

Planare refraktive Röntgenlinsen

V. Nazmov, V. Saile, IMT und Universität Karlsruhe; E. Reznikova, J. Mohr, M. Börner, T. Mappes, IMT; T. Ernst, ANKA GmbH; R. Simon, ISS

Einleitung

Die Fokussierung elektromagnetischer Strahlung mit brechenden (refraktiven) Linsen spielt sowohl im täglichen Leben wie auch in der wissenschaftlichen Forschung eine bedeutende Rolle. Zum Beispiel verfügt das menschliche Auge über ein bewegliches Linsensystem, das sichtbares Licht in verschiedenen Abständen fokussieren kann. Bekannte technische Anwendungen, sind Brillen, Ferngläser, Photoapparate, Mikroskope, Teleskope und vieles mehr.

Eine ähnliche Aufgabe wie die Geräte im Bereich des sichtbaren Lichts erfüllen Röntgenmikroskop und Röntgenteleskop im für den Menschen nicht sichtbaren Bereich des elektromagnetischen Spektrums. Durch diese Instrumente werden Objekte mit Hilfe von Röntgenlicht vergrößert. Dadurch ergeben sich ganz neue Möglichkeiten z.B. in der Materialanalyse oder bei der Sichtbarmachung biologischer Strukturen.

Röntgenstrahlung besitzt im Vergleich zu sichtbarem Licht oder Elektronenstrahlen eine wesentlich höhere Eindringtiefe in das Material und wird weniger gestreut. Dies ist auch der Grund, warum z.B. für chirurgische Untersuchungen des menschlichen Knochenbaus Röntgenstrahlen verwendet werden. Die Möglichkeit der Untersuchung von lichtundurchlässigen Objekten mit Röntgenstrahlen wird auch in der Forschung angewendet, um Informationen zum Aufbau, zur chemischen Zusammensetzung oder Struktur eines Objektes zu erhalten. Dabei kann das zu untersuchende Objekt durchaus sehr kleine Volu-

mina mit Abmessungen im Bereich deutlich unter 50 nm aufweisen.

Da die Röntgenstrahlung für das menschliche Auge nicht wahrnehmbar ist, werden in diesem Bereich Röntgendetektoren als empfindliches Messinstrument eingesetzt. Aufgrund der Detektorelementgrößen ist die Auflösung auf etwa 0,6 μm begrenzt. Um auch kleinere Objekte noch auflösen zu können, muss das Objektbild auf dem Detektor vergrößernd abgebildet werden.

Zur vergrößernden Abbildung und zur Fokussierung der Röntgenstrahlen verwendet man heute Fresnel'schen Zonenplatten [1] oder Kapillarlinsen [2]. Bei diesen Geräten fällt die Intensität im fokussierten Strahl bei einer Photonenenergie oberhalb von 10 keV infolge der zunehmenden Transparenz der sonst quasi lichtundurchlässigen Zonen ab, bzw. es sinkt die Reflektion an den Kapillärwänden.

Refraktive Röntgenlinsen

Dieses Problem existiert bei refraktiven Röntgenlinsen nicht. Bei diesen nimmt die Effizienz aufgrund der zunehmenden Transmission mit zunehmender Energie zu.

Prinzip refraktiver Linsen

Refraktive Röntgenlinsen mit dem komplexen Brechungsindex $n = 1 - \delta + i\beta$ können Röntgenlicht genau wie optische Linsen fokussieren. Allerdings gibt es drei wesentliche Unterschiede:

- Der Realteil des Brechungsindex $n = 1 - \delta$ ist kleiner als Eins, d.h. die Luftbereiche stellen das dichtere Medium im Vergleich zu dem sie umgebenden Material dar (Abb. 1).
- Der Unterschied zwischen n und 1 liegt für die verwendeten Materialien im Bereich zwischen 10^{-5} und 10^{-10} , was zu einem großen Fokalabstand F von mehreren hundert Metern führt (Formel 1). Nur durch ein Paket aus N präzise zur optischen Achse justierten fokussierenden Elementen lässt sich der Abstand deutlich verkürzen [3];

$$F_N = \frac{R}{2N\delta} \quad (1)$$

mit N – Anzahl der fokussierenden Mikrostrukturen und R – Radius der gekrümmten brechenden Oberfläche.

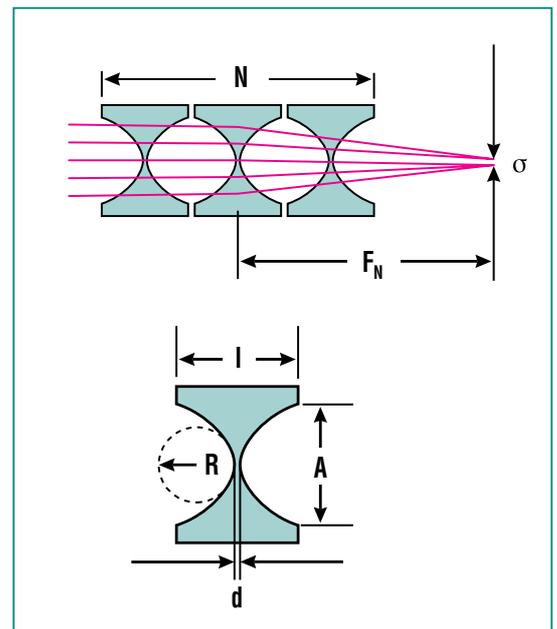


Abb. 1: Schema des refraktiven Elementes und der Funktionsweise einer eindimensionalen Röntgenlinse. Das parabolische Profil verhindert sphärische Aberrationen.

- mit der Zunahme von N sinkt die Transparenz der Linse, so dass ein Kompromiss zwischen Brechzahldekrement δ und des Absorptionskoeffizienten des Materials β gefunden werden muss. Dieser Kompromiss kann durch Auswahl von Materialien gelöst werden, die einen maximalen Gewinn G (engl. Gain) gewährleisten können. Aufgrund der geringeren Absorption sind leichte Materialien für die Herstellung von Röntgenlinsen besser geeignet.

Bisher wurden refraktive Linsen aus verschiedenen leichten Materialien erprobt: Materialien wie Bornitrid, Diamant oder Poly-Silizium zerstreuen die Röntgenstrahlung infolge ihrer inhomogenen Struktur, was einen Hof um den Brennpunkt hervorruft. Röntgenlinsen aus Polymethylmethacrylat (PMMA) und Teflon wurden durch Deformation der Zwischenstege im Röntgenstrahl zerstört. Röntgenlinsen aus Silizium, Aluminium oder Aluminiumoxid weisen einen verhältnismäßig niedrigen Gewinn auf.

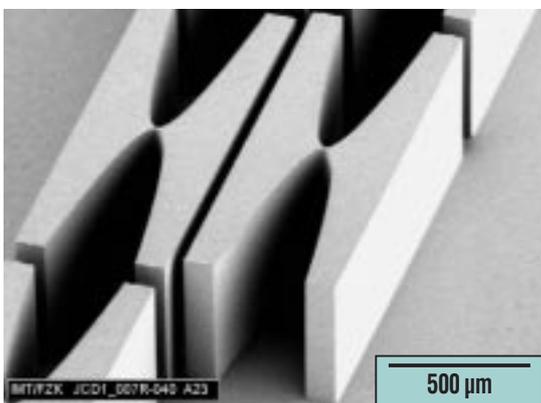


Abb. 2: REM-Aufnahme der fokussierenden Elemente zweier refraktiver Röntgenlinse. Die Strukturhöhe beträgt 500 µm.

Die homogenen Materialien Lithium und Bor haben eine hohe Beständigkeit gegen Röntgenstrahlung, allerdings gibt es bisher keine Technologie zur präzisen Fertigung des notwendigen Profils.

Linsen aus Beryllium haben eine hohe Strahlenbeständigkeit. Ein Einzelelement lenkt den Strahl allerdings nur sehr wenig ab, was eine große Anzahl von Linsenelementen erfordert. Dies führt einerseits zu hohen Kosten, da ein einzelnes Element ca. 100 Dollar kostet, andererseits muss ein längerer Fokalabstand in Kauf genommen werden, um die Elementanzahl gering zu halten. Zusätzlich müssen enorme Anstrengungen unternommen werden, um die Elemente mit hoher Präzision gegeneinander zu justieren. Außerdem ist im polykristallinen Beryllium die Röntgenstreuung sehr hoch, was die Minimierung des Fokalflecks einschränkt.

Herstellung der Linsen

Am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) des Forschungszentrums werden Röntgenlinsen mit Hilfe des LIGA-Verfahrens hergestellt. Für Photonenenergien bis ca. 50 keV eignen sich die mit Röntgenlithographie erzeugten Kunststoffstrukturen. Kunststoffe wie PMMA, die durch Röntgenstrahlung degradieren, sind allerdings nicht einsetzbar. Zum Beispiel, werden die Zwischenstege der PMMA - Linsen nach 20 Minuten im Röntgenstrahl aus einem Undulator an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF, Grenoble) völlig zerstört. Im Gegensatz zu PMMA sind Kunststoffe, die durch Röntgenstrahlung vernetzen, hoch bestän-

dig. Gegenwärtig wird am IMT die Fertigungstechnologie von refraktiven Röntgenlinsen auf der Basis des Epoxidharzes SU-8 entwickelt [4].

Zylindrische Linsen, durch die der Röntgenstrahl auf eine Linie fokussiert wird, werden durch eine einfache senkrechte Bestrahlung hergestellt. Durch eine zweifache Bestrahlung, bei der der Aufbau Maske/Substrat bei der ersten Bestrahlung unter $+45^\circ$ und bei der zweiten unter -45° zum Strahl geneigt ist, werden gekreuzte Linsen hergestellt, mit denen ein punktförmiger Fokalfleck erzeugt werden kann.

Für Energien größer ~ 80 keV werden die mit Röntgenlithographie hergestellten Negativstrukturen in PMMA als Form für eine nachfolgende Nickelgalvanik verwendet, um Linsen aus Nickel herzustellen [5].

Lineare Linsen

Abb. 2 zeigt eine Rasterlektronenmikroskop-(REM)-Aufnahme eines Ausschnittes von zwei auf einem Substrat nebeneinander liegenden linearen Linsen. Aufgrund der freien Formgebung des LIGA-Verfahrens kann die Parabelform der Linsen angepasst und damit die Apertur und der Fokalabstand auf die Anforderungen eingestellt werden. Die Abweichungen von der Sollgeometrie sind deutlich kleiner als $1 \mu\text{m}$, die Seitenwandrauigkeit beträgt rund 10 nm .

Für eine Röntgenlinse mit einem Krümmungsradius von $4,5 \mu\text{m}$ ist in Abb. 3 die berechnete Fokalfleckgröße dargestellt, wobei für

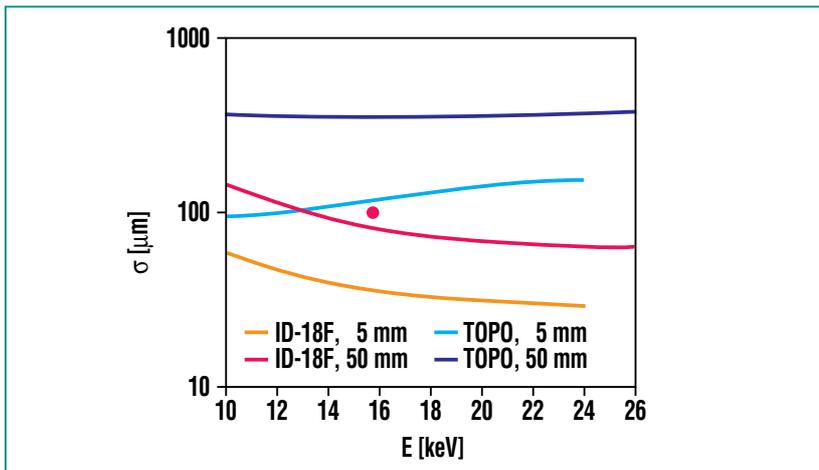


Abb. 3: Berechnete Fokalfleckgröße von refraktiven SU-8-Linsen für die Messstationen ID-18F (ESRF) und TOPO (ANKA) als Funktion der Photonenenergie für 2 Arbeitsabstände: 5 und 50 mm. Roter Punkt – Experiment an der ESRF.

die vertikalen Quellengrößen an der ESRF $\Delta_v = 60 \mu\text{m}$ und an ANKA $\Delta_v = 200 \mu\text{m}$ angenommen wurde. Experimentell wurde an der ESRF bei einer Photonenenergie von 15,85 keV eine Fokalfleckbreite von 105 nm bei einem Gain von 420 ermittelt. Mit größerem N kann die Brennweite für Photonenenergien bis zu 30 keV auf wenige Millimeter verkürzt werden. In diesem Fall kann die Halbwertsbreite der Fokallinie bis auf einige zehn Nanometer verringert werden.

erlaubt, werden die Paraboloiden aus zwei parabolischen Zylindern dargestellt. Dabei ist die Anzahl der Linsenelemente unterschiedlich, um die geringfügig unterschiedlichen Abstände zur Quelle auszugleichen. Über die unterschiedliche Anzahl der Linsenelemente können die horizontalen und vertikalen Abmessungen des Fokalflecks variiert werden.

Unter Verwendung einer entsprechenden Maske mit gekippten Ab-

sorbern wurden auf einem Substrat 17 gekreuzte Linsen aus SU-8 hergestellt (Abb. 4 und 5) [7]. Aufgrund der unterschiedlichen Designparameter R und N besitzen sie unterschiedliche Fokalabstände bzw. sind für unterschiedliche Energien auf einen festen Fokalabstand ausgelegt.

Derartige Linsen wurden an den Synchrotronstrahlungsquellen ESRF und ANKA analysiert. Bei Messungen an der ESRF weist die Intensität im Fokalfleck die theoretisch zu erwartende symmetrische, gaußförmige Verteilung auf. Die Halbwertsbreite (FWHM) beträgt 0,8 μm in horizontaler und

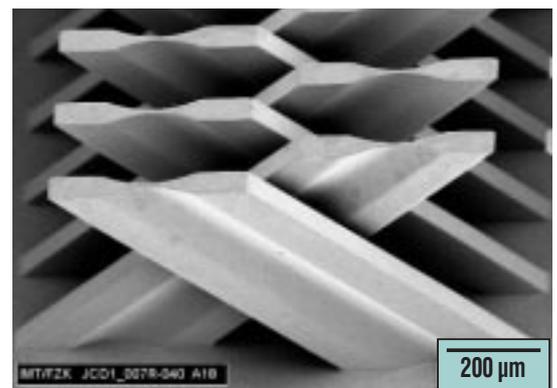


Abb. 4: REM-Aufnahme einer gekreuzten Linse aus dem Epoxidharz SU-8.

Gekreuzte Linsen

Da die Analyse von 2-dimensionalen Verteilungen in Materialien mit den einfachen, linearen Linsen nicht möglich ist, wurden am IMT gekreuzte Linsen entwickelt, die einen punktförmigen Fokalfleck ausbilden. Der punktförmige Fleck kann mit einer Linse geformt werden, deren fokussierende Oberfläche als „Dreh-“Paraboloid [6] ausgebildet ist. Da das LIGA-Verfahren nur eine Schattenprojektion

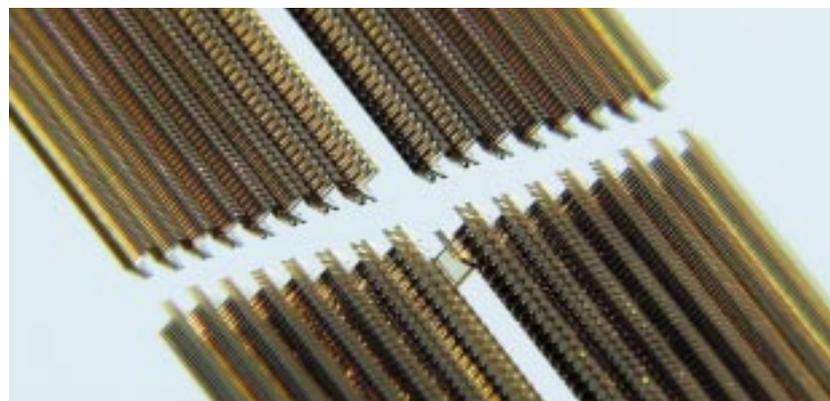


Abb. 5: Aufnahme eines Satzes von planaren refraktiven Röntgenlinsen aus SU-8 auf einem Siliziumwafer.

0,37 μm in vertikaler Richtung. Es wurde ein Intensitätsgewinn von 5050 erreicht.

Ein mit den Linsen gebündelter Röntgenstrahl wurde zur Untersuchung von Einschlüssen chemischer Elemente in einem Partikel einer Bodenprobe von etwa 15 μm Durchmesser eingesetzt (Abb. 6).

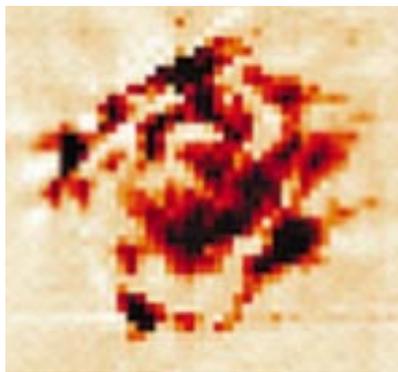


Abb. 6: Vermessene 2D-Verteilung von Kupfer in einem Partikel einer Bodenprobe (Pixelgröße: 0,4 x 0,4 μm) [8].

Mit Hilfe des fokussierten Strahles wurde auch an der Messstation FLUO (ANKA) ein Partikel der radioaktiven Umgebungsverschmutzung untersucht (Abb. 7). Dabei handelte es sich um eine Eisenmatrix, in der die räumliche Verteilung von Uran- und Plutonium-Einschlüssen bestimmt wurde.

In der konfokalen Geometrie, wann eine zusätzliche Multikapillarlense entlang die Strahlstrecke von 16 μm lang Fluoreszenzphotonen aus der Probe akzeptiert, wurde durch Einsatz der gekreuzten Linse eine räumliche Auflösung von 2 x 5 x 16 μm an einer uranreichen Probe erreicht [10].

Die refraktiven Röntgenlinsen können auch für eine vergrößerte Darstellung der Mikroobjekte mit Röntgenstrahlen eingesetzt werden. Hierzu wurde mit Hilfe der gekreuzten Kunststofflinsen an der

Messstation TOPO (ANKA) ein Röntgenmikroskop aufgebaut. Dies wurde mit Hilfe einer Mikrostruktur aus Gold mit einer Höhe von 1 μm auf einer Siliziumnitridmembran getestet (Abb. 8). Es ergab sich eine Auflösung von 360 nm in vertikaler Richtung und von 450 nm in horizontaler Richtung.

Nickellinsen

Zur Fokussierung von Röntgenstrahlen mit einer Photonenenergie größer 80 keV sind Linsen aus schwereren Materialien wie z.B. Nickel besser geeignet als Kunststofflinsen. Solche Nickellinsen wurden auf der Basis des oben beschriebenen Prozesses hergestellt und anschließend analysiert (Abb. 9).

Durch die Verkürzung der Brennweite bis auf wenige Dezimeter mit Hilfe der planaren refraktiven Linsen kann man mittels der Ni-Linsen Fokalfleckgrößen bis hinunter zu 0,75 μm bei Photonenenergien bis 150 keV erzeugen [11]. Auch eine vergrößerte Darstellung eines

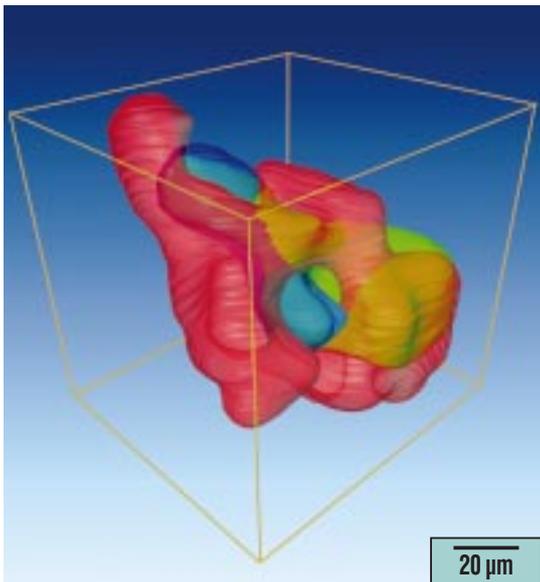


Abb. 7: Experimentell bestimmte Verteilung der Beimischungen von Uran/Plutonium in einem kleinen Eisenpartikel bei einer Energie von 18,8 keV mit einer örtlichen Auflösung von 3,6 x 7,5 μm [9].

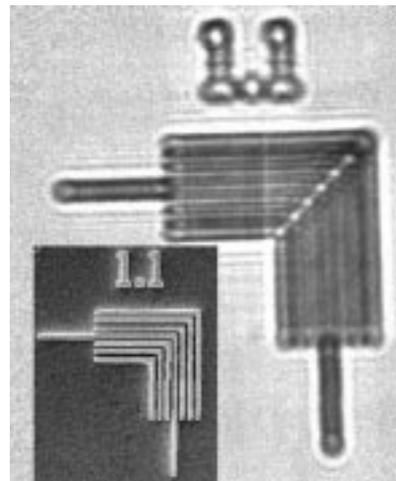


Abb. 8: Darstellung der Testmikrostruktur im Röntgenmikroskop im Vergleich zur Referenzdarstellung im Elektronenmikroskop (unten). Die Goldlamellen sind 1,35 μm breit, die Rinnen zwischen den Lamellen – 0,75 μm eng.

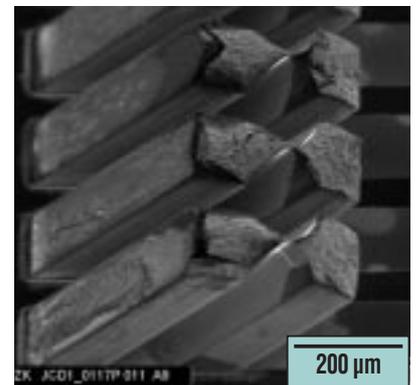


Abb. 9: REM-Aufnahme von drei fokussierenden Mikrostrukturen der gekreuzten Ni-Röntgenlinse. Die Mikrostrukturen sind 600 μm hoch und um 45 Grad gekippt.

Mikroobjektes wurde erfolgreich demonstriert (Abb. 10).

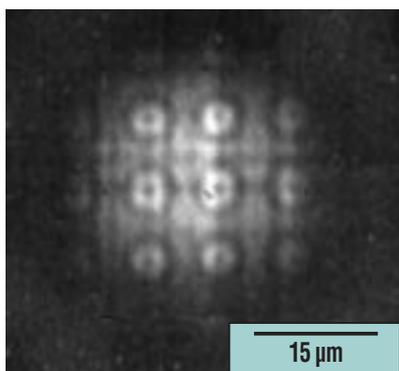


Abb. 10: Vergrößerte Darstellung einer 2 μm hohen Mikrostruktur aus Gold mit einem Durchmesser von 4 μm (Ni-Linse, Photonenenergie 80 keV), Auflösung 0,6 μm .

Zusammenfassung und Ausblick

Es konnte gezeigt werden, dass es möglich ist, mit den mit dem LIGA-Verfahren hergestellten planaren

refraktiven Linsen sowohl einen kleinen Brennfleck im Bereich weniger 10 nm als auch einen hohen Gewinn zu erzielen. Die Linsen sind geeignet um Abbildungssysteme aufzubauen. Die Auflösung ist deutlich besser als 1 μm . Aufgrund der Vernetzung des Kunststoffes während der Herstellung sind die Linsen im Einsatz stabil.

Die weitere Forschung konzentriert sich auf die Verkleinerung der Fokalfleckgröße, die Vergrößerung des Gewinns durch Vergrößerung der Apertur sowie auf die Realisierung von breitbandigen Linsen zum Aufbau eines achromatischen Systems zur Spektroskopie. Die Verkleinerung der Fokalfleckgröße erfordert die weitere Optimierung der Prozesstechnik hinsichtlich Minimierung der Toleranzen und Verbesserung der Seitenwandrauigkeit.

Um die Apertur zu vergrößern, muss die Transmission auch in den weiter vom Zentrum der Linse ent-

fernten Bereichen erhöht werden. Hierzu werden Designs entwickelt, bei denen die Mikrostruktur mit dem parabolischen Profil in mehrere Teile aufgeschnitten wird und die passiven Bereiche entfernt werden (Mosaikprofil) [12].

Zur Realisierung eines achromatischen Systems wird die allmähliche Änderung des Krümmungsradius der Parabeln entlang der Linse analysiert.

Die im Rahmen dieser Weiterentwicklungen gewonnenen Ergebnisse sind auch für die Linsenentwicklung für Laborröntengeräte wichtig, da die derzeitige Linsenapertur wegen der kleinen Entfernung der Linse von der Quelle zu klein ist. Zurzeit werden Linsen mit größerer Apertur (Mosaikprofil) für Experimente an einer rotierenden Anode hergestellt.

Literatur

- [1] E. Di Fabrizio, F. Romanato, M. Gentili, S. Cabrini, B. Kaulich, J. Susini, R. Barrett, *Nature*, 401 (1999) 895
- [2] V.A. Arkadiev, A.A. Bzhaumikhov, *Proc. of SPIE*, 2859 (1996) 131
- [3] T. Tomie, *Japanese patent 1994000045288*, priority 18.02.1994, (1996)
- [4] E. Reznikova, V. Nazmov, J. Mohr, *HARMST 2005, Book of Abstracts*, (2005) 78
- [5] V. Nazmov, E. Reznikova, A. Snigirev, I. Snigireva, M. DiMichiel, M. Grigoriev, J. Mohr, B. Matthis, V. Saile, *Microsyst. Technol.* 11 (2005) 292
- [6] B. Lengeler, C. Schroer, J. Tümmeler, B. Benner, M. Richwin, A. Snigirev, I. Snigireva, M. Drakopoulos, *J. Synchrotron Rad.* 6 (1999) 1153
- [7] V. Nazmov, E. Reznikova, M. Boerner, J. Mohr, V. Saile, A. Snigirev, I. Snigireva, M. DiMichiel, M. Drakopoulos, R. Simon, M. Grigoriev, *AIP Conf. Proc.* 705 (2004) 752
- [8] V. Nazmov, E. Reznikova, J. Mohr, V. Saile, L. Vincze, B. Vekemans, R. Terzano, A. Somogyi (*in press*)
- [9] M. Eriksson, J. Osan, J. Jernström, D. Wegrzynek, R. Simon, E. Chinea-Cano, A. Markowicz, S. Bamford, G. Tamborini, S. Török, G. Falkenberg, A. Alsecz, H. Dahlgaard, P. Wobruschek, C. Strelti, N. Zoegler, M. Betti, *Spectrochimica Acta*, B60 (2005) 455
- [10] M.A. Denecke, K. Janssens, R. Simon, V. Nazmov, *Ortsaufgelöste μ -XRF Untersuchungen eines uranreichen Sediments in konfokaler Geometrie*, dieses Heft
- [11] A. Snigirev, I. Snigireva, M. DiMichiel, V. Honkimaki, M. Grigoriev, V. Nazmov, E. Reznikova, J. Mohr, V. Saile, *Proc. of SPIE* 5539 (2004) 244
- [12] V. Nazmov, E. Reznikova, A. Somogyi, J. Mohr, V. Saile, *Proc. of SPIE*, 5539 (2004) 235