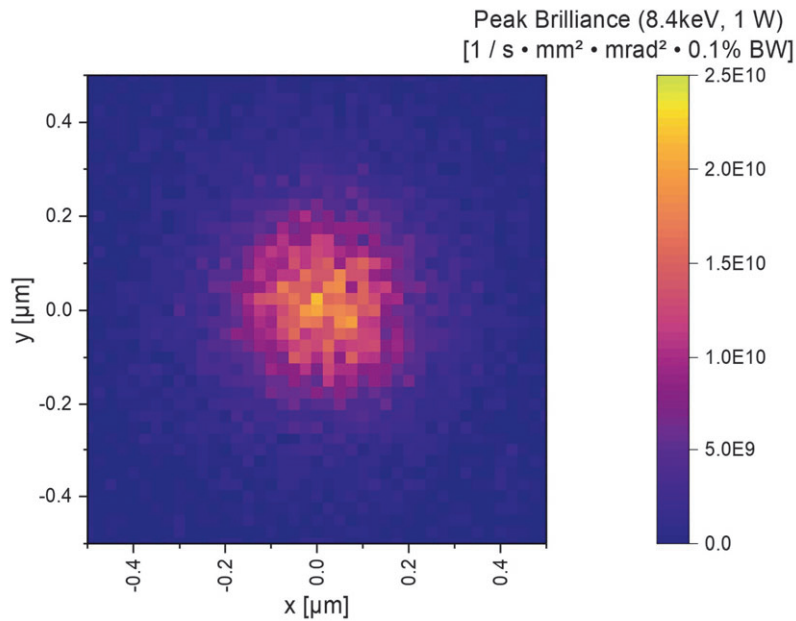


Abb. 3.19 Lokale Brillanz des Brennflecks für die 8.4 keV Emissionslinie. Der Elektronenstrahl kommt in dieser Ansicht von hinten.

Die Abb. 3.20 zeigt die Näherung der PSF durch das in Abb. 3.4 vorgestellte Modell der dreifachen Gauß-Überlagerung. Dieses passt zur Betrachtung des Photonenursprungs. Während der scharfe (HR) Peak nahezu ausschließlich von den direkt eintreffenden Elektronen in der W-Schicht erzeugt wird, stammt die breite Verteilung am Fuß durch die weit gestreuten Elektronen im Diamanten. Der MR-Anteil stammt ebenfalls überwiegend aus dem Diamanten, jedoch erzeugt durch die vorgefilterten und bereits im Wolfram einfach gestreuten Elektronen.

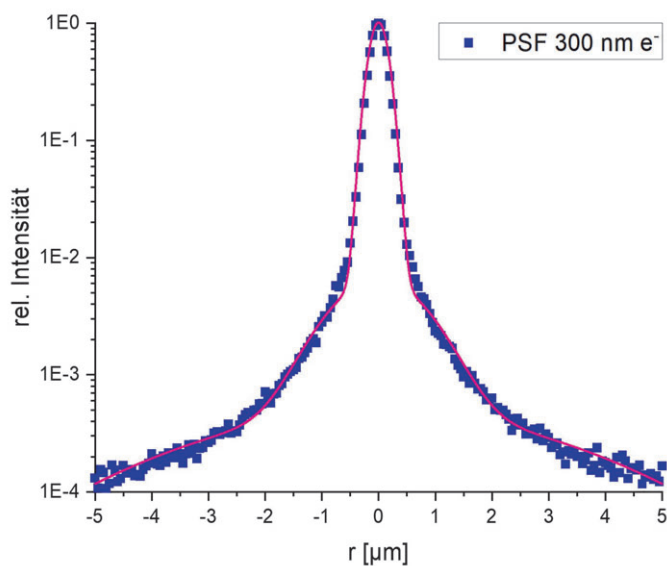


Abb. 3.20 PSF der NanoTube-Quelle für das gesamte Spektrum ab 5 keV.

Die energieabhängige Betrachtung der PSF Anteile ist in Abb. 3.21 und Abb. 3.22 gezeigt. Die PSF des primären HR-Anteils weist weitgehend energieunabhängig eine Breite von 320 ± 4 nm FWHM auf, passend zum erzeugendem Elektronenstrahl von 300 nm. Der mittlere Anteil ist ebenfalls relativ konstant in der Breite mit 860 ± 30 nm. Der LR-Streuanteil aus dem Diamanten ist für niedrige Energien etwa $8 \mu\text{m}$ Breit und fällt zu hohen Energien ab. Im Mittel über das gesamte Spektrum beträgt die Breite $7.0 \pm 1.3 \mu\text{m}$. Photonen mit annähernd der Primärenergie können nur von nicht oder kaum gestreuten Elektronen erzeugt werden und weisen daher eine Verteilungsbreite entsprechend der des eintreffenden Elektronenstrahls auf. Erst die Erzeugung niedrigenergetischer Photonen durch vielfach gestreute Elektronen kann sich weit nach außen verlagern. Deutlich zu sehen ebenfalls im Vergleich der Photonenanteile aus den drei Verteilungsfunktionen.

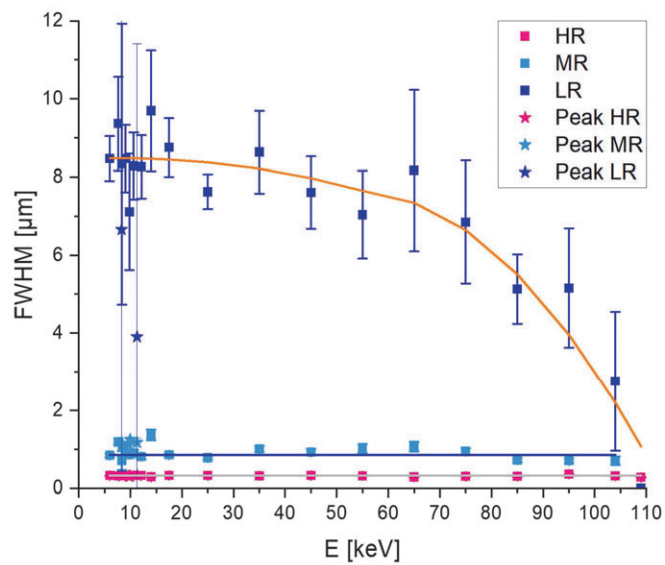


Abb. 3.21 Aufteilung der Breiten nach dem 3-Gauß-Modell zu verschiedenen Energien aufgetragen.

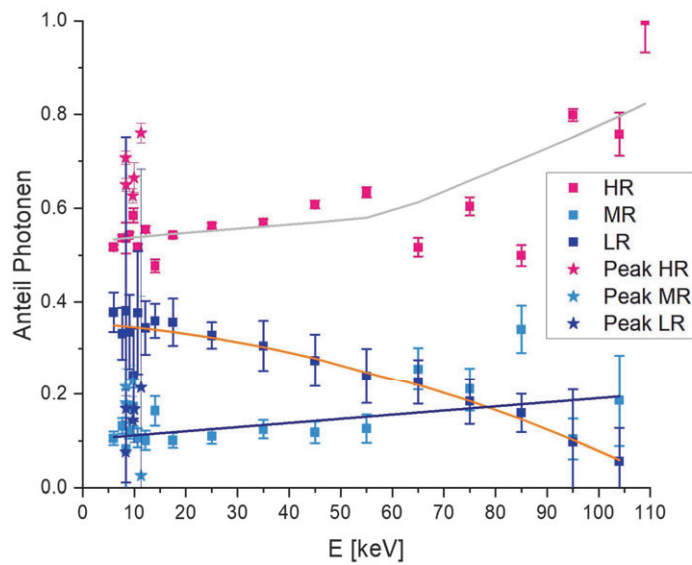


Abb. 3.22 Aufteilung der Verhältnisse aus den im 3-Gauß-Modell gefundenen Näherungen.

Der HR-Spot hat bei niedrigen Energien einen Anteil von etwa 50 % an der Gesamtphotonenzahl, ansteigend zu höheren Energien. Gleichzeitig beträgt der LR-Anteil an den Photonen etwa 35 % bei niedrigen Energien und fällt zu hohen Energien auf nahezu null ab. Ausgenommen davon sind die Anteile an den charakteristischen Linien im Spektrum. Durch die an den Linien höhere Photonenausbeute in einem Material verschieben sich die Anteile an den Gesamtphotonen. Für die Wolfram-Emissionslinien auf etwa 60 % - 80 % im HR-Spot.

Unter der (konservativen) Annahme, dass nur die HR-Photonen zur Brillanz beitragen, kann mit den Werten aus Abb. 3.21 und Abb. 3.22 die energieabhängige mittlere Brillanz im Brennfleck in Abb. 3.23 berechnet werden.

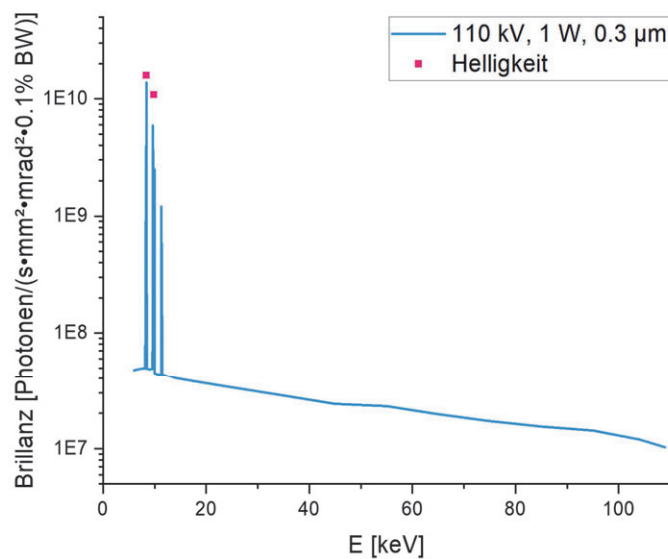


Abb. 3.23 Energieabhängige (mittlere) Brillanz der NanoTube-Quelle ergänzt durch die Helligkeit der zusammengefassten Emissionslinien.

Die mittlere Peak-Brillanz bei 8.4 keV beträgt $1.4E10 \text{ s}^{-1}\text{mm}^{-2}\text{mrad}^{-2}0.1\% \text{BW}^{-1}$, nahe an den Werten der LMJ-Quelle. Die Helligkeit an der Linie beträgt $1.6E10 \text{ s}^{-1}\text{mm}^{-2}\text{mrad}^{-2}$, nahe an der Brillanz der einzelnen Linie. Der zweite aufgespaltene Anteil ist in Wolfram weit weniger intensiv als im Gallium.

3.5.3 Fraunhofer XRM-2 Nano-CT

Das Fraunhofer XRM-2 nano-CT ist eine Röntgenquelle (bzw. eine CT-Anlage) auf Basis eines JEOL JSM 7900 Rasterelektronenmikroskops (REM).⁸⁷ Ein fokussierter Elektronenstrahl mit 30 kV Beschleunigungsspannung und ca. 50 nm FWHM wird dabei senkrecht auf die vorderste Spitze einer an der üblichen Probenposition platzierten Wolframnadel gerichtet. Die Nadel weist an dieser Stelle einen Durchmesser von etwa 50 nm auf. Dies führt zu einer starken geometrischen Restriktion der Photonenerzeugung und damit zu einem sehr kleinen effektiven Brennfleck. Die Schematik ist in Abb. 3.24 gezeigt. Die zu untersuchende Probe muss dann im Vakuum der REM-Probenkammer nahe vor der Nadel platziert werden.

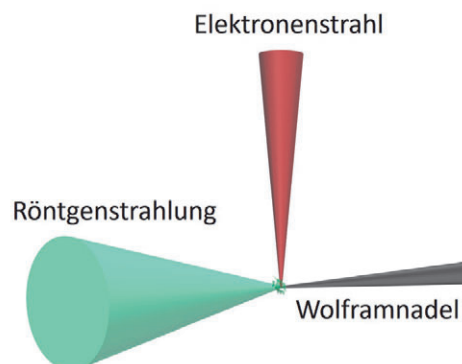


Abb. 3.24 Schematik der Röntgenstrahlerzeugung in der Fraunhofer XRM-2 Röntgenquelle.

Das in Abb. 3.25 gezeigte Emissionsspektrum weist die erwarteten Charakteristiken eines W-Spektrums auf. Das Bremsspektrum verläuft flacher, da durch die dünne Nadel gestreute Elektronen das Target verlassen und nicht weiter zur insbesondere niedrigerenergetischen Photonenerzeugung beitragen können.

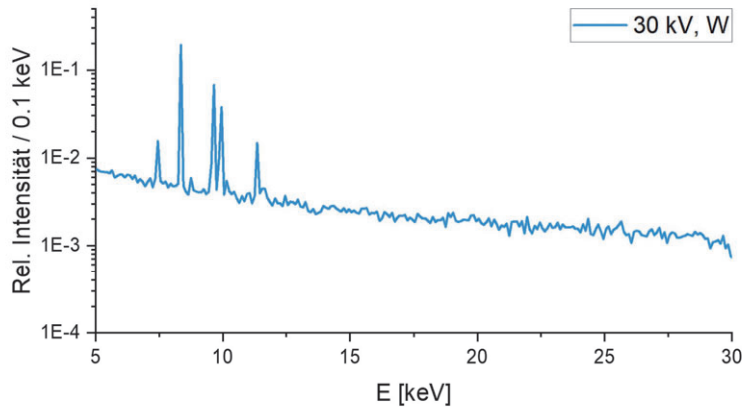


Abb. 3.25 Röntgenemissionsspektrum des Fraunhofer XRM-2 bei 30 kV und einer Wolframnadel als Target.

Durch die geometrische Beschränkung weist die Quelle auch einen in der äußeren Kontur annähernd perfekt runden und scharf abgegrenzten Brennfleck auf (Abb. 3.26), in der Praxis beschränkt durch die reale Geometrie der Nadelspitze.

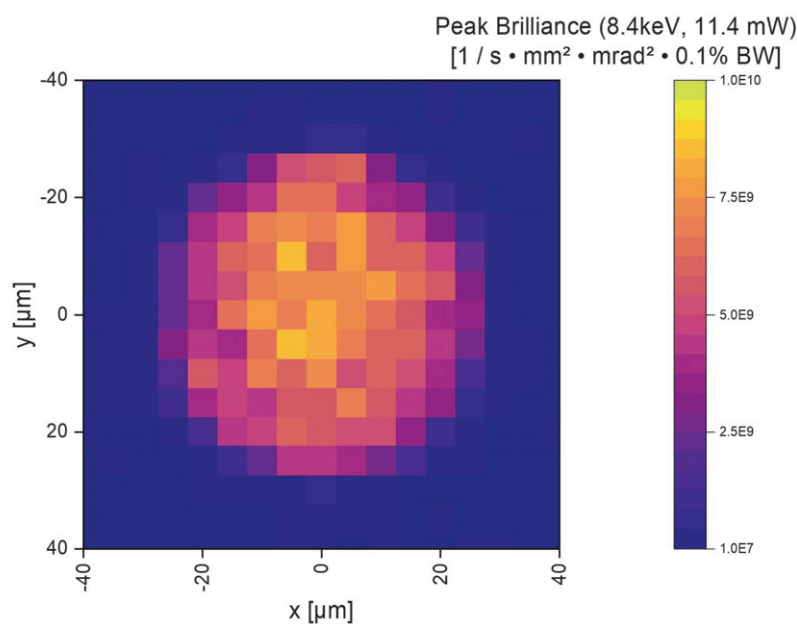


Abb. 3.26 Lokale Brillanz des XRM-2 an der 8.4 keV Emissionslinie. Der Elektronenstrahl kommt in dieser Ansicht von oben.

Die PSF kann also gut mit einer Zylinderform beschrieben werden. Das führt weiterhin dazu, dass neben der bereits sehr guten PSF die für die Abbildungsqualität wichtige LSF eine noch höhere Auflösung liefert (Vgl. Abb. 3.1). Zu der in Abb. 3.27 gezeigten energieabhängigen mittleren Brillanz tragen in diesem Fall alle erfassten Photonen bei.

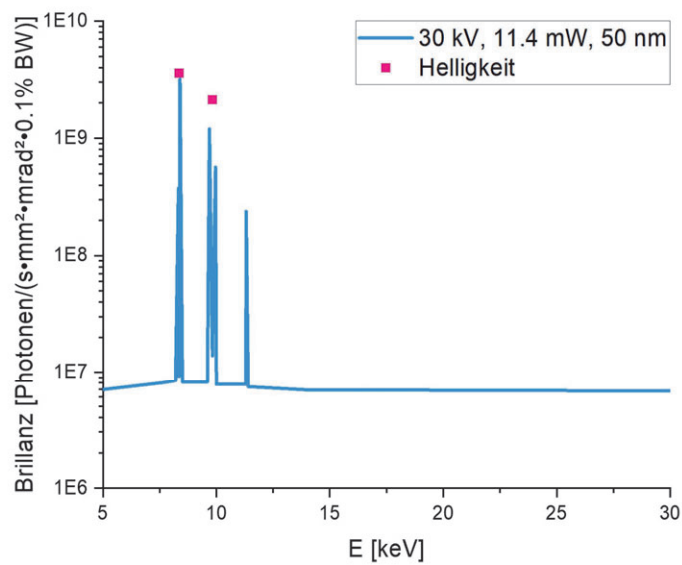


Abb. 3.27 Energieabhängige (mittlere) Brillanz der XRM-2-Quelle ergänzt durch die Helligkeit der zusammengefassten Emissionslinien.

Die höchste Brillanz beträgt $3.2 \times 10^9 \text{ s}^{-1} \text{ mm}^{-2} \text{ mrad}^{-2} 0.1\% \text{ BW}^{-1}$, die entsprechende Helligkeit $3.6 \text{ s}^{-1} \text{ mm}^{-2} \text{ mrad}^{-2}$. Diese sehr guten Werte sind derzeit durch die Leistungsfähigkeit des REM, bald danach durch die schlechte Wärmeableitung der dünnen Wolframnadel limitiert.

3.6 Einordnung der Brillanzen

Zur Einordnung der Simulationsergebnisse wurden diese in Abb. 3.28 mit Literatur und Herstellerangaben gängiger Röntgenquellen gegenübergestellt. Der Ausbreitungsbereich der Brillanz zwischen einer Standard-Röntgenröhre und einer führenden Liquid-Metal-Jet-basierenden Quelle umfasst immerhin 3 Größenordnungen.

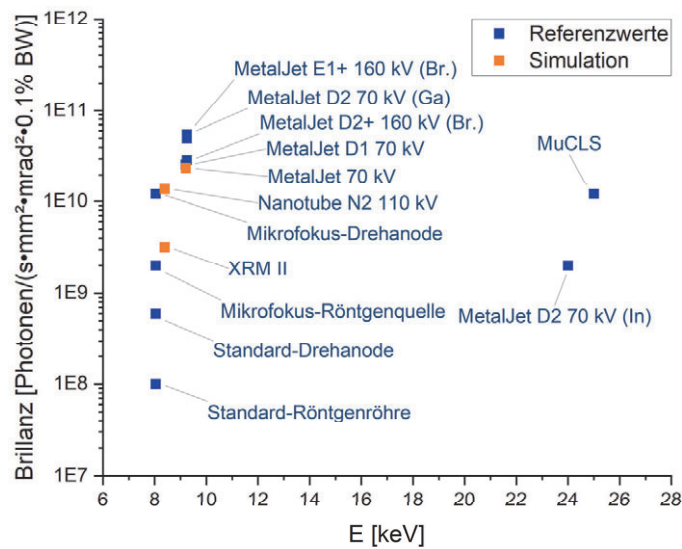


Abb. 3.28 Zusammenfassung der Brillanzen aus den vorangegangenen Simulationen und Vergleich mit den Literaturwerten verschiedener Laborröntgenquellen. Enthalten sind (in absteigender Brillanz) Excillum Liquid-Metal-Jet E1+ 160 kV⁹³ (Nach Herstellerschreibweise in neueren Veröffentlichungen oft nur noch als „MetalJet“ bezeichnet), MetalJet D2 70 kV (Ga)⁹¹, MetalJet D2+ 160 kV⁹⁴, MetalJet D1 70 kV⁹⁵, Mikrofokus Drehanode⁹⁵, MuCLS⁹⁶, MetalJet D2 70 kV (In)⁹¹, Mikrofokus-Röhre⁹⁵, Standard-Drehanode⁹⁵ und Standard-Röntgenröhre⁹⁵. Die Bezeichnung „Br.“ weist darauf hin, wenn sich der angegebene Wert eigentlich auf die Peakhelligkeit (Brightness) anstelle der Brillanz bezieht.

Das Simulationsergebnis zur Liquid-Metal-Jet deckt sich gut mit den Literaturangaben. Der Hersteller gibt für die verschiedenen Versionen und Beschleunigungsspannungen der Quelle ausschließlich Helligkeitswerte an, die aber von der Größenordnung nur wenig über den aus der Simulation stammenden Wert liegen. Die verschiedenen Versionen der Quelle mit unterschiedlicher Beschleunigungsspannung verursachen im Verhältnis keinen zu großen Sprung in der Brillanz. Die betrachtete NanoTube N2 110 kV liegt mit der Brillanz etwa gleichauf mit einer modernen Mikrofokus-Drehanode. Der Vorteil der Energiekonzentration auf kleiner Fläche gleicht den Vorteil durch die mechanisch begründete Wärmeableitung anscheinend gut aus. Die NanoTube ist damit eine der brillantesten Röntgenquellen und liegt nur knapp unterhalb der Liquid-Metal-Jet Technologie. Auf der gleichen Ebene rangiert die Munich Compact Light Source (MuCLS), ein Hybride zwischen einer Laborröntgenquelle und Synchrotrontechnologie basierend auf einem laserinduziertem inversen Compton-Effekt.⁹⁶ Diese Quelle emittiert monochromatische Strahlung, aber besitzt keine charakteristische Energie, daher bewahrt sie ihre Intensität über einen breiten Energiebereich. Das betrachtete XRM-2 liegt mit der Brillanz zwischen Mikrofokus-Röhre und Mikrofokus-Drehanode, sticht jedoch mit dem kleinsten Brennfleck der verglichenen Quellen hervor.

Zusammenfassend konnte gezeigt werden, wie statistische Simulationen ein Ansatzpunkt sind, um eine Einschätzung über die Brillanz von Laborröntgenquellen zu erhalten, ohne über die benötigte Messinfrastruktur zu verfügen. Speziell ist dies ein Weg, um wie hier gezeigt verschiedene Konzepte der Strahlerzeugung oder Targetgeometrien und ihren Einfluss auf die Brillanz miteinander zu vergleichen. Dies hilft sowohl bei der Entwicklung neuer Röntgenquellen, als auch wenn von bekannten Quellen keine Messwerte Verfügbar sind.

4 Entwicklung eines Modells zur thermischen Simulation von Nanofokus-Transmissionstargets

4.1 Einführung

Die Leistungsfähigkeit einer Röntgenquelle wird, wie im vorherigen Kapitel besprochen, üblicherweise in Form der Brillanz angegeben und verglichen, also einem Maß für die Photonenerzeugung aus einem definierten Raumwinkel und Fläche.⁵⁹ Dieser Wert wird für klassische Röntgenquellen oft als annähernd proportional zur Elektronenstrahlleistung pro Fläche angenommen (siehe 4.2). Zur Maximierung ist es also erstrebenswert, dieses Verhältnis aus eingestrahelter Leistung pro Fläche zu erhöhen. Das physikalische Limit ist dabei in konventionellen Quellen durch das Erreichen der Schmelztemperatur im Elektronenfokus auf dem Target definiert. Durch geometrische Tricks, wie das schnelle Rotieren des Reflexionstargets relativ zum Elektronenstrahl und der damit verbundenen Erweiterung der Wärmeeintragszone, kann dieser Wert noch weiter gesteigert werden.⁹⁷

Für Nanofokus-Quellen mit entsprechenden dünnen Transmissionstargets⁸⁶, welche aufgrund ihres hoch fokussierten Elektronenstrahl-Querschnitts prädestiniert sind für eine hohe Brillanz, ist nicht geklärt, ob die Annahmen zur maximalen Leistung aus der Betrachtung der Mikrofokus-Quellen noch Gültigkeit behalten. Es gibt nur wenig Untersuchungen, welche sich auf das thermische Problem von nanoskaligen Elektronenshots auf Multilayer-Transmissionstargets beziehen. Gerade dieser Multilayer-Aufbau aus einer möglichst photonentransparenten Basis wie Diamant oder Beryllium sollten aufgrund ihrer hervorragenden Wärmeleiteigenschaften jedoch erst eine hohe Elektronenstrahlleistung ermöglichen.⁹⁸

Es wirft weiterhin die Frage auf, wie Transmissionstargets sinnvoll strukturiert werden können (in erster Linie Schichtdicken), um durch gute Wärmeableitung die Photonenausbeute zu maximieren. Hinzu kommt, dass es messtechnisch schwierig ist, im laufenden Betrieb die innere Temperatur des Targets auf nanoskaliger Größe zu bestimmen. Eine praktische Untersuchung würde daher auf eine Belastung bis zum Versagen des Targets herauslaufen. Zuvor muss jedoch erst das Verständnis des aktuell eingesetzten Systems geschaffen werden, um einen Wert für das theoretische Limit aktueller Nanofokus-Transmissionstargets zu erhalten und darauf aufbauend neue Ideen zu entwickeln. Die Lösung dazu soll im Folgenden mit der schrittweisen Entwicklung eines parametrisierbaren Modells auf Basis von Monte-Carlo- und FEM-Simulationen erarbeitet werden.

4.2 Literaturüberblick

Die grundsätzliche Energiedeposition von Elektronenstrahlen in Materie sind bereits ausführlich in der Literatur thematisiert worden. Insbesondere seit Aufkommen der REM- und TEM-Methoden, des Elektronenstrahlschweißens sowie der Elektronenstrahlolithografie. Besonders hervorzuheben ist dabei u.a. die Arbeit von Grider⁹⁹, in der auf Basis der Wärmeleitungsgleichung ein Modell für die maximale Leistung von Mikrofokus-Röntgenquellen mit metallischen Targets und

Spotgrößen ab 1-2 Mikrometern aufgestellt wird. Zusätzlich wird das Modell praktisch mit einem Target unter 45° Anodenwinkel überprüft und zeigt in erster Näherung gute Übereinstimmung. Allerdings sind die Annahmen in erster Linie für den Fall von niedrigen Energien gültig, bei denen die Spotgröße größer ist als die erwartete Eindringtiefe der Elektronen. Flynn¹⁰⁰ propagiert für klassische Reflexionstargets einen viel zitierten, näherungsweise proportionalen Zusammenhang zwischen Spotgröße und maximaler Leistung. Als Beispiel für ein simulationsbasiertes Modell soll die Arbeit von Shan¹⁰¹ erwähnt sein.

Grider beschreibt die Spotgröße S (*Durchmesser*) für ein Reflexionstarget in Abhängigkeit der Elektronenstrahlleistung P mit

$$S = \frac{P \sqrt{\ln(2)}}{\kappa_{MP}(T_M - T_0)} \quad 4.1$$

Nach Einsetzen der in der gleichen Veröffentlichung genannten Materialparameter für die Wärmeleitfähigkeit am Schmelzpunkt κ_{MP} sowie der Schmelztemperatur T_M (eine detaillierte Beschreibung der Materialparameter folgt in Abschnitt 4.4.2) ergibt sich daraus nach Umstellen der lineare Zusammenhang

$$P = 1.2995 \frac{W}{\mu m} \cdot S \quad 4.2$$

Flynn propagiert eine Gleichung nach

$$P = 1.44 \frac{W}{\mu m} \cdot S^{0.88} \quad 4.3$$

und Shan empfiehlt für einen Anodenwinkel von 10° die Beschreibung mit

$$P = 2.9956 \frac{W}{\mu m} \cdot S^{0.7264} \quad 4.4$$

Die drei Formeln sind zum Vergleich in Abb. 4.1 aufgetragen.

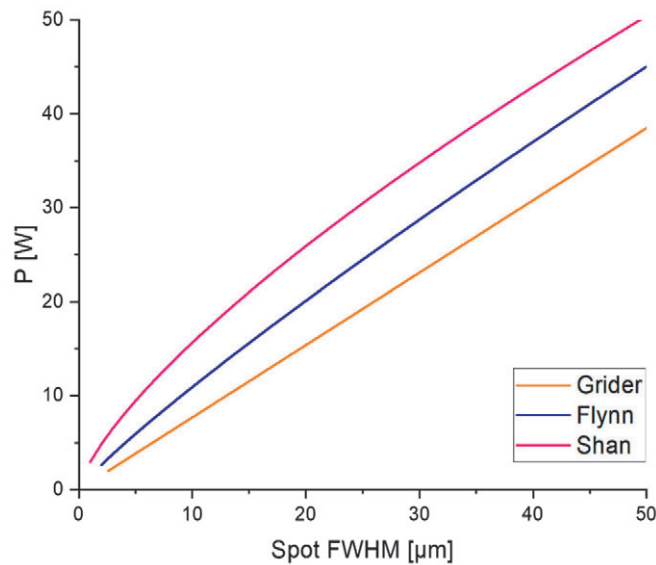


Abb. 4.1 Vergleich der drei angeführten Literaturmodelle für den Zusammenhang zwischen Elektronenstrahldurchmesser und maximaler Elektronenstrahlleistung für Mikrofokus-Röntgenquellen.

Kanaya¹⁰² hat ein sehr ausführliches Modell zu den Wechselwirkungen von Elektronen in Materie auf Basis des Streuquerschnitts aufgestellt. Insbesondere ein Modell zur tiefenabhängigen Absorption von Elektronen, zur Elektronenreichweite und zur Rückstreuung. Allerdings gilt auch dieses nur für Reinmaterialien und lässt sich nur schwer auf strukturierte Targets übertragen. Nur wenige Arbeiten in dem Bereich haben sich mit einem volumetrischen Energieeintrag beschäftigt, wie er insbesondere für Spannungen ab 60 kV bei mikro- und nanoskaligen Spots vorliegt.¹⁰³

Wie erwähnt haben sich neben der Röntgentechnologie auch weitere Fachbereiche sehr intensiv mit dem Energieeintrag eines Elektronenstrahls beschäftigt. Während das Elektronenstrahlschweißen vergleichsweise große Spotgrößen und dicke Metallplatten betrachtet¹⁰⁴, ähnelt die Geometrie und die Strahlparameter bei der Elektronenstrahlolithographie¹⁰⁵ bereits sehr dem Fall des Transmissionstargets. Der Elektronenstrahl trifft hierbei auf ein mehrlagiges System aus einer dünnen und oft PMMA-basierten Beschichtung auf einem dicken kristallinen Substrat. Oft in Kombination mit dazwischenliegenden metallischen Schichten. Hierzu gibt es nun in der Literatur intensive Betrachtungen der Elektronen-Wechselwirkungszonen in der PMMA-Schicht¹⁰⁶, die insbesondere auf die Streuung der Elektronen, Reflexion an der darunterliegenden Grenzfläche oder der Erzeugung von Sekundärelektronen beruht. Hierbei lassen sich viele Parallelen in der Form der Wechselwirkungszone erkennen, allerdings sind die Materialeigenschaften eines Kunststofffilms doch zu unterschiedlich zu dem in Röntgenquellen benötigten Materialien, um direkte Rückschlüsse auf die Energiedeposition zu ziehen.

Gegenstand sehr intensiver Untersuchungen war, speziell seit aufkommen der REM- und TEM-Methoden, die Wechselwirkung zwischen Elektronenstrahlen mit

dünnen Metallfolien.¹⁰⁷ Speziell zu erwähnen sind hier die Vielzahl der Arbeiten von Goldstein¹⁰⁸ und Lorimer¹⁰⁹, die unter anderem das Modell aufgestellt haben, dass der Großteil der Wechselwirkung beim Durchgang des Elektronenstrahls und der daraus resultierenden Strahlaufweitung näherungsweise mit nur einem Streuevent beschrieben werden kann.¹¹⁰

Insgesamt wurde sich bisher jedoch nur wenig mit den für Röntgenerzeugung in Transmissionsgeometrie sinnvollen Multilayer-Aufbauten beschäftigt. Wenn, dann üblicherweise für den Grenzfall einer größeren Spotgröße als der zu erwarteten Eindringtiefe⁹⁸, nur mit Fokus auf die Photonenausbeute^{111,112} oder mit einem stark vereinfachten Modell des Wärmeeintrags¹¹³ und dafür vertieft mit den Wärmeleitungseigenschaften. Es lässt sich auf Basis der vorgestellten Literatur demnach nur schlecht vorhersagen, wie die Energiedeposition räumlich im Multilayertarget verteilt ist – eine wichtige Basis, um die mögliche Elektronenstrahlleistung zu bestimmen. Allerdings lassen sich bereits die zwei elementaren Schlussfolgerungen ableiten:

Sobald der Elektronenspot so klein wird, dass der Durchmesser in der gleichen Größenordnung liegt wie die Eindringtiefe, so muss der Energieeintrag volumetrisch betrachtet werden.

Umso kleiner der Spot und damit die Wärmeeintragszone wird, desto besser kann dieser Bereich durch den hohen Temperaturgradienten und das verhältnismäßig große umliegende Target gekühlt werden.¹⁰³

Ein Röntgenspot der klein ist im Durchmesser und gleichzeitig eine hohe Eindringtiefe hat, ist aus der thermischen Betrachtung demnach sehr vorteilhaft. Potenziell also der für Nano-CT benötigte Nanofokus-Spot mit hoher Elektronenenergie.

Im Folgenden soll ein detaillierteres Modell für den Wärmeeintrag in ein Multilayertarget entwickelt werden, das später als Ausgangspunkt für thermische FEM-Simulationen dienen kann, um die lokalen Temperaturen und Leistungsgrenzen in einem Target zu berechnen. Der zu Grunde liegende lokale Energieeintrag soll dabei statistisch aus MC-Simulationen der Elektronen-Materie-Wechselwirkungen bestimmt werden, da die zuvor vorgestellten Modelle aus der Literatur die Verhältnisse in dem Mehrschichtaufbau zu ungenau wiedergeben.

4.3 Ein Modell für die Wärmeeintragszone

4.3.1 Elektronen-Materie-Wechselwirkung

Trifft ein Strahl aus beschleunigten Elektronen auf feste Materie und durchläuft diese, so kommt es zu verschiedenen Wechselwirkungen.¹¹⁴ Wenn ein Elektron auf ein Materie-Atom trifft, kann es im einfachsten Fall elastisch an diesem gestreut werden. Es verlässt das Atom mit gleicher Energie aber geänderter Richtung. Wird das Elektron im elektrischen Feld des Atomkerns (inelastisch-) gestreut, so ändert es ebenfalls seine Richtung und gibt die dabei verlorene Energie

in Form eines Photons ab (Bremsstrahlung). Wechselwirkt das Elektron mit der Elektronenhülle eines Atoms (inelastische Streuung mit der Atomhülle), kann es diese unter Energieverlust (und Richtungsänderung) in einen angeregten Zustand überführen. Dies stellt üblicherweise den größten Teil der Energieumwandlung zur Wärme dar. War die Energieerhöhung ausreichend groß und fällt das Hüllenelektron dann wieder in den Grundzustand zurück, kann es seine zusätzliche Energie ebenfalls in Form eines Photons abgeben. Weiterhin kann das eintreffende Elektron auch ein Hüllenelektron aus dem Atom entfernen und dieses somit ionisieren. Daraufhin verlassen zwei Elektronen (Primär- + Sekundärelektron) das Atom in unterschiedliche Richtungen und mit unterschiedlicher Energie (Vergleiche Abschnitt 2.1). Ist die Materie in Strahlrichtung ausreichend dünn, kann das Elektron diese aber auch ohne jede Wechselwirkung durchlaufen. Daneben gibt es noch weitere Effekte als Folge der Wechselwirkung, wie z. B. die Tscherenkow-Strahlung. Diese umfassen jedoch nur einen verhältnismäßig sehr geringen Teil der Energieabgabe verglichen mit den weiteren dargestellten Prozessen.¹¹⁴

Da bei der dargestellten Elektronenwechselwirkung ebenfalls hochenergetische Photonen entstehen, muss zusätzlich die Photonen-Materie-Wechselwirkung mit betrachtet werden. Auch Photonen können elastisch (Rayleigh) gestreut werden. Photonen können beim Auftreffen ein Hüllenelektron herausschlagen und dabei absorbiert (Photoeffekt) oder inelastisch gestreut (Compton) werden. Wird die Hüllenleerstelle folgend von einem höherenergetischen Elektron gefüllt, kann dieses die überschüssige Energie wieder über Fluoreszenz oder Auger-Emission abgeben. Für Elektronen und Photonen gilt beim Materiedurchgang, dass ein Teilchen üblicherweise nicht nur eine einzelne Wechselwirkung erfährt, sondern eine ganze Kaskade von sukzessiven Effekten durchläuft.¹¹⁴

Für den Wärmeeintrag in die Materie ist die Art der Wechselwirkung zunächst nachrangig. Entscheidend ist, ob die bei einem Stoßprozess möglicherweise übertragene Energie wieder in Form eines zusätzlichen Elektrons oder Photons abgegeben wird. Für die Simulation ist also die in Abb. 4.2 vereinfachte Betrachtung zulässig: Ein primäres Elektron mit kinetischer Energie wechselwirkt bei Koordinate (x,y,z) mit der Materie (Energieeintrag), gleichzeitig kann die Materie die Energie wieder in Form des abgelenkten Elektrons, eines sekundären Elektrons oder eines Photons abgeben (Fall 1). Für jeden Stoßprozess lässt sich also eine Energiebilanz aufstellen, bei der die Differenz aus eintreffender und ausgehender Energie als Wärmedeposition an dieser Koordinate definiert wird. Parallel dazu kann der Energieeintrag nach dem Stoßprozess eines zuvor erzeugten Photons (Fall 2) oder eines sekundären Elektrons (Fall 3) betrachtet werden. Diese Kaskade wird dabei so lange fortgesetzt, bis die Teilchen von der Materie absorbiert werden.

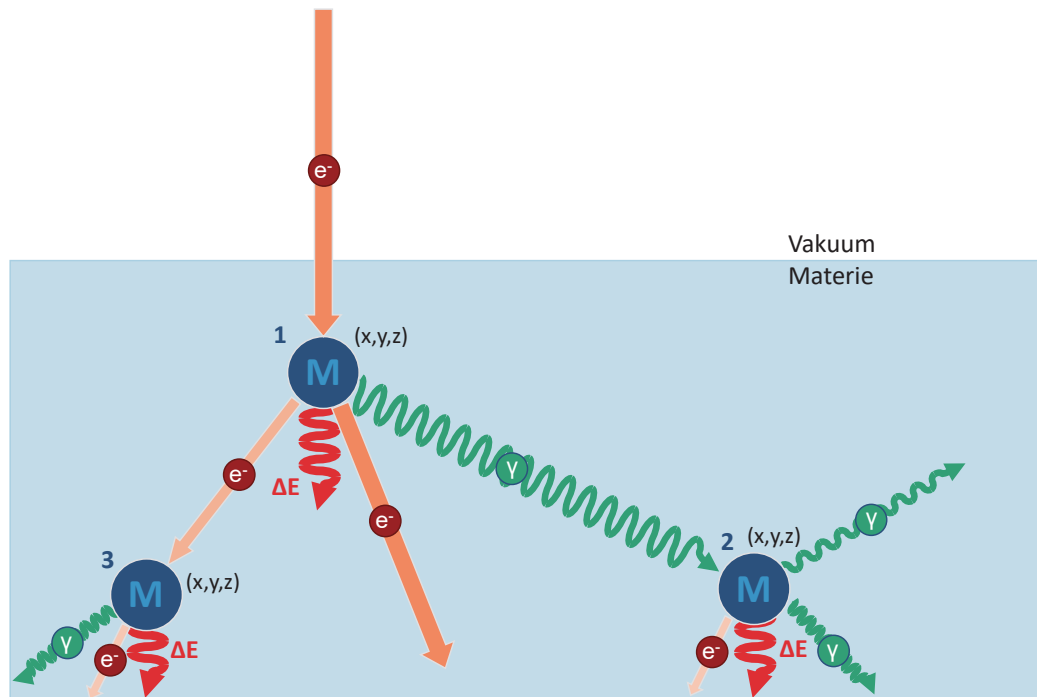


Abb. 4.2 Schematische Darstellung der simulierten Wechselwirkungen in Materie. Fall 1: Elektron, Fall 2: Photon, Fall 3: Sekundärelektron.

4.3.2 Vergleich zur „Continuous Slowing Down Approximation“

Einen ersten Anhaltspunkt für die Eindringtiefe von beschleunigten Elektronen in Materie kann die Continuous Slowing Down Approximation (CSDA) liefern.¹¹⁴ Diese basiert auf der Annahme, dass geladene Teilchen beim Materiedurchgang abhängig von ihrer kinetischen Energie einen konstanten Energiebetrag verlieren, auch als Bremsvermögen (Stopping Power) bezeichnet. Wird der Kehrwert der materialabhängigen Stopping Power von der Anfangsenergie bis zum Stillstand der Teilchen integriert, erhält man die CSDA-Reichweite – den mittleren Weg, den ein geladenes Teilchen mit der angesetzten Anfangsenergie in der Materie bis zum Stillstand zurücklegt. Dabei beschreibt die CSDA-Reichweite die Länge des zurückgelegten Weges, vernachlässigt aber die Winkel- und Richtungsänderungen. Sie ist daher immer größer als die Eindringtiefe der Teilchen von der Oberfläche. Werte für das Bremsvermögen gängiger Materialien sind gut in den NIST-Datenbanken dokumentiert.¹¹⁵ Die Werte für das Bremsvermögen als Folge von Anregung und Ionisation basieren auf der von Bethe vorgeschlagenen quantenmechanischen Theorie zur Energieabgabe von Elektronen¹¹⁶ mit der Dichtekorrektur (Einfluss der Polarisation der Elektronen) nach Sternheimer⁴⁴. Zusätzlich muss für Elektronen der Anteil der Bremsstrahlungserzeugung am Bremsvermögen berücksichtigt werden, auch wenn dieser Anteil für Energien unter 1 MeV verhältnismäßig klein ist und erst bei höheren Energien dominiert. Die Berechnung beruht auf der theoretischen Beschreibung von Seltzer⁴⁶ sowie numerischen Ergebnissen von Pratt¹¹⁷. Mit Hilfe der ESTAR-Datenbank kann dann die Reichweite für beschleunigte Elektronen berechnet werden. In Tab. 4.1 sind die hieraus berechneten Reichweiten für gängige Materialien und übliche Beschleunigungsspannungen von 30, 60 und 110 kV zusammengetragen. Es ist zu beachten, dass diese Werte nur eine Näherung darstellen und insbesondere im

niedrigen Energiebereich zwischen 1 - 100 keV mit einem Fehler bis zu 10 % behaftet sind¹¹⁸. Dennoch bieten diese Werte aufgrund ihrer einfachen Zugänglichkeit einen guten Anhaltspunkt für das Elektronenverhalten.

Tab. 4.1 Berechnete CSDA-Reichweiten aus der ESTAR-Datenbank für Wolfram, Kupfer, Diamant und Beryllium für Elektronenenergien von 30, 60 und 110 keV.

Energie	Wolfram [μm]	Kupfer [μm]	Diamant (3g/cm^3) [μm]	Beryllium [μm]
30 keV	2	3	7	11
60 keV	7	11	22	39
110 keV	17	28	60	103

In den als Targetmaterial üblichen Metallen Wolfram und Kupfer besitzen Elektronen bei 110 kV eine mittlere Reichweite von 17 μm bzw. 28 μm . In den als Substratmaterialien geeigneten Diamant oder Beryllium hingegen 60 μm bzw. 103 μm . Die Elektronen geben ihre Energie dort also langsamer und über ein wesentlich größeres Volumen verteilt ab. Weiterhin bestätigen die Werte in der Tabelle, wie die Reichweiten für niedrigere Energien abnehmen. Bei 30 kV beträgt die mittlere Strecke in Wolfram nur noch 2 μm , in Diamant immerhin noch 7 μm .

4.3.3 Monte-Carlo-Simulationen und Betrachtung der Elektronentrajektorien

Um die in Abb. 4.2 dargestellte lokale Energiedeposition zu bestimmen, finden wieder Monte-Carlo-Simulationen auf Basis von Geant4⁴⁰ (Version 10.5) und dem Penelope³⁹ Modell (2008) statt. Die Simulation wurde in G4Beamline⁸⁴ (Version 3.6) aufgestellt. Die Simulationen sollen später bezüglich der Quelleistung und des Elektronenstrahlfokus parametrisiert werden. Daher wurde der Elektronenstrahl initial als achsenparallel und infinitesimal im Durchmesser angenommen. Die Geometrie für diese Simulation bildet im Wesentlichen die Verhältnisse in der Excillum NanoTube N2 110 kV⁸⁶ Nanofokus-Quelle ab. Sie besteht in Strahlrichtung blickend aus einer 500 nm dicken Schicht Wolfram (elementar, aus NIST), gefolgt von 100 μm Diamant (Zusammensetzung elementarer Kohlenstoff, NIST, abweichende Dichte 3.5 g/cm^3 ¹¹⁹) in einer Vakuumumgebung. Die laterale Ausdehnung des Targets in Quaderform wird als 1 mm angenommen und damit wesentlich größer als die erwartete Elektronenausbreitung. Parallel dazu wurden die Verhältnisse in einem Wolfram-Vollmaterialtarget (kubisch, 1 mm Kantenlänge) auf identische Weise simuliert, um diese mit zuvor vorgestellten Literaturwerten zu vergleichen und die Methode zu validieren. Im Folgenden werden demnach alle Schritte parallel für beide Targets durchlaufen und kontinuierlich miteinander verglichen.

Für die Bestimmung der Elektronenausbreitung wurde der Beschuss mit 1E5 Elektronen simuliert. Der Einfluss der Photonenerzeugung wurde zur besseren Statistik (Der Anteil an der Energie ist verhältnismäßig klein gegenüber den Elektroneneffekten) mit 1E8 Elektronen simuliert. Eine höhere Anzahl an Teilchen könnte die Statistik weiter verbessern. Die dabei erzeugten Datenmengen nehmen jedoch erheblich an Größe zu, wodurch eine effiziente Auswertung behindert wird. Es wurden alle Elektronenschritte bis zur Auslöschung simuliert. Die Erzeugung von Sekundärelektronen wurde auf eine Energie über 1 keV beschränkt.

Sekundärelektronen unter 1 keV wurden nicht erzeugt, sondern ihre Energie direkt als Wärmeeintrag am Ort der Erzeugung betrachtet. Die CSDA-Abschätzung ergibt für diese Elektronen eine maximale Reichweite von 10 nm in Diamant, also verhältnismäßig klein gegenüber den weiteren Schrittweiten.

Die Trajektorien von je 1000 auf das Transmissionstarget auftreffenden Elektronen sind exemplarisch in Abb. 4.3 für 30, 60 und 110 kV gezeigt. Die Größe der Zone, in denen sich die Trajektorien verteilen, passen visuell mit den Erwartungen aus Tab. 4.1 zusammen. Bei höherer Energie verteilen sich die Trajektorien über ein größeres Volumen.

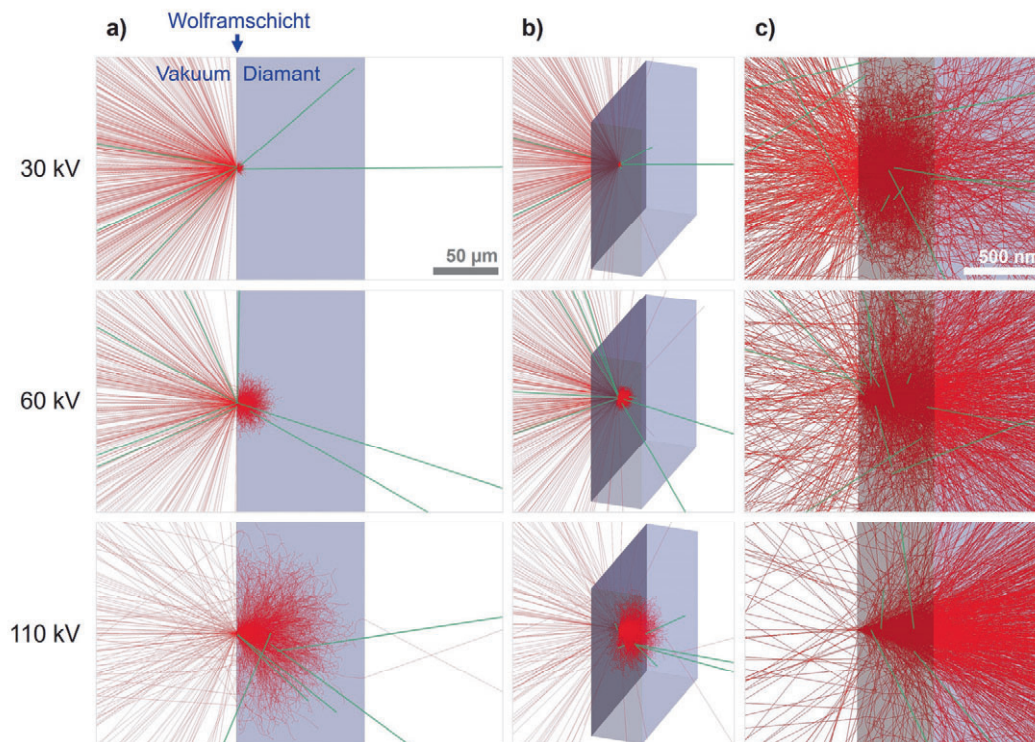


Abb. 4.3 Trajektorien von 1000 Elektronen (rot) aus einem idealisierten Strahl beim Auftreffen auf das Multilayer-Transmissionstarget ($0.5 \mu\text{m}$ W, grau, auf $100 \mu\text{m}$ Diamant, graublau) aus der MC-Simulation und die Trajektorien der dabei erzeugten Photonen (grün) für Elektronenenergien von 30, 60 und 110 keV. a) zeigt die Ausbreitung im gesamten Target, b) als orthographische Darstellung und c) mit Fokus auf die Trajektorien in der Wolframschicht.

Bei der Betrachtung der Trajektorien speziell in der dünnen Wolframschicht zeigt sich, dass bei 30 kV fast sämtliche Streuung über kurze Strecken im Metall stattfindet. Das hat zu Folge, dass ein Großteil der Wärme auf kleinem Volumen im Wolfram deponiert wird. Gleichzeitig ergibt sich ein erheblich größerer lateral ausgedehnter Bereich, in dem die Photonen erzeugt werden und zusätzlich ein größerer Anteil an zurückgestreuten Elektronen. Die Trajektorien im Wolfram bei 110 kV passen zu der aus dem TEM-Bereich stammenden Annahme von Goldstein¹¹⁰, dass die Streuung in dünnen Metallschichten durch die ausreichend große freie Weglänge als ein einzelnes Streuevent betrachtet werden kann. Näherungsweise kann der Metallfilm für die auftreffenden Elektronen auch wie ein einfacher Streufilter zur Strahlaufweitung betrachtet werden.

Als kleiner Exkurs fällt in der Grafik auf, dass bei 110 kV einige einzelne Elektronen das $100 \mu\text{m}$ Diamanttarget durchdringen. Eine einfache Messung mit einem Pikoamperemeter bestätigt einen Strom von wenigen Nanoampere auf eine Metallfolie im Abstand von einigen hundert Mikrometern vor dem Austrittsfenster. Das entspricht einen Anteil von weniger als einem Promille der eingestrahnten Elektronen.

Der Vergleich mit der Ausbreitung der Trajektorien im Vollmaterialtarget ist in Abb. 4.4 gezeigt. Neben der niedrigeren Ausdehnung der Elektronenwolke ist zu erkennen, wie die einzelnen Elektronen nach außen nicht nur kürzere, sondern auch mehr Schritte mit Richtungsänderungen (effektiv Stoßprozesse) zurücklegen.

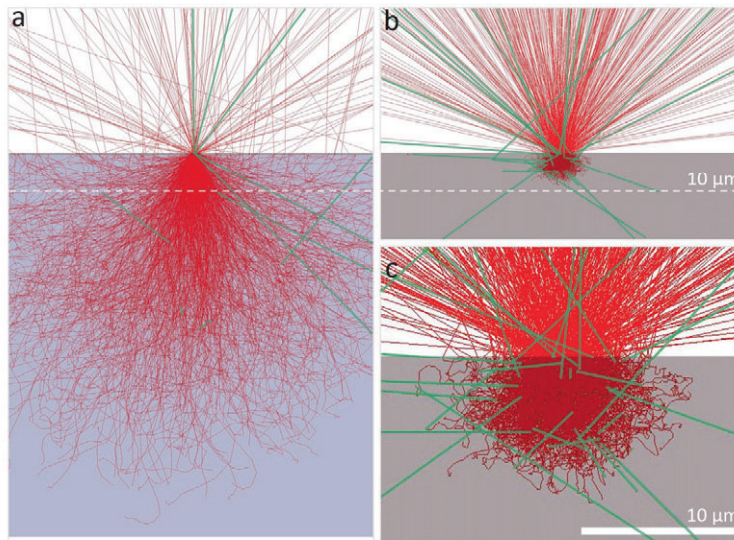


Abb. 4.4 Trajektorien von 1000 Elektronen (rot) aus einem idealisierten Strahl beim Auftreffen auf ein Multilayer- (a) und ein Vollmaterialtarget (b). In (c) vergrößerte Ansicht der Trajektorien aus (b).

4.3.4 Allgemeine statistische Auswertung

Die mittlere Anzahl an Stoßprozessen aus der Simulation, welche ein Elektron vom Auftreffen auf dem Target bis zur Absorption im Material absolviert, sind für beide Targets in Tab. 4.2 aufgelistet. Die mittlere Anzahl bezieht sich dabei auf alle eingestrahlteten Elektronen und nicht nur die im Material absorbierten. Das ist insbesondere beim Vollmaterialtarget mit einem hohen Anteil an rückgestreuten Elektronen zu beachten. Diese aus der Simulation stammende Zahl ist nicht identisch mit der real physikalisch auftretenden Anzahl an Wechselwirkungsprozessen. Bei einer Vielzahl von Ereignissen erfährt das Elektron nur eine unwesentliche Änderung in der Flugbahn oder einen Energietransfer von wenigen eV. Diese „soft Events“ werden in der Simulation gruppiert zusammengefasst, um die Berechnungszeit zu verkürzen (hier auf mindestens 1 nm Weglänge und 100 eV Energieänderung).³⁹

Tab. 4.2 Mittlere Anzahl an Stoßereignissen mit Energiedeposition (inkl. Sekundärelektronen) beim Auftreffen eines beschleunigten Elektrons auf das Target.

	Energie	Wolfram [Anzahl]	Diamant [Anzahl]
Multilayer	30 keV	33,1	12,1
	60 keV	23,1	27,6
	110 keV	15,4	46,4
Vollmaterial	110 keV	89,9	

Erwartungsgemäß verschiebt sich für das Multilayertarget mit zunehmender Energie und somit höherer Weglänge das Verhältnis an Stoßprozessen (und somit die Energiedeposition) von der Wolframschicht in den Diamanten. Es bestätigt sich der visuelle Eindruck aus Abb. 4.4, dass die Elektronen gleicher Ausgangsenergie im

Wolfram-Vollmaterial nicht nur kürzere, sondern auch mehr Schritte unter erheblicher Winkel oder Energieänderung zurücklegen.

Die MC-Simulation basiert darauf, für jeden Stoßprozess den vektoriellen Impuls der Elektronen und Photonen zu berechnen. Dieser Impuls p kann unter relativistischer Betrachtung nach

$$E_k = \sqrt{|\vec{p}|^2 c^2 + m_e^2 c^4} - mc^2 \quad 4.5$$

mit der Lichtgeschwindigkeit c und dem Elektronenmassenäquivalent¹²⁰

$$m_e = 0.511 \frac{\text{MeV}}{c^2} \quad 4.6$$

in die kinetische Energie E_k der Teilchen umgerechnet werden.¹²¹

Nach Aufstellen der in Abb. 4.2 gezeigten Energiebilanz zeigt sich für das Vollmaterialtarget in Abb. 4.5, dass ein großer Anteil von 40,2 % der eingestrahnten Energie durch zurückgestreute Elektronen das Target wieder verlässt und nur ein kleiner Anteil von 1 % der Energie in Photonen umgesetzt werden. Hierbei werden nur die erzeugten Photonen betrachtet, welche das Target verlassen und nicht an anderer Stelle im Target ihre Energie durch Absorption wieder deponieren. Die restlichen 58,9 % werden auf kleinem Volumen in Wärme umgesetzt.

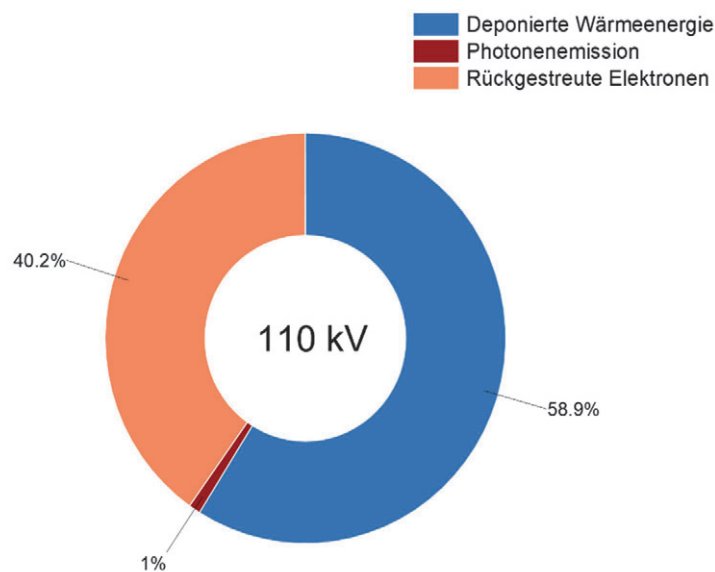


Abb. 4.5 Anteil der Energie, der durch den auftreffenden Elektronenstrahl mit 110 kV auf ein Wolfram-Vollmaterialtarget als Wärme deponiert, als Photonen (die das Target verlassen) emittiert oder als Elektronen zurückgestreut wird.

Der Vergleich mit dem Multilayertarget bei gleicher Beschleunigungsspannung (110 kV) in Abb. 4.6 zeigt, dass dort insgesamt deutlich weniger Energie in Form von Photonen abgegeben wird. Zusätzlich kommen zu den Photonen aus dem Wolfram noch zusätzliche Photonen aus dem Diamantsubstrat, welche aufgrund des größeren Wechselwirkungsvolumens jedoch nicht oder nur kaum zur Bildgebung genutzt werden können. Der Großteil der eingestrahnten Energie wird erwartungsgemäß im Substrat deponiert. Dadurch, dass die Elektronen tiefer in das Material eindringen und weniger gestreut werden, ergibt sich ein deutlich verminderter Teil an rückgestreuten Elektronen.

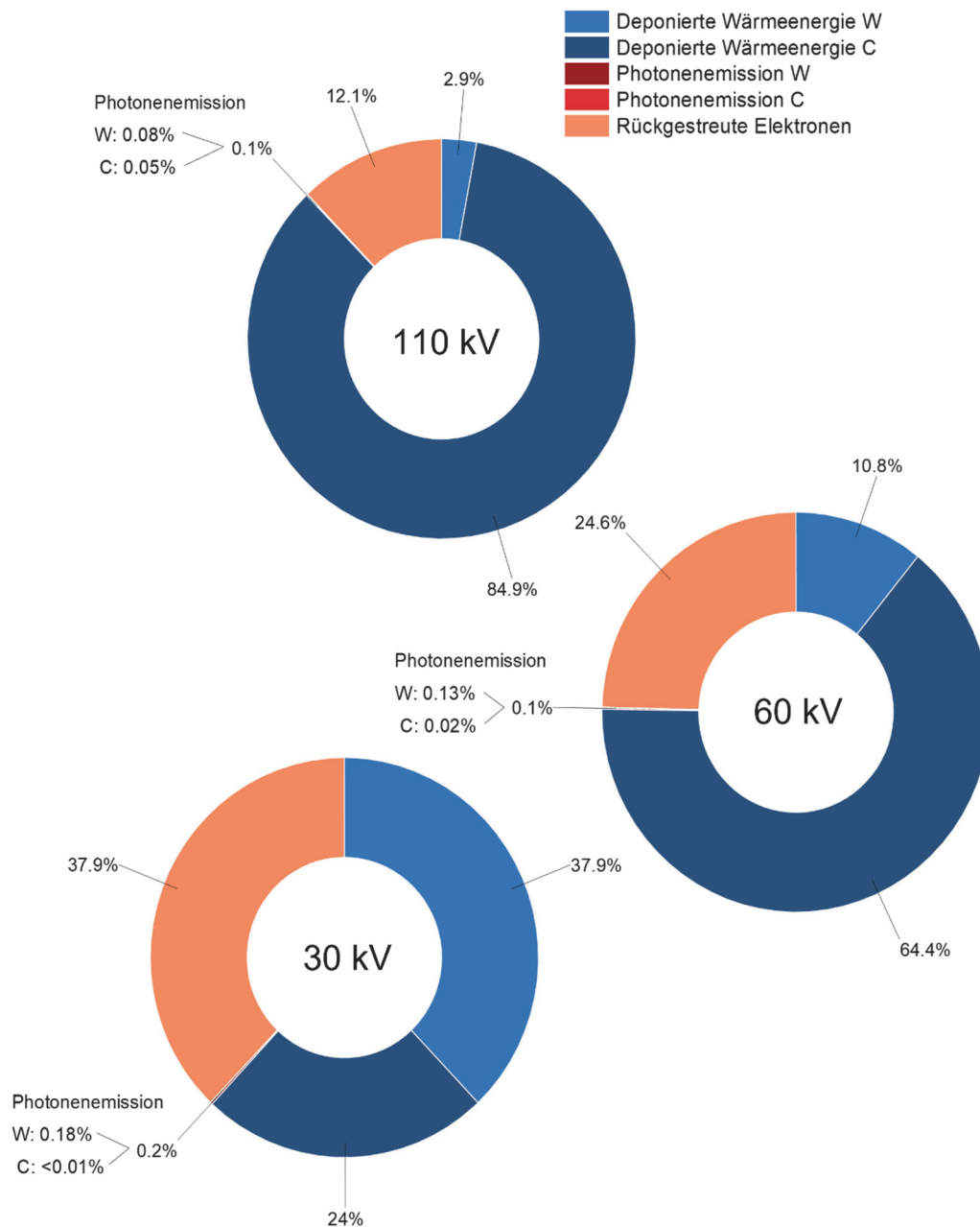


Abb. 4.6 Anteil der Energie, der durch den auftreffenden Elektronenstrahl mit 30, 60 und 110 kV auf das Multilayertarget als Wärme deponiert, als Photonen (die das Target verlassen) emittiert oder als Elektronen zurückgestreut wird.

Der Vergleich zwischen den Beschleunigungsenergien im Mehrschichtaufbau zeigt wieder, dass bei niedriger Energie ein Großteil der Wechselwirkung nur in der Wolframschicht stattfindet. (Vergleiche Abb. 4.3) Dementsprechend wird unter der Annahme eines näherungsweise vergleichbaren Wechselwirkungsvolumens deutlich mehr Energie dort deponiert (37.9 % zu 2.9 %) und mehr Elektronen zurückgestreut. Damit ist für niedrige Energien auch der Anteil der Photonenemission höher, mit 0.18 % der Energie (aus W) bei 30 kV zu nur noch 0.08 % bei 110 kV. Das soll jedoch kein Argument für eine niedrigere

Beschleunigungsspannung sein, da bei höherer Spannung und der entsprechend höheren Eindringtiefe mehr Energie vom Target akzeptiert werden kann.

4.3.5 Lokale statistische Auswertung

Die aufgestellte Energiebilanz basiert auf den einzelnen lokalen Stoßprozessen in den drei Raumdimensionen (x,y,z). Durch eine volumetrisch-statistische Auswertung und eine Summation der in einem Raumintervall (dx,dy,dz) deponierten Energie kann daraus die räumlich verteilte Energiedeposition bestimmt werden. Diese lokale Auswertung ist in Abb. 4.7 aufsummiert über eine Raumdimension gezeigt. Erwartungsgemäß ist zu sehen, dass im Vollmaterial die deponierte Energiedichte wesentlich höher ist. Wieder ist in der Form, die bereits in den Trajektorien in Abb. 4.4 zu sehen ist, die bekannte Wechselwirkungsbirne wiederzuerkennen.

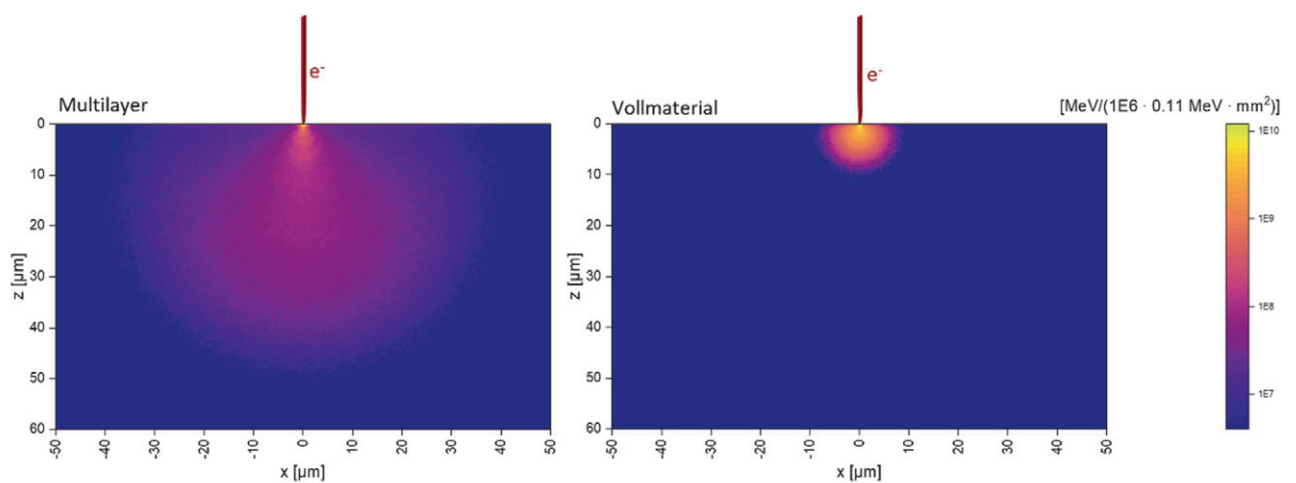


Abb. 4.7 Lokal deponierte Energie (aufsummiert über y) für das Multilayer- sowie das Vollmaterialtarget.

Aus der lokalen Betrachtung der Energiebilanz, mit der Randbedingung aus der Energiegleichung (Wärmedeposition in [MeV]) und $1E6$ eingestrahlt Elektronen je 110 keV (je nach Anzahl der in der Simulation betrachteten Elektronen wurden diese einheitlich auf $1E6$ skaliert), ergibt sich die unübliche, aber schaubildliche Einheit

$$\left[\frac{\text{MeV}}{1E6 \cdot 0.11 \text{ MeV} \cdot \text{mm}^3} \right] \quad 4.7$$

der deponierten Wärmeenergie pro eingestrahlt Energie und Volumen. Diese soll zur Vereinfachung an dieser Stelle beibehalten werden. Nach Multiplikation mit der Elektronenstrahlleistung ist so direkt die davon abhängig deponierte Energiedichte ersichtlich.

Die lokale Energiedeposition soll mit einer parametrisierbaren Funktion genähert werden. Wie sich aus den vorherigen Graphen vermuten lässt, ist die volumetrische Energiedeposition durch den Elektronenstrahl im Falle eines symmetrischen Querschnitts oder wie hier betrachtet mit infinitesimalem Durchmesser, selbst rotationssymmetrisch zur verlängerten Achse des einfallenden Elektronenstrahls. Aus diesem Grund kann die statistisch verteilte Energiedeposition nach Umwandlung in Polarkoordinaten auch über

$$\Delta V = 2 \pi \cdot \Delta r \cdot \Delta z \cdot r$$

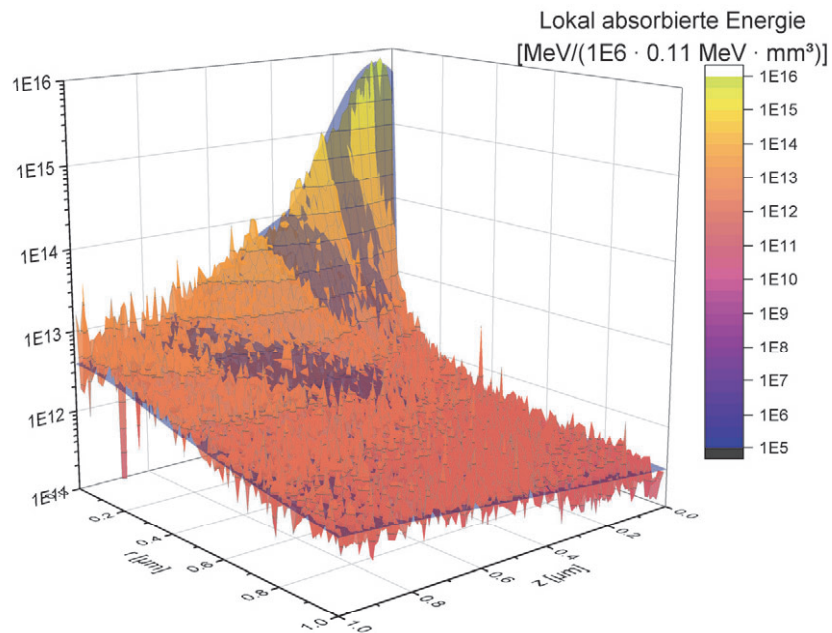
4.8

in die lokale Energiedichte überführt und dann zweidimensional nur noch in Abhängigkeit von Radius r und Tiefe im Target z betrachtet werden.

Die Abb. 4.8 zeigt die rotationssymmetrische Energiedichte für das Bulk-Target aus den Simulationen. Prägnant ist der in a) gezeigte und nur wenige Nanometer breite Peak, dessen Maximum etwa 60 nm unterhalb der Targetoberfläche liegt. Obwohl der umliegende „Bauch“ des Energieeintrags in b) (unter 1E13) um mehrere Größenordnungen unter dem Peak liegt, deponiert er etwa 99 % der eingebrachten Energie, und 95 % der Energie stammen sogar aus Bereichen unter 1E12, deren Peak ebenfalls einige Mikrometer nach innen versetzt ist. Der Großteil der Energiedeposition findet demnach nicht an der Targetoberfläche, sondern knapp darunter statt und fällt zur Oberfläche hin ab. Dies deckt sich mit der Vorhersage von Kanaya.¹⁰² Die Energie wird dabei fast vollständig (> 99 %) in einem Radius von 10 μm um die Elektronenstrahlachse und in einer Tiefe bis zu 10 μm von der Oberfläche deponiert.

Bulk-Target

a)



b)

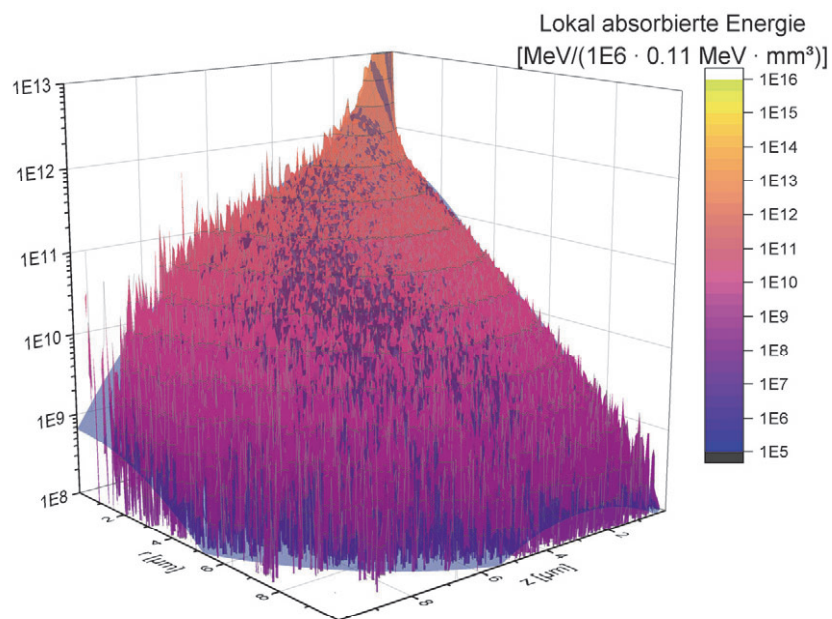


Abb. 4.8 Rotationssymmetrische und lokale Dichte der durch den Elektronenstrahl deponierten Energie über den Radius r und die Tiefe im Target z für das Bulk-Target. a) zeigt die Darstellung mit Fokus auf den zentralen Peak, b) über einen weiten Bereich. Die teiltransparente Überlagerung zeigt die angewendete parametrisierbare Näherung.

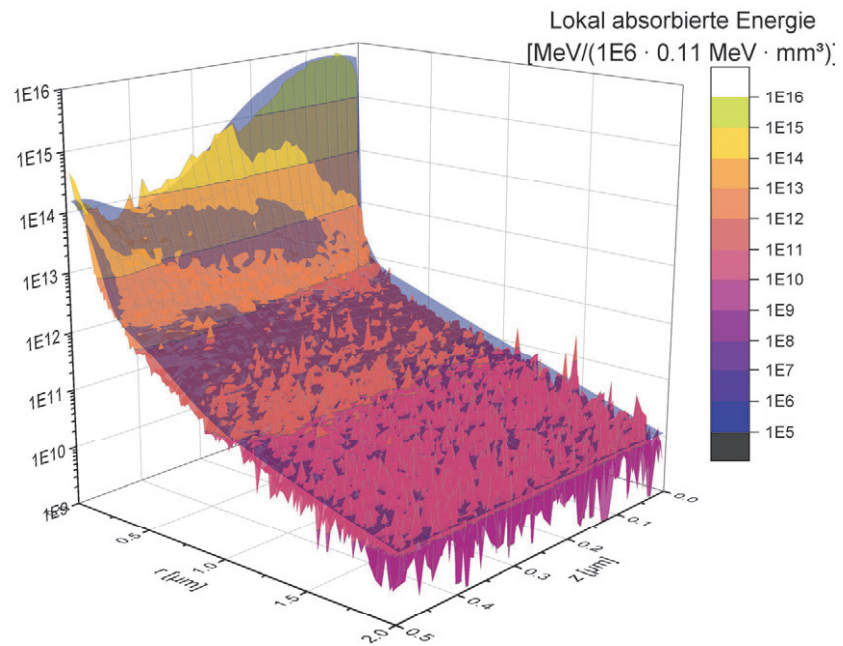
Die identische Auswertung zum Multilayertarget ist in Abb. 4.9 für die 500 nm dicke Wolframschicht und in Abb. 4.10 für das darunterliegende Diamantsubstrat gezeigt, wieder je getrennt nach Peak und Basis. Der scharfe Peak im Wolfram in den ersten 400 nm von der Oberfläche verläuft weitgehend parallel zum Bulk-Target mit einem ähnlich intensiven und wenige Nanometer breiten Peak ca. 60 nm unter der

Oberfläche. Allerdings steigt die deponierte Energie in der Schicht zum Substrat hin zu einem zweiten, etwas breiteren und niedrigeren Peak wieder an, der durch zurückgestreute Elektronen aus dem Diamanten verursacht wird. Insgesamt sorgt der Diamant durch seine längere Elektronenreichweite auch dafür, dass durch zur Oberfläche zurückgestreute Elektronen die Energie im Wolfram ebenso in einem deutlich breiteren Bereich deponiert wird. Durch das höhere Elektronenbremsvermögen im dichten Metall (Vergleiche 4.3.2) ergibt sich ein Sprung in der Energiedeposition an der Grenzfläche zwischen beiden Materialien. Dieser ist gut sichtbar in Abb. 4.11. Speziell im Peak und in einem ringförmigen Bereich in einem Radius zwischen 20 und 40 μm beträgt dieser Sprung etwa eine Größenordnung. Insgesamt stammt die Energiedeposition im Wolfram abseits des Peaks überwiegend aus vom Diamanten zurückgestreuten Elektronen, wie ein Vergleich mit den Trajektorien in Abb. 4.4 zeigt (Ausschließlich in der Ebene gestreute Elektronen hätten weiterhin keine ausreichende Reichweite). Dies erklärt auch den ringförmigen Peak in größerem Abstand zur Achse und die Ursache, weshalb die Energiedeposition zum Substrat hingeneigt ist. Die Metallschicht wirkt demnach wie ein Filter auf die durch die Streuung energetisch geschwächten Elektronen aus dem Substrat und verhindert deren Ausgang aus dem Target. Der Anteil der rückgestreuten Energie im Multilayertarget fällt deshalb wesentlich niedriger aus als im Vollmaterial (ab einer ausreichenden Elektronenenergie bzw. Penetrationstiefe). Zu sehen auch im Vergleich von Abb. 4.3 und Abb. 4.6.

Allgemein zeigt die Energiedeposition im Diamanten ein vergleichbares Schema wie für das zuvor betrachtete Metall. Sie besteht aus einem um mehrere Größenordnungen herausstechenden schmalen Peak und einer in Relation sehr viel weiter ausgedehnten Basis ($r \sim 60 \mu\text{m}$), in welcher jedoch 99 % der Energie deponiert wird. Die Ausdehnung der Energiedeposition durch mehrfach gestreute Elektronen darf für kleine Elektronenspots ($\text{FWHM} < 250 \mu\text{m}$) demnach nicht vernachlässigt werden, während für dichtere Materialien diese Grenze wesentlich tiefer liegt.

Wolframschicht im Multilayertarget

a)



b)

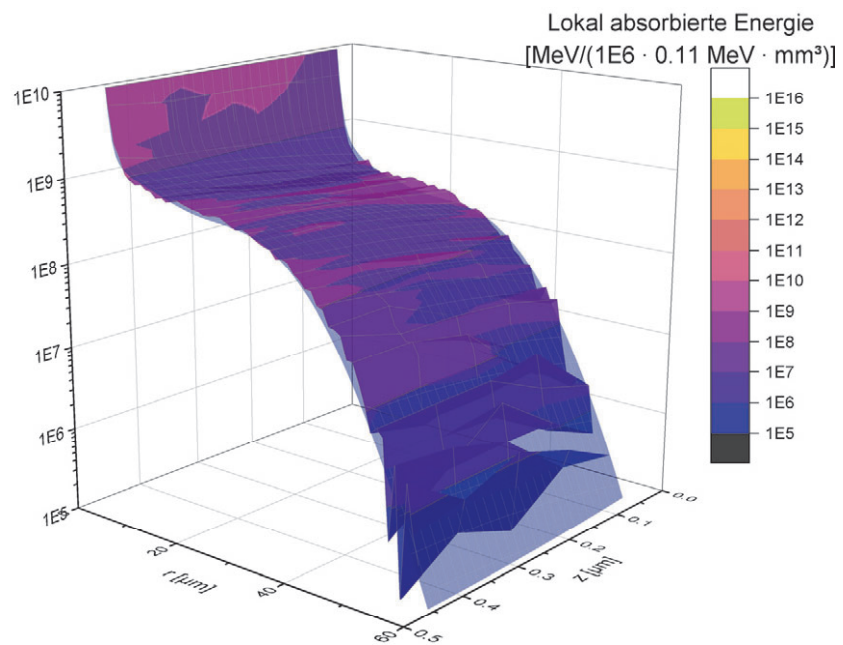
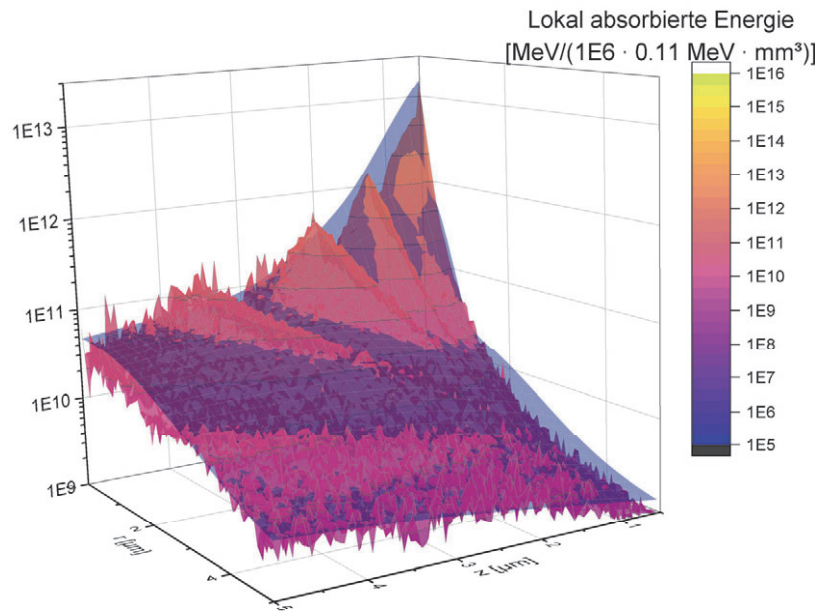


Abb. 4.9 Rotationssymmetrische und lokale Dichte der durch den Elektronenstrahl deponierten Energie über den Radius r und die Tiefe im Target z für die Wolframschicht im Multilayertarget. a) zeigt die Darstellung mit Fokus auf den zentralen Peak, b) über einen weiten Bereich. Die teiltransparente Überlagerung zeigt die angewendete parametrisierbare Näherung.

Diamantsubstrat im Multilayertarget

a)



b)

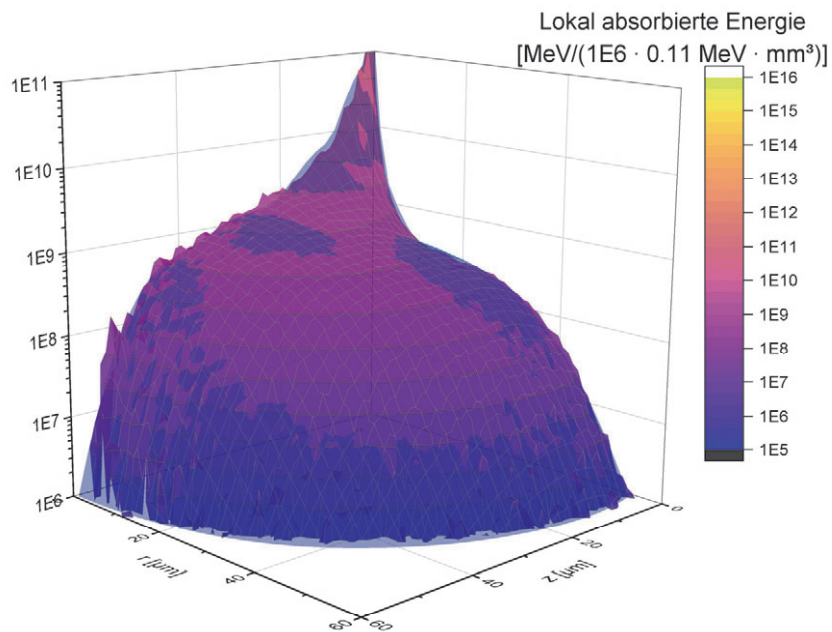


Abb. 4.10 Rotationssymmetrische und lokale Dichte der durch den Elektronenstrahl deponierten Energie über den Radius r und die Tiefe im Target z für das Diamantsubstrat im Multilayertarget. a) zeigt die Darstellung mit Fokus auf den zentralen Peak, b) über einen weiten Bereich. Die teiltransparente Überlagerung zeigt die angewendete parametrisierbare Näherung.

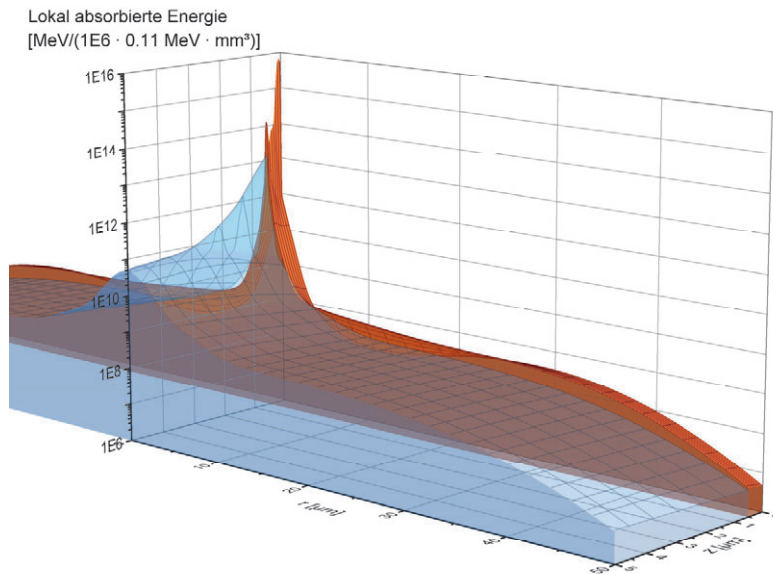


Abb. 4.11 Der Ausschnitt aus der rotationssymmetrischen Näherung der Energiedeposition im Multilayer-Target zeigt den Sprung an der Materialgrenze. Wolfram in rot, Diamant in blau.

4.3.6 Aufstellen der parametrisierbaren Näherung

Die bisher gezeigten lokalen statistischen Auswertungen sollen mit einer zweidimensionalen Verteilungsfunktion genähert werden. Hierzu werden mehrere überlagerte Gaußverteilungen¹²² g_i nach

$$g_i(r, z) = A_i \cdot \exp\left(-\left(\frac{(r - r_{0,i})^2}{2 \sigma_{r,i}^2} + \frac{(z - z_{0,i})^2}{2 \sigma_{z,i}^2}\right)\right) \quad 4.9$$

eingesetzt. Hierbei repräsentiert A_i die Amplitude, r und z die Ortsvariablen als Radius um die Elektronenstrahlachse und Eindringtiefe von der Oberfläche mit den dazugehörigen Verschiebungen $r_{0,i}$ und $z_{0,i}$ (Mittelwerte) und den Breiten $\sigma_{r,i}$ (Standardabweichungen).

Die gefundenen Parameter sind in Tab. 4.3 zusammengefasst. Die Amplituden erstrecken sich über 5 Größenordnungen, die Verteilungsbreiten über 3 Größenordnungen vom Nanometer- bis in den Mikrometer-Bereich. Das Raumintegral der Näherung (entsprechend der Energiedeposition) deckt sich zu >99,9 % mit den in Abb. 4.5 bestimmten Wert aus der allgemeinen statistischen Auswertung. Die graphische Überlagerung der statistischen Auswertung mit der Näherungsfunktion ist bereits in Abb. 4.8 mit eingezeichnet (dunkelblau-transparente Ebene).

Tab. 4.3 Parameter für den Gauß-Fit der Energiedeposition für das Bulk-Target.

i	A_i [MeV/(1E6·0.11 MeV·mm ³)]	σ_r [mm]	$z_{0,i}$ [mm]	σ_z [mm]
1	1.0E16	6.0E-6	6.0E-5	7.1E-4
2	6.0E14	2.2E-5	1.9E-4	6.4E-5
3	9.0E13	6.5E-5	3.3E-4	1.3E-4
4	8.0E12	2.3E-4	6.2E-4	2.3E-4
5	1.3E12	5.5E-4	1.2E-3	4.2E-4
6	5.0E11	1.4E-3	1.4E-3	1.3E-3
7	1.9E11	2.7E-3	2.9E-3	2.1E-3

Tab. 4.4 Parameter für den Gauß-Fit der Energiedeposition für das Diamantsubstrat im Multilayertarget.

i	A_i [MeV/(1E6·0.11 MeV·mm ³)]	$r_{0,i}$ [mm]	σ_r [mm]	$z_{0,i}$ [mm]	σ_z [mm]
1	5.0E13		8.0E-5	-4.0E-4	6.0E-4
2	1.0E12		3.5E-4	5.0E-4	9.0E-4
3	5.0E10		1.4E-3	2.5E-3	1.6E-3
4	2.7E10		1.8E-3	5.0E-3	2.0E-3
5	7.0E9		4.3E-3	9.2E-3	5.5E-3
6	1.3E9	4.0E-3	1.2E-2	2.7E-2	8.0E-3
7	5.0E8	1.0E-2	1.0E-2	1.0E-2	8.0E-3
8	3.0E8		1.1E-2	4.3E-2	4.7E-3
9	2.7E8	2.6E-3	9.0E-3	1.1E-2	1.0E-2

Tab. 4.5 Parameter für den Gauß-Fit der Energiedeposition für die Wolframschicht im Multilayertarget.

i	A_i [MeV/(1E6·0.11 MeV·mm ³)]	$r_{0,i}$ [mm]	σ_r [mm]	$z_{0,i}$ [mm]	σ_z [mm]
1	8.0E15		1.1E-5	6.5E-5	6.0E-5
2	1.3E14		9.0E-5	4.9E-4	2.8E-5
3	8.0E13		6.7E-5	3.0E-4	8.0E-5
4	3.0E12		3.0E-4	5.0E-4	1.2E-4
5	1.1E9		1.3E-2	5.0E-4	2.3E-4
6	3.4E8	2.8E-2	7.5E-3	5.0E-4	2.3E-4

Tab. 4.6 Parameter für den Laplace-Fit der Energiedeposition für die Wolframschicht im Multilayertarget. (Parameter f wird erst in Absatz 4.3.7 benötigt)

i	W_i [MeV/(1E6·0.11 MeV·mm ³)]	α_i	f_i
1	1.0E12	2300	650
2	5.0E9	600	183

Im Multilayertarget erfolgt der Fit separiert für beide Materialien. Die Energiedeposition im Diamantsubstrat kann mit neun überlagerten Gaußverteilungen gut genähert werden (siehe Tab. 4.4). Zur Anpassung des steil abfallenden Peaks im Wolfram, mit in der logarithmischen Darstellung streckenweise annähernd linear abfallenden Flanken (siehe Abb. 4.9 a für $r \in [0.5 \mu\text{m}, 1 \mu\text{m}]$ und $r \in [1 \mu\text{m}, 2 \mu\text{m}]$), werden zur Näherung zusätzlich zu sechs Gaußverteilungen zwei Laplace-Verteilungen¹²³ l_i nach

$$l_i(r) = W_i \cdot e^{-\alpha_i r} \quad 4.10$$

mit der Amplitude W_i und dem Koeffizienten α_i eingebracht. Die bestimmten Parameter sind in Tab. 4.5 und Tab. 4.6 zusammengefasst. Die angewendete Näherung ist in den Darstellungen von Abb. 4.9 und Abb. 4.10 mit eingezeichnet. Die Gesamtenergiedeposition der Näherung deckt sich wieder mit der Erwartung aus der statistischen Auswertung.

Die Abb. 4.12 und Abb. 4.13 können anhand der bestimmten Näherung die lokale Energiedeposition in beiden Targets anschaulich durch logarithmische Isoflächen darstellen. Im Vollmaterial geht die Form von der charakteristischen und innen verbauchten Birnenform für hohe Werte mit 2 – 3 μm Eindringtiefe schnell in die Form eines abgeflachten Rotationsellipsoiden über, dessen Mittelpunkte 3 – 4 μm unter der Materialoberfläche liegen.

Im Multilayertarget wird im Diamanten eine hohe Energiedichte zuerst in schmaler ellipsoider Form deponiert, geht dann in die charakteristische Birnenform mit etwa 30 μm Eindringtiefe über und fällt nach außen zu großen Abständen wieder in einer näherungsweise abgeflachten Ellipsoidenform ab.

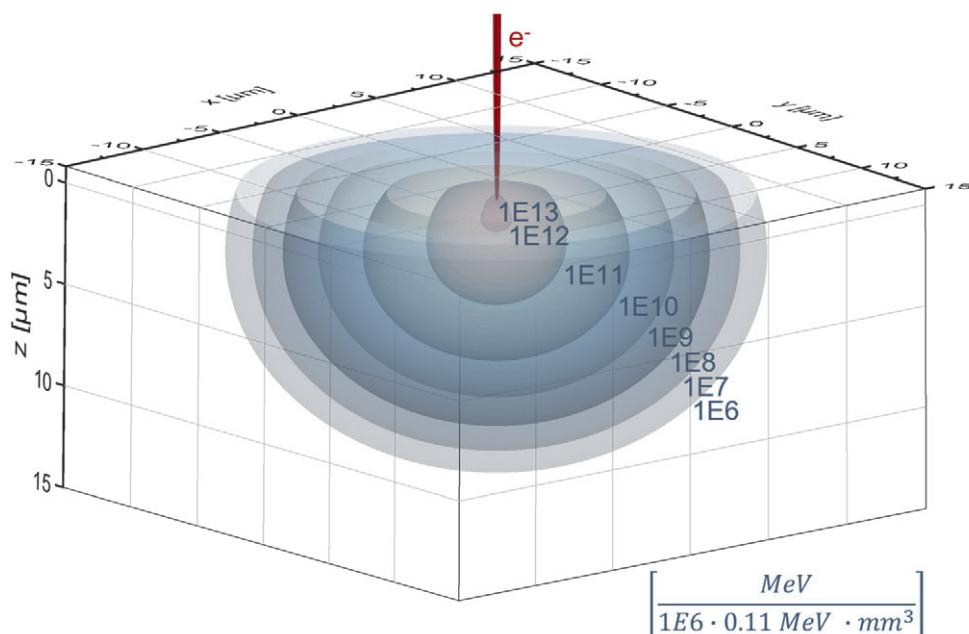


Abb. 4.12 Energiedeposition eines infinitesimalen Elektronenstrahls von $1E6$ Elektronen mit 110 keV beim Auftreffen auf ein Wolframtarget. Die Dichte der Energiedeposition ist durch logarithmisch ansteigende Isoflächen der bestimmten Näherung dargestellt.

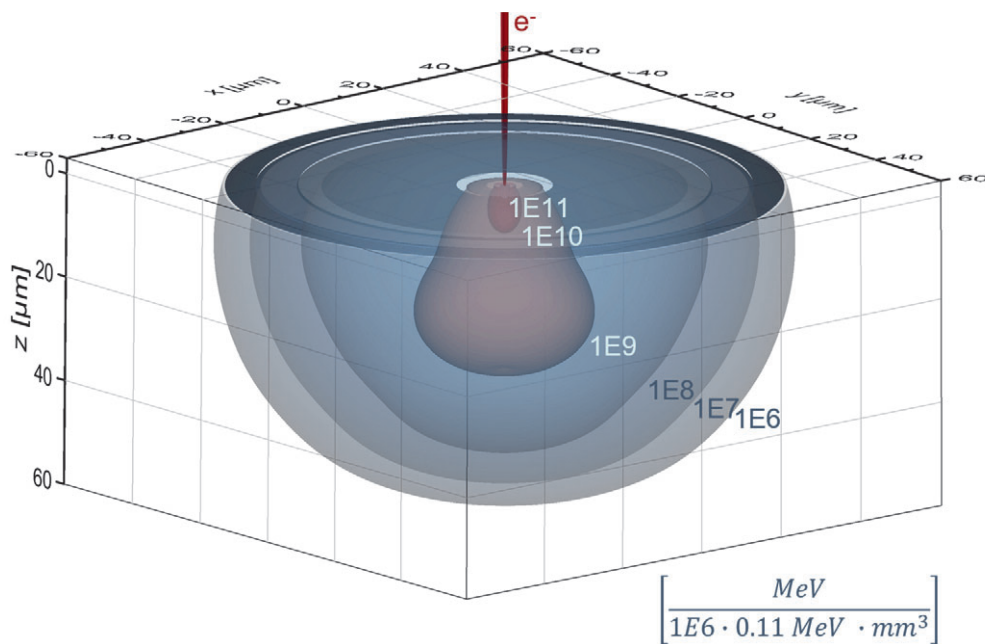


Abb. 4.13 Energiedeposition eines infinitesimalen Elektronenstrahls von $1E6$ Elektronen mit 110 keV beim Auftreffen auf ein Wolfram-Diamant-Multilayer-Target. Die Dichte der Energiedeposition ist durch logarithmisch ansteigende Isoflächen der bestimmten Näherungen dargestellt.

Zusätzlich kommt hier der Wärmebeitrag im Wolfram zu tragen, der ähnlich einer aufgetragenen Scheibe betrachtet werden kann, welche von oben das Substrat beheizt. Die höhere Depositionsdichte im Wolfram zeigt sich ebenfalls durch ein Überstehen der betrachteten Isoflächen über den Mantelflächen im Substrat, wie es im Ausschnitt in Abb. 4.14 zur Verdeutlichung gezeigt ist.

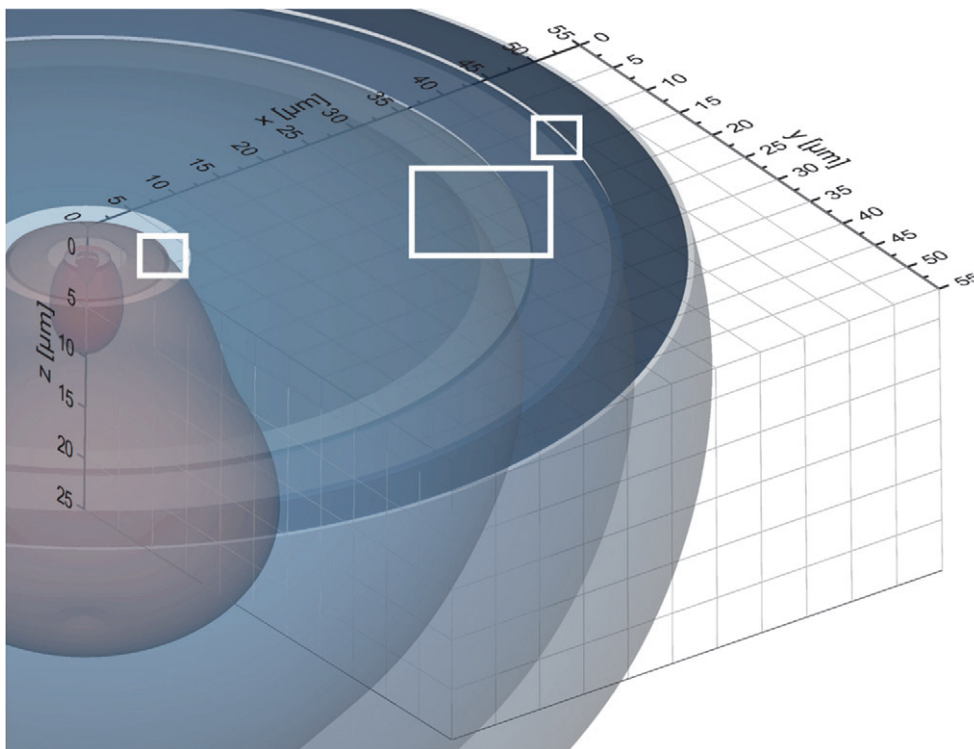


Abb. 4.14 Die Detailansicht der Energiedeposition in Isoflächen für das Multilayer-Target zeigt die höhere Depositionsdichte im Wolfram durch überstehende Ringe in der Ansicht.

4.3.7 Parametrisierbare Abhängigkeit vom Elektronenstrahldurchmesser

Das detaillierte Modell des Wärmeeintrags für einen infinitesimalen Elektronenstrahl (oder je nach Betrachtung ein einzelnes senkrecht auftreffendes Elektron) soll mit einer realitätsnäheren endlichen Breite beschrieben werden. Der Intensitätsquerschnitt des Elektronenstrahls wird dabei der Gauß-Form entsprechend mit einer Breite σ_e angenommen und mit

$$g_{e^-}(r) = P_{e^-} \cdot \frac{1}{2\pi \cdot \sigma_{e^-}^2} \cdot \exp\left(-\frac{r^2}{2 \sigma_{e^-}^2}\right) \quad 4.11$$

beschrieben. P_{e^-} beschreibt die insgesamt eingestrahlte Leistung des Elektronenstrahls. Es ist zu beachten, dass diese nicht mit der üblicherweise gemessenen Targetleistung einer Röntgenquelle identisch ist, da in ihr auch nicht deponierte Leistungsbestandteile, wie z. B. aus zurückgestreuten Elektronen, enthalten sind. Die räumliche Verbreiterung der in 4.3.6 beschriebenen Näherung stellt eine Faltung der Energiedeposition mit der Elektronenstrahl-Form dar, im ersten Fall also eine Faltung der Gaußverteilung nach Gl. 4.9 mit Gl. 4.11. Hier kommt zu Hilfe, dass eine Gaußverteilung gefaltet mit sich selbst oder einer weiteren Gaußverteilung mit den Breiten σ_a und σ_b wieder eine Gaußverteilung mit der neuen Breite σ_F nach

$$\sigma_F = \sqrt{\sigma_a^2 + \sigma_b^2} \quad 4.12$$

ergibt.¹²⁴ Damit folgt für die Energiedeposition nach der Faltung beider Zeilen eine verbreiterte Verteilung G_i nach

$$G_i(r, z) = g_i(r, z) * g_{e^-}(r) \quad 4.13$$

und damit

$$G_i(r, z) = P_{e^-} \cdot A_i \cdot \frac{\sigma_{r,i}^2}{\sigma_{r,i}^2 + \sigma_{e^-}^2} \cdot \exp\left(-\left(\frac{(r - r_{0,i})^2}{2(\sigma_{r,i}^2 + \sigma_{e^-}^2)} + \frac{(z - z_{0,i})^2}{2\sigma_{z,i}^2}\right)\right) \quad 4.14$$

Zur Validierung des Vorfaktors und damit der Konstanz der Gesamtenergie vor und nach der Faltungsoperation können die Exponentialterme aus Gleichungen 4.9 und 4.14 in der x,y-Ebene (senkrecht zum Elektronenstrahl) integriert werden.

$$\int_0^{2\pi} \int_0^\infty \exp\left(-\left(\frac{(r - r_{0,i})^2}{2\sigma_{r,i}^2} + \frac{(z - z_{0,i})^2}{2\sigma_{z,i}^2}\right)\right) dr d\varphi = 2\pi \sigma_{r,i}^2 \cdot \exp\left(-\frac{(z - z_{0,i})^2}{2\sigma_{z,i}^2}\right) \quad 4.15$$

$$\int_0^{2\pi} \int_0^\infty \exp\left(-\left(\frac{(r - r_{0,i})^2}{2(\sigma_{r,i}^2 + \sigma_{e^-}^2)} + \frac{(z - z_{0,i})^2}{2\sigma_{z,i}^2}\right)\right) dr d\varphi = 2\pi (\sigma_{r,i}^2 + \sigma_{e^-}^2) \cdot \exp\left(-\frac{(z - z_{0,i})^2}{2\sigma_{z,i}^2}\right) \quad 4.16$$

und bestätigt damit den Vorfaktor

$$\frac{\sigma_{r,i}^2}{\sigma_{r,i}^2 + \sigma_{e^-}^2} \quad 4.17$$

Zur Beschreibung der Energieausbreitung in der Wolframschicht muss zusätzlich zur Gauß- auch die Laplace-Verteilung in Gleichung 4.10 mit Gleichung 4.11 gefaltet werden.

$$L_i(r, z) = l_i(r, z) * g_{e^-}(r) \quad 4.18$$

Daraus ergibt sich^{125,126}

$$L_i(r, z) = P_{e^-} \cdot W_i \cdot s(\sigma_{r,i}) \cdot \left(\exp\left(\frac{\alpha}{2} \cdot (-2r + \alpha \cdot \sigma_{e^-}^2)\right) \cdot \left(1 - \operatorname{erf}\left(\frac{\alpha \cdot \sigma_{e^-}^2 - r}{\sqrt{2} \cdot \sigma_{e^-}}\right)\right) + \exp\left(\frac{\alpha}{2} \cdot (2r + \alpha \cdot \sigma_{e^-}^2)\right) \cdot \left(1 - \operatorname{erf}\left(\frac{\alpha \cdot \sigma_{e^-}^2 + r}{\sqrt{2} \cdot \sigma_{e^-}}\right)\right) \right) \quad 4.19$$

mit einer Normierungsfunktion $s(\sigma_{r,i})$ nach

$$s(\sigma_{r,i}) = \frac{1}{2} \exp(-f_i \cdot \sigma_{e^-}) \quad 4.20$$

und einem empirisch bestimmten Faktor f_i , welcher in Tab. 4.6 mit aufgeführt ist, sowie der Gaußschen Fehlerfunktion *erfnach*

$$\operatorname{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-\tau^2} d\tau \quad 4.21$$

Abschließend wird noch ein Umrechnungsfaktor benötigt, um die Leistung aus den Simulationen nach Gleichung 4.7 mit der Elektronenstrahlleistung in der üblichen Einheit [W] zusammenzubringen. Da sich die Elektronenstrahlleistung nur aus der Beschleunigungsspannung und der Stromstärke des Elektronenflusses ergibt, gilt auch hier der bekannte Zusammenhang

$$1W = 1V \cdot 1A \quad 4.22$$

Das Ampere wiederum ist über die Elementarladung e ¹²¹ definiert nach

$$e = 1.602 \cdot 10^{-19} A \cdot s \quad 4.23$$

und damit ergibt sich der Konvertierungsfaktor

$$1 \frac{\text{MeV}}{1E6 \cdot 0.11 \text{ MeV} \cdot \text{mm}^3} = 9.1 \cdot 10^{-6} \frac{W_{\text{Erwärmung}}}{W_{\text{Elektronenstrahlleistung}} \cdot \text{mm}^3} \quad 4.24$$

Mit diesem Satz an Gleichungen kann folgend die Wärmedeposition in beiden betrachteten Targets für 110 keV Beschleunigungsspannung parametrisch abhängig von der Elektronenstrahlleistung und der Elektronenstrahlbreite beschrieben werden.

4.4 Thermische Simulationen eines Multilayertargets in einer Nanofokus-Röntgenquelle

Zur Berechnung der Temperaturverteilung in den Röntgentargets unter Elektronenbeschuss sollen im Folgenden Simulationen nach der Finite-Elemente-Methode (FEM) auf der Basis von COMSOL 5.6 durchgeführt werden. FEM-Simulationen sind insbesondere in den Ingenieurwissenschaften weit verbreitet, um komplexe Probleme in Simulationen (z. B. aufwendige Geometrien, auf welche die bekannten Formeln nicht anwendbar sind) lösen zu können, indem die Problemstellung in endlich kleine (finite) Teilstücke zerlegt wird, innerhalb denen mit den klassischen Formeln für geometrisch lineare Probleme gerechnet werden kann. Die FEM-Simulation löst aufeinanderfolgend für jedes Teilvolumen die betreffenden Gleichungen, um die ortsabhängige Lösung für das übergeordnete Geometriemodell zu erhalten.

Für die hier präsentierte Problemstellung bedeutet das konkret die Bestimmung der ortsabhängigen Temperatur und der Wärmeverteilung im Target, um die maximale Energie zu finden, bis das Target lokal an die thermische Belastungsgrenze stößt. Der Einsatz von FEM-Simulationen zur Bestimmung des thermischen Limits in Röntgentargets wurde bereits zuvor demonstriert (z. B. bei Plankensteiner¹²⁷ oder Zhang¹⁰³) und auch die Betrachtung von Diamantsubstraten ist bereits erfolgt (z. B. Stupple¹²⁸ oder Delfaure¹¹³), jedoch nicht mit einem vergleichbar detaillierten Modell für den Wärmeeintrag und der hier betrachteten Target-Geometrie.

4.4.1 Die Wärmetransportgleichung

Die thermische Berechnung der FEM-Simulation basiert im Wesentlichen auf dem bekannten ersten Hauptsatz der Thermodynamik: Der Energieerhaltung. Die Änderung der Summe aus kinetischer und innerer Energie in einem Körper oder einem wie hier betrachteten finiten Volumen ist gleich der eingebrachten mechanischen Kraft im Inneren oder an der Oberfläche sowie der eingebrachten Wärme durch Strahlung oder Leitung.¹²⁹ Als Formel ausgedrückt bedeutet dies für ein Volumen V (die folgenden Formeln basieren auf dem COMSOL Referenzhandbuch¹³⁰ sowie der Arbeit von Maugin¹²⁹ und wurden an die hier betrachtete Problemstellung angepasst):

$$\frac{dE_V}{dt} + \frac{dK_V}{dt} = P_{ext} + Q_{exch} \quad 4.25$$

mit der inneren Energie E_V , der makroskopischen kinetischen Energie K_V , der Leistung durch mechanisch einwirkende Kräfte P_{ext} sowie der eingebrachten und mit der Umgebung ausgetauschten Wärme Q_{exch} . Die Leistung P_{ext} setzt sich wiederum zusammen aus der Variation der kinetischen Energie des Körpers und der verrichteten Spannungsleistung P_{str} .

$$P_{ext} = \frac{dK_V}{dt} + P_{str} \quad 4.26$$

Die Kombination von Gleichung 4.25 mit Gleichung 4.26 ergibt folgend die Wärmebilanzgleichung:

$$\frac{dE_V}{dt} = P_{str} + Q_{exch} \quad 4.27$$

Die hier noch enthaltene Spannungsleistung ergibt sich daraus, dass diese beim Abbau durch interne Energieumwandlung von der mechanischen Kraft in zusätzliche Wärmeenergie umgesetzt wird.

Die innere Energie in einem Volumen,

$$E_V = \int_V E \, dm \quad 4.28$$

beziehungsweise deren zeitliche Änderung, kann unter der Annahme einer in einem betrachteten Segment konstanten Masse auch als Integral über das Volumen mit der konstanten Dichte ρ betrachtet werden.

$$\frac{dE_V}{dt} = \int_V \frac{dE}{dt} dm = \rho \int_V \frac{dE}{dt} dV \quad 4.29$$

Die Spannungsleistung kann aus der Kontinuumsmechanik abgeleitet werden (hier nur zur Vollständigkeit erwähnt, zur Herleitung siehe dazu Maugin¹²⁹) und ist folgend definiert über den Cauchy-Spannungstensor σ und dem Dehnungsratentensor D (Verknüpft über den Operator „:“ als mathematische Kontraktion) als

$$P_{str} = \int_V (\sigma : D) dV \quad 4.30$$

Die Austauschwärme fasst den Energiefluss über Wärmeleitung, Wärmestrahlung und zusätzlicher Erwärmung zusammen nach

$$Q_{exch} = - \int_{dV} (q \cdot \vec{n}) ds - \int_{dV} (q_r \cdot \vec{n}) ds + \int_V Q \, dV \quad 4.31$$

mit dem Wärmefluss durch Wärmeleitung q , dem Wärmefluss durch Strahlung q_r sowie zusätzlichen Wärmequellen Q z. B. aus Einstrahlung, Joulesche-Erwärmung oder der hier betrachteten Energiedeposition aus Elektronenstoßprozessen. Der Vektor n beschreibt dabei die Normale der betrachteten Grenzfläche.

Durch Einsetzen der Komponenten aus Gleichung 4.29, 4.30 und 4.31 in 4.27 erhält man folgend die Wärmebilanzgleichung

$$\begin{aligned} \rho \int_V \frac{dE}{dt} dV + \int_{dV} (q \cdot \vec{n}) ds + \int_{dV} (q_r \cdot \vec{n}) ds \\ = \int_V (\sigma : D) dV + \int_V Q \, dV \end{aligned} \quad 4.32$$

welche in eine lokale Form überführt werden kann:

$$\rho \frac{dE}{dt} + \nabla(q + q_r) = \sigma : D + Q \quad 4.33$$

Eine Änderung der inneren Energie in einem Festkörperelement wird danach hervorgerufen oder ausgeglichen durch Wärmeleitung, Wärmestrahlung, der Umwandlung von Spannungswärme oder einer zusätzlichen volumetrischen Wärmequelle.

Den Zusammenhang zwischen der Änderung der inneren Energie und einer Temperaturänderung stellt die spezifische Wärmekapazität eines Materials C_p nach

$$\frac{dE_V}{dt} = C_p \cdot m \cdot \frac{dT}{dt} \quad 4.34$$

her und führt nach Einsetzen zur temperaturabhängigen Differentialgleichung

$$\rho C_p \frac{dT}{dt} + \nabla(q + q_r) = \sigma: D + Q \quad 4.35$$

nach welcher die FEM-Simulation die lokale Temperatur in einem Volumenelement bestimmt.^{129,130}

Im hier vorliegenden Fall eines mechanisch statischen Systems und unter Vernachlässigung der Strahlungswärme vereinfacht sich der Term zu

$$\frac{dT}{dt} = \frac{Q - \nabla q}{\rho C_p} \quad 4.36$$

Die enthaltene Wärmeleitung ergibt sich wiederum aus dem lokalen Temperaturgradienten über die materialabhängige Wärmeleitfähigkeit κ .

$$q = -\kappa \nabla T \quad 4.37$$

Die Lösung der Differentialgleichung in der FEM-Simulation zur Bestimmung der Temperatur benötigt demnach neben der zuvor aufgestellten Gleichung für den Temperatureintrag von allen beteiligten Materialien die Stoffeigenschaften Wärmeleitfähigkeit, Dichte und die spezifische Wärmekapazität.

4.4.2 Das Materialmodell

Während für Berechnungen mit kleinen Temperaturgradienten die Materialeigenschaften häufig als konstant angenommen und mit den bei Raumtemperatur bestimmten Werten gerechnet wird, herrschen im Brennfleck einer Röntgenquelle steile Temperaturgradienten. Diese reichen von der Umgebungstemperatur bis möglicherweise zum Schmelzpunkt, und erstrecken sich materialabhängig teilweise über mehrere tausend Kelvin. Es ist daher notwendig, das Materialmodell mit den eingesetzten Materialparametern temperaturabhängig zu definieren. Die eingesetzten Näherungen basieren dabei auf in der Literatur dokumentierten Messungen.

Wolfram ist das Reinmetall mit dem höchsten Schmelzpunkt von 3680 K (Literatur 3650 K - 3693 K)¹³¹ und unterliegt damit in der thermischen Beständigkeit eines Elementes nur knapp dem reinen Kohlenstoff¹³². Diese Temperaturbeständigkeit bei gleichzeitig hoher Kernladungszahl (74, relevant für hohe Konversationseffizienz¹³³) und dem niedrigsten Dampfdruck aller Metalle prädestinieren dieses Element daher als Targetmaterial für eine Röntgenquelle. Für den Schmelzpunkt ist zu beachten, dass erste Auswirkungen des Schmelzens an Fehlstellen oder Materialkanten bereits bei etwas niedrigerer Temperatur zu beobachten sind. Für die Simulation von Wolfram im Folgenden wurde für die spezifische Wärmekapazität die Näherung nach

$$C_{p,W}(T) = 135.76 + 9.1159 \cdot 10^{-3} \cdot T + 2.3134 \cdot 10^{-9} \cdot T^3 - 6.5233 \cdot 10^5 \cdot T^{-2} \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right] \quad 4.38$$

die Wärmeleitfähigkeit nach

$$\kappa_W(T) = 108.34 - 0.0105 \cdot T + 23420 \frac{1}{T} \left[\frac{W}{m \cdot K} \right] \quad 4.39$$

sowie die Dichte nach

$$\rho_W(T) = \frac{19.25}{(1 - 6.76 \cdot 10^{-5} + 3.91 \cdot 10^{-6} \cdot T + 8.98 \cdot 10^{-10} \cdot T^2)^3} \left[\frac{g}{cm^3} \right] \quad 4.40$$

eingesetzt, welche das Materialverhalten je über einen weiten Temperaturbereich gut beschreiben.¹³¹

Während die Materialeigenschaften für ein bekanntes Reinetall wie Wolfram gut untersucht und dokumentiert sind, unterliegt das Modell für die Materialparameter eines CVD-Diamanten (Chemical Vapor Deposition) einer deutlich größeren Unsicherheit. Insbesondere Faktoren wie die chemische Reinheit und Verfahrensparameter, welche insbesondere die Morphologie wie die Kristallitgröße und -größenverteilung beeinflussen, sind bei einem kommerziellen und zu einem Target verarbeiteten CVD-Diamanten unbekannt. Diese Unsicherheit betrifft speziell die Wärmeleitfähigkeit, welche im besten Fall die Werte natürlicher Diamanten von etwa 2200 [W m⁻¹ K⁻¹] erreicht¹³⁴, unter verschiedenen Umständen aber auf 70 % dieses Wertes sinken¹³⁵ kann. Weiterhin weisen CVD-Diamanten eine Anisotropie in der Wärmeleitfähigkeit bezüglich ihrer Herstellungsebene von bis zu 20 % auf.¹³⁴ Der Grund dafür liegt in der Morphologie. CVD-Diamanten werden durch Abscheidung aus der Gasphase auf einem Substrat produziert. Dadurch beginnen im einfachsten Fall unzählige, in sich homogene Körner vom Substrat aus zu wachsen, bis diese zusammenstoßen. Mit zunehmender Schichtdicke steigt damit auch der durchschnittliche Durchmesser einer kristallinen Säule.¹³⁶ Es existiert dadurch in diesen Diamanten ein Größengradient der einzelnen Körner. Die phononenbasierte Wärmeleitung wird nun durch die Korngrenzen und insbesondere durch die höhere Konzentration von Defekten und Fremdstoffen an den Grenzflächen durch Streuung und Reflexion gestört.¹³⁷ Dies führt zu diesem beobachteten Gradient in der Wärmeleitung, parallel zum Gradienten der Korndurchmesser und somit senkrecht zur Substratebene. Das hier aufgestellte Materialmodell vernachlässigt diese mögliche Anisotropie und versucht eine gute Näherung an die Materialparameter nach dem Stand der Technik.

Für die Wärmeleitfähigkeit des CVD-Diamanten wird daher die Temperaturabhängigkeit nach

$$\kappa_D(T) = 100 \cdot \left(2.646 + \frac{6804}{\sqrt{2\pi} \cdot 0.725 T} \cdot \exp \left(-0.951 \left(\ln \left(\frac{T}{483.9} \right) \right)^2 \right) \right) \left[\frac{W}{m \cdot K} \right] \quad 4.41$$

angesetzt,¹³⁵ für die spezifische Wärmekapazität findet die Näherung

$$C_{P,D}(T) = 2074 - 3315 \cdot 0.998^T \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right] \quad 4.42$$

Anwendung¹³⁸ und die Dichte wird mit

$$\rho_D(T) = \frac{3.515}{(1 + 10^{-6} \cdot (5.898 - 7.921 \cdot 0.998^T) \cdot T)^3} \left[\frac{g}{cm^3} \right] \quad 4.43$$

beschrieben^{119,139}.

Die thermische Belastungsgrenze eines Materials ist üblicherweise die Schwelle zum nächsten Phasenzustand. Bei klassischen Metallen, ausgehend von der Raumtemperatur und Normaldruck, also die Schmelztemperatur, wie weiter oben bereits für Wolfram erwähnt. Diamant hingegen, als metastabile Form des Kohlenstoffs, erfährt seine Temperaturgrenze für atmosphärische Bedingungen bereits bei etwa 900 K, ab welcher er zu verbrennen beginnt.¹⁴⁰ Unter Sauerstoffausschluss, z. B. im Vakuum, beginnt der Diamant ab etwa 1700 K^{141,142} mit einer oberflächlichen Transformation zu Graphit, speziell ausgehend von Oberflächenfehlstellen oder Verunreinigungen. Ab 2200 K wandelt sich der Diamant vollständig in Graphit um.¹⁴⁰ Die Umwandlung ist auch optisch in Form einer Eintrübung und später Verdunkelung zu beobachten¹⁴¹, sowie im Anfangsstadium als einzelne Ausblühungen an der Oberfläche¹⁴⁰. Mit der Graphitisierung verliert der Diamant seine herausragenden Eigenschaften, insbesondere die Festigkeit und Wärmeleitfähigkeit¹⁴³ verringern sich um mehrere Größenordnungen. Speziell CVD-Diamanten sind davon betroffen, dass die Graphitisierung nicht nur an der Oberfläche auftritt, sondern sich zudem an den Korngrenzen innerhalb der Diamantschicht konzentriert. Dies führt zu einer verminderten Wärmeleitung in der Ebene senkrecht zu den Kristallsäulen und erhöht gleichzeitig den Gradienten der Wärmeleitung, entsprechend der lokalen Korngröße.¹⁴⁴

Mit dem Beginn der Graphitisierung setzt sich eine Kaskade an Reaktionen in Gang. Durch die schlechtere Wärmeableitung erwärmt sich das Substrat lokal noch stärker, was die Graphitumwandlung weiter beschleunigt und das aufliegende Metall zum Schmelzen bringen kann. Es muss also bereits der Start dieser Reaktionen vermieden werden.

Den besprochenen thermischen Grenzen kann demnach keine absolute Temperatur zugeschrieben werden, bei der das Target schlagartig versagt. Wie beschrieben handelt es sich um schleichende Prozesse, welche die Materialeigenschaften kontinuierlich verschlechtern. Daher wurden für die Grenztemperatur in den Simulationen konservativere Werte als in der Literatur definiert. Für Wolfram wurde ein Limit bei 3000 K angenommen, für Diamant bei 1500 K.

Die Zusammenfassung des definierten Materialmodells, aufgetragen über die Temperatur im Bereich zwischen der Raumtemperatur und dem Schmelzpunkt bzw. der Zersetzungstemperatur für den Diamanten, ist folgend in Abb. 4.15 gezeigt.

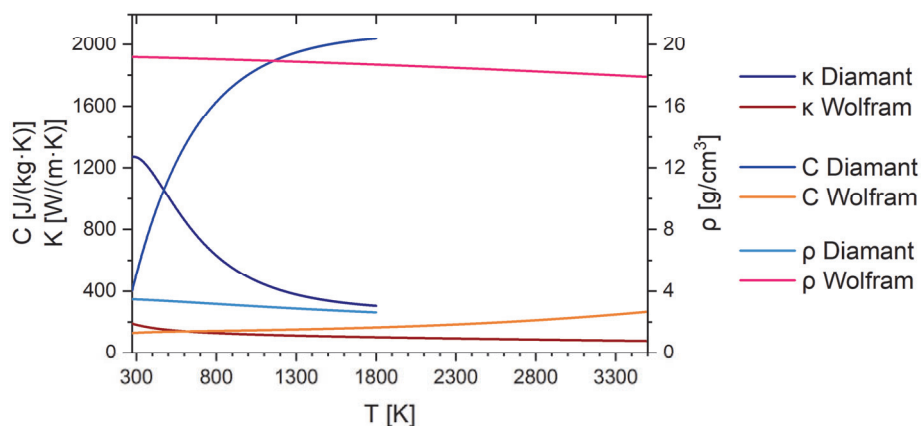


Abb. 4.15 Das für die FEM-Simulationen angesetzte Materialmodell bestehend aus der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit, der Wärmekapazität sowie der Dichte für Wolfram und CVD-Diamant im Bereich von der Raumtemperatur bis zum Schmelzpunkt bzw. der Grenztemperatur.

Der Diamant weist bei Raumtemperatur eine hervorragende Wärmeleitfähigkeit auf, etwa sieben Mal höher als Wolfram, diese fällt zu höherer Temperatur rapide ab, auf einen Faktor vier zwischen beiden Materialien am oberen Ende ihres Temperaturbereiches. Die bei Raumtemperatur etwa viermal höhere Wärmekapazität von Diamant steigt zu höherer Temperatur steil an bis zum etwa achtfachen Wertes von Wolfram, während die Dichte für beide Materialien näherungsweise parallel verläuft, bei der das Metall etwa sechsmal dichter ist als der Kristall. Die starke Temperaturabhängigkeit der Kurven bestätigt bereits visuell, weshalb es nicht sinnvoll ist, mit konstanten Materialparametern zu rechnen.

Ein Ausschnitt aus dem eingesetzten Maschennetz aus dem Multilayertarget, auf dem die Simulation der finiten Elemente basiert, ist in Abb. 4.16 gezeigt. Der innere Bereich im Wolfram bis 5 μm Radius, mit der größten Variation in der Energiedeposition, ist aus einem triangularen Netz mit Maschenweiten zwischen 1 – 10 nm gebildet. Von hier ausgehend wächst die Netzgröße sukzessive an, in der Wolframschicht insgesamt und im Diamanten in einem inneren Bereich bis 5 μm Radius und 20 μm Höhe beschränkt auf eine Elementgröße von 500 nm, zu den äußeren Rändern des Targets auf eine maximale Größe von 25 μm . Das Netz für das Bulk-Target besteht in den inneren 2 μm x 2 μm (Radius x Tiefe) wieder aus Maschen zwischen 1 – 10 nm, sukzessive zunehmend auf 200 nm in einem Bereich von 50 μm x 20 μm und zu den äußeren Rändern wieder auf bis zu 25 μm .

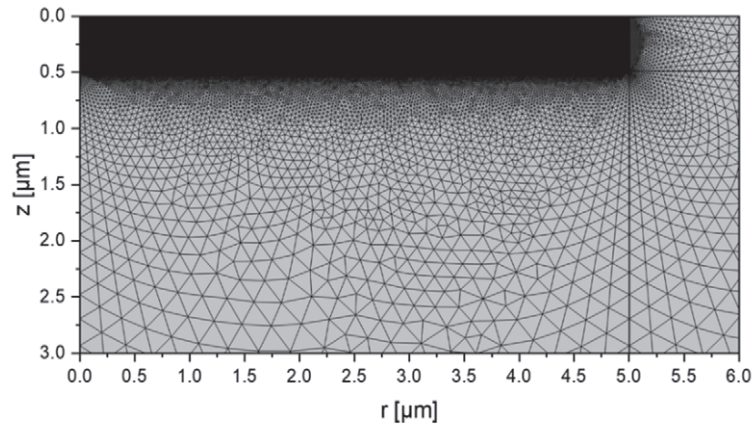


Abb. 4.16 Darstellung eines Ausschnittes aus dem Maschennetz der simulierten finiten Elemente im Multilayertarget.

4.4.3 Simulation der Target-Temperatur

Mit dem Vorausgegangenen soll in der FEM-Simulation die lokale Temperatur in den betrachteten Targets in Abhängigkeit von Leistung und Durchmesser des Elektronenstrahls berechnet werden, um die daraus resultierenden thermischen Limits des Targets zu bestimmen. Der Wärmeabfluss soll rein über Wärmeleitung der Ränder erfolgen. Da diese real in einem massiven und temperierten Metallgehäuse eingebettet sind, wird die Randtemperatur als konstant auf Raumtemperatur-Niveau angenommen. Wärmestrahlung (nicht die Röntgenabstrahlung, welche bereits in der Betrachtung zur Energiedeposition enthalten ist) sowie Joulesche Erwärmung durch den Elektronenfluss im Target wird vernachlässigt.

Das Ergebnis des exemplarischen Temperaturverlaufs im Multilayertarget für einen angenommenen Elektronenstrahl mit 300 nm FWHM und 30 W Leistung ist in Abb. 4.17 gezeigt.

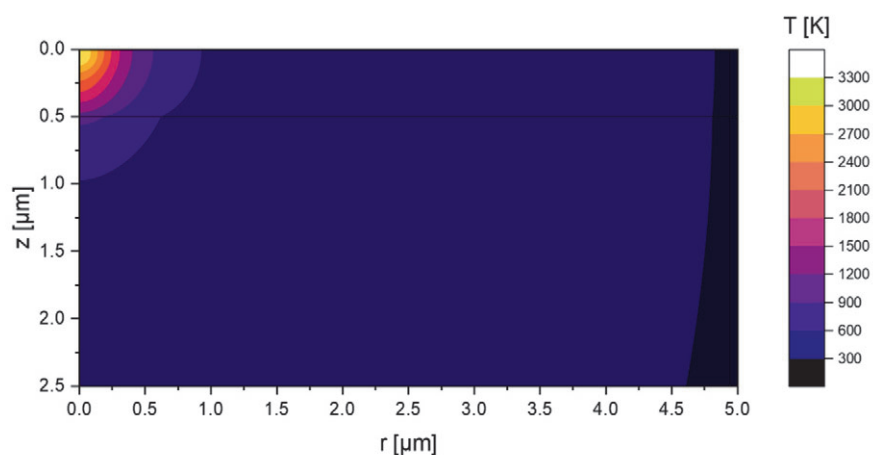


Abb. 4.17 Exemplarisches Ergebnis der Temperaturverteilung im Multilayertarget aus der FEM-Simulation für einen Elektronenstrahl mit 300 nm FWHM und 30 W Elektronenstrahlleistung.

Die Temperatur weist einen steilen Gradienten auf. Sowohl das Wolfram als auch der Diamant erreichen bei den dargestellten Parametern nahezu ihr Temperaturmaximum. Diese Temperatur fällt aber steil ab und bereits nach einem

Radius von etwa 5 μm erreicht sie fast wieder das Raumtemperatur-Niveau. Der absolute Temperaturpeak liegt in diesem Beispiel im Wolfram, axial etwa 15 nm unter der Oberfläche.

Um den Verlauf des Temperaturmaximums auszuwerten, wurde dieses für beide Targets in Abb. 4.18 und Abb. 4.19 in je 3400 Kombinationen aus Spotgröße und Targetleistung berechnet. Die Graphen sind je über die im Target deponierte Leistung (Achse unten) als auch über die durch den Elektronenstrahl eingestrahlte Energie (Achse oben) aufgetragen. Sie erlauben nun das Ablesen der abhängig von Spotgröße und Leistung herrschenden lokalen Maximaltemperatur im Target.

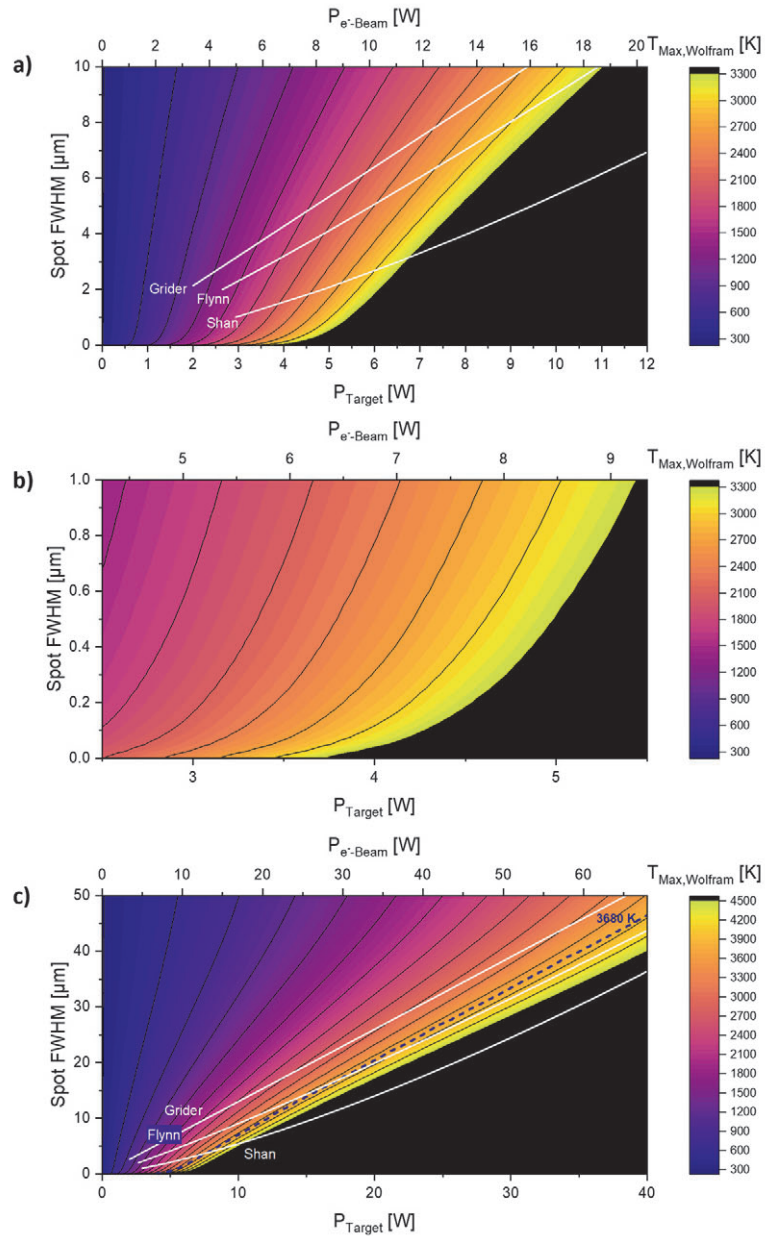


Abb. 4.18 Auftragung der maximal im Bulk-Target erreichten Temperatur in Abhängigkeit von Spotgröße und Targetleistung. a) zeigt den in dieser Arbeit fokussierten Bereich für eine Elektronenstrahl-FWHM unter $10 \mu\text{m}$, b) einen vergrößerten Ausschnitt bis $1 \mu\text{m}$ und c) einen erweiterten Bereich mit einer vergrößerten Temperaturskala zum Vergleich mit den Mikrofokus-Literaturmodellen.

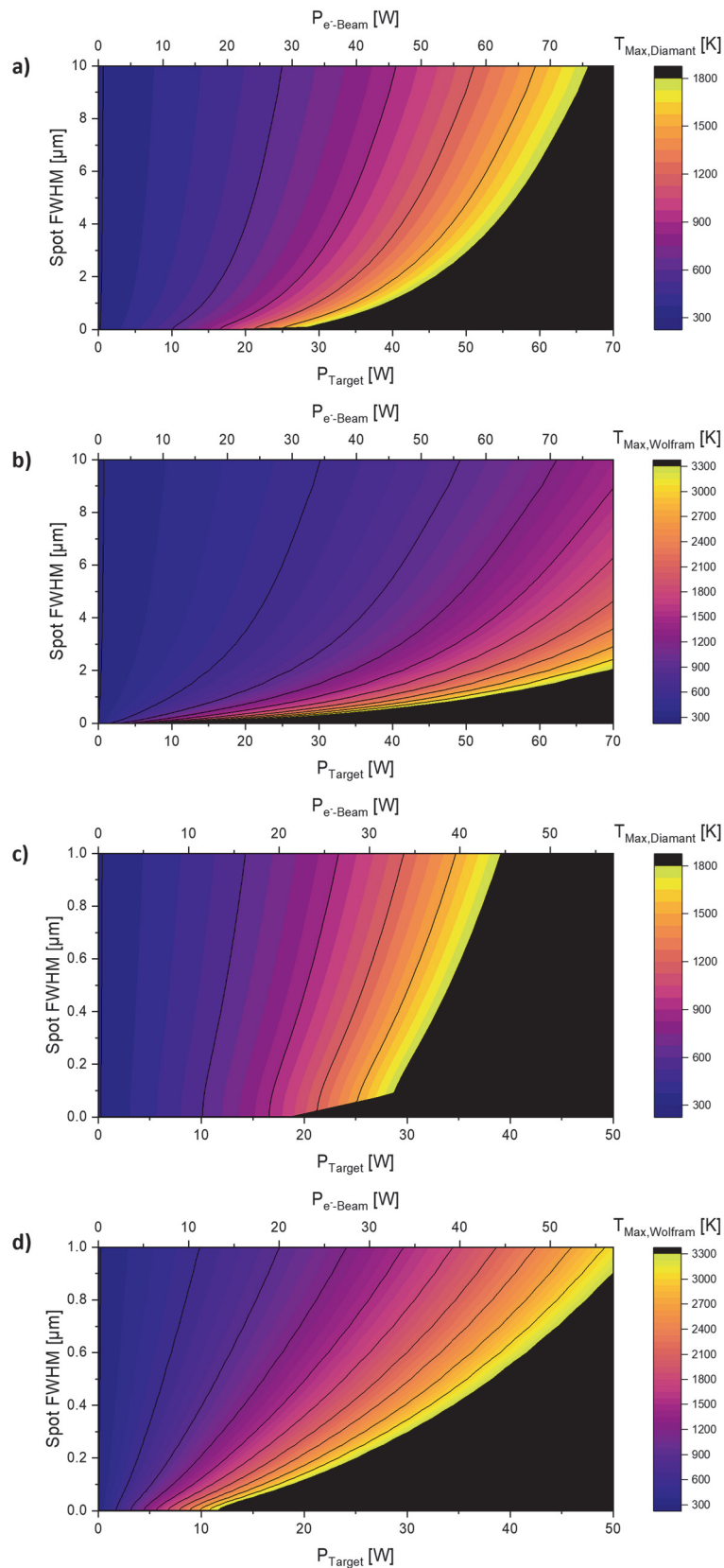


Abb. 4.19 Auftragung der maximal im Multilayertarget erreichten Temperatur in Abhängigkeit von Spotgröße und Targetleistung. a) zeigt den Bereich bis 10 μm ausgewertet für das Diamantsubstrat, b) für die Wolframschicht, c) einen vergrößerten Ausschnitt für den Diamanten und d) einen vergleichbaren Ausschnitt für Wolfram.

Die offensichtliche Beobachtung ist, dass erwartungsgemäß das Multilayertarget eine wesentlich höhere Toleranz für die Wärmedeposition aufweist, bis es an das thermische Limit stößt. Die Betrachtung des Bulk-Targets zeigt für Spotgrößen über einem Mikrometer ein annähernd lineares Verhalten für die Temperaturgrenze zwischen Spot und Leistung, zu kleineren Spotgrößen schnell abfallend. Die Linearität deckt sich mit den zu Beginn vorgestellten Modellen in der Literatur. Als Referenz sind die drei zu Beginn des Kapitels erwähnten Modelle von Grider⁹⁹, Flynn¹⁰⁰ und Shan¹⁰¹ mit eingezeichnet. Allerdings zeigen die Modelle unter 10 μm absolut nur eine mäßige Übereinstimmung mit dem Limit aus der Simulation. Unter c) sind die Simulation und die Literaturmodelle daher in einem erweiterten Bereich bis 50 μm Spotgröße und höherer Temperatur gezeigt. Zusätzlich ist die Kurve an der Schmelztemperatur von Wolfram ohne Sicherheitsfaktor (3680 K, gepunktet) aus der Simulation mit eingezeichnet. Hier zeigt sich, dass der Verlauf der Simulation über 10 μm Spotgröße in visuell guter Übereinstimmung mit den Literaturmodellen steht, welche auf abweichenden und teils nicht genau definierten Beschleunigungsspannungen und damit Eindringtiefen basieren. Da der Fokus dieser Arbeit jedoch auf Nanofokus-Quellen liegt, sollen folgend insbesondere die kleinen Spots weiter betrachtet werden.

Beim Multilayertarget in Abb. 4.19 muss das thermische Limit für beide Materialien mit unterschiedlichen Temperaturgrenzen getrennt betrachtet werden. Dies führt dazu, dass die Betrachtung für den Diamanten zu sehr kleinen Spotgrößen abgeschnitten ist, da für diese Werte weit oberhalb des Schmelzpunktes von Wolfram im betrachteten Modell auch für den Diamant keine sinnvollen Werte mehr zu erreichen sind. Zur besseren Auswertung der Temperaturgrenzen sind in Abb. 4.20 die Isothermen der Grenztemperaturen sowie zur Übersicht die dazu nächsten Isothermen von ± 300 K extrahiert. Insbesondere zeigt sich hier, dass sich für das Temperaturlimit im Multilayertarget einen Übergangsbereich bei einer Spotgröße von etwa 300 nm bildet, bei dem sich die Isothermen der beiden Materialien schneiden. Für kleinere Spotgrößen ist das thermische Limit durch die Temperatur in der Wolframschicht beschränkt. Für Spotgrößen über dem Übergangsbereich limitiert die Temperatur im Diamanten die Beständigkeit. Ein Elektronenstrahl mit der Breite von 300 nm kann in dem hier betrachteten Multilayertarget entsprechend etwa siebenmal mehr Energie deponieren als in einem Vollmetalläquivalent.

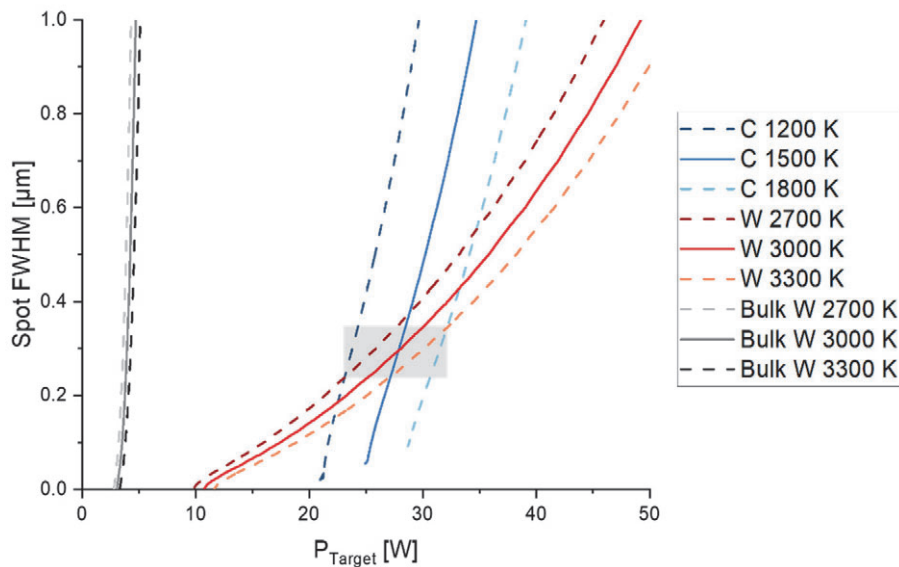


Abb. 4.20 Aus dem Temperaturgraphen extrahierte Isothermen für die angesetzte Grenztemperatur im Bulk-Target sowie den beiden Materialien im Multilayertarget.

4.5 Auswertung der „idealen“ Photonen-PSF

Die bestimmten Grenzen des Energieeintrages sollen zu einer erweiterten Betrachtung der technischen und möglichen Brillanz der Laborröntgenquellen führen. Parallel zur Bestimmung der „idealen“ PSF des Elektronenstrahls in 4.3.5 ist es möglich aus der Simulation die PSF der Photonen aus einem infinitesimalen Elektronenstrahl zu bestimmen (Abb. 4.21). Nach der Faltung mit einer angenommenen Gauß-verteilter Elektronenstrahl-PSF ergibt sich die theoretische Photonen-PSF, die nach dem Modell aus Abb. 3.4 auf ihre Breite und Photonenausbeute im HR-Spot über dem umgebenden Untergrund ausgewertet werden kann. Exemplarisch ist hier die Faltung für einen Elektronenstrahl mit einer FWHM von 50, 100 und 300 nm gezeigt. Die Breite des betrachteten HR-Spots erweist sich als relativ stabil mit maximal 2 – 8 % Aufweitung über der Elektronenstrahl FWHM (für Spots ab 10 nm). Für große Spots > 5 µm (im Bulk) spielt die Streuung der Elektronen nur eine untergeordnete Rolle und die Breiten zwischen Elektronenstrahl und Photonen-PSF sind nahezu identisch (die PSF kann also mit einer einzelnen Gaußkurve beschrieben werden).

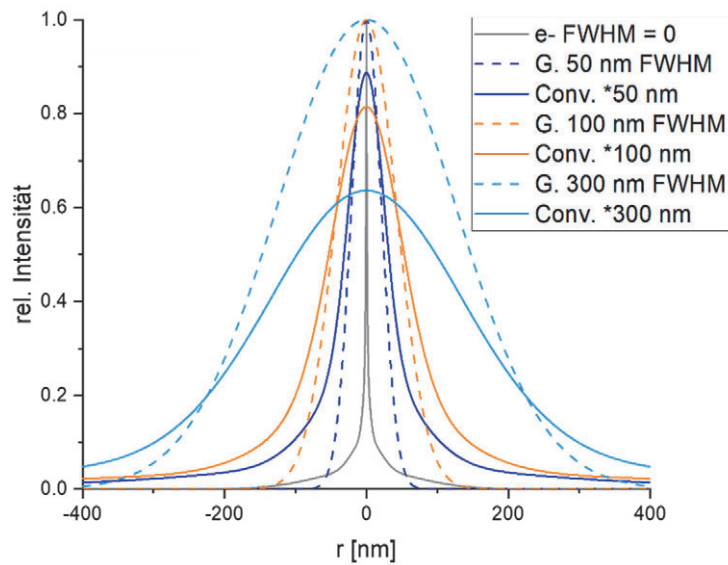


Abb. 4.21 PSF der Photonen (5 – 110 keV zusammengefasst) erzeugt durch den infinitesimalen Elektronenstrahl bei 110 kV, Gaußverteilungen und die Faltung aus beiden, welche die Quell-PSF in Abhängigkeit der Elektronenstrahlbreite zeigt.

Mit abnehmender Elektronenstrahl-FWHM ergibt sich, dass nur Photonen aus einem immer kleiner werdenden Teil der Wechselwirkungsbirne zum HR-Gauß beitragen können (Vgl. Abb. 4.4) und mehr Photonen dem Hintergrund zugeordnet werden. Dies ist eines der Grundkonzepte, weshalb für kleine Spots dünnere Targets benutzt werden. Anschaulich betrachtet bedeutet ein dünneres Target ein geometrisches Abschneiden der Wechselwirkungsbirne und damit Verminderung der Hintergrundphotonen. Hierzu muss die Targetdicke jedoch auf die gewünschte Röhrens spannung und Spotgröße abgestimmt sein. Für die hier betrachteten Targets ist in Abb. 4.22 die jeweils spotgrößenabhängige Photonenausbeute im HR-Spot gezeigt. Die Auswertung betrachtet nur die Wolfram-Emissionslinie (8.4 keV, 0.1 % BW), geometrisch jedoch das ganze Target. Allerdings trägt der Diamant nur wenige Photonen zu der spezifisch betrachteten Energie bei.

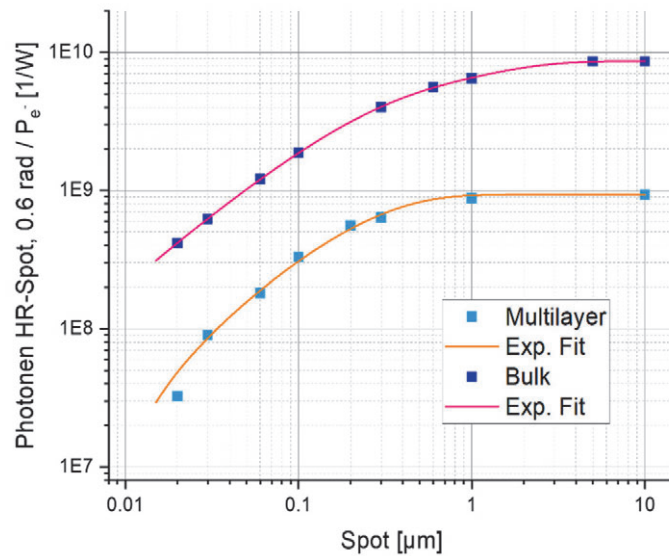


Abb. 4.22 Photonenausbeute der Wolfram-Linie bei 8.4 keV (0.1 % BW) im HR-Spot in einem konstanten Raumwinkelintervall pro Watt Leistung des Elektronenstrahls für beide Targets. Verursacht durch die Streuung der Elektronen im Target nimmt der Anteil an Photonen für den HR-Spot-Anteil zu kleinen Spotgrößen stark ab.

Das Vollmaterialtarget erzeugt etwa siebenmal mehr Photonen bei der betrachteten Energie als die dünne Wolframschicht und beide Targets verlieren Effizienz im HR-Spot zu kleineren Spotgrößen. Dieser Abfall beginnt jedoch früher für das Vollmaterial. Deutlicher wird dies im Vergleich der relativen Photonenausbeute in Abb. 4.23. Der Unterschied im Verlauf der Kurven ist der konkrete Einfluss des dünneren Targets mit der Begrenzung des Wechselwirkungsbereiches. Für Spotgrößen in der Größenordnung der Schichtdicke ist die relative Konversion im Multilayertarget im Vorteil. Während im Bulk für Spotgrößen unter 5 µm die Streuung bereits die PSF verbreitert, beginnt dies bei der dünnen Schicht erst unter 1 µm. Bei einem 200 nm Spot ist die Effizienz in Relation sogar um 55 % höher, wie Abb. 4.24 zeigt.

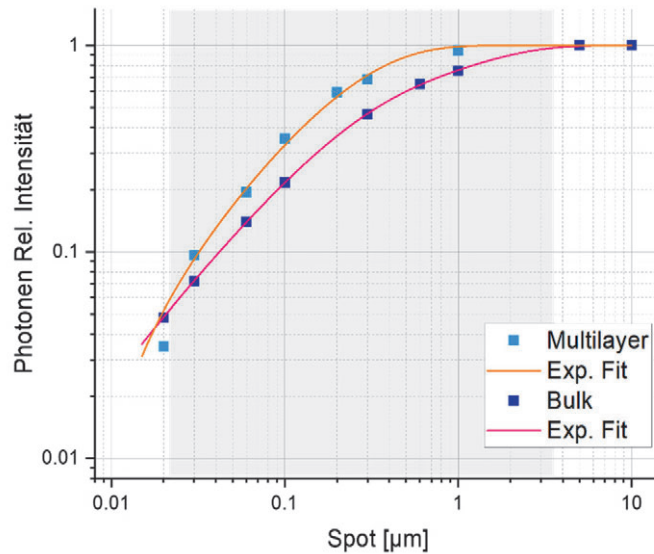


Abb. 4.23 Die relativ betrachtete Photonenausbeute (8.4 keV, 0.1 % BW) im HR-Spot über die Spotgröße zeigt den Einfluss des dünnen Targets auf den Erhalt der FWHM.

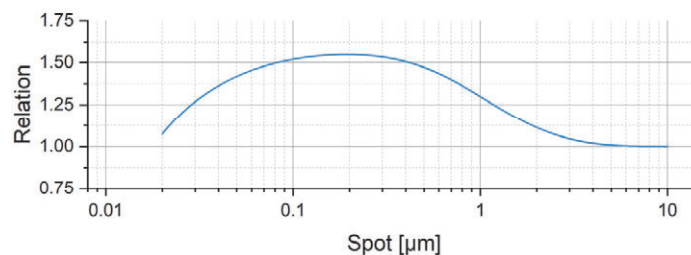


Abb. 4.24 Das Verhältnis der relativen Photonenausbeute im HR-Spot (8.4 keV, 0.1 % BW) von Multilayer- zu Bulk-Target zeigt einen besseren Erhalt der Photonenausbeute für das dünne Target bei Spotgrößen in der Größenordnung der Targetdicke

Die hier gezeigten Werte beziehen sich explizit nur auf das hier betrachtete Multilayer-Target aus 500 nm Wolfram und einem Elektronenstrahl mit einer Energie von 110 keV. Sie zeigen jedoch konkret das Optimierungsproblem, wie die Schichtdicke auf die angestrebte Spotgröße und Energie abzustimmen sind. Für kleinere Zielspotgrößen muss die Wechselwirkungszone geometrisch durch eine noch dünnere Wolframschicht begrenzt werden. Dadurch wird dann auch die Differenz in der Photonenausbeute zwischen Bulk und Multilayer bei kleinen Spots weiter ansteigen.

4.6 Das thermisches Limit und der Einfluss auf die Brillanz

Mit dem in Abschnitt 4.4 berechneten Temperaturlimit und den in 4.5 bestimmten Verlauf für die Photonenausbeute und PSF ist es naheliegend, die Werte in das theoretische Limit für die Brillanz umzurechnen und mit den existierenden Quellen zu vergleichen. Für das Multilayer-Target wurde die theoretisch maximale Brillanz für die drei Spotgrößen 50 nm, 100 nm und 300 nm mit dem

Vorausgegangen berechnet und in Abb. 4.25 in den Graphen aus Abb. 3.28 eingetragen, um die Werte mit existierenden Quellen zu vergleichen.

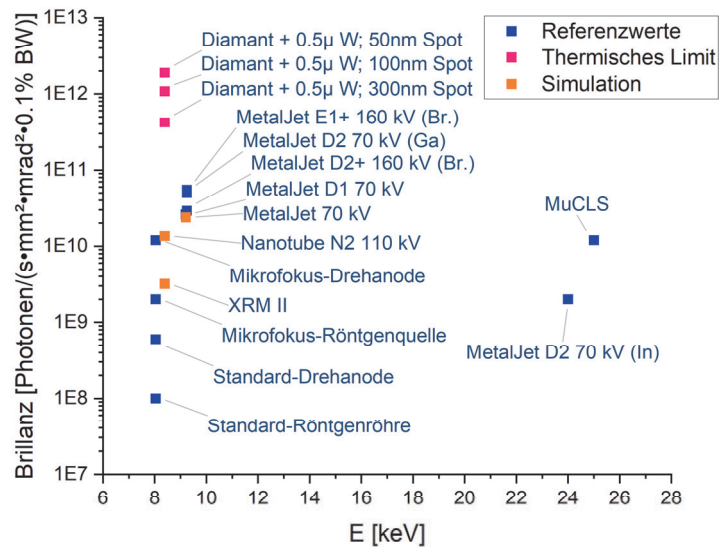


Abb. 4.25 Exemplarische Brillanzen des Limits des Multilayertargets im Vergleich zu Literaturwerten existierenden Quellen und den Simulationen aus dem vorangegangenen Kapitel (Siehe Abb. 3.28).

Die drei exemplarischen Brillanzen am berechneten thermischen Limit liegen ein bis zwei Größenordnungen über den derzeit besten Mikrofokusquellen. Das Potential zu brillanteren Röntgenquellen basierend auf diesem Prinzip ist demnach noch nicht ausgeschöpft.

Speziell fällt auf, dass die Nanofokus-Quelle Excillum NanoTube N2, deren Grundprinzip die Basis für die aufgestellten Simulationen des Multilayertargets liefert, in der Simulation der Brillanz auf Basis der realen Betriebsparameter (300 nm Spot, 1W) um den Faktor 30 unter dem theoretischen Limit des verwendeten Targets liegt. Hier kommt zum Tragen, dass aktuell in der Konfiguration mit 110 kV nicht die Thermik des Targets die Leistung begrenzt, sondern die Elektronenemission aus der Kristallkathode sowie die verbauten Blenden im Elektronenstrahlengang, mit den daraus resultierenden Konsequenzen für das Emissionsverhalten der Quelle (Siehe Abschnitt 5.3). Bei einer Targetleistung von 1 W emittiert der Kathodenkristall etwa 90 W Elektronenstrahlleistung (Abhängig von Alterung und Verbraucherscheinungen der Kathode). Die hohe Differenz, die nicht im Elektronenfokus landet, wird überwiegend in den vorhandenen Blenden im Strahlengang deponiert, welche diese Energie abführen müssen. Diese kontaminieren dadurch auch das Photonenemissionsbild der Quelle in Form von überlagerter Sekundärstrahlung. Dies ist ein grundlegendes Problem vergleichbar aufgebauter Transmissionsquellen, dass im Realbetrieb oftmals noch nicht das Target, sondern die Energiedeposition in Gehäuse, Targethalterung und Elektronenstrahlblenden die Leistung limitieren.¹⁴⁵

Abschließend für die Betrachtung der Brillanz ergibt sich der Graph in Abb. 4.26, in welchem die zuvor gezeigten Brillanzen anstelle der Energie über die

Spotgröße aufgetragen sind. Auf diese Weise können die thermischen Limits als kontinuierliche Grenze bewertet werden.

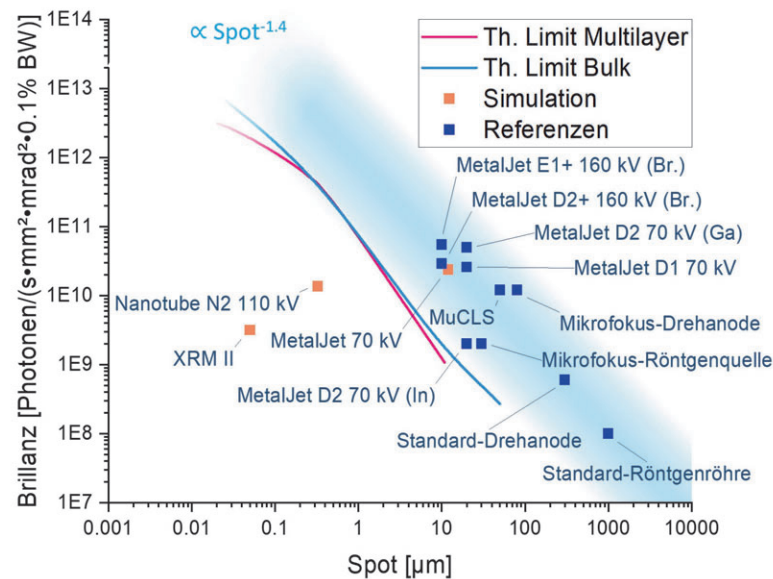


Abb. 4.26 Auftragung der theoretischen Brillanz und der Literaturwerte aus Abb. 4.25 über die Spotgröße.

Hervorstechend an dieser Darstellung ist, dass die Auftragung der Literaturwerte gemeinsam mit der Simulation über verschiedene Technologien und Photonenenergien eine spotgrößenabhängige Grenze für die Brillanz impliziert. Die empirisch betrachtete Grenze verhält sich proportional zur inversen Spotgröße, mit einer Potenz zwischen 1.3 und 1.5. Die Brillanz aus dem thermischen Maximum beider Quellen (die im Multilayer-Fall geometrisch noch nicht auf die kleinen Spots optimiert ist) kommt in ihrem Verlauf dieser Grenze bereits sehr nahe, liegt dabei noch etwa um eine Größenordnung darunter. Nach dieser Interpretation könnte durch eine technologische Innovation oder Optimierung noch eine weitere Steigerung der Brillanz möglich sein. Das wäre im hier gezeigten Beispiel in erster Linie eine Anpassung der Metallschichtdicke auf die jeweilige Spotgröße und Spannung bzw. eine Variation der Spannung entsprechend an die vorhandene Schichtdicke. Weitere technologisch mögliche Sprünge wären potentiell die Einführung der in Mikrofokusröhren bereits zur besseren Energiedissipation eingesetzten Verfahren wie ein kontinuierlich bewegtes Target (vgl. Drehanode) oder ein gepulster Elektronenstrahl. Im Vergleich mit der Mikrofokusröhre hat diese technologische Änderung dort ebenfalls zu einer Steigerung der Brillanz um eine Größenordnung geführt.

Die Literaturquelle für eine Mikrofokusröhre weist im obigen Graphen eine viermal höhere Brillanz auf als das theoretische Limit des Bulk-Targets erwartet. Hierzu müssen verschiedene Faktoren beachtet werden. Zum einen wird für eine möglichst hohe Brillanz in einer Röntgenquelle häufig Kupfer als Targetmaterial eingesetzt, anstelle des hier betrachteten Wolframs. Neben der besseren Wärmeleitfähigkeit bietet es eine deutlich höhere Ausbeute an Photonen in der charakteristischen Emissionslinie (Faktor ~ 2 , aus Simulation). Während in der Simulation ein rein zirkulärer Elektronenfokus betrachtet wurde, werden in

Mikrofokus-Reflexionsquellen üblicherweise geneigte Targets mit einem ausgedehnten Linienfokus bestrahlt, der bei Betrachtung unter einem passenden Winkel als zirkularer Spot erscheint. Kumulativ können diese drei Effekte die Brillanz somit technologisch noch einmal erheblich steigern.

Eine weitere Auffälligkeit ist, dass die Limits der Brillanz für das Bulk- und Multilayertarget für Spotgrößen zwischen einigen Mikrometern bis zu etwa 100 nm nahezu identisch verlaufen. Die siebenfach höhere Energiebeständigkeit im Multilayer wiegt sich etwa auf mit der dafür siebenfach höheren Photonenausbeute im Bulk. Jedoch ist hier zu beachten, dass eine Röntgenquelle in Reflexionsgeometrie mit einer Spotgröße unterhalb weniger Mikrometer rein hypothetischer Natur ist. Ausschließlich von der Quelle betrachtet ist dies zwar technisch zu realisieren, der praktische Nutzen für den Bau einer Röntgenanlage in Projektionsvergrößerung jedoch kaum vorhanden. Kleine Spotgrößen werden eingesetzt, um eine hohe Auflösung zu erhalten. Dies setzt gleichzeitig einen kurzen Abstand zwischen Probe und Brennfleck voraus. Für einen sub-Mikrometer-Spot erfordert dies die Platzierung der Probe im Vakuum der Quelle, unmittelbar vor dem Target. Dies ist nicht nur technisch aufwendig, sondern die Probe muss zusätzlich den Beschuss mit gestreuten Elektronen als auch die Wärmestrahlung des Brennflecks tolerieren. In der Regel werden daher Nanofokus- und sub-Mikrofokus-Quellen als Transmissionsquellen ausgeführt, in denen das Austrittsfenster die Funktion des Targets übernimmt. Weiterhin leiden Reflexionsquellen bei nanoskaligen Brennflecken unter dem in Abb. 4.23 dargestellten Problem, dass nur noch ein sehr geringer Anteil der Photonen zur Abbildung beitragen. Fällt dieser Wert auf wenige Prozent ist ein Großteil der am Detektor aufgenommenen Photonen aus dem Hintergrundoffset und einer überlagerten unscharfen Abbildung.

Zu noch kleineren Spots unterhalb von 100 nm fällt die Brillanz des hier betrachteten Multilayertargets hinter das hypothetische Bulk zurück. Für diese Spotgröße ist die verwendete Schichtdicke bereits deutlich zu hoch, so dass auch der Spot im Multilayertarget erheblich unter der Streuung der Elektronen leidet und kaum noch einen Vorteil aus dem Mehrschichtaufbau ziehen kann. Stattdessen überwiegt der Nachteil der niedrigeren Photonenausbeute und führt zu der hier zu sehenden schwächeren Brillanz. Für sehr große Spots im Mikrometermaßstab ist das hier betrachtete Multilayertarget von der Brillanz ebenfalls unterlegen. In dieser Größenordnung ist bereits im Bulk die Spotgröße kaum durch die Elektronenstreuung begrenzt. Gleichzeitig unterliegt das Multilayertarget der niedrigen Photonenausbeute aus der dünnen Metallschicht.

4.7 Prozesse beim Versagen des Multilayertargets

Nachdem in Abschnitt 4.4.2 bereits die theoretischen Prozesse besprochen wurden, welche die thermische Beständigkeit des Multilayertargets beschränken, können die realen Auswirkungen und verursachten Schäden anhand von REM- und Mikroskopaufnahmen an entsprechenden Targets aus der Excillum NanoTube N1 und N2 untersucht werden. Beide Targets wurden für mehrere Tausend Betriebsstunden mit Elektronenstrahlen zwischen 30 keV und 60 keV betrieben. Wie

zuvor festgestellt, ist die lokale thermische Belastung bei diesen Energien durch den kleineren Wechselwirkungsbereich größer als bei den betrachteten 110 keV. Somit sind thermische Schäden schneller zu erwarten.

Die Abb. 4.27 zeigt einen Ausschnitt aus dem Randbereich des scheibchenförmigen Targets, in dem der prinzipielle Aufbau gut zu erkennen ist. Innen zu erkennen ist die Metallschicht, welche nicht vollflächig auf das scheibchenförmige Substrat aufgebracht ist. In der Mitte ist die polykristalline Struktur des CVD-Diamanten zu sehen. Die dünne Diamantscheibe ist wiederum in einen massiven Kupferträger eingelötet. Am äußeren Rand ist daher die Einfassung und das verwendete Lot zu erkennen.

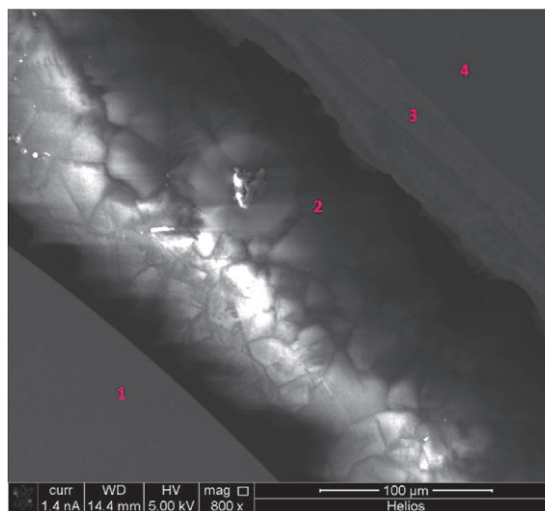


Abb. 4.27 REM-Aufnahme des Randbereiches des Multilayer-Transmissionstargets aus der Excillum NanoTube N2. Aus der Elektronenstrahlrichtung betrachtet zeigt es den prinzipiellen Aufbau des Targets aus der Wolframschicht (1), dem polykristallinen Diamantsubstrat (2) und der Lötverbindung (3) zum Einbetten in den Kupfer-Rahmen (4).

Im Zentrum des Targets ist die Metallschicht mit einem regelmäßigen Muster aus Blöcken und Kreisen strukturiert (Abb. 4.28). Diese dienen dazu den Elektronenstrahl durch Rasterbewegungen über die Kanten in Größe (Fokus) und Form (Astigmatismus) zu kalibrieren und verifizieren. Hierzu wird als Feedback die Variation im Targetstrom gemessen. Beim Auftreffen auf Wolfram oder Diamant wird ein unterschiedlicher Anteil an Elektronen zurückgestreut und nicht über das Target abgeleitet. Im Prinzip ergibt sich dadurch das inverse Bild im Vergleich zur Betrachtung im REM. Im Betrieb wird der Elektronenfokus auf ein vollflächiges Gebiet zwischen den Strukturen eingestellt. Der Ausschnitt 1 zeigt einen geschädigten Bereich, welcher in b) vergrößert dargestellt ist.

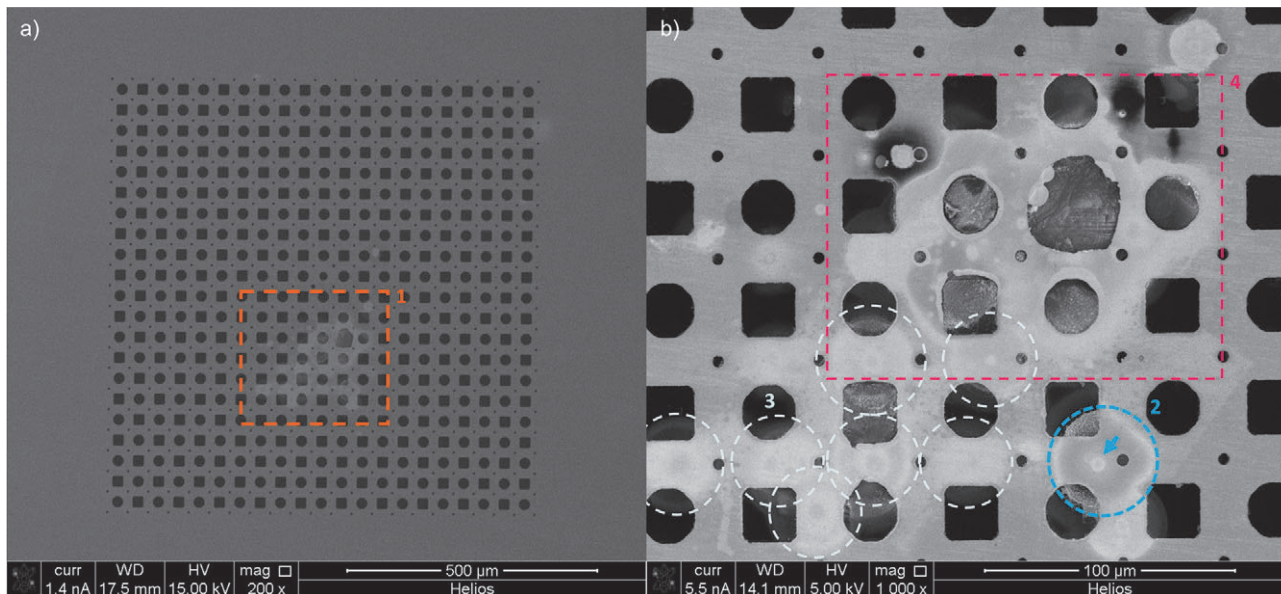


Abb. 4.28 REM-Aufnahmen aus dem Zentrum des Targets zeigen die Strukturierung der Metallschicht zur Kalibrierung des Elektronenstrahls (a) sowie bei Vergrößerung (b) starke Schäden an Beschichtung und Substrat.

Gut zu erkennen sind die verschiedenen ehemaligen Arbeitspunkte des Elektronenstrahls, wie z. B. in 2 mit einem Pfeil hervorgehoben. Umliegend ist zu erkennen, wie im darunterliegenden Diamantsubstrat bereits erheblich die Umwandlung zu Graphit eingesetzt hat. Nummer 3 zeigt exemplarisch weitere Bereiche, in denen in einem Radius von $10\ \mu\text{m}$ – $20\ \mu\text{m}$ um den Elektronenfokus die Schäden am darunterliegenden Substrat in Form des veränderten Kontrasts und der Morphologie zu erkennen sind. Der Elektronenstrahl selbst hat im Betrieb je nur Durchmesser zwischen $0.3\ \mu\text{m}$ – $3\ \mu\text{m}$ gehabt. Die Schäden sind also rein durch die Wärme verursacht und nicht durch eine Wechselwirkung mit den einschlagenden Elektronen. Die überwiegende Betriebszeit hat der Elektronenstrahl im Bereich 4 gearbeitet. Dementsprechend sind hier die stärksten Veränderungen durch aufgeschmolzenes Wolfram und starke Graphitisierung im Substrat zu erkennen. Das Ausmaß der Schäden ist auch daran zu erkennen, dass das regelmäßige Muster der Metallstrukturierung seine ursprünglichen Konturen verloren hat.

Die Graphitisierung führt ebenso zu einem Abbau der optischen Eigenschaften des ursprünglich optisch-transparenten Diamanten. Daher wird die Betrachtung in Transmission genutzt, um die Graphitumwandlung zu charakterisieren.¹⁴⁶ Entsprechend zeigt sich bei der Betrachtung des Targets der Excillum NanoTube N1 in Durchlichtmikroskopie eine Eintrübung und Dunkelfärbung des Substrates in den Wolframfenstern.

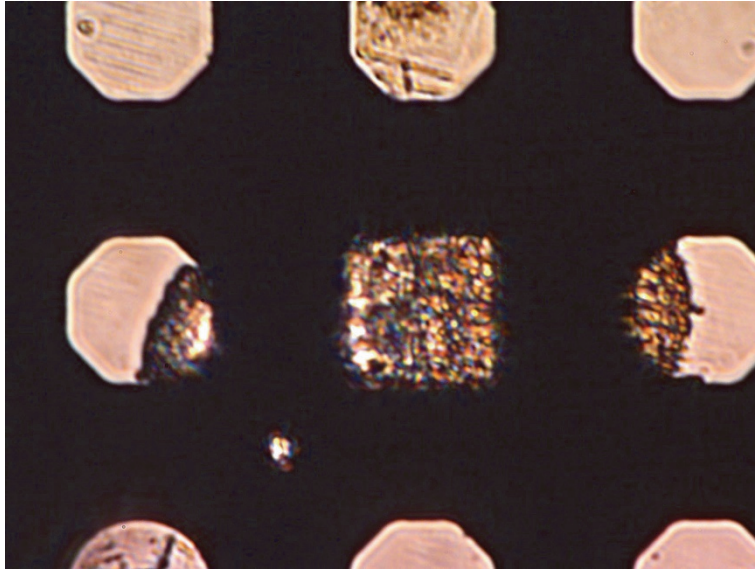


Abb. 4.29 Optisches Durchlichtmikroskopbild zeigt die Eintrübung des Substrates durch die Graphitisierung.

4.8 Fazit

Das vorangegangene Kapitel zeigt, wie schrittweise auf Basis der Kombination von MC- und FEM-Simulationen ein neues, detaillierteres und teilweise parametrisiertes Modell für den Wärmeeintrag in Röntgentargets entwickelt wurde. Auf diese Weise ist es möglich, die thermischen Verhältnisse und Grenzen im Betrieb exakter vorherzusagen als mit den bisherigen Modellen. Während das konkret gerechnete Modell nur für die zwei exemplarischen Anwendungsfälle bezüglich Geometrie und Beschleunigungsspannung gilt, so ist das aufgezeigte Vorgehen universell anwendbar. Speziell für den bisher nur wenig untersuchten Fall von nanoskaligen Elektronenspots bis herunter zu 10 nm Breite bei gleichzeitig hoher Beschleunigungsspannung auf mehrlagigen Targetsystemen in Röntgenquellen bringt das neue Modell eine bessere Abschätzung. Zu größeren Spots behält es seine Gültigkeit, geht in der Mikrometerskala aber zumindest für den Vollmaterial-Fall in die bekannten Abschätzungen über, welche mit einem niedrigeren Aufwand verbunden sind. Insbesondere haben die hier gezeigten Simulationen neben dem Energieeintrag auch die Photonenausbeute und die erreichbaren Spotgrößen mitberücksichtigt und auf diese Weise nicht nur die Energiegrenzen, sondern auch die daraus resultierenden Grenzen der Brillanz abgeschätzt und existierenden Röntgenquellen gegenübergestellt. Hierbei zeigen sich auch Indizien dafür, dass die untersuchte Dicke von 500 nm Wolfram für die Spannung von 110 kV im Kontext der Brillanz noch nicht optimal erscheint.

Bei der Betrachtung der Energiedeposition hat sich gezeigt, wie der größte Vorteil des Multilayer-Aufbaus auf Basis eines wenig dichten Substrates neben der guten Wärmeleitfähigkeit darin besteht, dass die Elektronen aufgrund der höheren Reichweite ihre Energie in einem deutlich größeren Volumen deponieren. Dieser Vorteil betrifft insbesondere wieder den Fall kleiner Elektronenstrahlbreiten im Verhältnis zur Ausbreitung der Wechselwirkungszone.

Der simulierte Elektronenstrahl wurde in dem hier entwickelten Beispiel immer als perfekt parallel angenommen. Durch die Fokussierung unterliegt er real einem Konvergenzwinkel. In der zugrundeliegenden Röntgenquelle ist dieser durch die verbauten Blenden auf einen Winkel von unter 0.5° beschränkt und die angenommene Parallelität damit akzeptierbar. Für Röntgenquellen mit größeren Konvergenzwinkeln sollte dieser Einfluss jedoch in der Simulation mit beachtet werden.

Ein weiterer bisher unbeachteter Punkt ist die Grenzflächenphysik. Beide Simulationen gehen von einem perfekten Materialübergang von Diamant zu Wolfram aus. Für diese Materialkombination ist das eine vertretbare Annahme, da an der Grenzfläche bei hohen Temperaturen beide Materialien zu Wolframcarbid reagieren. Allerdings ist nicht bekannt, ob bei dem referenzierten kommerziellen Target nicht noch eine Haftvermittlerschicht wie z. B. aus Titan, welches häufig zur Bindung an Diamant eingesetzt wird, aufgebracht wurde, die dann als thermische Barriere wirken könnte. Gleichzeitig betrifft das auch die mechanisch wirkenden Kräfte, die aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnung und der enormen Temperaturgradienten erwartet werden. Insgesamt stellt das neue Modell jedoch eine erhebliche Verbesserung zu den existierenden Abschätzungen dar.

5 Die ntCT - ein neues Gerät zur hochauflösenden Material- charakterisierung mittels Nano-CT

5.1 Beschreibung des Aufbaus

Die ntCT ist eine Computertomographieanlage im Labormaßstab (Abb. 5.1) auf Basis der Excillum NanoTube Röntgenquelle mit Transmissionstarget, welche in den vorausgegangenen Kapiteln bereits theoretisch betrachtet wurde. Die hohe Auflösung basiert rein auf dem robusten Prinzip der geometrischen Vergrößerung, mit einem kleinen Brennfleck und geringem Objektstand. Die Röntgenquelle wurde im Verlauf dieser Arbeit mehrfach auf- und umgerüstet, mit dem Ziel die Leistung weiter zu optimieren. Weitgehend lassen sich die Umbauten auf drei Gerätegenerationen mit jeweils typischen Leistungsdaten zusammenfassen: „N1-60 kV“ mit der bezeichnenden Beschleunigungsspannung und 75 mW Targetleistung, „N2-60 kV“ mit 170 mW Targetleistung und zuletzt das Upgrade auf „N2 110 kV“ mit einem noch leistungsfähigeren Generator und 1 W Targetleistung. Die Angaben der Leistungsdaten gelten jeweils für den Betrieb bei höchster Auflösung. Unter höheren Spotgrößen (1.5 μm) ist eine Leistung bis 6 W möglich um schnelle Überblickscans eines größeren Probenvolumens zu ermöglichen (Mikro-CT-Modus). Den kompletten Aufbau umfasst ein nach strahlenschutzregularischen Vollschtzvorgaben sachverständlich abgenommenes Gehäuse auf Luftlagerelementen und mit Temperaturstabilisierung.



Abb. 5.1 Die ntCT ist eine CT-Anlage zur hochauflösenden Materialcharakterisierung im Labormaßstab.

Der innere Aufbau ist in Abb. 5.2 gezeigt und basiert neben der Röntgenquelle auf einem DECTRIS EIGER2 R Detektor¹⁴⁷ mit CdTe Sensor. Dieser besteht aus 2070 x 514 quadratischen Pixeln zu je 75 μm Kantenlänge und besitzt zwei parallel einstellbare Schwellwerte, um die eintreffenden Photonen nach ihrer Energie zu selektieren. Mit dem unteren Schwellwert kann in erster Linie das unvermeidbare Rauschen in der Ausleseelektronik des Detektors abgeschnitten werden. Somit

besitzen diese Art der Detektoren nahezu kein Dunkelrauschen, das nachträglich korrigiert werden muss.¹⁴⁸ Das Prinzip der Energieauflösung basiert auf dem kontinuierlichen schnellen Auslesen des Bildsensors („Photonenzählend“). Der Detektor misst dabei die Stärke der in einem Pixel durch ein eintreffendes Photon erzeugten „Ladungswolke“ (bzw. die Anzahl der erzeugten Ladungsträger) und führt diese auf die ursprüngliche Photonenenergie zurück. Ein Problem dieses Prinzips sind jedoch Ladungswolken, welche sich über mehrere Pixel erstrecken, sei es durch hohe Energie, dem Eintreffen nahe der Pixelgrenze oder unter einem großen Winkel. Diese Photonen werden als multiple Photonen niedrigerer Energie in zwei (oder mehr) verschiedenen Pixeln gezählt und verfälschen daher die Energiemessung („Charge-Sharing“).¹⁴⁹ Die Quanteneffizienz des Detektors ist im Bereich bis 25 keV nahe am Optimum zwischen 90 % und 100 %, über dieser Energie fällt sie auf bis zu 60 % ab.¹⁴⁹

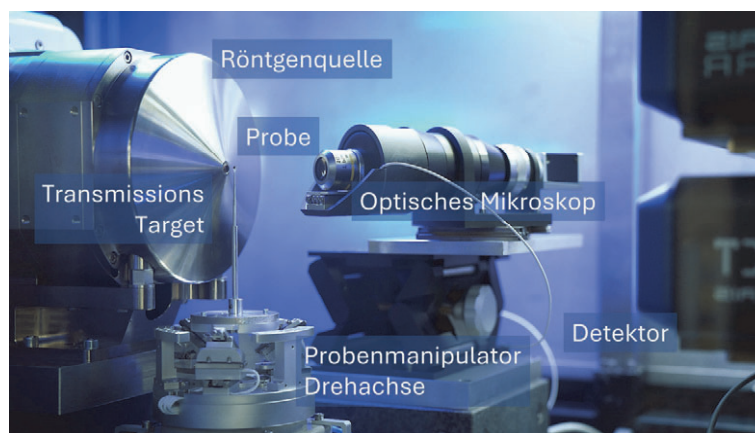


Abb. 5.2 Ansicht des inneren Aufbaus der ntCT Anlage mit Beschriftung der Hauptkomponenten.

Der Detektor ist zur Änderung des Probensamplings und zum Anpassen des Sichtfeldes auf 3 codierten Spindelachsen (HUBER) montiert und in einem weiten Bereich zwischen 170 mm – 600 mm Abstand zum Austrittsfenster (gemessen zur Sensorfläche des Detektors) verfahrbar. Die notwendigerweise mikroskopische Probe ist auf der Spitze eines nadelförmigen Probenhalters fixiert. Die Probe steht auf einem luftgelagerten Drehtisch (LAB Motion Systems), dieser wiederum ist auf einem 3-Achsen-Manipulator aus Piezo-Stick-Slip-Aktoren (SmarAct) befestigt, um die Probenposition einzustellen. Zur Feinjustage der Proben-ROI und um die Probe relativ zur Drehachse auszurichten, befindet sich auf dem Drehtisch zusätzlich ein 6-Achsen-Hexapod aus Piezo-Stick-Slip-Aktoren. Alle Piezo-Aktoren sind mit optischen Encodern ausgerüstet, um ein exaktes Positionieren und Halten zu gewährleisten. Um die Positionierung zu unterstützen, wird die Probenposition mit einem optischen Mikroskop und einem telezentrischen Objektiv betrachtet. Typische Aufnahmeparameter für eine CT mit dieser Konfiguration sind 100 nm Voxelsampling bei einem Probenabstand von 0.5 mm zur Quelle (entsprechend 200 μ m horizontales Sichtfeld), 1 W Targetleistung und 5 s (Probenabhängig zwischen 3 – 10 s) Belichtungszeit für eine Projektion, resultierend in einer gesamten Messzeit von etwa 5 h (3 – 12 h).

5.2 Validierung der Auflösung

Die intuitivste Methode die optische Leistung in einem bildgebenden System zu bewerten ist die Betrachtung eines Testobjektes. Ein regelmäßiges alternierendes Muster ist dabei schwieriger abzubilden als freistehende Strukturen (z. B. Lochblenden). Die Bewertung der Auflösung ist daher fairer. Ein Siemensstern mit den sich nach innen verjüngenden streng periodischen Strukturen erlaubt das direkte Ablesen der erreichbaren Auflösung durch die bekannte nach innen abnehmende Ortsfrequenz.

Die Abb. 5.3 zeigt die Durchstrahlung einer Siemensstern-Teststruktur (AppliedNT) mit einem Sampling von 50 nm pro Pixel. Der Siemensstern ist ein Absorptionsobjekt bestehend aus 436 nm Gold auf einer 1 μm dicken SiN-Membran. Die Absorption ist für das Röntgenspektrum mit hohen Energien relativ schwach (Anhang A2), speziell im Bereich zwischen 10 keV – 20 keV beträgt sie etwa 10 %. Die aus dem Bild ablesbare maximale Auflösung beträgt etwa 120 nm (Objektgröße), entsprechend einer Bildfrequenz knapp über 4000 Linienpaaren pro mm (lp/mm). Diese hervorragende Auflösung wird von Laborgeräten nur bei niedrigeren Photonenenergien wie mit Vollfeldmikroskopen (35- 50 nm Siemensstern bei 2 - 10 keV)^{27,28} oder dem XRM (35 nm bei 5 - max. 30 keV, Peak bei 8.4 keV)¹⁵ übertroffen, die damit andere Probensysteme favorisieren.

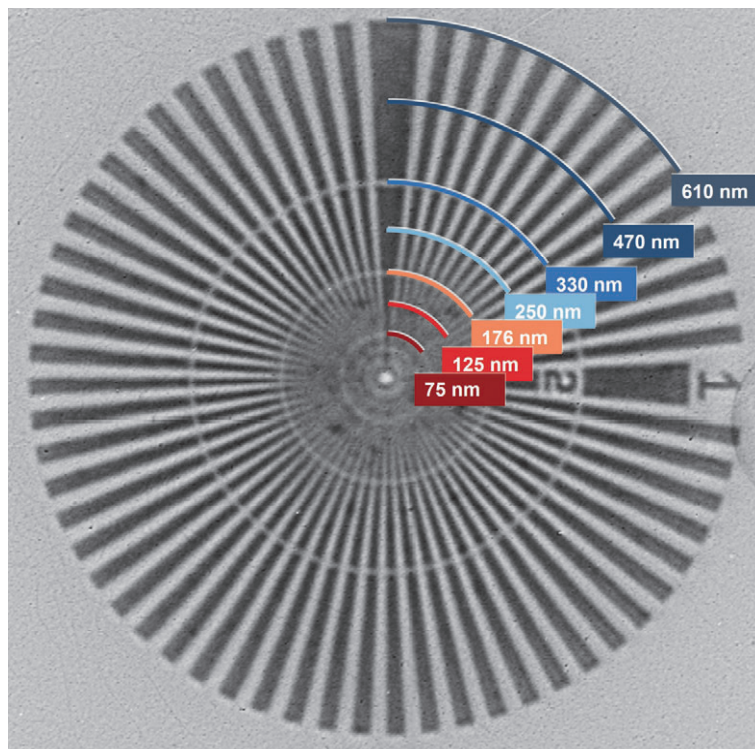


Abb. 5.3 Die Abbildung eines Siemensstern Auflösungsstest bestehend aus 436 nm Gold in 50 nm Sampling zeigt die erreichbare Auflösung des Systems in einfacher Projektion.

Eine Schwierigkeit, die 2D-Auflösung zu bestimmen und damit ein System zu beschreiben, das daraus 3D-Datensätze generiert, besteht in der Konservierung der optischen Leistung. Unvermeidbare Ungenauigkeiten in den mechanischen

Komponenten (speziell Drehachse) und der Umgang damit in der nachfolgenden Rekonstruktion beeinflussen als ein Beispiel erheblich die erreichbare Auflösung in späterer horizontaler Betrachtung der Messung. Als Bewertungsmaßstab in nahezu allen Bereichen der 3D-Bildgebung hat sich in den letzten Jahren die Berechnung der Fourier-Shell-Correlation (FSC) etabliert.¹⁵⁰ Hierzu wird der Datensatz in zwei äquivalente Hälften aufgeteilt, fouriertransformiert und die Datensätze dann abhängig vom Radius (entsprechend der Bildfrequenz) korreliert. Die Aufteilung der Daten soll dabei möglichst unvoreingenommen passieren, um künstlich herbeigeführte Korrelationen zu vermeiden. Üblicherweise werden bei einem CT-Datensatz die einzelnen Projektionen in zwei Gruppen separiert (oft gerade/ungerade, besser zufällig) und einzeln nach identischen Parametern rekonstruiert. Die FSC-Berechnung bewertet das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis (Signal Noise Ratio, SNR) abhängig von der jeweiligen Auflösung, da das Objekt in der Annahme in beiden Datensätzen identisch ist und sich nur das Rauschen unterscheidet. Niedrige Frequenzen erreichen demnach meistens eine hohe Korrelation und diese nimmt entsprechend der MTF zu höheren Frequenzen ab. Die Abb. 5.4 zeigt die FSC-Kurven für die drei in Abschnitt 6 untersuchten Proben berechnet mit Image Science FSC¹⁵¹.

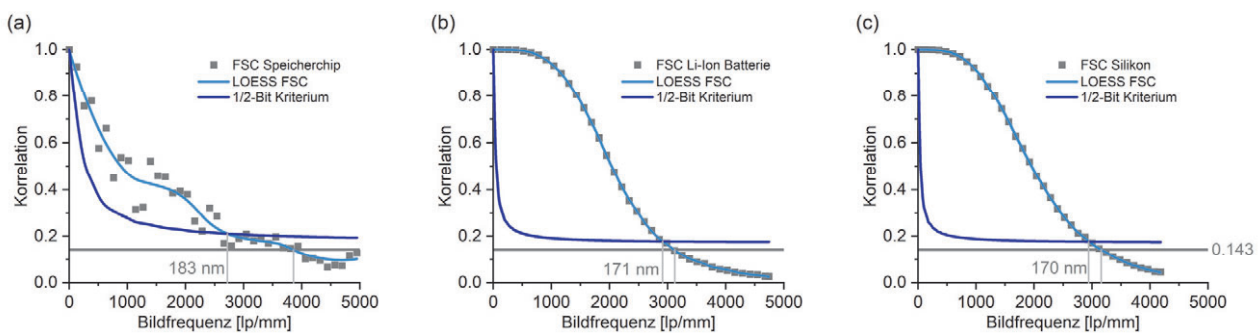


Abb. 5.4 FSC-Berechnungen zu drei verschiedenen in Abschnitt 6 gezeigten Proben bestätigen die Größenordnung der zuvor in 2D bestimmten Auflösung.

Die erreichte Auflösung ergibt sich in dieser Auswertung durch den Schnittpunkt der FSC-Kurve bei Unterschreiten eines definierten Kriteriums zum Signalerhalt. Diese Schwellwerte und Kriterien sind Gegenstand intensiver Diskussionen, da sie erheblich die Auswertung beeinflussen und leicht zur Überschätzung der Auflösung führen können.^{150,152} In verschiedenen Disziplinen haben sich unterschiedliche Maße etabliert, was dringend bei der Vergleichbarkeit beachtet werden muss. Am weitesten Verbreitung findet das aus der Röntgenkristallographie stammende „0.143“-Kriterium für einen konstanten Schwellwert,¹⁵³ dem jedoch unterstellt wird auf statistischen Fehleinschätzungen zu beruhen¹⁵⁰. Van Heel empfiehlt ein ebenfalls weit verbreitetes „ $\frac{1}{2}$ -Bit“-Kriterium, das spezifisch auf die Aufnahmesituation eingeht und den Wert definiert, ab dem die korrelierten Datensätze zu einem halben Bit an Information beitragen. In obigen Graphen sind beide Grenzwerte eingezeichnet. Die Auflösung in den Datensätzen nach dem $\frac{1}{2}$ -Bit-Kriterium ergibt sich für die drei exemplarischen Proben zwischen 170 – 183 nm und damit von der Größenordnung in guter Übereinstimmung mit der zuvor bestimmten 2D-Auflösung. Das System kann die optische Leistung also auch im 3D-Fall bewahren. Zum Vergleich: Die reale erreichte FSC-Auflösung von

Vollfeldmikroskopen bei 5.4 keV (ZEISS Ultra 810) liegt im Bereich von 80 – 130 nm (Anhang A3). Diese ist damit nur wenig höher als die Auflösung der ntCT und dafür mit erheblichen Einschränkungen bei der Probenauswahl und Geometrie durch die niedrige Energie verbunden.

Beim Vergleich mit FSC-Kurven aus verschiedenen Quellen ist zu beachten, dass im Handling der Daten alles vermieden werden muss, was künstlich die Korrelation zwischen den Datensätzen beeinflusst (z. B. Rausch- oder Schärfefilter). Die FSC-Kurven sollten daher jeweils kritisch hinterfragt werden. Ein weiteres Problem sind beispielsweise Inhomogenitäten in einzelnen Detektorpixeln, welche in den Datensätzen scharfe Kreisringe erzeugen. Diese würden zu einer künstlichen hohen Korrelation bei hohen Frequenzen führen und müssen zuvor korrigiert werden. Weiterhin muss die betrachtete Probe über ausreichend Frequenzen mit einem möglichst gleichmäßig verteilten Spektrum verfügen.

Um die Auflösung mit einer dritten Methode zu verifizieren, soll der Umstand genutzt werden, dass die in Abschnitt 6 untersuchte Halbleiterprobe aus kleinen (bis 100 nm), scharf abgegrenzten und (angenommen) periodischen Strukturen besteht. An verschiedenen Positionen im Schnittbild aus dem rekonstruierten 3D-Datensatz der Probe kann der relative Kontrast zu verschiedenen Bildfrequenzen ausgewertet werden (Abb. 5.5). Zur Referenz ist die aus der Fouriertransformation der zuvor simulierten PSF (Abb. 3.20) berechneten MTF für eine Elektronenstrahlbreite von 300 nm sowie eine aus dem gemessenen Kontrastverlauf im Siemensstern bestimmten MTF^{154} mit eingezeichnet. Der gemessene Kontrast zeigt eine gute Übereinstimmung mit beiden MTF Kurven, tendenziell eher zur höheren MTF aus dem Siemensstern. Dies bestätigt nicht nur erneut die hohe Abbildungsleistung des Gesamtsystems, es deutet auch darauf hin, dass der reale Elektronenstrahl in der Röntgenquelle sogar etwas schmaler verteilt ist als der aus den Spezifikationen angenommene 300 nm FWHM Gauß-Fall.

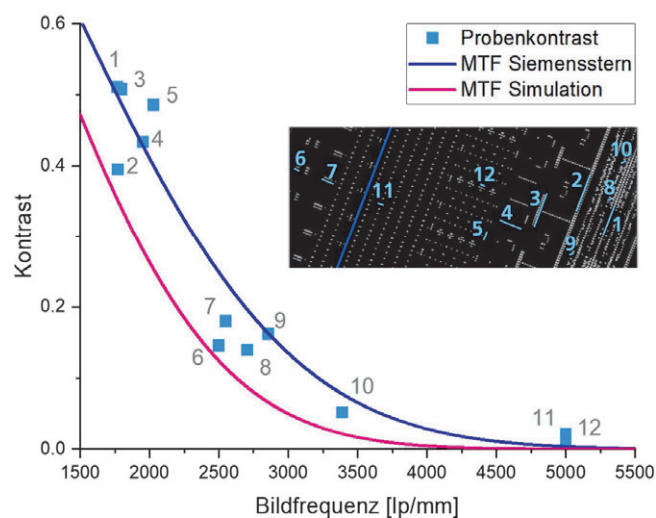


Abb. 5.5 Graphisch ausgewerteter Kontrast an verschiedenen Strukturen in der Halbleiterprobe aus Abschnitt 6 verglichen mit der MTF aus dem Siemensstern sowie aus der Simulation.

5.3 Weitere Charakterisierung

5.3.1 Detektorbild

Die Abb. 5.6 zeigt das rohe Detektorbild bei Bestrahlung (Hellfeld) zentral in 420 mm Abstand zum Austrittsfenster mit einer Belichtungszeit von 6 s bei 1 W Quellleistung. Im Mittel zählt der Detektor in dieser Konfiguration etwa 1400 Photonen pro Pixel und Sekunde. Zur Verdeutlichung ist der Kontrast in diesem Bild stark gespreizt und nicht äquivalent zum Grauwertbereich.

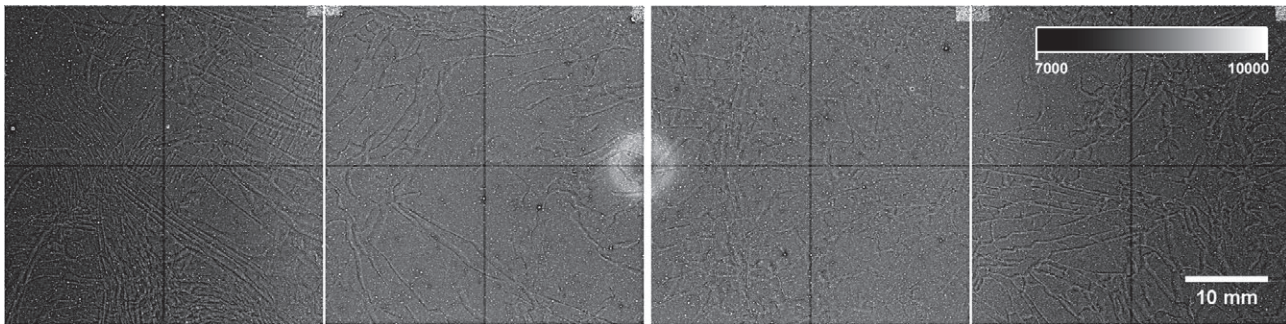


Abb. 5.6 Das stark gespreizte Hellfeld-Detektorbild bei Positionierung in 420 mm Abstand zentral vor dem Austrittsfenster der Röntgenquelle und 6 s Belichtungszeit zeigt die Charakteristik von Quellabstrahlung und Detektorsensitivität.

Die Detektoroberfläche ist aus vier quadratischen Kacheln zu je 38 mm Kantenlänge aus einkristallinen Cadmiumtellurid (CdTe) zusammengesetzt. Größere monokristalline Kacheln sind schwieriger in der Herstellung. Zwischen den Kacheln ergeben sich tote vertikale Bereiche (weiße Linien). Für jedes Detektorfeld ist die dahinterliegende Ausleseelektronik ebenfalls aus vier einzelnen Kacheln zusammengesetzt, das je umlaufend einen 1 Pixel breiten unsensitiven Rand umfasst (dunkles Kreuz), welcher intern interpoliert wird, indem je das Signal des benachbarten Pixels aufgeteilt wird.

Eine Auffälligkeit ist die netzartige Struktur mit helleren und dunkleren Linien, die den Anschein zweier zueinander verschobener Bilder erwecken. Diese sind typisch für das verwendete Detektormaterial. Die Strukturen werden durch Linienfehler im Einkristall verursacht. Zum Teil reichert sich an den Versetzungsstellen auch noch Tellur an. Diese Gitterbaufehler bewirken eine Inhomogenität in der Ladungsträgerbeweglichkeit im Kristall mit einer Reichweite über mehrere Mikrometer, entgegengesetzt auf den zwei Seiten der Versetzungswand. Dies wirkt sich direkt auf die Sensitivität des Detektors in diesem Bereich aus.^{155,156} Weiterhin zeigen sich willkürlich verteilt dunkle Flecken auf dem Detektor. Diese werden durch punktförmige, meist lokal angehäuften Tellureinschlüsse mit wenigen μm Größe verursacht, welche ebenfalls die Ladungsträgerbeweglichkeit in einem weiteren Radius beeinflussen.¹⁵⁵ Insgesamt lassen sich die meisten dieser Inhomogenitäten in der Sensitivität durch eine Hellfeld-Aufnahme korrigieren. Daneben gibt es noch einzelne dunkle, helle oder abwechselnd blinkende Pixel, welche auf eine defekte Ausleseelektronik dieser Bildpunkte zurückzuführen sind.

Eine weitere offensichtliche Auffälligkeit am Detektorbild ist der nicht gleichmäßige oder zumindest gleichmäßig zum Rand hin abfallende (durch quadratischen Intensitätsabfall) mittlere Grauwertverlauf. Die Intensität ist überlagert mit einer etwa 100 mm breiten Scheibe annähernd homogener Intensität, sowie zusätzlich einem ringförmigen Bereich mit 7 mm Durchmesser in der Mitte. Die Existenz von Sekundärstrahlung in Röntgenquellen ist nicht ungewöhnlich.¹⁵⁷ Die exakte Form ist jedoch von der individuellen Konfiguration abhängig. Bei klassischen Mikrofokus-Röntgenquellen basiert die Sekundärstrahlung häufig auf vom Target zurückgestreuten Elektronen.¹⁵⁷ In der hier betrachteten Targetgeometrie trägt die Rückstreuung, nach den Beobachtungen im vorausgegangenen Kapitel, nur einen untergeordneten Anteil bei.

Für übliche kleine Proben mit niedriger Absorption hat die Sekundärstrahlung nur wenig Einfluss auf die Analyse, da sie durch einen abweichenden Ursprung überwiegend seitlich an der Probe vorbei strahlt, wie die Versuche mit Lochblenden an der Probenposition in Abb. 5.7 zeigen. Die Sekundärstrahlung wirkt sich hier nur als lokales Offset in der Photonenzahl aus und kann entsprechend korrigiert werden. Der Versuch mit der 1 mm Lochblende in 1.5 mm Abstand zur Quelle zeigt auch, wie hoch der Anteil an Strahlung ist, der weit außerhalb der Probenposition transmittiert wird, da die Lochblende das Sichtfeld nicht einschränkt. Ein aus Standard-Röntgenquellen bekannter Kollimator am Austrittsfenster könnte mechanisch einfach Abhilfe schaffen, kollidiert jedoch mit der Bestrebung zur hohen Auflösung die Probe möglichst nah an das Austrittsfenster zu platzieren.

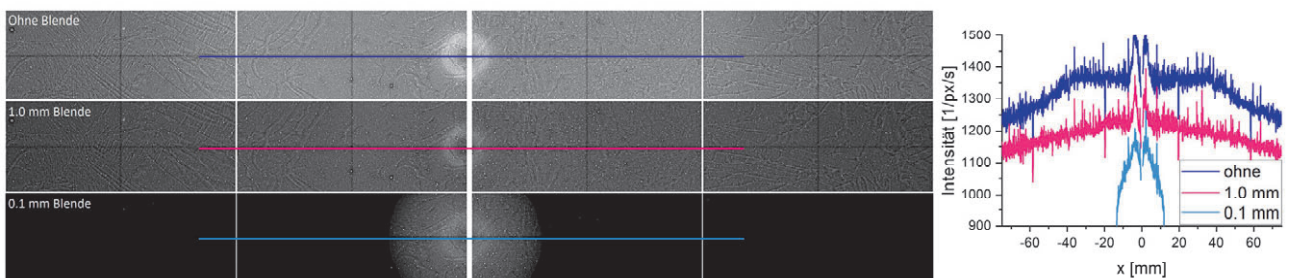


Abb. 5.7 Der Einfluss von Lochblenden an der Probenposition (1.5 mm vor der Quelle) zeigt den abweichenden Ursprung der Sekundärstrahlung, da diese zu großen Teilen außerhalb der Probenposition vorbeistrahlt.

Aus der Blendenvariation zeigt sich, dass der äußere Teil der Sekundärstrahlung bei kleinem Elektronenfokus und 1 W Leistung etwa 250 Photonen/Pixel/s zur Detektorzählung beiträgt. Selbst in den Randbereichen sind es noch etwa 100 Photonen/Pixel/s. Der innere Ring trägt etwa 150 Photonen/Pixel/s bei.

Der ungünstigste Fall, in dem die Sekundärquelle die Aufnahmen erheblich beeinflusst, besteht in der Untersuchung einer vergleichsweise großen Probe mit einem hohen Anteil stark absorbierender Bestandteile. Exemplarisch für einen solchen „Worst-Case“-Fall ist in Abb. 5.8 die Untersuchung eines 3D-gedruckten dichten Bauteils aus Edelstahl mit einem Durchmesser von etwa 1 mm gezeigt, weit größer als die übliche Nano-CT Probe und daher auch nahezu komplett absorbierend. Die Sekundärstrahlung führt in der Rekonstruktion dieser Probe zu starken niederfrequenten Ringartefakten. Da auch die Sekundärstrahlung die Probe

durchleuchtet und dabei geschwächt wird kann sie in diesem Fall nicht einfach als Offset abgezogen werden. Mit einer nachträglichen Ringfilterung¹⁵⁸, welche grundsätzlich im Post-Processing von CT Datensätzen üblich ist, lässt sich dieses Problem jedoch bereits erheblich reduzieren.

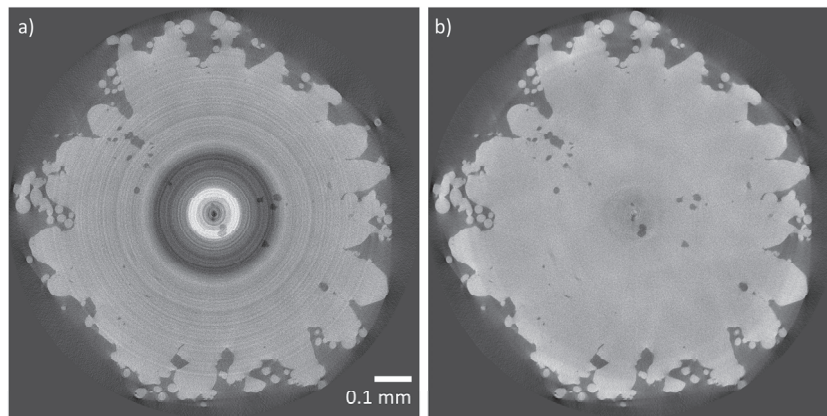


Abb. 5.8 Horizontales Schnittbild durch eine gemessene Probe in einer unüblichen und ungünstigen Konfiguration (viel hochabsorbierendes Material) zeigt deutlich die Bildartefakte durch den Einfluss der Sekundärquelle (a), und das Ergebnis nach erfolgter Korrektur in b). Zu beachten ist, dass diese Probe aufgrund der für das Messsystem unüblichen Eigenschaften (zu groß für vollständig Dichtes und stark absorbierendes Material) noch weitere und hier unkorrigierte Bildartefakte aufweist.

5.3.2 Sekundärquelle und Spektrum

Ein erweitertes Verständnis zu Eigenschaften und Ursprung der Sekundärstrahlung soll zum einen die verbesserte Kompensation im Post-Processing der Messdaten ermöglichen und die Grundlage bilden, durch konstruktive Maßnahmen die Entstehung der Sekundärstrahlung in zukünftigen Revisionen zu reduzieren. Wie zuvor erwähnt, emittiert die Kathode bei kleinem Fokus etwa 90 W Elektronenstrahlleistung, von der etwa 1 W insgesamt nur das Target erreicht. Die erhebliche Differenz wird unweigerlich nicht nur im Strahlengang als Wärme deponiert, sondern erzeugt beim Auftreffen in allen insbesondere metallischen Komponenten auch Röntgenstrahlung. Von dieser dringt nach der gezeigten Beobachtung ein Teil durch das Target nach außen.

Zur weiteren Charakterisierung zeigt die Abb. 5.9 das mit einem Spektrometer (AMPTTEK/AMETEK X123, Si-Diode) aufgenommene Röntgenspektrum im Bereich zwischen 5 – 13 keV im Vergleich mit dem simulierten Spektrum. Die Skalierung der Spektren zueinander in der Intensität ist willkürlich gewählt. Aufgrund der dünnen Siliziumschicht als Sensormaterial ist das verwendete Spektrometer nicht dafür geeignet das vollständige Emissionsspektrum der Quelle zu erfassen (max. 25 keV).

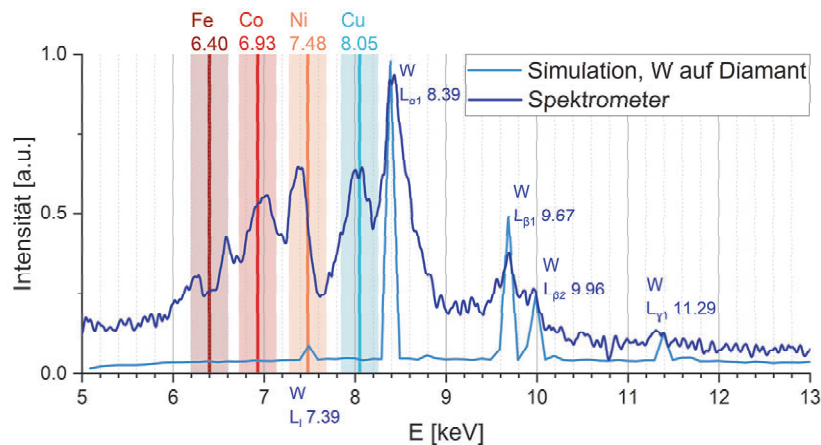


Abb. 5.9 Das gemessene Intensitätsspektrum zeigt im Bereich der charakteristischen Linien die Photonemission zusätzlicher Materialien.

Neben der erwarteten Wolframemission zeigt das aufgenommene Spektrum weitere Peaks, die zu den üblichen Konstruktionsmetallen Eisen, Kobalt, Nickel und Kupfer passen. Die charakteristischen Linien dieser Metalle sind im Graphen als breitere Bereiche mit eingezeichnet, da die Energieauflösung des Spektrometers mit etwa 250 eV^{66} niedriger ist als das genutzte Sampling. Die gefundenen Linien von Eisen, Kobalt und Nickel als typische Legierungsbestandteile deuten auf die Erzeugung von Sekundärstrahlung in einem Edelstahlbauteil hin. Zusätzlich scheint Sekundärstrahlung in einem Kupferbauteil emittiert zu werden.

Durch den Einsatz des verfahrenbaren Detektors ist es möglich, den Strahlengang und die Ausbreitung der überlagerten Sekundärstrahlung visuell darzustellen. Die Abb. 5.10 zeigt in b) den horizontalen Schnitt durch eine Reihe von Detektorbildern, die schrittweise im Abstand zwischen 170 mm bis 560 mm von der Quelle entfernt aufgenommen wurden. Die Bilder wurden um den quadratischen Intensitätsabfall durch die Abstandsveränderung korrigiert. Durch die Extrapolation der fächerartigen Strahlausbreitung zu ihrem Ursprung lässt sich zurückschließen, dass beide Anteile der Sekundärstrahlung ihren Fokus etwa $19 \pm 3 \text{ mm}$ hinter dem eigentlichen Target besitzen. Aus der Zusammenfassung der vorausgegangenen Charakterisierungen der Sekundärquelle lässt sich der in Abb. 5.10 gezeigte vermutete Ursprung konstruieren.

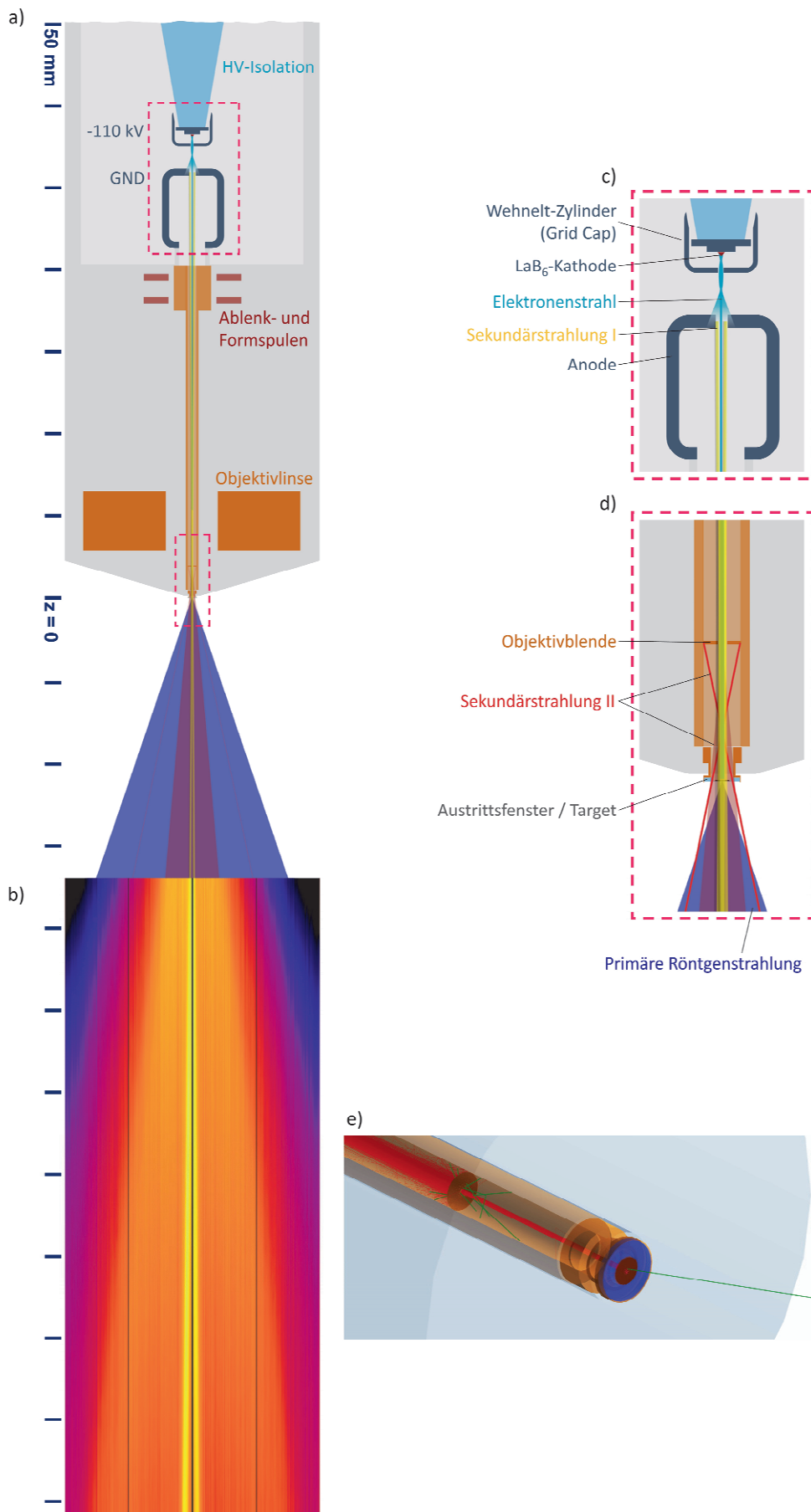


Abb. 5.10 (links) Schematik des inneren Aufbaus der NanoTube Röntgenquelle (a) und dem vermuteten Ursprung der Sekundärstrahlung basierend auf der Extrapolation der in b) gezeigten Strahlausbreitung und dem aufgenommenen Spektrum. Die zweite Sekundärquelle im vergrößerten Ausschnitt d) ist einmal durch die maximale Ausdehnung (rote Linien) als auch durch den Ausbreitungskegel aus der Mitte dargestellt. e) Photonenerzeugung (grün) in der vorderen Sekundärquelle als 3D-Ansicht aus der Partikelsimulation.

Ohne die Kenntnis über die exakte innere Konstruktion des Quellaufbaus lässt sich gemeinsam mit den aus Wartung und Betrieb bekannten Komponenten die innere Schematik rekonstruieren. Das kupfergefasste Transmissionstarget sitzt am Ende einer etwa 20 cm langen Kupferröhre, in welcher der Elektronenstrahl durch die umliegenden Magnetlinsen geformt wird. In dieser Vakuurröhre sitzt einige Millimeter hinter dem Target (entsprechend der Extrapolation 19 mm) eine Objektivblende (dem Anschein nach vermutlich aus Kupfer), um defokussierte Anteile des Elektronenstrahls zu blocken. Diese geblockten Elektronen erzeugen dort einen ringförmigen Röntgenbrennfleck mit einem Kupferspektrum, der zum Teil das Target durchstrahlt und den großen kreisförmigen Bereich beleuchtet. Die äußere Abgrenzung der Kreisfläche ergibt sich durch die Begrenzung des Abstrahlwinkels an der Einfassung des Targets. Zur Visualisierung wurde diese Geometrie in der Partikelsimulation in Abb. 5.10 e) nachgebildet.

Der zweite Anteil der Sekundärstrahlung entsteht bereits weiter vorne in der Röntgenquelle. Der durch den Wehnelt-Zylinder weit konisch aufgeweitete Elektronenstrahl trifft auf die Seitenflächen des Anodendurchgangs. Die käfigförmige Anode selbst besteht dem Erscheinen nach aus Edelstahl und folgt nach nur wenigen Zentimetern auf die Kathode. Die Anode leuchtet daher selbst als ringförmige Röntgenquelle. Im Gegensatz zur Kupferblende bestrahlt diese den Detektor aber nicht direkt, sondern wird durch die Objektivblende des Elektronenstrahls als optische Lochblende auf den Detektor abgebildet. Daher erscheinen beide Sekundärquellen mit einem gemeinsamen Fokus. Daneben ist nicht unwahrscheinlich, dass auch Elektronenstrahlanteile, die in den Wänden der Kupferröhre deponiert werden, zu einer diffusen Sekundärstrahlung beitragen.

5.3.3 Dosis und Abschirmung

Eine im Laborumfeld einfach zu bewerkstellende Messung der Strahlungsintensität ist die Umgebungsäquivalentdosis $H^*(10)$. Sie ist mit einfachen Dosimetern zu messen und gibt eine Abschätzung über die lokale Strahlenbelastung in exponiertem Gewebe ab.¹⁵⁹ Sie ist definiert als die Strahlung, welche in einem Phantom aus körperähnlichen Gewebe (76.2 m% Sauerstoff, 11.1 m% Kohlenstoff, 10.1 m% Wasserstoff und 2.6 m% Stickstoff) in 10 mm Tiefe deponiert wird.¹⁶⁰ Dies entspricht der Tiefe, in welcher üblicherweise die höchste Strahlenbelastung erwartet wird. Gängige Dosimeter sind entsprechend aufgebaut, die Messwerte dieses Phantoms durch konstruktive Methoden oder integrierte Umrechnungen aus einer gemessenen Ionisation nachzubilden. Daher sind dosimetrische Messungen immer nur als eine Näherung an die entsprechende Dosis zu verstehen. Die Maßeinheit der Dosis ist Sievert.

$$1 \text{ Sv} = 1 \frac{\text{J}}{\text{kg}} \quad 5.1$$

Folgend ist die zeitabhängigen Dosisleistung Sv/h .

Die Umgebungsäquivalentdosis ist nicht nur geeignet die Stärke der Strahlenbelastung durch die Röntgenquelle zu beschreiben, sondern ebenfalls um die Güte des umgebenden Strahlenschutzes zu bewerten. Nach Definition der Strahlenschutzverordnung dürfen bauartzugelassene Vollschutzgeräte (was für die meisten Laborgeräte im nicht medizinischen Bereich üblicherweise angestrebt wird) 10 cm außerhalb der berührbaren Oberfläche nur noch eine Umgebungsäquivalentdosisleistung von maximal $3 \mu\text{Sv/h}$ bei maximalen Betriebsparametern des Geräts aufweisen. Deutlich strenger ausgelegt ist idealerweise im Betrieb keine Dosis oberhalb der natürlichen Umgebungsstrahlung messbar. Zur Einordnung: Die im hiesigen Labor gemessene Ortsdosisleistung der Umgebungsstrahlung beträgt $0.05 - 0.35 \mu\text{Sv/h}$.

Abhängig von der Strahlungsenergie deponiert eine Photonenstrahlensexposition unterschiedlich viel Energie in Körpergewebe. Während niederenergetische Strahlung unter 10 keV die messtechnisch relevante Tiefe von 10 mm kaum erreicht und im äußeren Gewebe absorbiert wird, durchstrahlt ein großer Anteil von hochenergetischer Strahlung den Körper oder das Phantom komplett ohne Wechselwirkung. Zur Gewichtung zwischen Energiespektrum und wirksamer Dosis existieren entsprechende empfohlene Umrechnungskoeffizienten.¹⁶¹ Damit ist es möglich, bei Kenntnis des Spektrums die Dosis energieabhängig zu betrachten. Die Abb. 5.11 zeigt die aus dem in Abb. 3.17 simulierte Spektrum der NanoTube die Energie und targetleistungsabhängige Umgebungsäquivalentdosisleistung im Primärstrahl, geschwächt durch Luftabsorption sowie nach dem Durchgang von üblichen Konstruktionsmaterialien.

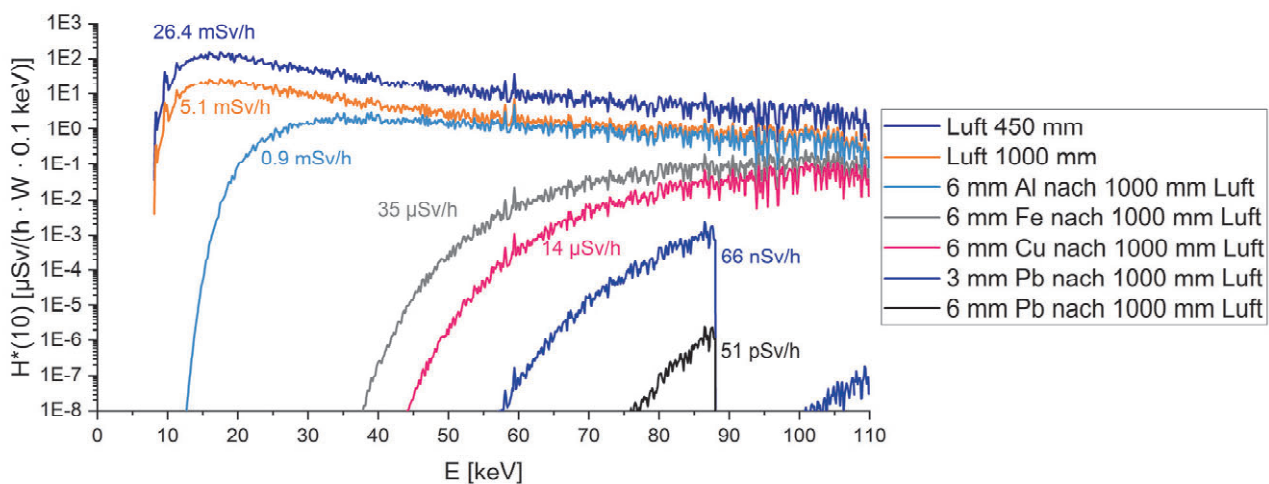


Abb. 5.11 Energieabhängiges Spektrum der Umgebungsäquivalentdosis $H^*(10)$ berechnet aus dem zuvor simulierten Spektrum in Abb. 3.17. Die korrespondierenden Zahlen geben die aufsummierte Dosisleistung entsprechend einer Dosimetermessung an. Materialschwächung aus XOP 2.4³³.

Diese Berechnung zeigt auch eine Möglichkeit zur nötigen Abschätzung der Dosis bei der Auslegung von Strahlenschutzgehäusen. Speziell zum anfangs erwähnten Upgrade der Röntgenquelle zu höherer Leistung war es immer auch erforderlich im gleichen Arbeitsschritt den umgebenden Strahlenschutz des Gehäuses konstruktiv mit anzupassen. Die dargestellten Distanzen entsprechen zum einen einer üblichen Detektorposition vor der Quelle (450 mm), zum anderen

exemplarisch der Gehäusewand in Primärstrahlrichtung (1000 mm, entspricht nicht der Position maximaler Strahlenexposition). Zur Referenz wurde das entsprechende $H^*(10)$ mit einem STEP OD02 Ortsdosimeter 450 mm vor dem Austrittsfenster gemessen. Das aufsummierte simulierte Spektrum ergibt an dieser Position eine Dosis von 26 mSv/h/W, die Messung 45 mSv/h/W. Die Werte zeigen somit eine gute Näherung, insbesondere da in der Simulation die Wirkung der zuvor besprochenen Sekundärstrahlung nicht enthalten ist. In der Betrachtung des Graphen zeigt sich das bereits 3 mm Blei als Abschirmung an der entsprechenden Strahlposition die Dosisleistung auf ein ausreichend niedriges Niveau schwächen. Nach 6 mm sollte mit üblichen Dosimetern keine Strahlung mehr messbar sein. Das Spektrum zeigt jedoch, auch wenn keine Strahlung mehr messbar ist und das Gehäuse üblichen Regularien entspricht, existiert in der Umgebung eine künstliche Strahlenexposition auf den Benutzer. Speziell bei dem üblicherweise zur Abschirmung eingesetzten Blei betrifft dies Strahlung unterhalb der Absorptionskante von 88 keV³³.

Der Strahlenschutz für das hier betrachtete ntCT-Gerät bei 110 kV wurde in Strahlrichtung überwiegend mit einem Verbundwerkstoff aus edelstahlgefasstem Blei gefertigt; in Strahlrichtung mit 6 mm, hinter der Röntgenquelle mit 3 mm Bleidicke. Öffnungen, Türen und Kabelschächte wurden entsprechend mit Schikanen und Visieren versehen, um eine Abnahme nach dem Standard als Vollschutzgerät zu ermöglichen. Im hochauflösenden Betrieb mit 1 W Leistung ist außerhalb des Gehäuses mit Ortsdosimetern keine Exposition abseits der Umgebungsstrahlung messbar.

5.4 Probenvorbereitung

Als kurzer Exkurs soll an dieser Stelle noch die für eine hochauflösende Messung benötigte Probenvorbereitung besprochen werden. Da die Probe bei diesem Gerät nicht in Vakuum steht (vermeidet Probleme durch Ausgasungen und Lufteinschlüsse), nicht von Elektronen getroffen wird (erfordert keine elektrische Leitfähigkeit) und sich in einer sonst den üblichen raumklimatischen Bedingungen entsprechenden Umgebung befindet (erfordert keine besondere Beständigkeit gegen Temperatur- und Luftfeuchtigkeitsschwankungen z.B: bei organischen Proben), vereinfachen sich die Anforderungen an die Probenbeschaffenheit erheblich. Im Prinzip muss die Probe nur über die Messzeit stabil sein. Sie sollte im Durchmesser nicht weit über das angestrebte Sichtfeld hinausragen (bei höchster Auflösung etwa 200 μm) und möglichst freistehend ohne übermäßige Ausläufer sein, die das Sichtfeld stören oder einen kurzen Abstand zur Röntgenquelle behindern würden. Für „weiche“ Proben, wie aus Polymeren, genügt es üblicherweise diese mit einem Skalpell zuzuschneiden und mit einem stabilen Adhäsiv, wie einem Epoxidharz, auf den nadelförmigen Probenhalter aufzubringen. Für feste Proben und insbesondere wenn die Messung in einer vorher exakt festgelegten Region erfolgen soll, hat sich die Extraktion mit Hilfe eines kurzzeitgepulsten Lasers bewährt, wie in Abb. 5.12 schematisch dargestellt.

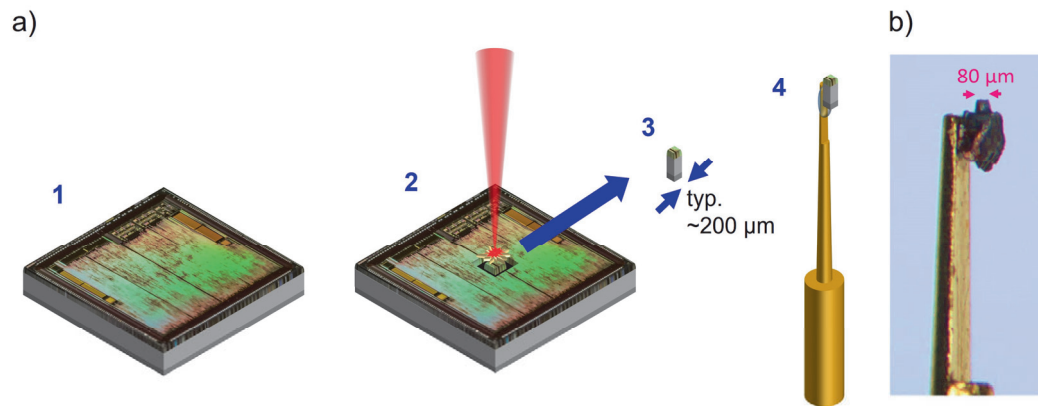


Abb. 5.12 Exemplarische Vorgehensweise zur lasergestützten Präparation einer Nano-CT Probe aus einem flächigen Mikrochip. Schematisches Vorgehen in a) und auf diese Weise real präparierte Probe in b). 1 Mikrochip aus dem die Probe extrahiert werden soll. 2 Ein ultra-kurz gepulster Laser (z. B. MicroPREP) stellt die ROI frei, schneidet dabei jedoch nicht vollständig durch das darunterliegende Substrat. 3 Die Probe kann dann aus dem Chip herausgehoben werden. 4 Abschließend wird der Fuß der Probe mit Epoxidharz seitlich am Probenhalter fixiert, so dass die freigestellte ROI darüber hinausragt.

Nach der konstruktiven Beschreibung und der Charakterisierung der ntCT als neues Laborgerät zur Materialcharakterisierung soll in den folgenden beiden Abschnitten die praktische Eignung des Gerätes anhand exemplarischer Anwendungsfälle dargestellt werden.

6 Praktische Anwendung I: Materialcharakterisierung

Zur Validierung der praktischen Einsatzfähigkeit der ntCT wurden drei hypothetische Fragestellungen zu verschiedene Probensysteme aus dem Bereich der Materialcharakterisierung als Beispiele aktueller Forschungsansätze gewählt, um zu untersuchen, ob die hier vorgestellte Nano-CT Methode mit höherer Energie diese im Labor adressieren kann. Diese drei Proben sind mit der NanoTube N1 oder N2 bei je 60 kV Beschleunigungsspannung untersucht worden, resultierend in abweichenden Belichtungszeiten. Die Tab. 6.1 fasst die Aufnahmeparameter für die im Folgenden untersuchten Proben zusammen.

Tab. 6.1 Überblick über die Aufnahmeparameter für die Computertomographie der drei untersuchten Proben mit Probenabstand (Source-Object-Distance, SOD), Detektorabstand (Source-Detector-Distance, SDD), Anzahl der Belichtungen für eine CT, Pixelgröße (Sampling), der gewählten Belichtungszeit, den eingestellten Detektor-Schwellwerten, der Beschleunigungsspannung sowie der zum Aufnahmezeitpunkt eingesetzten Version der Röntgenquelle.

Probe	Aufnahmeparameter				Detektor			Röntgenquelle	
	SOD	SDD	Aufnahmen	Sampling	Belichtungszeit	Schwellwert Grenzen	Targetleistung	Beschleunigungsspannung	Version
Mikrochip	0.80 mm	575 mm	2800	98 nm	15 s	5–60 keV	165 mW	60 kV	N2
Li-Batterie	0.63 mm	425 mm	3600	105 nm	30 s	5–60 keV	67 mW	60 kV	N1
Elastomer	0.46 mm	280 mm	2400	119 nm	10 s	8–60 keV	160 mW	60 kV	N2

6.1 Untersuchung eines Multilayer V-NAND Speichers

Das erste Beispiel ist aus dem Bereich der integrierten Schaltungen gewählt. Durch die fortschreitende Miniaturisierung und die steigende Komplexität der dreidimensionalen Strukturen ergeben sich kontinuierlich neue Herausforderungen für die benötigten Analysemethoden, um diese zu untersuchen.^{162,163} Zur Kapazitätserhöhung und der gleichzeitigen Reduktion der Bitkosten von Speicherstrukturen wurden beispielsweise komplexe Mehrschichtsysteme^{164,165} sowie dreidimensionale Strukturen^{166,167} etabliert. Um die verschiedenen Ebenen einer mehrlagigen Speicherstruktur in einem Mikrochip zu verbinden, werden sogenannte „Through-Silicon-Vias“ (TSV) verwendet. Oftmals werden diese auch vereinfacht nur als (Metall-) Kontakte bezeichnet. Hierbei werden unzählige Löcher mit hohen Aspektverhältnissen in den Wafer geätzt und anschließend mit gut leitenden Metallen wie Wolfram, Kupfer oder verwandten Legierungen metallisiert. Zur besseren Anbindung oftmals in dabei aufeinander aufbauenden zylindrischen Schichten. Mit zunehmender Anzahl der Speicherschichten steigt auch das erforderliche Aspektverhältnis der TSVs, deren Qualität konstant über den Wafer verteilt gewährleistet sein muss. Die offensichtlichsten kritischen Merkmale dieser Kontakte sind Größe, Tiefe und Form sowie eine unzureichende Metallisierung oder eingeschlossene Hohlräume.^{163,168} Es wurde bereits erfolgreich gezeigt, dass (Sub μ -) CT mit Auflösungen von bis zu 500 nm ein nützliches Werkzeug zur Charakterisierung von Kontakten mit einem Durchmesser von mehreren Mikrometern ist.^{168–170} Die Kontakte der aktuellen Generation sind jedoch wesentlich schmaler als die Auflösung dieser Geräte.^{163,171} Daher werden neue Nano-CT-Methoden benötigt, um die gestiegenen Anforderungen an ein laborbasiertes Analysewerkzeug zu erfüllen. Als ein exemplarisches Beispiel für einen aktuellen

3D-NAND wird im Folgenden der Speicherbereich eines Toshiba 256 Gb 48-Schicht BiCS FLASH¹⁷² aus einem SanDisk 32 GB micro SDHC UHS-I Speicher (Western Digital Ltd) untersucht.

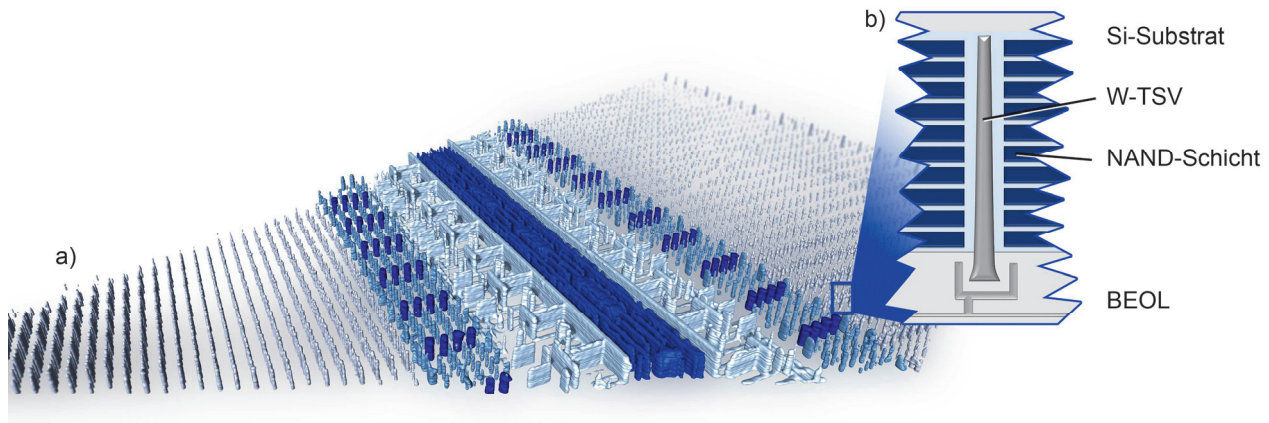


Abb. 6.1 Rekonstruierter Nano-CT-Scan eines Halbleiterspeicherchips aus einer handelsüblichen Mikro-SD-Karte (SanDisk 32 GB microSDHC UHS-I), gemessen mit einem Sampling von 98 nm. (a) 3D-Rendering (alle in dieser Studie gezeigten 3D-Visualisierungen wurden mit Avizo 9.0-Thermo Fisher Scientific durchgeführt) der internen metallisierten Strukturen, wobei die einzelnen Kontakte mit einer erwarteten Größe zwischen 100-200 nm deutlich zu erkennen sind. (b) Schematische Darstellung einer einzelnen Kontaktsäule, welche die einzelnen Speicherschichten verbindet.

Der rekonstruierte Scan des Halbleiterspeicherchips ist in Abb. 6.1 dargestellt. Im 3D-Rendering des Volumens sind insbesondere die turmartigen Kontakte aus Wolfram zu erkennen, welche die 48 Speicherschichten miteinander verbinden. b) zeigt eine schematische Vergrößerung eines einzelnen Kontakts aus dem SI-Substrat. Ein Querschnitt des Volumens und vergrößerte Ausschnitte davon sind in Abb. 6.2 zu sehen. Ohne konkrete konstruktive Details über den Halbleiter zu besitzen, lässt sich aus verschiedenen Quellen abschätzen, dass diese Strukturen zwischen 100-200 nm im Durchmesser aufweisen.^{164,165,171,173,174}

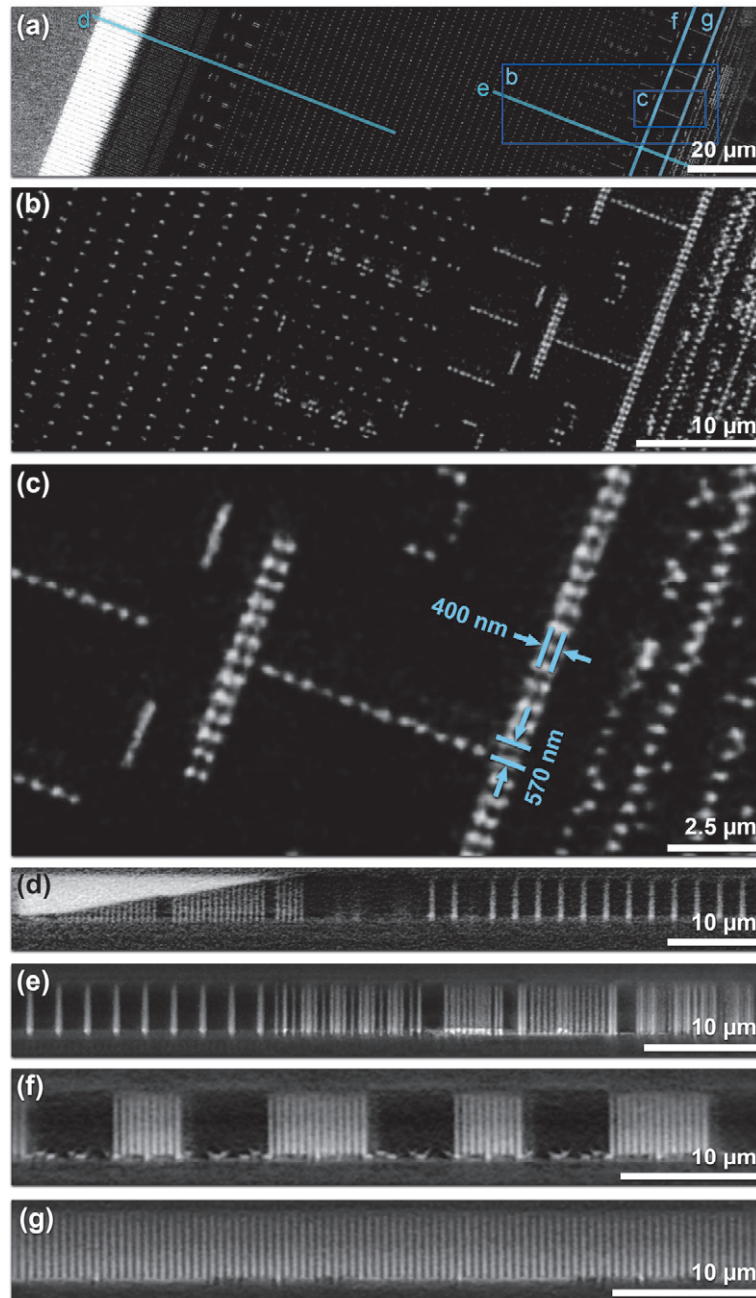


Abb. 6.2 Horizontales Schnittbild aus dem Speicherchip (a), sowie vergrößerte Ansichten (b, c) und vertikale Schnitte durch einzelne Leiterbahnen (d-g). Deutlich zu erkennen die Strukturen der Wolframmetallisierung.

In der vergrößerten Ansicht (c) wurden zwei weitere Strukturgrößen aus dem Bild vermessen. Diese feine, bahnförmige Struktur besteht aus zwei Reihen von parallelen Durchkontaktierungen und hat eine Periode von 568 nm in der Länge und 400 nm im seitlichen Abstand, was einer Frequenz von 2500 lp/mm entspricht. Die Bilder (d-g) zeigen verschiedene vertikale Schnitte durch das Volumen, wie in (a) dargestellt. Wie von einem kommerziellen Speicherchip zu erwarten, sind die erkennbaren Strukturen einheitlich, parallel zueinander und senkrecht zu den anderen Schichten. Es sind auch keine anderen offensichtlichen Defekte in der Metallisierung sichtbar. Von besonderem Interesse ist weiterhin die Erkennbarkeit der für V-Nand-Speicher typischen Treppenstruktur¹⁷³⁻¹⁷⁵ am äußeren Rand des

Chips, wie in (d) gezeigt. Mit steigender Lagenzahl nimmt die Komplexität dieses Treppenbereichs zu, der in einem aufwendigen mehrstufigen Ätzprozess erzeugt wird. Die genaue Positionierung der Stufen ist notwendig, um die Speicherzellen korrekt zu kontaktieren.¹⁷⁵ Die Darstellbarkeit dieser Stufen und allgemein der Kontakte in dieser Probe sind ein hervorragender Beweis für das hohe Auflösungsvermögen des ntCT Systems. Abschließend für diese Probe zeigt Abb. 6.3 ein über 40 Schnittbilder aus der Speicherschicht gemittelt Bild, um bei niedrigem Rauschen den rein konstruktiven Aufbau besser darstellen zu können.



Abb. 6.3 Das horizontales Schnittbild aus der Rekonstruktion der Halbleiterprobe gemittelt über 40 Schnittbilder aus der Speicherschicht zeigt eine detaillierte und rauscharme Darstellung der Metallkontakte.

6.2 Aktive Phase der Elektrode eines Lithium-Ionen Akkumulators

Ein weiteres aktuell stark gefragtes Anwendungsbeispiel¹⁷⁶ ist die Untersuchung der Mikrostruktur von lithiumbasierten Batterieelektroden. Diese bestehen in der Regel aus einem porösen granularen Aktivphasensystem, welches durch eine ebenso poröse leitfähige Matrix gebunden ist.¹⁷⁷ Ein wichtiger Aspekt der Batterieforschung ist die Identifizierung der Alterungsprozesse von Batteriepartikeln und -elektroden auf mehreren Längen- und Zeitskalen unter realen Betriebsbedingungen.¹⁷⁶ Die Redoxreaktionen beim elektrischen Laden und Entladen in Batterien verursachen häufig Phasenumwandlung, Gittervolumenänderung, Erzeugung von mechanischen Spannungen sowie eine Schwächung der Korngrenzen und können final zum Partikelbruch führen, was mit einer erheblichen Erhöhung des inneren elektrischen Widerstands der Elektrode verbunden ist.^{178,179} Die oftmals gewünschte Schnelladefähigkeit der Akkus beschleunigt die auftretenden Alterungsprozesse weiter.¹⁷⁸ Diese Prozesse greifen auf verschiedenen Längen- und Zeitskalen ineinander und werden als chemomechanische Wechselwirkung bezeichnet. Die Identifikation der Vorgänge bei der Umwandlung und Alterung von Batteriepartikeln und Partikelgruppen ist eine Voraussetzung, um die Zusammenhänge zwischen all diesen Prozessen zu ermitteln.¹⁷⁸ Da es sich um schleichende Prozesse handelt und diese nicht zeitgleich in der gesamten Elektrode auftreten, ist ein Überblick über den inneren Zustand einer Vielzahl von Partikeln ein guter Indikator zur Bewertung des Alterungszustands einer Batterie. Diese Informationen können dann auch als Ausgangspunkt für die Simulation von neuen Batterietypen dienen.¹⁷⁹ Nano-CT-Daten haben das Potenzial, die Lücke in der Analyse zwischen experimentell

ermittelten makroskopischen Eigenschaften (Widerstand, Spannung, Volumen, ...) und Simulationsergebnissen zu schließen.

Als repräsentatives Beispiel wird hier die Untersuchung der aktiven Phase aus der Elektrode einer kommerziellen KOKAM High-Energy 560 mA Pouch-Zelle¹⁸⁰ gezeigt. Diese besteht aus einem Komposit aus in sich granularen LiNiCoAlO_2 - (NCA) sowie homogenen LiCoO_2 -Partikeln (LCO) mit einer Matrix aus Graphit-Binder.¹⁷⁷ Die Abb. 6.4 zeigt die 3D-Rekonstruktion der aktiven Phase der Elektrode.

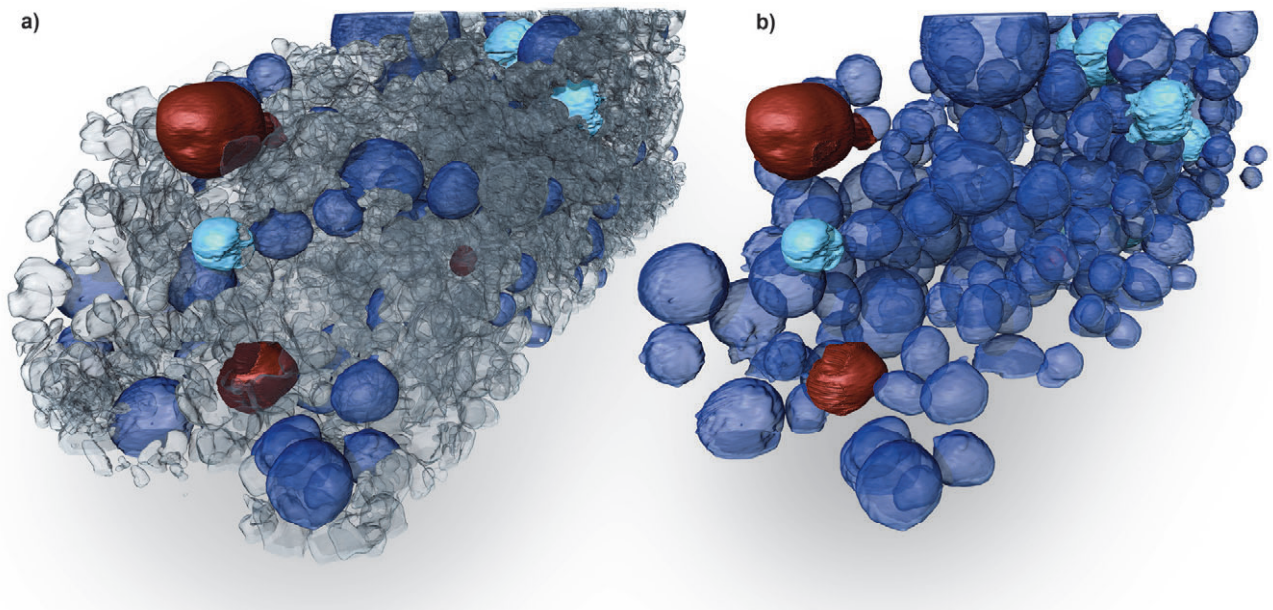


Abb. 6.4 3D-Rekonstruktion der Partikel in der Aktivphase der Elektrode in einem Lithium-Ionen-Akku mit 105 nm Sampling. In a) alle Partikel und in b) nur die NCA-Partikel sichtbar. Die Farben korrespondieren zu den LCO-Partikeln (grau), intakten NCA-Partikeln (dunkelblau) und stark fragmentierten bzw. gealterten NCA-Partikeln (türkis). Die Rot dargestellten Partikel weisen einen stark abweichenden Grauwert auf und besitzen damit vermutlich eine chemische Zusammensetzung welche zu keiner der beiden Phasen zugeordnet werden kann.

Die Darstellung erlaubt einen guten ersten Eindruck von Form und Zusammensetzung des Komposites. Neben den erwarteten NCA- und LCO-Partikeln finden sich in der Probe einige wenige Partikel mit abweichend niedrigeren Grauwert (rot dargestellt), demnach einer abweichenden Materialzusammensetzung. Diese scheinen als Nebenprodukt bei der Herstellung entstanden zu sein. Die innere Fragmentierung in den Partikeln ist insbesondere in den hervorgehobenen NCA-Partikeln zu sehen. Im horizontalen Schnittbild in Abb. 6.5 ist neben den Partikeln die Kohlenstoffphase zu erkennen, welche als Binder die Partikel zusammenhält und elektrisch kontaktiert.

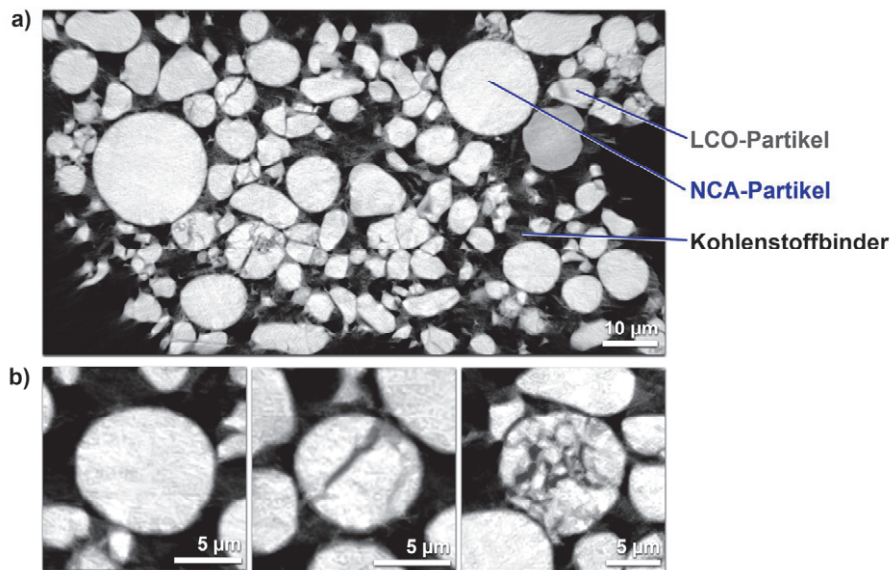


Abb. 6.5 Horizontales Schnittbild durch die Lithium-Elektrode. (a) Die beiden Partikelarten unterscheiden sich deutlich in ihrer Morphologie. Zwischen den Partikeln ist die Bindemittelmatrix aus Graphit zu erkennen. (b) 3 exemplarische NCA-Partikel zu verschiedenen Alterungszuständen. Von links nach rechts: Intakter Partikel, aufgebrochener Partikel zeigt erste Alterungsschäden, durch chemomechanische Belastung stark fragmentierter Partikel.

Die drei exemplarisch dargestellten Partikel zeigen verschiedene Stadien der inneren Fragmentierung. Die Darstellbarkeit dieser Risse sowie die Kenntnis über Anteil und Verteilung in der Batterieelektrode ist ein wichtiger Ansatz in der Batterieforschung, um auf Basis von Nano-CT Untersuchungen langlebigere Batterietypen zu entwickeln.

6.3 Hoch partikelgefülltes Elastomer als modernes Designmaterial

Das dritte Anwendungsbeispiel stellt exemplarisch für die Materialentwicklung einen Vertreter eines Designmaterials dar. Bei diesen Materialien ist das Ziel die Schaffung einer Materialkombination mit neuen und einzigartigen Eigenschaften, indem bekannte Konstruktionsmaterialien in einer spezifischen Mikrostruktur zusammengefügt werden, um erweiterte elektrische oder magnetische Eigenschaften zu erzielen. Bei dem hier gezeigten Exemplar handelt es sich um ein hoch elektrisch leitfähiges anorganisches Polymer (klassisch betrachtet ein Widerspruch), das seine Leitfähigkeit von etwa 100 S/cm nicht nur unter Biegung, sondern auch unter hoher Dehnung beibehält.¹⁸¹ Die Leitfähigkeit erhält dieses Material durch eine Füllung der elektrisch isolierenden Matrix mit spezifischen leitfähigen Partikeln. Diese Materialklasse ist aufgrund ihrer Eigenschaften z. B. ein vielversprechender Kandidat für tragbare Sensoren und Elektronik. Neben dem Partikelfüllgrad hängt die Leitfähigkeit von der räumlichen Verteilung und relativen Ausrichtung der Partikel ab, um das benötigte Perkolationsnetzwerk auszubilden. Beide Parameter werden zunächst durch den Herstellungsprozess vorbestimmt, z. B. durch mechanische Vorgänge beim Misch-

oder Beschichtungsprozess des flüssigen Ausgangsmaterials. Nach der Vernetzung des Elastomers sind diese temporär fixiert. Die anschließende Verformung der ausgehärteten Matrix durch den bestimmungsgemäßen Gebrauch führt jedoch zwangsläufig zu einer Streckung oder Stauchung der räumlichen Verteilung der Partikel. Wie bei anisotropen Partikeln üblich, wirkt sich diese Verformung der Matrix auf ihre Orientierung aus.^{182,183} Die tatsächliche räumliche und orientierende Verteilung der Partikel ist daher dehnungsabhängig und unter Berücksichtigung viskoelastischer Effekte zusätzlich zeitabhängig.¹⁸⁴ Typischerweise sind die auftretenden Effekte reversibel, allerdings sind die Partikel in der Matrix beschränkt mobil, da sie nicht kovalent gebunden sind. Insbesondere zyklische Belastungen können zu einer dauerhaften Veränderung der räumlichen Verteilung und Orientierung führen.¹⁸⁴ Für die Optimierung der Komposite ist es daher von Interesse, diese Parameter zerstörungsfrei in verschiedenen Belastungs- und Alterungszuständen zu erfassen.

Das hier untersuchte Material besteht aus einer Silikonelastomer-Matrix und ist gefüllt mit 20 Vol.% Cornflakeförmiger-Partikel aus silberbeschichtetem Kupfer (Cu/Ag-60/40).¹⁸¹ Die einzelnen Flakes haben eine Dicke von etwa 100 nm und einen mittleren Durchmesser von ca. 4 µm. Die Herausforderung bei der Analyse dieses Materials besteht darin, dass zur Betrachtung der Partikelverteilung und -orientierung ein großes Volumen mit ausreichender Anzahl an Partikeln dargestellt sein soll. Durch die hohe Füllung mit starkabsorbierenden Metallen muss die Strahlung die Probe jedoch noch durchdringen können. Gleichzeitig muss die Auflösung ausreichen, um die einzelnen dünnen Metallplättchen überhaupt aufzulösen.

Da die Dicke der Partikel wieder knapp an der Auflösungsgrenze des Systems liegt, kommt wie bei der Halbleiterprobe in ähnlicher Dimension zugute, dass die Position freistehender Elemente selbst knapp unter der Auflösungsgrenze noch darstellbar ist. Anschaulich lässt sich dieser Effekt mit einem Beispiel erklären: Durch eine Schlitzblende vor dem Bildsensor einer Kamera dringt auch dann noch Licht auf den Sensor, wenn die Breite der Blende kleiner ist als das Auflösungsvermögen des Sensors (im Idealfall die Pixelgröße). Dieser Effekt ist jedoch stark beschränkt durch den Abstand zum nächsten Probenelement. Aus diesem Grund ist ein periodisches Muster (wie zuvor im Siemensstern betrachtet) der Grenzfall der Auflösung (bei ausreichend Kontrast der Probe).

Die Ergebnisse der Nano-CT Messung sind im 3D-Rendering in Abb. 6.6 gezeigt. Die einzelnen Partikel formen eine Partikelschüttung mit horizontaler Vorzugsrichtung in der Orientierung. Anhand dieser Daten kann die Ausprägung des Perkulationsnetzwerks analysiert werden.

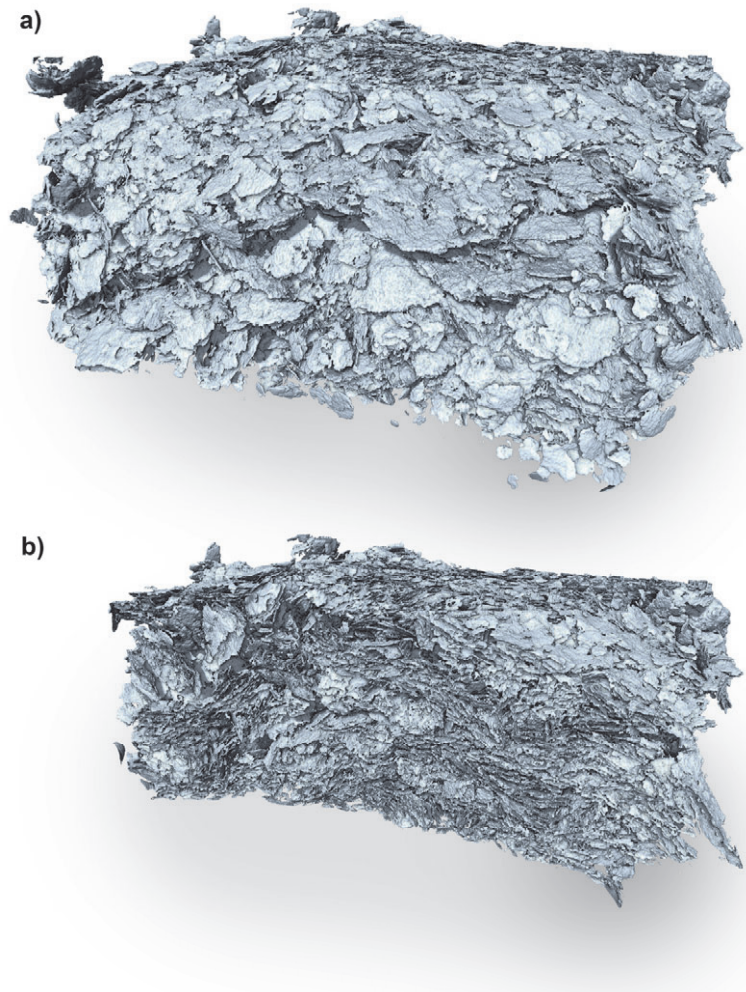


Abb. 6.6 3D-Rendering der Nano-CT Analyse der leitfähigen Elastomerprobe. Die einzelnen cornflakeförmigen Partikel sind gut zu erkennen und formen eine Schüttung mit horizontaler Vorzugsrichtung. b) zeigt einen vertikalen Schnitt zentral durch die Probe, um die innere Struktur des Perkolationsnetzwerkes darzustellen.

Das Schnittbild in Abb. 6.7 verdeutlicht noch einmal das Auflösungsvermögen der Analyse. Durch vorherige zyklische Belastung der Probe haben sich die Partikel verglichen zur Herstellung neu orientiert und formen nun teilweise parallel ausgerichtete Agglomerate (Stapel) sowie korrespondierende Leerstellen. Für den Erhalt der Leitfähigkeit muss sichergestellt sein, dass trotz dieser Löcher das Perkolationsnetzwerk über ausreichende Verbindung verfügt, um die gute elektrische Leitfähigkeit sicherzustellen.

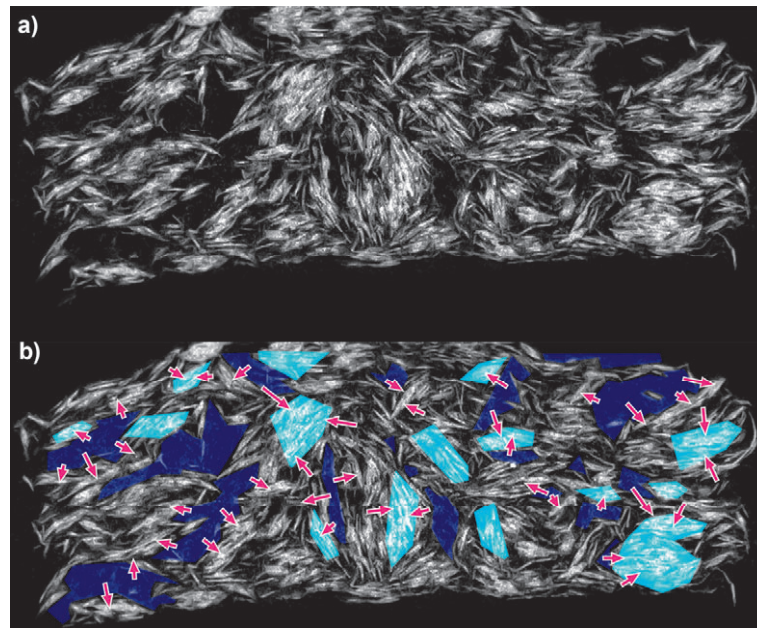


Abb. 6.7 Vertikales Schnittbild aus der Rekonstruktion. a) Durch vorherige zyklische Belastung der Probe haben sich die vormals homogen verteilten Partikel neu orientiert. b) Die schematische Überlagerung zeigt die angenommene Wanderung der Partikel aus a). In türkisen Bereichen haben sich Partikel parallel ausgerichtet und agglomeriert, wodurch die dunkelblau angedeuteten Leerstellen im Komposit entstanden sind.

6.4 Fazit

An den drei gezeigten Beispielen konnte hervorragend die Leistung des ntCT-Systems an realen Probensystemen validiert werden. In der Halbleiterprobe eines 3D-Speicherchips konnten die 100 – 200 nm großen Durchkontaktierungen dargestellt werden, um sie auf Defekte wie FehlAusrichtung oder unzureichende Metallisierung zu untersuchen. In der Lithium-Elektrode konnte das Leistungsniveau durch die Spuren der Alterung in Form der Verteilung von chemomechanisch verursachten Rissen und Fragmentierung innerhalb der etwa 10 µm großen Partikel bestimmt werden. Das große Sichtfeld erlaubt dabei in nur einer Messung eine statistische Aussage über eine Vielzahl von Partikeln zu treffen. Im Beispiel aus der Materialforschung konnte gezeigt werden, dass das System auch bei hochabsorbierenden Proben, wie hier durch den hohen metallischen Füllstoffanteil, die Auflösung bewahrt und selbst dünne Partikel an der Auflösungsgrenze ausreichend gut darstellt, um Analysen der Position und Verteilung daran zu ermöglichen.

Alle drei Anwendungsfälle erfordern in der 3D-Analyse eine Auflösung, welche im Labor bisher nur durch FIB/SEM-Tomographie adressiert werden konnte, was jedoch deutlich höhere Anforderungen an die Probe, den Untersuchungsaufwand und die Messzeit stellt als die hier gezeigte Computertomographie. Insbesondere unter Berücksichtigung des trotz hoher Auflösung verhältnismäßig großen Sichtfeldes erlaubt die ntCT fortschrittliche Analysen im Bereich der Materialforschung, wie sie bisher abseits von Synchrotronforschung nicht möglich waren, bei gleichzeitig einfacher Zugänglichkeit der Methode.

7 Praktische Anwendung II: Leistungselektronik

Nachdem im vorausgegangenen Kapitel bereits erfolgreich die Eignung der ntCT an drei Anwendungsfällen mit der 60 kV Röntgenquelle dargestellt werden konnte, soll in diesem Kapitel ein konkreter Anwendungsfall betrachtet werden, welcher von der höheren Spannung des 110 kV Upgrades profitiert. Im Folgenden sind einige für die Halbleiterindustrie üblichen Begriffe in Englisch beschrieben, da keine üblichen oder nur umständliche Übersetzungen existieren.

7.1 Einführung

Leistungshalbleiter werden in der Automobilelektronik für eine Vielzahl von Funktionen eingesetzt, neben der konkreten Steuerung der Antriebstechnik z. B. für die Beleuchtung, Klimasteuerung, Sitzverstellung, Spiegeleinstellung oder die elektrischen Fensterheber.^{185,186} Gleichzeitig werden die Anforderungen an die Zuverlässigkeit dieser Bauelemente immer strenger: Die von den Automobilherstellern geforderte Produktlebensdauer beträgt 15 Jahre oder mehr, bei einer Ausfallrate unter 1 ppm.¹⁸⁶ Zudem müssen sie in einem weiten Temperaturbereich zuverlässig arbeiten.

Für Leistungshalbleiter werden daher Zuverlässigkeitsprüfungen durchgeführt, um den "sicheren Betriebsbereich" (Safe-Operation-Area, SOA) zu bestimmen, der die Grenzen für die Betriebsparameter festlegt, die einen vorzeitigen Ausfall des Bauelements verhindern sollen.^{187,188} Die SOA für Leistungsbaulemente kann in drei Zonen abhängig von der Zeitskala der Belastung eingeteilt werden:

Elektrostatische Entladungen (Electrostatic Discharge, ESD) schädigen die Bauelemente unter sehr kurzen (Nanosekunden) Belastungsimpulsen mit hoher Spannung.

Unter langsameren Belastungsimpulsen (Millisekunden), wie sie beispielsweise beim Schalten einer Motorlast auftreten („Anlaufen“), ist die potenzielle Schädigung auf thermomechanische Belastung in Folge starker Joulschen Erwärmung zurückzuführen.

Sehr lange Belastungszyklen, gleich einem kontinuierlichen starken Stromfluss, schädigen die Bauelemente durch spezifische Halbleitereffekte wie „Hot-Carrier Injection“, Bias-Temperaturinstabilität oder einem Gate-Oxid Durchbruch. Gleichzeitig können auch die Leiterbahnen durch die klassischen Abnutzungsprozesse wie Elektromigration oder Spannungsmigration (und die dadurch erzeugte Leerstellenwanderung) versagen.^{187,188} Elektro- und Spannungsmigration treten dabei meistens gemeinsam auf.¹⁸⁹

Zur Bewertung der Zuverlässigkeit der Metallisierung in Leistungshalbleitern während der Designphase haben sich „Power-Temperature-Cycling“-Tests (PTC) an Kettenstrukturen aus Kontaktelementen („Via-Chain-Structures“) etabliert.¹⁹⁰⁻¹⁹² Mit dieser spezifisch gepulsten Testprozedur lassen sich durch Variation von Stromstärke, Pulsdauer und Frequenz unter Bewertung des inneren Widerstands in

kürzerer Zeit die verschiedenen Belastungsarten über die Lebensdauer eines Halbleiterbauteils mit starker, kurzzeitiger und zyklischer Erwärmung praktisch simulieren.

Nach der PTC-Belastung und in Folge eines möglicherweise dabei aufgetretenen Ausfalls des Testobjektes, können in einem Bauelement verschiedene Schadenseffekte verteilt über mehrere Ebenen existieren¹⁹², deren exakte Ausprägung und Position nicht bekannt ist. Dies erschwert die klassische Fehleranalyse mit REM-Techniken erheblich, da bei einem zufällig gewählten Schnitt durch das Bauteil, um die innenliegenden Fehler zu untersuchen, diese nicht zwangsläufig getroffen werden und somit unentdeckt bleiben. Die räumliche Größe der Fehler bewegt sich dabei in der Größenordnung der Halbleiterstrukturen, also im niedrigen Mikrometer und Sub-Mikrometer-Bereich. Daher wird hier die Nano-CT-Bildgebung eingesetzt, um ein vollständiges Bild der verschiedenen Ausfallmechanismen zu erhalten, die während einer schnellen PTC-Belastung der Metallisierung von Leistungsbaulementen auftreten.

7.2 Herausforderungen an die Nano-CT Analyse

Da, wie zuvor angesprochen, die Position und Größe der Fehler nicht bekannt ist, soll möglichst je eine gesamte Kontaktbrücke in einem Bereich von etwa 200 μm aus dem Mikrochip analysiert werden, um diese auf entstandene Defekte zu untersuchen. Speziell bei Leistungselektronik besitzen diese Chips jedoch einen hohen Anteil an hochabsorbierender Metallisierung (wie Kupfer oder Wolfram), um die nötige Leitfähigkeit für starke Ströme zu gewährleisten. Zur Einschätzung zeigt die Abb. 7.1 die simulierten Halbwertslängen (Materialdicke nach deren Durchgang die Intensität der Strahlung auf die Hälfte abgeschwächt wurde) für die beiden am stärksten in der Probe vertretenen Materialien.

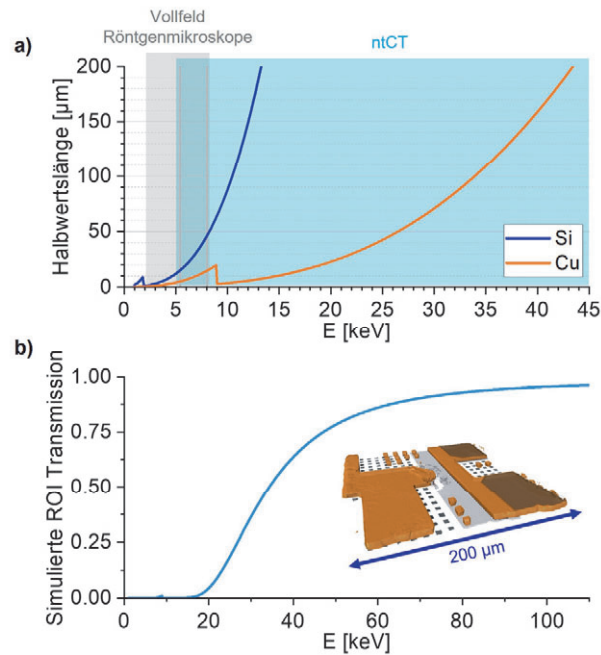


Abb. 7.1 Simulationen (auf Basis von XOP 2.4³³) zur Absorption der Halbleitermaterialien um Abschätzungen über die mögliche Probengröße sowie die dafür benötigte Photonenenergie zu treffen. a) zeigt die Halbwertslänge der Röntgenstrahlung für Silizium und Kupfer abhängig von der Energie. b) zeigt die energieabhängige simulierte Transmission für die hier untersuchten Proben mit 200 μm Kantenlänge.

Die in der Vollfeld-Röntgenmikroskopie verbreiteten Energien von 5.4 und 8.05 keV weisen in Kupfer Halbwertsängen von 5 bzw. 15 μm auf, sind also auf sehr kleine Proben oder Ausschnitte begrenzt. Die simulierte mittlere Transmission für die hier konkret betrachtete Halbleiterprobe zeigt, dass speziell die Energien zwischen 20 und 60 keV benötigt werden, um die Proben gut zu durchdringen und abzubilden. Das ntCT-Spektrum aus Abb. 3.17 liefert hierzu einen ausreichenden Anteil an Photonen in diesem Energieintervall.

7.3 Aufbau der untersuchten Leistungshalbleiter

Die hier untersuchten Strukturen bestehen speziell aus den oberen Leitungsmetallschichten M5 Cu (oder "Cu-Powermetall") und der M4 Al-Leiterebene, welche durch eine Reihe von Wolfram-TSVs miteinander verbunden sind, wie in Abb. 7.2 dargestellt. Bei der M5-Cu-Schicht handelt es sich um eine im Damaszener-Verfahren erzeugte Leitungsstruktur, bei dem ein Muster geätzter Gräben mit einer zuvor aufgetragenen TaN/Ta-Barrierschicht und einer Saatschicht aus Cu, beschichtet wird. Der Wafer wird dann mit ausreichend Cu beschichtet, um die 5 μm tiefen Gräben vollständig zu füllen. Anschließend wird das überschüssige Cu durch chemisch-mechanisches Polieren (CMP) entfernt. Die M4-Schicht besteht aus einem insgesamt 1 μm hohen CVD-abgeschiedenen Ti/TiN/Al(+0.5 w% Cu)/TiN-Stapel, der mit einem Plasmaätzverfahren strukturiert wird.¹⁹³ Die Mikrochips wurden in einem 0.35 μm Smart-Power-Device Prozess hergestellt, der auf 200 mm Wafern basiert.¹⁹⁴ Das Fertigen der Teststrukturen besteht aus dem Zerteilen der Wafer, dem Aufbringen auf ein vorbereitetes Package und dem Draht-Bonden in ein QFN-

Gehäuse. Das Package wird dann auf eine Testplatine aufgebracht, die mit Anschlüssen für die Belastungstests in einem temperierten Power-Cycling-Tester versehen ist.¹⁹²

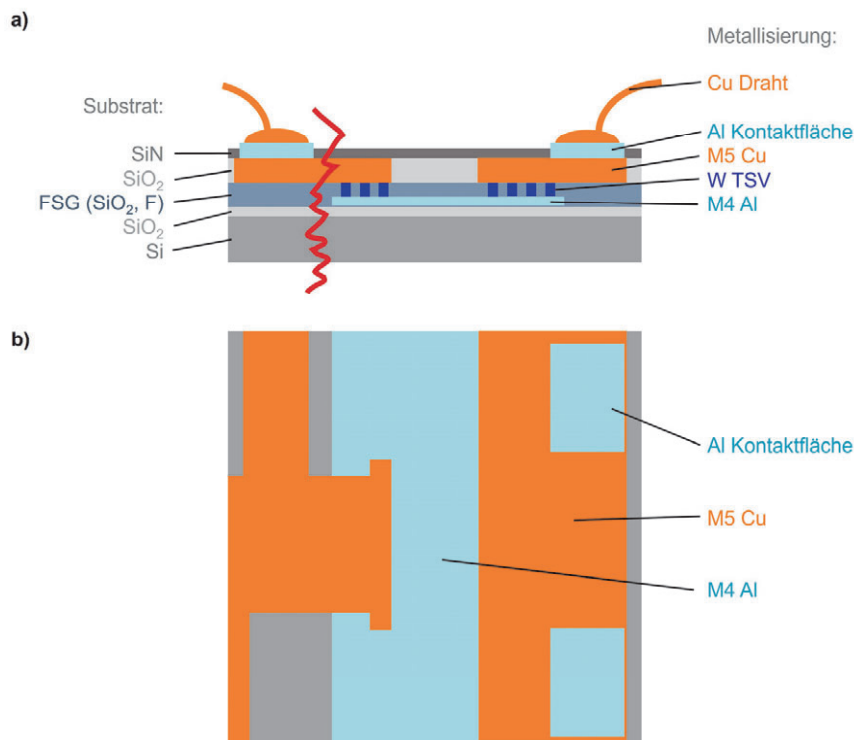


Abb. 7.2 Schematische Darstellung einer Kontaktstelle in der Via-Chain-Teststruktur. Die Größe des dargestellten Ausschnitts entspricht etwa 200 µm Kantenlänge. a) vertikaler Schnitt, b) horizontale Aufsicht.

Um den Parameterbereich für den PTC-Test einzugrenzen, wird eine erste Probe einem langsam steigenden Konstantstrom ausgesetzt, bis das Bauteil versagt. Die Langzeittests werden dann bei Stromstärken nahe unter diesem Niveau durchgeführt. Das innere Temperaturprofil der Teststrukturen wird über die gemessene Widerstandsänderung während eines Strompulses ermittelt. Es zeigt üblicherweise während eines Pulses einen steilen Anstieg in der Größenordnung von etwa 100 K, mit einem darauffolgenden anfangs ebenso schnellen aber flacher auslaufenden Abkühlvorgang.

Die Lebensdauer in diesem Test ist definiert als die Anzahl an Zyklen, bis sich der Widerstand in den stromlosen Phasen zwischen den Pulsen um mehr als 10 % gegenüber des Startwertes erhöht hat. Meistens jedoch versagen die Bauteile bereits vorher mit einer Unterbrechung des Kontakts.¹⁹²

Die hier untersuchten Proben wurden drei verschiedenen PTC-Belastungsschemen unterzogen, die einmal zu einem leichten Widerstandsanstieg, einen starken Widerstandsanstieg sowie in einem Fall zu einem Totalversagen des Bauteils geführt haben. Die Abb. 7.3 zeigt die gemessene Widerstandsänderung der drei Testproben jeweils gemessen während der Ruhephasen.

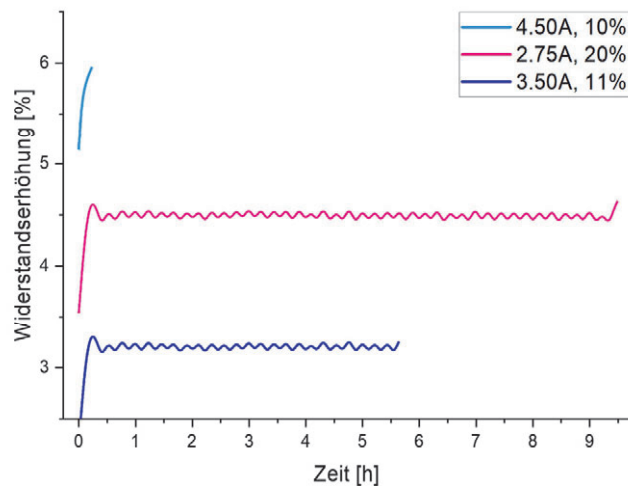


Abb. 7.3 Widerstandserhöhung in der Leitungsstruktur der drei untersuchten Proben aus dem PTC-Test. Die Belastung mit 4.50 A Stromamplitude und 10 % Duty-Cycle hat zu einem schnellen Versagen des Bauteils geführt. Die Proben mit 2.75 A und 20 % sowie mit 3.50 A und 11 % haben die thermische Belastung bestanden.

Nach einem schnellen Anstieg der Widerstände durch die interne Erwärmung bilden die beiden Proben, welche den Test bestanden haben, ein annähernd konstantes Plateau auf dem erhöhten Widerstandswert aus. Die ausgefallene Probe hat bereits bei der initialen Erwärmung versagt. Aus allen drei Proben wurde je die belastete Region aus dem Mikrochip isoliert und in der ntCT analysiert. Die Tab. 7.1 fasst die Parameter des PTC-Tests sowie der darauffolgenden Nano-CT Messung zusammen.

Tab. 7.1 Zusammenfassung der Probenparameter aus dem PTC-Test sowie der Nano-CT Analyse.

PTC-Test			Nano-CT Analyse						
Name	Strom-amplitude	Duty-Cycle	Anzahl Belastungs-zyklen	Erfolgreich	Proben-durchmesser	Sampling	Aufnahmen	Belichtungszeit	Messzeit
2.75A	2.75 A	20%	42K	Ja	Ø 80 µm	103.4 nm	2400	10 s	7 h
3.5A	3.50 A	11%	22K	Ja	200 µm	96.8 nm	2800	15 s	12 h
4.5A	4.50 A	10%	1K	Nein	200 µm	98.1 nm	2800	15 s	12 h

7.4 Ergebnisse

Trotz erfolgreichen Bestehens des PTC-Tests zeigt die Nano-CT Messung der 3.5 A Probe in Abb. 7.4 bereits erhebliche Schäden in den Leitungsstrukturen im Mikrochip. Speziell in der M4-Schicht finden sich an der Kathodenseite fingerartig verzweigte Löcher im nur 1 µm dicken Aluminium, was auf eine Elektromigration in Folge des Stromflusses hinweist. Die verzweigte Form deutet speziell auf eine Korngrenzendiffusion im Aluminiumgefüge hin.

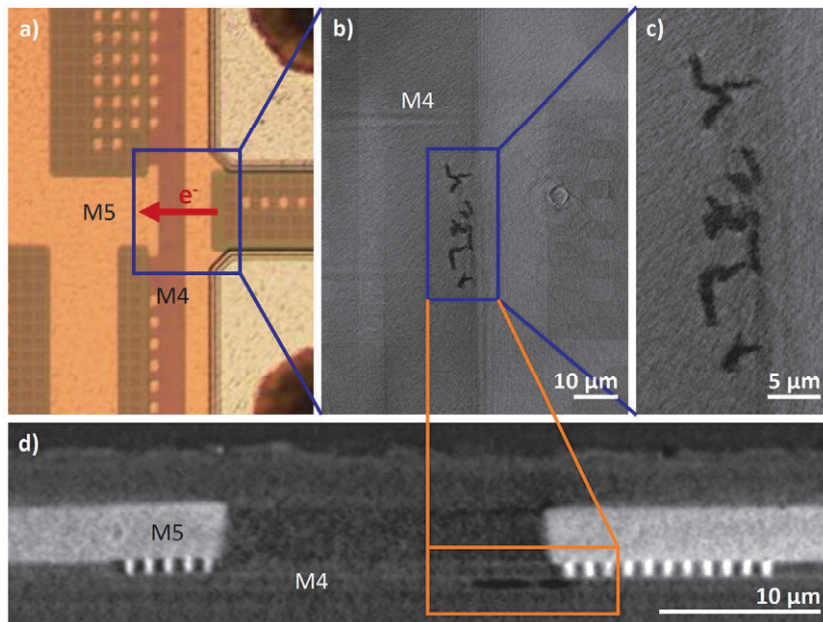


Abb. 7.4 Die 3.5 A Probe, welche den Belastungstest bestanden hat, zeigt in der Nano-CT Messung bereits erhebliche Schäden in der M4-Al-Leiterebene. a) optische Aufsicht, b-c) horizontaler Schnitt durch die M4-Ebene zeigt verzweigte Löcher im nur 1 μm dicken Aluminium, d) vertikaler Schnitt durch die Probe.

Im vertikalen Schnitt durch die Probe in Abb. 7.5 zeigen sich die mit der Erwartung aus der klassischen Elektromigration übereinstimmenden Effekte eines volumetrischen Anschwellens des elektrischen Leiters hin zur Anodenseite, gegenüberliegend zu den entstandenen Hohlräumen.^{195,196} Diese Volumenzunahme in der M4-Schicht verursacht mechanische Spannungen im Substrat und hat in der hier untersuchten Probe bereits zu einem partiellen Anheben der darüberliegenden M5-Strukturen geführt, in dessen Folge ebenso das darüberliegende Dielektrikum zwischen den Cu-Leitern erste spannungserzeugte Risse aufweist.

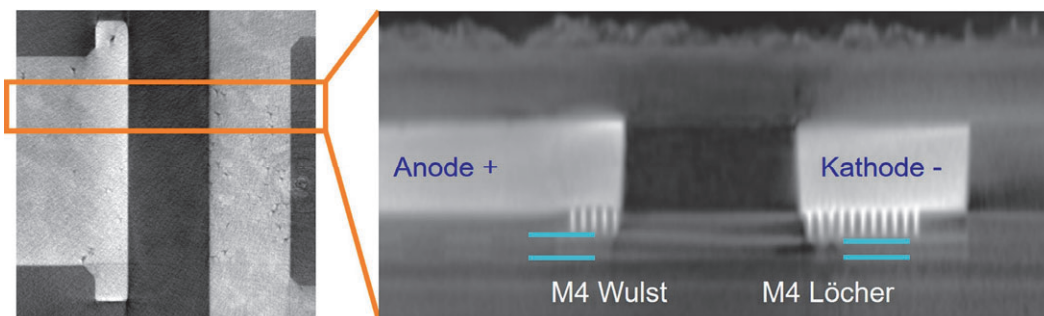


Abb. 7.5 Der vertikale Schnitt durch das horizontal gestauchte Bild (rechts) wurde über 100 Bilder gemittelt, um den schwachen Materialkontrast zwischen Aluminium, Titan und Siliziumdioxid in der M4-Schicht zu verbessern. Die türkisfarbenen Linien zeigen die Höhe der Ti-Grenzschichten über und unter dem M4-Aluminium und verdeutlichen die Volumenzunahme an der Anodenseite.

Gut zu erkennen in den oberen Darstellungen sind die nur 0.35 μm im Durchmesser aufweisenden zylindrischen W-Kontakte in der Verbindung zwischen M4- und M5-Leitern. Die 3D-Darstellungen der Messung in Abb. 7.6 können die vorhandenen Schäden eindrucksvoll visualisieren.

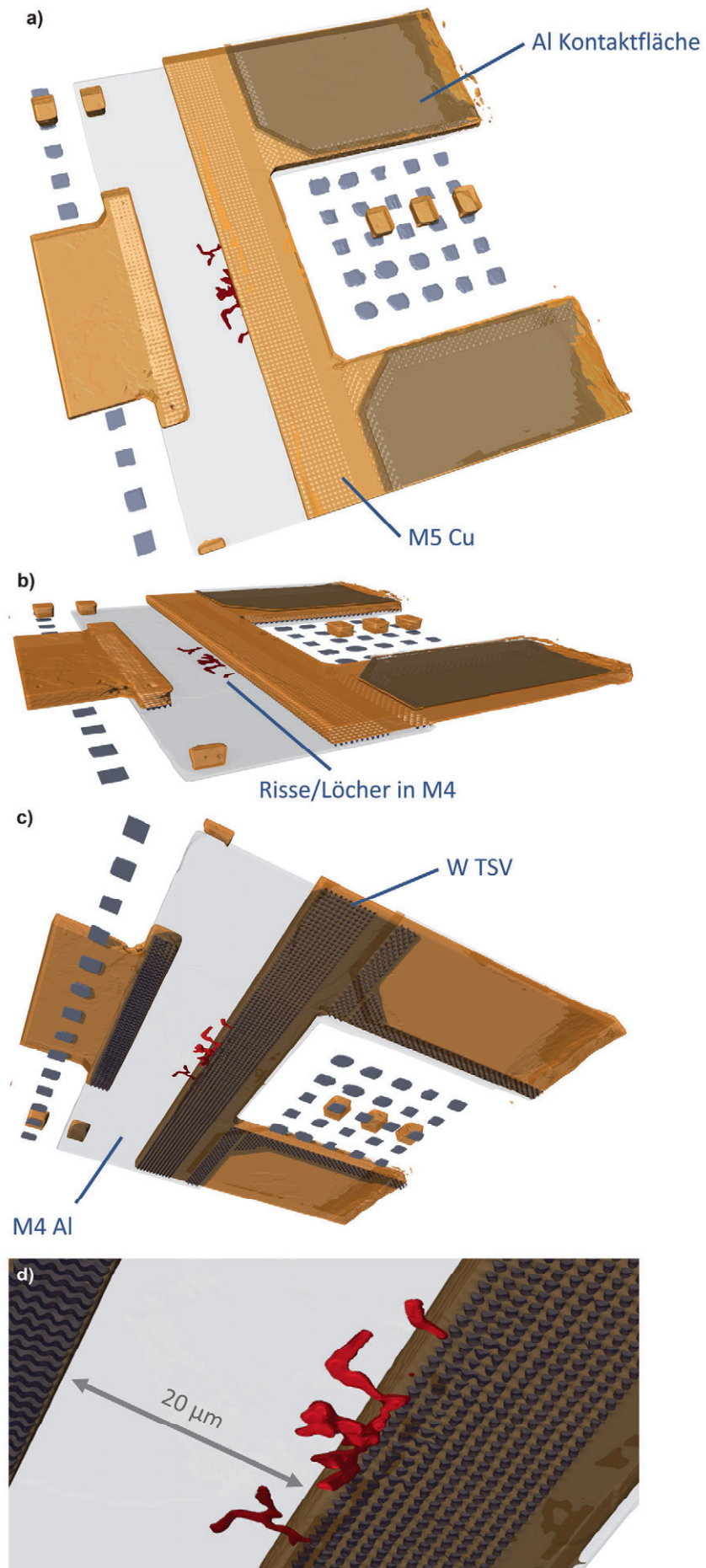


Abb. 7.6 (vorherige Seite) Die 3D-Renderings der 3.5 A Probe visualisieren eindrucksvoll die bereits vorliegenden Schäden im Mikrochip. a-c) zeigt die Probe aus verschiedenen Ansichten, d) zeigt stark vergrößert die von unten betrachtete Schadstelle im Aluminium. Die Hohlräume der Fehlstelle sind zur besseren Visualisierung rot dargestellt.

Die im PTC-Test ausgefallene 4.5 A Probe zeigt in der Nano-CT Messung erhebliche Schäden in allen Metallisierungen. Die in Abb. 7.7 gezeigten horizontalen Schnittbilder durch die M5-Schicht zeigen die deutliche thermisch verursachte Deformation des massiven Kupferleiters an der Anodenseite. Durch Current-Crowding-Effekte und der daraus folgenden stärkeren lokalen Erhitzung konzentriert sich der Schaden insbesondere an den hervorstehenden Ecken der Struktur.

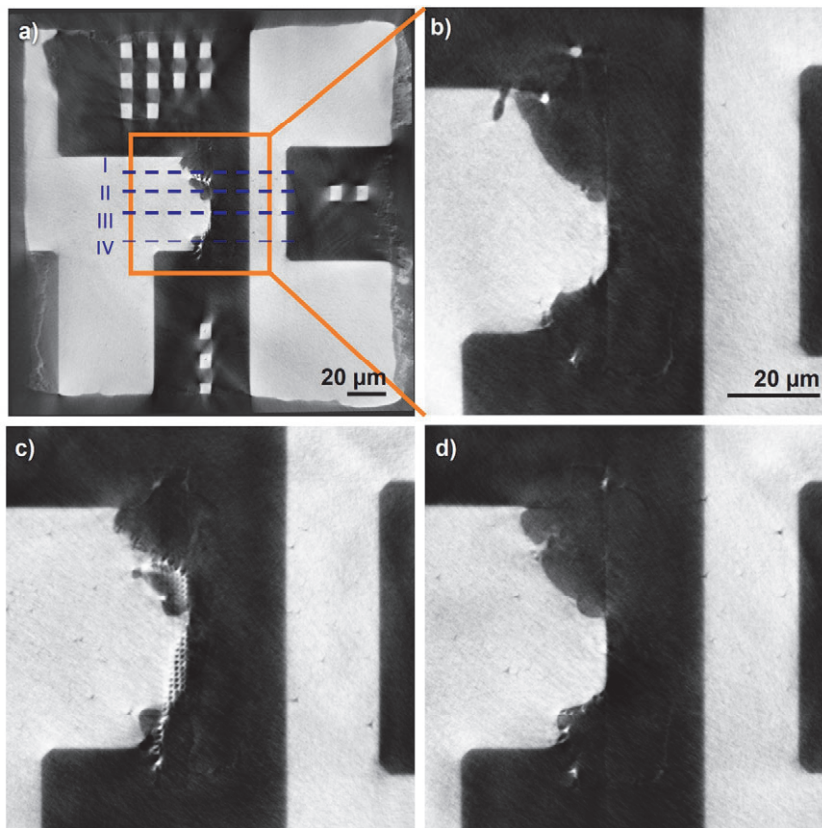


Abb. 7.7 Die horizontalen Schnittbilder durch die 4.5 A Probe zeigen erhebliche Schäden an der Anodenseite in der M5-Schicht, speziell konzentriert an den Ecken der Struktur durch Current-Crowding-Effekte. a-d) zeigen Schnittbilder aus verschiedenen Höhen.

Die vertikalen Schnittbilder in Abb. 7.8 verdeutlichen die Schäden an der gesamten Kontaktstelle. Während die Kathodenseite nahezu keine Veränderung erfahren hat, zeigt die Anodenseite die erheblichen strukturellen Veränderungen. Kupfer ist aufgeschmolzen, in das darüberliegende Dielektrikum extrudiert und hat große Hohlräume hinterlassen. Aluminium aus der M4-Schicht ist aufgeschmolzen, teilweise in die Bereiche der vorherigen M5 Struktur gewandert und hat dabei einzelne Wolframkontakte mitgerissen. Vereinzelt TSVs sind weit abseits ihrer ursprünglichen Position zu finden. Durch die wirkenden Temperaturen und mechanischen Kräfte ist ebenso das Dielektrikum über der Kontaktstelle aufgesprengt worden. Weiterhin zeigt die M4-Schicht einen großen Hohlraum nahe

an der Anodenseite (Abb. 7.9), der schließlich zur Unterbrechung des elektrischen Kontaktes im PTC-Test geführt hat.

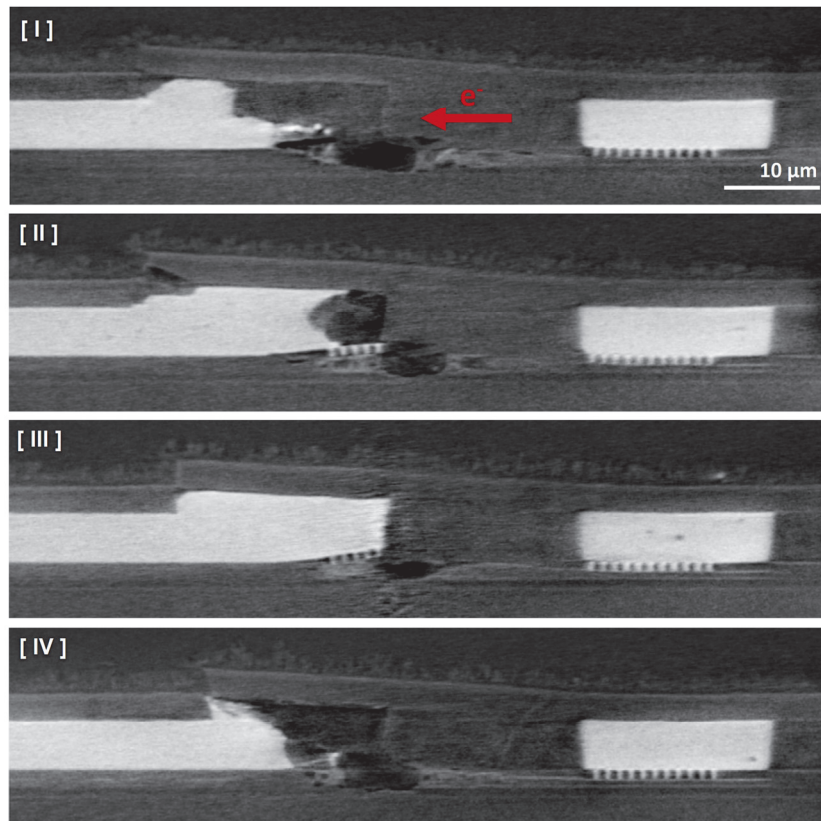


Abb. 7.8 Die vertikalen Schnittbilder zu den in Abb. 7.7 eingezeichneten Positionen zeigen wie erhebliche Mengen aufgeschmolzenes Kupfer nach oben extrudiert ist und große Hohlräume im Dielektrikum hinterlassen hat.

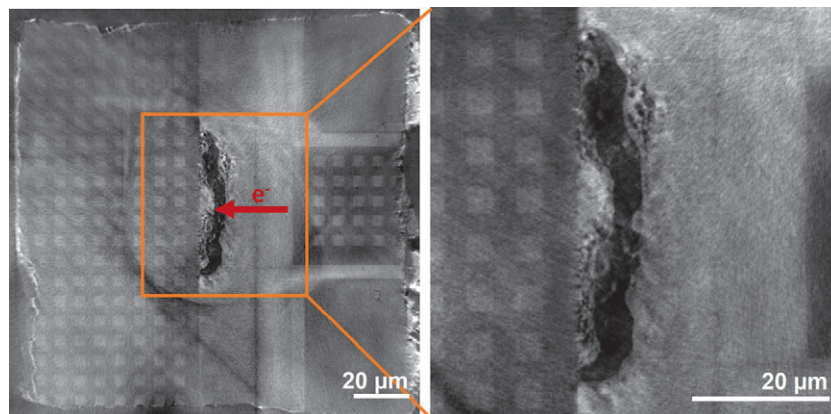


Abb. 7.9 Das horizontale Schnittbild durch die M4-Schicht zeigt den unterbrochenen Kontakt durch ein großes Loch in der Ebene als Folge des aufgeschmolzenen Aluminiums.

Besonders eindrucksvoll können wieder die 3D-Bilder der Messung in Abb. 7.10 die verschiedenen Defekte visualisieren. Speziell die räumliche Ausdehnung der thermischen Schäden wird hier sichtbar.

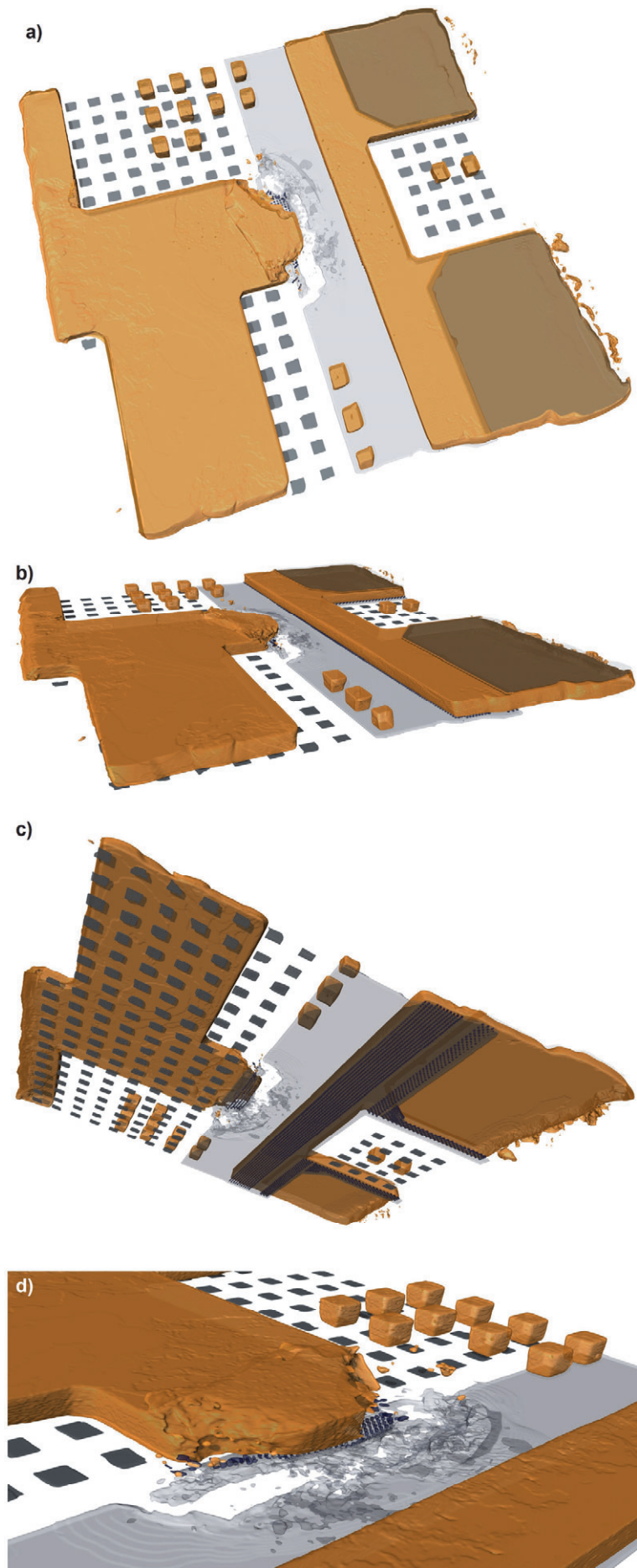


Abb. 7.10 (links) 3D-Visualisierung der Nano-CT Messung der 4.5 A Probe, welche im PTC-Test ausgefallen ist und hier in der Analyse erhebliche Schäden in allen Schichten der Metallisierung zeigt. a-c) Ansicht der Metallisierung aus verschiedenen Richtungen, d) Nahansicht der erheblich Geschädigten Kontaktstelle.

Die horizontalen Schnittbilder durch die Oberfläche der M5-Schicht für alle drei Proben in Abb. 7.11 zeigen verteilte Löcher an den Korngrenzen des Gefüges mit einer Größe zwischen 100 – 500 nm. Die Fehlstellen konzentrieren sich lokal an den Orten, an denen ein höherer Stromfluss angenommen wird, entsprechend den Ecken der Anode sowie mittig in der Kathode. Die wenigsten Fehlstellen weist dabei die 4.5 A Probe auf, die im Test bereits nach 1000 Zyklen versagt hat. Insgesamt hat diese daher den kleinsten Stromfluss erfahren, was darauf hindeutet, dass die Entstehung dieser Fehlstellen durch Spannungsmigration und Leerstellenwanderung verursacht wird und daher kontinuierlich über die Betriebszeit des Bauteils zunimmt.

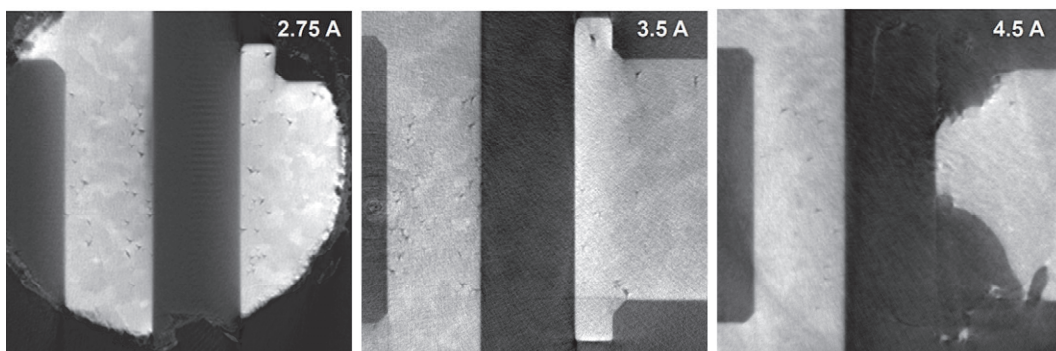


Abb. 7.11 Der Horizontaler Schnitt durch die Oberfläche der M5-Schicht zeigt Löcher an den Korngrenzen in den Kupferstrukturen.

7.5 Zusammenfassung

Die Nano-CT Bilder zeigen, wie sich mit der Erhöhung der Stromstärke die Art der gefundenen Schäden in der Metallisierung der untersuchten Leistungselektronik ändern:

Bei der kleinsten untersuchten Strombelastung von 2.75 A beschränkt sich die Abnutzungserscheinung der Leistungselektronik auf durch Spannungsmigration hervorgerufene Fehlstellen in den M5-Strukturen.

Bei der mittleren Belastungsstufe von 3.5 A treten zusätzlich Fehlstellen im M4-Aluminiumleiter sowie ein lokales Anschwellen von diesem auf. Konsistent mit der Vorstellung von Elektromigrationsprozessen.

Bei der höchsten Stromstärke treten schließlich schwere thermische verursachte Schäden in allen Bereichen der Metallisierung auf.

Grundsätzlich entspricht die Reihenfolge des Auftretens von großen Schäden (abseits der Korngrenzenfehlstellen) der Erwartung, dass diese zuerst im „dünnen“ M4-Leiter auftreten, in dem die höchste Stromdichte erreicht wird.

Insgesamt beweisen die Nano-CT Aufnahmen ihre hervorragende Eignung, die Fehlerprozesse in Leistungselektronikbauteilen zu untersuchen. Speziell die 3D-Darstellung der aufgetretenen Defekte ist in dieser Form bisher nicht möglich gewesen. Zudem bleiben Fehler wie die Kupfer-Leerstellen in allen drei Proben in REM-Analysen häufig unentdeckt, da sie von oben unter dem Dielektrikum verdeckt liegen und bei den üblichen vertikalen Schnitten nur zufällig oder bei Auftreten in sehr hoher Dichte gefunden werden können. Auch die räumliche Ausdehnung der Fehler geht bei einfachen REM-Aufnahmen unter. Idealerweise können beide Techniken in Zukunft kombiniert werden. Eine Nano-CT Aufnahme der Probe liefert ein 3D-Übersichtsbild mit Position und Lage der Fehlstellen. Für die höchstauflösende Untersuchung kann dann ein gezielter Schnitt durch den Defekt für die REM-Analyse gelegt werden.

8 Fazit - Neue Entwicklungen in der laborbasierten Röntgenmikroskopie

Diese Arbeit hat sich im Kern mit neuen Entwicklungen der projektionsvergrößernden Nano-CT beschäftigt. Speziell mit den in dieser Konstruktion auflösungslimitierenden Röntgenquellen. Die eingangs angeführte Betrachtung der Brillanz hat gezeigt, dass damit ein gutes Vergleichsmaß für die Leistungsfähigkeit solcher Röntgenquellen existiert, welches jedoch erheblichen Abweichungen in der praktischen Bestimmung unterlegen sein kann. Literaturwerte aus unbekanntem Quellen müssen daher als Referenzen immer mit ausreichender Toleranz betrachtet werden. Die darauffolgenden Simulationen moderner Laborröntgenquellen konnten einen alternativen Zugang zu den Brillanzen demonstrieren, welche gut geeignet sind, die konzeptionellen Unterschiede und ihren Einfluss auf die Leistungsfähigkeit zu untersuchen.

Im weiteren Verlauf hat diese Arbeit die theoretischen Grenzen der targetlimitierten Leistungsfähigkeit der Excillum NanoTube betrachtet, einer Transmissionsröntgenquelle mit Nanofokus-Spot. Hierzu wurde exemplarisch ein Weg vorgestellt, wie durch eine verzahnte Simulation nach Monte-Carlo- und FEM-Methoden ein deutlich detaillierteres Modell der thermischen Belastung erstellt werden kann, als die bisher in der Literatur verbreiteten. Speziell können auf diesen Weg beliebige Konstruktionen und Geometrien an Röntgenquellen betrachtet werden. Spezifisch strukturierte Targets bieten dabei ein hohes Potential für zukünftige Leistungssteigerungen. Die Ergebnisse haben aber auch gezeigt, dass das thermische Limit des verwendeten Transmissionstargets derzeit nicht erreicht wird. Transmissionsröntgenquellen bieten also selbst noch großes zusätzliches Leistungspotential, das derzeit nicht ausgeschöpft wird. Gleichzeitig konnten Indizien gezeigt werden, dass die derzeit in der NanoTube verwendete Geometrie im Sinne der Photonenausbeute nicht auf die eingesetzte Beschleunigungsspannung optimiert ist. Der thermische Vorteil der mehrschichtigen Substrate liegt nach näherer Betrachtung nicht nur in einer besseren Wärmeableitung, sondern basiert bei kleinen Spotgrößen speziell auf der größeren Ausbreitung der Wechselwirkungszone. Gleichzeitig hat sich gezeigt, dass ein Großteil der höheren Energietoleranz durch die gleichzeitig verminderte Photonenausbeute wieder ausgeglichen wird, insbesondere wenn die Dicke der Schichten nicht spezifisch an Energie und Spotgröße angepasst ist. Für die Erzeugung effizienter nanoskaliger Brennflecken ist die geometrische Begrenzung der Wechselwirkungszone jedoch unerlässlich. Die hier vorgestellten Simulationen unterstützen damit die zukünftige Targetentwicklung und Parameteroptimierung durch ihre detaillierten Betrachtungen.

Die zuletzt vorgestellten Anwendungen von Nano-CT aus dem Bereich der Materialwissenschaften sowie der Halbleiterprüfung konnten eindrucksvoll zeigen, welches Potential die Analysemethode für die Forschung bietet. Speziell konnten mit der hier präsentierten ntCT im Labor Aufnahmen der inneren Probenstruktur angefertigt werden, welche bisher in der gezeigten Auflösung von unter 200 nm in 3D im Energiebereich über 10 keV einmalig sind. Dies eröffnet einem breiten Feld an wissenschaftlichen Disziplinen eine neue und hier bereits praktisch validierte Untersuchungsmethode, geeignet für eine Vielzahl von Probensystemen.

Referenzen

1. Sines, G. & Sakellarakis, Y. A. Lenses in Antiquity. *American Journal of Archaeology* **91**, (1987) doi:10.2307/505216.
2. Bass, M., Enoch, J., Van Stryland, E. & Wolfe, W. *Handbook of Optics*. (McGraw Hill, 2000).
3. Röntgen, W. C. Ueber eine neue Art von Strahlen (Vorläufige Mitteilung). in *Sitzungsberichten der Würzburger Physik.-medic. Gesellschaft* (1895).
4. Cosslett, V. E. & Nixon, W. C. X-ray shadow microscope. *Nature* **168**, (1951) doi:10.1038/168024a0.
5. Rösner, B. *et al.* Soft x-ray microscopy with 7 nm resolution. *Optica* **7**, (2020) doi:10.1364/optica.399885.
6. Ranwez, F. Application de la photographie par les rayons Röntgen aux recherches analytiques des matières végétales. *Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences* **122**, 841–842 (1896).
7. Jacobsen, C. *X-Ray Microscopy*. (Cambridge University Press, 2020).
8. Newberry, S. & Summers, S. The General Electric shadow x-ray microscope. in *Proceedings of the Third International Conference on Electron Microscopy* 305–307 (1956).
9. Zabler, S. *et al.* Comparing image quality in phase contrast sub μ X-ray tomography — A round-robin study. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* (2019) doi:10.1016/j.nima.2019.162992.
10. Mayo, S. C. *et al.* X-ray phase-contrast microscopy and microtomography. *Optics Express* **11**, (2003) doi:10.1364/oe.11.002289.
11. Bruyndonckx, P., Sasov, A. & Pauwels, B. Towards sub-100-nm X-ray microscopy for tomographic applications. *Powder Diffraction* **25**, (2010) doi:10.1154/1.3416936.
12. Hanke, R. *et al.* Setup of an electron probe micro analyzer for highest resolution radioscopy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **607**, (2009) doi:10.1016/j.nima.2009.03.151.
13. Stahlhut, P., Ebensperger, T., Zabler, S. & Hanke, R. Laboratory x-ray microscopy using a reflection target system and geometric magnification. *Journal of Physics: Conference Series* **463**, (2013) doi:10.1088/1742-6596/463/1/012007.
14. Sasov, A., Pauwels, B. & Bruyndonckx, P. New type of x-ray source for lensless laboratory nano-CT with 50-nm resolution. in *Developments in X-Ray Tomography VII* (ed. Stock, S. R.) vol. 7804 78040Q (SPIE, 2010). doi:10.1117/12.860340.

15. Lutter, F. *et al.* Combining X-ray Nano Tomography with focused ion beam serial section imaging — Application of correlative tomography to integrated circuits. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* (2021) doi:10.1016/J.NIMB.2021.05.006.
16. Koch, A., Raven, C., Spanne, P. & Snigirev, A. X-ray imaging with submicrometer resolution employing transparent luminescent screens. *Journal of the Optical Society of America A* **15**, (1998) doi:10.1364/josaa.15.001940.
17. Touš, J., Horváth, M., Pína, L., Blažek, K. & Sopko, B. High-resolution application of YAG:Ce and LuAG:Ce imaging detectors with a CCD X-ray camera. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **591**, (2008) doi:10.1016/j.nima.2008.03.070.
18. Fella, C., Balles, A., Hanke, R., Last, A. & Zabler, S. Hybrid setup for micro- and nano-computed tomography in the hard X-ray range. *Review of Scientific Instruments* **88**, 123702 (2017) doi:10.1063/1.5011042.
19. Feser, M. *et al.* Sub-micron resolution CT for failure analysis and process development. *Measurement Science and Technology* **19**, (2008) doi:10.1088/0957-0233/19/9/094001.
20. Schmahl, G. & Rudolph, D. Lichtstarke Zonenplatten Als Abbildende Systeme Für Weiche Roentgenstrahlung. *Optik (Stuttgart)* **29**, 577–585 (1969).
21. Einstein, A. Lassen sich Brechungsexponenten der Körper für Röntgenstrahlen experimentell ermitteln? *Verhandlungen der Deutschen Physikalischen Gesellschaft*. **20**, 86 (1918).
22. Jacobsen, C., Kirz, J. & Williams, S. Resolution in soft X-ray microscopes. *Ultramicroscopy* **47**, (1992) doi:10.1016/0304-3991(92)90185-M.
23. Peters, R. *et al.* Single exposure for double-sided zone plate optics for soft and hard x-ray imaging (Conference Presentation). in *SPIE Optical Engineering + Applications* (SPIE, 2019). doi:10.1117/12.2530590.
24. Applied Nanotools. Zone-Plate Calculator. (2022).
25. Mohacsi, I. *et al.* Interlaced zone plate optics for hard X-ray imaging in the 10 nm range. *Scientific Reports* **7**, (2017) doi:10.1038/srep43624.
26. Wang, S. *et al.* A Transmission X-ray Microscope (TXM) for Non-destructive 3D Imaging of ICs at Sub-100 nm Resolution. in *ISTFA 2002: Conference Proceedings from the 28th International Symposium for Testing and Failure Analysis* vol. 60 227–233 (2002). doi:10.31399/asm.cp.istfa2002p0227.
27. ZEISS Microscopy. X-ray Nanotomography in the Laboratory with ZEISS Xradia Ultra 3D X-ray Microscopes. (2018).
28. SIGRAY. Datasheet: TriLambdaXRM-30. (2021).
29. Opolka, A. *et al.* Multi-lens array full-field X-ray microscopy. *Applied Sciences* **11**, (2021) doi:10.3390/app11167234.
30. Zabler, S. *et al.* X-ray imaging and computed tomography for engineering applications Röntgenbildgebung und Computertomografie für technische Anwendungen. *Technisches Messen* **88**, (2021) doi:10.1515/teme-2019-0151.

31. Duane, W. & Hunt, F. On X-Ray Wave-Lengths. *Physical Review, The American Physical Society* **6**, 166–172 (1915) doi:10.1103/physrev.6.166.
32. Kramers, H. A. On the theory of X-ray absorption and of the continuous X-ray spectrum. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* **46**, (1923) doi:10.1080/14786442308565244.
33. Sanchez del Rio, M. & Dejus, R. J. Status of XOP: an x-ray optics software toolkit. in *Proc. SPIE 5536, Advances in Computational Methods for X-Ray and Neutron Optics* (ed. Sanchez del Rio, M.) vol. 5536 (SPIE, 2004). doi:10.1117/12.560903.
34. Buzug, T. M. *Einführung in die Computertomographie. Einführung in die Computertomographie* (2004). doi:10.1007/978-3-642-18593-9.
35. Hounsfield, G. N. Computerized transverse axial scanning (tomography): I. Description of system. *British Journal of Radiology* **46**, (1973) doi:10.1259/0007-1285-46-552-1016.
36. Feldkamp, L. A., Davis, L. C. & Kress, J. W. Practical cone-beam algorithm. *Journal of the Optical Society of America A* **1**, (1984) doi:10.1364/josaa.1.000612.
37. Metropolis, N., Rosenbluth, A. W., Rosenbluth, M. N., Teller, A. H. & Teller, E. Equation of state calculations by fast computing machines. *The Journal of Chemical Physics* **21**, (1953) doi:10.1063/1.1699114.
38. Hayward, E. & Hubbell, J. The albedo of various materials for 1-Mev photons. *Physical Review* **93**, (1954) doi:10.1103/PhysRev.93.955.
39. Salvat, F., Fernández-Varea, J. M. & Sempau, J. PENELOPE-2008: A Code System for Monte Carlo Simulation of Electron and Photon Transport. *Workshop Proceedings Barcelona, Spain, 30 June-3 July 2008* (2008).
40. Agostinelli, S. *et al.* Geant4—a simulation toolkit. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **506**, 250–303 (2003) doi:10.1016/S0168-9002(03)01368-8.
41. Pandola, L., Andenna, C. & Caccia, B. Validation of the Geant4 simulation of bremsstrahlung from thick targets below 3 MeV. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **350**, 41–48 (2015) doi:10.1016/j.nimb.2015.03.033.
42. Salvat, F., Jablonski, A. & Powell, C. J. Elsepa - Dirac partial-wave calculation of elastic scattering of electrons and positrons by atoms, positive ions and molecules. *Computer Physics Communications* **165**, (2005) doi:10.1016/j.cpc.2004.09.006.
43. Liljequist, D. A simple calculation of inelastic mean free path and stopping power for 50 eV-50 keV electrons in solids. *Journal of Physics D: Applied Physics* **16**, (1983) doi:10.1088/0022-3727/16/8/023.
44. Sternheimer, R. M., Seltzer, S. M. & Berger, M. J. Density effect for the ionization loss of charged particles in various substances. *Physical Review B* **26**, 6067–6076 (1982) doi:10.1103/PhysRevB.26.6067.

45. Bote, D. & Salvat, F. Calculations of inner-shell ionization by electron impact with the distorted-wave and plane-wave Born approximations. *Physical Review A - Atomic, Molecular, and Optical Physics* **77**, (2008) doi:10.1103/PhysRevA.77.042701.
46. Seltzer, S. M. & Berger, M. J. Bremsstrahlung spectra from electron interactions with screened atomic nuclei and orbital electrons. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **12**, 95–134 (1985) doi:10.1016/0168-583X(85)90707-4.
47. Salvat, F., Fernández-Varea, J. M., Sempau, J. & Llovet, X. Monte Carlo simulation of bremsstrahlung emission by electrons. *Radiation Physics and Chemistry* **75**, (2006) doi:10.1016/j.radphyschem.2005.05.008.
48. Kissel, L., Quarles, C. A. & Pratt, R. H. Shape functions for atomic-field bremsstrahlung from electrons of kinetic energy 1-500 keV on selected neutral atoms $1 \leq Z \leq 92$. *Atomic Data and Nuclear Data Tables* vol. 28 (1983) doi:10.1016/0092-640X(83)90001-3.
49. Cullen, D. *et al.* *Tables and graphs of photon-interaction cross sections from 10 eV to 100 GeV derived from the LLNL Evaluated Photon Data Library (EPDL)*. (1989).
50. Cullen, D., Hubbell, J. & Kissel, L. *EPDL97: the evaluated photo data library '97 version*. (1997).
51. Sauter, F. Über den atomaren Photoeffekt in der K-Schale nach der relativistischen Wellenmechanik Diracs. *Annalen der Physik* **403**, (1931) doi:10.1002/andp.19314030406.
52. Sabbatucci, L. & Salvat, F. Theory and calculation of the atomic photoeffect. *Radiation Physics and Chemistry* **121**, (2016) doi:10.1016/j.radphyschem.2015.10.021.
53. Born, M. *Atomic Physics*. (Blackie and Son, 1969).
54. Sakurai, J. *Advanced Quantum Mechanics*. (Pearson, 1967).
55. Brusa, D., Stutz, G., Riveros, J. A., Fernández-Varea, J. M. & Salvat, F. Fast sampling algorithm for the simulation of photon Compton scattering. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **379**, (1996) doi:10.1016/0168-9002(96)00652-3.
56. Sechopoulos, I. *et al.* Monte Carlo reference data sets for imaging research: Executive summary of the report of AAPM Research Committee Task Group 195. *Medical Physics* **42**, (2015) doi:10.1118/1.4928676.
57. Omar, A., Andreo, P. & Poludniowski, G. A model for the energy and angular distribution of x rays emitted from an x-ray tube. Part I. Bremsstrahlung production. *Medical Physics* **47**, (2020) doi:10.1002/mp.14359.
58. Omar, A., Andreo, P. & Poludniowski, G. A model for the energy and angular distribution of x rays emitted from an x-ray tube. Part II. Validation of x-ray spectra from 20 to 300 kV. *Medical Physics* **47**, (2020) doi:10.1002/mp.14360.
59. MacDonald, C. *An Introduction to X-Ray Physics, Optics, and Applications*. (Princeton University Press, 2018). doi:10.1515/9781400887736-008.

60. Mills, D. M. *et al.* Report of the Working Group on Synchrotron Radiation Nomenclature – brightness, spectral brightness or brilliance? *Journal of Synchrotron Radiation* **12**, 385–385 (2005) doi:10.1107/S090904950500796X.
61. Arakengy, A. Liouville's Theorem and the Intensity of Beams. *American Journal of Physics* **25**, 519–525 (1957) doi:10.1119/1.1934540.
62. Nelson, E. A proof of Liouville's theorem. *Proceedings of the American Mathematical Society* **12**, (1961) doi:10.1090/s0002-9939-1961-0259149-4.
63. Thompson *et al.* X-Ray Data Booklet. *Lawrence Berkeley National Laboratory* (2009).
64. Mancuso, A. P. *et al.* The Single Particles, Clusters and Biomolecules and Serial Femtosecond Crystallography instrument of the European XFEL: initial installation. *Journal of Synchrotron Radiation* **26**, 660–676 (2019) doi:10.1107/S1600577519003308.
65. Emma, P. *et al.* First lasing and operation of an ångstrom-wavelength free-electron laser. *Nature Photonics* **4**, 641–647 (2010) doi:10.1038/nphoton.2010.176.
66. AMETEK. Datasheet: X123 Spectrometer. (2021).
67. DIN EN 12543, Zerstörungsfreie Prüfung - Charakterisierung von Brennflecken in Industrie-Röntgenanlagen für die zerstörungsfreie Prüfung.
68. ASTM E1165, Standard Test Method for Measurement of Focal Spots of Industrial X-Ray Tubes by Pinhole Imaging.
69. IEC 60336, Medical electrical equipment - X-ray tube assemblies for medical diagnosis - Focal spot dimensions and related characteristics.
70. Bavendiek, K., Heike, U., Ewert, U., Zscherpel, U. & Riedo, A. Effektive Brennfleck-Größen von Röntgenröhren bestimmen - neue Verfahren, Änderungen der Normen. in *DGZFP DACH-Jahrestagung* (2012).
71. Salamon, M. *et al.* Comparison of different methods for determining the size of a focal spot of microfocus X-ray tubes. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **591**, 54–58 (2008) doi:10.1016/j.nima.2008.03.023.
72. Hames, S. M., Flynn, M. J. & Reimann, D. A. Measurement of very small (1-10 micron) X-ray focal spot intensity distributions. in *IEEE Conference on Nuclear Science Symposium and Medical Imaging* vol. 60 1331–1333 (IEEE, 2013). doi:10.1109/NSSMIC.1992.301528.
73. Thomas, C., Rehm, G., Martin, I. & Bartolini, R. X-ray pinhole camera resolution and emittance measurement. *Physical Review Special Topics - Accelerators and Beams* **13**, 022805 (2010) doi:10.1103/PhysRevSTAB.13.022805.
74. Hardy, L. Beam Quality Characterisation at the ESRF. *Workshop On Accelerator Operation* (2001) doi:10.5170/CERN-2001-002.97.
75. Hara, T. *et al.* The brightest x-ray source: A very long undulator at SPring-8. *Review of Scientific Instruments* **73**, 1125–1128 (2002) doi:10.1063/1.1445866.

76. Zontone, F. *et al.* Measuring The Source Brilliance at An Undulator Beamline. in *AIP Conference Proceedings* vol. 1234 603–606 (2010). doi:10.1063/1.3463279.
77. Oh, B., Ko, J., Lee, J., Jang, G. & Shin, S. Characteristics of Photon Beam and Preservation of Coherence in Fourth-Generation Light Sources. *Applied Sciences* **11**, 11896 (2021) doi:10.3390/app112411896.
78. Fan, C. & Zhao, Z. *Synchrotron Radiation in Materials Science*. (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2018). doi:10.1002/9783527697106.
79. Smith, S. W. *The Scientist and Engineer's Guide to Digital Signal Processing*. (California Technical Pub., 1997).
80. Boreman, G. D. *Modulation Transfer Function in Optical and Electro-Optical Systems*. (SPIE, 2001). doi:10.1117/3.419857.
81. Bracewell, R. *The Fourier transform and its applications*. (McGraw Hill, 1999).
82. Florentin, J. J., Abramowitz, M. & Stegun, I. A. Handbook of Mathematical Functions. *The American Mathematical Monthly* **73**, (1966) doi:10.2307/2314682.
83. DIN EN ISO 11146, Laser und Laseranlagen - Prüfverfahren für Laserstrahlmessungen, Divergenzwinkel und Beugungsmaßzahlen.
84. Roberts, T. J. & Kaplan, D. M. G4beamline simulation program for matter-dominated beamlines. in *2007 IEEE Particle Accelerator Conference (PAC)* vol. 60 3468–3470 (IEEE, 2007). doi:10.1109/PAC.2007.44440461.
85. Excillum. Datasheet: The MetalJet technology. (2021).
86. Excillum. Datasheet: NanoTube N2 110 kV. (2020).
87. Stahlhut, P. *et al.* First results on laboratory nano-CT with a needle reflection target and an adapted toolchain. in *Developments in X-Ray Tomography X* (eds. Stock, S. R., Müller, B. & Wang, G.) vol. 9967 99670I (SPIE, 2016). doi:10.1117/12.2240561.
88. Otendal, M., Tuohimaa, T., Vogt, U. & Hertz, H. M. A 9keV electron-impact liquid-gallium-jet x-ray source. *Review of Scientific Instruments* **79**, 016102 (2008) doi:10.1063/1.2833838.
89. French, S. J., Saunders, D. J. & Ingle, G. W. The system gallium-indium. *Journal of Physical Chemistry* **42**, 265–274 (1938) doi:10.1021/j100897a011.
90. Geratherm. Material Safety Data Sheet Galinstan. (2009).
91. Wansleben, M. *et al.* Photon flux determination of a liquid-metal jet X-ray source by means of photon scattering. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry* **34**, 1497–1502 (2019) doi:10.1039/C9JA00127A.
92. Excillum. Datasheet: MetalJet D2+ 70 kV. (2021).
93. Excillum. Datasheet: MetalJet E1+ 160 kV. (2021).
94. Excillum. Datasheet: MetalJet D2+ 160 kV. (2021).

95. Skarzynski, T. Collecting data in the home laboratory: evolution of X-ray sources, detectors and working practices. *Acta Crystallographica Section D Biological Crystallography* **69**, 1283–1288 (2013) doi:10.1107/S0907444913013619.
96. Günther, B. *et al.* The versatile X-ray beamline of the Munich Compact Light Source: design, instrumentation and applications. *urn:issn:1600-5775* **27**, 1395–1414 (2020) doi:10.1107/S1600577520008309.
97. Heuse, O. Patent US2900543A: X-ray Tube. (1959).
98. Yun, W., Duewer, F. W., Feser, M., Tkachuk, A. & Seshadri, S. Patent US7443953: Structured Anode X-Ray Source for X-Ray Microscopy. (2008).
99. Grider, D. E., Wright, A. & Ausburn, P. K. Electron beam melting in microfocus X-ray tubes. *Journal of Physics D: Applied Physics* **19**, 2281–2292 (1986) doi:10.1088/0022-3727/19/12/008.
100. Flynn, M. J., Hames, S. M., Reimann, D. A. & Wilderman, S. J. Microfocus X-ray sources for 3D microtomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **353**, 312–315 (1994) doi:10.1016/0168-9002(94)91664-0.
101. Shan, J., Zhou, O. & Lu, J. Anode thermal analysis of high power microfocus CNT x-ray tubes for in vivo small animal imaging. in *Proc. of SPIE Volume 8313, Medical Imaging 2012: Physics of Medical Imaging* (eds. Pelc, N. J., Nishikawa, R. M. & Whiting, B. R.) vol. 60 8313001-8313009 (2012). doi:10.1117/12.911521.
102. Kanaya, K. & Okayama, S. Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets. *Journal of Physics D: Applied Physics* **5**, 308 (1972) doi:10.1088/0022-3727/5/1/308.
103. Zhang, X., Robinson, V. S., Raber, T. R. & Frontera, M. THERMAL analysis of high-power x-ray target: scaling effects. in *Proc. of SPIE Vol. 9590, Advances in Laboratory-based X-Ray Sources, Optics, and Applications IV* (eds. Khounsary, A. M. & MacDonald, C. A.) vol. 60 95900G1-95900G8 (2015). doi:10.1117/12.2186823.
104. Schultz, H. *Elektronenstrahlschweißen Grundlagen, Maschinen und Anwendungen*. vol. 93 (DVS Media GmbH, 2017).
105. Rogozhin, A. E. & Sidorov, F. A. E-Beam Lithography Simulation Techniques. *Russian Microelectronics* **49**, 108–122 (2020) doi:10.1134/S1063739720010096.
106. Raptis, I. Analytical evaluation of the energy deposition function in electron-beam lithography in the case of a composite substrate. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **11**, 2754 (1993) doi:10.1116/1.586596.
107. Lorimer, G. W. In the Transmission Electron Microscope; a Review. *Mineralogical Magazine* **51**, 49–60 (1987).
108. Goldstein, J. I. *et al.* *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. (Kluwer Academic / Plenum Publishers, 1983).
109. Lorimer, G. W. X-ray microanalysis in the transmission electron microscope. *Bulletin of Materials Science* **6**, 503–512 (1984) doi:10.1007/BF02744080.

110. Hren, J. J., Goldstein, J. I. & Joy, D. C. *Introduction to Analytical Electron Microscopy*. (Springer US, 1979). doi:10.1007/978-1-4757-5581-7.
111. Nachtrab, F., Ebensperger, T., Schummer, B., Sukowski, F. & Hanke, R. Laboratory X-ray microscopy with a nano-focus X-ray source. *Journal of Instrumentation* **6**, 199–203 (2011) doi:10.1088/1748-0221/6/11/C11017.
112. Nasser, M. M. Determination of Tungsten Target Parameters for Transmission X-ray Tube: A Simulation Study Using Geant4. *Nuclear Engineering and Technology* **48**, 795–798 (2016) doi:10.1016/j.net.2016.01.006.
113. Delfaure, C. *et al.* Nanofocus diamond X-ray windows: Thermal modeling of nano-sized heat source systems. *Diamond and Related Materials* **59**, 104–115 (2015) doi:10.1016/j.diamond.2015.09.015.
114. Carron, N. J. *An Introduction to the Passage of Energetic Particles through Matter*. (Taylor & Francis Ltd, 2007).
115. Shen, V.K., Siderius, D.W., Krekelberg, W.P., and H. NIST Standard Reference Simulation Website, NIST Standard Reference Database Number 173. *National Institute of Standards and Technology* (2021) doi:10.18434/T4M88Q.
116. Bethe, H. Bremsformel für Elektronen relativistischer Geschwindigkeit. *Zeitschrift für Physik* **76**, 293–299 (1932) doi:10.1007/BF01342532.
117. Pratt, R. H. *et al.* Bremsstrahlung energy spectra from electrons of kinetic energy $1 \text{ keV} \leq T_1 \leq 2000 \text{ keV}$ incident on neutral atoms $2 \leq Z \leq 92$. *Atomic Data and Nuclear Data Tables* **20**, 175–209 (1977) doi:10.1016/0092-640X(77)90045-6.
118. NIST: Description of the ESTAR database.
119. Diamond Materials GmbH. The CVD diamond booklet.
120. CODATA Value: electron mass energy equivalent in MeV. <https://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?mec2mev#mid>.
121. Tipler, P. A. & Mosca, G. *Physik*. (Springer Berlin Heidelberg, 2015). doi:10.1007/978-3-642-54166-7.
122. Georgii, H.-O. *Stochastik*. (Walter de Gruyter, 2009). doi:10.1515/9783110215274/.
123. Kotz, S., Kozubowski, T. J. & Podgórski, K. The Laplace Distribution and Generalizations. *The Laplace Distribution and Generalizations* (2001) doi:10.1007/978-1-4612-0173-1.
124. Bromiley, P. A. *Internal Report: Products and Convolutions of Gaussian Probability Density Functions*. (Imaging Science and Biomedical Engineering Division, University of Manchester, 2013).
125. Reed, W. J. The Normal-Laplace Distribution and Its Relatives. *Advances in Distribution Theory, Order Statistics, and Inference* 61–74 (2006) doi:10.1007/0-8176-4487-3_4.
126. Amini, Z. & Rabbani, H. Letter to the editor: Correction to “The Normal-Laplace distribution and its relatives”. *Communications in Statistics - Theory and Methods* **46**, 2076–2078 (2017) doi:10.1080/03610926.2015.1040510.

127. Plankensteiner, A. & Rödhammer, P. Finite Element Analysis of X-Ray Targets. in *15th International Plansee Seminar 2001* 9–22 (2001).
128. Stuppel, D. J., Kemp, V., Oldfield, M. J., Watts, J. F. & Baker, M. A. Modeling of Heat Transfer in an Aluminum X-Ray Anode Employing a Chemical Vapor Deposited Diamond Heat Spreader. *Journal of Heat Transfer* **140**, (2018) doi:10.1115/1.4040953.
129. Maugin, G. A. *The Thermomechanics Of Nonlinear Irreversible Behaviours*. (World Scientific, 1999).
130. COMSOL. Theory for the Heat Transfer Module. in *Comsol User's Guide* (2021).
131. Shabalín, I. L. Tungsten. in *Ultra-High Temperature Materials I* vol. 60 237–315 (Springer Netherlands, 2014). doi:10.1007/978-94-007-7587-9_3.
132. Savvatimskiy, A. I. Measurements of the melting point of graphite and the properties of liquid carbon (a review for 1963–2003). *Carbon* **43**, 1115–1142 (2005) doi:10.1016/J.CARBON.2004.12.027.
133. Kirkpatrick, P. & Wiedmann, L. Theoretical Continuous X-Ray Energy and Polarization. *Physical Review* **67**, 321 (1945) doi:10.1103/PhysRev.67.321.
134. Twitchen, D. J., Pickles, C. S. J., Coe, S. E., Sussmann, R. S. & Hall, C. E. Thermal conductivity measurements on CVD diamond. *Diamond and Related Materials* **10**, 731–735 (2001) doi:10.1016/S0925-9635(00)00515-X.
135. Chae, H. B., Park, K. H., Seong, D. J., Kim, J. C. & Baik, Y. J. Thermal conductivity of CVD diamond films. *International Journal of Thermophysics* **17**, 695–703 (1996) doi:10.1007/BF01441515.
136. Graebner, J. E. *et al.* Anisotropic thermal conductivity in chemical vapor deposition diamond. *Journal of Applied Physics* **71**, 5353–5356 (1992) doi:10.1063/1.350553.
137. Sukhadolau, A. V. *et al.* Thermal conductivity of CVD diamond at elevated temperatures. *Diamond and Related Materials* **14**, 589–593 (2005) doi:10.1016/j.diamond.2004.12.002.
138. Victor, A. C. Heat Capacity of Diamond at High Temperatures. *The Journal of Chemical Physics* **36**, 1903–1911 (1962) doi:10.1063/1.1701288.
139. Jacobson, P. & Stoupin, S. Thermal expansion coefficient of diamond in a wide temperature range. *Diamond and Related Materials* **97**, 107469 (2019) doi:10.1016/j.diamond.2019.107469.
140. Khmel'nitsky, R. A. & Gippius, A. A. Transformation of diamond to graphite under heat treatment at low pressure. *Phase Transitions* **87**, 175–192 (2014) doi:10.1080/01411594.2013.807429.
141. Phinney, F. S. Graphitization of diamond. *Science* **120**, 393–394 (1954) doi:10.1126/science.120.3114.393.
142. Seal, M. Graphitization and plastic deformation of diamond. *Nature* **182**, 1264–1267 (1958) doi:10.1038/1821264a0.
143. Balandin, A. A. Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials. *Nature Materials* **10**, 569–581 (2011) doi:10.1038/nmat3064.

144. Yan, X. *et al.* Graphitization of CVD diamond grain boundaries during transient heat treatment. *Diamond and Related Materials* **116**, 108433 (2021) doi:10.1016/j.diamond.2021.108433.
145. Bircher, B. A., Neuhaus, S., Küng, A. & Meli, F. Measurement of temperature induced X-ray tube transmission target displacements for dimensional computed tomography. *Precision Engineering* **72**, 409–416 (2021) doi:10.1016/j.precisioneng.2021.06.002.
146. Yan, X. *et al.* Mechanism of graphitization and optical degradation of CVD diamond films by rapid heating treatment. *Diamond and Related Materials* **73**, 39–46 (2017) doi:10.1016/j.diamond.2016.11.010.
147. DECTRIS. Datasheet: EIGER2R, The leading Hybrid Photon Counting X-ray detectors. (2021).
148. Förster, A., Brandstetter, S. & Schulze-Briese, C. Transforming X-ray detection with hybrid photon counting detectors. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* **377**, 20180241 (2019) doi:10.1098/rsta.2018.0241.
149. Zambon, P. *et al.* Spectral response characterization of CdTe sensors of different pixel size with the IBEX ASIC. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **892**, 106–113 (2018) doi:10.1016/j.nima.2018.03.006.
150. van Heel, M. & Schatz, M. Reassessing the Revolution's Resolutions. *bioRxiv* (2017) doi:10.1101/224402.
151. Image Science Software GmbH. FSC program (v. 2019-08-29).
152. Rohou, A. Fourier shell correlation criteria for local resolution estimation. *bioRxiv* (2020) doi:10.1101/2020.03.01.972067.
153. Rosenthal, P. B. & Henderson, R. Optimal determination of particle orientation, absolute hand, and contrast loss in single-particle electron cryomicroscopy. *Journal of Molecular Biology* **333**, (2003) doi:10.1016/j.jmb.2003.07.013.
154. Graetz, J., Müller, D., Balles, A. & Fella, C. Lenseless X-ray nano-tomography down to 150 nm resolution: On the quantification of modulation transfer and focal spot of the lab-based ntCT system. *Journal of Instrumentation* **16**, (2021) doi:10.1088/1748-0221/16/01/P01034.
155. Buis, C. *et al.* Effects of dislocation walls on charge carrier transport properties in CdTe single crystal. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **735**, 188–192 (2014) doi:10.1016/j.nima.2013.08.084.
156. Buis, C. *et al.* Effects of dislocation walls on image quality when using cadmium telluride X-ray detectors. *IEEE Transactions on Nuclear Science* **60**, (2013) doi:10.1109/TNS.2012.2232306.
157. Boone, M. N. *et al.* Secondary radiation in transmission-type X-ray tubes: Simulation, practical issues and solution in the context of X-ray microtomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **661**, (2012) doi:10.1016/j.nima.2011.09.046.

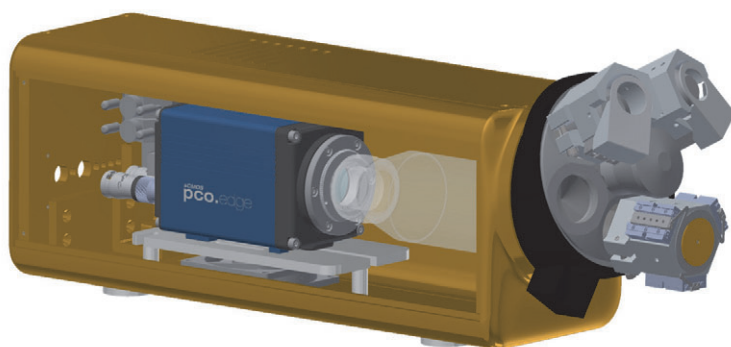
158. Ullherr, M., Zabler, S., Grätz, J. & Hanke, R. pyXIT: Python GUI Software for CT Imaging, Learning and Experimental Algorithms; Example: Multi Material Phase Retrieval. in *International Symposium on Digital Industrial Radiology and Computed Tomography – DIR2019* (2019).
159. International Commission on Radiological Protection. ICRP Publication 103: The 2007 Recommendations of the International Commission on Radiological Protection. (2007).
160. International Committee for Radiological Units. ICRU Report 39: Determination of Dose Equivalents Resulting from External Radiation Sources. (1985).
161. International Commission on Radiological Protection. ICRP Publication 74: Conversion Coefficients for use in Radiological Protection against External Radiation. (1996).
162. Aryan, P., Sampath, S. & Sohn, H. An Overview of Non-Destructive Testing Methods for Integrated Circuit Packaging Inspection. *Sensors* **18**, 1981 (2018) doi:10.3390/s18071981.
163. Gambino, J. P., Adderly, S. A. & Knickerbocker, J. U. An overview of through-silicon-via technology and manufacturing challenges. *Microelectronic Engineering* **135**, 73–106 (2015) doi:10.1016/j.mee.2014.10.019.
164. Micheloni, R., Crippa, L., Zambelli, C. & Olivo, P. Architectural and Integration Options for 3D NAND Flash Memories. *Computers* **6**, 27 (2017) doi:10.3390/computers6030027.
165. Yu, Y. Tech Brief: Memory ‘Grows Up’ with 3D NAND. (2016).
166. Tanaka, H. *et al.* Bit Cost Scalable Technology with Punch and Plug Process for Ultra High Density Flash Memory. *Digest of Technical Papers - Symposium on VLSI Technology* 14–15 (2007) doi:10.1109/VLSIT.2007.4339708.
167. Sakuma, K. *et al.* 3D chip-stacking technology with through-silicon vias and low-volume lead free interconnections. *IBM Journal of Research and Development* **52**, 611–622 (2008) doi:10.1147/JRD.2008.5388567.
168. Kong, L. W. *et al.* Measuring thermally induced void growth in conformally filled through-silicon vias (TSVs) by laboratory x-ray microscopy. in *Proc. of SPIE Vol. 8324, Metrology, Inspection, and Process Control for Microlithography XXVI* (ed. Starikov, A.) vol. 60 (2012). doi:10.1117/12.916599.
169. Sekhar, V. N., Sam Neo, Li Hong Yu, Trigg, A. D. & Kuo, C. C. Non-destructive testing of a high dense small dimension through silicon via (TSV) array structures by using 3D X-ray computed tomography method (CT scan). in *2010 12th Electronics Packaging Technology Conference* vol. 60 462–466 (IEEE, 2010). doi:10.1109/EPTC.2010.5702683.
170. Gambino, J. P., Bowe, W., Bronson, D. M. & Adderly, S. A. Imaging of through-silicon vias using X-Ray computed tomography. in *Proceedings of the 21th International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits (IPFA)* vol. 60 327–331 (IEEE, 2014). doi:10.1109/IPFA.2014.6898170.

171. Nowakowski, P., Ray, M., Fischione, P. & Sagar, J. Top-down delayering by low energy, broad-beam, argon ion milling — a solution for microelectronic device process control and failure analyses. in *2017 28th Annual SEMI Advanced Semiconductor Manufacturing Conference (ASMC)* vol. 60 95–101 (IEEE, 2017). doi:10.1109/ASMC.2017.7969206.
172. Toshiba. News Release (4 Aug, 2015): Toshiba Develops World's First 256Gb, 48-layer BiCS FLASH™.
173. COVENTOR. 3D NAND: Challenges beyond 96-Layer Memory Arrays | Coventor. <https://www.coventor.com/blog/3d-nand-challenges-beyond-96-layer-memory-arrays/> (2018).
174. Singh, H. Overcoming challenges in 3D NAND volume manufacturing. *Solid State Technology* **60**, 18–21 (2017).
175. Chen, Y. De. Advanced Patterning Techniques For 3D NAND Devices. *Semiconductor Engineering* <https://semiengineering.com/advanced-patterning-techniques-for-3d-nand-devices/> (2019).
176. Bak, S.-M., Shadiké, Z., Lin, R., Yu, X. & Yang, X.-Q. In situ/operando synchrotron-based X-ray techniques for lithium-ion battery research. *NPG Asia Materials* **10**, 563–580 (2018) doi:10.1038/s41427-018-0056-z.
177. Almar, L., Joos, J., Weber, A. & Ivers-Tiffée, E. Microstructural feature analysis of commercial Li-ion battery cathodes by focused ion beam tomography. *Journal of Power Sources* **427**, 1–14 (2019) doi:10.1016/j.jpowsour.2019.04.019.
178. Yang, Y. *et al.* Quantification of Heterogeneous Degradation in Li-Ion Batteries. *Advanced Energy Materials* **9**, 1900674 (2019) doi:10.1002/aenm.201900674.
179. Xu, R. *et al.* Heterogeneous damage in Li-ion batteries: Experimental analysis and theoretical modeling. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **129**, 160–183 (2019) doi:10.1016/j.jmps.2019.05.003.
180. KOKAM. Superior Lithium Polymer Battery (SLPB) Brochure: KOKAM Li-ion/Polymer Cell. (2021).
181. Böse, H. & Uhl, D. Dielectric elastomers with novel highly-conducting electrodes. in *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2013* 868720 (SPIE, 2013). doi:10.1117/12.2012492.
182. Yamaguchi, K., Busfield, J. J. C. & Thomas, A. G. Electrical and mechanical behavior of filled elastome. I. The effect of strain. *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics* **41**, 2079–2089 (2003) doi:10.1002/polb.10571.
183. Busfield, J. J. C., Thomas, A. G. & Yamaguchi, K. Electrical and mechanical behavior of filled rubber. III. Dynamic loading and the rate of recovery. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* **43**, 1649–1661 (2005) doi:10.1002/polb.20452.
184. Stier, S. P., Uhl, D., Löbmann, P. & Böse, H. Dynamic electro-mechanical analysis of highly conductive particle-elastomer composites. *Journal of Applied Polymer Science* **138**, (2021) doi:10.1002/app.50377.

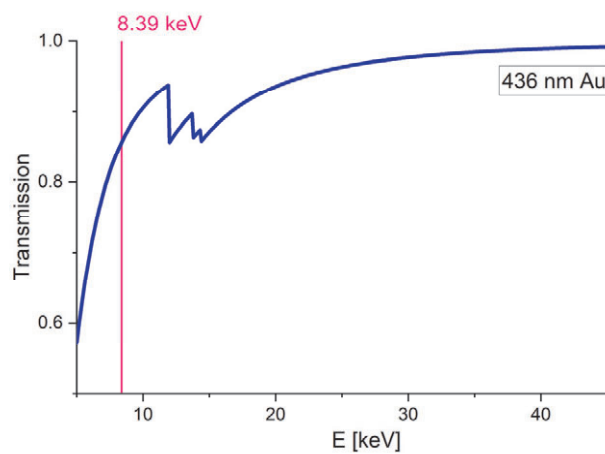
185. Eshete, D. *ON Semiconductor Significantly Expands Its Automotive Qualified Parts Portfolio for Vehicle Electrification Solutions*. <https://www.onsemi.com/> (2017).
186. Hellenthal, B. Power electronics - Key to the next level of automotive electrification. *Proceedings of the International Symposium on Power Semiconductor Devices and ICs* (2012) doi:10.1109/ISPSD.2012.6229011.
187. Hower, P. L. & Pendharkar, S. Short and long-term safe operating area considerations in LDMOS transistors. *IEEE International Reliability Physics Symposium Proceedings* 545–550 (2005) doi:10.1109/RELPHY.2005.1493145.
188. Moens, P. & Van Den Bosch, G. Characterization of total safe operating area of lateral DMOS transistors. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability* **6**, 349–357 (2006) doi:10.1109/TDMR.2006.882212.
189. Heryanto, A. *et al.* Study of stress migration and electromigration interaction in copper/low- κ interconnects. in *IEEE International Reliability Physics Symposium Proceedings* 586–590 (2010). doi:10.1109/IRPS.2010.5488767.
190. Pozzobon, F. *et al.* Reliability characterization and FEM modeling of power devices under repetitive power pulsing. in *2013 IEEE International Reliability Physics Symposium IRPS* (IEEE, 2013). doi:10.1109/IRPS.2013.6532033.
191. Smorodin, T., Wilde, J., Alpern, P. & Stecher, M. A temperature-gradient-induced failure mechanism in metallization under fast thermal cycling. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability* **8**, 590–599 (2008) doi:10.1109/TDMR.2008.2002359.
192. Ring, M., De Greve, J., Cowell, B., Moore, D. & Gambino, J. BEOL Process Development Using Fast Power Cycling on Test Structures. in *IEEE International Reliability Physics Symposium (IRPS)* vols 2019-March (2019). doi:10.1109/IRPS.2019.8720455.
193. Gambino, J. Process Technology for Copper Interconnects. *Handbook of Thin Film Deposition: Fourth Edition* 147–194 (2018) doi:10.1016/B978-0-12-812311-9.00006-2.
194. De Pestel, F. *et al.* Development of a robust 50V 0.35 μm based smart power technology using trench isolation. *IEEE International Symposium on Power Semiconductor Devices and ICs (ISPSD)* 182–185 (2003) doi:10.1109/ISPSD.2003.1225259.
195. Lienig, J. & Thiele, M. *Fundamentals of Electromigration-Aware Integrated Circuit Design. Fundamentals of Electromigration-Aware Integrated Circuit Design* (Springer International Publishing, 2018). doi:10.1007/978-3-319-73558-0.
196. Park, Y. TSB.3 (Tutorial) - Electromigration: Physics, Rule, Validation, and Relaxation. in *IEEE International Reliability Physics Symposium IRPS* (2020). doi:10.1109/IRPS45951.2020.

Anhang

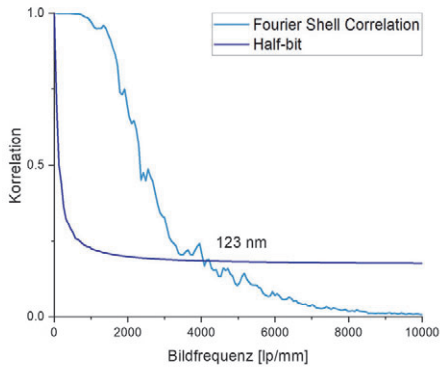
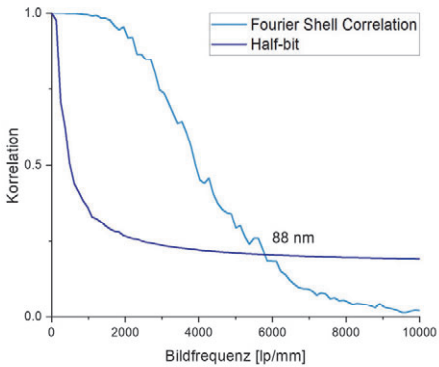
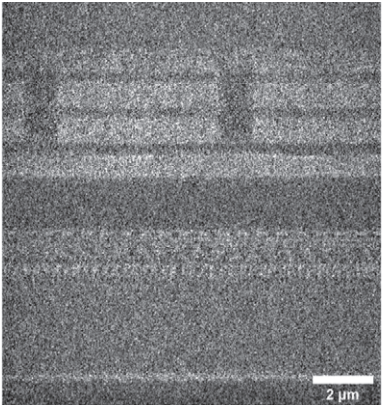
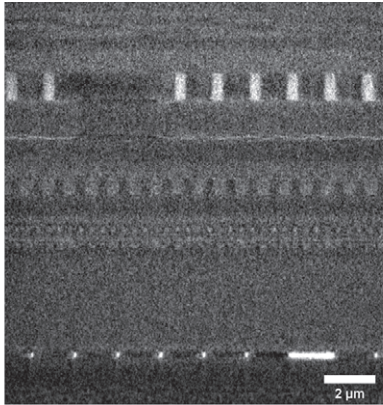
A1: Konstruktionszeichnung des hochauflösenden Röntgendetektors mit bis zu 600 nm Auflösung und automatischen Objektivwechsler zum Einstellen der Pixelgröße.



A2: Energieabhängige Transmission von Röntgenstrahlung durch 436 nm Gold.³³



A3: Die beste (links) und schlechteste (rechts) FSC aus 3D Rekonstruktionen von einer Reihe von Mikrochipmessungen an einem Zeiss Ultra 810 mit 5.4 keV und 16 nm Sampling zeigen ein realistisches Bild der erreichbaren Auflösung. (Messungen erfolgt mit freundlicher Unterstützung von Christian Thieme, Fraunhofer IMWS, Halle (Saale))



Publikationen

Im direkten Zusammenhang mit dieser Arbeit

- Müller, D.**, Fella, C., Altmann, F., Graetz, J., Balles, A., Ring, M. & Gambino, J. Characterization of electrically stressed power device metallization using Nano-CT imaging. Invited Paper, *Microelectronics Reliability* **135**, 114589 (2022) doi:10.1016/j.microrel.2022.114589.
- Werny, M., **Müller, D.**, Hendriksen, C., Chan, R., Friederichs, N., Fella, C., Meirer, F. & Weckhuysen B. Elucidating the Sectioning Fragmentation Mechanism in Silica-Supported Olefin Polymerization Catalysts with Laboratory-based X-ray and Electron Microscopy. *ChemCatChem* **14**, 21, e20220006 (2022) doi:10.1002/cctc.202200067.
- Stahmann, C., **Müller, D.**, Storevik-Tveit, E., Demuth, P., Ferreira, E., Nano-Computed Tomography as a Tool for the Morphological Characterisation and Validation of Paint Mock-ups. *International Journal of Conservation Science* **13**, pp. 1535-1552 (2022)
- Müller, D.**, Fella, C., Altmann, F., Graetz, J., Balles, A., Ring, M. & Gambino, J. Nano-CT imaging of electrically stressed power device metallization. *2021 IEEE International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits (IPFA)* 1–7 (2021) doi:10.1109/IPFA53173.2021.9617279.
- Müller, D.**, Graetz, J., Balles, A., Stier, S., Hanke, R. & Fella, C. Laboratory-based nano-computed tomography and examples of its application in the field of materials research. *Crystals* **11**, 6 (2021) doi:10.3390/cryst11060677.
- Graetz, J., **Müller, D.**, Balles, A. & Fella, C. Lenseless X-ray nano-tomography down to 150 nm resolution: On the quantification of modulation transfer and focal spot of the lab-based ntCT system. *Journal of Instrumentation* **16**, P01034 (2021) doi:10.1088/1748-0221/16/01/P01034.
- Opolka, A., **Müller, D.**, Fella, C., Balles, A., Mohr, J. & Last, A. Multi-lens array full-field X-ray microscopy. *Applied Sciences* **11**, (2021) doi:10.3390/app11167234.
- Fella, C., Dittmann, J., **Müller, D.**, Donath, T., Murer, D., Tuohimaa, T., Sofienko, A., Zabler, S. & Hanke, R. Implementation of a Computed Tomography System based on a laboratory-based nanofocus X-ray source. *Microscopy and Microanalysis* **24**, 236–237 (2018) doi:10.1017/s1431927618013521.

Weitere Publikationen

Hobisch, A., **Müller, D.**, Fischer, W., Zankel, A., Eckhart, R., Bauer, W., Zabler, S. & Spirk, S. Cobalt Ferrite Nanoparticles for Three-Dimensional Visualization of Micro- and Nanostructured Cellulose in Paper. *ACS Applied Nano Materials* **2**, (2019) doi:10.1021/acsanm.9b00718.

Balles, A., **Müller, D.**, Dittmann, J., Fella, C., Hanke, R. & Zabler, S. Computed Tomography from a Single Grating X-Ray Interferometer at a Laboratory Liquid-Metal-Jet Source. *Microscopy and Microanalysis* **24**, (2018) doi:10.1017/s1431927618013156.

Böse, H., **Müller, D.** & Ehrlich, J. Operation tools with dielectric elastomer pressure sensors. *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2017* 10163 (2017). doi:10.1117/12.2261494.

Böse, H., Ehrlich, J. & **Müller, D.** Novel operation tools with compression sensors for human-machine interfaces. *Proceedings Sensor 2017* (2017). doi:10.5162/sensor2017/d5.2.

Böse, H., Stier, S., Ehrlich, J., Thuy, M. & **Müller, D.** Patent EP3534242A1: Flexibles, tragbares Handbedienelement zur Steuerung einer elektrisch steuerbaren Vorrichtung und Verwendungen hiervon. (2018).

Danksagung

Mein Dank geht an erster Stelle an (Prof.) Randolph (Hanke). Ohne seine Bereitschaft, die Betreuung der Arbeit zu übernehmen und mir bei der Ausführung große Freiräume für kreative Lösungsansätze zu bieten, wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen. Ohne ihn würde der Lehrstuhl in der Form, wie ich ihm beigetreten bin, samt Ausstattung und Finanzierung gar nicht erst existieren. Der Lehrstuhl war nach meiner Masterarbeit meine Wunschstelle für die Promotion und ich war glücklich, dass ich diese Position auch annehmen durfte.

Weiterhin danke ich speziell Prof. Matthias Kadler und Dr. habil. Torsten Staab, die sich für die zusätzliche Betreuung dieser Arbeit bereit erklärt haben. Insbesondere möchte ich mich auch für die Diskussionen und den wissenschaftlichen Einfluss aus Ihrer externen Sicht auf das Thema bei den jährlichen Treffen bedanken.

Ich danke Prof. Simon Zabler und Prof. Peter Jakob dafür, dass sie in den Turbulenzen der Begutachtung kurzfristig eingesprungen sind und die Arbeit kritisch und fachlich fundiert bewertet haben. Das konstruktive Feedback ist in diese Überarbeitung hier wohlwollend eingeflossen. Ich danke Prof. Matthias Bode für die Übernahme des Vorsitzes meines Prüfungskomitees und zusammenfassend noch einmal allen fünf beteiligten Prüfern für die Teilnahme an meiner Verteidigung.

Mein höchster Dank gebührt dem Würzburger Nano-CT-Team aus Christian, Andreas und Jonas. Erst gemeinsam haben wir die Technik bändigen können und unseren Anlagen die Fähigkeiten gegeben, welche sie heute haben. Ohne unsere Diskussionen, das tatkräftige Anpacken wenn es darauf ankam und das gemeinsame Fluchen über Dinge, die wir nicht beeinflussen konnten, wären wir alle jetzt nicht da wo wir sind. Hervorzuheben natürlich Christian, als Gruppenleiter und in den letzten Jahren direkter Ansprechpartner für alle Fragen. (Zum Glück konnte ich dich immer davon abhalten alles anzuzünden wenn etwas nicht funktioniert hat, sonst gäbe es jetzt diese Arbeit nicht) Dieser Dank gilt auch den fleißigen HiWi's unserer Gruppe, speziell Antonia, die tatkräftig an unseren Projekten mitgewirkt haben.

Überhaupt danke ich allen am Lehrstuhl und der Fraunhofer Gruppe, die mich vor 4 Jahren so gut aufgenommen haben als ich hoch motiviert und vom Thema fasziniert aber (auch noch als nicht Physiker) nahezu ahnungslos von Röntgentechnik zu euch gekommen bin. Mit enormen Lernwillen, einem Blick von außen und überfordernder Kreativität habe ich begonnen und meinen Platz gefunden. Gerade in den ersten Monaten hatte das öfters zu Missverständnissen über Kompetenzen und Erfahrungen geführt. Doch schnell war ich angekommen und konnte mich voll mit dem Lehrstuhl und der Arbeit identifizieren.

Natürlich danke ich auch meinem langjährigen Bürokollegen Max. Wir waren in vielen Punkten, Ansichten und unseren Arbeitsgebieten so unterschiedlich, aber genau das hat unsere unzähligen Diskussionen so konstruktiv geprägt und uns weitergebracht. Dabei hatten wir im Kern oftmals die gleiche Überzeugung. Selbstverständlich danke ich auch allen anderen Kollegen, die mich immer mit Rat oder Tat unterstützt haben (in willkürlicher Reihenfolge): Britta, Alison, Bernhard,

Benedikt, Daniel, Kilian, Fabian, sowie allen Leuten, welche die Infrastruktur am Laufen gehalten haben.

Weiterhin danke ich allen Kooperationspartnern, die mir die in dieser Arbeit gezeigten Proben zu Verfügung gestellt haben und mich bei der Anfertigung der gemeinsamen Publikationen unterstützt haben.

Abschließend danke ich natürlich meiner Familie im Kleinen und Großen. Auriana für die süße, manchmal nörgelige, aber große Ablenkung wenn ich zuletzt im größten Stress war. Steffi sowieso für alles. Meinen Eltern speziell für das Rücken freihalten mit der Kleinen in den letzten Wochen und grundsätzlich für alles in meinem Leben und was ihr mir mitgegeben habt. Und natürlich meinen Vater, der mir von klein an technisches Verständnis und Interesse beigebracht und damit meinen Weg in die Naturwissenschaften erst geebnet hat.

Widmung

„ohh“
Auriana, 2022

