

Elementsensitive Bildgebung - Einsatz chromatischer Pixelarrays in Röntgen nano-CT

Dissertation zur Erlangung des
naturwissenschaftlichen Doktorgrades
der Julius-Maximilians-Universität Würzburg

vorgelegt von

Fabian Lutter

aus Coburg

Würzburg, 2022



Eingereicht am: 01.08.2022
bei der Fakultät für Physik und Astronomie

1. Gutachter: Prof. Dr. Randolph Hanke
2. Gutachter: Prof. Dr. Volker Christian Behr
der Dissertation

Vorsitzende: Prof. Dr. Johanna Erdmenger
1. Prüfer: Prof. Dr. Randolph Hanke
2. Prüfer: Prof. Dr. Volker Christian Behr
3. Prüfer: Prof. Dr. Matthias Kadler
im Promotionskolloquium

Tag des Promotionskolloquiums: 10.05.2023

Doktorurkunde ausgehändigt am:

Kurzzusammenfassung

Diese Arbeit befasst sich mit der Weiterentwicklung und Charakterisierung des XRM-II nanoCT Systems, sowie dessen Möglichkeiten zur Materialtrennung und Elementbestimmung in der nano-Computertomographie. Beim XRM-II nanoCT System handelt es sich um ein Röntgenmikroskop, welches in ein Rasterelektronenmikroskop integriert ist, und auf dem Prinzip der geometrischen Vergrößerung basiert. Neben zweidimensionalen Durchstrahlungsbildern ist dieses Mikroskop auch zur dreidimensionalen Bildgebung mittels Computertomographie fähig.

Der Ausgangspunkt für die Weiterentwicklung ist das XRM-II, mit welchem bereits Computertomographien im Nanometerbereich möglich waren. Deren Aufnahmedauer liegt zwischen 14 und 21 Tagen, was das System trotz seiner hohen Auflösung wenig praktikabel macht. Durch eine Anpassung der Blendeneinstellungen am Rasterelektronenmikroskop konnte der Strahlstrom um den Faktor 40 erhöht und damit die Aufnahmedauer auf 24 Stunden reduziert werden, wobei weiterhin eine zweidimensionale Auflösung von 167 ± 9 nm erreicht wird. Durch die Trennung von Objekt- und Targetmanipulator lassen sich beide unabhängig und genauer bewegen, wodurch es möglich ist selbst 50 nm große Strukturen abzubilden.

Die Charakterisierung erfolgt sowohl für das komplette System als auch getrennt in die entscheidenden Komponenten wie Target und Detektor. Für das Röntgentarget werden Monte-Carlo Simulationen zur Brennfleckgröße, welche entscheidend für die erreichbare Auflösung ist, durchgeführt und mit Auflösungs-tests verglichen. Der Röntgendetektor wird hinsichtlich seiner spektralen Auflösung überprüft, welche hauptsächlich vom Charge Sharing Effekt beeinflusst wird. Die Charakterisierung des Gesamtsystems erfolgt durch den Vergleich mit einer höher auflösenden Bildgebungsmethode, der FIB Tomographie. Hierbei wird die gleiche Probe, ein Bruchstück einer CPU, mit beiden Methoden unter der Voraussetzung einer ähnlichen Aufnahmezeit (24 h) untersucht. In der nano-CT kann ein 12 mal größeres Volumen analysiert werden, was jedoch eine geringere räumliche Auflösung als die FIB Tomographie mit sich bringt.

Da die spektrale Auflösung des Detektors aufgrund des Charge Sharing begrenzt ist, lassen sich nur Materialien mit einem großen Unterschied in der Ordnungszahl mittels der Energieschwellen des Detektors trennen. Jedoch kann in Verbindung mit der geeigneten Wahl des Targetmaterials der Absorptionskontrast für leichte Materialien, wie beispielsweise SiO_2 verbessert werden. Darüber hinaus ist es am XRM-II nanoCT möglich, durch das integrierte EDX-System, Elemente in der Computertomographie zu identifizieren. Dies wird anhand eines Drei-Wegekatalysators und eines NCA-Partikel gezeigt.

Abstract

The general topic of this thesis is the development and characterization of the XRM-II nanoCT system, as well as its possibilities for material separation in nano-computed tomography. The XRM-II nanoCT system is an X-ray microscope integrated into a scanning electron microscope and is based on the principle of geometric magnification. In addition to two-dimensional radiographs, this system is also capable of three-dimensional imaging by using computed tomography.

The starting point for the development is the XRM-II system, which is already capable of performing computed tomography in the nanometer range. The acquisition time is between 14 and 21 days, which is the reason why this system is impractical despite its high resolution. By adjusting the aperture settings on the scanning electron microscope, the beam current could be increased by a factor of 40, reducing the acquisition time to 24 hours, while the achievable resolution is still at 167 ± 9 nm. By separating the object and target manipulator, their movement becomes independent and more precisely, resulting in the possibility of resolving even 50 nm sized structures.

The characterization is done both for the complete system and separately for the decisive components such as target and detector. Monte Carlo simulations of the focal spot size, which is crucial for the achievable resolution, are performed for the X-ray target and are compared to resolution tests. The spectral resolution of the X-ray detector is checked, which is mainly influenced by the charge sharing effect. The complete system is characterized by the comparison of it to a higher resolving imaging method, the FIB Tomography. The exact same sample, a fragment of a CPU, is analyzed with both imaging methods under the restriction of a similar measurement time (24 h). In the nano-CT the examined volume is 12 times larger than in the FIB tomography, resulting in a lower spatial resolution.

Since the spectral resolution of the detector is mainly limited by charge sharing, only materials with a large difference in atomic number can be separated using the detector's energy thresholds. In connection with an appropriate choice of target material, the absorption contrast for light materials such as SiO_2 can be improved. Furthermore, it is possible to identify elements in the computed tomography on the XRM-II nanoCT system using the integrated EDX system. This is demonstrated on a three-way catalytic converter and on a NCA particle.

Inhaltsverzeichnis

1 Motivation	1
Grundlagen der Röntgenbildgebung	3
2 Röntgenstrahlen	5
2.1 Bremsstrahlung	5
2.2 Charakteristische Strahlung	5
2.3 Synchrotronstrahlung	6
2.4 Quellfleckgröße	6
2.4.1 Eindringtiefe	7
2.4.2 laterale Ausbreitung	8
3 Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie	11
3.1 Teilchenwechselwirkung	11
3.2 Wellencharakter	14
4 Energiesensitive photonenzählende Röntgendetektoren	19
4.1 Aufbau und Funktionsweise	19
4.2 Charge Sharing Effekt	20
4.3 Korrektur von Charge Sharing	21
5 Röntgenmikroskopie	23
5.1 geometrische Vergrößerung	23
5.2 3D Bildgebung - Computertomographie	24
5.3 Rekonstruktion	25
Weiterentwicklung und Charakterisierung des XRM-II nanoCT 27	
6 Weiterentwicklung des XRM-II Systems	29
6.1 Ausgangspunkt XRM-II	29
6.2 Aufbau und Entwicklung	31
6.3 Messzeitverkürzung	33
6.4 maximal erreichbare Auflösung	36
6.5 erste Ergebnisse des verbesserten Systems	37

7	Röntgentarget	41
7.1	Form und Material der Röntgentargets	41
7.2	Monte-Carlo Simulation zur Brennfleckgröße	44
7.3	Auflösungsvermögen	49
8	Detektorcharakterisierung	53
8.1	Verwendung von Energieschwellen	53
8.2	Detektorspektren	54
8.3	Charge Sharing	57
8.4	Folgen und Kompensation von Charge Sharing	60
9	Charakterisierung des XRM-II nanoCT Systems	63
9.1	CPU-Probe	63
9.2	Datenaufnahme und Rekonstruktion	64
9.3	Ergebnisse von nano-CT und FIB Tomographie	65
9.4	Vergleich von nano-CT mit FIB Tomographie	68
9.5	Zusammenfassung des Vergleichs	73
	Materialtrennung und Elementbestimmung	75
10	Computertomographie mit Energieschwellen	77
10.1	Verwendung von Energieschwellen bei der CT	77
10.2	3D Drucker Kupfer-Filament	77
10.2.1	Materialkontrast	78
10.2.2	Artefaktreduktion	80
10.3	Kombination mit Targetmaterial	82
11	Korrelative Mikroskopie	87
11.1	Drei-Wegekatalysator	87
11.2	NCA-Material	90
	Abschließende Diskussion	93
12	Zusammenfassung	95
13	Ausblick	97

Anhang	99
Symbolverzeichnis	101
Literaturverzeichnis	103

1 Motivation

Seit der Entdeckung der Röntgenstrahlen durch W. C. Röntgen im Jahr 1895 [68] (Nobelpreis für Physik 1901) wurden diese in vielen Bereichen eingesetzt. Vor allem im Bereich der Medizin fand diese neue Art der Strahlen schnell eine Anwendung [59]. Jedoch konnten für lange Zeit nur Durchstrahlungsbilder eines Objekts aufgenommen werden. Diese Aufnahmen stellen Projektionen dar und besitzen keine räumlichen Informationen.

Mit der Entwicklung des ersten CT-Scanners durch G. N. Hounsfield im Jahr 1972 [37], wofür er zusammen mit A. M. Cormack 1979 den Nobelpreis für Medizin erhielt, war es möglich auch räumliche Informationen mittels Röntgenstrahlung zu gewinnen. Kurz darauf fand die Computertomographie auch in der zerstörungsfreien Prüfung Verwendung, als beispielsweise Eurocopter Deutschland CT-Scanner aus der Medizin nutzte, um Materialien für Helikopterkomponenten zu überprüfen [61]. Durch die Entwicklung von CT-Systemen, die ausschließlich in der Materialprüfung eingesetzt werden, können diese an die jeweiligen Anforderungen der zu untersuchenden Objekte angepasst werden, so dass mittlerweile CT-Scanner verschiedener Größenordnungen existieren. So können beispielsweise in der XXL-CT Kraftfahrzeuge und Frachtcontainer untersucht werden [69]. Mit Makro- und Mikro-CT Systemen werden Proben von 40 cm bis zu einigen Millimetern Größe untersucht. Dabei werden Auflösungen von bis zu 1 μm erreicht [33]. Für den hochauflösenden Bereich der nano-CT existieren unterschiedliche Ansätze.

Durch den Einsatz von Fresnel'schen Zonenplatten als fokussierende Elemente lassen sich im Labor Auflösungen von bis zu 40 nm erzielen [44]. Zonenplatten erfordern jedoch aufgrund ihrer wellenlängenabhängigen Brennweite monochromatische Strahlung [14]. Mit Laborquellen, deren Brennfleckgröße im Nanometerbereich liegt, werden ohne fokussierende Elemente und mit polychromatischer Strahlung Auflösungen von unter 200 nm erreicht, wie beispielsweise am XRM-II [77] oder an der ntCT [30]. Die Probengröße der nano-CT Systeme liegt üblicherweise, bedingt durch geringe Intensität und Strahlenergie, bei unter 200 μm .

Mit polychromatischer Strahlung besteht außerdem die Möglichkeit unter Verwendung eines energieauflösenden Detektors unterschiedliche Materialien anhand ihres Absorptionsverhaltens zu trennen. Dieses Prinzip wurde im Bereich der Mikro-CT bereits erfolgreich angewendet, indem die Elemente Aluminium und Kupfer innerhalb eines Objekts identifiziert werden konnten [73]. Nach dem gleichen Prinzip könnte es möglich sein auch Materialien in der nano-CT zu unterscheiden.

Zielsetzung und Aufbau

Das Ziel dieser Arbeit ist es, ein funktionsfähiges nano-CT System, welches auf einem Rasterelektronenmikroskop beruht [77], um die Möglichkeit der elementsensitiven Bildgebung zu erweitern.

Dies erfordert zunächst eine Verbesserung des Systems, um die bisherige Aufnahmezeit verkürzen zu können. Des Weiteren müssen die einzelnen Komponenten sowie das gesamte System charakterisiert werden, um zu überprüfen, ob sich die Möglichkeit zur elementsensitiven Bildgebung bietet.

Im ersten Teil werden die Grundlagen der Röntgenbildgebung dargestellt. Dies beinhaltet die Röntgenstrahlung und deren Wechselwirkung mit Materie (Kapitel 2 & 3), die Funktionsweise von energiesensitiven photonenzählenden Detektoren (Kapitel 4) und die Prinzipien der Röntgenmikroskopie (Kapitel 5).

Die Weiterentwicklung des bestehenden nano-CT Systems XRM-II wird in Kapitel 6 beschrieben. Die Charakterisierung des neuen Systems erfolgt getrennt nach Komponenten in Kapitel 7 (Röntgentarget) und Kapitel 8 (Detektorcharakterisierung). Anschließend wird in Kapitel 9 das nano-CT System mit einer höher auflösenden Bildgebungsmethode verglichen, um dessen Leistungsfähigkeit beurteilen zu können. Die Möglichkeiten zur energiesensitiven Bildgebung durch die Verwendung der Energieschwellen des Detektors werden in Kapitel 10 dargelegt. Dabei wird unterschieden, ob lediglich die Schwellen genutzt werden oder diese mit dem Targetmaterial kombiniert werden. Durch den Einsatz zusätzlicher Detektoren, wie beispielsweise eines EDX-Systems, bietet das XRM-II nanoCT die Möglichkeit der korrelativen Mikroskopie (Kapitel 11).

Abschließend werden die gewonnenen Ergebnisse zusammengefasst (Kapitel 12) und ein Überblick über Möglichkeiten der zukünftigen Entwicklung gegeben (Kapitel 13).

Grundlagen der Röntgenbildgebung

2 Röntgenstrahlen

Röntgenstrahlung, die beispielsweise im medizinischen Bereich oder zur Materialprüfung, verwendet wird, kann mittels Röntgenröhren erzeugt werden. Die Strahlung entsteht bei der Wechselwirkung zwischen beschleunigten Elektronen und dem Anodenmaterial der Röhre. Das Röntgenspektrum setzt sich aus zwei Komponenten zusammen. Einerseits das Bremspektrum, welches durch Streuung von Elektronen im Coulombfeld eines Atom erzeugt wird und andererseits die charakteristische Strahlung. Diese entsteht durch Übergänge zwischen den Energieniveaus der Hüllenelektronen in Folge von Ionisation.

2.1 Bremsstrahlung

Bei der Bremsstrahlung handelt es sich um den kontinuierlichen Teil des Röntgenspektrums. Die beschleunigten Elektronen werden im Coulombfeld eines Atoms gebremst oder abgelenkt, wodurch sie laut der klassischen Elektrodynamik Energie in Form von Strahlung abgeben [32]. Charakteristisch für die Bremsstrahlung ist die kurzwellige Grenze. Dabei wird die gesamte kinetische Energie eines Elektrons in ein Photon umgewandelt. Mittels des Duane-Hunt-Gesetzes kann die Wellenlänge λ_{min} eines solchen Photons in Abhängigkeit der Beschleunigungsspannung U_B berechnet werden [22]:

$$\lambda_{min} = \frac{h \cdot c}{e \cdot U_B} \quad (2.1)$$

Dabei ist h das Planck'sche Wirkungsquantum, c die Vakuumlichtgeschwindigkeit und e die elektrische Ladung eines Elektrons.

2.2 Charakteristische Strahlung

Die einfallenden Elektronen können nicht nur im Coulombfeld eines Targetatoms gebremst oder abgelenkt werden, sondern dieses auch ionisieren. Das so entstandene Loch in der Elektronenhülle wird durch ein Elektron einer äußeren Schale aufgefüllt. Die dabei frei werdende Bindungsenergie wird in Form eines Photons diskreter Wellenlänge abgegeben [47]. Die Energie des Photons ist abhängig vom verwendeten Targetmaterial, weshalb diese Art der Röntgenstrahlung charakteristische Strahlung genannt wird. Die Nomenklatur der charakteristischen Übergänge folgt dabei der Siegbahn-Notation. Abhängig von der Hauptquantenzahländerung werden die Übergänge mit griechischen Buchstaben bezeichnet, während die Feinstrukturaufspaltung als Index dargestellt wird [72]. Beispielsweise bezeichnet die K_{α_1} und K_{α_2} Linie einen Übergang von der L- in die K-Schale eines Atoms.

Die Intensität der charakteristischen Linien I_i in Abhängigkeit der Beschleunigungsspannung U_B und dem Anodenstrom I_A wird durch folgende Gleichung genähert (nach [79], [90]):

$$I_i = I_A \cdot B_i (U_B - V_i)^{n_i} \quad (2.2)$$

i bezeichnet hierbei die charakteristische Linie. Bei B_i handelt es sich um eine Proportionalitätskonstante und V_i steht für das Ionisationspotential eines Elektrons der entsprechenden Schale. Der Exponent n_i liegt für L-Linien bei 1,5 und für K-Linien bei 1,67, dabei handelt es sich um empirische Werte [79].

2.3 Synchrotronstrahlung

Röntgenstrahlung lässt sich neben einer klassischen Röntgenröhre auch mittels eines Synchrotron erzeugen. Relativistische Elektronen werden von Magneten auf einer Kreisbahn gehalten und geben aufgrund der wirkenden Zentripetalbeschleunigung Energie in Form von elektromagnetischer Strahlung, der so genannten Synchrotronstrahlung, ab. Durch den Einsatz von Wigglern und Undulatoren kann dieser Effekt noch verstärkt werden. Synchrotronstrahlung ist monochromatisch und weist im Vergleich zu klassischen Röntgenröhren eine deutlich höhere Brillanz auf [1].

2.4 Quellfleckgröße

Röntgenröhren lassen sich anhand ihrer Targetgeometrie unterscheiden. Es existieren Transmissionstargets und Reflexionstargets. Ein Transmissionstarget besteht aus einer röntgenatktiven Schicht, beispielsweise einem Metall, die auf einem röntgentransparenten Material (z.B. Beryllium) aufgebracht ist. Die beschleunigten Elektronen treffen auf die aktive Schicht und die nutzbare Strahlung wird in der gleichen Richtung abgestrahlt. Bei Transmissionstargets entspricht die Größe des Elektronenbrennflecks in etwa der Größe des Röntgenbrennflecks, da die aktive Schicht so dünn gewählt ist, dass die Elektronen ihre Energie in dieser nicht vollständig abgeben können [80].

Bei einem Reflexionstarget ist die Richtung, unter der die nutzbare Strahlung emittiert wird, senkrecht zum Elektronenstrahl orientiert. Die Quellfleckgröße dieser Targets ist größer als bei Transmissionstargets, da hier die Elektronen ihre Energie vollständig im Target deponieren können. Die Quellfleckgröße ist bei Röntgenmikroskopen, die auf dem Prinzip der geometrischen Vergrößerung beruhen, entscheidend, weil diese die erreichbare Auflösung bestimmt (vgl. Kap. 5).

Da das später betrachtete Röntgenmikroskop Targets in Reflexionsgeometrie nutzt, wird die Größe des Quellflecks, die sich aus der Eindringtiefe und der lateralen Ausbreitung der Elektronen zusammensetzt, im Folgenden genauer betrachtet.

2.4.1 Eindringtiefe

Die einfachste Definition der Eindringtiefe ist der Weg S_B , den ein Elektron der Energie E_0 von seinem Eintrittspunkt im Material zu dem Punkt zurücklegt, an dem es seine gesamte Energie abgegeben hat [6]. Die Weglänge S_B kann über folgendes Integral berechnet werden:

$$S_B = \int_{E_0}^0 dE \frac{1}{dE/ds} \quad (2.3)$$

wobei die Energieabgabe im Material durch die Bethe-Formel gegeben ist:

$$-\frac{dE}{ds} [\text{keVcm}^{-1}] = 7,85 \cdot 10^4 \frac{\rho Z}{AE} \ln \left(1,165 \frac{E}{J} \right) \quad (2.4)$$

Das mittlere Ionisationspotentials J eines Atoms ist durch folgende Formel bestimmt [94]:

$$J = 9,76 \cdot Z + 58,5 \cdot Z^{-0,19} \cdot 10^3 \cong 0,0115 \cdot Z \text{ keV} \quad (2.5)$$

Hierbei steht Z für die Ordnungszahl des Elements, A für dessen Massenzahl und ρ für die Dichte. Das Integral aus Gleichung 2.3 lässt sich nicht analytisch lösen, weshalb folgende numerische Näherung verwendet wird [92], [51]:

$$S_B = \frac{15,2 \cdot A}{\rho Z^{0,7}} E_0^{1,7} \quad (2.6)$$

Die Pfadlänge S_B wird in der Literatur eher selten verwendet. Weiter verbreitet ist das Modell nach [42], wobei die Bewegung der Elektronen im Material als Kombination aus Diffusion und Streuung beschrieben wird. Die so definierte Eindringtiefe R_{KO} ist meist geringer als S_B und kann folgendermaßen berechnet werden:

$$R_{KO} = \frac{27,6 \cdot A}{\rho Z^{0,89}} E^{1,67} \quad (2.7)$$

Anhand von Gleichung 2.7 wurde für Titan, Kupfer und Wolfram die Eindringtiefe der Elektronen in Abbildung 2.1 graphisch dargestellt. Da R_{KO} sowohl von der Dichte als auch von Ordnungszahl abhängt, bedeutet dies nicht, dass allgemein schwerere Elemente eine geringere Eindringtiefe besitzen [51].

Die bisherigen Überlegungen gelten nur für einen Elektronenstrahl, der senkrecht zur Targetoberfläche orientiert ist. Für Targets, die um den Winkel φ gekippt sind, wird die Ausbreitung der Elektronen im Target asymmetrisch und die Eindringtiefe wird geringer [28]:

$$R_{KO}(\varphi) = R_{KO}(0) \cos(\varphi) \quad (2.8)$$

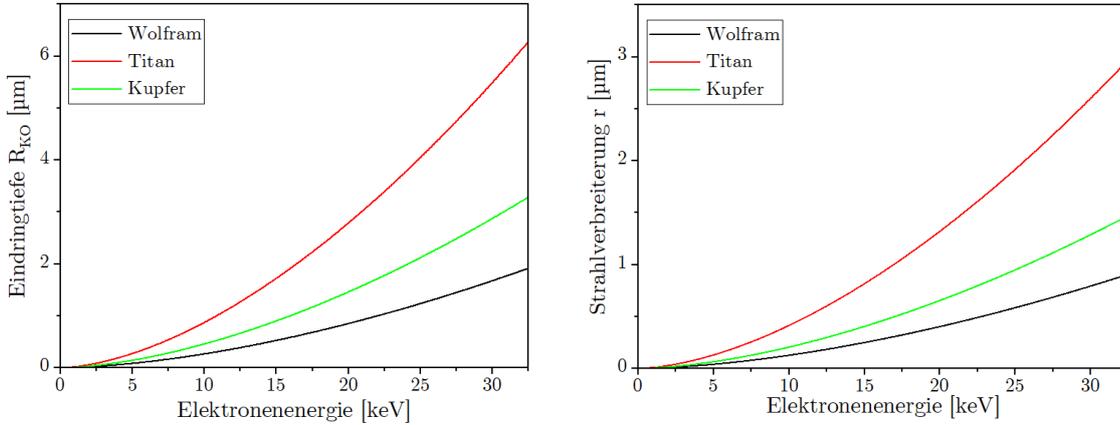


Abbildung 2.1: Eindringtiefen (links) und Strahlverbreiterung (rechts) der Elektronen in Abhängigkeit der Elektronenenergie für Titan, Kupfer und Wolfram (Daten aus [58], [31]). Die Eindringtiefe ist um den Faktor 2 größer als die Strahlverbreiterung.

Die Größe des Quellflecks wird durch das Kippen jedoch nicht beeinflusst, da die nutzbare Strahlung weiterhin senkrecht zum Elektronenstrahl emittiert wird. Die Intensität der Röntgenstrahlung steigt jedoch durch das Kippen des Targets an, da die Photonen, die im Targetinneren entstehen einen kürzeren Weg an die Oberfläche haben, womit die Eigenabsorption des Targets reduziert wird.

2.4.2 laterale Ausbreitung

Durch Streuung der Elektronen an den Atomen des Targetmaterials wird der Elektronenstrahl verbreitert. Für die laterale Ausbreitung der Elektronen existieren wie bei der Eindringtiefe verschiedene Modelle. Entscheidend für die Strahlverbreiterung im Material ist der Streuwinkel θ , welcher nach folgender Gleichung berechnet werden kann [51]:

$$\sin \theta = 0.643 \left(1 - \exp \left(-\frac{Tx/R_{KO}}{1 - x/R_{KO}} \right) \right) \quad (2.9)$$

mit $T = 2(1 + 0,817 \cdot Z^{0.667})$. Hierbei steht x für die Tiefe und R_{KO} ergibt sich aus Gleichung 2.7. Die laterale Ausbreitung r der Elektronen ergibt sich durch Integration der Abweichungen vom senkrechten Pfad durch das Material [51]:

$$r = R_{KO} \int_0^{x/R_{KO}} dx \tan(\theta, T) \quad (2.10)$$

Somit hängt die Strahlverbreiterung nur von den Materialkonstanten Z , A und ρ , der Elektronenenergie E_0 und der Tiefe x ab. Dieses Integral lässt sich jedoch nur numerisch lösen. Für die maximale Eindringtiefe R_{KO} ist die Strahlverbreiterung r gegen die Elektronenenergie in Abbildung 2.1 aufgetragen. Die Strahlverbreiterung fällt um den Faktor 2 kleiner aus als die Eindringtiefe. Deshalb genügt es für eine obere Abschätzung der Quellfleckgröße lediglich die Eindringtiefe zu betrachten. In den Modellen für die Eindringtiefe und die laterale Ausbreitung wird die Größe des Elektronenfokus als punktförmig angenommen, da jeweils einzelne Elektronen betrachtet wurden. In Monte-Carlo Simulationen zur Quellfleckgröße (vgl. Kapitel 7.2) kann auch der Strahldurchmesser berücksichtigt werden, wodurch genauere Vorhersagen möglich sind.

3 Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie

Die Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie muss sowohl im Teilchen- als auch im Wellenbild betrachtet werden. Im Teilchenmodell kann die Reduktion der Intensität beim Durchlaufen eines Mediums aufgrund verschiedener Wechselwirkungsprozesse beschrieben werden. Im Wellenmodell lassen sich Beugungseffekte erklären, die für die Entstehung von Phasenkontrast verantwortlich sind.

3.1 Teilchenwechselwirkung

Die Schwächung von Röntgenstrahlung durch ein Medium wird durch den linearen Schwächungskoeffizienten μ beschrieben. Dieser beinhaltet fünf elementare Wechselwirkungsprozesse zwischen Photonen und Materie. Diese lassen sich in Wechselwirkungen mit der Atomhülle und dem Atomkern aufteilen. Zu ersteren zählen die kohärente Streuung, der photoelektrische Effekt, die Compton-Streuung und die Paarerzeugung. Der Kernphotoeffekt tritt bei der Wechselwirkung mit dem Atomkern auf [48]. Bezogen auf ihren Schwächungskoeffizienten, lassen sich diese Wechselwirkungen in folgender Gleichung zusammenfassen:

$$\begin{aligned} \mu(E, Z, \rho) = & \mu(E, Z, \rho)_{\text{Rayleigh}} + \mu(E, Z, \rho)_{\text{Photoeffekt}} + \\ & + \mu(E, Z, \rho)_{\text{Compton}} + \mu(E, Z, \rho)_{\text{Paarerz.}} + \\ & + \mu(E, Z, \rho)_{\text{Kernphotoeffekt}} \end{aligned} \quad (3.1)$$

Die Abhängigkeit der einzelnen Prozesse von der Photonenenergie E , der Ordnungszahl Z und der Materialdichte ρ werden in den folgenden Abschnitten genauer erläutert. Die, für den Kernphotoeffekt und die Paarerzeugung notwendigen Energien, liegen im MeV-Bereich und damit deutlich über dem Energiebereich, der im weiteren Verlauf betrachtet wird. Aus diesem Grund wird von einer Erläuterung dieser Effekte abgesehen.

Kohärente Streuung

Ein einfallendes Photon tritt in Wechselwirkung mit einem Hüllenelektron eines Atoms. Dieses wird durch die Energie des Photons zu Schwingungen angeregt, wobei die Schwingungsfrequenzen der beiden übereinstimmen. Das Elektron verbleibt in der Hülle und gibt die absorbierte Energie wieder vollständig in Form eines neuen Photons ab. Die Energie des einfallenden und abgestrahlten Photons stimmen überein. Es erfolgt kein Energieübertrag auf das Atom, weshalb es sich um einen elastischen Stoßvorgang handelt [48]. Dieser Prozess wird als kohärente Streuung bezeichnet oder nach ihrem Entdecker auch Rayleigh-Streuung [97] genannt.

Ab einer Photonenenergie von 10 keV besitzt der klassische Streukoeffizient σ_{kl} folgende Abhängigkeit [48]:

$$\sigma_{kl} \propto \rho \frac{Z^{2,5}}{A \cdot E} \approx \rho \frac{Z^{1,5}}{E^2} \quad (3.2)$$

Photoelektrischer Effekt

Beim photoelektrischen Effekt wird ein Hüllenelektron eines Atoms durch ein einfallendes Photon herausgeschlagen. Das Photon wird dabei vollständig absorbiert und die Energie auf das Elektron übertragen. Die kinetische Energie des Elektrons kann mittels folgender Formel berechnet werden [25]:

$$E_{e^-,kin} = E - E_B \quad (3.3)$$

Dieser Prozess tritt nur dann auf, wenn die Photonenenergie größer als die Bindungsenergie E_B des Hüllenelektrons ist. Die Wahrscheinlichkeit für diesen Prozess wird durch den Photoabsorptionskoeffizienten τ beschrieben [48]:

$$\tau \propto \rho \frac{Z^n}{A \cdot E^3} \approx \rho \frac{Z^{n-1}}{E^3} \quad (n = 4 - 4,5) \quad (3.4)$$

Für niedrige Ordnungszahlen liegt n bei 4,5 und für große Ordnungszahlen, aufgrund der Abschirmung der Kernladung durch die inneren Hüllenelektronen, bei 4.

Compton-Effekt

Als Compton-Effekt wird die Streuung eines Photons an einem quasi-freiem Elektron bezeichnet. Hierbei wird im Gegensatz zur kohärenten Streuung ein Teil der Photonenenergie auf das Elektron übertragen [12]. Der Streuwinkel θ bestimmt dabei die Größe des Energieübertrags ΔE :

$$\Delta E = E - \frac{E}{1 + \frac{E}{m_0 c^2} (1 - \cos \theta)} \quad (3.5)$$

Hierbei steht m_0 für die Ruhemasse eines Elektrons und c für die Vakuumlichtgeschwindigkeit. Die Wechselwirkungswahrscheinlichkeit dieses Prozesses wird durch den Comptonwechselwirkungs-Koeffizienten σ_c beschrieben [48]:

$$\sigma_c \propto \rho \frac{Z}{A} \frac{1}{E^n} \quad (3.6)$$

Hierbei handelt es sich um eine empirische Formel, wobei der Parameter n zwischen 0,5 und 1 liegt.

Lambert-Beersches Schwächungsgesetz

Die zuvor beschriebenen Wechselwirkungen verringern die Intensität der Röntgenstrahlung beim Durchlaufen eines Mediums. Diese können im Schwächungskoeffizienten $\mu(E)$ zusammengefasst werden. Beim Durchgang durch ein Medium der Dicke dd erfährt ein monochromatischer Röntgenstrahl der Intensität I eine Schwächung um

$$dI = -\mu dd. \quad (3.7)$$

Durch die Integration beider Seiten ergibt sich das Lambert-Beersche Schwächungsgesetz [48]:

$$I(d) = I_0 \cdot e^{-\mu d} \quad (3.8)$$

Hierbei bezeichnet I_0 die Intensität der Strahlung vor dem Durchgang durch das Medium.

Dieses Schwächungsgesetz lässt sich auch auf polychromatische Strahlung erweitern. Dabei muss sowohl die Energieabhängigkeit von $\mu(E)$ als auch das Spektrum der Strahlung $I(E)$ berücksichtigt werden:

$$I(E, d) = \int dEI(E) = \int dEI_0(E)e^{-\mu(E)d} \quad (3.9)$$

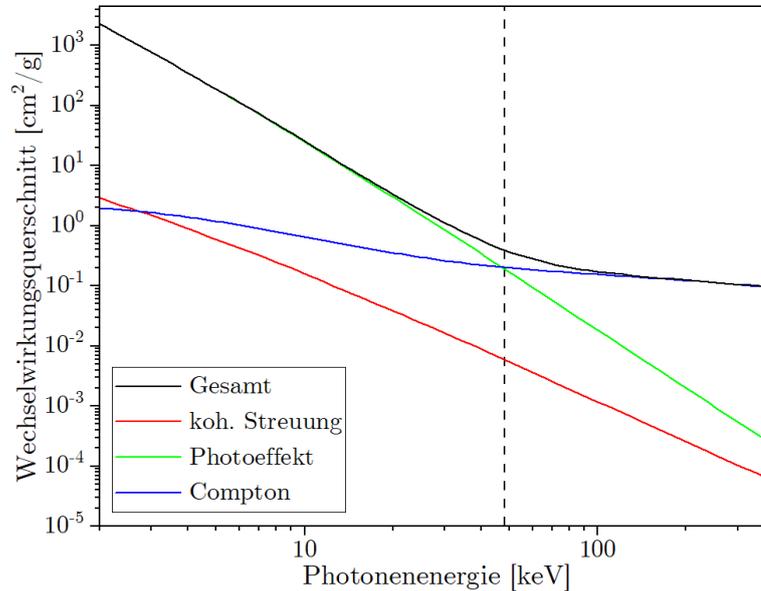


Abbildung 3.1: Wechselwirkungsquerschnitte von Photoeffekt, Compton-Streuung und kohärenter Streuung für Aluminium. Unterhalb von 48 keV dominiert der Photoeffekt, darüber die Compton-Streuung [10].

Für Aluminium ist der Schwächungskoeffizient und seine Zusammensetzung in Abbildung 3.1 dargestellt. Im Energiebereich bis 30 keV, der später ausschließlich betrachtet wird, ist der Photoeffekt dominant.

3.2 Wellencharakter

Neben der Schwächung von Röntgenstrahlung treten auch Beugungseffekte auf, welche im Teilchenbild nicht beschrieben werden können. Diese lassen sich bei der Betrachtung von Röntgenstrahlung als Wellen mit Hilfe der Fresnel-Kirchhoff'schen Beugungstheorie erklären.

Transmissionsfunktion

Der Brechungsindex $n(x,y,z)$ besteht aus einem Real- und einem Imaginärteil. Der Realteil bestimmt die Ausbreitungsgeschwindigkeit und der Imaginärteil die Absorption elektromagnetischer Wellen in einem Medium. Im Falle von Röntgenstrahlung ist der Realteil kleiner als 1, weshalb der Brechungsindex folgendermaßen definiert ist [1]:

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (3.10)$$

Die Ausbreitung einer ebenen Welle im Medium lässt sich unter Verwendung des Brechungsindex wie folgt schreiben:

$$\begin{aligned} \psi_S(x,y) &= \psi_0(x,y) \cdot e^{-\frac{2\pi}{\lambda} \int dz n(x,y,z)} \\ \psi_S(x,y) &= \psi_0(x,y) \cdot e^{i\frac{2\pi}{\lambda} \int dz \beta(x,y,z)} \cdot e^{i\frac{2\pi}{\lambda} \int dz (1-\delta(x,y,z))} \end{aligned} \quad (3.11)$$

Die ebenen Welle lässt sich in Transmissionfunktion und einfallende Welle aufteilen [14]:

$$\psi_S = \psi_0 \cdot T \quad (3.12)$$

wobei für die Transmissionsfunktion $T(x,y)$ folgendes gilt:

$$\begin{aligned} T(x,y) &= e^{B(x,y)} \cdot e^{i\Phi(x,y)} \\ B(x,y) &= \frac{2\pi}{\lambda} \int dz \beta(x,y,z) \\ \Phi(x,y) &= \frac{2\pi}{\lambda} \int dz (1 - \delta(x,y,z)) \end{aligned}$$

Beugungsintegral und Nahfeldnäherung

Bei der Beleuchtung einer beliebigen Öffnung σ in der Ebene $S(x,y)$ mit einer punktförmigen Quelle L , werden nach dem Huygens'schen Prinzip in jedem Punkt der

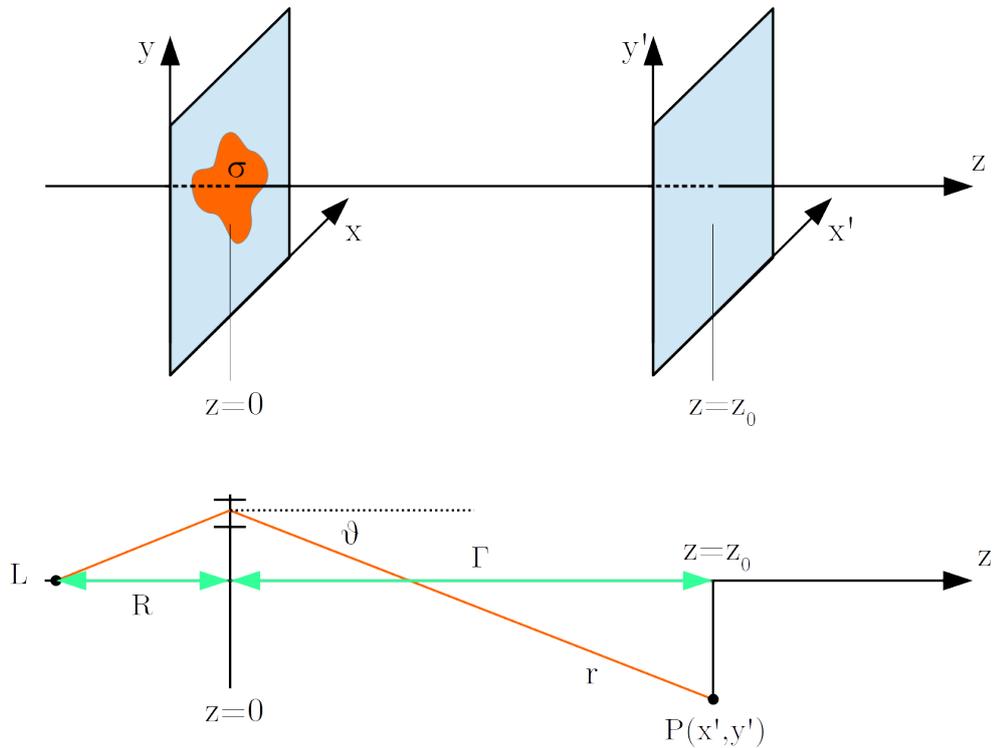


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung zum Fresnel-Kirchhoff'schen Beugungsintegral (nach [14]). Die Öffnung σ wird von der Lichtquelle L beleuchtet. Im Abstand z_0 zur Öffnung werden die Beugungserscheinungen beobachtet.

Öffnung σ Sekundärwellen abgestrahlt. Die gegenseitige Interferenz dieser Wellen führt zu Beugungseffekten. Die Intensität

$$I_P = |\psi_P|^2 \quad (3.13)$$

an einem Punkt $P(x', y')$ kann über das Fresnel-Kirchhoff'sche Beugungsintegral berechnet werden [14]:

$$\psi_P = \iint dx dy \psi_S(x, y) \frac{i \cos \vartheta}{\lambda} \frac{e^{-ikr}}{r} \quad (3.14)$$

Hierbei ist λ die Wellenlänge der einfallenden Welle und es gilt für das Flächenelement $d\sigma = dx dy$. Die Definitionen von Abstand r und Winkel ϑ ergeben sich anhand

von Abbildung 3.2:

$$\begin{aligned} r &= \sqrt{z_0^2 + (x - x')^2 + (y - y')^2} \\ \cos \vartheta &= \frac{\vec{r} \vec{e}_z}{|\vec{r}|} \end{aligned}$$

In der Fresnel- oder Nahfeldnäherung, also für große Abstände r gegenüber x und y in der Ebene der Öffnung [14], wird das Beugungsintegral zu:

$$\begin{aligned} \psi(x', y', z_0) &= i \frac{e^{ikz_0}}{\lambda z_0} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} dx dy \psi_S(x, y) \cdot \\ &\cdot \exp \left[\frac{-ik}{2z_0} \left((x - x')^2 + (y - y')^2 \right) \right] \end{aligned} \quad (3.15)$$

Hierbei handelt es sich um die Faltung zweier Funktionen, wobei die Exponentialfunktion im Doppelintegral als Fresnelpropagator P_P bezeichnet wird [36]:

$$\psi_P = e^{ikz_0} \psi * P_P \quad (3.16)$$

Da Röntgendetektoren nicht die Wellenfunktion ψ_P messen können, sondern nur deren Intensität, geht durch die Betragsbildung nach Gleichung 3.13 die Phaseninformation verloren. Des Weiteren kann bei einer Betrachtung im Vakuum ($k = \frac{2\pi}{\lambda}$) der Fresnel-Propagator zu

$$P_P = \exp \left(-i \frac{\pi}{\lambda z_0} \vec{x}^2 \right) \quad (3.17)$$

vereinfacht werden. Die Intensität, die vom Detektor registriert werden kann, ergibt sich unter Berücksichtigung der Transmissionsfunktion 3.12 zu:

$$I_P = |\psi_z|^2 = \frac{1}{\lambda^2 z_0^2} \left| \int_{\sigma} d\sigma T(\vec{x}) \psi_0 \cdot \exp \left(-i \frac{\pi}{\lambda z_0} (\vec{x} - \vec{x}')^2 \right) \right|^2 \quad (3.18)$$

Für die bisherige Betrachtung wurde angenommen, dass ψ die Form einer ebenen Welle hat. Dies entspricht einer Röntgenaufnahme mit Parallelstrahlgeometrie. Die im Weiteren betrachteten Röntgensysteme (vgl. Kapitel 5) besitzen jedoch Kugelstrahlgeometrie, um mittels geometrischer Vergrößerung eine möglichst hohe Auflösung zu erreichen. Diese Geometrie wird in dieser Betrachtung dadurch erreicht, dass vom Punkt L (vgl. Abb. 3.2) Kugelwellen ausgehen. Durch die Verwendung des Fresnel Scaling Theorems und effektiven Koordinaten lässt sich Gleichung 3.18 auf diese Strahlgeometrie anpassen [36]:

$$I_{P,Kegel} = \frac{1}{M^2} \frac{1}{\lambda^2 \Gamma_{eff}^2} \left| \int_{\sigma} d\sigma T(\vec{x}_0) \psi_0(\vec{x}_0) \cdot e^{-i \frac{2\pi}{\lambda \Gamma_{eff}} \vec{x}'_{eff} \vec{x}_0} e^{-i \frac{2\pi}{\lambda \Gamma_{eff}} \vec{x}_0^2} \right|^2 \quad (3.19)$$

Die effektiven Koordinaten sind über den Abstand von Quelle zu Objekt R und Objekt zu Detektor Γ definiert:

$$z_0 \rightarrow \Gamma_{eff} = \frac{\Gamma R}{R + \Gamma}; \quad \vec{x} \rightarrow \vec{x}' = \frac{\vec{x}}{M}; \quad \text{mit } M = \frac{R + \Gamma}{R} \quad (3.20)$$

4 Energiesensitive photonenzählende Röntgendetektoren

In der Sensorfläche von photonenzählenden Röntgendetektoren entstehen durch die auftreffende Röntgenstrahlung freie Ladungsträger. Der von den Ladungsträgern erzeugte Strompuls wird von der Ausleseelektronik mit einem vorgegebenen Schwellwert verglichen. Liegt der Wert über dem Schwellwert, wird das Ereignis gezählt. Dadurch können die Photonen auch nach ihrer Energie gefiltert werden. Da die einzelnen Detektorpixel nicht physisch von einander getrennt sind, können die freien Ladungsträger auch in benachbarte Pixel diffundieren. Dieser Effekt wird als Charge Sharing bezeichnet und beeinflusst die Energieauflösung derartiger Detektoren erheblich.

4.1 Aufbau und Funktionsweise

Energiesensitive photonenzählende Röntgendetektoren können Photonen direkt nachweisen, ohne dass diese wie bei energieintegrierenden Detektoren vorher in optische Photonen umgewandelt werden müssen. Der Aufbau eines solchen Detektors ist in Abbildung 4.1 für drei Pixel gezeigt. Der Detektor besteht prinzipiell aus zwei Komponenten, der Sensorfläche und der darunterliegenden Ausleseelektronik, welche durch Lötunkte miteinander verbunden sind.

Die Sensorschicht dieser Detektoren besteht aus einem Halbleiter wie beispielsweise Silizium oder Cadmiumtellurid (CdTe). Tritt ein Photon in Wechselwirkung mit der Sensorfläche, so entstehen dort aufgrund von Photo- und Compton Effekt freie Ladungsträger, wobei deren mittlere Anzahl N_Q von der Energie E_0 des einfallenden Elektrons abhängt [74]:

$$N_Q = \frac{E_0}{E_i} \quad (4.1)$$

Hierbei steht E_i für die Energie, die zur Erzeugung eines freien Ladungsträgers benötigt wird.

Die erzeugten Ladungsträger können wegen der, an der Sensorfläche angelegten Spannung, nicht direkt rekombinieren, sondern bewegen sich in Richtung der jeweiligen Elektroden und erzeugen dadurch einen Strompuls. In der Ausleseelektronik des Pixels wird dieser Puls mit einem festgelegten Schwellwert verglichen, wird dieser überschritten, so wird das Ereignis gezählt [91]. Durch die Verwendung des Schwellwertes kann das Elektronikrauschen derartiger Detektoren nahezu vollständig unterdrückt werden [55]. Aus diesem Grund eignen sich photonenzählende Detektoren besonders für Systeme mit einem geringen Photonenfluss.

Nach Gleichung 4.1 ist die Anzahl der erzeugten Ladungsträger proportional zur

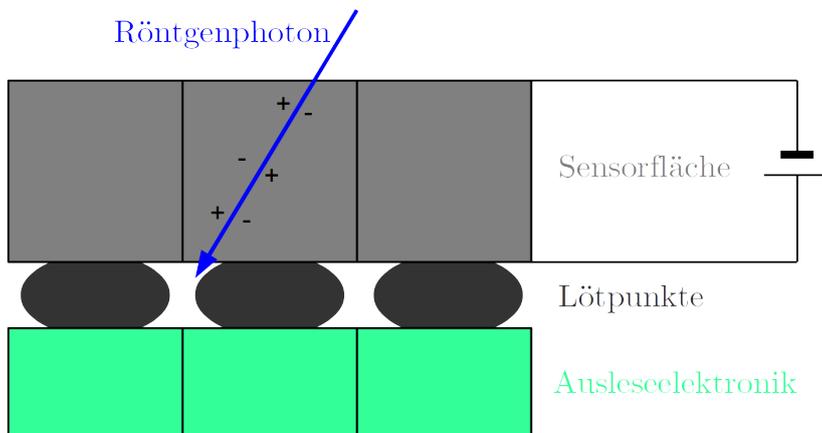


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau eines photonenzählenden Röntgendetektors; Die Sensorfläche ist über Lötunkte mit der Ausleseelektronik verbunden. Ein einfallendes Röntgenphoton erzeugt aufgrund seiner ionisierenden Wirkung in der Sensorfläche freie Ladungsträger. Diese können durch die angelegte Spannung nicht rekombinieren und bewegen sich in Richtung der jeweiligen Elektroden.

Energie des einfallenden Photons. Die Ladungsträger wiederum bestimmen die Höhe des gemessenen Strompulses, der mit dem eingestellten Schwellwert verglichen wird. Somit lassen sich mit Hilfe dieser Schranke die Photonen anhand ihrer Energie filtern.

4.2 Charge Sharing Effekt

Die Pixel der photonenzählenden Halbleiter Detektoren sind nicht physisch voneinander getrennt, sondern werden durch die hinter der Sensorfläche liegende Elektronik erzeugt [50]. Die durch ein Photon entstandenen Ladungsträger werden demnach auf ihrem Weg zu den Elektroden nicht in einem Pixel gehalten, sondern können sich auch zu benachbarten Pixeln bewegen [88]. Eine Ursache hierfür ist unter anderem, dass die Diffusion der Ladungsträger zu den Elektroden auch eine laterale Komponente besitzt [11]. Dies führt dazu, dass der gemessene Strompuls in diesem Pixel nicht mehr der Energie des ursprünglichen Photons entspricht. Es werden zusätzlich Strompulse in den benachbarten Pixeln registriert, welche wiederum Photonen zugeordnet werden, die nicht existiert haben. Dieser Effekt wird als Charge Sharing bezeichnet. Neben dem beschriebenen Diffusionsprozess, führen noch Compton-Streuung und Röntgenfluoreszenz im Sensormaterial zu Charge Sharing. Bei der Compton-Streuung im Sensor wird das ursprüngliche Photon in benachbarte

Pixel gestreut und dort detektiert. Im Falle von Röntgenfluoreszenz wird ein Atom des Sensormaterials angeregt, welches wiederum ein Photon emittiert. Dieses kann entweder den Sensor verlassen oder in benachbarten Pixeln Ladungsträger erzeugen [93].

Durch den Charge Sharing Effekt besitzen die detektierten Photonen eine zu niedrige Energie. Die fehlende Energie verteilt sich in Form von zusätzlichen Photonen auf benachbarte Pixel.

4.3 Korrektur von Charge Sharing

Da der Charge Sharing Effekt die Energieauflösung der photonenzählenden Detektoren beeinflusst, gibt es verschiedene Ansätze diesen Effekt zu korrigieren und zu kompensieren. Mögliche Korrekturen von Charge Sharing können direkt in der Ausleseelektronik des Detektors erfolgen. Beim C8P1-Algorithmus wird die Energie eines detektierten Photons mit den Energien der Photonen in den 8 benachbarten Pixeln verglichen. Die Photonenenergien werden anschließend summiert und schließlich dem Pixel zugeordnet, welches den höchsten Energiebeitrag hatte [56]. Weitere Korrekturen beruhen beispielsweise auf Mustererkennung [62] oder dem Zählen von Zwischenpixelereignissen [81].

Bei einem Detektor ohne integrierter Charge Sharing Korrektur kann zumindest die Mehrfachzählung von Photonen vermieden werden, indem die Energieschwelle auf die Hälfte der Maximalenergie des verwendeten Röntgenspektrums gesetzt wird. Dies schränkt jedoch den verwendbaren Teil des Spektrums stark ein.

5 Röntgenmikroskopie

In der Röntgenmikroskopie gibt es zwei unterschiedliche Ansätze, um kleine Strukturen vergrößert abbilden zu können. Zum einen können im Strahlengang optische Elemente, wie beispielsweise Fresnel-Zonenplatten, zur Fokussierung eingesetzt werden. Dieses Prinzip wird in [60] ausführlich beschrieben. Die zweite Möglichkeit ist die geometrische Vergrößerung. Diese entspricht dem klassischen Schattenwurf und wird im Folgenden genauer betrachtet.

5.1 geometrische Vergrößerung

Mit klassischen Röhren erzeugte Röntgenstrahlung wird kegelförmig vom Quellfenster abgestrahlt. Dadurch wird ein Objekt im Strahlengang um den Faktor M in der Detektorebene vergrößert abgebildet (vgl. Abb. 5.1). Diese Art der Röntgenmi-

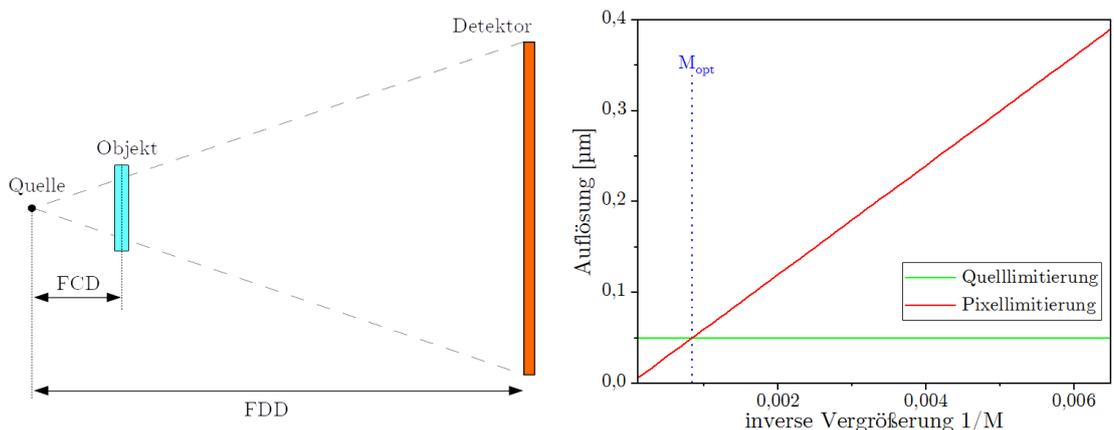


Abbildung 5.1: links: schematische Darstellung der geometrischen Vergrößerung. rechts: Limitierungen bei der geometrischen Vergrößerung durch die Pixelgröße des Detektors und die Quellgröße.

kroskopie erfordert im Gegensatz zur Verwendung optischer Elemente keine Monochromatisierung der Strahlung [60].

Die Bezeichnungen für die geometrische Vergrößerung M aus Gleichung 3.20 werden gemäß den für eine Computertomographie typischen Abständen angepasst:

$$M = \frac{FDD}{FCD} \quad (5.1)$$

Hierbei bezeichnet FDD (focus detector distance) den Abstand zwischen Quelle und Detektor und FCD (focus center distance) den Abstand zwischen Quelle und Drehzentrum des Objekts. Die so erreichbare Vergrößerung hat drei Grenzen, die

Quellgröße, die Pixelgröße des Detektors und die Intensität.
 Für eine möglichst hohe Vergrößerung kann der FDD nicht beliebig groß gewählt werden, da die Röntgenintensität mit steigendem Abstand zur Quelle sinkt [14]:

$$I(FDD) \propto I(0) \frac{1}{FDD^2} \quad (5.2)$$

Die Pixelgröße des Detektors P_D bestimmt, mit welcher effektiven Pixelgröße oder Sampling, das Objekt abgetastet wird:

$$P_E = \frac{P_D}{M} = P_D \frac{FCD}{FDD} \quad (5.3)$$

Strukturen des Objekts, die kleiner als P_E sind, können somit in der Detektorebene nicht auf mindestens P_D vergrößert werden und werden nicht abgebildet. Bei fester Vergrößerung ist die erreichbare Auflösung durch die Größe der Detektorpixel beschränkt.

Die letzte und entscheidende Limitierung ist die Größe der Quelle s . Analog zum Schattenwurf, kann ein Objekt nur dann abgebildet werden, wenn sein Kernschatten den Detektor erreicht (vgl. [52]):

$$P_E = s \left(1 - \frac{1}{M} \right) = s \frac{FDD - FCD}{FDD} \quad (5.4)$$

Aus den Limitierungen 5.3 und 5.4 lässt sich eine optimale Vergrößerung M_{opt} berechnen:

$$M_{opt} = \frac{P_D}{s} + 1 \quad (5.5)$$

In Abbildung 5.1 sind beide Auflösungsgrenzen in Abhängigkeit von $1/M$ dargestellt. Für diese Darstellung wurde eine Quellgröße von 50 nm und eine Pixelgröße von 60 μm verwendet. Im quelllimitierten Bereich ($M < M_{opt}$) verschlechtert sich die erreichbare Auflösung nur in vernachlässigbarer Größe. Da sich die Quellgröße eines solchen Röntgenmikroskops nicht exakt bestimmen lässt, ist es besser dieses immer im quelllimitierten Bereich zu betreiben. Außerdem kann nach [84] durch eine höhere Vergrößerung das SNR im Objekt verbessert werden.

5.2 3D Bildgebung - Computertomographie

Der Übergang von zweidimensionalen Aufnahmen mit einem Röntgenmikroskop hin zu dreidimensionaler Bildgebung ist in der Theorie denkbar einfach. Das Objekt muss lediglich auf einer drehbaren Achse befestigt werden. Dadurch ist es möglich Absorptionen aus unterschiedlichen Durchstrahlungsrichtungen aufzunehmen.

Dies ist das grundlegende Prinzip der Computertomographie [37]. Aus den einzelnen Durchstrahlungsbildern lässt sich dann mittels eines Rekonstruktionsverfahrens eine räumliche Verteilung des Schwächungskoeffizienten $\mu(x,y,z)$ ermitteln. Ein gängiges Rekonstruktionsverfahren ist die gefilterte Rückprojektion (FBP), welche in [8] ausführlich beschrieben wird.

5.3 Rekonstruktion

In der Computertomographie wird hauptsächlich die gefilterte Rückprojektion als Rekonstruktionsmethode eingesetzt [8]. Im hohen Auflösungsbereich unterhalb von $1\ \mu\text{m}$ beeinflusst eine geometrische Abweichungen, bedingt durch die Genauigkeit der verwendeten Komponenten, die einzelnen Projektionen. Wenn die Genauigkeit schlechter als die effektive Pixelgröße des Systems ist, führt dies zu deutlich sichtbaren Abweichungen. Beispielsweise kann bei der Objektdrehung eine Verschiebung der Rotationsachse von $1\ \mu\text{m}$ eine Verschiebung des Objekts in der Detektorebene von 20 Pixel zur Folge haben. Zusätzlich besitzt eine solche Verschiebung keine Tendenz, sondern kann zufällig von einer Projektion zur nächsten auftreten. Derartige Abweichungen lassen sich in direkten Rekonstruktionsmethoden wie der FBP nur schwer korrigieren und führen zu großen Problemen [8].

Aus diesem Grund wird beispielsweise für das verwendete Röntgenmikroskop XRM-II nanoCT ein algebraisches Rekonstruktionsverfahren eingesetzt [77]. Das verwendete Verfahren wird als „total-variation (TV) [71] regularized Simultaneous Algebraic Reconstruction Technique (SART)“ [2] bezeichnet. Bei diesem Verfahren ist es möglich zusätzlich zur Rekonstruktion des Objektvolumens eine Bewegungskorrektur durchzuführen, um geometrische Abweichungen zu korrigieren. Für die Bewegungskorrektur werden die, im Rekonstruktionsprozess erzeugten Vorwärtsprojektionen, mit den gemessenen Projektionen verglichen. Durch Korrelation der beiden Projektionen können Bewegungen des Objekts in der Detektorebene bestimmt und korrigiert werden [20], [57]. Diese Korrektur erfolgt über mehrere Iterationen mit dem Ziel die Unterschiede zwischen der Vorwärtsprojektion und den realen Daten zu minimieren. Aufgrund der kleinen Quellgröße und dem damit einhergehenden geringen Photonenfluss, wird die Rekonstruktion regularisiert, um ein homogeneres Ergebnis zu erhalten. Da in diesem Röntgenmikroskop auch Phasenkontrast auftritt [23], wird nach der Rekonstruktion ein Phasenrückgewinnungsfiler (Paganin-Filter) verwendet [63]. Durch eine abschließende Entfaltung wird die, durch den Paganin-Filter verursachte Unschärfe, kompensiert.

Eine Rekonstruktion der Daten aus dem XRM-II nanoCT dauert circa 1 bis 5 Stunden. Wobei die Dauer hauptsächlich von der Anzahl der Projektionen und der Größe der geometrischen Abweichungen abhängt.

**Weiterentwicklung und Charakterisierung
des XRM-II nanoCT**

6 Weiterentwicklung des XRM-II Systems

Das XRM System basiert wie in Kapitel 5 beschrieben auf dem Prinzip der geometrischen Vergrößerung. Im Laufe des letzten Jahrzehnts wurde es ständig weiterentwickelt und verbessert.

In den folgenden Abschnitten wird zunächst der Ausgangspunkt für den aktuellen Entwicklungsschritt dargelegt. Anschließend werden die Änderungen des XRM-II nanoCT Systems gegenüber seines Vorgängers dargestellt. Abschließend wird die maximal erreichbare Auflösung des Systems bestimmt und die ersten nano-CT Ergebnisse vorgestellt.

6.1 Ausgangspunkt XRM-II

Die Entwicklung des XRM-II begann im Jahr 2009, als eine Elektronenmikrosonde verwendet wurde, um einen möglichst kleinen Röntgenbrennfleck zu erzeugen. Mit diesem System war es möglich bis zu 500 nm kleine Quellflecke zu erzeugen und in Radiographien eine Auflösung von bis zu 240 nm zu erreichen [34].

Die Probenkammer dieser Mikrosonde wurde durch ein Transmissionstarget, welches aus einem dünnen Wolframfilm besteht, ersetzt [23]. Die Probe wurde direkt

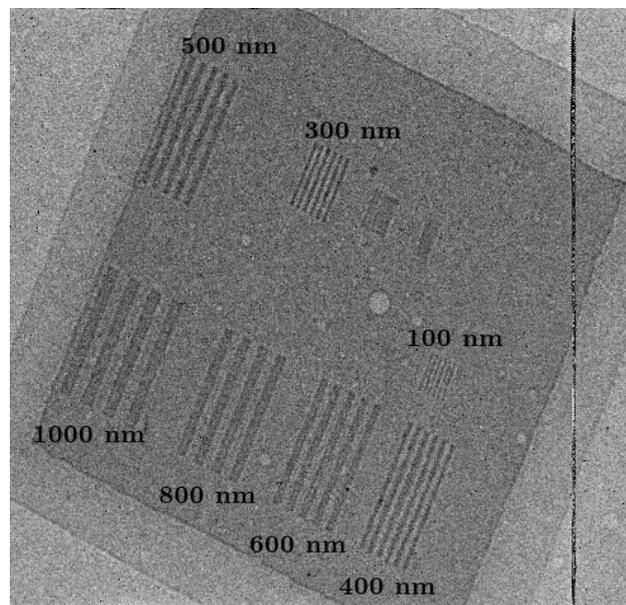


Abbildung 6.1: Auflösungstest aufgenommen mit dem XRM-II System bei einer Vergrößerung von 600 (92 nm Sampling); Das Muster mit einer Strukturgröße von 100 nm ist deutlich erkennbar. Das nächstkleinere bei 50 nm ist hingegen nicht zu erkennen [52].

hinter dem Austrittsfenster platziert und konnte mittels eines Manipulators sowohl in Strahlrichtung als auch senkrecht dazu bewegt werden. Somit war es mit diesem System (XRM-I) möglich auch 3D Bildgebung in Form von Laminographie durchzuführen [24].

Im darauffolgenden Entwicklungsschritt wurde der Aufbau des XRM-I in ein Rasterelektronenmikroskop (REM) integriert. Des Weiteren wurden die Transmissionstargets durch nadelförmige Reflexionstargets ersetzt. Diese Targets besitzen einen Spitzendurchmesser von etwa 100 nm und wurden durch elektrochemisches Ätzen hergestellt [75]. Mit diesen konnten in Radiographien Linien von 100 nm Breite abgebildet werden, was eine Auflösung von 160 nm entspricht (Abb. 6.1) [76].

Unter Verwendung eines sechssachsigen (5 Linear-, 1 Rotationsachse) Manipulators, auf dem Target und Objekt befestigt sind, war es möglich mit diesem Röntgenmikroskop auch Computertomographien durchzuführen. Der schematische Aufbau des Systems ist in Abbildung 6.2 dargestellt. Aufgrund der geringen Intensität der Röntgenquelle betrug die Aufnahmezeit einer CT zwischen 14 und 21 Tagen. Es konnte dabei im Volumen eine Auflösung von 170 – 300 nm erreicht werden [77]. Während einer Computertomographie muss in regelmäßigen Abständen der Elektronenstrahl

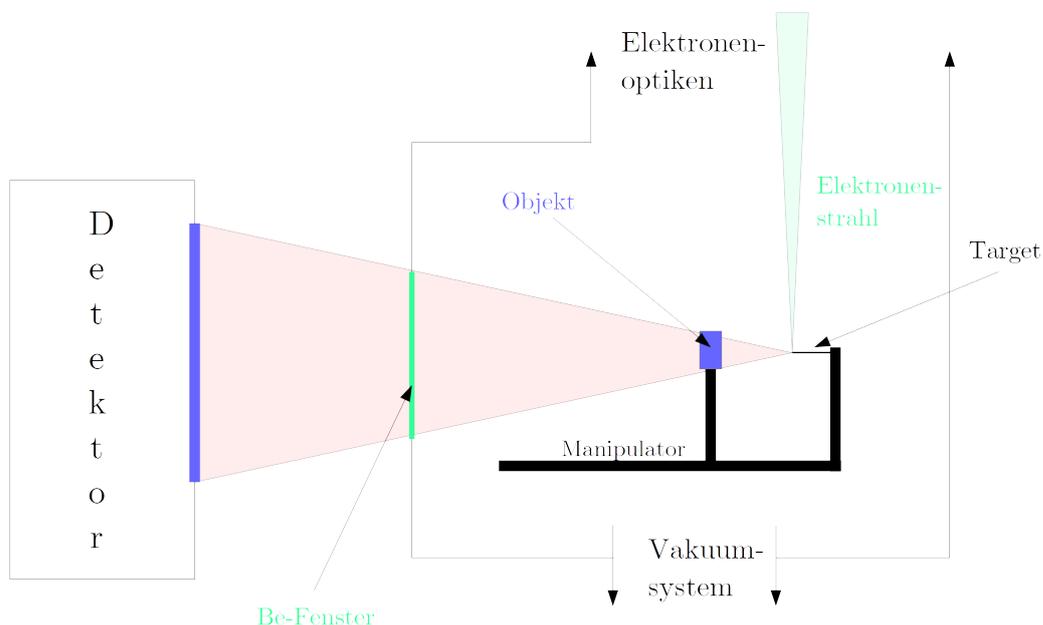


Abbildung 6.2: Schematischer Aufbau des XRM-II Systems; Target und Objekt sind auf dem selben Manipulator angebracht und es ist kein Mechanismus für den Probenwechsel vorhanden [52].

wieder auf das Target fokussiert werden, da der Strahl durch veränderliche elektrische Felder in der Probenkammer abgelenkt wird. Diese so genannte Driftkorrektur erfolgt mittels Bildkorrelation von REM-Bildern [52].

Das XRM-II war in dieser Konfiguration zwar als nano-CT System verwendbar, wies jedoch einige Probleme auf. Zu diesen zählt in erster Linie die lange Aufnahmedauer für einen Tomographiedatensatz. Die Probengeometrie und der Probenwechsel sind durch den Aufbau des Manipulators stark eingeschränkt. Die Höhe der Probe ist bis auf 0,1 mm genau vorgegeben, da das Objekt nicht getrennt vom Target in z-Richtung bewegt werden kann. Eine Abweichung von der vorgegebenen Objekthöhe führt zu einer Kippung der optischen Achse des Systems und damit zu schlechteren Rekonstruktionsergebnissen. Die Probe kann nur durch vollständiges Belüften der Probenkammer getauscht werden. Was zur Folge hat, dass nach einem Probenwechsel die Kammer wieder abgepumpt werden muss, was unter Umständen bis zu 6 Stunden dauern kann.

6.2 Aufbau und Entwicklung

Im Zuge der Weiterentwicklung des XRM-II hin zum XRM-II nanoCT System sollen die genannten Probleme beseitigt, der Funktionsumfang erweitert und die Bedienbarkeit erleichtert werden.

Um die Einschränkung der exakt definierten Probenhöhe zu beseitigen, wird der Manipulator, auf dem Target und Objekt befestigt sind, in zwei separate Manipulatoren aufgeteilt. Der Targetmanipulator besteht aus drei Linearachsen, die in x-, y- und z-Richtung bewegt werden können (vgl. Abb. 6.3). Dieser Manipulator ist so an der Innenwand der Probenkammer befestigt, dass er den vorhandenen Probenaustauschmechanismus nicht behindert. Das Objekt befindet sich auf der zum Elektronenmikroskop gehörigen Bühne, die aus drei Linear-, einer Rotations- und einer Kippachse besteht. Durch die zusätzliche z-Achse ist die Probenhöhe nun nicht mehr vorgegeben, sondern die Objektposition kann mit Hilfe dieser Achse entsprechend angepasst werden. Die Verwendung der originalen REM-Bühne bietet zudem den Vorteil eines erleichterten Probenwechsels. Es muss nun nicht mehr die komplette Probenkammer belüftet werden, um die Probe zu wechseln, sondern es kann der im Elektronenmikroskop bereits vorhandene Schleusenmechanismus verwendet werden. Dadurch ist ein Probenwechsel innerhalb von circa 20 min möglich.

In Abbildung 6.4 ist der Blick von oben auf den Aufbau in der Vakuumkammer dargestellt. Die Größen und Abstände sind typisch für eine nano-CT am XRM-II nanoCT. Der Abstand zwischen Probe und Target beträgt üblicherweise zwischen $500\ \mu\text{m}$ und $1000\ \mu\text{m}$, während der Probendurchmesser zwischen $20\ \mu\text{m}$ und $150\ \mu\text{m}$ liegt.

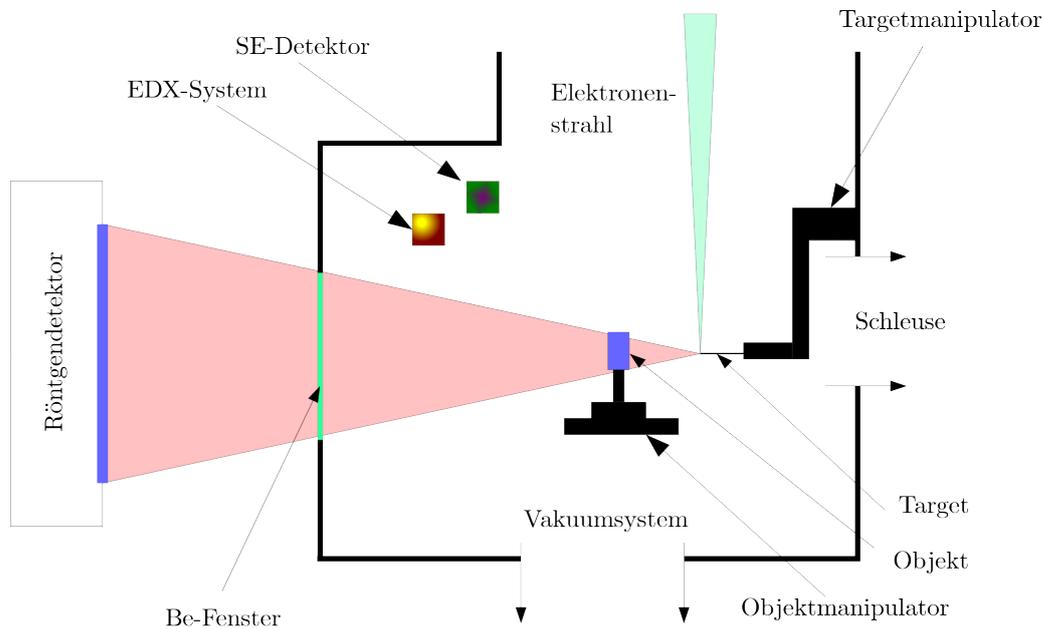


Abbildung 6.3: Schematischer Aufbau des XRM-II nanoCT Systems [53]; Target und Objekt können nun aufgrund getrennter Manipulatoren unabhängig voneinander bewegt werden. Über die Schleuse ist ein Probenwechsel ohne Belüften der Probenkammer möglich. Zusätzlich wurde ein EDX-System integriert, um die Zusammensetzung der Probe bestimmen zu können.

Die bedeutendste Einschränkung des XRM-II Systems ist die lange Aufnahmedauer einer Computertomographie zwischen 14 und 21 Tagen [77]. Diese ist bedingt durch die geringe Intensität an Röntgenstrahlung, die auf dem nadelförmigen Target entsteht. Um bei gleichem Target die Intensität zu steigern, muss entweder die Beschleunigungsspannung oder der Elektronenfluss (Strom) erhöht werden. Eine größere Beschleunigungsspannung ist aufgrund der Begrenzung von Elektronenmikroskopen auf 30 kV nicht möglich [16], [15]. Der Strom hingegen kann durch Öffnen der mechanischen und elektronischen Blenden der Elektronenoptiken am REM gesteigert werden. Der Strom wurde dadurch von 10 nA auf 400 nA erhöht, was nach Gleichung 2.1 eine Erhöhung der Intensität um den Faktor 40 zur Folge hat. Somit konnte die Aufnahmedauer auf 34 Stunden (bei 1200 Projektionen) reduziert und gleichzeitig die Intensität in den Projektionen erhöht werden. Bei gleichbleibender Intensität wäre sogar eine Verkürzung der Aufnahmedauer auf 8 Stunden möglich. Ein eventueller Einfluss des erhöhten Stroms auf die erreichbare Auflösung wird in Kapitel 6.3 genauer untersucht.

Dadurch, dass sich bei diesem Aufbau Probe und Quelle in der gleichen Vakuum-

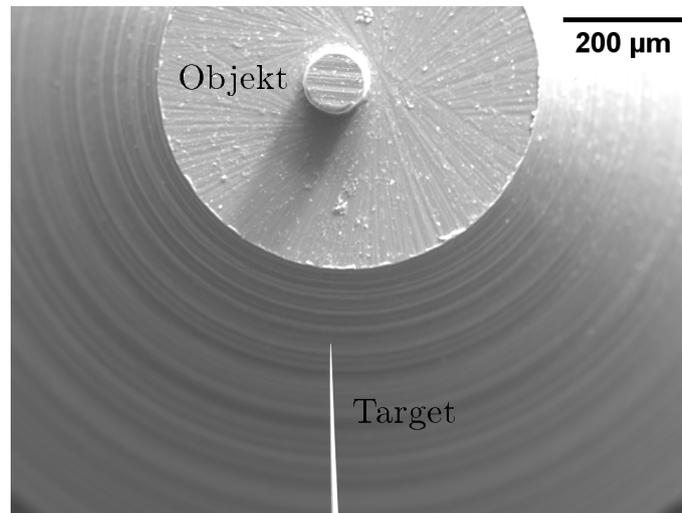


Abbildung 6.4: REM-Aufnahme einer Probe und des Targets im XRM-II nanoCT [26]; Der Elektronenstrahl wird auf die Spitze des Target, welches von unten ins Bild ragt, fokussiert. Die so erzeugte Röntgenstrahlung durchdringt das ca. 800 μm entfernte Objekt, welches einen Durchmesser von 100 μm hat.

kammer befinden, kann diese zusätzlich mit Detektoren, typisch für elektronenmikroskopische Analysen, ausgestattet werden. Für das XRM-II nanoCT wurde ein EDX-System integriert, mit welchem es möglich ist die elementare Zusammensetzung der Probe zu bestimmen. Entscheidend ist hierbei, dass diese zusätzlichen Detektoren die Funktionalität des CT-Aufbaus nicht einschränken.

Des Weiteren wurde der Messablauf optimiert und die Dauer für die Driftkorrektur reduziert, um Messzeit zu sparen. Die Benutzerfreundlichkeit von Mess- und Rekonstruktionssoftware wurde verbessert, indem die aufgenommenen Projektionen nun ohne Zwischenschritte direkt in der Rekonstruktion verwendet werden können.

6.3 Messzeitverkürzung

Eine Messzeitverkürzung von 14 bis 21 Tagen auf 34 Stunden wurde durch eine Steigerung des Elektronenstrahlstroms um den Faktor 40 erreicht. Um zu überprüfen, dass diese Intensitätssteigerung nicht zu einer Reduktion der erreichbaren Auflösung führt, wurde diese in Abhängigkeit des Strahlstroms bestimmt. Dazu wurde ein Auflösungstestmuster in Form eines Siemenssterns verwendet. Dieser besteht aus 800 nm dicken Linien mit einer kleiner werdenden Breite zwischen 610 nm und 26 nm. Die exakten Strukturgrößen der einzelnen Ringe sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Diese sind auf einer circa 1 μm dicken Siliziumnitrid Membran aufgebracht.

Mit diesem Auflösungstest wurden Radiographien mit unterschiedlichen Strahlströ-

Ringnummer	Strukturgröße
1	610 – 355 nm
2	350 – 180 nm
3	176 – 80 nm
4	75 – 50 nm
5 – 6	> 50 – 26 nm

Tabelle 1: Strukturgrößen des Auflösungs-tests.

men bei einer Belichtungszeit von 20 min und einer Pixelgröße von 97 nm aufgenommen. Die Beschleunigungsspannung betrug 30 kV und als Target wurde eine Wolframnadel verwendet.

Um die erreichbare Auflösung aus den Radiographien des Siemenssterns zu bestimmen wurden diese polar transformiert. Anhand der Linienprofile der resultierenden

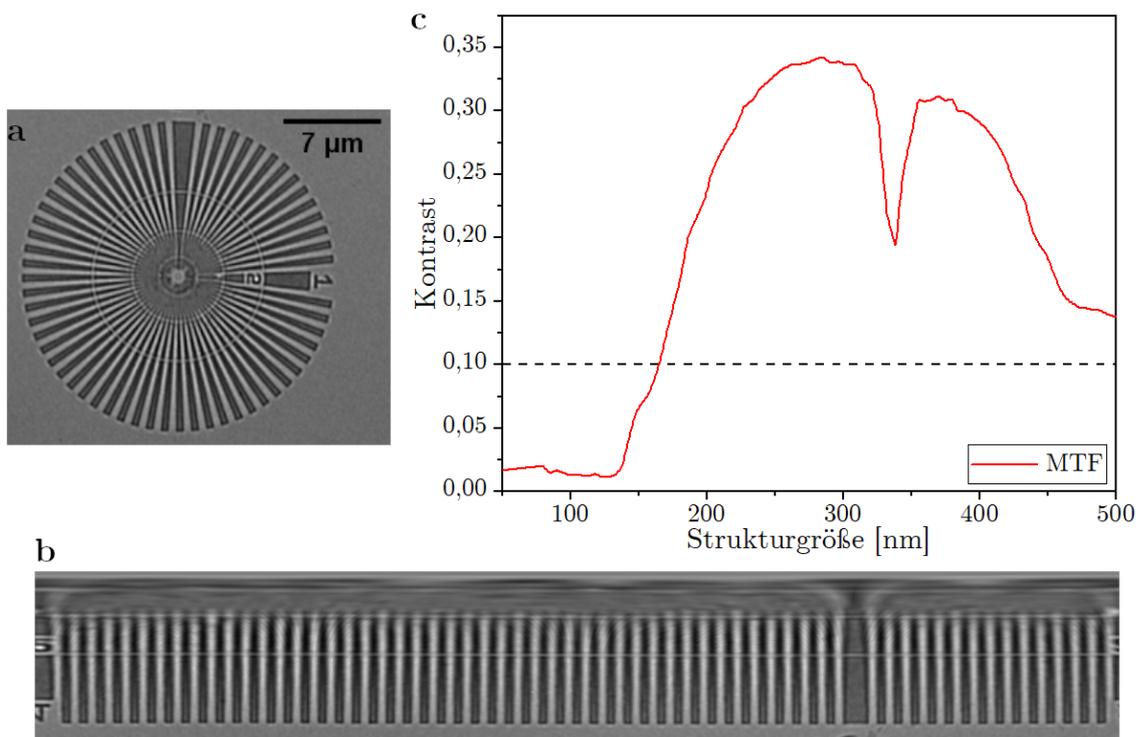


Abbildung 6.5: Siemensstern (a), polare Transformation des Siemenssterns (b) und daraus erzeugt MTF (c) für einen Strahlstrom von 386,2 nA; Die MTF fällt bei 165 nm auf 10 %. Der starke Abfall bei 350 nm entsteht aufgrund des Zwischenraums zwischen den beiden Ringen. Ab 400 nm sinkt der Kontrast wieder, was an der geringeren Dicke des Goldes bei den größeren Strukturen liegt.

Strichmuster wurde der Kontrast nach

$$Kontrast = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}} \quad (6.1)$$

bestimmt. Hierbei steht I_{max} für die Intensität eines Zwischenraums von zwei Linien und I_{min} für die Intensität einer Linie. Der Kontrast wird anhand der Position des Linienprofils im Siemensstern der Strukturgröße zugeordnet. Durch die Betrachtung aller Linienprofile des Testmusters ergibt sich die Kontrastübertragungsfunktion (MTF). Diese gibt an, welche Strukturgröße mit welchem Kontrast abgebildet wird [7]. Als Auflösungsgrenze wird die Strukturgröße definiert, welche noch mit 10% Kontrast abgebildet werden kann. Die einzelnen Schritte dieser Auswertung sind in Abb. 6.5 dargestellt. Auffällig ist, dass der Kontrast im Bereich des ersten Ringes wieder deutlich abfällt. Zum einen wird der Kontrast aufgrund von Phasenkontrast im Bereich davor erhöht. Zum anderen besitzen die breiteren Linien eine größere Transparenz, welche durch eine geringere Schichtdicke an Gold bedingt wird. Des Weiteren sind die 800 nm Gold nicht vollständig absorbierend, was für die exakte Bestimmung der MTF erforderlich wäre.

Die so bestimmten Auflösungen und Intensitäten sind für die jeweiligen Strahlströme in Abbildung 6.6 gegen einander aufgetragen. Durch die Erhöhung des Strahlstroms

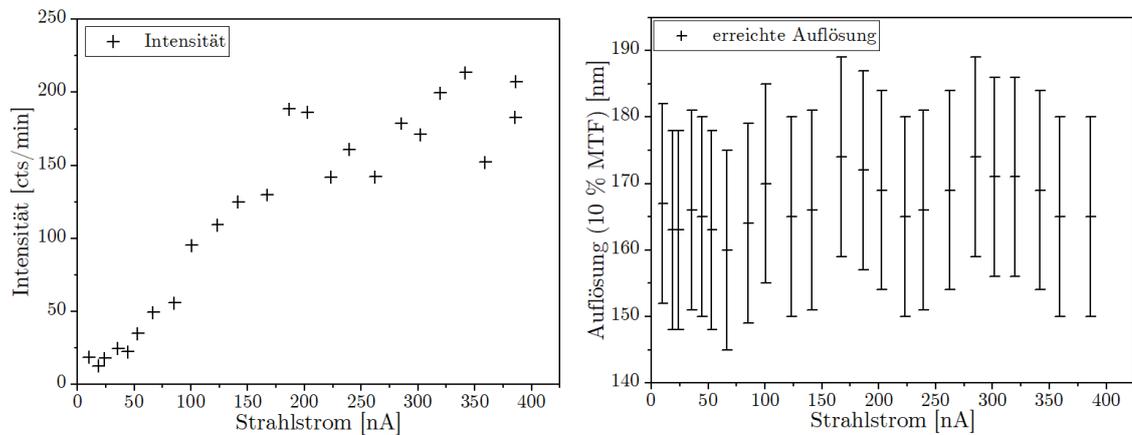


Abbildung 6.6: Intensität (links) und erreichte Auflösung (rechts) in Abhängigkeit der verwendeten Strahlströme; Durch die Erhöhung des Strahlstroms ist keine Verschlechterung in der Auflösung festzustellen.

steigt die Intensität der erzeugten Röntgenstrahlung deutlich an. Das XRM-II wurde vorher mit einem Strahlstrom von etwa 10 nA betrieben. Die Intensität sollte nach Gleichung 2.1 linear ansteigen, was auch im Bereich bis 170 nA der Fall ist. Im Bereich darüber schwankt die Intensität stark. Durch den größeren Strahlstrom

verstärken sich die elektrischen Felder, die vom Auflösungstest ausgehen und durch Aufladungseffekte entstehen. Die stärkeren Felder führen zu einer stärkeren Elektronenstrahlbewegung, wodurch dieser das Target öfters verfehlen kann und die Intensität schwankt.

Die Fehlerbalken in der Auflösung ergeben sich aus der Genauigkeit der Positionsbestimmung des jeweiligen Linienprofils im Siemensstern. Diese liegt bei 3 Pixel, was im Siemensstern wiederum 15 nm entspricht. Die erreichbare Auflösung ist im Rahmen ihres Fehlers konstant und damit unabhängig vom Strahlstrom. Diese liegt bei 167 ± 9 nm, was der in [76] nachgewiesenen Auflösung des Vorgängersystems entspricht. Folglich führt die Intensitätssteigerung der Röntgenstrahlung und der damit verbundenen Messzeitverkürzung nicht zu einer Verschlechterung der erreichbaren Auflösung. Die mit dem größeren Strahlstrom zusammenhängenden Intensitätsschwankungen spielen für die Computertomographie keine Rolle. In der CT sind die Proben im Gegensatz zum Auflösungstest leitfähig und deutlich kleiner. Der gesamte Auflösungstest hat eine Breite von mehr als 1 cm, während der übliche Probendurchmesser $150 \mu\text{m}$ oder weniger beträgt.

6.4 maximal erreichbare Auflösung

Durch die Trennung von Target und Objektmanipulator, lassen sich beide einfacher und genauer positionieren. Aus diesem Grund lässt sich die maximal erreichbare Auflösung des XRM-II nanoCT mit Hilfe des Auflösungstestmusters (Siemensstern) vermessen. Hierfür wird der Siemensstern so nah vor dem Nadeltarget positioniert, dass die resultierende Pixelgröße in der Radiographie deutlich kleiner als der Durch-

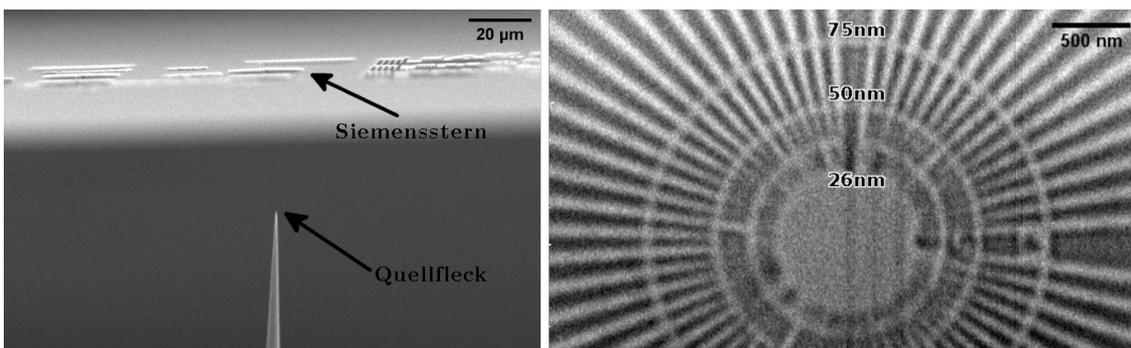


Abbildung 6.7: links: Elektronenbild des Setups unter dem der Auflösungstest durchgeführt wurde. Der Abstand zwischen Quellfleck und Siemensstern beträgt $41 \mu\text{m}$. rechts: Auflösungstest bei einer Vergrößerung von $10300 \times / 5,8 \text{ nm}$ Pixelgröße bei einer Belichtungszeit von 120 min. Es lassen sich Details bis zu einer Größe von 50 nm deutlich unterscheiden, während noch kleinere Strukturen nur schwer zu erkennen sind [54].

messer der Nadelspitze, und damit der Quellgröße, ausfällt. In Abb. 6.7 sind Auflösungstest und Target in einem REM-Bild zu sehen. Der Abstand der beiden zu einander beträgt $41 \mu\text{m}$. Dies entspricht einer Vergrößerung von $10300\times$ bzw. einem Sampling von $5,8 \text{ nm}$. Aufgrund des geringen Abstandes wurde der Strahlstrom auf ein zwanzigstel seines üblichen Wertes reduziert, um Schäden am Testmuster zu vermeiden. Die Belichtungszeit für die Radiographie beträgt 120 min , um trotz der geringen Intensität ein ausreichendes Signal-zu-Rausch Verhältnis (SNR) zu erhalten. In der Radiographie (Abb. 6.7) wurden nur die kleinsten Strukturen abgebildet, da das Sichtfeld bei einer derartig starken Vergrößerung auf $6 \mu\text{m}$ begrenzt ist. Die Linien mit einer Breite von 50 nm sind deutlich zu erkennen. Außerdem zeigen die Linien des 4. Ringes keine richtungsabhängige Unschärfe, demnach gibt es keinen Unterschied zwischen horizontaler und vertikaler Auflösung. Kleinere Strukturen im 5. Ring sind nur sehr schwer zu erkennen. Nach der empirischen Relation $\text{FWHM} \sim 1,6 \cdot R_{\text{Linienpaar}}$ liegt die 2D Auflösung bei 80 nm FWHM [54].

6.5 erste Ergebnisse des verbesserten Systems

Um die Leistungsfähigkeit des XRM-II nanoCT Systems besser mit seinem Vorgängermodell vergleichen zu können, wurde als Probe ein Objekt gewählt, welches bereits mit dem XRM-II untersucht worden war. Hierbei handelt es sich um eine Le-

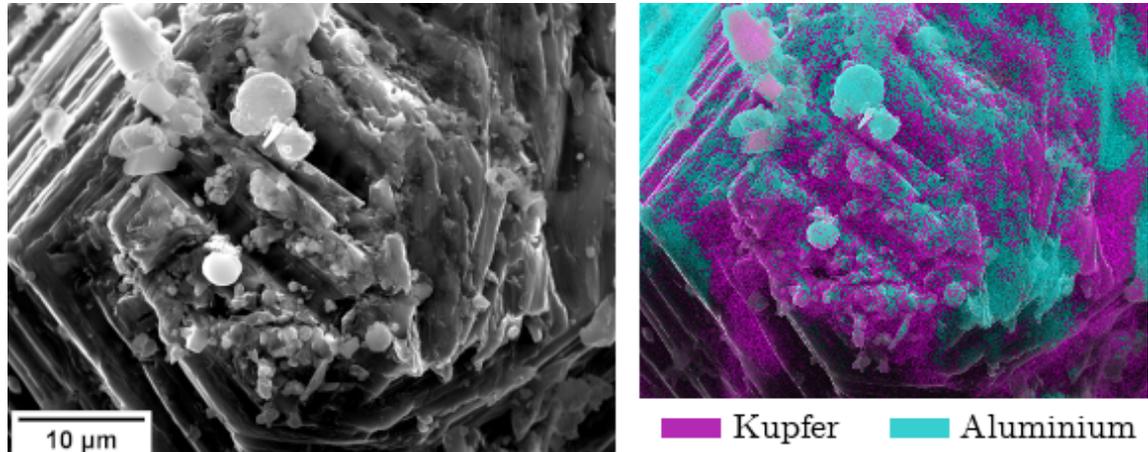


Abbildung 6.8: REM-Bild (links) und EDX-Karte (rechts) der AlCu29-Legierung; Im REM-Bild sind Spuren der Probenpräparation in Form von Riefen und Resten von Sandpapierkörnern zu erkennen. Auf der EDX-Karte werden Bereiche aus Aluminium in türkis und Bereiche aus Kupfer in violett dargestellt. Die hellen Partikel auf der Probenoberfläche wurden vom EDX-System als Silizium identifiziert, sind jedoch nicht mit eingefärbt. Der dunkle Bereich links unten wird durch die konische Form der Probe vom EDX-Detektor abgeschirmt [53].

gierung bestehend aus Aluminium und Kupfer (AlCu29) [77]. Diese bietet darüber hinaus den Vorteil, dass sich die interne Struktur dieser Legierung mit dem System auflösen lässt und sich die beiden vorhandenen Metalle anhand des Absorptionskontrasts gut unterscheiden lassen.

Das XRM-II nanoCT erfordert, wie das XRM-II auch, einen maximalen Proben-durchmesser von $100\ \mu\text{m}$ oder kleiner. Mit Hilfe von feinem Sandpapier wurde ein Teil der Legierung in eine konische Form gebracht, so dass diese im Bereich der Spitze den passenden Durchmesser aufweist. Eine Elektronenbildaufnahme der präparierten Probe ist in Abbildung 6.8 zu sehen. Die hellen Partikel und Riefen an der Probenoberfläche stammen von der Probenpräparation mit dem Sandpapier. Die beiden Metalle lassen sich aufgrund der sehr rauen Oberfläche im Elektronenbild kaum unterscheiden. In der EDX-Karte der Probe hingegen können die Metalle aufgrund ihrer unterschiedlichen charakteristischen Linien getrennt werden. Es ist zu erkennen, dass an der Spitze der Probe Aluminium und Kupfer etwa gleichmäßig vorhanden sind, während sich an den Flanken der Probe große Bereiche von Aluminium zeigen.

Für die Untersuchung der Probe im nano-CT Modus, wurden bei einer Vergrößerung von 585 (94 nm Pixelgröße) 1000 Projektionen mit einer Belichtungszeit von 100 s aufgenommen. Die gesamte Aufnahmedauer für diese Computertomographie beträgt damit circa 24 Stunden. In Abbildung 6.9 sind Schnittbilder des rekonstruierten und des Paganin gefilterten Volumens gezeigt.

In der Rekonstruktion sind die $20 - 30\ \mu\text{m}$ großen Aluminiumpartikel, die bereits im EDX an den Flanken sichtbar waren, deutlich zu erkennen. Zwischen diesen befindet sich eine eutektische Al-Al₂Cu Phase mit einer Periodizität von circa $1\ \mu\text{m}$. An der Spitze der Probe ist eine etwa $5\ \mu\text{m}$ große Kugel, bei der es sich laut EDX um *SiO*₂ handelt. Die, durch die Präparation mit Sandpapier bedingte, raue Oberfläche ist an den Seiten gut zu erkennen [53].

Die Auflösung der nano-CT wird wie in [77] anhand der eutektischen Mikrostruktur ermittelt. Dazu wird der FWHM (full-width-half-maximum) der Ableitung eines Linienprofils bestimmt. Die in Abbildung 6.9 dargestellten Graphen entsprechen den Linienprofilen der grün markierten Strecken in den Schnittbildern. Für das ungefilterte Volumen ergibt sich eine Linienverbreiterung zwischen 1,5 und 2,7 Pixel, was einer Auflösung von $135 - 255\ \text{nm}$ entspricht. Im Falle des Paganin-gefilterten Volumens zeigt sich eine stärkere Linienverbreiterung zwischen 3 und 4 Pixel. Die Auflösung für dieses Volumen liegt bei $270 - 360\ \text{nm}$. Letzteres liefert einen besseren Kontrast, während das ungefilterte Volumen eine bessere Auflösung besitzt.

In der nano-CT des gleichen Probensystems, die mit dem XRM-II durchgeführt wurde [77], zeigt sich im ungefilterten Volumen eine nahezu identische Linienverbreiterung zwischen 1,5 und 2,5 Pixel. Im Paganin-gefilterten Volumen fällt die Li-

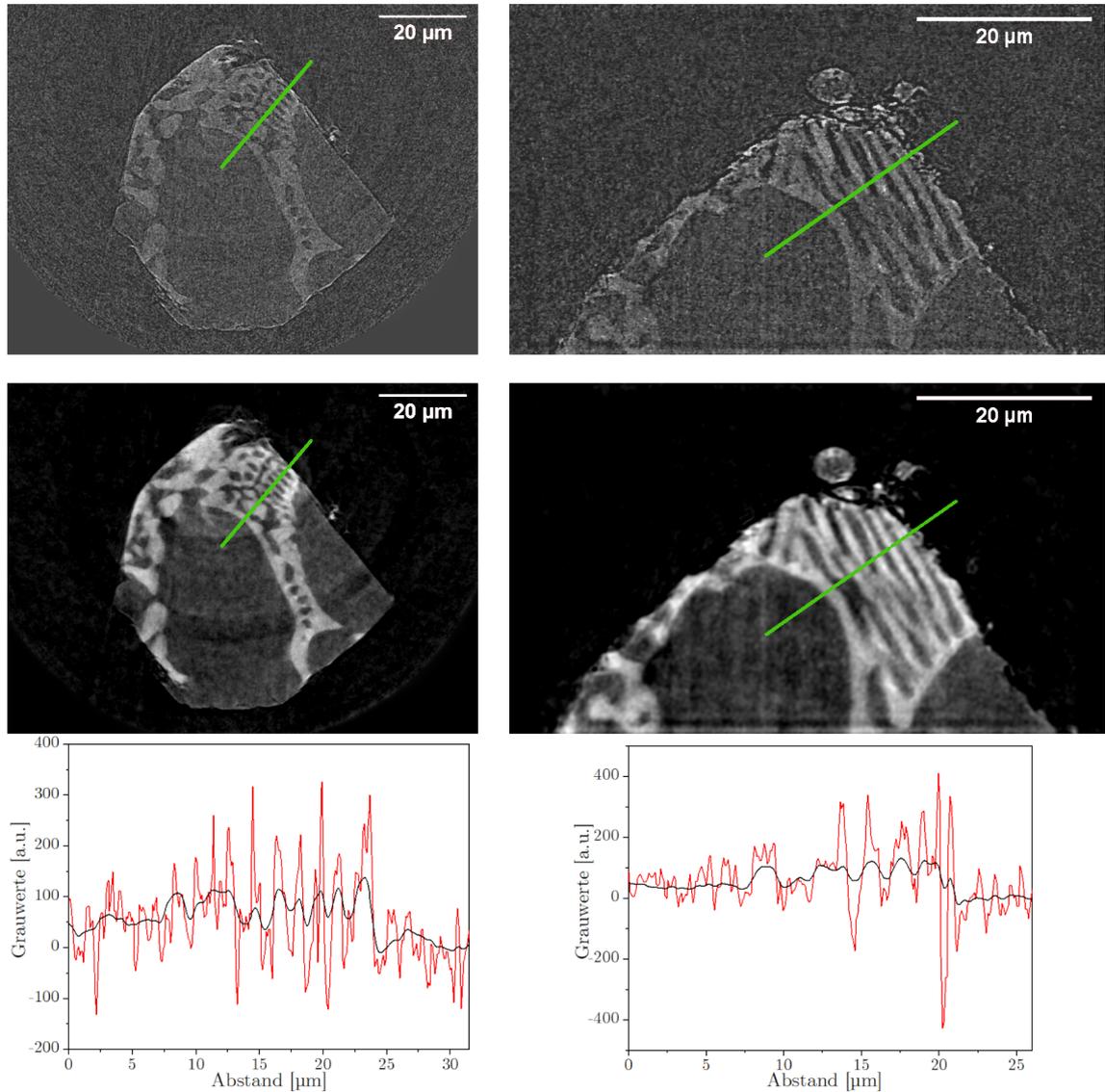


Abbildung 6.9: Schnittbilder des rekonstruierten Volumens der AlCu₂₉ Legierung; In der oberen Zeile sind die ungefilterten Schnitte und in der mittleren Zeile die, mit einem Paganin-Filter gefalteten Schnitte abgebildet. Die Linienprofile entlang der grünen Strecken sind in der unteren Zeile dargestellt. In diesen zeigen sich die Phasenüberschwinger des ungefilterten Volumens (rote Kurve) gegenüber den Gedämpften im gefilterten Volumen (schwarze Kurve).

nienverbreiterung des Scans mit dem XRM-II nanoCT um 0,5 Pixel größer aus. Dies könnte an einer zu starken Anwendung des Phasenfilters liegen. Die Auflösung im Volumen fällt beim Scan mit dem neueren System etwas besser aus, da die Voxelgröße nur 94 nm anstelle von 115 nm beträgt.

Mit dem XRM-II nanoCT können demnach Computertomographien durchgeführt werden, die eine vergleichbare Auflösung wie das Vorgängermodell besitzen, wobei die Aufnahmedauer einer CT um etwa den Faktor 15 verkürzt ist. Des Weiteren konnte die Benutzerfreundlichkeit verbessert und der Funktionsumfang um ein EDX-System erweitert werden.

7 Röntgentarget

Am XRM-II nanoCT können Folien und nadelförmige Targets zur Erzeugung von Röntgenstrahlung verwendet werden. In diesem Kapitel werden beide Targetformen und mögliche Materialien anhand von EDX-Spektren vorgestellt. Für Wolfram und Titan wird die Brennfleckgröße mittels Monte-Carlo Simulation bestimmt und anschließend experimentell mittels Auflösungstests überprüft.

7.1 Form und Material der Röntgentargets

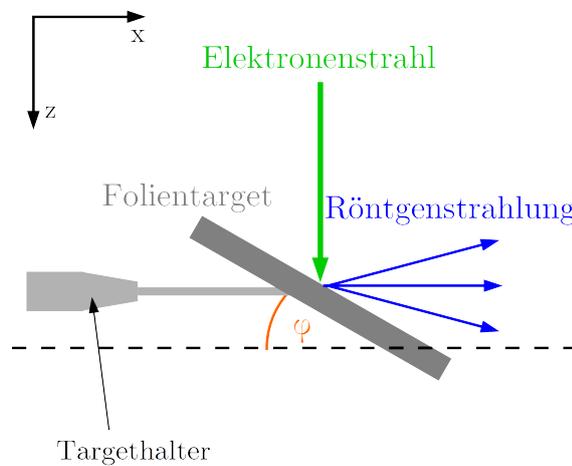


Abbildung 7.1: Schematische Darstellung des Folientargets; Die Metallfolie ist mittels Kohlenstoffklebers am Targethalter befestigt. Das Target ist um den Winkel φ gegen die Horizontale geneigt.

Im XRM-II nanoCT System können zwei verschiedene Targetformen verwendet werden. Zum einen Stücke oder Folien aus Metallen, die als Folientargets bezeichnet werden und zum anderen Targets in Form einer Nadel. Folientargets können prinzipiell jede beliebige Form haben, solange ihre Oberfläche keine großen Unebenheiten besitzt. Das Metall darf außerdem durch den Energieeintrag der auftreffenden Elektronen nicht schmelzen. In Abbildung 7.1 ist ein solches Target schematisch dargestellt. Nadeltargets hingegen haben die definierte Form einer Nadel mit einem Spitzendurchmesser von unter 100 nm. Derartige Targets werden vornehmlich aus Wolfram gefertigt. Wolfram besitzt den höchsten Schmelzpunkt aller Metalle [35] und hat im Bereich zwischen 5 keV und 30 keV seine charakteristischen Linien [82]. Derartig kleine Nadeln lassen sich mittels elektrochemischen Ätzens produzieren [9]. Diese müssen für das XRM-II nanoCT System jedoch nicht eigens hergestellt

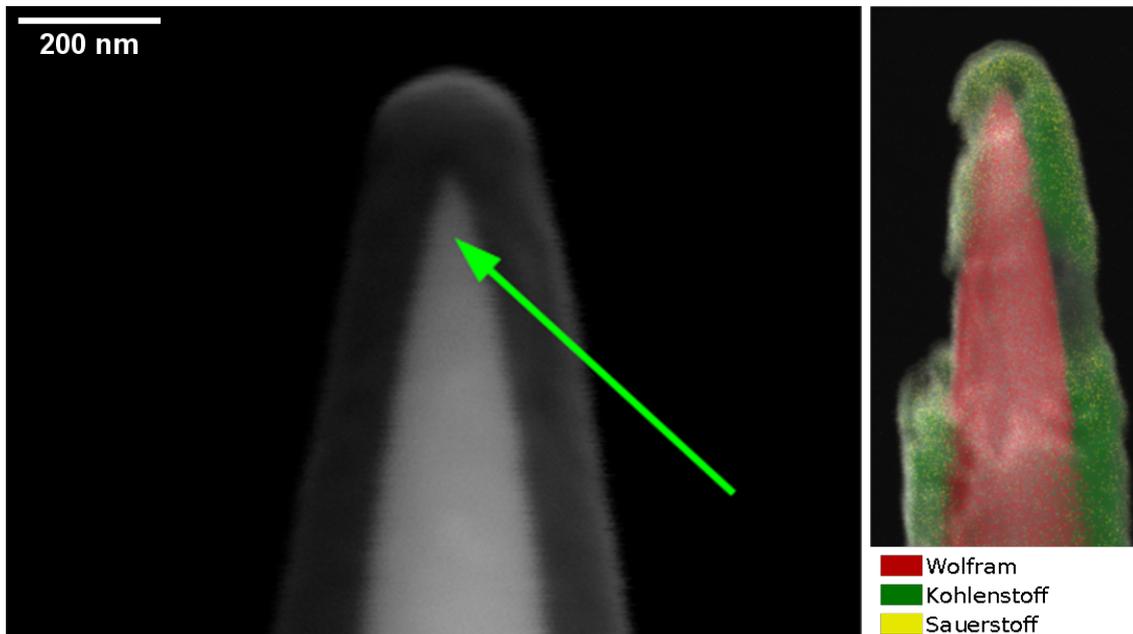


Abbildung 7.2: Verwendetes Röntgentarget aus Wolfram im XRM-II nanoCT (links) und zugehörige EDX-Karte (rechts); Der Elektronenstrahl wird auf die Spitze der Nadel fokussiert (grüner Pfeil). Die Schicht, die das Target umgibt, besteht aus organischen Ablagerungen, welche keinen Einfluss auf die Röntgenbildgebung haben.

werden, sondern finden bereits in der Elektronenmikroskopie als „nanoprobes“ Verwendung. Mit diesen lassen sich beispielsweise wenige μm große Proben aufnehmen und bewegen [64].

In Abbildung 7.2 ist das Elektronenbild eines Nadeltargets dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass der Durchmesser an der Spitze des Nadeltargets deutlich unter 100 nm liegt. Der Elektronenstrahl wird für die Erzeugung des Röntgenbrennflecks nicht exakt auf die Spitze des Targets fokussiert, sondern auf einen Punkt, der etwas weiter hinten liegt (grüner Pfeil). Der Grund hierfür ist, dass bei einer geringfügigen Elektronenstrahldrift der Strahl nicht sofort das Target verfehlt und keine Röntgenstrahlung mehr erzeugt wird. Mit dem hier abgebildeten Target wurden bereits mehrere Computertomographien durchgeführt, weshalb eine circa 100 nm dicke Schicht das Target umgibt. Wie die Elementverteilung des EDX zeigt, besteht diese aus Kohlenstoff und Sauerstoff. Dabei handelt es sich um organische Ablagerungen, die sich durch Wechselwirkung der auftreffenden Elektronen mit organischen Molekülen an der Oberfläche des Targets bilden [38]. Diese Ablagerungen können sich auch während einer CT bilden, was die Korrektur der Elektronenstrahlposition erschwert. Die erreichbare Auflösung des Systems wird durch die Ablagerungen jedoch nicht

Metall	Linie	Energie [keV]
Titan	$Ti - K_\alpha$	4,511
	$Ti - K_\beta$	4,932
Kupfer	$Cu - K_\alpha$	8,048
	$Cu - K_\beta$	8,905
Wolfram	$W - L_1$	7,387
	$W - L_\alpha$	8,398
	$W - L_\beta$	9,672
	$W - L_\gamma$	9,962
Molybdän	$Mo - K_\alpha$	17,479
	$Mo - K_\alpha$	19,608

Tabelle 2: Übersicht der charakteristischen Linien der verwendeten Metalle; Daten aus [82].

beeinflusst.

An Folientargets bestehen keine Anforderungen außer der Wärmebeständigkeit, somit können die Targetmaterialien abhängig von ihren charakteristischen Linien passend zur Beschleunigungsspannung ausgewählt werden. Die Metalle Titan, Kupfer, Wolfram und Molybdän decken den Bereich zwischen 3 keV und 20 keV relativ gut ab. Linien über 20 keV lassen sich aufgrund der limitierten Beschleunigungsspannung des Elektronenmikroskops nur mit sehr geringer Intensität anregen (vgl. Gleichung 2.2). Die Energien der charakteristischen Linien der verwendeten Metalle sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Röntgenspektren dieser Materialien wurden mit dem integrierten EDX-System aufgenommen. Da dieses jedoch das Spektrum in der Probenkammer und nicht am Detektor misst, muss das EDX-Spektrum noch mit den Absorptionskoeffizienten des 250 μm dicken Beryllium-Fensters multipliziert werden. Beide Spektren sind für die 4 Targetmaterialien in Abbildung 7.3 dargestellt. Durch das Berylliumfenster werden Energien unterhalb von 4 keV stark geschwächt, weshalb Titan die niedrigsten verwendbaren charakteristischen Linien dieser vier Metalle besitzt. Die Linien von Molybdän besitzen aufgrund ihrer hohen Energie im Vergleich zu denen der anderen drei Metalle eine deutlich geringere Intensität. Bislang wurden am XRM-II nur Targets aus Wolfram eingesetzt [77], da diese in Nadelform vorliegen und unter hohen Temperaturen stabil sind. Aus den hier gezeigten vier Metallen wäre es denkbar zusätzlich zu Wolfram auch Titan zu nutzen, da es aufgrund seiner niederenergetischeren Linien für schwach absorbierende Materialien einen besseren Kontrast liefern könnte.

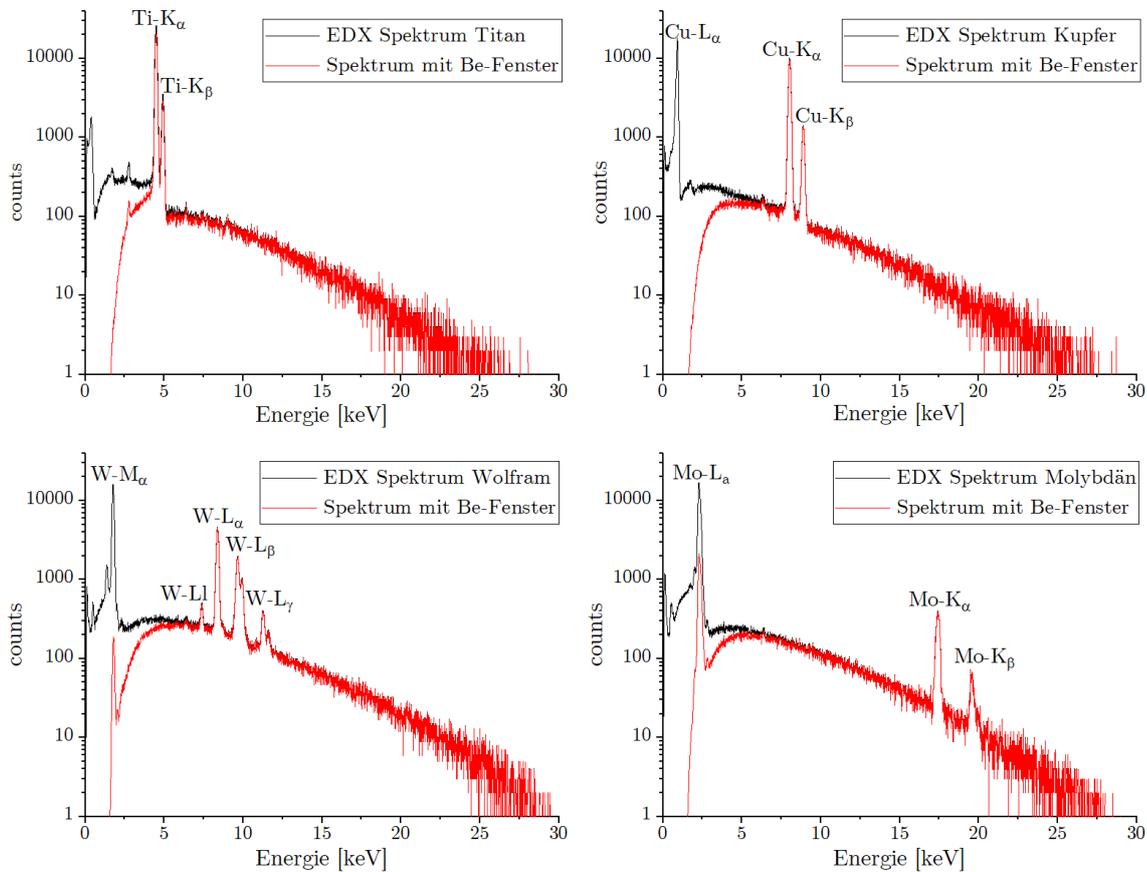


Abbildung 7.3: EDX-Spektren von Titan (links oben), Kupfer (rechts oben), Wolfram (links unten) und Molybdän (rechts unten). Die Spektren, die mit dem EDX-System gemessen wurden, sind in schwarz dargestellt. Die Spektren, die am Röntgendetektor ankommen (rot) wurden aus diesen durch die Multiplikation mit den Absorptionskoeffizienten von 250 μm Beryllium [10] berechnet.

7.2 Monte-Carlo Simulation zur Brennfleckgröße

Da das XRM-II nanoCT auf dem Prinzip der geometrischen Vergrößerung basiert, ist die Größe der Quelle entscheidend für die erreichbare Auflösung. Die Quellgröße wird durch die Ausbreitung der Elektronen im Target bestimmt (vgl. Kapitel 2.4). Hierbei beeinflussen Targetmaterial und Beschleunigungsspannung dessen Ausdehnung. Dies lässt sich mit Hilfe von Monte-Carlo Simulationsprogrammen, die speziell für die Elektronenmikroskopie, wie beispielsweise *CASINO*, erstellt wurden, veranschaulichen [21], [13].

Vor Beginn der Simulation müssen zunächst zwei Parameter des Systems bestimmt werden, die das Ergebnis stark beeinflussen. Zum einen der Durchmesser des Elektronenstrahls und der Neigungswinkel φ (vgl. Abb. 7.1) des verwendeten Folientargets.

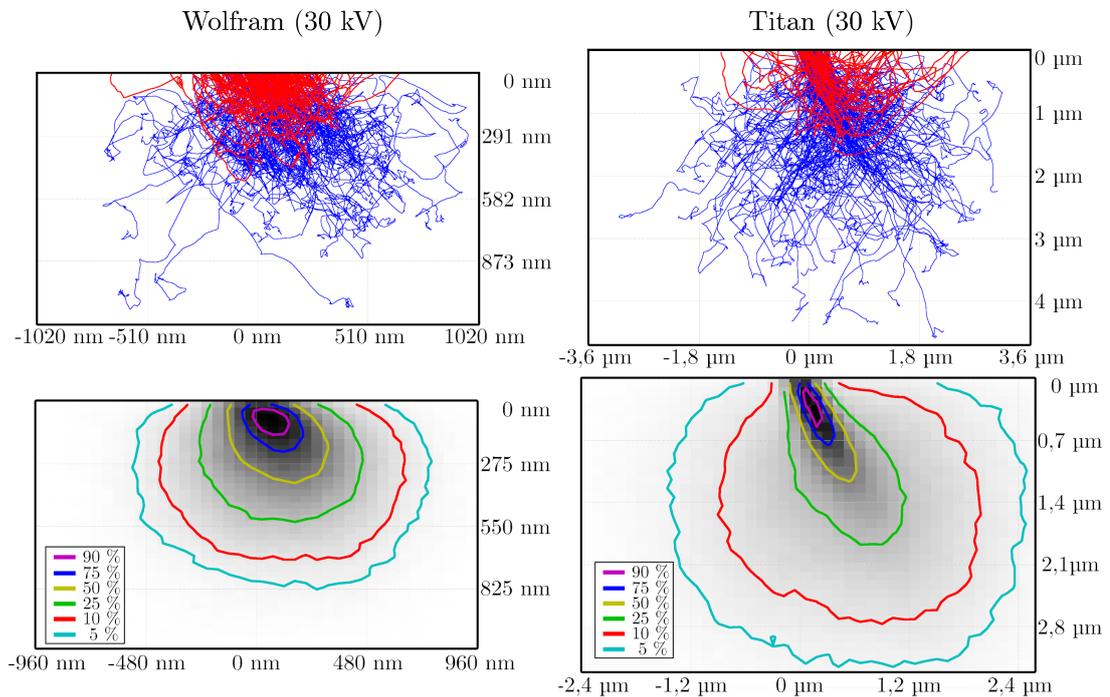


Abbildung 7.4: Simulierte Pfade der Elektronen (1. Zeile) und deren Energiedeposition (2. Zeile) für Wolfram- und Titanfolientarget bei 30 kV; Die Elektronen, die ihre Energie vollständig im Target abgeben, sind in blau dargestellt und die Rückgestreuten in rot. Die Energiedeposition zeigt, wie viel Energie die Elektronen in welchem Bereich des Targets noch besitzen. Beide Diagramme sind jeweils Projektionen entlang der y-Achse.

Der Strahldurchmesser beträgt ca. 900 nm. Der Neigungswinkel kann über einen Versatz des Elektronenstrahls in x-Richtung und der darin resultierenden vertikalen Verschiebung des Röntgenbildes bestimmt werden. Das W-Folientarget ist um 31° geneigt, das Ti-Folientarget um 23° . Da *CASINO* die Intensität der entstehenden Röntgenstrahlung für EDX-Detektoren simuliert, muss die Position des Detektors in der Software so angepasst werden, dass der Elektronenstrahl und die Detektorrichtung senkrecht zueinander orientiert sind.

Für beide Targetmaterialien wurden jeweils die Pfade der Elektronen, deren Energiedeposition im Material und der Ort der entstandenen charakteristischen Strahlung simuliert. Die Anzahl der verwendeten Elektronen beträgt $5 \cdot 10^4$ und die Beschleunigungsspannung wurde zwischen 7,5 kV und 30 kV in Schritten von 2,5 kV gesteigert. Entscheidend ist hierbei für die erreichbare Auflösung die Tiefe, in der die Röntgenstrahlung entsteht. Die Ausdehnung des Brennflecks an der Oberfläche des Targets wird durch den Durchmesser des Elektronenstrahls bestimmt. Im Target selbst fällt die Strahlverbreiterung um den Faktor 2 kleiner aus als die Eindringtiefe (vgl. Ka-

pitel 2.4).

In Abb. 7.4 sind für 30 kV jeweils die Pfade von 200 Elektronen und deren deponierte Energie dargestellt. Die Prozente in der Energiedeposition geben an, welchen Teil ihrer Energie die Elektronen außerhalb des Bereichs noch besitzen [21]. Im Titan können sich die Elektronen nahezu viermal weiter bewegen als im Wolfram. Dies spiegelt sich auch in der deponierten Energie wider. Nach $1,9 \mu\text{m}$ besitzen die Elektronen im Titan noch 25 % ihrer ursprünglichen Energie, während dies bei Wolfram nach 450 nm der Fall ist. Die Entstehungstiefe der charakteristischen Strahlung, die

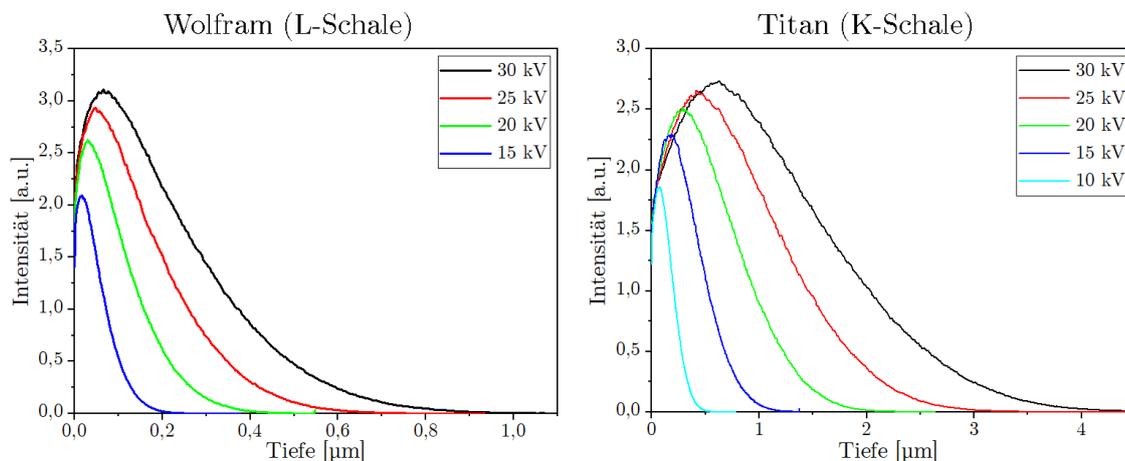


Abbildung 7.5: Intensitätskurven von Wolfram und Titan abhängig von der Entstehungstiefe der Röntgenstrahlung; Die Röntgenstrahlung entsteht im Titan bei gleicher Beschleunigungsspannung deutlich tiefer als im Wolfram.

für beide Elemente mindestens 20 mal intensiver ist als die Bremsstrahlung, ist in Abbildung 7.5 für verschiedene Beschleunigungsspannungen aufgetragen. Aus diesen Kurven kann durch Bestimmung der Halbwertsbreite die Größe des Brennflecks abgeschätzt werden. Innerhalb dieser Breite entsteht mehr als 70 % der charakteristischen Strahlung. Die Anzahl der Photonen aus einer größeren Tiefe tragen aufgrund ihrer geringeren Anzahl weniger zur erreichbaren Auflösung bei.

Die Halbwertsbreite in Abhängigkeit der Beschleunigungsspannung ist für beide Materialien in Abbildung 7.6 dargestellt. Die Werte für Wolfram beginnen erst bei 12,5 kV, weil sich die L-Linien dieses Elements mit 10 kV nicht anregen lassen, da die Bindungsenergie eines L-Elektrons 10,2 kV beträgt [82]. Bei den üblichen CT-Parametern von 30 kV beträgt die Halbwertsbreite von Wolfram 285 nm, bei Titan liegt diese bei 1708 nm. Im Titantarget entsteht demnach ein deutlich größerer Brennfleck als im Wolframtarget, was eine deutlich geringere Auflösung zur Folge hat. Die Eindringtiefe der Elektronen und damit die Brennfleckgröße hängt

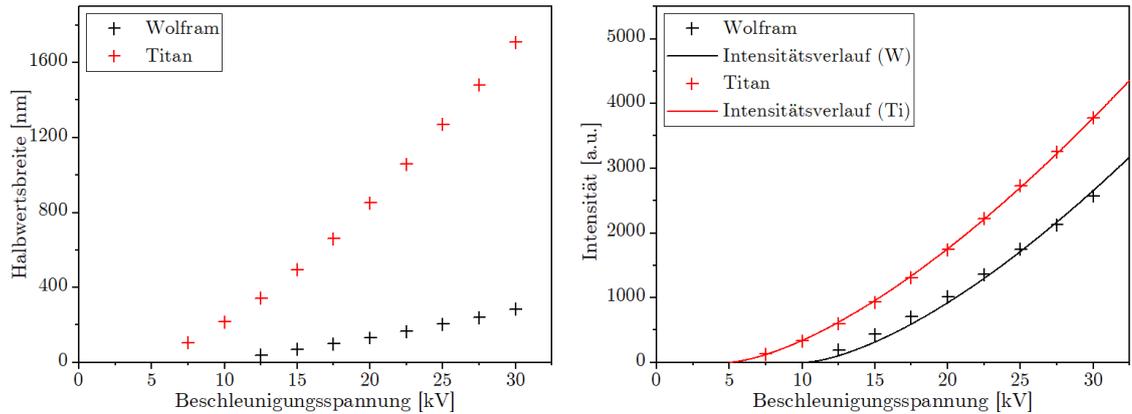


Abbildung 7.6: Halbwertsbreite der Entstehungstiefe der charakteristischen Röntgenstrahlung (links) und die zugehörigen Intensitäten (rechts); Titan besitzt bei den Standardparametern einer CT (30 kV) eine knapp achtmal so große Halbwertsbreite wie Wolfram. Die Intensitäten ergeben sich durch Integration der Kurven aus Abb. 7.5 bis zur Halbwertsbreite.

vom verwendeten Material ab. Durch eine Reduzierung der Beschleunigungsspannung besitzen die Elektronen weniger kinetische Energie und können nicht mehr so tief ins Target vordringen, was wiederum die Quellgröße verringert. Um mit dem Titantarget eine mit Wolfram vergleichbare Eindringtiefe zu erhalten, muss die Beschleunigungsspannung auf 12,5 kV gesenkt werden. Eine Reduktion hat jedoch auch eine verminderte Röntgenintensität zur Folge (vgl. Gleichung 2.2). Die Intensitäten können durch Integration der Kurven aus Abb. 7.5 bis zur jeweiligen Halbwertsbreite ermittelt werden. Für Titan würde bei einer Reduzierung auf 12,5 kV die Intensität auf $1/6$ fallen. Auch bei Wolfram kann die Eindringtiefe der Elektronen mit der

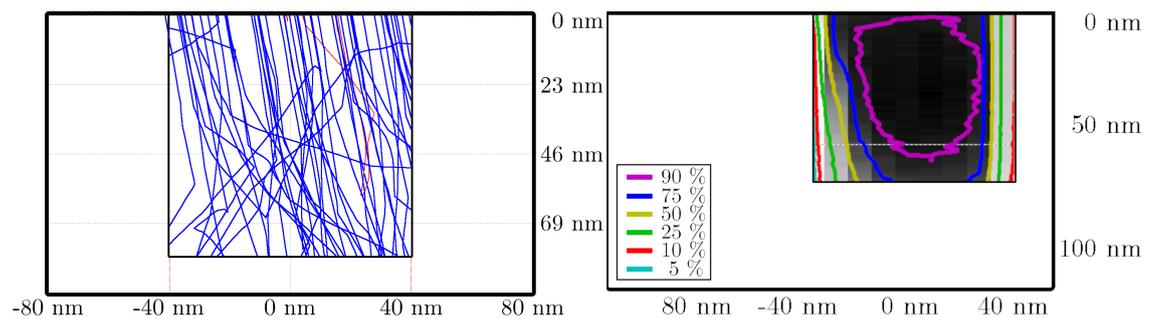


Abbildung 7.7: Simulierte Pfade der Elektronen und deren Energiedeposition im Nadeltarget. Der Querschnitt des Targets ist hier zur Vereinfachung quadratisch gewählt. Es wird nur ein Teil der Elektronenenergie im Target deponiert, den anderen Teil tragen die Elektronen nachdem sie das Target durchdrungen haben.

Beschleunigungsspannung reduziert werden, jedoch hat dies keinen so großen Effekt wie bei Titan.

Auch für das Nadeltarget können mit *CASINO* ähnliche Simulationen durchgeführt werden. Jedoch ist hierbei nicht die Größe des Brennflecks von Interesse, da dieser durch die Geometrie der Targets beschränkt ist. Im Fokus liegen stattdessen die Energiedeposition und Transmission von Elektronen.

Das Nadeltarget wird in der Simulation zur Vereinfachung als quaderförmig dargestellt. Die Kantenlänge in y - und z -Richtung sind jeweils 80 nm. Dies entspricht dem Durchmesser an dem Punkt der Nadelspitze, auf welchem der Elektronenstrahl fokussiert wird. Da aufgrund des Strahldurchmessers viele Elektronen das Target verfehlen, werden für diese Simulation $2 \cdot 10^5$ Elektronen verwendet. Die Pfade und

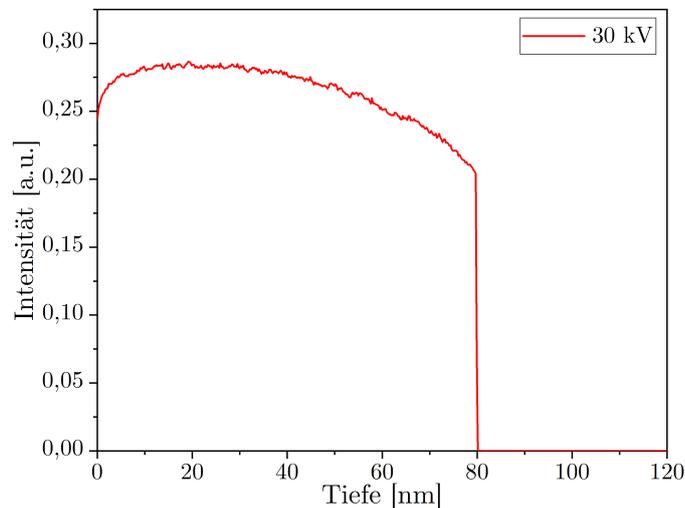


Abbildung 7.8: Intensitätskurve des Wolfram-Nadeltargets (80 nm Durchmesser) bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV. Über die gesamte Targetgröße entsteht nahezu die gleiche Intensität an Röntgenstrahlung. Erst nach etwa der halben Targetdicke beginnt die Intensität leicht zu fallen.

Energiedeposition der Elektronen sind in Abbildung 7.7 dargestellt. Die Pfade der Elektronen machen deutlich, dass im Target nur wenige vollständig absorbiert werden und viele es durchdringen können. Dies spiegelt sich auch in der Energiedeposition im Target wider. Folglich ist der Brennfleck im Nadeltarget genau so groß wie der Targetdurchmesser. Auch die Intensitätskurve (vgl. Abb. 7.8) zeigt, dass über die gesamten 80 nm Targetdicke Röntgenstrahlung mit nahezu gleicher Intensität entsteht. Beim Nadeltarget wurde keine Reduktion der Beschleunigungsspannung betrachtet, um den Brennfleck zu verkleinern, da dieses Target aufgrund seiner Größe ohnehin schon wenig Intensität liefert.

7.3 Auflösungsvermögen

Die Ergebnisse der Monte-Carlo Simulationen zur Größe des Brennflecks an den Folientargets haben ergeben, dass mit Wolfram eine deutlich besser Auflösung als mit Titan erreicht werden kann. Die Auflösung lässt sich bei beiden Elementen durch eine Reduktion der Beschleunigungsspannung erhöhen. Diese beiden Vorhersagen

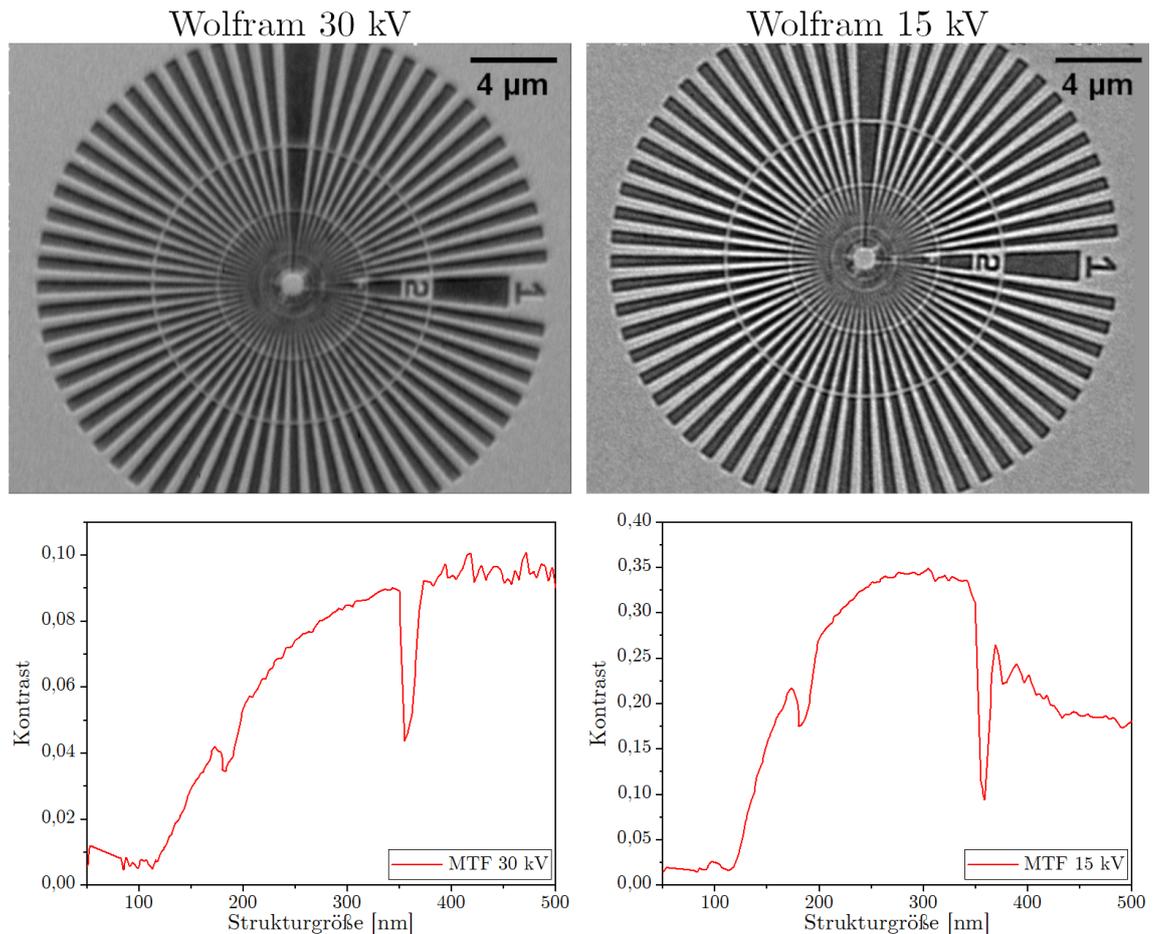


Abbildung 7.9: Auflösungsstests und Kontrastübertragungsfunktion (MTF) des Wolframfolientargets für Beschleunigungsspannungen von 30 kV und 15 kV; Durch Reduktion der Beschleunigungsspannung kann die Auflösung verbessert werden.

sollen nun experimentell überprüft werden.

Für beide Targetmaterialien wurden Radiographien des Auflösungsstestmusters (vgl. Kapitel 6.3) bei einer Pixelgröße von 51 nm erstellt. Die Beschleunigungsspannung wurde wie in der Simulation zwischen 7,5 kV und 30 kV in Schritten von 2,5 kV variiert. Der Strahlstrom ist bei jeder Spannung auf das Maximum eingestellt, wobei

dieser von der eingestellten Beschleunigungsspannung abhängt. Die Belichtungszeit beträgt 20 min, um auch bei geringer Intensität ein aussagekräftiges Ergebnis zu erhalten. Um eventuelle Bewegungen der Probe oder des Elektronenstrahls wäh-

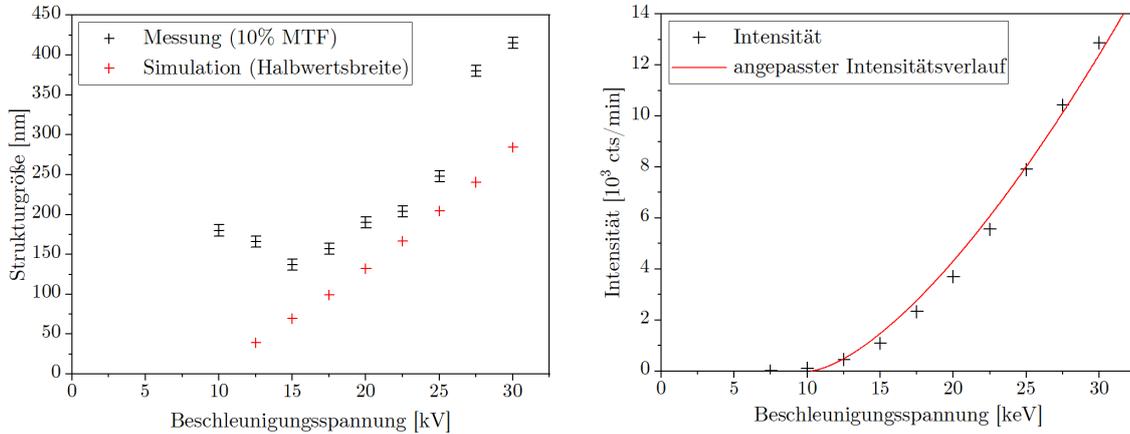


Abbildung 7.10: Erreichbare Auflösungen (links) und Intensität (rechts) für die verwendeten Beschleunigungsspannungen bei einem Wolframfolientarget; Die experimentell bestimmten Auflösungen liegen über denen der Simulation. Es zeigen sich große Abweichungen bei kleinen und großen Spannungen. Die gemessenen Intensitäten entsprechen der Vorhersage nach Gleichung 2.2.

rend der Belichtung zu korrigieren, wird die Belichtungszeit in 20 Einzelaufnahmen unterteilt, welche anschließend aufeinander korreliert werden. Die Bestimmung der erreichten Auflösung erfolgt nach der in Kapitel 6.3 beschriebenen Methode.

In Abbildung 7.9 sind für Beschleunigungsspannungen von 30 kV und 15 kV jeweils die Auflösungstestmuster und die daraus erzeugten Kontrastübertragungsfunktionen dargestellt. Das Testmuster mit der geringeren Beschleunigungsspannung wird dabei deutlich schärfer abgebildet. Bei beiden Mustern lassen sich Strukturen des dritten Ringes erkennen, welche circa 120 nm groß sind. Der Unterschied wird erst bei Betrachtung der resultierenden MTF-Kurven deutlich. Das 10 % Niveau beträgt bei 30 kV 415 nm, während es bei 15 kV mit 137 nm deutlich besser ausfällt. Der Fehler in der bestimmten Strukturgröße liegt bei 2 Pixel, was 7 nm entspricht. Dies liegt an der Genauigkeit der Positionsbestimmung des jeweiligen Linienprofils im Siemensstern. Die MTF von 15 kV fällt jedoch mit Beginn des ersten Ringes wider Erwarten deutlich ab. Hierfür gibt es zwei mögliche Ursachen. Zum einen wird der Kontrast im Bereich kleiner Strukturgrößen durch Phasenkontrast erhöht, was die Auflösung verbessert. Zum anderen ist die Dicke des Testmusters bei den größeren Strukturen geringer, was die Absorption reduziert und damit den Kontrast senkt. Dies erklärt auch, weshalb die MTF bei 30 kV trotz der guten Abbildung der Strukturen nur knapp über 10 % steigt.

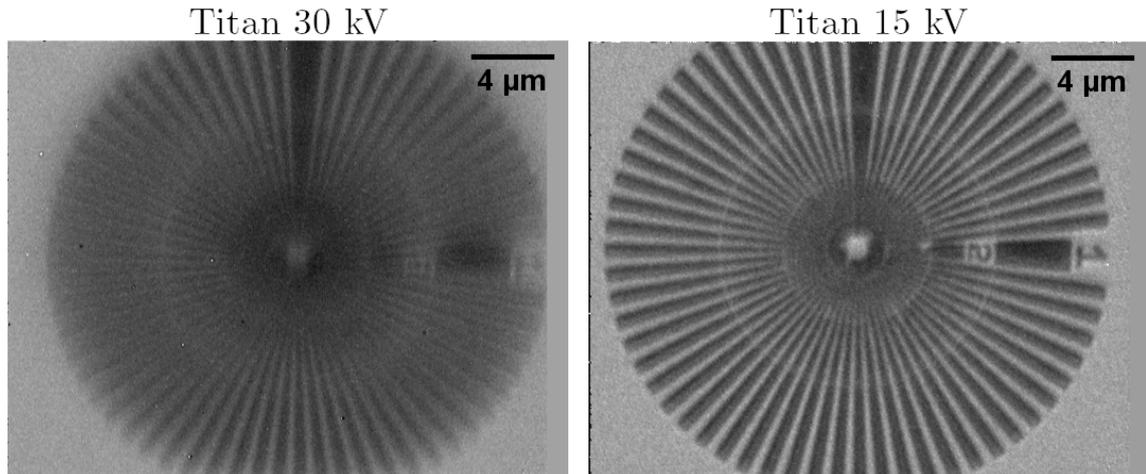


Abbildung 7.11: Auflösungs tests für Titan bei 15 kV und 30 kV Beschleunigungsspannung; Die Auflösung bei 15 kV fällt deutlich besser aus. Bei 30 kV zeigen sich Unterschiede in horizontaler und vertikaler Auflösung, was auf einen nicht-rotationssymmetrischen Brennfleck schließen lässt.

Die Strukturgröße des 10 % Niveaus wurde in Abbildung 7.10 gegen die Beschleunigungsspannungen aufgetragen. Die experimentellen Ergebnisse liegen alle über den Ergebnissen der Simulation. Die deutlich schlechteren Ergebnisse bei den großen Spannungen könnten an den dünneren Strukturen des ersten Ringes liegen. Auch die Werte für 10 kV und 12,5 kV weichen stark von der Simulation ab. Die Ursache hierfür liegt in der geringen Röntgenintensität dieser Spannungen. Im Hellfeld betragen diese in 20 min lediglich 220 bzw. 660 counts, was bei 30 kV bereits bei einer Belichtungszeit von 30 s erreicht wird.

Die erreichbare Auflösung kann, wie in der Simulation, durch Reduktion der Beschleunigungsspannung verbessert werden. Dies hat jedoch zur Folge, dass die Intensität stark reduziert wird. Um wie in Kapitel 6.3 eine Auflösung von circa 167 ± 9 nm zu erreichen, müsste die Spannung auf 17,5 kV gesenkt werden. Dies senkt die Intensität auf $1/6$ und sie liegt damit unterhalb der des Nadeltargets. Des Weiteren wurde die Messung in Kapitel 6.3 mit einer um den Faktor 2 größeren Pixelgröße durchgeführt, was die erreichbare Auflösung reduziert. Um also mit dem Wolframfolientarget die gleiche Auflösung wie mit dem Nadeltarget zu erreichen, muss die Spannung noch niedriger als 17,5 kV liegen. Somit ist es bei Wolfram als Targetmaterial, vor allem aufgrund der Intensität, besser das Nadeltarget zu verwenden als die Beschleunigungsspannung zu reduzieren, um die Auflösung zu erhöhen.

Die Ergebnisse für das zweite Targetmaterial Titan fallen wie in der Simulation deutlich schlechter als bei Wolfram aus (vgl. Abb. 7.11). Bei 30 kV lassen sich beim Testmuster in der Vertikalen nicht einmal die größten Strukturen von 610 nm Brei-

te darstellen. In der Horizontalen fällt die Auflösung besser aus, denn hier sind die äußeren Linien des zweiten Ringes (350 nm Breite) zu erkennen. Dies deutet daraufhin, dass der Quellfleck bei dieser Beschleunigungsspannung keine Kugelform hat, sondern eher eiförmig ist. Aufgrund der schlechteren vertikalen Auflösung besitzt der Brennfleck in dieser Richtung eine größere Ausdehnung. Bei 15 kV lassen sich die Linien des zweiten Rings in allen Richtungen erkennen. Hier besteht demnach keine Richtungsabhängigkeit der Auflösung. Wie bei Wolfram zuvor, wird die erreichbare Auflösung für die jeweilige Beschleunigungsspannung über das 10 % Niveau der MTF bestimmt. Da das Testmuster keine größeren Strukturen als 610 nm besitzt, wird dieses Niveau erst unterhalb von 17,5 kV erreicht. Die auf diese Weise

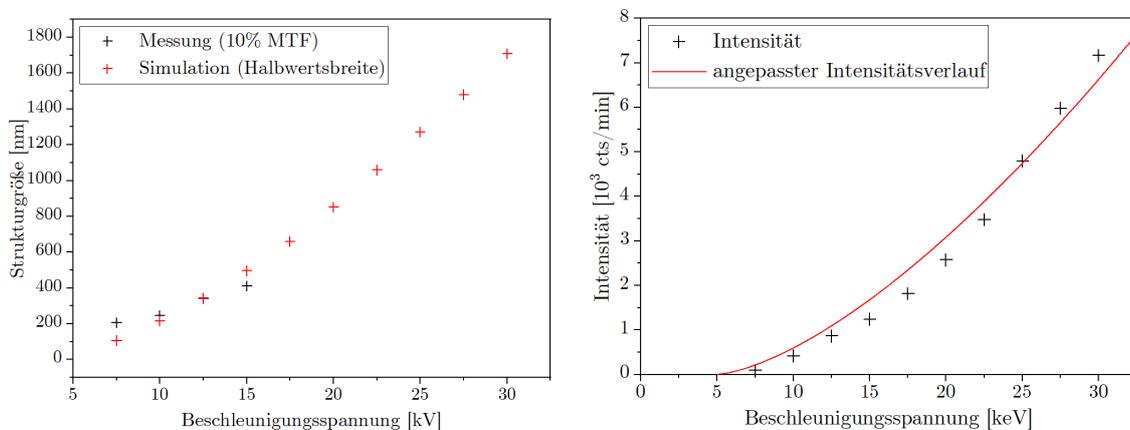


Abbildung 7.12: Erreichbare Auflösungen (links) und Intensität (rechts) für die verwendeten Beschleunigungsspannungen; Die gemessenen Auflösungen liegen im Bereich der Vorhersage aus der Simulation. Ab 17,5 kV sind keine experimentellen Werte vorhanden, da die Strukturgröße des Testmusters auf 610 nm beschränkt ist.

bestimmten Auflösungen liegen im Bereich der Vorhersage aus der Simulation. Bei 15 kV lassen sich Strukturen von 400 nm Größe mit 10 % Kontrast abbilden. Bei höheren Beschleunigungsspannungen wird die Auflösung deutlich schlechter, weshalb diese beim Titantarget nicht für eine nano-CT geeignet sind. Im Hinblick auf die Intensität ist dies auch die einzige Spannung mit der eine CT noch mit akzeptabler Messzeit durchgeführt werden kann.

Bei Titan fällt die Verbesserung der Auflösung durch Reduktion der Beschleunigungsspannung deutlich stärker aus als bei Wolfram. Wird die Spannung von 30 kV auf 15 kV gesenkt, kann laut Simulation, die Auflösung um den Faktor 4 erhöht werden. Um mit diesem Targetmaterial ähnliche Auflösungen wie mit Wolfram zu erreichen, muss der Quellfleck durch die Targetgeometrie begrenzt werden. Denkbar wäre es Nadeln aus Titan zu fertigen, die denen aus Wolfram entsprechen.

8 Detektorcharakterisierung

Der Röntgendetektor und dessen Energieschwellen sind die zentrale Komponente des XRM-II nanoCT Systems, um elementsensitive Bildgebung durchführen zu können. Aus diesem Grund ist es von großer Bedeutung den Detektor genau zu charakterisieren.

In diesem Kapitel wird dargestellt, wie die Energieschwellen des Pixirad-II Detektors verwendet werden können. Darüber hinaus werden die Detektorspektren mit den Vorhersagen aus dem EDX-System verglichen. Mit Hilfe von monochromatischer Synchrotronstrahlung wird der Charge Sharing Anteil für bestimmte Energien ermittelt und abschließend werden Folgen und Möglichkeiten zur Kompensation dieses Effekts behandelt.

8.1 Verwendung von Energieschwellen

Beim Detektor des XRM-II nanoCT Systems handelt es sich um einen Pixirad-II Detektor. Dessen Sensorfläche besteht aus 650 μm dicken Cadmiumtellurid (CdTe) und 1024×476 Pixel von 60 μm Größe. Es handelt sich um einen photonenzählenden Direktkonverter, der gleichzeitig zwei Energieschwellen verwenden kann, um Photonen nach ihrer Energie zu filtern. Dabei bestimmt eine Schwelle, die Energie die ein Photon mindestens haben muss, um detektiert zu werden. Dadurch lässt sich mit dieser Art von Röntgendetektoren auch das Spektrum der auftreffenden Strahlung bestimmen. Dazu wird zwischen Start- und Endpunkt die Energieschwelle schrittweise erhöht und jeweils ein Hellbild aufgenommen. Anschließend kann die Intensität für eine Energie E_k nach folgender Gleichung bestimmt werden:

$$I(E_k) = \sum_{i,j=0}^{N,M} P_{ij,E_k} - \sum_{i,j=0}^{N,M} P_{ij,E_{k+1}} \quad (8.1)$$

P_{ij,E_k} bezeichnet hierbei die Anzahl der Photonen, die bei der Energie E_k im Pixel ij detektiert wurden. E_k ist kein diskreter Energiewert, sondern ein Bereich zwischen E_k und E_{k+1} , da sich die Energieschwelle nicht in beliebig kleinen Schritten einstellen lässt.

Durch die gleichzeitige Verwendung beider Energieschwellen, ist es möglich eine Radiographie eines Objekts nur in einem bestimmten Energieintervall zu erhalten. Hierfür werden zwei Bilder mit unterschiedlichen Schwellen aufgenommen und anschließend deren Differenz gebildet. Werden zwei Energiebereiche so gewählt, dass sie sich auf beiden Seiten einer K-Absorptionskante eines Elements befinden (vgl. Abb. 8.1), zeigen beide Aufnahmen deutliche Unterschiede in der Absorption des gleichen Materials. Auf diese Weise können nicht nur Radiographien aufgenommen,

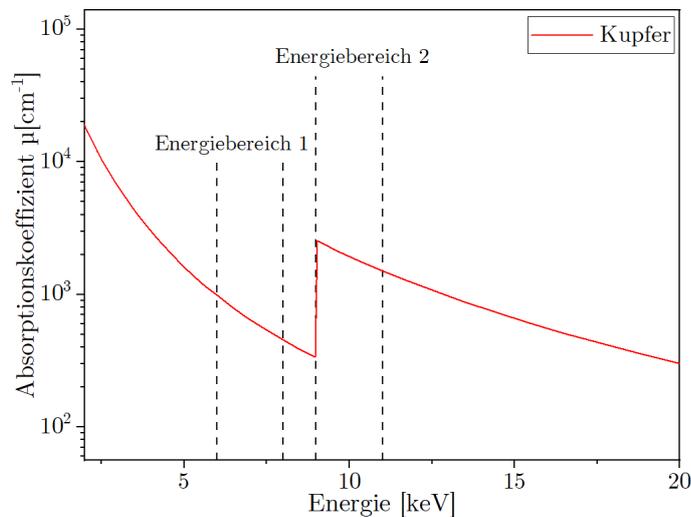


Abbildung 8.1: Absorptionskoeffizient von Kupfer [10] und die für die Materialtrennung nötigen Energieschwellen. Im Energiebereich 2 ist die Absorption von Kupfer aufgrund der K-Kante deutlich höher als in Bereich 1.

sondern auch Computertomographien durchgeführt werden. Wegen der unterschiedlichen Absorption im Kantenbereich der jeweiligen Elemente ist es möglich diese trotz ähnlicher Dichte zu trennen. Dies wurde bereits anhand von Simulationen und Messungen in [67] und [89] gezeigt.

Für die Materialtrennung müssen die Energiebereiche in der Nähe der Kante sehr schmal gewählt werden, um einen möglichst großen Absorptionsunterschied zu generieren. Dies erfordert jedoch einen Detektor, dessen Energieauflösung der Breite des Energiebereiches entspricht. Des Weiteren muss die Röntgenquelle eine hohe Intensität besitzen, weil durch einen schmalen Energiebereich das nutzbare Spektrum stark beschränkt wird. Um die Möglichkeit zur Materialtrennung in der nano-CT mit dem Pixirad-II zu überprüfen, wird im Folgenden die Energieauflösung und deren Limitierung durch den Charge Sharing Effekt charakterisiert.

8.2 Detektorspektren

Um die Energieauflösung des Pixirad-II Detektors, zu überprüfen, wurden nach der in Kapitel 8.1 beschriebenen Methode verschiedene Spektren aufgenommen. Hierfür wurden drei verschiedene Metallfolien (Titan, Kupfer, Wolfram) in den Targetmanipulator eingebaut. Für die Beschleunigungsspannung und den Strahlstrom wurden 30 kV und 380 nA gewählt. Die Energieschwelle wurde zwischen 2 keV und 30 keV mit einer Schrittweite von 1 keV erhöht. Bei jeder Energieschwelle wur-

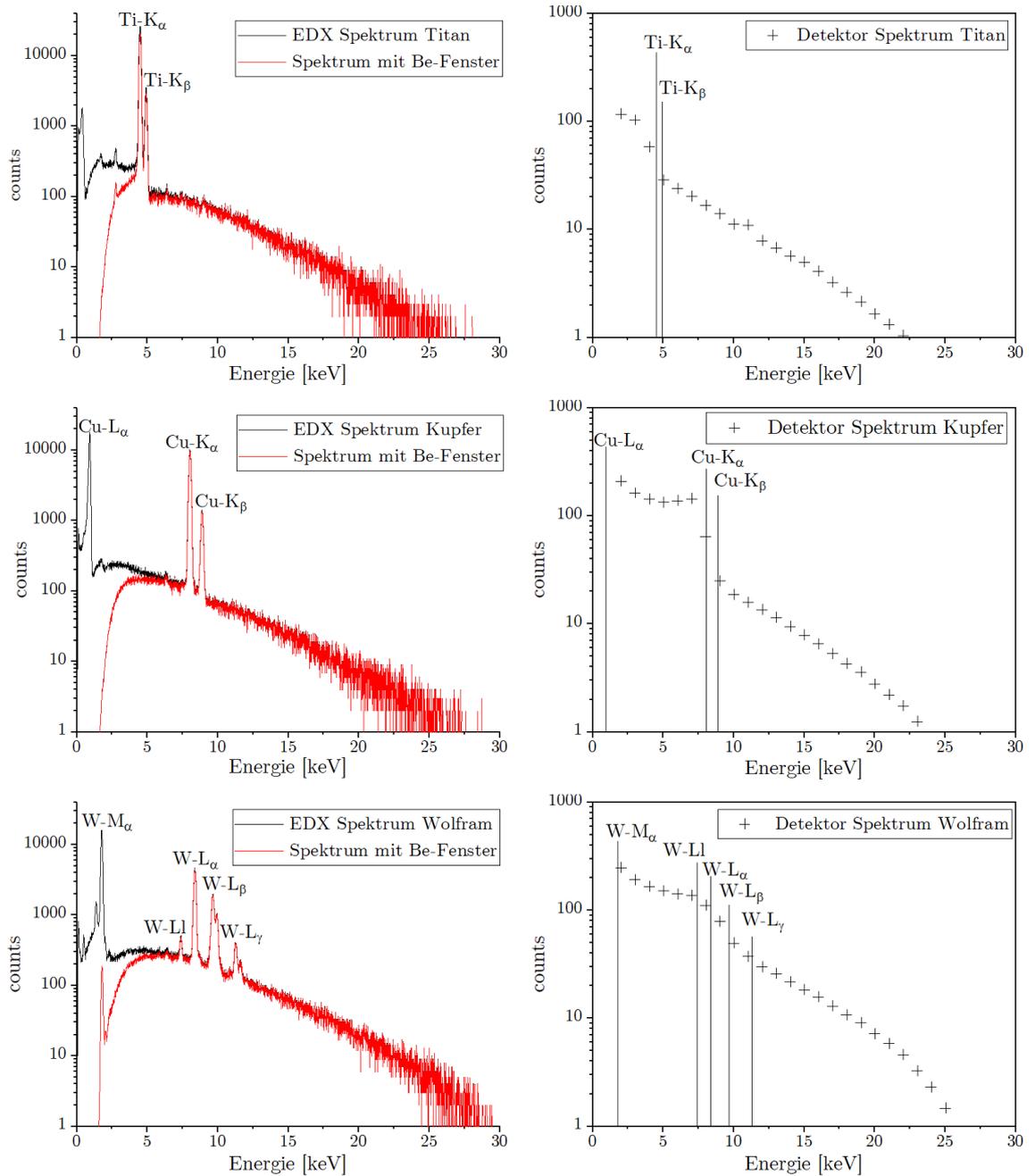


Abbildung 8.2: Vergleich zwischen Spektren die mit dem EDX-System (links) und dem PIXIRAD-II Detektor (rechts) aufgenommen wurden; In den Detektorspektren sind keine charakteristischen Linien zu erkennen. Die Intensität vor den Linien ist deutlich höher, als es aus den EDX-Spektren zu erwarten wäre.

de ein Hellbild mit einer Belichtungszeit von 60 s aufgenommen. Das Spektrum wurde auf einer Detektorfläche von 152.591 Pixel bestimmt. Um das vom Detektor aufgenommene Spektrum besser bewerten zu können, wurden mit dem EDX-System ebenfalls die Spektren der drei Metallfolien aufgenommen. Hierbei gilt es zu beachten, dass das Spektrum, welches mit dem Röntgendetektor gemessen wurde, das Beryllium-Fenster der Probenkammer passieren muss, während das EDX-Spektrum innerhalb der Probenkammer bestimmt wird. Aus diesem Grund wurde das EDX-Spektrum nachträglich mit den energiespezifischen Schwächungskoeffizienten für 250 μm Beryllium multipliziert. Die resultierenden EDX- und Detektor-Spektren sind in Abbildung 8.2 dargestellt. Zur besseren Vergleichbarkeit, wurde außerdem in den Detektor-Spektren die Lage der charakteristischen Linien markiert.

Die EDX-Spektren zeigen den, für polychromatische Röntgenquellen typischen Verlauf, bestehend aus der kontinuierlichen Bremsstrahlung und den charakteristischen Linien. In den Spektren, die mit dem Pixirad-II aufgenommen wurden, ist ein ähnlicher Verlauf in Richtung der kurzwelligen Grenze bei 30 keV zu erkennen, jedoch zeigen sich keine charakteristischen Linien. Im Bereich vor den charakteristischen Energien ist bei allen drei Metallen ein stärkerer Abfall an Intensität zu sehen als im übrigen Spektrum. Im Gegensatz zu den Spektren von Titan und Wolfram zeigt sich bei Kupfer direkt vor der Position der $\text{Cu} - K_{\alpha}$ -Linie ein leichter Anstieg an Intensität, bevor diese dann stark sinkt. Bei niedrigeren Energien weisen die Detektorspektren eine höhere Intensität auf, als durch die Bremsstrahlung zu erwarten wäre.

Die Ursache für diesen Verlauf der Detektor-Spektren ist der in Kapitel 4.2 beschriebene Effekt des Charge Sharings. Dieser führt dazu, dass sich die Energie eines Photons über benachbarte Pixel verteilt und somit ein Photon als mehrere mit geringerer Energie detektiert werden. Da sich bei diesem Prozess nie der gleiche Bruchteil der Photonenenergie auf die benachbarten Pixel verteilt, sind die charakteristischen Linien im Spektrum nicht verschoben, sondern hin zu kleineren Energien verschmiert. Durch die Energieschwelle werden zwar die künstlichen Photonen, die durch Charge Sharing entstehen, unterdrückt, jedoch weist dann das detektierte Photon eine zu geringe Energie auf.

Damit sind Messungen der energiespezifischen Absorption stark fehlerbehaftet. Um diesen Sachverhalt zu verdeutlichen, wurden mit dem Pixirad-II die Absorptionskoeffizienten von Kupfer für Energien zwischen 2 keV und 25 keV bestimmt. Dazu wurde vor der gesamten Detektorfläche eine 50 μm dicke Kupfer-Folie positioniert und anschließend das Detektor-Spektrum aufgenommen. Als Target wurde hierfür eine Wolframfolie benutzt. Die Absorptionskoeffizienten $\mu(E)$ wurden nach Gleichung 3.8 aus den Spektren mit und ohne Kupfer vor dem Detektor bestimmt. Als

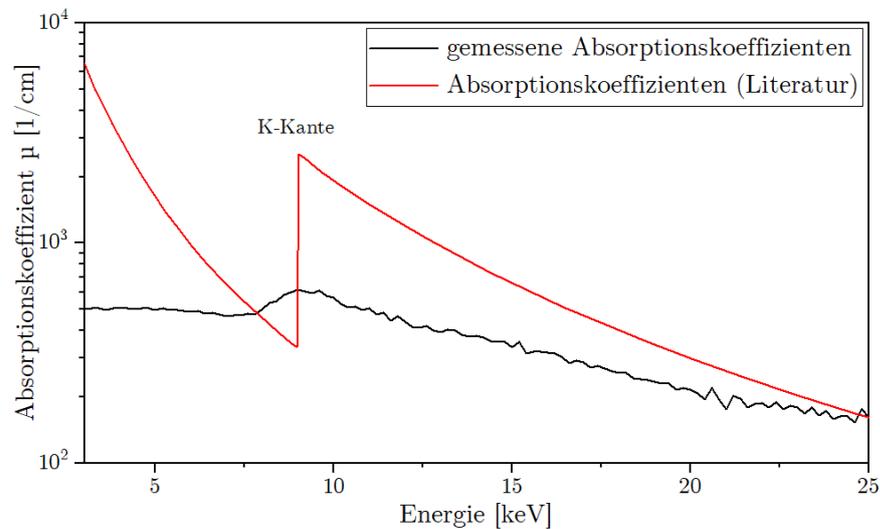


Abbildung 8.3: Theoretische [10] und gemessene Absorptionskoeffizienten von Kupfer; Die beiden Kurven stimmen nicht überein. Lediglich der Punkt der stärksten Absorption liegt bei der gleichen Energie wie die K-Kante von Kupfer.

Vergleich wurden die Absorptionskoeffizienten für Kupfer aus [10] verwendet. Der Punkt, ab dem die Absorption im gemessenen Verlauf am stärksten ist, stimmt zwar mit der Position der K-Kante von Kupfer überein, jedoch weicht deren Höhe stark von den Vergleichswerten ab. Ebenso spiegelt sich der zu erwartende Verlauf vor der Kante nicht in den Messwerten wider. Folglich können mit diesem Detektor aufgrund des Charge Sharings die Absorptionskoeffizienten von Materialien nicht genau bestimmt werden.

Im Hinblick auf die Materialtrennung über Energiebereiche zeigt dies, dass sich der Absorptionskoeffizient in Bereichen vor und hinter der Kante nur wenig unterscheidet. Des Weiteren zeigt der gemessene Verlauf keinen sprunghaften Anstieg bei der Kantenposition, sondern die Absorption nimmt über 1 keV langsam zu. Beides hat zur Folge, dass die Materialtrennung mittels Energieschwellen erschwert wird.

8.3 Charge Sharing

Durch die Bestimmung von Spektren und Absorptionskoeffizienten können zwar die Effekte und Folgen des Charge Sharings dargestellt werden, jedoch ist es mit der verwendeten polychromatischen Strahlung nicht möglich die Energie der künstlich erzeugten Photonen zu bestimmen. Hierfür wird monochromatische Strahlung benötigt, die beispielsweise durch Röntgenfluoreszenz oder unterschiedliche Monochromatoren generiert werden kann. Wird mit dem Detektor ein Spektrum einer derartigen

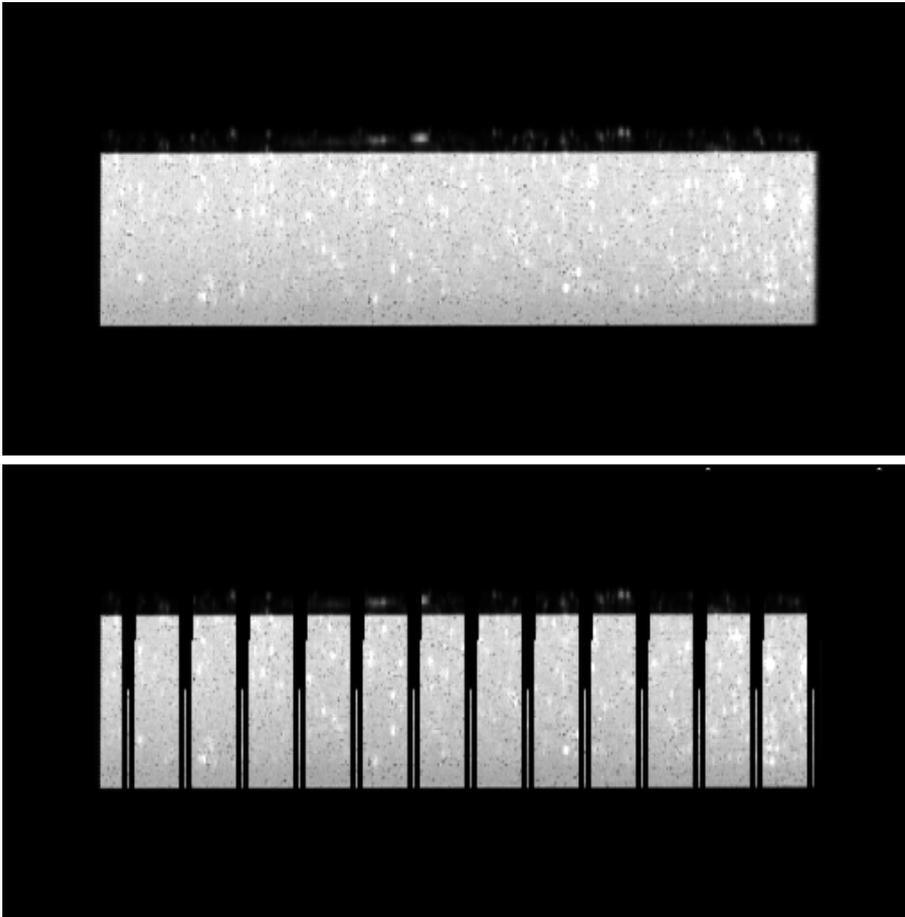


Abbildung 8.4: Aufnahmen mit dem Pixirad-Detektor bei einer Strahlenergie von 18 keV; In der oberen Aufnahme ist die beleuchtete Fläche ohne Auslesefehler zu sehen. In der darauffolgenden Aufnahme zeigen sich Auslesefehler in Form von vertikalen Streifen auf dem Detektor.

Quelle aufgenommen, so zeigt sich, welche Photonenenergien zusätzlich zu der Energie der Quelle noch auftreten, die durch Charge Sharing entstanden sein müssen. Diese Messung wurde mit dem Pixirad-II Detektor an der BAMline am Synchrotron Bessy in Berlin durchgeführt. Die Synchrotron-Strahlung wurde mit einem Doppelkristall-Monochromator (DCM) monochromatisiert [3]. Die Strahlenergie wurde von 6 keV auf 60 keV in Schritten von 6 keV erhöht. Die von der Strahlung abgedeckte Detektorfläche fällt mit $1,6 \cdot 10^4$ bis $3,2 \cdot 10^4$ Pixel im Vergleich zum Labor jedoch deutlich kleiner aus, da der Strahl an der Beamline nur eine Divergenz von 5 mrad horizontal und 1 mrad vertikal besitzt [3]. Hinzu kommt, dass Auslesefehler auftraten (vgl. Abb. 8.4), weshalb das Spektrum aus circa 1000 Pixel ermittelt wurde.

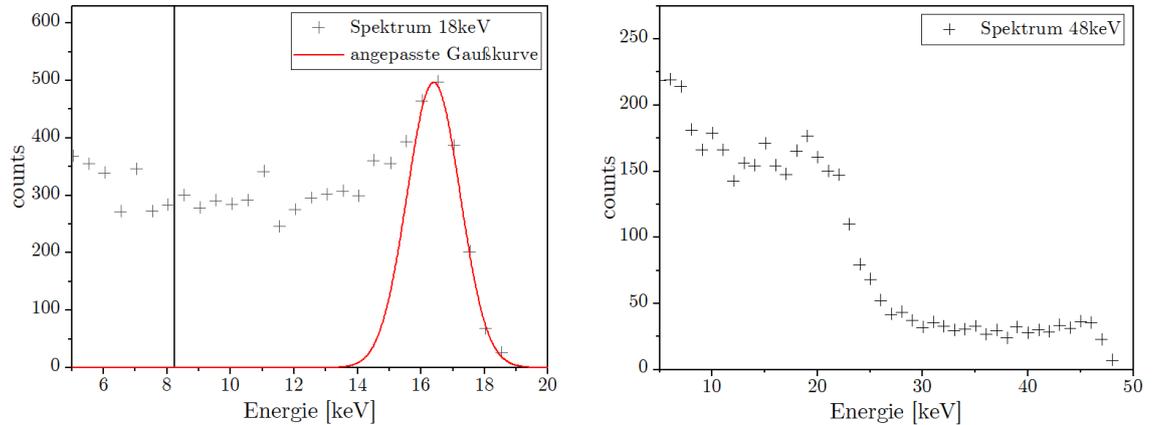


Abbildung 8.5: Gemessenes Spektrum bei einer Strahlenergie von 18 keV (links); Der Charge Sharing Anteil liegt bei dieser Energie bei 84 %. Für 48 keV (rechts) ist kein Peak der monochromatischen Strahlung zu erkennen. Der große Intensitätsabfall bei 20 keV entsteht durch Röntgenfluoreszenz des Cadmiums in der Sensorfläche.

Aus dem Spektrum kann mit der in [87] beschriebenen Methode der Anteil der Photonen bestimmt werden, bei denen Charge Sharing auftritt. Dazu wird im Spektrum an den Peak, der durch die monochromatische Strahlung entsteht, eine Gauss-Kurve angepasst und der Kurvenverlauf zwischen den einzelnen Messpunkten kubisch interpoliert. Anschließend kann nach folgender Gleichung der Charge Sharing Anteil berechnet werden [87]:

$$\text{Charge Sharing Anteil} = 1 - \frac{\int_{\frac{\bar{E}}{2}}^{E^*} \text{Gauss}}{\int_{\frac{\bar{E}}{2}}^{E^*} \text{Spektrum}} \quad (8.2)$$

\bar{E} bezeichnet dabei die Lage des Maximums der Gausskurve und E^* das Ende des Spektrums. Um Mehrfachzählungen von Photonen zu vermeiden, wird das Spektrum nur von der Hälfte der Peakenergie bis zu E^* integriert.

Für eine Strahlenergie von 18 keV ist die an das gemessene Spektrum angepasste Gausskurve, in Abbildung 8.5 dargestellt. Für diese Energie beträgt der Charge Sharing Anteil 84 %. Auffällig ist hierbei, dass der Peak der Gausskurve nicht bei der eingestellten Strahlenergie von 18 keV liegt, sondern bei 16,4 keV. Dies könnte entweder an der Energiekalibration des Detektors liegen oder es werden tatsächlich sehr wenig Photonen mit 18 keV detektiert. Letzteres hätte jedoch zur Folge, dass der Charge Sharing Anteil noch größer ausfällt als er über Gleichung 8.2 berechnet wurde. Da die Energiekalibration nicht beeinflusst werden kann, lässt sich keine der beiden Möglichkeiten ausschließen.

Ab 30 keV konnte im Spektrum kein monochromatischer Peak bei der Strahlenergie mehr festgestellt werden. Stattdessen zeigt sich ein starker Intensitätsabfall im Bereich von 20 keV. Dies ist ein Hinweis darauf, dass mit der auftreffenden Strahlung das Cadmium in der Sensorfläche des Detektors zur Röntgenfluoreszenz angeregt wird [86]. Aus diesem Grund konnte der Charge Sharing Anteil nur zwischen 6 keV und 24 keV ermittelt werden. Dieser liegt zwischen 78 % und 87 %.

Dieser Energiebereich entspricht der Verwendung des Detektors am XRM-II nanoCT, da die Beschleunigungsspannung des Systems auf 30 kV beschränkt ist. Der hohe Anteil an Charge Sharing und die damit verbundene schlechte Energieauflösung zeigt, dass eine Materialtrennung in der CT mit Hilfe der Energieschwellen kaum möglich ist. Es lassen sich die Energiebereiche aufgrund der Energieauflösung nicht schmal genug wählen, um von den Absorptionsunterschieden auf beiden Seiten einer Kante zu profitieren. Es ist lediglich denkbar, dass sich Materialien trennen lassen, welche ohnehin schon einen starken Absorptionsunterschied besitzen. Hierfür wäre ein Probensystem aus einer organischen und einer metallischen Komponente denkbar. Durch die Schwellen könnte es möglich sein den organischen Teil, aufgrund seiner geringeren Absorption, ab einer bestimmten Schwellenergie auszublenden (vgl. Kap. 10.2).

8.4 Folgen und Kompensation von Charge Sharing

Der Charge Sharing Effekt hat nicht nur einen Einfluss auf die Energie der detektierten Photonen, sondern beeinflusst auch die Bildqualität. Die zusätzlich detektierten Photonen verteilen sich auf die nächsten oder übernächsten Pixel und sorgen hierdurch für Unschärfe im Bild. Dies lässt sich anhand eines Auflösungsstestmusters gut visualisieren. Bei einer Pixelgröße von 50 nm wurde das Testmuster bei drei unterschiedlichen Schwellen abgebildet. Die Belichtungszeit lag bei 20 min und als Target wurde ein Wolfram-Nadeltarget verwendet. Die erste Energieschranke wurde auf 3 keV gesetzt, da diese die, für den Pixirad Detektor niedrigste und rauschfreie Schwelle darstellt. Die zweite Schwelle liegt bei 5 keV, weil bei dieser bisher alle Computertomographien durchgeführt wurden. Die dritte Schwelle liegt bei 15 keV, da ab dieser Energie jedes Photon nur einmal detektiert wird. Diese Aufnahme ist demnach frei von Photonen, die durch Charge Sharing entstehen.

Die resultierenden Aufnahmen sind in Abbildung 8.6 dargestellt. Zwischen den Schwellen bei 3 keV und 5 keV ist kaum ein Unterschied zu erkennen. Das Rauschen fällt aufgrund der geringeren Intensität bei der höchsten Schwelle deutlich stärker aus. Zur Bewertung der Auflösung wird diese wie in Kapitel 6.3 über das 10 % Niveau der MTF bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 zusammengefasst. Die Charge Sharing freie Aufnahme zeigt eine leicht bessere Auflösung als

Schwelle [keV]	Auflösung [nm]	Intensität (EDX)	Intensität (Detektor)
3	123 ± 7	3808	1135
5	120 ± 7	3400	798
15	106 ± 7	254	82

Tabelle 3: Erreichte Auflösung und Intensitäten in Abhängigkeit der Energieschwelle des Detektors. Die Intensitäten ergeben sich aus der Integration der Spektren aus Abb. 8.2 zwischen der jeweiligen Schwelle und 30 keV.

die anderen beiden, welche sich nicht unterscheiden. Demnach könnten in Bezug auf die erreichbare Auflösung alle Messungen mit einer unteren Energieschwelle von 3 keV durchgeführt werden. Eine Erhöhung der Energieschwelle auf 15 keV würde die Auflösung zwar leicht verbessern, jedoch würde die Intensität am Detektor auf 10 % sinken. Dies führt zu einer um den Faktor 10 längeren Belichtungszeit, um das gleiche SNR wie in den Aufnahmen bei 5 keV zu erreichen.

Die untere Energieschwelle des Detektors bleibt trotz dieses Ergebnisses aus zwei Gründen unverändert bei 5 keV. Einerseits muss die Sensorfläche des Detektors für die Schwelle bei 3 keV stärker gekühlt werden, um rauschfrei zu sein. Zum anderen würde die Intensität laut den Spektren, die mit dem EDX aufgenommen wurden (vgl. Abb. 8.2) um 12 % steigen. Die Detektorspektren ergeben jedoch einen Anstieg um 42 %. Somit würde der Anteil an Photonen, die durch Charge Sharing in der Sensorfläche entstehen, deutlich steigen. Aus diesen Gründen wird für ein Wolframtarget die bisher bewährte Schwelle von 5 keV weiterhin verwendet.

Neuere Detektoren, wie beispielsweise das Nachfolgemodell des hier verwendeten Detektors, der Pixirad-III haben integrierte Charge Sharing Korrekturalgorithmen. Dabei werden zum Beispiel Ereignisse, die sich über mehrere Pixel verteilen zu-

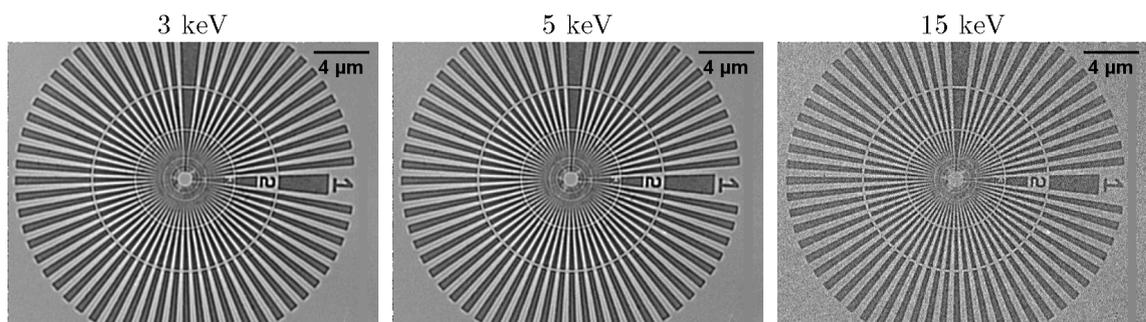


Abbildung 8.6: Auflösungstests bei einer Pixelgröße von 50 nm und einer unteren Schwelle von 3 keV, 5 keV und 15 keV; Zwischen der linken und der mittleren Aufnahme besteht nahezu kein Unterschied. Bei der höchsten Energieschwelle lassen sich etwas kleinere Strukturen erkennen. Diese Aufnahme ist aufgrund der geringeren Intensität jedoch deutlich verrauschter.

sammengefasst und dem Ereignis mit der größten Ladung zugeordnet [5]. Durch verschiedene Charge Sharing Korrekturen kann die Energieauflösung der Detektoren verbessert werden. Im Energiebereich zwischen 26 keV und 50 keV kann beispielsweise eine Energieauflösung zwischen 13 % und 8,2 % erreicht werden [17]. Detektoren, deren Sensorfläche aus Silizium anstelle von *CdTe* gefertigt ist, weisen weniger Charge Sharing auf und erreichen eine Energieauflösung von 1,43 keV bei 8 keV [19].

9 Charakterisierung des XRM-II nanoCT Systems

Nachdem in den vorangegangenen Kapiteln die Weiterentwicklung und die Charakterisierung von Röntgentarget und Detektor des XRM-II nanoCT Systems beschrieben wurden, beschäftigt sich das folgende Kapitel mit der Charakterisierung des gesamten Systems.

Um die Qualität des resultierenden 3D Volumens zu bewerten, wird die nano-CT mit einer höher auflösenden Bildgebungsmethode, der FIB Tomographie, verglichen. Der Vergleich erfolgt unter anderem anhand der erreichten Auflösung im Volumen, dem Materialkontrast und dem untersuchten Probenvolumen. Als Probe dient hierfür ein Stück einer CPU, da diese aus Leiterbahnen unterschiedlicher Größe besteht und somit einen dreidimensionalen Auflösungstest darstellt.

9.1 CPU-Probe

Bei der CPU, die für die Charakterisierung gewählt wurde, handelt es sich um eine Intel Core Duo Quad Q8400. Die enthaltenen Materialien Kupfer und Siliziumdioxid

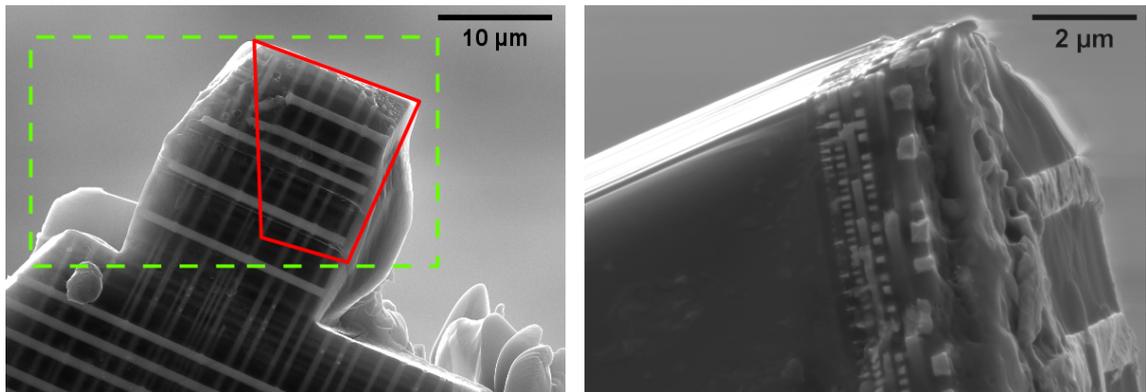


Abbildung 9.1: REM-Bilder der präparierten CPU-Probe; links: Das grüne Rechteck markiert den Bereich, der mit dem XRM-II nanoCT untersucht wurde, während das rote Viereck den FIB-Bereich zeigt. Die Ausbuchtung an der rechten Seite trat während des Zuschnitts auf und besteht aus Gallium. Bei der knollenartigen Struktur im unteren rechten Teil des Bildes handelt es sich um redepositioniertes Material (Silizium) [95]. rechts: In der seitlichen Ansicht der Probe sind die einzelnen Schichten der CPU und deren Leiterbahnen deutlich zu erkennen.

SiO_2 , besitzen ein stark unterschiedliches Absorptionsvermögen von Röntgenstrahlen, was zu einem guten Bildkontrast führt. Außerdem gleichen die kupfernen Leiterbahnen einem dreidimensionalen Auflösungstest. Die CPU besteht aus Schichten von Leiterbahnen, deren Größe sich schichtweise von $1 \mu\text{m}$ auf 45 nm verringert. Die

Bahnen sind mit SiO_2 als Isolator von einander getrennt. Diese Probe bietet außerdem den Vorteil, dass sie im Vakuum stabil ist und genügend Leitfähigkeit besitzt, wodurch sie nicht mit Gold oder Kohlenstoff beschichtet werden muss.

Von der CPU wurde die Ummantelung entfernt und der Chip in kleine Teile zerbrochen. Wovon eines auf einem nano-CT Probenhalter befestigt wurde. Der Zuschnitt auf die passende Größe erfolgte in der Ionenfeinstrahlanlage (FIB), mit welcher auch die FIB Tomographie durchgeführt wurde. Elektronenbilder der zugeschnittenen Probe mit einer Größe von $20 \times 20 \times 12 \mu\text{m}$ sind in Abbildung 9.1 zu sehen. Durch die Präparation entstandene Strukturen wie Galliumanlagerung und Redepositionen [95] aus Silizium sind klar zu erkennen. Außerdem können im Elektronenmikroskop die Schichten der CPU und deren Leiterbahnen dargestellt werden.

9.2 Datenaufnahme und Rekonstruktion

Für die Computertomographie des CPU-Fragments wurde im XRM-II nanoCT eine Vergrößerung von $1275\times$ gewählt, was einer Pixelgröße von 48 nm entspricht. Bei dieser Vergrößerung beträgt das field of view (FOV) circa $50 \mu\text{m}$ und die Probe lässt sich vollständig auf dem Detektor abbilden. In 2D können bei dieser Einstellung Linienpaare von 100 nm Breite aufgelöst werden, was einer FWHM Auflösung von 160 nm entspricht [54]. Die Parameter des Elektronenmikroskops wurden auf ihre Maximalwerte von 30 kV Beschleunigungsspannung und einem Strom von 380 nA gesetzt, was einer Leistung von 11,4 mW entspricht. Die Aufnahmedauer betrug 24 Stunden bei 1000 Projektionen mit einer Belichtungszeit von 60 s. Um eine möglichst hohe Auflösung zu erreichen, wurde ein Nadeltarget aus Wolfram verwendet. Die Energieschwelle des Röntgendetektors wurde entsprechend des Targetmaterials auf 5 keV gesetzt. Das mit der nano-CT gescannte Probenvolumen beträgt $2880 \mu\text{m}^3$. Das CPU-Fragment musste vor der FIB Tomographie mit einer dünnen Schicht aus Platin überzogen werden, um beim Schneiden einen übermäßigen Materialabtrag an der Probenoberfläche zu verhindern und um die Probe während der Ionenstrahl-Positionierung zu schützen [85].

Um beide Bildgebungsmethoden besser vergleichen zu können, wurden die Parameter und der Ausschnitt der Probe für die anschließende FIB Tomographie so gewählt, dass die Aufnahmedauer mit der nano-CT vergleichbar ist. In der FIB Tomographie wurde lediglich der Bereich mit den Leiterbahnen untersucht und nicht der darunterliegende Siliziumwafer. Die Pixelgröße im REM-Bild beträgt 11,4 nm und die Schichtdicke des FIB 10,2 nm. Die Parameter des FIB wurden auf einen Strahlstrom von 50 pA, eine Beschleunigungsspannung von 30 keV, eine Verweildauer von 1 ms und eine Schrittweite des Strahls von 2 nm gesetzt. Die Elektronenbilder wurden mit einem Everhart-Thornley-SE Detektor mit einer Integrationszeit von 10,5 s bei

einer Beschleunigungsspannung von 2 kV aufgenommen. Die Aufnahmedauer für die FIB Tomographie, bestehend aus 1512 Schnittbildern, betrug circa 22 Stunden. Das untersuchte Probenvolumen beträgt $231 \mu\text{m}^3$. In Abbildung 9.1 sind die mit den beiden Bildgebungsmethoden untersuchten Bereiche der Probe eingezeichnet.

Die Rekonstruktion des nano-CT Datensatzes erfolgt mit dem zum XRM-II nano-CT zugehörigen Rekonstruktionsprogramm, welches auf einem TV-SART Algorithmus beruht (vgl. Kapitel 5.3). Das 3D Volumen der FIB Tomographie wurde mit Hilfe von „Fiji“ [70] erzeugt. Zunächst muss hierfür die Verschiebung der einzelnen REM-Bilder, die durch minimale Proben- oder Elektronenstrahlbewegung entsteht, zu einander korrigiert werden. Des Weiteren wurden die REM-Bilder unter einem Winkel von 54° aufgenommen und die geschnittene Schichtdicke stimmt nicht mit der Pixelgröße der Elektronenbilder überein. Die schräge Bildaufnahme wurde durch ein Skalieren der Schnittbilder kompensiert, während das Volumen in Schnittrichtung um das Verhältnis von Pixelgröße zu Schichtdicke gestaucht wurde. Somit sind die Voxel des rekonstruierten Volumens der FIB Tomographie kubisch mit einer Kantenlänge von 11,4 nm.

9.3 Ergebnisse von nano-CT und FIB Tomographie

Die CPU besteht insgesamt aus 8 Schichten an Leiterbahnen und 7 Zwischenschichten, in welchen die Bahnen miteinander verbunden sind. In Abbildung 9.2 ist für beide Bildgebungsmethoden ein Schnitt durch alle Leiterbahnen zu sehen. In der nano-CT sind die oberen vier Schichten deutlich zu kennen, während aus den darunterliegenden Schichten lediglich Strukturen dargestellt werden können, die sich über zwei Schichten erstrecken. In der FIB Tomographie können alle Schichten aufgelöst und voneinander getrennt werden, es lassen sich sogar die Transistoren der untersten Schicht darstellen. Der helle Bereich, der die Probe in der FIB Tomographie umgibt stammt von der Platinummantelung, welche in der nano-CT nicht vorhanden war. Der zugeschnittene Teil der Probe kann in der nano-CT vollständig dargestellt werden, während die FIB Tomographie lediglich die Leiterbahnen und einen kleinen Teil des Wafers enthält.

In Abbildung 9.3 sind die Leiterbahnschichten 2, 3 und 4 sowie die Zwischenschicht von 3 und 4 dargestellt. Die Schnitte wurden so durch das Volumen gelegt, dass die Schichten getrennt voneinander zu sehen sind. Im Schnittbild der zweiten Schicht ist der Bereich der Probe markiert, welche mit dem FIB untersucht wurde. Alle Leiterbahnen, die mit der nano-CT dargestellt werden können, sind auch in der FIB Tomographie zu sehen. In der Zwischenschicht 2 – 3 lässt sich bei beiden Methoden erkennen, dass die Leiterbahnen untereinander meist an zwei Punkten miteinander verbunden sind. Die Breite der Leiterbahnen wird mit steigender Schichtnummer

kleiner und reicht von 600 nm in der zweiten hinzu 170 nm in Schicht 3. In der FIB Tomographie lässt sich auch die Dicke der untersten Schicht mit 150 nm bestimmen.

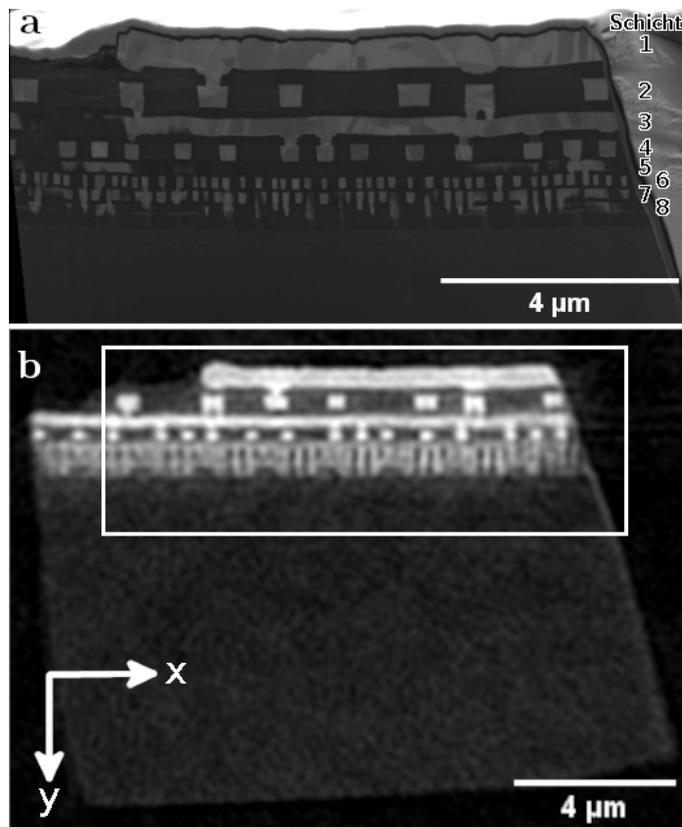


Abbildung 9.2: Schnitte entlang der ersten Leiterbahn der obersten Leiterschicht der beiden Bildgebungsmethoden; **a:** Schnitt im FIB Volumen. Es können alle acht Leiterschichten ebenso wie die Transistoren der untersten Schicht aufgelöst werden. **b:** Schnitt im nano-CT Volumen. Das weiße Rechteck markiert den Ausschnitt der in a zu sehen ist. Die obersten vier Leiterschichten lassen sich gut trennen, während darunter nur größere Details dargestellt werden können.

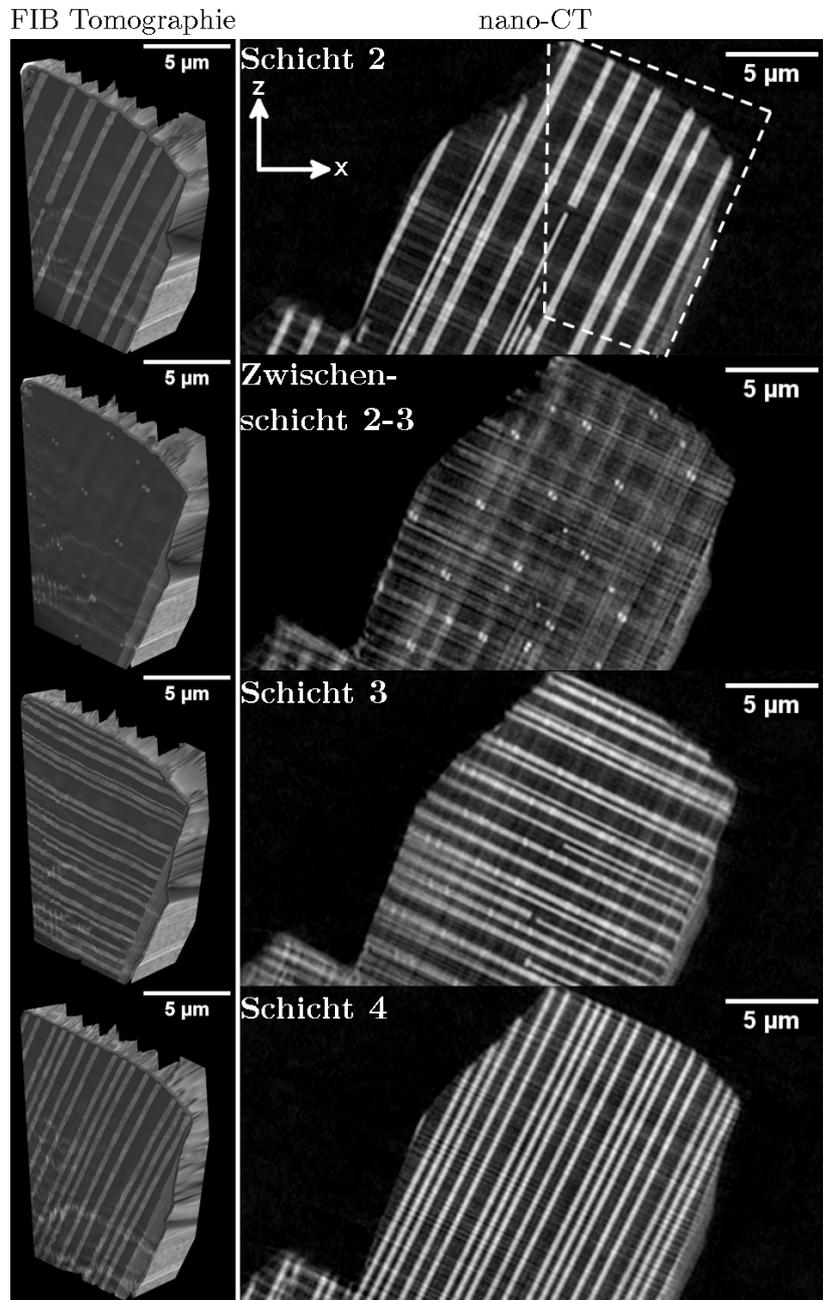


Abbildung 9.3: Schnittbilder aus den rekonstruierten Volumina der FIB Tomographie (links) und der nano-CT (rechts); Es sind die Schichten 2, 3 und 4 sowie die Zwischenschicht 2-3 abgebildet. Das weiße Viereck markiert den Bereich in welchem die FIB Tomographie durchgeführt wurde. Die Platinummantelung sorgt für die helle Umrandung in den Bildern der FIB Tomographie.

9.4 Vergleich von nano-CT mit FIB Tomographie

Der Vergleich der beiden Bildgebungsmethoden erfolgt in der erreichbaren Auflösung im Volumen, der Detailerkennbarkeit, im Materialkontrast und den Artefakten.

Auflösung im Volumen

Um die erreichte Auflösung im Volumen zu bestimmen, wird der FWHM an definierten Kanten bestimmt. Für eine bessere Vergleichbarkeit der beiden Bildgebungsmethoden wurden hierfür die selben Strukturen beider Volumina verwendet. Da die

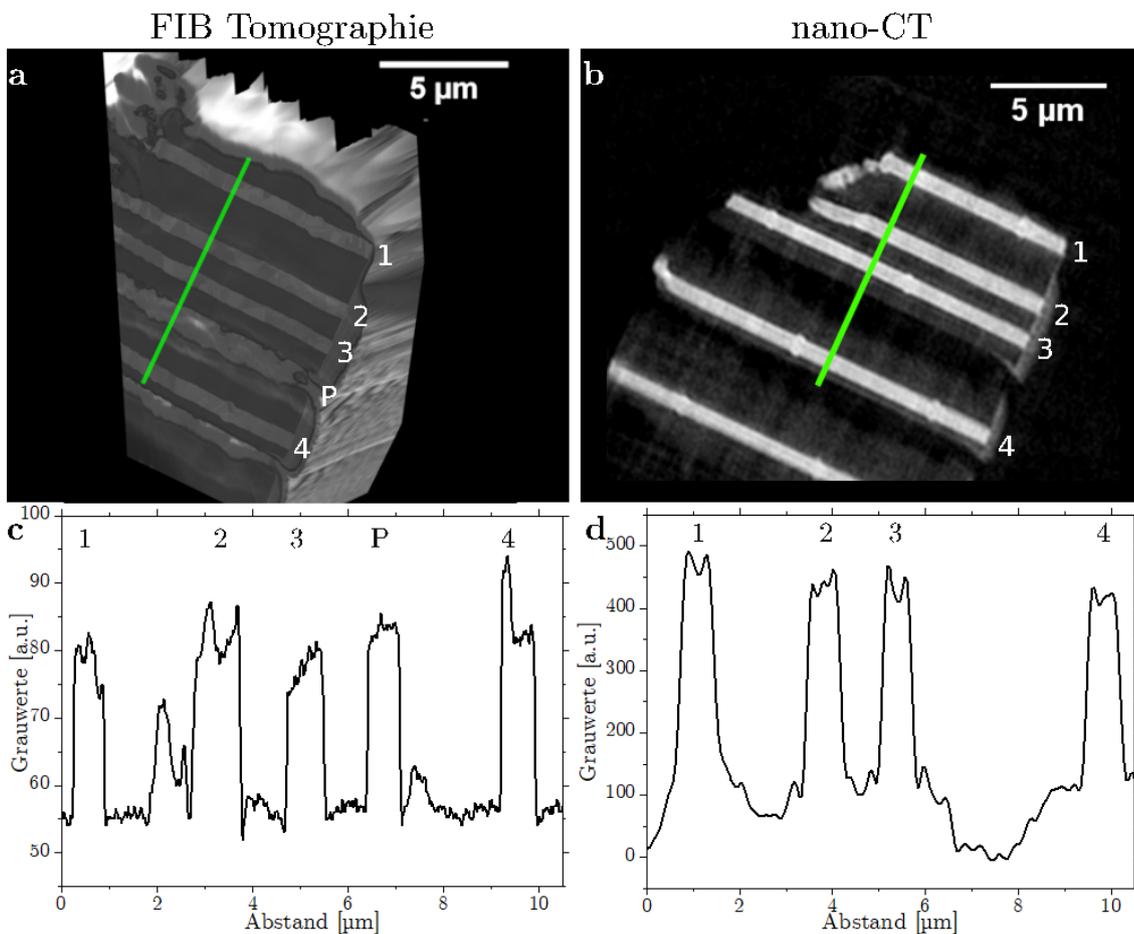


Abbildung 9.4: Virtuelle Schnitte entlang der ersten Leiterschicht (a: FIB Tomographie, b: nano-CT); Die Leiterbahnen sind von 1 bis 4 durchnummeriert. Die durch die Plantinumantelung entstandene Struktur ist als P gekennzeichnet. Die für die Bestimmung der FWHM Auflösung verwendeten Linienprofile sind für die FIB Tomographie in c und für die nano-CT in d dargestellt.

beiden Volumina nicht die gleiche Orientierung besitzen, muss diese zunächst angepasst werden. Hierfür wurden beide Volumina rotiert, da ansonsten einmal eine in-plane und einmal eine off-plane Auflösung bestimmt werden würde. Durch die Rotation und der damit einhergehenden Interpolation, wird jeweils eine off-plane Auflösung ermittelt.

Die Volumenauflösung wird in der obersten Schicht von Leiterbahnen bestimmt, da hier die Bahnen breit und dick genug sind. Die verwendeten Schichten und resultierenden Linienprofile sind in Abbildung 9.4 dargestellt. In der FIB Tomographie ist zwischen der dritten und vierten Leiterbahn eine zusätzliche Struktur vorhanden, die ihren Ursprung in der Platinummantelung hat. Diese Struktur wird für die Bestimmung der Auflösung nicht berücksichtigt.

In der nano-CT ergibt sich nach dieser Methode eine off-plane Auflösung von 156 ± 4 nm und in der FIB Tomographie von 36 ± 2 nm. Für beide Methoden entspricht dies einer Unschärfe von 3,2 Pixel. Hierbei muss berücksichtigt werden, dass es sich um eine off-plane Auflösung handelt, welche aufgrund der Rotationsbedingten Interpolation eine höhere Unschärfe als eine in-plane Auflösung besitzt.

Da die Auflösung im Volumen mit der 2D Auflösung vergleichbar ist, ist es mit dem Rekonstruktionsprozess möglich die Auflösung aus der Radiographie in das 3D Volumen zu übertragen. Außerdem zeigt dies, dass die 2D Unschärfe die durch die Quellfleckausdehnung entsteht gegenüber der Interpolation nahezu keinen Einfluss hat.

Detailerkennbarkeit

Die kleinsten Strukturen der CPU befinden sich in der 8. und untersten Schicht. Anhand dieser wird die Detailerkennbarkeit der beiden Bildgebungsverfahren bestimmt (vgl. Abb. 9.5). Diese Schicht besitzt eine Dicke von 150 nm. Die kleinsten Strukturen, die sich in der nano-CT erkennen lassen, sind lange und dünne Linien, die eine Breite von circa 100 nm haben. Kleinere Strukturen in der selben Schicht können nicht aufgelöst werden. Aufgrund der besseren Auflösung können in der FIB Tomographie alle Strukturen dieser Schicht abgebildet werden. Es sind sogar die Teile von Transistoren mit einer Größe von etwa 45 nm erkennbar, was der Lithographiegröße des Herstellers entspricht [40].

Kontraste

Beim XRM-II nanoCT entsteht der Kontrast zwischen verschiedenen Materialien aufgrund unterschiedlicher Schwächung von Röntgenstrahlen. Im rekonstruierten Volumen werden stärker absorbierende Bereiche in hell und schwächere in dunkel dargestellt. In der FIB Tomographie werden Elektronen, die mit der Probe in Wech-

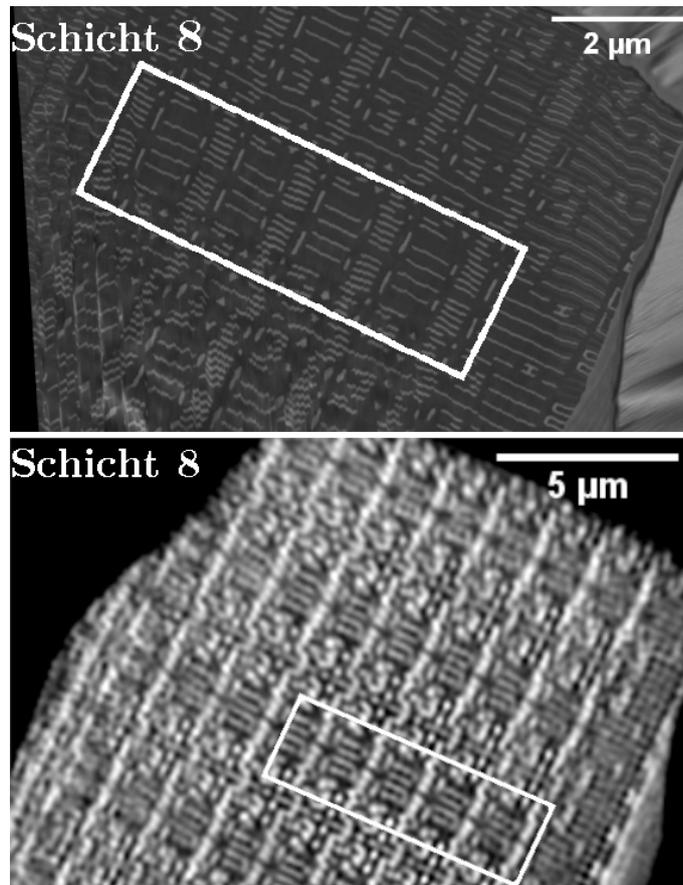


Abbildung 9.5: Letzte Schicht der Leiterbahnen. In der FIB Tomographie (oben) können selbst Teile der Transistoren abgebildet werden. In der nano-CT (unten) hingegen sind nur die größeren Strukturen dieser Schicht zu erkennen. Das weiße Rechteck markiert einen Bereich, in dem die selben Strukturen beider Verfahren zu erkennen sind.

selwirkung treten, für die Bilderzeugung verwendet. Die Elektronen werden nach ihrer Wechselwirkung mit der Probe von einem Sekundärelektronendetektor detektiert. Der Materialkontrast entsteht dabei durch die materialabhängige Rückstreuung an den Atomkernen.

Um den Materialkontrast beider Bildgebungsmethoden quantitativ vergleichen zu können, wird das Verhältnis von Kontrast zu Rauschen (CNR) bestimmt. Da die Probe hauptsächlich aus Kupferleiterbahnen und isolierendem SiO_2 besteht, wird diese Analyse an diesen beiden Materialien durchgeführt. Die Bestimmung des CNR

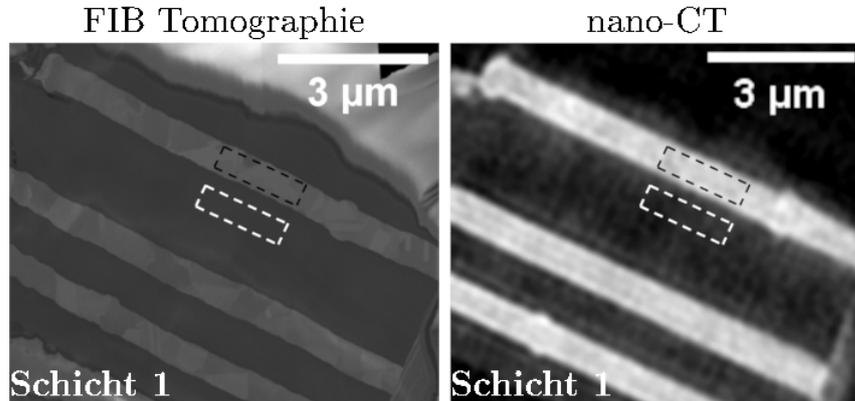


Abbildung 9.6: Beispiel zur Bestimmung des CNR; In den weiß und schwarz markierten Rechtecken wurde jeweils der Mittelwert und die Standardabweichung der Grauwerte bestimmt, um anschließend daraus das CNR zu berechnen. Beide Bereiche haben eine Fläche von jeweils $0,78 \mu\text{m}^2$.

erfolgt nach folgender Gleichung [83]:

$$CNR = \frac{|\mu_1 - \mu_2|}{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}} \quad (9.1)$$

Hierbei sind μ_1 und μ_2 Mittelwerte und σ_1 und σ_2 Standardabweichungen zweier Signale. Es wird die Standardabweichung und der Mittelwert der Grauwerte der Leiterbahnen und des SiO_2 bestimmt. Dies geschieht für eine bessere Vergleichbarkeit der beiden Bildgebungsmethoden wiederum in den gleichen Bereichen der Probe, der oberen Leiterschicht (vgl. Abb. 9.6). Das CNR wurde an 8 Bereichen mit einer Fläche von je $0,78 \mu\text{m}^2$ ermittelt und anschließend gemittelt. Für die nano-CT ergibt sich ein Wert von $14,3 \pm 0,9$ und für die FIB Tomographie $7,0 \pm 0,7$. Die nano-CT bietet folglich für diese zwei Materialien einen besseren Kontrast als die FIB Tomographie.

Artefakte

In der nano-CT werden die gravierendsten Artefakte durch eine unvollständige Geometriekorrektur während der Rekonstruktion verursacht. Im Rekonstruktionsprozess wird die Aufnahmegeometrie durch Korrelation bestimmt. Weicht diese von der tatsächlichen Geometrie ab, so entstehen Artefakte wie in Abb. 9.3 und 9.5, welche zu verwaschenen Leiterbahnen führen. Dieser Effekt fällt zu den Rändern des rekonstruierten Volumens hin stärker aus. Kleine Geometriefehler generieren zudem Strukturen mit Doppelkanten, was die erreichbare Auflösung verschlechtert. Des Weiteren sind bei der nano-CT in einigen Schnittbildern Strukturen benachbarter Schnitte zu erkennen. Dies wird in der Zwischenschicht 2 – 3 besonders deutlich

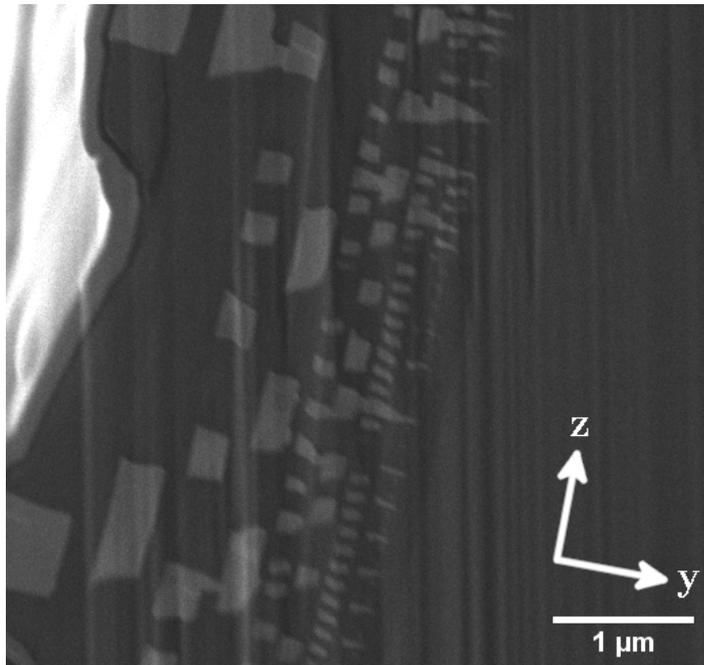


Abbildung 9.7: REM-Bild aus der FIB Tomographie; Die Vorhangartefakte, die aufgrund von unterschiedlichen Materialabtrag entstehen, sind deutlich zu erkennen.

(vgl. Abb. 9.3). Dieser Effekt hat seine Ursache darin, dass die Dicke der Zwischenschicht im Bereich der Voxelgröße liegt.

Für Computertomographie typische Artefakte, wie Strahlaufhärtung lassen sich nicht eindeutig identifizieren, da der Phasenfilter und die Geometrieartefakte die Bildqualität stärker beeinflussen. In Schicht 3 aus Abbildung 9.3 treten dunkle Linien an der gleichen Stelle auf, an der sich in der darüber liegenden Schicht Leiterbahnen befanden. Hierbei könnte es sich um Strahlaufhärtungseffekte handeln.

Unterschiedliche Materialabtragsraten sorgen in der FIB Tomographie für die Ausbildung so genannter Vorhangartefakte (vgl. Abb. 9.7). Derartige Artefakte entstehen durch unterschiedlich starken Materialabtrag beim Schneiden mit dem Ionenstrahl. Ursache hierfür können die in der Probe vorhandenen Materialien, Porosität oder raue Oberflächen sein. Die wellenähnlichen Artefakte erstrecken sich nach ihrer Entstehung über das gesamte 3D Volumen. Bereiche des REM-Bildes, die derartige Artefakte aufweisen, lassen sich in der Rekonstruktion nicht mehr der korrekten x -Koordinate zuordnen, was zu schiefen und verdrehten Strukturen führt. Im CPU Fragment zeigt sich dieser Effekt vornehmlich in Bereichen, die tiefer in der Probe liegen, da hier mit den Ionen mehr Material abgetragen werden muss, was derartige Artefakte noch verstärkt [41].

9.5 Zusammenfassung des Vergleichs

Parameter	nano-CT	FIB Tomographie
Präparationszeit	7 h	13 h
Messmethode	zerstörungsfrei	nicht zerstörungsfrei
Messzeit	24 h	22 h
gemessenes Probenvolumen	2880 μm^3	231 μm^3
Voxelgröße/Sampling	48 nm	11,4 nm
Detailerkennbarkeit	100 nm	45 nm
FWHM in 3D	156 \pm 4 nm	36 \pm 2 nm
CNR	14,3 \pm 0,9	7,0 \pm 0,7

Tabelle 4: Übersicht der Parameter und Ergebnisse beider Bildgebungsverfahren

Die Wahl einer nahezu gleichen Messzeit erleichtert den Vergleich der beiden Bildgebungsverfahren, da dadurch ein Parameter vorgegeben ist. Für die FIB Tomographie ist die Zeit, die für die Probenpräparation benötigt wird fast doppelt so lang, da die Probe nach dem Zuschnitt zusätzlich noch mit Platin ummantelt werden muss. Der Zuschnitt muss bei beiden Methoden aufgrund der kleinen Probengröße mit einer Ionenfeinstrahlanlage erfolgen. Ein Vorteil der nano-CT besteht darin, dass die Probe während der Messung nicht zerstört wird und anschließend weitere Analysen möglich sind. Des Weiteren ist das untersuchte Probenvolumen in der nano-CT um den Faktor 12 größer als in der FIB Tomographie, was jedoch auch ein circa viermal größeres Sampling zur Folge hat. Mit der FIB Tomographie wäre es mit einer entsprechend größeren Schnittbreite auch möglich ein ähnlich großes Volumen zu messen. Dies würde jedoch wiederum die Auswirkungen der Vorhangartefakte verstärken [66], weshalb die nano-CT für die Untersuchung größerer Proben geeigneter ist. Der große Vorteil der FIB Tomographie gegenüber der nano-CT ist die deutlich bessere Auflösung, weshalb es möglich ist auch kleine Teile der Transistoren aufzulösen. In Tabelle 4 sind alle Parameter und Ergebnisse des Vergleichs der beiden Methoden nochmals zusammengefasst.

Materialtrennung und Elementbestimmung

10 Computertomographie mit Energieschwellen

Während für die bisher gezeigten Computertomographien am XRM-II nanoCT lediglich eine Energieschwelle des Detektors genutzt wurde, soll in diesem Kapitel der Nutzen von zwei Schwellen dargestellt werden.

Die untere Energieschwelle des Detektors wird genutzt, um das in Kapitel 8.4 beschriebene Charge Sharing zu unterdrücken, während die obere Schwelle verschiedene Verwendungsmöglichkeiten hat. Mit dieser können beispielsweise schwach absorbierende Materialien ausgeblendet oder Artefakte reduziert werden. Eine Materialtrennung über Energiebereiche auf beiden Seiten einer Absorptionskante, wie in Kapitel 8.1 beschrieben, ist nicht möglich. Dies liegt zum einen an der geringen Intensität des nano-CT Systems und zum anderen an der schlechten Energieauflösung des Detektors (vgl. Kap. 8.3).

Darüber hinaus lassen sich die Schwellen an das verwendete Targetmaterial anpassen, um den Materialkontrast für schwach absorbierende Proben, wie beispielsweise SiO_2 Kugeln, zu verbessern.

10.1 Verwendung von Energieschwellen bei der CT

Der am XRM-II nanoCT verwendete Detektor bietet, wie in Kapitel 8 beschrieben, die Möglichkeit zwei Aufnahmen mit unterschiedlichen Energieschwellen gleichzeitig durchzuführen. Somit können in der Computertomographie zwei vollständige Datensätze mit zwei Energieschwellen ohne zusätzliche Messzeit aufgenommen werden. Zusätzlich bietet die gleichzeitige Aufnahme den Vorteil, dass sich das Objekt zwischen den beiden Aufnahmen nicht bewegen kann, so dass auch eine Differenzbildung der beiden Bilder möglich ist.

10.2 3D Drucker Kupfer-Filament

Als Probe für die nano-CT mit zwei Energieschwellen wurde ein 3D Drucker Kupfer-Filament verwendet. Dieses besteht laut Herstellerangaben [27] aus 70 – 80% gekapselten Kupfer, 10 – 20% Polymilchsäure (PLA, $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2$) und 3 – 5% Bariumsulfat. Diese Probe wurde gewählt, da sie hauptsächlich aus einem stark absorbierenden Material, Kupfer, und einem schwach absorbierenden Material, Polymilchsäure, besteht.

Aus bereits gedruckten Material wurde eine Probe präpariert, da der Durchmesser des Filaments im Ausgangszustand 3 mm und im gedruckten Zustand ca. 150 μm beträgt. Somit war kein zusätzlicher Zuschnitt mehr notwendig und die Probe musste nur noch mit Kohlenstoff bedampft werden, um sie leitfähig zu machen.

Die nano-CT wurde am XRM-II nanoCT mit einem Wolfram-Folientarget bei einer

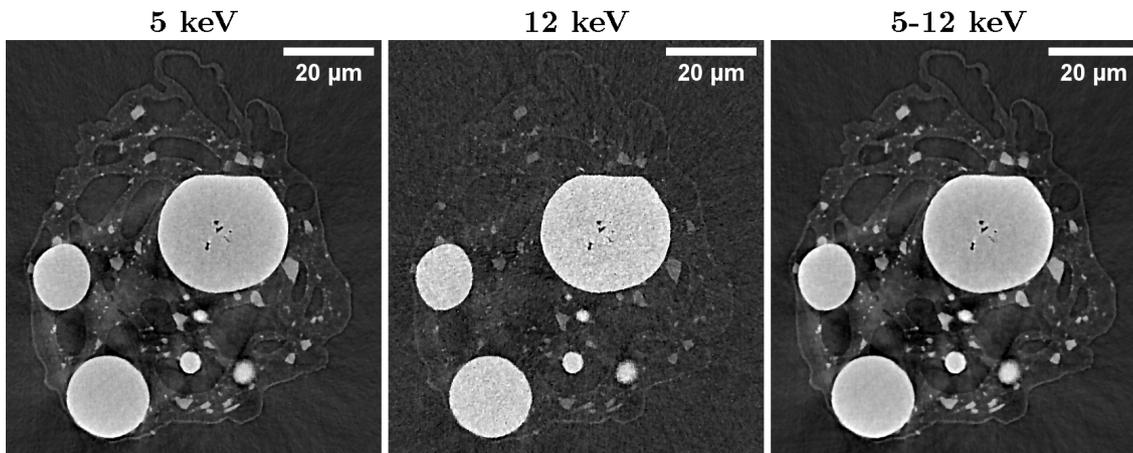


Abbildung 10.1: Drei Schnittbilder durch das rekonstruierte Volumen des 3D Drucker Filaments bei einer Energieschwelle von 5 keV, 12 keV und dem Energieintervall zwischen 5 keV und 12 keV. Das PLA ist bei 12 keV aufgrund des geringeren Schwächungskoeffizienten deutlich schlechter zu erkennen als bei 5 keV. Im Differenzbild sind gegenüber dem ursprünglichen Bild kaum Unterschiede sichtbar.

Beschleunigungsspannung von 30 kV und einem Strom von 380 nA durchgeführt. Die Pixelgröße beträgt 150 nm. Die erste Energieschwelle des Detektors wurde auf 5 keV gesetzt, welche sich aufgrund des verwendeten Targetmaterials ergibt. Die zweite Schwelle liegt bei 12 keV, da hier das PLA deutlich transparenter ist. Es wurden bei der nano-CT drei separate Datensätze erzeugt, zum einen die beiden Energieschwellen und zum anderen die Differenz der beiden. Die aus der Rekonstruktion der 5 keV Daten resultierende Geometrie wurde für die Rekonstruktion der beiden übrigen Datensätze verwendet, um eine exakte Übereinstimmung der rekonstruierten Volumina zu gewährleisten.

In Abb. 10.1 sind Schnittbilder der selben Ebene durch die drei Volumina dargestellt. Das stark absorbierende Kupfer in Form von Kugeln wird vom umgebenden PLA stabilisiert. Bei den kleineren und schwächer absorbierenden Partikeln könnte es sich um den geringen Anteil von $BaSO_4$ handeln. Die große Kupferkugel weist außerdem kleine Lufteinschlüsse auf.

10.2.1 Materialkontrast

Während im Schnittbild der 5 keV Schwelle alle drei Probenbestandteile gut zu erkennen sind, ist bei 12 keV das PLA nur noch schwach zu erkennen und unterscheidet sich kaum vom Hintergrund. Dies spiegelt sich auch bei der Betrachtung des CNR zwischen PLA und dem Hintergrund wider. An 10 Stellen wurde in beiden Volumina das CNR, wie in Kapitel 9.4 beschrieben, ermittelt. Für das 5 keV Volu-

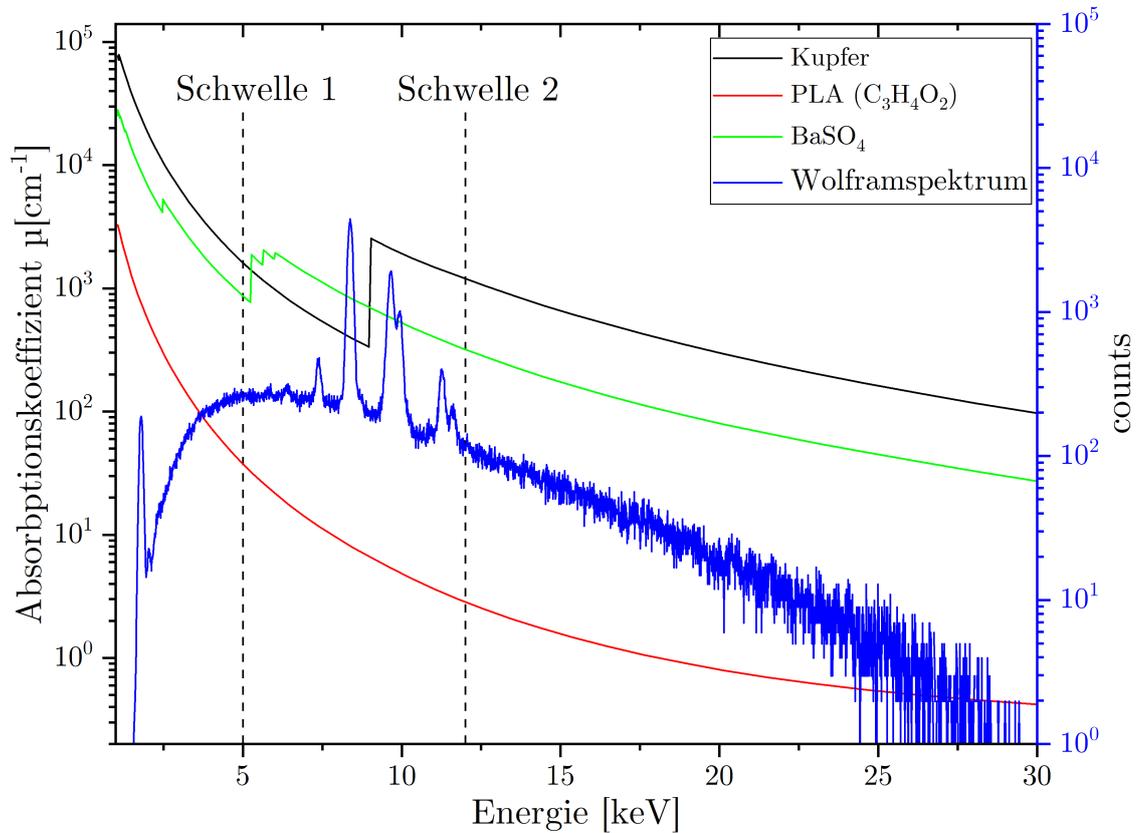


Abbildung 10.2: Absorptionskoeffizienten [10], der im 3D Drucker Filament enthaltenen Materialien (*Cu*, *BaSO₄*, *PLA*); Die erste Schwelle des Detektors bei der nano-CT wurde auf 5 keV, die zweite auf 12 keV gesetzt. Zusätzlich ist das Quellspektrum eingezeichnet, um den von den Energieschwellen abgedeckten Bereich zu visualisieren.

men ergibt sich ein CNR von $0,71 \pm 0,49$ und für das 12 keV Volumen $0,32 \pm 0,22$. Die Ursache hierfür liegt am Absorptionskoeffizient von PLA, der bei 12 keV um eine Größenordnung kleiner ist als bei 5 keV (vgl. Abb. 10.2). Bei Kupfer sinkt das CNR zwar auch von $31,4 \pm 4,4$ auf $12,1 \pm 2,4$, es liegt jedoch immer noch deutlich über dem von PLA. Demnach ist es durch die Verwendung beider Energieschwellen des Detektors möglich, die Probe zunächst vollständig zu untersuchen und falls das schwach absorbierende Material nicht von Interesse ist, es mittels der höheren Energieschwelle auszublenden.

Andererseits bietet die Verwendung von Energieschwellen auch die Möglichkeit den Kontrast schwach-absorbierender Materialien zu verbessern. Dies wurde in [4] anhand von Radiographien gezeigt. Hierfür wird von dem Bild mit der kleineren Ener-

gieschwelle das Bild der größeren subtrahiert. Dies wurde im Falle des 3D Drucker Filaments für alle Projektionen durchgeführt, um schließlich ein rekonstruiertes Volumen für das Energieintervall von 5 keV bis 12 keV zu erhalten. Um für dieses Volumen im Vergleich zu den 5 keV den Materialkontrast bewerten zu können, wird wie zuvor das CNR betrachtet. Bei den, zur Bestimmung des CNR ausgewählten Stellen im Volumen, handelt es sich um die gleichen wie im 5 keV Volumen. Das CNR zwischen PLA und Hintergrund beträgt für das Differenzvolumen $0,88 \pm 0,68$. Dies ist im Rahmen des Fehlers gegenüber des CNRs bei 5 keV keine signifikante Verbesserung. Eine Ursache hierfür liegt darin, dass die untere Schwelle mit 5 keV, bedingt durch das Charge Sharing, deutlich höher gewählt ist als in [4](1 keV), was den Absorptionskoeffizienten von PLA um fast zwei Größenordnungen reduziert. Des Weiteren ist die Intensität des XRM-II nanoCT sehr gering, weshalb das Rauschen vor allem im Bild der zweiten Energieschwelle erhöht ist, da diese erst nach der letzten charakteristischen Wolframlinie ($W - L_{\gamma}$) beginnt.

Eine Materialtrennung unter Verwendung der Energieschwellen ist wie bereits in Kapitel 8 angedeutet, nur bedingt möglich. Dies liegt einerseits am Charge Sharing, welches die dafür nötige Energieauflösung limitiert. Andererseits ist der Bereich, in dem die Energieschwellen variiert werden können, durch die 30 kV Beschleunigungsspannung beschränkt. Dieser Bereich erstreckt sich von 5 keV bis 15 keV, da es unterhalb zu mehr Charge Sharing kommt und oberhalb die Intensität sehr gering ist. Somit ist es lediglich möglich Materialien zu trennen, die ohnehin schon einen großen Absorptionsunterschied besitzen, wie anhand von PLA und Kupfer gezeigt. In Mikro-CT Systemen lässt sich eine Materialtrennung anhand der Energieschwellen wie in [73] gezeigt durchführen. Hierbei besitzt der verwendete Detektor eine deutlich bessere Energieauflösung von 1,43 keV (FWHM) bei 8 keV und die Quelle mit 15 W eine mehr als Faktor 10^3 höhere Leistung. Aufgrund der höheren Energieauflösung können Computertomographien auf beiden Seiten der K-Absorptionskanten der, in der Probe enthaltenen Elemente, durchgeführt werden und Elemente anhand ihres unterschiedlichen Absorptionsverhaltens getrennt werden [73].

10.2.2 Artefaktreduktion

Im Schnittbild des 5 keV Volumens scheinen die Kupferkugeln an ihrem Rand einen größeren Schwächungskoeffizienten zu besitzen als im Inneren (vgl. Abb. 10.3). Dieser Effekt wird als Cupping-Artefakt bezeichnet und entsteht durch Strahlaufhärtung [43], [7]. Strahlaufhärtungsartefakte lassen sich durch den Einsatz eines Filters reduzieren [39]. Aufgrund des geringen Abstandes zwischen Quelle und Objekt am XRM-II nanoCT ließe sich ein Filter nur direkt vor dem Detektor positionieren. Dadurch würden nicht nur die Photonen niedriger Energie, die für die Strahlaufhärtung verantwortlich sind, herausgefiltert werden, sondern auch die Intensität der Höher-

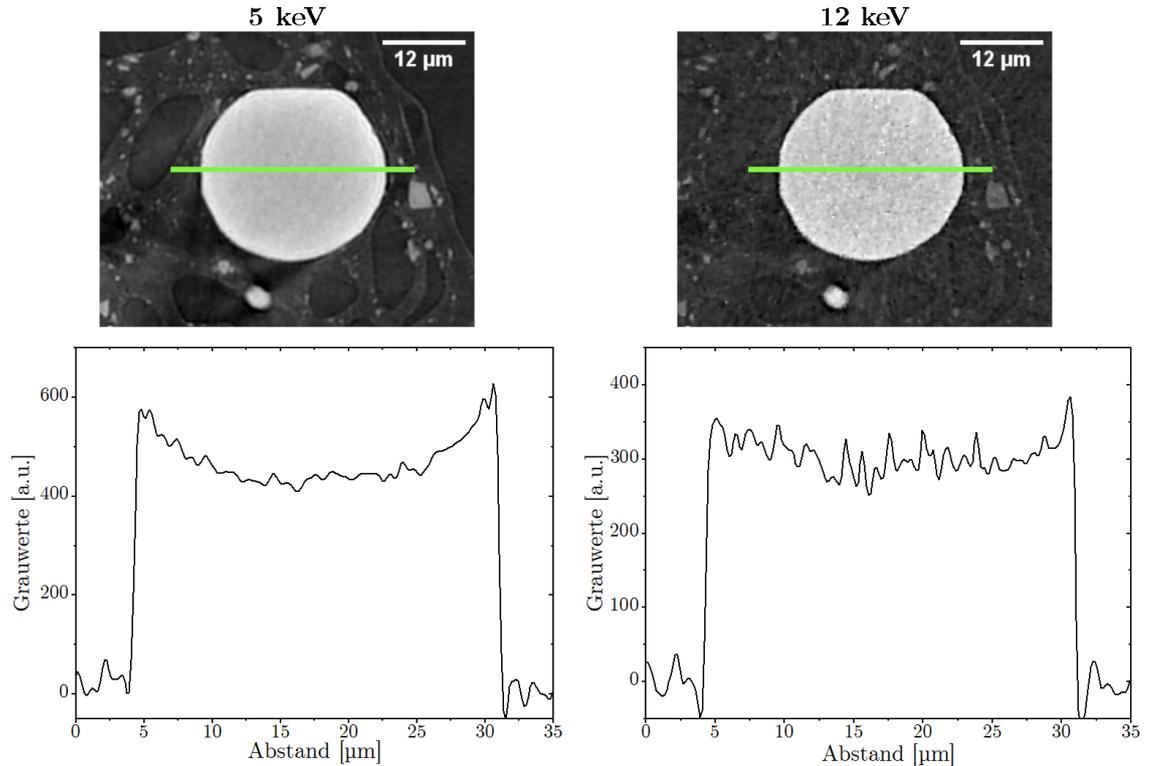


Abbildung 10.3: Linienprofile entlang der grünen Linie über eine Kupferkugel im 3D Drucker Filament für 5 keV und 12 keV; Die bei der niedrigeren Schwelle durch Strahlhärtung auftretenden Cupping-Artefakte werden bei 12 keV deutlich reduziert. Während die höheren Grauwerte am Rand der Kugel bei 5 keV sehr ausgeprägt sind, lassen sie sich bei 12 keV nur noch geringfügig erkennen. Jedoch fällt das Rauschen dafür deutlich stärker aus.

energetischen reduziert. Dies wäre insofern problematisch, da das System ohnehin schon eine geringe Intensität besitzt. Deshalb ist es am XRM-II nanoCT besser die Energieschwellen des Detektor als Filter zu nutzen anstelle eines Filtermaterials. In Abbildung 10.3 ist der direkte Vergleich der, in der CT des 3D Drucker Filaments auftretenden Cupping-Artefakte, dargestellt. Im Falle von 5 keV liegt der Grauwert im Zentrum der Kugel um 25 % niedriger als am Rand. Bei 12 keV sind es hingegen lediglich 13 %. Des Weiteren werden auch die, ebenfalls durch Strahlhärtung verursachten, dunklen Bereiche zwischen der Kupferkugeln reduziert. Ein Nachteil dieser Artefaktreduzierung ist jedoch, dass die Projektionen und damit auch die Rekonstruktion ein stärkeres Rauschen aufweisen. Das SNR innerhalb der Kugeln ist bei der niedrigeren Energieschwelle um den Faktor 2 größer.

10.3 Kombination mit Targetmaterial

Der Targetmanipulator kann zwei Röntgentargets aufnehmen. Dadurch bietet das XRM-II nanoCT die Möglichkeit das Targetmaterial ohne größeren Aufwand zu wechseln. Somit können von ein und der selben Probe bei exakt gleicher Vergrößerung Computertomographien mit unterschiedlichen Targetmaterialien durchgeführt werden. Als Targets können wie in Kapitel 7.1 beschrieben neben den üblichen Wolf-

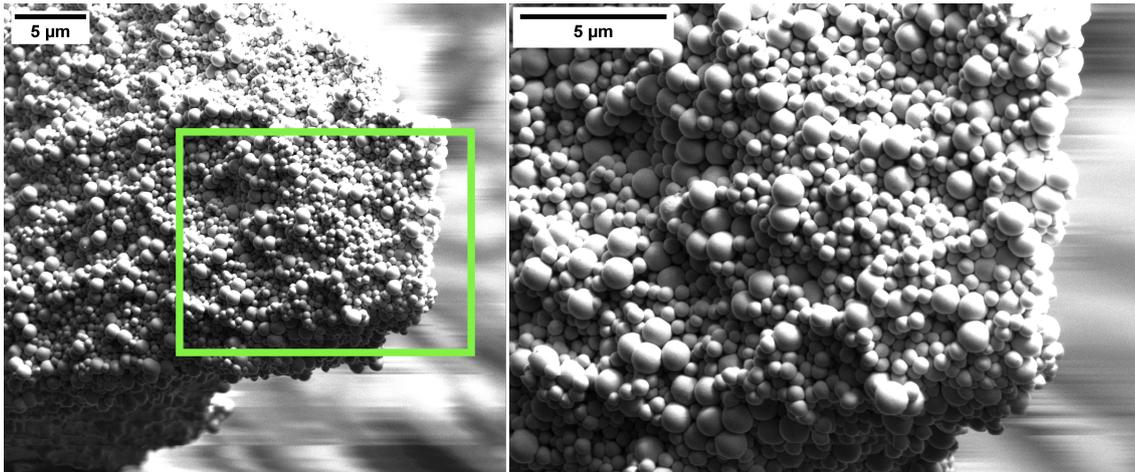


Abbildung 10.4: Elektronenbilder der SiO_2 Kugeln; links: Darstellung der gesamten Probe; Das grüne Rechteck markiert den Bereich, der auf der rechten Seite vergrößert dargestellt ist. rechts: Vergrößerte Darstellung des Probenmaterials; Die Probe besteht aus Kugelgrößen von $0,5 \mu m$ und $1 \mu m$.

ramnadeln auch Folien beliebiger Metalle eingesetzt werden. Der Tausch des Targetmaterials erfordert auch eine Anpassung der Energieschwellen des Detektors, um das Charge Sharing zu unterdrücken und um das Röntgenspektrum optimal zu nutzen (vgl. Kapitel 8.4).

Schwach absorbierende Proben sind am XRM-II nanoCT unter Verwendung des Wolframnadeltargets recht problematisch zu untersuchen, da derartige Proben eine hohe Transparenz besitzen. Diese wird durch den kleinen Absorptionskoeffizienten in Verbindung mit der für das XRM-II nanoCT notwendigen Probengröße bedingt. Beispielsweise weist nach dem Lambert-Beer'schen Schwächungsgesetz eine $50 \mu m$ dicke Probe aus Kohlenstoff bei der $W - L_{\alpha}$ -Linie eine Transparenz von 96 % auf. Dies hat in der Rekonstruktion einen geringen Materialkontrast zur Folge und kleine Strukturen sind nur schwer erkennbar. Dieses Problem lässt sich jedoch dadurch umgehen, indem für derartige Proben ein Targetmaterial mit einem Spektrum verwendet wird, welches einen niedrigeren Energieschwerpunkt besitzt. Dies könnte beispielsweise Titan sein, da dessen charakteristische Linien bei $4,5 \text{ keV}$ und $4,9 \text{ keV}$

liegen [82]. Wie in Kapitel 7.3 dargestellt, muss bei der Verwendung einer Titanfolie jedoch die Beschleunigungsspannung auf 15 keV reduziert werden, um eine mit dem Wolframfolientarget vergleichbare Auflösung erreichen zu können.

Als Probe für eine CT mit dem Titantarget wurde eine Mischung aus SiO_2 Kugeln von 1 μm und 0,5 μm Durchmesser verwendet (vgl. Abb. 10.4). Eine derartige Probe soll in Zukunft analog zu [99] als Testobjekt für nano-CT Systeme Verwendung finden. Da die Kugeln nicht leitend sind, musste die Probe vor dem Einbau ins XRM-II nanoCT mit einer dünnen Goldschicht bedampft werden.

Um die Verbesserung des Materialkontrasts besser beurteilen zu können, wurde sowohl mit dem Wolframnadeltarget als auch mit der Titanfolie eine Computertomographie durchgeführt. Die Pixelgröße war mit 52 nm ebenso wie die Projektionsanzahl von 900 für beide Messungen identisch. Für Titan wurde die Beschleunigungsspannung auf 15 kV reduziert, was in einem Strahlstrom von 172 nA resultiert. Um die dadurch bedingte geringere Intensität zu kompensieren, wurde die Belichtungszeit auf 300 s erhöht, weshalb die gesamte Messzeit bei 4 Tagen liegt. Die untere Energieschwelle des Detektors lag bei 3 keV. Im Falle von Wolfram lagen die Messparameter bei 60 s Belichtungszeit, 30 kV Beschleunigungsspannung, 375 nA

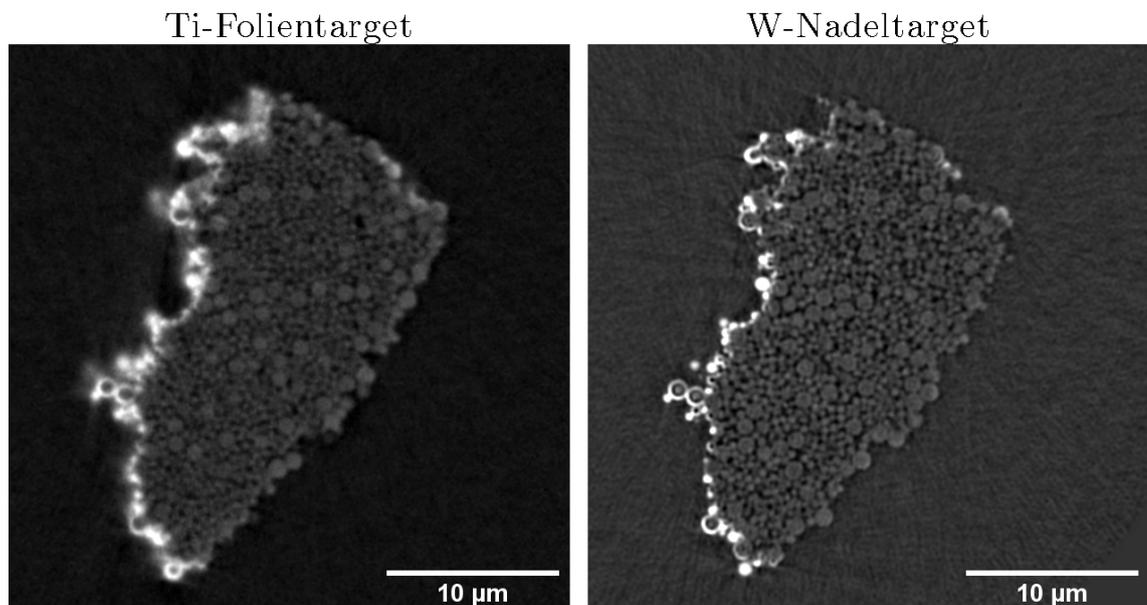


Abbildung 10.5: Schnittbilder der rekonstruierten Volumina der SiO_2 Kugelprobe mit Titan Folientarget (links) und Wolfram Nadeltarget (rechts); Die SiO_2 Kugeln weisen beim Titantarget einen größeren Kontrast gegenüber dem Hintergrund auf als beim Nadeltarget. Jedoch lassen sich die 0,5 μm großen Kugeln nur beim Nadeltarget erkennen, während diese bei Titan eher als Geflecht erscheinen.

Strahlstrom und eine untere Energieschwelle bei 5 keV.

Schnittbilder beider Rekonstruktionen sind in Abbildung 10.5 dargestellt. Beide sind von der Form her nahezu deckungsgleich bis auf wenige Kugeln am Rand, die sich mit der Zeit gelöst haben könnten. Die Goldbeschichtung und die $1\ \mu\text{m}$ großen Kugeln lassen sich in beiden Rekonstruktionen gut erkennen. Beim Titantarget ist die Goldschicht deutlich unschärfer. Die kleinen Kugeln sind nur beim Wolframtargtarget sichtbar, bei Titan hingegen erscheinen diese eher als Geflecht zwischen den großen Kugeln.

Das eigentliche Ziel dieser Messungen, der Verbesserung des Materialkontrasts, wird anhand des CNR der großen Kugeln gegenüber dem Hintergrund beurteilt. Für das Wolframtargtarget ergibt sich ein CNR von $4,4 \pm 1,6$ und für die Titanfo-

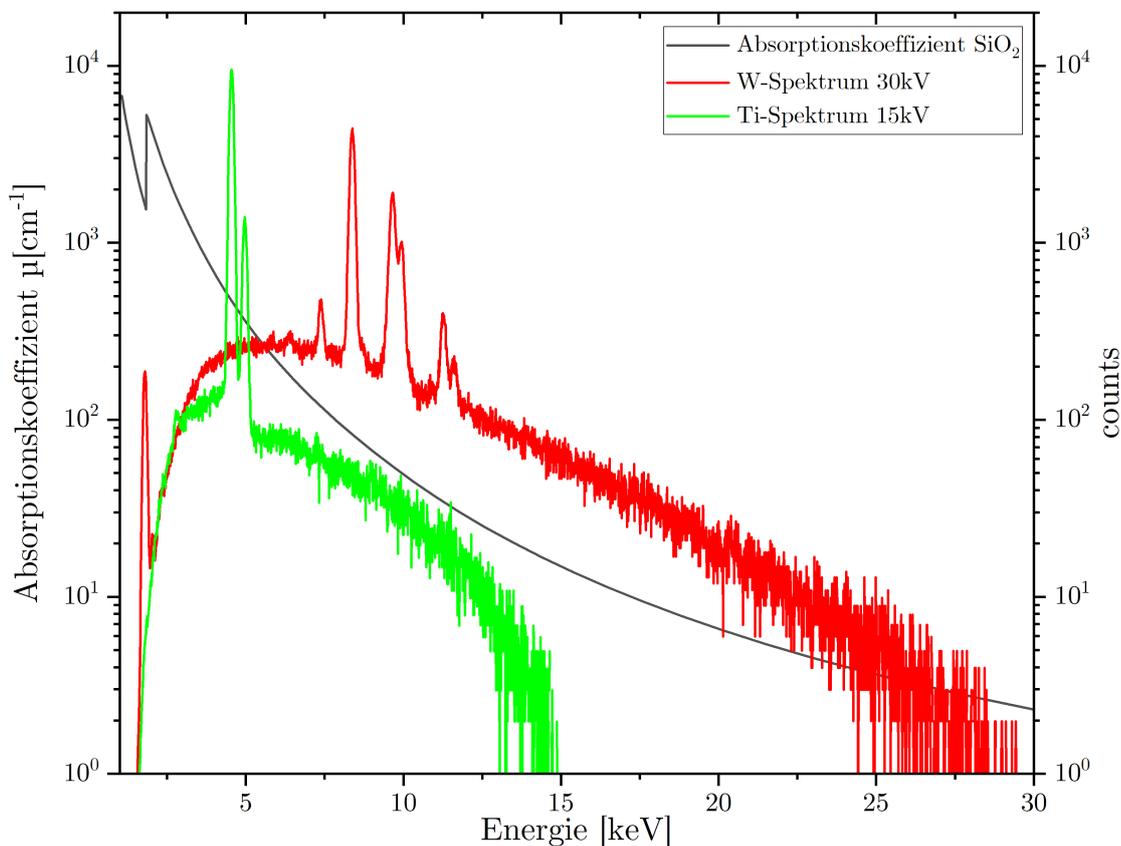


Abbildung 10.6: Absorptionskoeffizient von SiO_2 , 30 kV Wolfram- und 15 kV Titanspektrum. Der Absorptionskoeffizient [10] von SiO_2 ist im Bereich der charakteristischen Linien von Titan ca. 20 mal größer als bei Wolfram. Damit lässt sich der höhere Materialkontrast beim Titantarget erklären.

lie $11,8 \pm 2,0$. Durch die Verwendung des Titantargets konnte für diese Probe das CNR um mehr als den Faktor 2 verbessert werden. Diese Verbesserung lässt sich anhand des Absorptionskoeffizienten von SiO_2 und den Spektren der beiden Targetmaterialien veranschaulichen (vgl. Abb. 10.6). Die intensivste Linie von Titan ist die K_α Linie bei 4,5 keV, während hingegen die intensivste Wolframlinie (L_α) bei 8,4 keV liegt. Der Schwächungskoeffizient ist deshalb allein für diese charakteristischen Linien im Falle von Titan um den Faktor 20 größer. Des Weiteren liegt auch die Energieschwelle des Detektors bei Titan um 2 keV niedriger als bei Wolfram, was eine geringe Transparenz der Probe mit sich bringt und den Materialkontrast verbessert.

Der Wechsel von Wolframnadeltarget auf die Titanfolie bringt neben der Kontrastverbesserung jedoch auch einige Nachteile mit sich. Beim Betrachten der Schnittbilder fällt auf, dass die Goldschicht bei Titan unscharf ist und die $0,5 \mu\text{m}$ großen Kugel nicht zu erkennen sind. Dies liegt an der schlechteren Auflösung dieses Targets, die sich bereits in den Auflösungstests in Kapitel 7.3 zeigte. Außerdem erfordert das Titantarget bedingt durch die geringere Intensität eine viermal längere Messdauer. Diese Beschränkungen des Titans ließen sich umgehen, wenn anstelle einer Folie eine Nadel ähnlich der Wolframnadel verwendet werden würde. Hierbei würde die Brennfleckausdehnung durch die Geometrie der Nadel beschränkt werden, was die erreichbare Auflösung mit Titan verbessern würde. Des Weiteren müsste deshalb bei der Nadelform auch die Beschleunigungsspannung nicht reduziert werden, um einen kleineren Brennfleck zu erzeugen. Jedoch besitzt Titan einen deutlich kleineren Schmelzpunkt als Wolfram, weshalb es zu einem Schmelzen der Nadel, wie in [29] beschrieben, kommen könnte. Nadeln aus Titan mit einem Spitzendurchmesser von 100 nm oder kleiner müssten auch eigens für diesen Verwendungszweck mittels elektrochemischen Ätzens hergestellt werden. Aus diesem Grund wurde hier auch lediglich eine Titanfolie verwendet, um die Verbesserung des Materialkontrasts nachzuweisen.

11 Korrelative Mikroskopie

Eine Materialtrennung mittels Energieschwellen ist am XRM-II nanoCT aufgrund des Detektors nur beschränkt möglich. Aus diesem Grund können, die in der CT sichtbaren Materialien auch über das integrierte EDX-System bestimmt werden. Es besteht darüber hinaus noch die Möglichkeit das Objekt elektronenmikroskopisch zu untersuchen. In diesem Kapitel wird die Analyse von Probensystemen anhand der drei Materialkontraste des nano-CT Systems dargestellt.

Es werden zwei Proben analysiert, bei denen über beide Bildgebungsmethoden Informationen gewonnen werden können. Jedoch liefert erst die Kombination der beiden ein vollständiges Bild der Probe. Mit dieser Art der korrelativen Mikroskopie werden der Filter eines Drei-Wege-Katalysators und NCA-Material eines Lithiumakkus untersucht.

11.1 Drei-Wegekatalysator

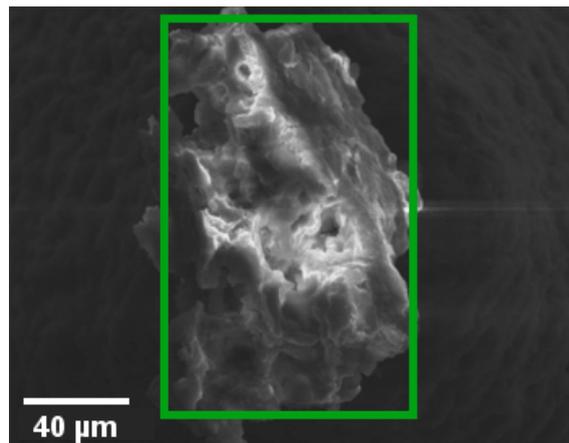
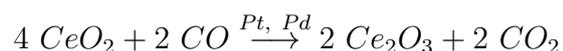


Abbildung 11.1: Elektronenbild von einem Bruchstück des keramischen Filters eines Drei-Wege-Katalysators. Das grüne Rechteck markiert den Bereich der Probe, der in der nano-CT und anschließend mit dem EDX untersucht wurde.

Ein Drei-Wege-Katalysator findet in Fahrzeugen mit Verbrennungsmotoren Verwendung und dient zur Abgasnachbehandlung. Dabei wird unter anderem CO in CO_2 umgewandelt. Dieser Prozess findet in einem keramischen Filter, der Ceroxid enthält, statt:



Diese Umwandlung wird durch die Edelmetalle Platin und Palladium katalysiert, die in den Trägersubstanzen ZrO_2 und $\gamma-Al$ enthalten sind [98]. Aus diesem wabenför-

migen Filtermaterial wurde ein kleines Stück herausgebrochen und mit dem XRM-II nanoCT System untersucht (Abb. 11.1). Da die Probe nicht leitfähig ist, musste diese zusätzlich mit einer ca. 10 nm dicken Goldschicht überzogen werden. Die nano-CT wurde mit einer Pixelgröße von 149 nm durchgeführt, was einer Vergrößerung von 400 \times entspricht. Im Anschluss daran wurde der keramische Filter mit Hilfe des integrierten EDX-Systems untersucht, um die enthaltenen Elemente zu bestimmen. In der nano-CT des keramischen Filters (Abb. 11.2) wird dessen poröse Struktur deutlich. Die Porengröße reicht von ca. 500 nm, die nur als kleine Risse erscheinen, bis zu 30 μm . An der rechten Flanke des gescannten Objekts ist ein stärker absorbierender Bereich von bis zu 5 μm Breite zu erkennen. Dieses Material befindet sich auch an den Wänden der großen und kleinen Poren. Im vertikalen Schnitt durch das Objekt wird deutlich, dass sich der Großteil des stark absorbierenden Materials an der Oberfläche des Filters befindet. In der nano-CT können zwar Bereiche identifi-

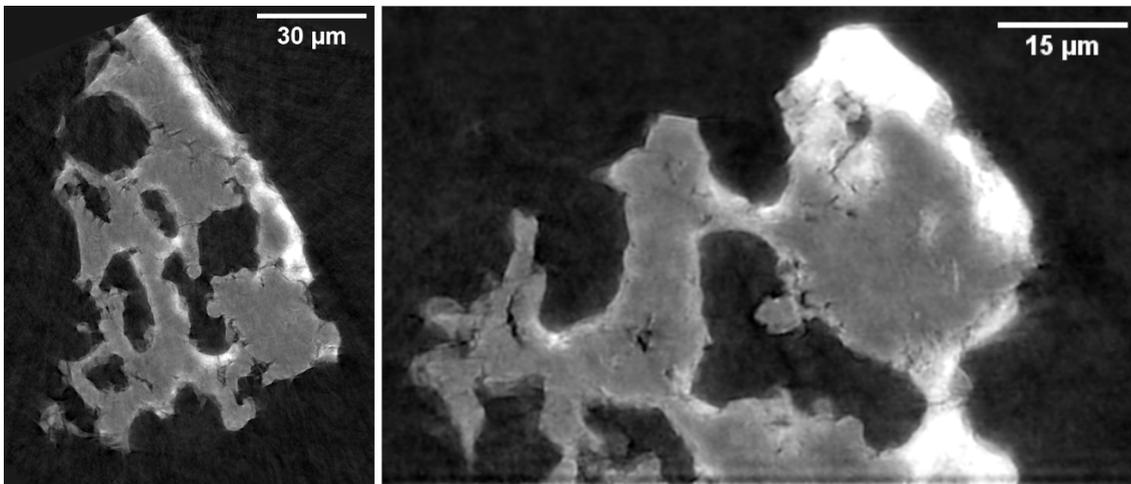


Abbildung 11.2: Horizontales (links) und vertikales (rechts) Schnittbild der Nano-CT von einem Teil des keramischen Filters aus einem Drei-Wege-Katalysator; Die Poren und Beladung des Filters können abgebildet werden.

ziert werden, die stärker absorbierende Materialien aufweisen, jedoch lassen sich die enthaltenen Elemente nicht bestimmen. Dies ist jedoch mit dem integrierten EDX-Systems möglich, mit welchem im Anschluss an die nano-CT die Zusammensetzung des Filters ermittelt wurde. Zur besseren Vergleichbarkeit von nano-CT, REM und EDX, wurde aus der nano-CT ein Oberflächenbild generiert (vgl. Abb. 11.3). Alle im Filter vorhandenen Materialien scheinen in oxidiert Form vorzuliegen, da Sauerstoff homogen über die gesamte Probe verteilt ist. Beim Filtermaterial handelt es sich um verschiedene Metalloxide wie Magnesium-, Aluminium- und Siliziumoxid. Diese bilden das Gerüst des keramischen Filters und werden als Washcoat bezeich-

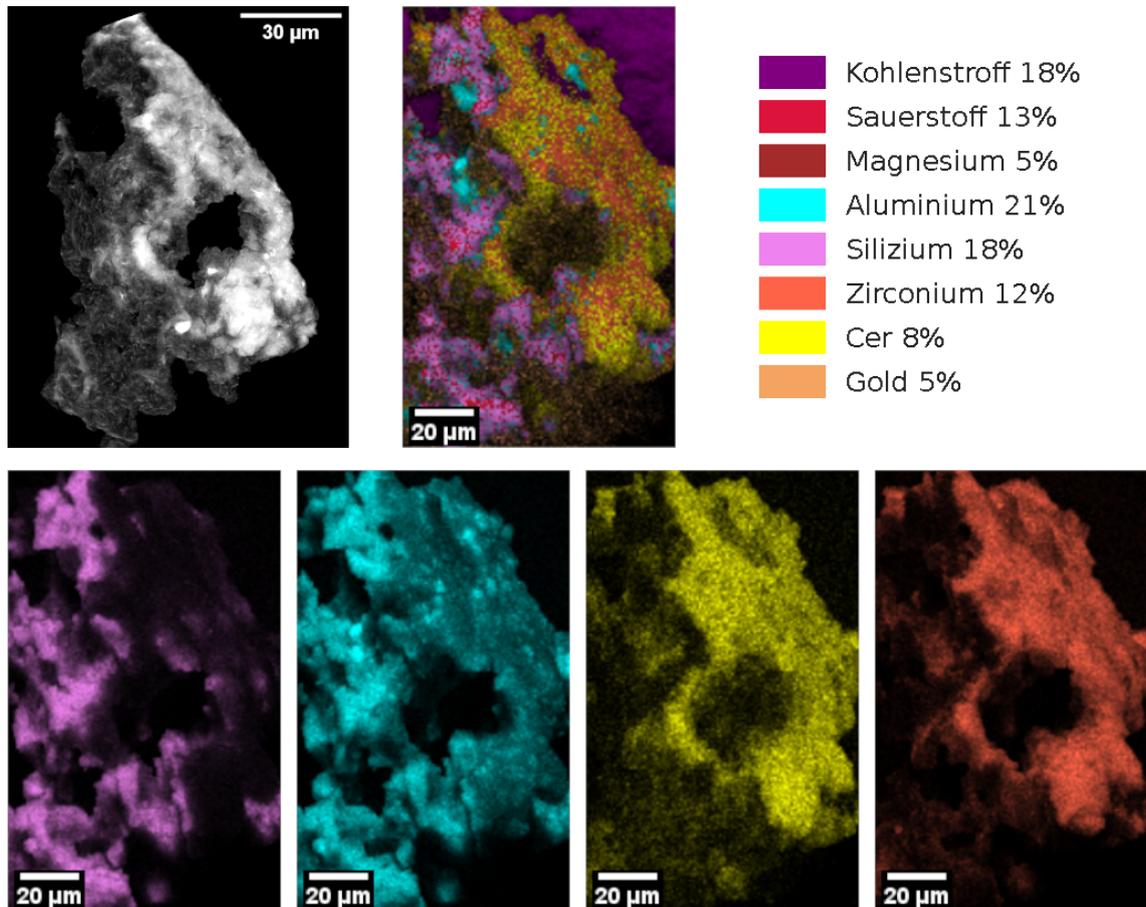


Abbildung 11.3: Oberflächenbild (links oben) der nano-CT und durch EDX erstellte Elementkarte des Filtermaterials von einem Drei-Wegekatalysator; Der stärker absorbierende Bereich besteht aus Cer- und Zirkoniumoxid, welcher das Aktivmaterial des Filters darstellt. Die übrigen Metalloxide, wie Aluminium-, Magnesium und Siliziumoxid bilden das keramische Gerüst. Gold und Kohlenstoff stammen aus der Probenpräparation, um die Probe leitfähig zu machen und um sie auf dem Probenhalter zu befestigen.

net [46]. Das in der nano-CT stärker absorbierende Material besteht aus Cer- und Zirkonium, welche ebenfalls beide als Oxid vorliegen. Das Ceroxid dient bei der, im Filter stattfindenden Reaktion, als Sauerstoffspeicherkomponente, während das Zirkoniumoxid als Trägersubstanz für die katalytisch wirkenden Edelmetalle fungiert [98]. Die Edelmetalle ließen sich im EDX nicht nachweisen, was vermutlich an ihrer geringen Konzentration liegt. Der vorhandene Goldanteil stammt aus der, für die Messungen notwendigen Bedampfung, um das Objekt leitfähig zu machen. Der sich im Hintergrund befindliche Kohlenstoff stammt vom Kleber, mit welchem der Filter auf dem Probenträger befestigt wurde.

Anhand der Kombination von EDX und nano-CT wird deutlich, dass sich die Beladungen des Washcoats, die unter anderem der *CO* Reduktion in den Abgasen dienen, sich hauptsächlich an der Oberfläche des Filters befinden und nur wenig in die Poren eindringen.

11.2 NCA-Material

In den Akkus von Elektroautos werden Lithium-Nickel-Cobalt-Aluminium-Oxide (NCA) als Aktivmaterial verwendet [49], da dieses Material eine hohe Kapazität [65] und gute Schnellladefähigkeit besitzt [18]. Aus diesem Grund ist die Mikrostruktur

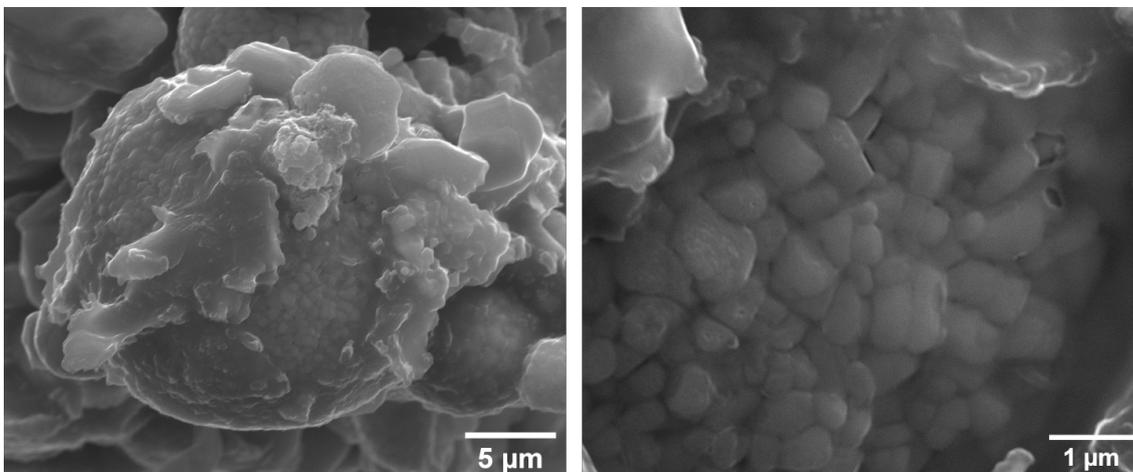


Abbildung 11.4: Elektronenbilder des präparierten kugelförmigen NCA-Partikels; An der Kugel haften kleinere Partikel des Aktivmaterials an. In der vergrößerten Darstellung (rechts) wird deutlich, dass die Kugel aus kleineren etwa $1\ \mu\text{m}$ großen Partikeln besteht. Im Elektronenbild sind keine Risse zu erkennen, die auf Beschädigungen hinweisen.

dieses Materials und eventuelle Schäden von Interesse. Aus einer NCA-Schicht wurde ein kugelförmiger Partikel präpariert, der mit Hilfe des XRM-II nanoCT Systems untersucht wurde. Da die NCA-Schicht sehr zerbrechlich ist, musste diese mit einem Silizium haltigen Klebstoff stabilisiert werden. Ein Elektronenbild dieses Partikels ist in Abbildung 11.4 zu sehen. An der Kugel haften sowohl Teile des Klebstoffes als auch kleinere Partikel des NCA-Materials. Bei einer stärkeren Vergrößerung lässt sich erkennen, dass der präparierte Partikel aus kleineren ca. $1\ \mu\text{m}$ ungleichmäßigen Teilchen besteht.

Die nano-CT dieser Probe, bestehend aus 962 Projektionen, wurde mit dem Nadeltarget bei den üblichen Messparametern mit einer Belichtungszeit von 60 s, einer Beschleunigungsspannung von 30 kV und einem Strahlstrom von 377 nA durchgeführt. Die Pixelgröße wurde mit 51 nm so gewählt, dass die Kugel vollständig auf

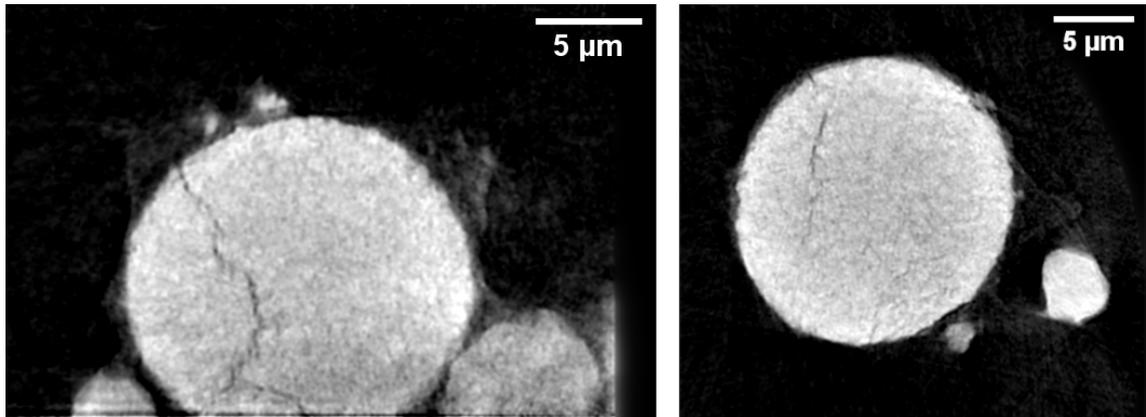


Abbildung 11.5: Vertikales (links) und horizontales (rechts) Schnittbild durch das rekonstruierte nano-CT Volumen. Durch den kugelförmigen Partikel zieht sich ein 200 – 300 nm breiter Riss, sowohl in vertikaler als auch horizontaler Richtung. Derartige Beschädigungen entstehen beim Laden und Entladen eines Akkus und führen zu einer reduzierten Kapazität.

dem Detektor abgebildet wird.

Im rekonstruierten Volumen ist im kugelförmigen Partikel ein Riss von 200 – 300 nm Breite zu erkennen, der sich über die komplette Kugel erstreckt. Diese Risse sind Schäden, die während Lade- und Entladevorgängen entstehen. Durch die Beschädigung dieser kugelförmigen Partikel verliert der Akku an Kapazität [96]. Die kleinen Teilchen, aus denen die Kugel besteht, lassen sich in der CT nicht auflösen, da diese keine Absorptionsunterschiede aufweisen und deren Abstand zueinander unter der Auflösungsgrenze des Systems liegt. Bis auf die schwach absorbierenden Bereiche am Rand der Kugel und zwischen den einzelnen Partikeln sind keine weiteren Materialunterschiede zu erkennen. Bei dem schwach absorbierenden Bereich handelt es sich um den zur Stabilisierung eingesetzten Klebstoff.

Die Partikel, die im Absorptionsbild der CT nicht unterschieden werden konnten, lassen sich mit Hilfe des EDX-Systems bestimmten Materialien zuordnen. Wie beim Partikelfilter zuvor, wurde eine Elementkarte der Probe erstellt. Die Hauptbestandteile der Probe sind Nickel und Cobalt, darüber hinaus sind noch Sauerstoff, Silizium und Kohlenstoff enthalten (vgl. Abb. 11.6). Die große Kugel besteht aus Nickel, während die kleineren umgebenden Partikel aus Cobalt sind. Die Elementkarte bestätigt auch, dass es sich bei dem schwach absorbierenden Material am Rand der großen Kugel und zwischen den Partikeln um den Silizium-haltigen Klebstoff handelt.

Die Analyse des Partikelfilters und des NCA-Materials mit dem XRM-II nanoCT System zeigen, dass durch die Kombination der Kontraste korrelative Mikroskopie betrieben werden kann. Durch das integrierte EDX-System können Absorptionsunterschiede in der nano-CT bestimmten Elementen zugeordnet werden. Außerdem

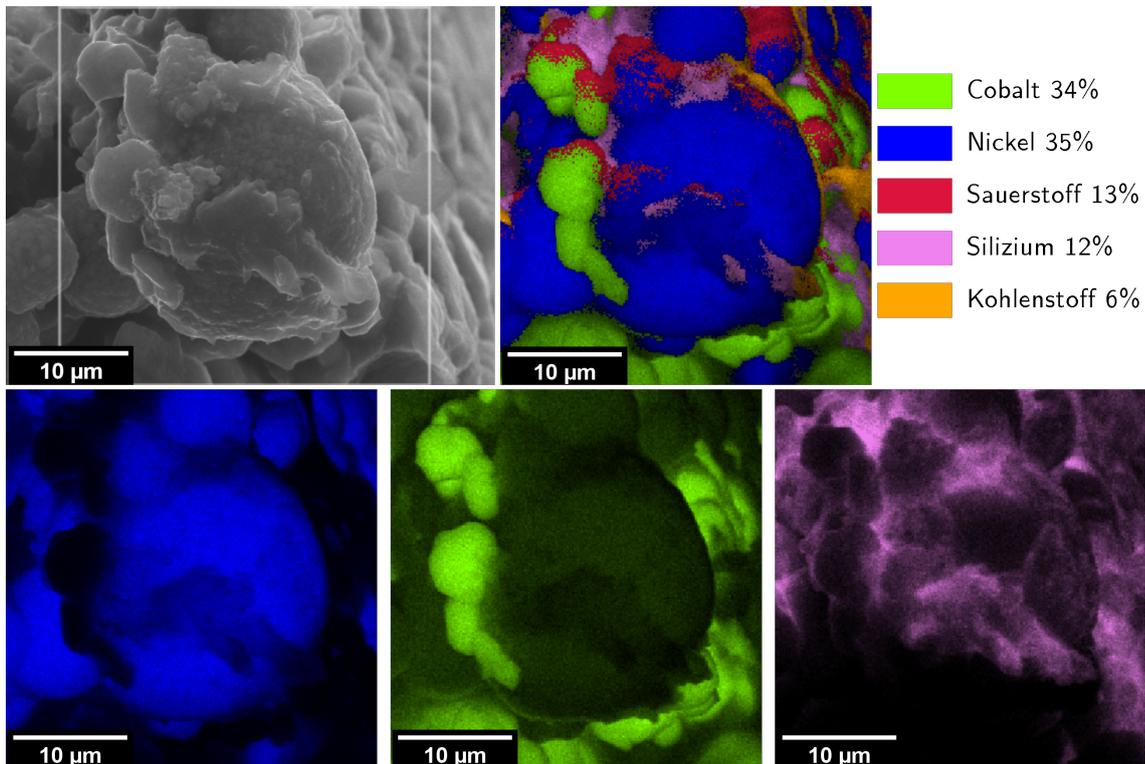


Abbildung 11.6: Links oben: Elektronenbild des NCA-Partikels; Die übrigen Bilder zeigen die elementare Verteilung im NCA-Partikel. Die große Kugel besteht aus Nickel, während die kleineren Teile aus Cobalt sind. Das Silizium stammt aus dem stabilisierenden Klebstoff.

können mit der CT Informationen aus dem Inneren der Probe gewonnen werden, die im Elektronenbild nicht zu erkennen sind, wie beispielsweise der Riss in der Nickelkugel der NCA-Probe.

Abschließende Diskussion

12 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war es, durch den Einsatz chromatischer Pixelarrays in der Röntgen nano-CT elementsensitive Bildgebung durchzuführen. Hierfür musste das bestehende nano-CT System zunächst weiterentwickelt und vor allem dessen Messzeit verkürzt und Intensität erhöht werden. Um diese Änderungen in Hinblick auf die erreichbare Auflösung bewerten zu können, wurden die entscheidenden Komponenten wie Röntgentarget und Detektor sowohl einzeln als auch als komplettes System charakterisiert. Die Möglichkeiten zur Materialtrennung und Elementbestimmung wurden anhand von jeweils zwei Probensystemen gezeigt.

Der Aufbau des XRM-II nanoCT Systems wurde dahingehend verbessert, dass die Manipulatoren von Target und Objekt getrennt wurden. Dadurch ist eine unabhängige Positionierung beider möglich und die Probe kann mittels der Schleuse des REM ausgetauscht werden. Durch die Anpassung der Blendeneinstellungen am Rasterelektronenmikroskop konnte der Strahlstrom um den Faktor 40 auf circa 380 nA gesteigert werden. Hierdurch verkürzte sich die Aufnahmedauer einer Computertomographie von zwei bis drei Wochen auf 24 Stunden [53]. Die erreichbare zweidimensionale Auflösung wurde dadurch nicht verschlechtert und liegt weiterhin bei 167 ± 9 nm bei einem Sampling von 100 nm. Durch die Trennung der beiden Manipulatoren konnte des Weiteren die maximal erreichbare Auflösung des Systems bestimmt werden. Es lassen sich bei 10300 facher Vergrößerung Strukturen von 50 nm abbilden, was einer Auflösung von 80 nm entspricht [54].

Die Größe des Röntgenquellflecks ist entscheidend für die erreichbare Auflösung eines Röntgenmikroskops, welches auf dem Prinzip der geometrischen Vergrößerung beruht. Deshalb wurden mittels Monte-Carlo Simulationen Vorhersagen zur Brennfleckgröße getroffen und diese anschließend durch Auflösungs tests überprüft. Für die Folientargets aus Titan und Wolfram zeigt sich eine Abhängigkeit der erreichbaren Auflösung von der verwendeten Beschleunigungsspannung. Diese liegt für Wolfram bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV bei 415 ± 7 nm. Im Falle von Titan konnte die Auflösung für 30 kV nicht bestimmt werden, da die Strukturgröße des Testmusters auf 610 nm beschränkt ist. Laut Simulation liegt diese aber über $1,5 \mu\text{m}$. Durch eine Reduktion der Beschleunigungsspannung auf 15 kV ließ sich mit dem Titanfolientarget eine Auflösung von 400 nm erzielen. Jedoch wird gleichzeitig die Intensität auf ein sechstel reduziert.

Für die elementsensitive Bildgebung ist die spektrale Auflösung des verwendeten Detektors von großer Bedeutung. Deshalb wurde zunächst der Absorptionskoeffizient einer Kupferfolie mit dem Pixirad-II Detektor bestimmt. Hierbei zeigte sich, dass zwar die Position der K-Kante von Kupfer an der zu erwartenden Position liegt, jedoch die Stärke der Absorption stark vom theoretischen Verlauf abweicht. Deshalb

wurde die spektrale Auflösung mittels monochromatischer Synchrotronstrahlung bestimmt. Die spektrale Auflösung des Detektors wird vom Charge Sharing Effekt stark beeinflusst. Bis 24 kV liegt der Charge Sharing Anteil zwischen 78 % und 87 %. Der Bereich darüber wird von der Röntgenfluoreszenz des Sensormaterials Cadmium dominiert. Das Charge Sharing des Detektors schränkt die spektrale Auflösung stark ein und damit auch die Möglichkeit zur elementsensitiven Bildgebung.

Die Charakterisierung des gesamten nano-CT Systems erfolgte durch den Vergleich mit einer höher auflösenden Bildgebungsmethode, der FIB Tomographie. Hierbei wurde bei einer ähnlichen Aufnahmedauer von 24 Stunden ein Bruchstück einer CPU mit beiden Methoden analysiert. In der nano-CT wurde ein Probenvolumen von $2880 \mu\text{m}^3$ untersucht, während es bei der FIB Tomographie nur $231 \mu\text{m}^3$ waren. Die räumliche Auflösung der nano-CT lag bei einem Sampling von 48 nm bei 156 ± 4 nm. In der FIB Tomographie betrug die Voxelgröße 11,4 nm und die Auflösung 36 ± 2 nm. Das CNR fällt bei der nano-CT mit $14,3 \pm 0,9$ um den Faktor 2 besser aus als bei der FIB Tomographie. Beide Bildgebungsmethoden zeigen ihre eigenen Artefakte. In der nano-CT führen Geometriefehler in der Rekonstruktion zu unscharfen Strukturen und in der FIB Tomographie sorgen die typischen Vorhangartefakte für schiefe und verdrehte Strukturen [54].

Da die Möglichkeit der Materialtrennung durch den Charge Sharing Effekt des Detektors stark limitiert ist, lassen sich nur Elemente unterscheiden, die einen großen Ordnungszahlunterschied aufweisen. So konnte beispielsweise mit den Energieschwellen des Detektors das PLA gegenüber von Kupferkugeln fast vollständig ausgeblendet werden. Des Weiteren ließen sich Cupping-Artefakte, die durch Strahlauhärtung entstehen, durch eine Erhöhung der Energieschwellen reduzieren. Dies wird normalerweise durch Filtermaterialien vor der Quelle erreicht, was am XRM-II nanoCT jedoch nicht möglich ist. Durch die Kombination von Energieschwellen und Targetmaterial konnte der Materialkontrast für organische bzw. schwach absorbierende Proben verbessert werden. Für eine Probe aus SiO_2 Kugeln betrug das CNR mit Wolframnadeltarget $4,4 \pm 1,6$. Bei der selben Probe konnte mit einem Titantarget und niedrigeren Energieschwellen ein CNR von $11,8 \pm 2,0$ erreicht werden.

Das XRM-II nanoCT System bietet neben den Energieschwellen auch ein integriertes EDX-System, welches zur Elementbestimmung genutzt werden kann. Mit diesem war es möglich die stärker absorbierenden Bereiche in der nano-CT bestimmten Elementen der Probe zuzuordnen. Somit konnten die Aktivmaterialien, Cer und Zirkonium, eines Drei-Wegekatalysators identifiziert werden. Des Weiteren wurden die Bestandteile eines NCA-Partikels, Nickel und Cobalt, bestimmt, welche in der nano-CT kaum Absorptionsunterschiede aufweisen.

13 Ausblick

Die elementsensitive Bildgebung in der nano-CT konnte im Rahmen dieser Arbeit nur sehr eingeschränkt genutzt werden, da die spektrale Auflösung des Detektors durch den Charge Sharing Effekt beschränkt ist. Diese Art der Bildgebung wurde jedoch in Mikro-CT Systemen bereits erfolgreich verwendet [73]. Der Pixirad-II Detektor könnte entweder durch einen CdTe-Detektor mit integrierter Charge Sharing Korrektur ersetzt werden oder durch einen Si-Detektor, der eine bessere spektrale Auflösung als CdTe besitzt. Silizium hat zwar gegenüber Cadmiumtellurid den Nachteil, dass die Detektionswahrscheinlichkeit eines Photons ab 10 keV geringer wird [19], jedoch ist die Intensität in diesem Energiebereich beim XRM-II nanoCT ohnehin sehr gering.

Das EDX-System könnte in Zukunft noch stärker in den Prozess der nano-CT eingebunden werden. Bislang dient es nur der Bestimmung der, in der Probe enthaltenen Elemente. Anhand dieser Information könnte in Zukunft die Wahl des Targetmaterials erfolgen, um den Materialkontrast zu optimieren. Dementsprechend könnte für Proben aus leichten Elementen ein Titantarget verwendet werden. Dies setzt jedoch voraus, dass in Zukunft auch nadelförmige Targets aus Titan zur Verfügung stehen, um eine hohe Auflösung zu erreichen ohne die Beschleunigungsspannung reduzieren zu müssen.

Es wäre auch denkbar den Aufbau des nano-CT Systems in ein FIB zu integrieren. Dies hätte den Vorteil, dass eine Probe im selben Gerät präpariert und mittels CT analysiert werden kann. Außerdem könnte dann die nano-CT als Navigationsscan für eine FIB Tomographie genutzt werden. Somit wäre es möglich in einem nano-CT Scan die interessanten Strukturen einer Probe zu finden und diese anschließend extrem hochauflösend mittels FIB Tomographie zu untersuchen. Dieses Prinzip wird zum Teil unter der Verwendung von Mikro-CT bereits genutzt und in der Literatur als „experimental steering“ bezeichnet [78].

Der Strahlstrom des REM könnte noch weiter erhöht werden, indem der Elektronenemitter stärker geheizt wird. Hierdurch würde die Röntgenintensität jedoch maximal um den Faktor 2 gesteigert werden können, da es bei derartig hohen Strahlströmen zu einem Schmelzen der Nadel kommen kann [29]. Eine andere Möglichkeit wäre die Beschleunigungsspannung zu erhöhen, um mit dem nano-CT System auch Materialien mit höherer Ordnungszahl untersuchen zu können.

Ein weiterhin großes Problem stellen die Geometriefehler dar, welche aufgrund von Ungenauigkeiten der Achsen des Probenmanipulators entstehen. Durch die Verwendung einer Drehachse mit hoher Präzision könnten derartige Fehler deutlich reduziert werden. In FIB-Systemen finden diese bereits Verwendung, um rotationssymmetrische Zuschnitte zu ermöglichen [45]. Aktuell ist auch geplant eine derartige Dreh-

achse zusätzlich auf dem Probenmanipulator zu verbauen. Jedoch ist dadurch ein Probenaustausch über die Schleuse nicht mehr möglich. Die Reduktion der Geometriefehler muss gegenüber der Beschränkung der Funktionalität des Systems abgewogen werden.

Anhang

Symbolverzeichnis

Naturkonstanten und abgeleitete Größen

h	Planck'sches Wirkungsquantum	$6,626 \cdot 10^{-34}$ Js
e	Elementarladung	$1,602 \cdot 10^{-19}$ As
c	Lichtgeschwindigkeit im Vakuum	$2,998 \cdot 10^8 \frac{\text{m}}{\text{s}}$
m_0	Masse eines Elektrons	$9,109 \cdot 10^{-31}$ kg

Häufig verwendete Symbole und Abkürzungen

λ	Wellenlänge eines Photons
U_B	Beschleunigungsspannung
I_A	Anoden- bzw. Emissionsstrom einer Röntgenröhre
V_i	Ionisationspotential eines Elektrons in der i-ten Schale
J	Ionisationspotential eines Atoms
ρ	Dichte eines Materials
Z	Ordnungszahl eines Elements
A	Massenzahl eines Elements
φ	Kippwinkel des Targets
R_{KO}	Eindringtiefe von Elektronen nach Kanaya-Okayama
E	Energie eines Elektrons
μ	Schwächungskoeffizient
FCD	Abstand zwischen Quelle und Drehzentrum des Objekts
FDD	Abstand zwischen Quelle und Detektor
M	geometrische Vergrößerung
P_E	effektive Pixelgröße bzw. Sampling
CNR	Kontrast Rausch Verhältnis
SNR	Signal Rausch Verhältnis
REM	Rasterelektronenmikroskop
CT	Computertomographie
MTF	Kontrastübertragungs-/Modulationstransferfunktion
$FWHM$	Full-Width-Half-Mean
EDX	Element Determination by X-rays
FIB	Focused Ion Beam
FOV	Field of View

Literatur

- [1] J. Als-Nielsen and D. McMorrow. *Elements of modern X-ray physics*. Wiley a John Wiley & Sons Ltd Publication, Chichester, West Sussex, second edition, reprinted with revisions and corrections edition, 2017. ISBN 9780470973943.
- [2] A. Andersen and A. C. Kak. Simultaneous Algebraic Reconstruction Technique (SART): A superior implementation of the ART algorithm. *Ultrasonic Imaging*, 6(1):81–94, 1984. ISSN 01617346. doi: 10.1016/0161-7346(84)90008-7.
- [3] BAMline. Beamline data. URL https://www.helmholtz-berlin.de/pubbin/igama_output?modus=einzel&sprache=en&gid=1625&typoid=.
- [4] R. Bellazzini, G. Spandre, A. Brez, M. Minuti, M. Pinchera, and P. Mozzo. Chromatic X-ray imaging with a fine pitch CdTe sensor coupled to a large area photon counting pixel ASIC. *Journal of Instrumentation*, 8(02):C02028–C02028, 2013. doi: 10.1088/1748-0221/8/02/C02028.
- [5] R. Bellazzini, A. Brez, G. Spandre, M. Minuti, M. Pinchera, P. Delogu, P. L. de Ruvo, and A. Vincenzi. PIXIE III: a very large area photon-counting CMOS pixel ASIC for sharp X-ray spectral imaging. *Journal of Instrumentation*, 10(01):C01032–C01032, 2015. doi: 10.1088/1748-0221/10/01/C01032.
- [6] H. Bethe. Zur Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie. *Annalen der Physik*, 397(3):325–400, 1930. ISSN 00033804. doi: 10.1002/andp.19303970303.
- [7] T. M. Buzug. *Computed tomography: From photon statistics to modern cone-beam CT : with 10 tables*. Springer, Berlin, 2008. ISBN 9783540394075.
- [8] T. M. Buzug. *Einführung in die Computertomographie: mathematisch-physikalische Grundlagen der Bildrekonstruktion*. Springer-Verlag, 2011.
- [9] W.-T. Chang, I.-S. Hwang, M.-T. Chang, C.-Y. Lin, W.-H. Hsu, and J.-L. Hou. Method of electrochemical etching of tungsten tips with controllable profiles. *The Review of scientific instruments*, 83(8):083704, 2012. doi: 10.1063/1.4745394.
- [10] C. T. Chantler, K. Olsen, R. A. Dragoset, J. Chang, A. R. Kishore, S. A. Kotochigova, and D. S. Zucker. X-ray Form Factor, Attenuation and Scattering Tables (version 2.1). 2005. URL <http://physics.nist.gov/ffast>.

- [11] M. Chmeissani and B. Mikulec. Performance limits of a single photon counting pixel system. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 460(1): 81–90, 2001. ISSN 01689002. doi: 10.1016/S0168-9002(00)01100-1.
- [12] A. H. Compton. *Secondary radiations produced by x-rays*. National Research Council of the National Academy of Sciences, 1922.
- [13] H. Demers, N. Poirier-Demers, A. R. Couture, D. Joly, M. Guilmain, N. Jonge, and D. Drouin. Three-dimensional electron microscopy simulation with the CASINO Monte Carlo software. *Scanning*, 33(3):135–146, 2011. doi: 10.1002/sca.20262.
- [14] W. Demtröder. *Experimentalphysik 2: Elektrizität und Optik*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 7. Aufl. 2017 edition, 2017. ISBN 9783662557907. URL <http://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-epflucht-1562960>.
- [15] Deutsche Bundesregierung. Verordnung zum Schutz vor der schädlichen Wirkung ionisierender Strahlung (Strahlenschutzverordnung - StrlSchV), 31.12.2018.
- [16] Deutscher Bundestag. Gesetz zum Schutz vor der schädlichen Wirkung ionisierender Strahlung (Strahlenschutzgesetz - StrlSchG), 31.12.2018.
- [17] V. Di Trapani, A. Bravin, F. Brun, D. Dreossi, R. Longo, A. Mittone, L. Rigon, and P. Delogu. Characterization of the acquisition modes implemented in Pixirad-1/Pixie-III X-ray Detector: Effects of charge sharing correction on spectral resolution and image quality. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 955:163220, 2020. ISSN 01689002. doi: 10.1016/j.nima.2019.163220.
- [18] M. M. Doeff. Battery Cathodes. In R. J. Brodd, editor, *Batteries for Sustainability*, pages 5–49. Springer New York, New York, NY, 2013. ISBN 978-1-4614-5790-9. doi: 10.1007/978-1-4614-5791-6-2.
- [19] T. Donath, S. Brandstetter, L. Cibik, S. Commichau, P. Hofer, M. Krumrey, B. Lüthi, S. Marggraf, P. Müller, M. Schneebeli, C. Schulze-Briese, and J. Wernecke. Characterization of the PILATUS photon-counting pixel detector for X-ray energies from 1.75 keV to 60 keV. *Journal of Physics: Conference Series*, 425(6):062001, 2013. doi: 10.1088/1742-6596/425/6/062001.

- [20] K. Dremel, D. Althoff, and S. Zabler. CT alignment correction in iterative reconstruction methods. In *Proc. 4th Intl. Mtg. on image formation in X-ray CT*, volume 40, page 137, 2016.
- [21] D. Drouin, A. R. Couture, D. Joly, X. Tastet, V. Aimez, and R. Gauvin. CASINO V2.42: a fast and easy-to-use modeling tool for scanning electron microscopy and microanalysis users. *Scanning*, 29(3):92–101, 2007. doi: 10.1002/sca.20000.
- [22] W. Duane and Hunt F.L. On X-Ray Wave-Lengths. *Physical Review*, 6(2): 166–172, 1915. ISSN 0031-899X. doi: 10.1103/PhysRev.6.166.
- [23] T. Ebensperger, P. Stahlhut, F. Nachtrab, S. Zabler, and R. Hanke. Comparison of different sources for laboratory X-ray microscopy. *Journal of Instrumentation*, 7(10):C10008–C10008, 2012. doi: 10.1088/1748-0221/7/10/C10008.
- [24] T. Ebensperger, C. Rimbach, S. Zabler, and R. Hanke. Influences on 3D image quality in a high-resolution X-ray laminography system. *Journal of Instrumentation*, 9(05):C05030–C05030, 2014. doi: 10.1088/1748-0221/9/05/C05030.
- [25] A. Einstein. Über einem die Erzeugung und Verwandlung des Lichtes betreffenden heuristischen Gesichtspunkt. *Annalen der Physik*, 4, 1905.
- [26] M. Engstler, J. Fell, F. Lutter, M. Maisl, H.-G. Herrmann, and F. Mücklich. Correlative Tomography - Combining X-ray Nanotomography and FIB/SEM Serial Sectioning to analyze AlSi cast alloys. In *Conference on Industrial Computed Tomography*. 2020. URL https://www.ndt.net/article/ctc2020/papers/ICT2020_paper_id136.pdf.
- [27] FormFutura. Sicherheitsdatenblatt MetalFil Classic Copper, 05.03.2019.
- [28] J. Goldstein, D. E. Newbury, and P. Echlin. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. Springer, New York, third edition edition, 2008. ISBN 9780306472923. URL <http://www.loc.gov/catdir/enhancements/fy0813/2002028276-d.html>.
- [29] L. A. Gomes Perini, P. Bleuet, J. Filevich, W. Parker, B. Buijsse, and L. F. T. Kwakman. Developments on a SEM-based X-ray tomography system: Stabilization scheme and performance evaluation. *The Review of scientific instruments*, 88(6):063706, 2017. doi: 10.1063/1.4989406.
- [30] J. Graetz, D. Müller, A. Balles, and C. Fella. 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(01): P01034–P01034, 2021. doi: 10.1088/1748-0221/16/01/P01034.
- [31] N. N. Greenwood and A. Earnshaw. *Chemie der Elemente*. VCH, Weinheim, 1. aufl., 1. korrigierter nachdr. 1990 der 1. aufl. 1988 edition, 1990. ISBN 3527261699.
- [32] H. Haken and H.-C. Wolf. *Atom-und Quantenphysik: Einführung in die experimentellen und theoretischen Grundlagen*. Springer-Verlag, 2013.
- [33] R. Hanke. Computertomographie in der Materialprüfung Stand der Technik und aktuelle (Entwicklungen. In *DGZfP-Jahrestagung 2010*. URL jtt2010.dgzfp.de/Portals/jtt2010/BB/mo2a1.pdf.
- [34] R. Hanke, F. Nachtrab, S. Burtzloff, V. Volland, N. Uhlmann, F. Porsch, and W. Johansson. 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(1):173–175, 2009. ISSN 01689002. doi: 10.1016/j.nima.2009.03.151.
- [35] W. M. Haynes. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, 2014. ISBN 9781482208689.
- [36] C. Homann. *Phase retrieval problems in x-ray physics: From modeling to efficient algorithms*. 2015. ISBN 978-3-86395-210-5. doi: 10.17875/gup2015-816.
- [37] G. N. Hounsfield. Computerized transverse axial scanning (tomography). 1. Description of system. *The British Journal of Radiology*, 46(552):1016–1022, 1973. doi: 10.1259/0007-1285-46-552-1016.
- [38] J. J. Hren. Specimen contamination in analytical electron microscopy: sources and solutions. *Ultramicroscopy*, 3(4):375–380, 1978. URL https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=rn:10482893.
- [39] J. Hsieh, R. C. Molthen, C. A. Dawson, and R. H. Johnson. An iterative approach to the beam hardening correction in cone beam CT. *Medical Physics*, 27(1):23–29, 2000. ISSN 0094-2405. doi: 10.1118/1.598853.
- [40] Intel. Intel Core 2 Quad Prozessor Q8400, 2008. URL <https://ark.intel.com/content/www/de/de/ark/products/38512/intel-core-2-quad-processor-q8400-4m-cache-2-66-ghz-1333-mhz-fsb.html>.

- [41] T. Ishitani, K. Umemura, T. Ohnishi, T. Yaguchi, and T. Kamino. Improvements in performance of focused ion beam cross-sectioning: aspects of ion-sample interaction. *Journal of electron microscopy*, 53(5):443–449, 2004. ISSN 0022-0744. doi: 10.1093/jmicro/dfh078.
- [42] K. Kanaya and S. Okayama. Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 5(1):43–58, 1972. ISSN 00223727. doi: 10.1088/0022-3727/5/1/308.
- [43] S. Kasperl, I. Bauscher, U. Hassler, and Markert, H., Schröpfer, S. Artefakt-reduzierung in der industriellen 3D Computertomographie (CT). In *DGZfP-Jahrestagung 2002*. URL <https://www.ndt.net/article/dgzfp02/papers/v38/v38.htm>.
- [44] N. Khajeh Hosseini Dalasm, T. Kotaka, Y. Tabuchi, and U. Pasaogullari. A comparison of laboratory based and synchrotron based nano x-ray ct for pefc micro porous layer. *ECS Transactions*, 58(1):345–352, 2013. ISSN 1938-6737. doi: 10.1149/05801.0345ecst.
- [45] kleindiek nanotechnik. Nanolathe. URL <https://www.nanotechnik.com/nanolathe.html>.
- [46] H. Knözinger and K. Kochloeff. *Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry*. Wiley, Chichester, 2010. ISBN 3527306730. doi: 10.1002/14356007.
- [47] W. Kossel. Über Molekülbildung als Frage des Atombaus. *Annalen der Physik*, 354(3):229–362, 1916.
- [48] H. Krieger. *Grundlagen der Strahlungsphysik und des Strahlenschutzes*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2017. ISBN 978-3-662-55759-4. doi: 10.1007/978-3-662-55760-0.
- [49] F. Lambert. Tesla battery researcher unveils new chemistry to increase lifecycle at high voltage, 2017. URL <https://electrek.co/2017/05/04/tesla-battery-researcher-chemistry-lifecycle/>.
- [50] X. Llopart, M. Campbell, R. Dinapoli, D. San Segundo, and E. Pernigotti. Medipix2: A 64-k pixel readout chip with 55 um square elements working in single photon counting mode. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 49(5): 2279–2283, 2002. ISSN 0018-9499. doi: 10.1109/TNS.2002.803788.

- [51] F. A. Lukyanov, E. I. Rau, and R. A. Sennov. Depth range of primary electrons, electron beam broadening, and spatial resolution in electron-beam studies. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 73(4):441–449, 2009. ISSN 1062-8738. doi: 10.3103/S1062873809040029.
- [52] F. Lutter. *Anwendungen für ein Laborbasiertes nanoCT System*. Masterarbeit, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, 2017.
- [53] F. Lutter, K. Dremel, J. Engel, D. Althoff, S. Zabler, N. Westphal, and R. Hanke. XRM-II nanoCT–SEM based computed tomography. In *Digital Industrial Radiology and Computed Tomography*, 2019. URL <https://www.ndt.net/article/dir2019/papers/Tu.1.A.3.pdf>.
- [54] F. Lutter, P. Stahlhut, K. Dremel, S. Zabler, J. Fell, H.-G. Herrmann, and R. Hanke. 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*, 500-501:10–17, 2021. ISSN 0168583X. doi: 10.1016/j.nimb.2021.05.006.
- [55] G. Lutz. *Semiconductor radiation detectors: Device physics*. Springer Berlin, Berlin, 1. ed., 2. print edition, 2007. ISBN 978-3-540-71678-5.
- [56] P. Maj, A. Baumbaugh, G. Deptuch, P. Grybos, and R. Szczygiel. Algorithms for minimization of charge sharing effects in a hybrid pixel detector taking into account hardware limitations in deep submicron technology. *Journal of Instrumentation*, 7(12):C12020–C12020, 2012. doi: 10.1088/1748-0221/7/12/C12020.
- [57] S. Mayo, P. Miller, D. Gao, and J. Sheffield-Parker. Software image alignment for X-ray microtomography with submicrometre resolution using a SEM-based X-ray microscope. *Journal of microscopy*, 228(Pt 3):257–263, 2007. ISSN 0022-2720. doi: 10.1111/j.1365-2818.2007.01857.x.
- [58] J. Meija, T. B. Coplen, M. Berglund, W. A. Brand, P. Bièvre, M. Gröning, N. E. Holden, J. Irrgeher, R. D. Loss, T. Walczyk, and T. Prohaska. Atomic weights of the elements 2013 (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 88(3):265–291, 2016. ISSN 0033-4545. doi: 10.1515/pac-2015-0305.
- [59] W. J. Morton. ‘The” x” ray and some of its applications in medicine—demonstrations of apparatus at work and exhibition of stereopticon views.’. *Medical Record (1866-1922)*, 50(1):9, 1896.

-
- [60] H. Niedrig and H.-J. Eichler, editors. *Optik: Wellen- und Teilchenoptik*, volume Bd. 3 of *Lehrbuch der Experimentalphysik / Bergmann Schaefer*. de Gruyter, Berlin, 10. Aufl. edition, 2004. ISBN 9783110198041. URL <https://ebookcentral.proquest.com/lib/kxp/detail.action?docID=314067>.
- [61] R. Oster and Eurocopter, Munich, D. Computed Tomography as a Non-destructive Test Method for Fiber Main RotorBlades in Development, Series and Maintenance. In *International Symposium on Computerized Tomography for*.
- [62] P. Otfinowski and A. Krzyzanowska. Algorithms for elimination of charge sharing effects in single photon counting pixel detectors. In A. Napieralski, editor, *Proceedings of the 24th International Conference Mixed Design of Integrated Circuits and Systems, MIXDES 2017*, pages 211–214, Piscataway, NJ, 2017. IEEE. ISBN 978-83-63578-12-1. doi: 10.23919/MIXDES.2017.8005185.
- [63] D. Paganin, S. C. Mayo, T. E. Gureyev, P. R. Miller, and S. W. Wilkins. Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object. *Journal of microscopy*, 206(Pt 1):33–40, 2002. ISSN 0022-2720. doi: 10.1046/j.1365-2818.2002.01010.x.
- [64] L.-M. Peng, Q. Chen, X. L. Liang, S. Gao, J. Y. Wang, S. Kleindiek, and S. W. Tai. Performing probe experiments in the SEM. *Micron (Oxford, England : 1993)*, 35(6):495–502, 2004. ISSN 0968-4328. doi: 10.1016/j.micron.2003.12.005.
- [65] A. Purwanto, C. S. Yudha, U. Ubaidillah, H. Widiyandari, T. Ogi, and H. Haerudin. NCA cathode material: synthesis methods and performance enhancement efforts. *Materials Research Express*, 5(12):122001, 2018. doi: 10.1088/2053-1591/aae167.
- [66] J. Reuteler and E. T. H. ScopeM. FIB artifacts and how to overcome them, 2017.
- [67] E. Roessl and R. Proksa. K-edge imaging in x-ray computed tomography using multi-bin photon counting detectors. *Physics in medicine and biology*, 52(15):4679–4696, 2007. doi: 10.1088/0031-9155/52/15/020.
- [68] W. C. Röntgen. On a new kind of rays. *Science*, 3(59):227–231, 1896. ISSN 0036-8075. doi: 10.1126/science.3.59.227.
- [69] M. Salamon, N. Reims, M. Böhnel, K. Zerbe, M. Schmitt, N. Uhlmann, and R. Hanke. Xxl-ct capabilities for the inspection of modern electric vehicles. In *19th World Conference on Non-Destructive Testing*, 2016.

- [70] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J.-Y. Tinevez, D. J. White, V. Hartenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak, and A. Cardona. Fiji: an open-source platform for biological-image analysis. *Nature methods*, 9(7):676–682, 2012. doi: 10.1038/nmeth.2019.
- [71] E. Y. Sidky, C.-M. Kao, and X. Pan. Accurate image reconstruction from few-views and limited-angle data in divergent-beam CT. *Journal of X-ray Science and Technology*, 14(2):119–139, 2006.
- [72] M. Siegbahn. Relations between the K and L Series of the High-Frequency Spectra. *Nature*, 96(2416):676, 1916. ISSN 0028-0836. doi: 10.1038/096676b0.
- [73] R. Solem, T. Dreier, I. Goncalves, and M. Bech. Material Decomposition in Low-Energy Micro-CT Using a Dual-Threshold Photon Counting X-Ray Detector. *Frontiers in Physics*, 9, 2021. doi: 10.3389/fphy.2021.673843.
- [74] H. Spieler. *Semiconductor detector systems*, volume 12 of *Oxford science publications*. Oxford Univ. Press, Oxford, reprint. (twice) edition, 2009. ISBN 9780198527848.
- [75] P. Stahlhut, T. Ebensperger, S. Zabler, and R. Hanke. Laboratory x-ray microscopy using a reflection target system and geometric magnification. *Journal of Physics: Conference Series*, 463:012007, 2013. doi: 10.1088/1742-6596/463/1/012007.
- [76] P. Stahlhut, T. Ebensperger, S. Zabler, and R. Hanke. A laboratory X-ray microscopy setup using a field emission electron source and micro-structured reflection targets. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 324:4–10, 2014. ISSN 0168583X. doi: 10.1016/j.nimb.2013.12.028.
- [77] P. Stahlhut, K. Dremel, J. Dittmann, J. M. Engel, S. Zabler, A. Hoelzing, and R. Hanke. First results on laboratory nano-CT with a needle reflection target and an adapted toolchain. In S. R. Stock, B. Müller, and G. Wang, editors, *Developments in X-Ray Tomography X*, SPIE Proceedings, page 99670I. SPIE, 2016. doi: 10.1117/12.2240561.
- [78] T. Starborg, J. D. B. O’Sullivan, C. M. Carneiro, J. Behnsen, K. J. Else, R. K. Grencis, and P. J. Withers. Experimental steering of electron microscopy studies using prior X-ray computed tomography. *Ultramicroscopy*, 201:58–67, 2019. doi: 10.1016/j.ultramic.2019.03.002.

-
- [79] E. Storm. Emission of Characteristic L and K Radiation from Thick Tungsten Targets. *Journal of Applied Physics*, 43(6):2790–2796, 1972. ISSN 0021-8979. doi: 10.1063/1.1661596.
- [80] F. Sukowski and N. Uhlmann. *Monte Carlo Simulations in NDT*. IntechOpen, 2011.
- [81] K. Taguchi. Multi-energy inter-pixel coincidence counters for charge sharing correction and compensation in photon counting detectors. *Medical Physics*, 47(5):2085–2098, 2020. ISSN 0094-2405. doi: 10.1002/mp.14047.
- [82] A. Thompson, D. Attwood, E. Gullikson, M. Howells, J. Kortright, A. Robinson, et al. X-ray data booklet (2009). 2009. URL <http://xdb.lbl.gov>.
- [83] F. Timischl. The contrast-to-noise ratio for image quality evaluation in scanning electron microscopy. *Scanning*, 37(1):54–62, 2015. doi: 10.1002/sca.21179.
- [84] M. Ullherr and S. Zabler. SNR spectra as a quantitative model for image quality in polychromatic X-ray imaging. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 943:162385, 2019. ISSN 01689002. doi: 10.1016/j.nima.2019.162385.
- [85] I. Utke, S. Moshkalev, and P. Russell. *Nanofabrication Using Focused Ion and Electron Beams: Principles and Applications*. Oxford Series in Nanomanufacturing. Oxford University Press USA, Oxford, 2012. ISBN 9780199920990. URL <http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&db=nlabk&AN=434470>.
- [86] M. C. Veale, S. J. Bell, D. D. Duarte, A. Schneider, P. Seller, M. D. Wilson, and K. Iniewski. Measurements of charge sharing in small pixel CdTe detectors. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 767:218–226, 2014. ISSN 01689002. doi: 10.1016/j.nima.2014.08.036.
- [87] A. Vincenzi, P. L. de Ruvo, P. Delogu, R. Bellazzini, A. Brez, M. Minuti, M. Pinchera, and G. Spandre. Energy characterization of Pixirad-1 photon counting detector system. *Journal of Instrumentation*, 10(04):C04010–C04010, 2015. doi: 10.1088/1748-0221/10/04/C04010.
- [88] X. Wang, D. Meier, S. Mikkelsen, G. E. Maehlum, D. J. Wagenaar, B. M. W. Tsui, B. E. Patt, and E. C. Frey. MicroCT with energy-resolved photon-counting detectors. *Physics in medicine and biology*, 56(9):2791–2816, 2011. doi: 10.1088/0031-9155/56/9/011.

- [89] X. Wang, D. Meier, K. Taguchi, D. J. Wagenaar, B. E. Patt, and E. C. Frey. Material separation in x-ray CT with energy resolved photon-counting detectors. *Medical Physics*, 38(3):1534–1546, 2011. ISSN 0094-2405. doi: 10.1118/1.3553401.
- [90] D. L. Webster and H. Clark. The Intensities of X-Rays of the L Series. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 3(3):181–185, 1917. ISSN 0027-8424. doi: 10.1073/pnas.3.3.181.
- [91] M. J. Willemink, M. Persson, A. Pourmorteza, N. J. Pelc, and D. Fleischmann. Photon-counting CT: Technical Principles and Clinical Prospects. *Radiology*, 289(2):293–312, 2018. doi: 10.1148/radiol.2018172656.
- [92] W. Williamson, A. J. Antolak, and R. J. Meredith. An energy-dependent electron backscattering coefficient. *Journal of Applied Physics*, 61(9):4612–4618, 1987. ISSN 0021-8979. doi: 10.1063/1.338371.
- [93] C. Xu, M. Danielsson, and H. Bornefalk. Evaluation of Energy Loss and Charge Sharing in Cadmium Telluride Detectors for Photon-Counting Computed Tomography. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 58(3):614–625, 2011. ISSN 0018-9499. doi: 10.1109/TNS.2011.2122267.
- [94] H. Yakowitz and J. I. Goldstein. Practical Aspects of X-Ray Microanalysis. In *Practical Scanning Electron Microscopy*, pages 401–434. Springer, Boston, MA, 1975. doi: 10.1007/978-1-4613-4422-3\underline{11}. URL <https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-1-4613-4422-3-11>.
- [95] H. Yamaguchi. Characteristics of silicon removal by fine focused gallium ion beam. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 3(1):71, 1985. ISSN 0734211X. doi: 10.1116/1.583294.
- [96] Z. Yang, Z. Li, Y. Huang, M. Zhang, C. Liu, D. Zhang, and G. Cao. Artificial interface stabilized LiNi_{0.80}Co_{0.15}Al_{0.05}O₂@Polysiloxane cathode for stable cycling lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 471:228480, 2020. ISSN 03787753. doi: 10.1016/j.jpowsour.2020.228480.
- [97] A. T. Young. Rayleigh scattering. *Applied optics*, 20(4):533–535, 1981.
- [98] H. Yucai. Hydrothermal Synthesis of Nano Ce-Zr-Y Oxide Solid Solution for Automotive Three-Way Catalyst. *Journal of the American Ceramic Society*, 0(0), 2006. ISSN 0002-7820. doi: 10.1111/j.1551-2916.2006.01130.x.

- [99] S. Zabler, M. Ullherr, C. Fella, R. Schielein, O. Focke, B. Zeller-Plumhoff, P. Lhuissier, W. DeBoever, and R. Hanke. Comparing image quality in phase contrast sub um X-ray tomography—A round-robin study. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 951:162992, 2020. ISSN 01689002. doi: 10.1016/j.nima.2019.162992.

Danksagung

Bedanken möchte ich mich bei:

- Randolf für die Bereitstellung des Themas und den großen Freiraum bei der Ausgestaltung dieser Arbeit.
- Simon für die Möglichkeit an der Strahlzeit am Bessy teilzunehmen und dort auch meine eigene Messungen durchzuführen.
- Kilian für die umfangreichen Anpassungen am Rekonstruktionsprogramm und Unterstützung bei den Rekonstruktionen.
- Aldi und Manu für die Unterstützung bei Konstruktionen.
- dem gesamten XRM-II Team für die gelungene Weiterentwicklung des Systems und die Möglichkeit diese auf der DIR 2019 in Fürth präsentieren zu dürfen.
- Philipp für die gute Zusammenarbeit bei der Durchführung der FIB Tomographie und beim Erstellen der zugehörigen Veröffentlichung.
- Jonas für die Messung von EDX-Spektren, als Reisen aufgrund der Pandemie nicht möglich waren.
- allen, die den Strahlenschutz während der langen Messzeiten übernommen haben.
- allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Lehrstuhls für Röntgenmikroskopie für die wunderbare Arbeitsatmosphäre und die sowohl fachlichen als auch fachfremden Diskussionen.
- Lightcatcher und looklikeLink für die gute Unterhaltung seit mehr als 11 Jahren.
- meinen Eltern, ohne ihre Unterstützung wäre ich nicht da, wo ich heute bin.

