

Entwicklung einer hochauflösenden Kamera für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung

von

Jens Patommel

Diplomarbeit in Physik
vorgelegt der Fakultät für
Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften
der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

im November 2003

angefertigt am
II. Physikalischen Institut
Lehrstuhl B
Prof. Dr. B. Lengeler

Betreuer: Prof. Dr. B. Lengeler, Dr. C. G. Schroer
1. Gutachter: Prof. Dr. B. Lengeler
2. Gutachter: Prof. Dr. U. Klemradt

Kurzfassung

Seit mit den Synchrotronstrahlungsquellen dritter Generation hochbrillante Röntgenquellen zur Verfügung stehen, haben sich Vollfeldmikroskopie und Rastersondenmikroskopie mit harter Röntgenstrahlung als besonders nützliche Untersuchungsmethoden etabliert. Insbesondere bei der vergrößernden Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung werden Röntgenkameras mit hoher Anforderung bezüglich der Ortsauflösung benötigt. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde ein zweidimensionaler Röntgendetektor für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung entworfen, gebaut und im Experiment getestet und charakterisiert. Hauptaugenmerk war dabei ein möglichst hohes Ortsauflösungsvermögen des Detektors verbunden mit einem großen effektiven dynamischen Bereich. Als vielversprechendes Konzept erwies sich dabei die Verwendung eines einkristallinen Szintillators, der mittels einer Mikroskopoptik auf einen CCD-Chip abgebildet wird. Im Experiment stellte sich heraus, dass der im Zuge dieser Diplomarbeit konzipierte Flächendetektor sämtliche an ihn gestellten Anforderungen hervorragend erfüllt. Obwohl ursprünglich für die vergrößernde Tomographie mit harter Röntgenstrahlung entwickelt, findet die Röntgenkamera darüber hinaus beim Justieren nanofokussierender refraktiver Röntgenlinsen in Rastersondenmikroskopen Verwendung.

Abstract

With the advent of highly-brilliant third generation synchrotron radiation sources hard x-ray full-field microscopy and hard x-ray scanning microscopy were developed and have been shown to be excellent methods for scientific investigations. Especially for magnified hard x-ray full-field microscopy, there is the need for two-dimensional x-ray detectors with highest demands on spatial resolution and effective dynamic range. In the course of this diploma thesis, such an area x-ray detector with high spatial resolution and large dynamic range was designed and built and then tested and characterized in experiment. The high-resolution x-ray camera consists of a visible light microscope which images the sensitive layer of a single-crystal scintillator on the CCD chip of a CCD camera. A test experiment gave evidence that the x-ray camera actually fulfills all the requirements with regard to spatial resolution, sensitivity and effective dynamic range. Originally, the detector was developed for magnified hard x-ray tomography, but in addition, it is applied for alignment purposes of nanofocusing refractive x-ray lenses in a hard x-ray scanning microscope.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Das Erzeugen von Röntgenstrahlung	3
2.1	Röntgenröhren	3
2.2	Synchrotronstrahlung	6
2.3	Sonstige Röntgenquellen	10
3	Röntgendetektoren	11
3.1	Gasionisationsdetektoren	11
3.2	Halbleiterdetektoren	13
3.3	Szintillationsdetektoren	16
3.4	Röntgenfilme	17
3.5	Bildplatten	18
3.6	CCD-Detektoren	20
3.6.1	Funktionsweise eines CCD-Chips	20
3.6.2	Direkte CCD-Detektoren	24
3.6.3	CCD-Detektoren mit Faseroptiken	25
3.6.4	CCD-Detektoren mit Linsenoptiken	26
4	Abbilden mit Röntgenstrahlung	29
4.1	Transmission von Röntgenstrahlung durch eine Probe	30
4.2	Detektormittelwert	34
4.3	Absorptionskontrast	35
4.4	Beugung und Propagation	36
4.5	Korrelation und wechselseitige Intensität	38
4.6	Das Theorem von Van Cittert und Zernike	41
4.7	Projektionsabbildung	42
4.8	Das Röntgenmikroskop	43
5	Hochauflösende Röntgenkamera	45
5.1	Anforderungen an den Detektor	45
5.2	Szintillator	46
5.3	Mikroskop	53

5.4	CCD-Kamera	55
6	Charakterisierung des Detektors	61
6.1	Versuchsaufbau	61
6.2	Auswertung	63
6.3	Nickel-Gitter	64
6.4	Goldstreifen	71
6.5	Mikroprozessor	75
6.6	Einfluss der Quellgröße	79
7	Zusammenfassung und Ausblick	81
	Literaturverzeichnis	85
	Abbildungsverzeichnis	89
	Tabellenverzeichnis	91
	Danksagung	93

Kapitel 1

Einleitung

Seit ihrer Entdeckung im Jahr 1895 durch Wilhelm Conrad Röntgen hat die nach ihrem Entdecker benannte Röntgenstrahlung Eingang in viele Bereiche des täglichen Lebens gefunden. Aber auch in den Wissenschaften spielt Röntgenstrahlung eine wichtige Rolle. Besonders geeignet ist Röntgenstrahlung für die Untersuchung von Festkörpern. Hierfür sind inzwischen zahlreiche Methoden entwickelt und perfektioniert worden. Seitdem als Strahlungsquellen nicht nur Röntgenröhren, sondern eigens zur Erzeugung von Röntgenstrahlung gebaute Speicherringe 3. Generation zur Verfügung stehen, ist die Palette der Anwendungsmöglichkeiten noch einmal erheblich erweitert worden. Zu den von diesen Strahlungsquellen profitierenden Anwendungsgebieten zählt insbesondere das Abbilden mit harter Röntgenstrahlung. Die Stärke des Abbildens mit harter Röntgenstrahlung besteht in erster Linie in dem hohen Durchdringungsvermögen von harter Röntgenstrahlung. Während beim Abbilden mit Elektronen oder sichtbarem Licht nur freigelegte Oberflächen oder sehr dünn geschnittene Proben beobachtet werden können, ergibt sich beim Abbilden mit harter Röntgenstrahlung die Möglichkeit, Strukturen tief im Innern der Probe abzubilden. Mit Hilfe tomographischer Verfahren kann somit die dreidimensionale innere Struktur einer Probe ermittelt werden. Da selbst mit den derzeit modernsten Röntgendetektoren die Grenze der Ortsauflösung bei projektivem Abbilden durch die Auflösung des Röntgendetektors gegeben ist [KRSS98], werden seit einigen Jahren zunehmend vergrößernde Röntgenoptiken zum Abbilden verwendet (Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung). In der vorliegenden Arbeit wird ein zweidimensional ortsauflösender Detektor vorgestellt, der für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung entwickelt wurde. Dieser Detektor besteht aus einem Szintillator, einer Mikroskopoptik für sichtbares Licht und einer hochauflösenden CCD-Kamera samt Steuerungssoftware. Der Szintillator absorbiert die Röntgenstrahlung und wird dadurch zur Emission von Fluoreszenzlicht angeregt. Mit Hilfe des Mikroskops wird der leuchtende Szintillator auf den CCD-Sensor abgebildet, der dann elektronisch ausgelesen werden kann. Die Bilddaten liegen unmittelbar nach der Belichtung digital vor und können sofort ausgewertet werden.

Die Arbeit gliedert sich folgendermaßen. Zunächst wird im 2. Kapitel erklärt, welche Röntgenquellen existieren und welche Vor- und Nachteile diese jeweils für bestimmte Experimente haben. Das anschließende Kapitel 3 gibt einen Überblick über Geräte zum Nachweisen von Röntgenstrahlung. Es werden Detektoren vorgestellt, die lediglich den Fluss von Röntgen-

strahlung durch eine Fläche messen, andere, die dasselbe auch energiedispersiv tun und vor allem auch solche Detektoren, mit denen die Intensitätsverteilung entlang einer Fläche orts aufgelöst gemessen werden kann. Weil der bei dieser Diplomarbeit entwickelte Röntgendetektor für das Abbilden mit harter Röntgenstrahlung eingesetzt werden soll, wird das 4. Kapitel dazu verwendet, eine kurze Einführung in die Theorie des Abbildens mit Röntgenstrahlung zu geben. Im 5. Kapitel wird die hochauflösende Kamera für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung vorgestellt. Dabei wird darauf eingegangen, worauf es beim Bau des Detektors ankommt und was er theoretisch zu leisten vermag. Das 6. Kapitel widmet sich schließlich einem Experiment, das zum Testen der Kamera am DESY in Hamburg durchgeführt wurde. Die Auswertung dieses Experiments zeigt, dass der Detektor die an ihn gestellten Anforderungen erfüllt, er also die zu erwartende Ortsauflösung hat und qualitativ hochwertige Abbildungen liefert.

Kapitel 2

Das Erzeugen von Röntgenstrahlung

Neben den natürlichen Röntgenquellen wie astronomische Objekte und radioaktive Präparate stehen uns heutzutage künstliche Röntgenquellen zur Verfügung. Dazu zählen die schon von Röntgen Ende des 19. Jahrhunderts benutzte Röntgenröhre sowie der Elektronenspeicherring. Im Folgenden werde ich auf diese einzelnen Röntgenquellen näher eingehen.

2.1 Röntgenröhren

Röntgenröhren sind seit der Entdeckung der Röntgenstrahlung im Einsatz und auch heute noch die am häufigsten benutzten Röntgenquellen. Zwar hat die Röntgenröhre im Laufe eines Jahrhunderts technisch gesehen eine enorme Entwicklung durchgemacht, aber nach wie vor benutzt sie dasselbe physikalische Prinzip (Abbildung 2.1). In einer evakuierten Kammer wird eine Glühwendel zum Glühen gebracht. Die dabei austretenden Elektronen werden mittels eines elektrischen Hochspannungsfeldes stark beschleunigt und treffen dann auf einen metallischen Festkörper (z.B. Wolfram, Kupfer, Molybdän). Dabei treten zwei Prozesse auf, die beide zur Abstrahlung von Röntgenstrahlung führen. Der erste Prozess liefert sogenannte Bremsstrahlung, der zweite erzeugt die charakteristische Strahlung.

Bremsstrahlung entsteht durch das Ablenken und Abbremsen der Elektronen in den elektrischen Feldern der Atome im Anodenmaterial. Das elektromagnetische Feld einer beschleunigten Ladung kann aus den Maxwell-Gleichungen abgeleitet werden. Der Ort, an dem die Röntgenstrahlung genutzt wird, befindet sich außerhalb der Röhre; der Abstand zur Anode ist groß im Vergleich zur Längenskala, auf der die Wechselwirkung der Elektronen mit dem Anodenmaterial stattfindet. Daher kann zur Vereinfachung eine Dipolnäherung durchgeführt werden. Nach dieser Näherung gilt für die Energiestromdichte¹ \vec{S} der emittierten Strahlung

$$\vec{S}(\vec{r}, t) \propto \frac{\ddot{\vec{p}}(t - r/c)}{r^2} \sin(\theta) \hat{r}. \quad (2.1)$$

\vec{r} ist der Ortsvektor vom Ort der beschleunigten Ladung zum Beobachtungspunkt, θ ist der

¹Für elektromagnetische Felder ist die Energiestromdichte durch den Poyntingvektor $\vec{S} \equiv \frac{1}{\mu_0} \vec{E} \times \vec{B}$ gegeben.

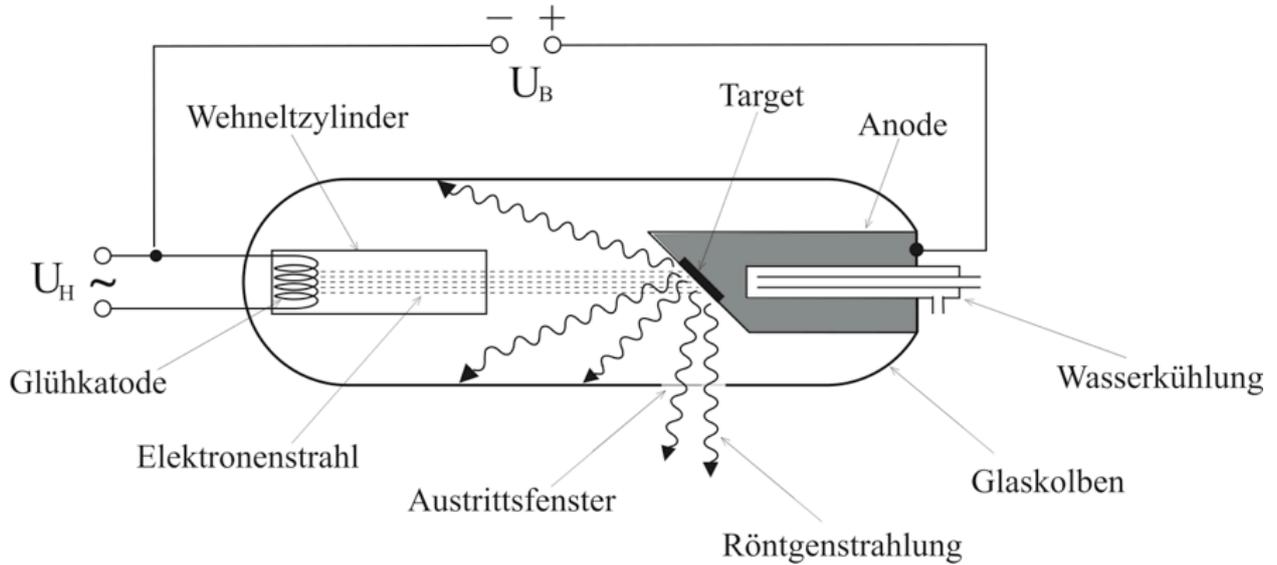


Abbildung 2.1: Schemazeichnung einer Röntgenröhre. Die Kathode wird mit der Heizspannung U_H zum Glühen gebracht. Die austretenden Elektronen werden zur Anode hin beschleunigt. Dort wechselwirken sie mit dem Anodenmaterial, wodurch Röntgenphotonen entstehen. Die Röntgenstrahlung kann die Röhre durch ein Berylliumfenster verlassen.

Winkel, den dieser Vektor mit dem Beschleunigungsvektor der Ladung einschließt und \hat{r} ist der Einheitsvektor in Richtung von \vec{r} , das heißt $\hat{r} = \frac{\vec{r}}{|\vec{r}|}$. Senkrecht zur Beschleunigungsrichtung ist die Intensität maximal, während sie in Beschleunigungsrichtung Null ist. Strenggenommen gilt obige Abstrahlcharakteristik nur für Elektronen, deren Geschwindigkeit klein ist gegen die Lichtgeschwindigkeit ($\beta \equiv \frac{v_{el}}{c} \ll 1$). Für relativistische Elektronen verschiebt sich der Winkel mit der maximalen Intensität in Vorwärtsrichtung der Elektronen. Bei $\beta \approx 1$ wird die gesamte Strahlung in eine Keule mit Öffnungswinkel $\frac{2}{\gamma}$ abgestrahlt (siehe Abschnitt 2.2 Synchrotronstrahlung). Bei Röntgenröhren liegen Beschleunigungsspannungen zwischen 1keV und 100keV an. Dies entspricht β -Werten zwischen 0,006 und 0,6. Die Deformation des Abstrahltores in Vorwärtsrichtung ist also nicht zu vernachlässigen (Siehe Abbildung 2.2).

Die Stoßpartner der Elektronen sind die Atome des Anodenmaterials, deren Masse viel größer ist als die der Elektronen. Somit wird pro Stoß nur ein geringer Teil der kinetischen Energie der Elektronen abgegeben. Die Elektronen haben also Gelegenheit, an sehr vielen Atomen zu stoßen, so dass die Richtungen, in der sich die Elektronen vor dem Stoß bewegen, über den gesamten Raumwinkelbereich von 4π verteilt sind. So kommt es, dass trotz der starken Richtungsabhängigkeit der Dipolcharakteristik die Bremsstrahlung insgesamt isotrop ist. Ein einzelnes Photon der Bremsstrahlung kann keine höhere Energie haben als die kinetische Energie eines Elektrons, also

$$E_{Ph,max} = E_{el} = eU_{el} \quad (2.2)$$

bzw.

$$\lambda_{min} = \frac{hc}{E_{Ph,max}} \quad (2.3)$$

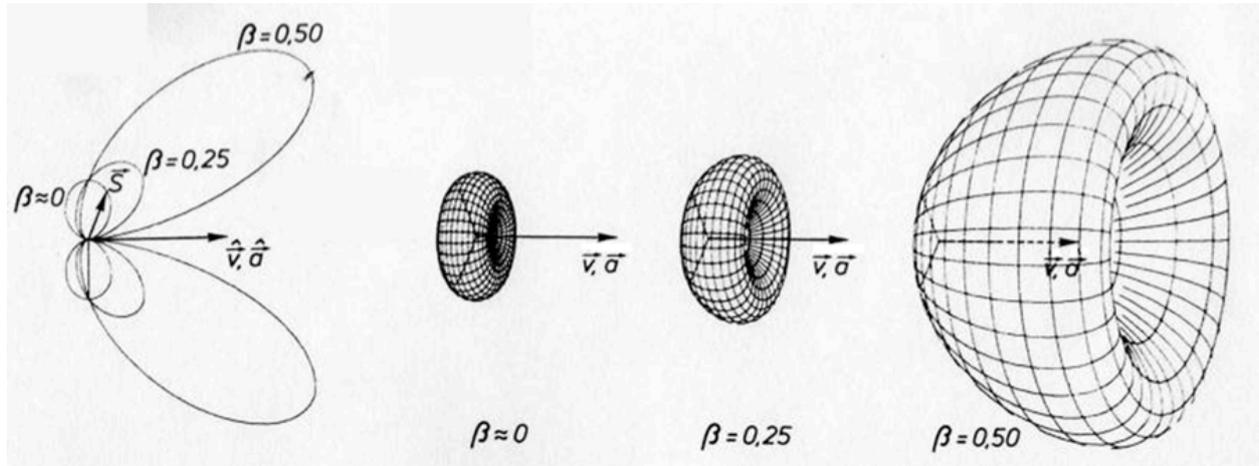


Abbildung 2.2: Abstrahlcharakteristik eines Dipols. Bei größer werdender Geschwindigkeit wird der Torus der Abstrahlcharakteristik in Vorwärtsrichtung deformiert.

Der Bremsberg ist also in Richtung höherer Energien bei $E_{Ph,max}$ zu Ende. Andererseits kann die kinetische Energie der Elektronen durch sehr viele schwächere Beschleunigungen auf viele Photonen niedrigerer Energie aufgeteilt werden, so dass ein kontinuierliches Spektrum entsteht. Wegen seiner breiten Form wird das Bremsspektrum auch als Bremsberg bezeichnet. Eine empirische Formel, die den Verlauf des Spektrum näherungsweise wiedergibt, lautet

$$I(\lambda) d\lambda \propto \begin{cases} \frac{\lambda - \lambda_{min}}{\lambda^3} d\lambda & : \lambda \geq \lambda_{min} \\ 0 & : \lambda < \lambda_{min} \end{cases} \quad (2.4)$$

Das Maximum des Bremsbergs liegt demnach bei

$$\lambda_0 = \frac{3}{2} \lambda_{min}. \quad (2.5)$$

Das charakteristische Röntgenspektrum hat seinen Ursprung in den tiefen Schalen der Atome des Anodenmaterials. Die auf die Anode treffenden Elektronen haben eine solch hohe Energie, dass sie in der Lage sind, Elektronen aus den K- und L- Schalen der Atome in nicht-gebundene Energiezustände zu befördern. Die freiwerdenden Energiezustände der innersten Schalen können dann von Elektronen aus höherliegenden Schalen besetzt werden. Dabei wird je Übergang ein Photon emittiert, dessen Energie der Energiedifferenz der jeweiligen Energieniveaus entspricht. Diese Photonen tragen zum Röntgenspektrum der Röhre bei. Die Lage der Peaks hängt vom Anodenmaterial ab, deshalb der Name „charakteristische Strahlung“. Die Peaks im Spektrum der charakteristischen Strahlung werden wie folgt bezeichnet: Ein Großbuchstabe (K, L, M, ...) gibt an, in welches tieferliegende Energieniveau das Elektron gelangt ist. Ein griechischer Buchstabe als Index gibt Auskunft über das Energieniveau, aus dem das Elektron gekommen ist (α steht für die nächst höher liegende Schale, β für die übernächste Schale usw.). Bei Aufhebung der Bahndrehimpulsentartung unterscheidet ein weiterer (arabischer) Zahlenindex auch noch zwischen den dadurch zusätzlich entstehenden

Niveaus. Am stärksten ausgeprägt sind die K_α - und die K_β -Linie. Sie spielen für praktische Anwendungen oft eine wichtige Rolle. Die natürliche Linienbreite der Peaks wird verbreitert durch thermische Bewegung der Atome (Dopplerverbreiterung). Trotzdem besteht das charakteristische Spektrum aus Peaks, deren Breiten sehr schmal sind im Vergleich zur Breite des Bremsbergs.

Das Gesamtspektrum einer Röhre ist die Überlagerung der Spektren der Bremsstrahlung und der charakteristischen Strahlung. Je nach Anwendung ist man am breiten Bereich des Bremsspektrums interessiert oder an einen Peak der charakteristischen Strahlung. Entsprechend wählt man ein geeignetes Anodenmaterial.

Ein Problem stellt die Tatsache dar, dass mehr als 99.9% der Energie der Elektronen nicht in die Röntgenstrahlung gelangt, sondern lediglich zur Erwärmung des Anodenmaterials führt. Eine effiziente Kühlung der Anode ist daher von großer Bedeutung. Bei den sogenannten Stehanoden (mechanisch fixierte Anode) trifft der Elektronenstrahl immer auf dieselbe Stelle der Anode, so dass selbst bei den modernsten Kühlsystemen nicht mehr als einige kW elektrische Leistung erreicht werden kann. Abhilfe schaffen hierbei die Drehanoden, bei denen durch Drehen der Anode erreicht wird, dass der Elektronenstrahl zu verschiedenen Zeiten unterschiedliche Stellen der Anode trifft. Dadurch können solche Röhren elektrische Leistungen von bis zu 20kW erreichen.

Manchmal ist man an einer räumlich sehr kleinen Röntgenquelle interessiert, z.B. weil man kohärente Ausleuchtung einer Probe bei nicht zu großem Abstand von der Quelle haben möchte. Dann ist man bemüht, den Elektronenstrahl bestmöglichst auf die Anode zu fokussieren. Während normale Röntgenröhren typischerweise Quellgrößen von 1mm mal 10mm haben, erreichen moderne Mikrofokusröhren Quellgrößen von unter $10\mu\text{m}$ Durchmesser. Allerdings muss eine geringere Leistung in Kauf genommen werden. Pro Mikrometer Quelldurchmesser erreicht man Leistungen von ca. 1W.

Entscheidender Nachteil aller Röntgenröhren ist die niedrige Brillanz², hervorgerufen durch Abstrahlung in den gesamten Raumwinkelbereich von 4π .

2.2 Synchrotronstrahlung

Falls man für seine Experimente besonders hohe Photonenströme und daher eine sehr hochbrillante Röntgenquelle braucht, kann man auf moderne Synchrotronstrahlungsquellen zurückgreifen. Synchrotronstrahlungsquellen erreichen mittlere Brillanzen zwischen 10^{13}UB und 10^{23}UB ³. Die besten Röntgenröhren schaffen dagegen nur eine mittlere Brillanz bis 10^{12}UB . Diese um viele Größenordnungen höhere Brillanz rechtfertigt den enormen Aufwand, den das Verwenden von Synchrotronstrahlungsquellen mit sich bringt.

Synchrotronstrahlung wurde erstmals von den Physikern Ivanenko, Pomeranchuk (1944) und

²Die Brillanz einer Photonenquelle ist definiert als die Anzahl der von der Quelle pro Raumwinkel pro Quellfläche und pro Zeiteinheit emittierten Photonen, wobei eine Energiebandbreite von $\frac{h\nu}{1000}$ betrachtet wird. Die Brillanz kann durch Optiken bestenfalls erhalten aber nicht erhöht werden, ist also ein geeignetes Maß für die Güte einer Quelle.

³ $\text{UB} = \frac{\text{Anzahl Photonen}}{\text{sec} \cdot \text{mrad}^2 \cdot \text{mm}^2 \cdot 0,1\% \text{Bandbreite}}$ Abkürzung für die Einheit der Brillanz (Unit for Brightness)

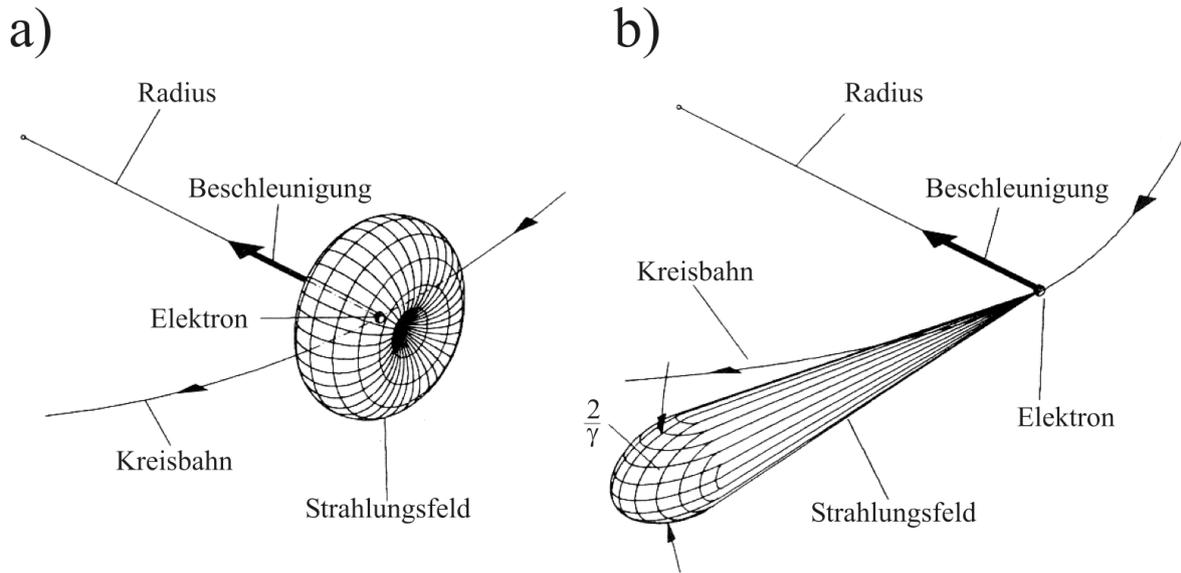


Abbildung 2.3: Strahlungsfeld eines Elektrons, das sich auf einer Kreisbahn bewegt. a) Tangentialgeschwindigkeit des Elektrons ist klein gegenüber der Lichtgeschwindigkeit. Orte konstanter Intensität bilden einen Torus. b) Elektron bewegt sich mit relativistischer Bahngeschwindigkeit. Orte konstanter Intensität liegen auf einer vorwärtsgerichteten Keule mit vollem Öffnungswinkel $\frac{2}{\gamma}$ [Wil92].

Schwinger (1946) vorhergesagt und 1946 erstmals beobachtet. Synchrotronstrahlung entsteht, wenn sich elektrisch geladene Teilchen relativ zum Laborsystem mit ultrarelativistischer Geschwindigkeit fortbewegen und dann transversal beschleunigt werden. Während die Abstrahlcharakteristik eines nichtrelativistischen Teilchens ein Torus um die Beschleunigungsrichtung ist, werden bei hochrelativistischen Teilchen die Photonen aufgrund relativistischer Aberration innerhalb eines Kegels in Vorwärtsrichtung ausgesandt. Der halbe Öffnungswinkel dieses Kegels beträgt

$$\tan(\alpha) = \frac{1}{\beta\gamma} \quad (2.6)$$

Für $\beta \approx 1$ wird Gleichung 2.6 zu

$$\alpha = \frac{1}{\gamma} \quad (2.7)$$

Hierbei sind $\gamma = \frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$ sowie $\beta = \frac{v}{c}$.

Am ESRF⁴ werden Elektronen bei 6GeV mittels Ablenkumagnete auf einer Kreisbahn gehalten, das zugehörige γ beträgt also ca. 10^4 . Der Öffnungswinkel des Abstrahlkegels der am Ablenkumagneten erzeugten Synchrotronstrahlung ist somit nur etwa 10^{-4} rad groß. Ab-

⁴Das ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) ist eine moderne Synchrotronstrahlungsquelle in Grenoble und soll hier nur als typisches Beispiel Erwähnung finden.

gestrahlt wird ein kontinuierliches Spektrum von sichtbarem Licht bis in den harten Röntgenbereich. Die kritische Photonenergie⁵ ergibt sich zu $E_{Ph,krit} = \frac{2}{3}\hbar\frac{c}{\rho}\gamma^3$, wobei ρ den Radius der Elektronenkreisbahn bezeichnet. Bei 6GeV am ESRF ergibt sich somit $E_{Ph,krit} \approx 20\text{keV}$. Oberhalb der kritischen Photonenergie nimmt die Intensität sehr schnell ab. Eine weitere Eigenschaft der Synchrotronstrahlung ist, dass sie innerhalb der Umlaufebene der Elektronen linear polarisiert ist. Diese Art Synchrotronstrahlung entsteht automatisch bei jedem Synchrotron, auch wenn das Synchrotron gar nicht zur Ausnutzung dieser Strahlung geschaffen wurde. Die ersten Synchrotrons wurden ausschließlich dafür gebaut, Teilchen auf möglichst hohe Energien zu beschleunigen und diese dann mit anderen Teilchen kollidieren zu lassen. Synchrotronstrahlung stellt hierbei einen Energieverlust dar und ist daher eine unerwünschte Begleiterscheinung. Tatsächlich wurden die ersten Speicherringe von Teilchenphysikern gebaut. Als man begann, die dabei entstehende Synchrotronstrahlung praktisch zu nutzen, waren diese Synchrotronstrahlungsquellen weit davon entfernt, als solche optimiert zu sein. Diese Synchrotrons erster Generation erreichten auch nur Brillanzen um die 10^{13}UB . Dennoch lag dieser Wert schon einige Größenordnungen über dem der besten Röntgenröhren. Wesentlich bessere Brillanzen erzielt man mit sogenannten Wiggeln und Undulatoren. Die Ablenkmagnete im Synchrotron lenken die geladenen Teilchen um einen gewissen Winkel ab, zwischen zwei Ablenkmagneten fliegen die Teilchen geradeaus. Die Bahn der Teilchen ist insgesamt ein regelmäßiges Polygon. Ohne Wiggler und Undulatoren sind es die Ablenkmagnete in den Ecken des Polygons, die als Quelle der Synchrotronstrahlung dienen. Wiggler und Undulatoren befinden sich auf den Kanten des Polygons und haben die Aufgabe, die Teilchen innerhalb einer kurzen Bahnstrecke möglichst oft nach links und rechts von der Bahn abzulenken. Dies wird durch eine Reihe entgegengesetzt gepolter Magnete erreicht, deren homogene Magnetfelder vertikal gerichtet sind.

Die Teilchenbahn innerhalb eines Wigglers bzw. eines Undulators hat dann näherungsweise die Form einer Sinuskurve. Der maximale Ablenkwinkel α — gemessen von der Achse der Magnetstruktur — ist beim Wiggler größer und beim Undulator kleiner als der Öffnungswinkel $\frac{1}{\gamma}$. Beim Wiggler gibt es eine inkohärente Überlagerung der Amplituden für das Aussenden eines Photons, d.h. eine Superposition der Intensitäten. Die Brillanz der Quelle steigt also proportional zur Anzahl der Perioden der Schlingerbahn im Wiggler. Beim Undulator findet dagegen eine kohärente Überlagerung der Amplituden für die Emission eines Photons statt, die Brillanz steigt also proportional zum Quadrat der Perioden im Undulator. Neben der viel höheren Brillanz des Undulators gegenüber dem Wiggler, hat der Undulator noch weitere hervorragende Eigenschaften. So emittiert der Undulator kein kontinuierliches Energiespektrum, sondern scharfe Linien. Diese sind über die Stärke des Magnetfeldes relativ einfach einstellbar. Außerdem ist die Strahlung aus dem Undulator noch einmal um gut eine Größenordnung besser kollimiert als sie beim Synchrotron ohnehin schon ist. Für die meisten Experimente mit monochromatischer Synchrotronstrahlung ist ein Undulator die erste Wahl.

Seit den 80er Jahren gibt es Synchrotronstrahlungsquellen, die eigens zur Nutzung der

⁵Die kritische Energie ist so definiert, dass die abgestrahlten Gesamtenergien für $E < E_{krit}$ und die für $E > E_{krit}$ gleich sind.

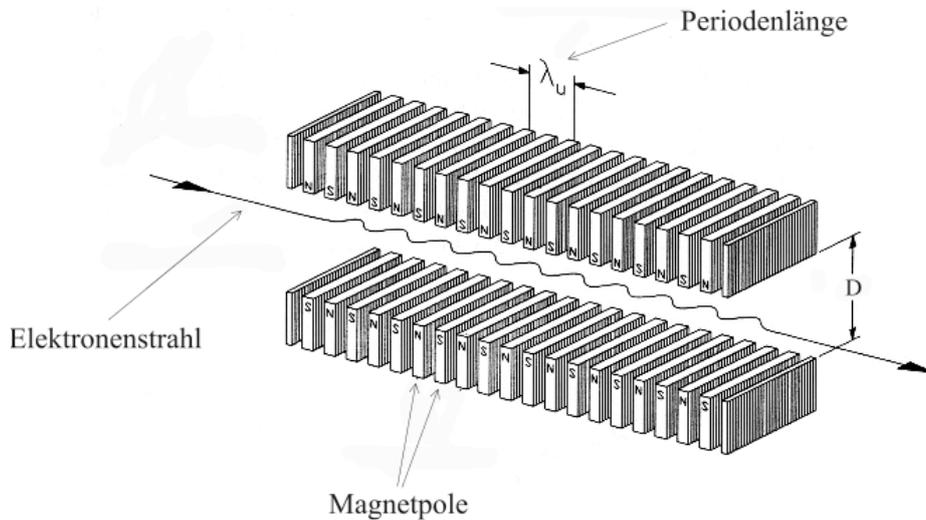


Abbildung 2.4: Schemazeichnung eines Undulators [Wil92].

Synchrotronstrahlung geschaffen wurden. Die modernsten Synchrotronstrahlungsquellen (3. Generation) sind für höchste Brillanzen optimiert. Die an den Undulatoren und Wiggler vorbeilaufenden Elektronen ziehen ihre Kreise nicht mehr in einem Synchrotron, sondern durchlaufen für Stunden einen Speicherring. Ohne Synchrotronstrahlung und bei perfektem Vakuum könnten die Elektronen beliebig lange im Speicherring kreisen. Die Emission von Synchrotronstrahlung muss jedoch durch einige wenige die Elektronen longitudinal beschleunigende Hochfrequenzfelder kompensiert werden. Verlusten durch nicht ganz perfektes Vakuum wird durch Injektion neuer Elektronen entgegengewirkt. Dies geschieht nur alle paar Stunden (typisch 12h). Dazu werden die Elektronen in einem Injektor linear, dann in einem als Booster bezeichneten Synchrotron auf ihre gewünschte Energie beschleunigt und dann in den Speicherring injiziert. Der Vorteil dieser Speicherringe sind die im Vergleich zum Synchrotron sehr zeitstabilen Verhältnisse und die Möglichkeit, in fast jeder Kante des Polygons einen Wiggler oder Undulator einzubauen.⁶ Noch bessere Brillanzen werden in Zukunft die Freie-Elektronen-Laser (FEL) erreichen. Im Gegensatz zu einem herkömmlichen Laser findet hierbei keine stimulierte Emission von Photonen durch Elektronen in gebundenen Energiezuständen statt, sondern die harten Röntgenphotonen werden durch stimulierte Comptonstreuung in gleiche Photonzustände überführt. Als Photonquelle dient entweder ein Speicherring oder ein Linearbeschleuniger. Die dadurch erreichbaren Brillanzen übertreffen die heute erreichbaren noch mal um mindestens 5 Größenordnungen.

⁶Ausnahmen: An einer Stellen müssen neue Elektronen injiziert werden, und an einigen Stellen müssen die Hochfrequenzfelder anliegen (beim ESRF ist dies an zwei Stellen der Fall).

2.3 Sonstige Röntgenquellen

Lange bevor W. C. Röntgen die ersten künstlich erzeugten Röntgenstrahlen beobachtete, lagen in der Natur zahlreiche Röntgenquellen vor. So existieren z.B. instabile Elemente, die im Laufe der Zeit radioaktiv zerfallen. Die dabei entstehenden Zerfallsprodukte befinden sich dann oft in angeregten Kernzuständen, die dann ihrerseits mittels Emission von Photonen in den Grundzustand zerfallen. Die emittierten Photonen haben Energien von einigen keV bis hin zu mehreren MeV. Je nach Lebensdauer der angeregten Kerne haben die Photonen eine zum Teil sehr scharfe natürliche Linienbreite, die jedoch durch thermische Bewegung der Kerne stark verbreitert wird. Die Brillanz dieser Röntgenquellen ist limitiert durch die Abstrahlung in den gesamten 4π -Raumwinkelbereich und durch die endliche Zerfallsrate der Ausgangselemente. Höhere Zerfallsraten würden aber dazu führen, dass die Quelle sehr schnell erschöpft ist. Für Anwendungen, bei denen es auf hohe Brillanz ankommt, sind solche Röntgenquellen ungeeignet. Ein wichtiger Vorteil radioaktiver Substanzen als Röntgenquelle liegt aber auf der Hand. Die Quelle ist sehr klein und kompakt, benötigt keine Energiezufuhr und kann daher sehr leicht gehandhabt werden. Daher spielt sie in der Raumfahrt eine wichtige Rolle.

Die wohl stärksten Röntgenquellen überhaupt werden von Astronomen im Innern weit entfernter Galaxien beobachtet. Welche Prozesse im Detail zu derart intensiver Röntgenemission führen, ist Gegenstand aktueller astrophysikalischer Forschung. Das Ausnutzen dieser astronomischen Röntgenquellen für die Untersuchung an irdischen Festkörpern ist trotz der teilweise enorm hohen Brillanz jener Quellen so gut wie unmöglich, denn wegen der riesigen Entfernungen von mehr als 10^6 Lichtjahren erreicht nur ein winziger Bruchteil der emittierten Photonen die Erde.

Kapitel 3

Röntgendetektoren

In Experimenten mit Röntgenstrahlung braucht man Instrumente zum Nachweis der Röntgenphotonen. An solche Röntgendetektoren werden sehr hohe Anforderungen gestellt. Ein Röntgendetektor soll hohe Energieauflösung haben, gut ortsauflösend sein, eine hohe Quanteneffizienz haben, eine hohe Dynamik und gute Linearität aufweisen, einzelne Photonen nachweisen und hohe Zählraten vertragen können, schnell und einfach auslesbar sein, sowie stabile und reproduzierbare Ergebnisse liefern. Kein Detektor erfüllt zugleich alle diese Wünsche, so dass viele verschiedene Arten von Röntgendetektoren entwickelt wurden und je nach Bedarf eingesetzt werden. In diesem Kapitel werde ich einen groben Überblick über die wichtigsten Arten von Röntgendetektoren geben.

3.1 Gasionisationsdetektoren

Gasdetektoren machen von der ionisierenden Wirkung von Röntgenstrahlung Gebrauch. Die Ionisationskammer ist die einfachste Ausführung von Gasdetektoren. Sie besteht aus einer Kammer, die ein Gas und zwei sich parallel gegenüberstehende Kondensatorplatten enthält. An den Kondensatorplatten liegt eine konstante elektrische Spannung an. Durchquert ein Röntgenstrahl die Kammer, so ionisieren die Röntgenphotonen die Gasmoleküle entlang des Strahls. Durch die anliegende Spannung werden die Elektronen und die Ionen sofort voneinander getrennt und driften zu den Elektroden. Eine Messelektronik registriert dann einen Stromstoß.

Je nach gewählter Spannung unterscheidet man dabei folgende Bereiche:

1. Rekombinationsbereich

Die Spannung ist so niedrig, dass die meisten Elektronen und Ionen auf dem Weg zu den Elektroden rekombinieren. Nur sehr wenige Ladungsträger erreichen die Elektroden und tragen zu einem elektrischen Signal bei.

2. Ionisationsbereich

Die Spannung ist hoch genug, so dass jedes Elektron und jedes Ion zur jeweiligen

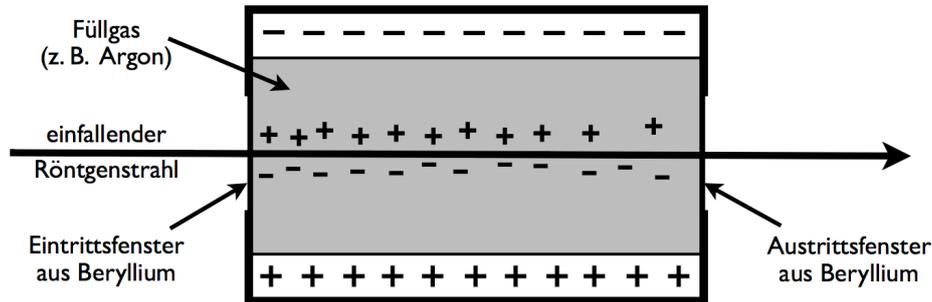


Abbildung 3.1: Schemazeichnung einer Ionisationskammer.

Elektrode gelangt, ohne zuvor zu ionisieren. Das Signal entspricht der tatsächlichen Anzahl an Ionisationen durch die Röntgenphotonen.

3. Proportionalbereich

Die Spannung ist so hoch eingestellt, dass die Elektronen und Ionen eine sehr hohe kinetische Energie erhalten, bevor sie zu den Elektroden gelangen. Dadurch sind sie in der Lage, auf ihrem Weg zur Elektrode weitere Elektron-Ion-Paare zu erzeugen, die dann ihrerseits getrennt werden und zu den Elektroden beschleunigt werden. Das Signal ist wie im Ionisationsbereich proportional zu der Anzahl der durch die Röntgenphotonen erzeugten Ionen, nun aber um einen Faktor größer als 1 verstärkt.

4. Geiger-Bereich

Wenn die Spannung noch viel höher ist, kommt es zu einer lawinenartigen Vermehrung der Ionen und freien Elektronen. Das Signal ist nicht mehr proportional zur Anzahl der durch die Röntgenphotonen direkt bewirkten Ionisationen.

5. Entladungsbereich

Überschreitet die Spannung einen kritischen Wert, kommt es zum Spannungsdurchbruch. Es findet kontinuierliche Entladung statt, wodurch Röntgenstrahlung nicht mehr nachgewiesen werden kann.

Breibt man die Ionisationskammer als Flussmesser, so wählt man den Ionisations- oder den Proportionalbereich. Der Fluss durch die Kammer ist dann direkt proportional zum Signal. Der Proportionalitätsfaktor hängt dabei nicht nur von der Spannung ab, sondern auch von der Art des verwendeten Gases, von der geometrischen Anordnung der Elektroden und von der Energie der Röntgenphotonen. Um ein zu starkes Korrodieren der Elektroden durch eventuell entstehende Radikale zu vermeiden, verwendet man als Füllgase meistens Edelgase. Den Geiger-Bereich verwendet man, wenn es einfach nur um den Nachweis des Vorhandenseins ionisierender Strahlung geht. Damit der Geiger-Bereich auch schon bei niedrigeren Spannungen vorliegt, nimmt man anstelle zweier paralleler Kondensatorplatten lieber einen Zylinder als negative Elektrode und einen entlang dessen Mittelachse verlaufenden Draht als positive Elektrode. Die elektrische Feldstärke in der Nähe des Drahtes ist dann auch schon bei

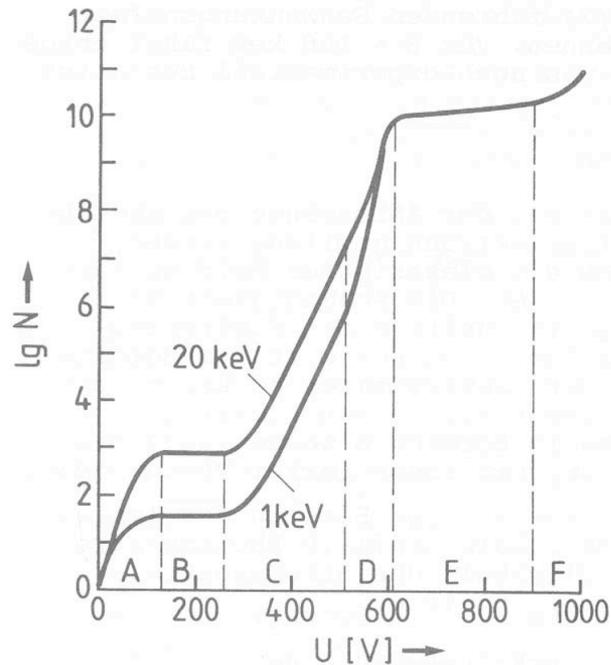


Abbildung 3.2: Arbeitsbereiche eines Gasionisationsdetektors. A: Rekombinationsbereich, B: Ionisationsbereich, C,D: Proportionalbereich, E: Geiger-Bereich, F: Entladungsbereich.

niedrigen Spannungen stark genug, um Lawinenbildung zuzulassen. Neben dem zu ionisierenden Edelgas muss auch noch ein gewisser Anteil an Löschgas (Propan, Kohlenstoffdioxid) enthalten sein, damit die Lawinenbildung bei Abwesenheit externer ionisierender Strahlung gestoppt wird. Entsprechende Messgeräte werden nach ihren Erfindern Geiger-Müller-Zähler genannt.

3.2 Halbleiterdetektoren

An der Grenzschicht zwischen einem n-dotierten und einem p-dotierten Halbleiter kommt es durch Diffusion der frei beweglichen Elektronen und Löcher zu einem Raumladungsgebiet. Damit verbunden ist eine Diffusionsspannung U_d . Wird eine äußere Spannung U_a angelegt, so kommt es je nach Orientierung zu verschiedenen Effekten. Liegt der positive Pol der äußeren Spannung an der n-Seite und der negative Pol an der p-Seite an (Sperrspannung), so kommt es an der Grenzschicht zu einer Verarmung an frei beweglichen Ladungsträgern. Obwohl also eine Spannung anliegt und sowohl die p-Seite als auch die n-Seite jeweils frei bewegliche Ladungsträger haben, kommt es mangels frei beweglicher Ladungsträger in der Grenzschicht kaum zu einem nennenswerten Stromfluss. Bei zunehmendem Betrag der Spannung erhöht sich die Stromstärke fast gar nicht. Bei entgegengesetzter Polung, also positiver Pol an p-Seite, negativer Pol an n-Seite (Durchlassspannung) kommt es hingegen zu einem Stromfluss,

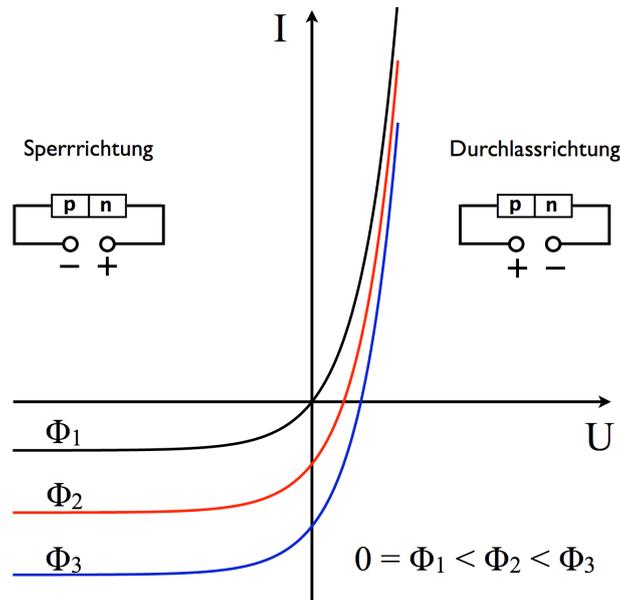


Abbildung 3.3: Strom-Spannungs-Kennlinie einer Halbleiterdiode für verschiedene Photonenflüsse Φ_i , $i \in \{1, 2, 3\}$.

der um so höher ist, je größer der Betrag der angelegten Spannung ist.

Die auf einen pn-Übergang einfallenden Photonen erzeugen Elektron-Loch-Paare, falls die Photonenergie $E_{Ph} = h\nu$ größer ist als der Energieabstand E_g zwischen Valenz- und Leitungsband. Dadurch kommt es zu einer Verschiebung der Strom-Spannungs-Kennlinie (siehe Abbildung 3.3). Insbesondere fließt ein Strom für $U_a = 0$. Die Stromstärke ist dabei umso größer, je höher der Photonenfluss ist. Durch Messung der Stromstärke kann somit auf den Photonenfluss geschlossen werden. Bei Röntgenstrahlung tritt jedoch das Problem auf, dass die Eindringtiefe für Halbleiter relativ hoch ist ($\mu_{Si}^{-1} = 131\mu\text{m}$, $\mu_{Ge}^{-1} = 48\mu\text{m}$ für 10keV-Röntgenstrahlung) und daher das Volumen des Raumladungsgebietes ziemlich groß sein muss. Um 99% Absorption (bei 10keV) zu erhalten, muss die Dicke in Strahlrichtung bei Silizium $600\mu\text{m}$ und bei Germanium $220\mu\text{m}$ betragen. Parallel zur pn-Grenzfläche kann dies einfach durch Vergrößern der Grenzfläche erreicht werden. Die Dicke der Raumladungszone senkrecht zur Grenzfläche hängt jedoch nur von der Diffusionslänge der frei beweglichen Ladungsträger ab. Um das Volumen dennoch auch in dieser Richtung zu vergrößern, baut man zwischen dem p- und dem n-Leiter eine intrinsische Schicht ein. So kann die Dicke in Strahlrichtung problemlos $500\mu\text{m}$ oder gar mehrere Millimeter betragen. Das Rekombinieren der Elektron-Loch-Paare auf dem Weg durch den intrinsischen Halbleiter ist wegen der sehr niedrigen Konzentration an ionischen Störstellen stark unterdrückt. Gegenüber Gasdetektoren haben solche PIN-Dioden¹ erhebliche Vorteile. Selbst bei harter Röntgenstrahlung von 10keV können Flüsse von $10^2 \frac{\text{Ph}}{\text{sec}}$ oder weniger quantitativ gemessen werden². Nach oben hin

¹PIN steht für positiv-intrinsisch-negativ

²Die hierbei auftretenden Stromstärken sind mit einigen 10^{-15}A sehr niedrig, daher bedarf es zur Messung

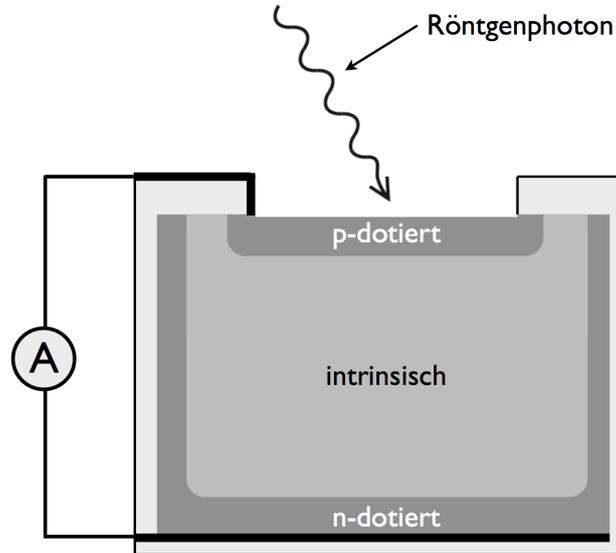


Abbildung 3.4: Schemazeichnung einer PIN-Diode.

ist die PIN-Diode begrenzt durch Sättigung des Stromflusses. Bei zu hohen Photonenflüssen entstehen nämlich so viele Elektron-Loch-Paare, dass diese die Diffusionsspannung abbauen. Dies tritt jedoch erst bei Flüssen von über $10^{12} \frac{\text{Ph}}{\text{sec}}$ ein. Neben der sehr guten Dynamik hat die PIN-Diode einen weiteren Vorteil gegenüber dem Gasdetektor. Und zwar braucht wegen der von vornherein vorhandenen Diffusionsspannung keine externe Spannung angelegt zu werden. In diesem sogenannten Strommodus können allerdings keine einzelnen Photonen aufgelöst werden, da die Diffusionsspannung mit nur einigen Zehntelvolt relativ niedrig ist. Dadurch kommt es zur Rekombination von Elektron-Lochpaaren, so dass nicht sämtliche von der Röntgenstrahlung erzeugten Elektron-Lochpaare zum Signal beitragen, wodurch von einem Signal nicht bekannt ist, von wievielen Photonen es erzeugt wurde. Man kennt somit zwar den Energiefluss, weiß jedoch nicht, auf wieviele Photonen sich die Energie aufteilt. Daher ist es im Strommodus auch nicht möglich, energiedispersiv zu messen.

Für das energieaufgelöste Messen von Röntgenstrahlung betreibt man die PIN-Diode im Pulsmodus. Es wird eine Sperrspannung von einigen kV angelegt. Dadurch erreicht man, dass sämtliche durch das Photon erzeugten Elektron-Loch-Paare zum Stromfluss beitragen, also nicht zuvor rekombinieren. Dies erlaubt das Registrieren einzelner Photonen. Wenn nun von einem Strompuls bekannt ist, dass er von genau einem Photon erzeugt wurde, so gibt die Höhe des Pulses Auskunft über die Energie $E_{Ph} = h\nu$ des Photons³. Wenn man die Pulse mit einem Vielkanalanalysator sortiert, erhält man das Spektrum der einfallenden Röntgenstrahlung. Durch Ausmessung bekannter Spektren⁴ kann die energiedispersive PIN-

hochempfindlicher Picoampèremeter.

³Hierzu muss man auch noch die Energie pro Elektron-Loch-Paar kennen. In Silizium beträgt sie zum Beispiel 3,6eV

⁴Beispiel: Fe^{55} zerfällt mittels Elektroneneinfang eines Elektrons der innersten Schale via β -Zerfall zu

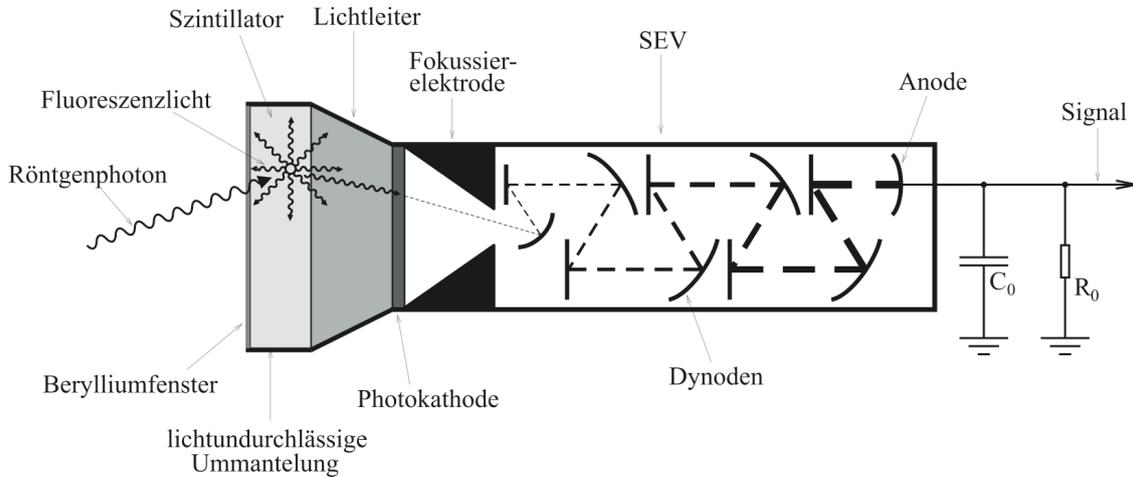


Abbildung 3.5: Schemazeichnung eines Szintillationsdetektors.

Diode kalibriert werden. Um die Nachweisempfindlichkeit für ein einzelnes Photon noch zu erhöhen, wird die Verarmungszone der Diode bis zu mehreren Millimetern dick gemacht. Die Absorptionswahrscheinlichkeit eines Photons ist dann quasi 1. Allerdings gibt man dadurch den Elektron-Loch-Paaren mehr Gelegenheit zum Rekombinieren. Die hohe Sperrspannung allein würde noch nicht ausreichen, um das Rekombinieren ganz zu verhindern. Deshalb werden in das intrinsische Silizium Lithiumatome eindotiert. Um deren Diffusion durch thermische Bewegung zu verhindern, muss die PIN-Diode stark gekühlt werden. Aber auch eine undotierte PIN-Diode wird zwecks Reduzierung des Dunkelstroms gekühlt.

3.3 Szintillationsdetektoren

Bei hochenergetischen Röntgenphotonen über 20keV verwendet man zum Nachweis Szintillationsdetektoren. Diese bestehen aus einem Szintillator, einer Photokathode, einem Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) und einer Messelektronik.

Der Szintillator besteht entweder aus einem dotierten Salzkristall (z.B. NaJ : Tl) oder aus bestimmten Polymeren. In allen Fällen wird ein einfallendes Röntgenphoton in sichtbares Licht konvertiert, welches aus der Photokathode durch lichtelektrischen Effekt Elektronen herausschlägt. Diese werden dann in einem Sekundär-Elektronen-Vervielfacher (SEV) um einen Faktor von 10^3 bis 10^6 vervielfacht und anschließend von der Messelektronik als Signal registriert. Der Szintillator muss nun folgendes leisten: Er muss ein möglichst großes Volumen haben, damit die Absorptionswahrscheinlichkeit eines Röntgenphotons hoch genug ist. Für das sichtbare Fluoreszenzlicht muss der Szintillator jedoch transparent sein. Ein undotierter Einkristall kann dieses Problem offensichtlich nicht lösen. Hat der Einkristall ein großes Volumen, ist zwar die Absorptionswahrscheinlichkeit des Röntgenphotons hoch, aber gleichzeitig kann das Fluoreszenzlicht kaum nach außen gelangen, da jede Kristallgitterstelle

Mn. Das Mn-Atom emittiert dann K_α -Strahlung, deren Maximum bei 5900 eV liegt.

genau die Resonanzenergie der Fluoreszenzphotonen hat. Macht man den Kristall durch ein kleines Volumen für das Fluoreszenzlicht durchsichtig, wird nur ein sehr geringer Bruchteil der einfallenden Röntgenphotonen absorbiert. Deshalb wählt man als Szintillatormaterial einen dotierten Einkristall. An jedem Atom kann das Röntgenphoton absorbiert werden. Das hochenergetisch angeregte Elektron thermalisiert, und ein Teil der dadurch angeregten Elektronen wandert zu den Dotieratomen, deren gebundenen Elektronen zur Emission von Fluoreszenzlicht angeregt werden. Dieses Fluoreszenzlicht kann jetzt nur noch von den Dotieratomen absorbiert werden, denn die anderen Atome haben völlig andere Resonanzenergien. Die Konzentration der Dotieratome ist klein genug, so dass der Kristall für das Fluoreszenzlicht durchsichtig ist.

3.4 Röntgenfilme

Wenn es um das orts aufgelöste Messen von Röntgenintensitäten geht, bieten sich verschiedene Detektoren an. Der bekannteste Vertreter dürfte hierbei der Röntgenfilm sein, wie er in jeder Zahnarztpraxis zu finden ist. Das Prinzip ist dasselbe wie bei einem herkömmlichen Schwarz-Weiß-Film in der sichtbaren Fotografie. Kleine Silberbromidkristallkörner befinden sich in einer Trägersubstanz aus Gelatine. Die Gelatine sorgt für eine gleichmäßige Verteilung der Silberbromid-Kristallite. Innerhalb eines AgBr-Kristalls gibt es einige Silberionen, die sich an Gitterzwischenplätzen aufhalten (Frenkel-Defekte). Bei Absorption eines Röntgenphotons werden Elektronen aus dem Valenzband in das Leitungsband gehoben. Diese sind frei beweglich und können zu einem Silberion gelangen, das sich gerade auf einem Zwischen-gitterplatz befindet. Dadurch wird dieses Silberion zu metallischem Silber reduziert. Diese Reaktion ist leicht umkehrbar, so dass diese Silberatome bald wieder zu Ionen oxidieren. Haben sich jedoch erst einmal vier oder mehr solcher Silberatome zu einem Cluster zusammengefunden, so ist dieses stabil und kann als Keimzelle weiterer Silberatome dienen. Nach dem Belichten der AgBr-Emulsion mit Röntgenphotonen enthält also jedes Kristallkorn je nach Intensität der Röntgenstrahlung eine bestimmte Anzahl an Silberclustern, wobei jedes Cluster aus circa 10 Silberatomen besteht. Die Intensitätsverteilung der Röntgenstrahlung ist somit als latentes Bild in der Emulsion enthalten. Beim anschließenden chemischen Entwickeln des Filmes wird dieses latente Bild sichtbar gemacht. Dazu wird die Emulsion einem Reduktionsmittel ausgesetzt. Silberionen, die sich gleichzeitig auf Zwischengitterplätzen und an der Grenzschicht zu einem Silbercluster befinden, werden durch das Reduktionsmittel zu Silber reduziert und lagern sich fadenförmig an der Oberfläche des Silberclusters ab. Das metallische Silber dient dabei als Katalysator. Aufgrund dieser Autokatalyse bilden sich an den Silberclustern sehr lange Silberfäden, die aus bis zu 10^{10} Silberatomen bestehen. Für jedes reduzierte Silberion verlässt ein Bromidion den Kristall, der auf diese Weise abgebaut wird. An Orten des Filmes, wo viele Silbercluster sind, bilden sich auch viele Silberfäden, so dass diese Orte sichtbares Licht schlecht reflektieren und daher schwarz erscheinen. Zum Entwickeln gehört auch noch das Fixieren des Bildes, bei dem die übriggebliebenen AgBr-Kristalle entfernt werden, so dass der Film vor weiterer Schwärzung bewahrt bleibt.

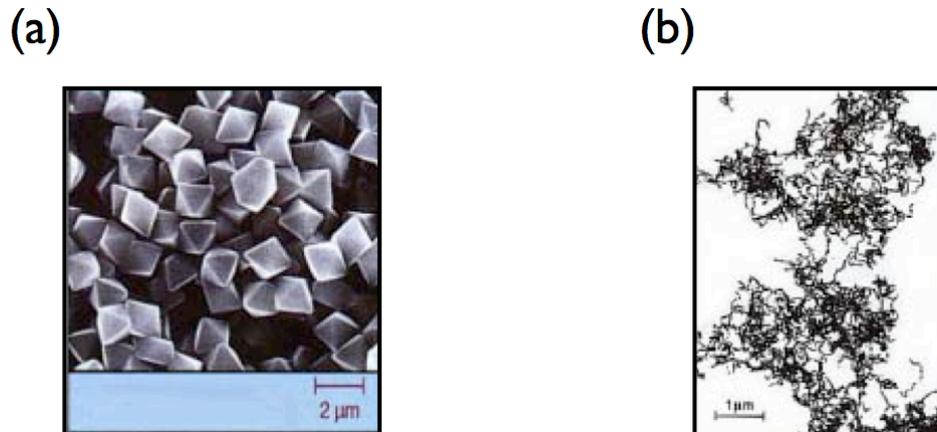


Abbildung 3.6: a) Kristallite aus Silberbromid. Dieser Zustand liegt vor der Belichtung des Filmes vor. b) Nach dem Entwickeln des Filmes. Die gekräuselten Silberfäden erscheinen durch diffuse Streuung schwarz und matt [Kai03].

Der dynamische Bereich eines Röntgenfilms ist vergleichsweise gering. Mehr als 300 Graustufen sind durch dieses Verfahren kaum zu unterscheiden. Im Gegensatz zur Fotografie im sichtbaren Bereich stellt die Linearität des Films bei Röntgenstrahlung kein Problem dar. Bei sichtbarem Licht müssen immer sehr viele Photonen auf ein Silberbromidkorn treffen, bevor es zu signifikanter Silberclusterbildung kommt. Dadurch ist die Linearität bei schwacher Einstrahlung beeinträchtigt. Röntgenphotonen haben dagegen eine so hohe Energie, dass die Wechselwirkung eines einzelnen Photons bereits ausreicht, um dem getroffenen Kristallkorn genügend Silbercluster aufzuprägen. Die Ortsauflösung eines Röntgenfilms ist im wesentlichen durch die Korngröße bestimmt. Diese steht der Empfindlichkeit konkurrierend gegenüber. Je größer die Korngröße des Films ist, desto höher ist dessen Empfindlichkeit, aber desto schlechter ist die Ortsauflösung. Meist haben Röntgenfilme Ortsauflösungen von $5\mu\text{m}$. Mit Spezialfilmen kann man sogar bis in den Submikrometerbereich kommen. Die Tatsache, dass ein einmal belichteter Film nicht wieder gelöscht und wiederbenutzt werden kann, die lange Zeitspanne zwischen Belichten und dem Vorliegen des Bildes, die sehr schlechte Dynamik und das nichtdigitale Vorliegen der Daten stellen einen entscheidenden Nachteil des Röntgenfilms gegenüber alternativen zweidimensional ortsauflösenden Detektoren dar.

3.5 Bildplatten

Eine ernste Alternative zum Röntgenfilm ist die seit 1983 kommerziell erhältliche Bildplatte. Als Datenspeichermedium konnte sie sich zwar nicht durchsetzen (CD-Rom und DVD haben sie obsolet werden lassen), aber als mehrfachbenutzbarer 2-dimensional ortsauflösender Röntgendetektor hat sich die Bildplatte sehr gut bewährt. Bildplatten bestehen aus einer Kunststoffplatte, auf der sich eine $150\mu\text{m}$ dicke BaFBr : Eu-Schicht befindet. Ein einfallendes Röntgenphoton erzeugt durch Absorption ein Photoelektron, das seinerseits viele

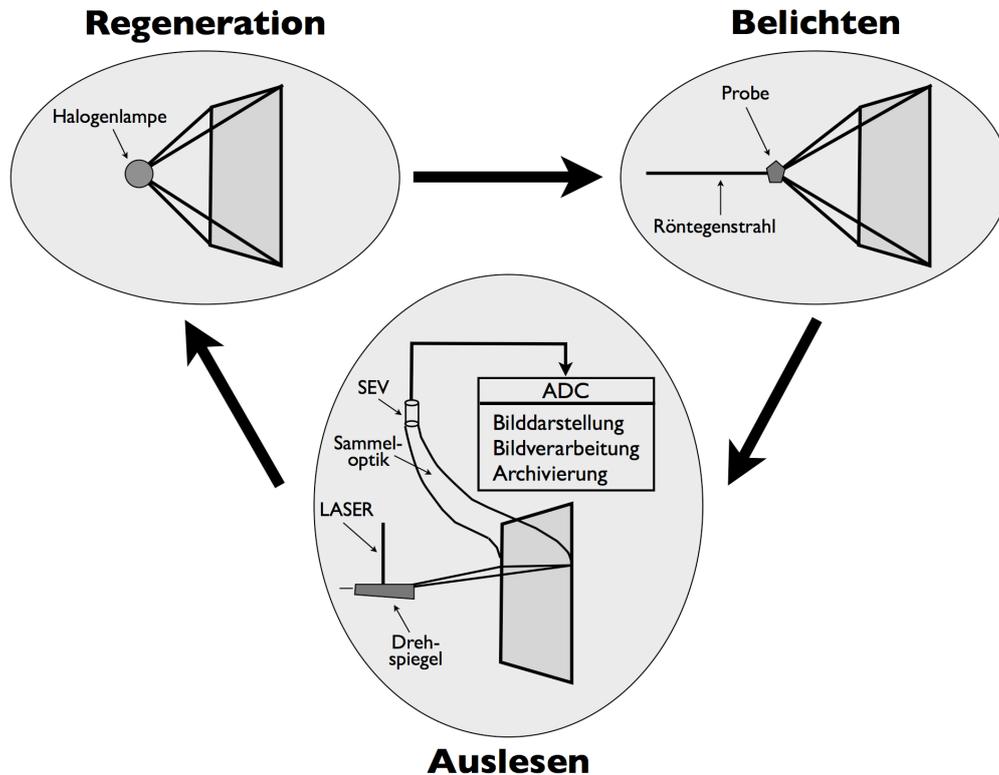


Abbildung 3.7: Bildplatte.

Elektron-Loch-Paare erzeugt. Dies geschieht durch Anheben von Elektronen des Eu^{2+} in das unbesetzte Leitungsband ($\text{Eu}^{2+} \rightarrow \text{Eu}^{3+} + e^-$). Das BaFBr-Gitter besitzt F^- - und Br^- -Fehlstellen, die jeweils einen positiven Ladungsschwerpunkt bilden. Die im Leitungsband frei beweglichen Elektronen werden von diesen sogenannten Farbzentren eingefangen. Diese liegen ca. 2 eV unter dem Leitungsband, so dass die einmal an den Farbzentren gebundenen Elektronen dort relativ stabil verharren. Wenn die Konzentration der Farbzentren hoch genug ist, liegen die von ihnen gefangenen Elektronen nicht weit entfernt von dem Ort, wo das Röntgenphoton absorbiert wurde. Auf diese Weise sind die aktivierten Farbzentren ein latentes Abbild der Röntgenintensität. Ausgelesen wird das Bild durch Einstrahlung von Photonen der Energie 2 eV. Die aktivierten Farbzentren absorbieren diese Photonen, wodurch die Elektronen wieder in das Leitungsband gehoben werden. Rekombination mit den Eu^{3+} -Löchern erzeugt Fluoreszenz-Photonen der Energie 3,2 eV, die dann nur noch durch Filter von den anregenden 2 eV-Photonen getrennt und schließlich registriert werden müssen. Dieses Auslesen geschieht mittels eines rasternden Laserstrahls, das Trennen der Laserphotonen und der Fluoreszenzphotonen kann mit einem dichroitischen Spiegel erfolgen. Registriert werden die Fluoreszenzphotonen mit einem SEV⁵. Nach dem Auslesen kann die Bildplatte durch Bestrahlen mit einer Halogenlampe in ihren ursprünglichen Zustand gebracht werden,

⁵SEV steht als Abkürzung für Sekundärelektronenvervielfacher

so dass sie erneut belichtet werden kann.

Als wichtige Vorteile hat die Bildplatte folgende Eigenschaften aufzuweisen: Mit einer Fläche von fast einem halben Quadratmeter lassen sich große Bilder mit nur einer Aufnahme abbilden. Die Daten liegen nach der Aufnahme digital vor, können also direkt elektronisch weiterverarbeitet werden. Die Dynamik ist um drei Größenordnungen besser als bei den Röntgenfilmen (bis zu 10^5). Bei sehr guter Quantenausbeute wird dennoch eine gute Ortsauflösung von einigen 10 Mikrometern erreicht. Durch das rasternde Auslesen mit dem Laserstrahl liegt die Auslesezeit mit einigen Minuten leider sehr hoch, so dass die Bildplatte in diesem Punkt nicht viel besser als der herkömmliche Röntgenfilm ist. Außerdem geschieht das Löschen alter Bilder nicht wirklich vollständig, wodurch sogenannte Geisterbilder übrigbleiben. Nach ca. 1000-maligem Belichten sind die Bildplatten für gute Aufnahmen unbrauchbar und müssen durch frische Bildplatten ersetzt werden.

3.6 CCD-Detektoren

Im Jahr 1970 wurde in den Bell Telephone Laboratories das Charged-Coupled Device (CCD) erfunden [BS70]. Erste wissenschaftliche Anwendung war der Einsatz der CCD-Chips als lichtempfindlicher Sensor in der beobachtenden Astronomie [DMS⁺80, KB80]. Weitere Anwendungsbereiche des CCD-Chips sind die lichtoptische Mikroskopie [AAS89] und die Fotografie. Durch die erfolgreiche kommerzielle Vermarktung der CCD-Kamera sowohl als Videokamera als auch als Fotokamera ist die Entwicklung des CCD-Chips entscheidend vorangetrieben worden. Als Bauteil für Röntgendetektoren diente der CCD-Chip erstmals in der Röntgendiffraktometrie [NSS⁺87]. Seither wird der CCD-Sensor erfolgreich für die Detektion von Röntgenstrahlung eingesetzt. Für weiche Röntgenstrahlung und harte Röntgenstrahlung bis maximal 5keV gibt es CCD-Chips, die die Röntgenphotonen direkt nachweisen. Je höher die Photonenenergie ist, desto weniger geeignet sind jedoch solche direkten CCD-Detektoren. Für harte Röntgenstrahlung setzt man besser CCD-Chips mit indirekter Detektion ein. An diesen Detektoren sind vor dem CCD-Chip ein Fluoreszenzschirm und eine Lichtoptik angebracht. Der Fluoreszenzschirm konvertiert die einfallende Röntgenstrahlung in sichtbares Licht, welches über die Optik auf den Chip geleitet wird. Als Optik werden zumeist Faserlichtleiter, aber auch Linsensysteme verwendet. Bevor ich auf die einzelnen CCD-Detektortypen eingehe, werde ich zunächst die Funktionsweise eines CCD-Sensors skizzieren.

3.6.1 Funktionsweise eines CCD-Chips

Ein CCD-Chip (charge coupled device) besteht aus vielen einzelnen zu einem zweidimensionalen Gitter zusammengesetzten MOS-Dioden (metal-oxide-semiconductor). Die MOS-Diode besteht aus p-dotiertem einkristallinem Silizium, einer nichtleitenden SiO_2 -Schicht und einer gutleitenden Metallschicht. An die Metallseite wird eine positive Spannung angelegt, so dass innerhalb des p-Siliziums in der Nähe der Grenzfläche zum nichtleitenden Oxid eine Verarmungszone an n-leitenden Majoritätsladungen entsteht. Gleichzeitig bildet sich unmittelbar an der Grenzfläche zum Oxid ein Inversionskanal, der eine von der Geometrie des

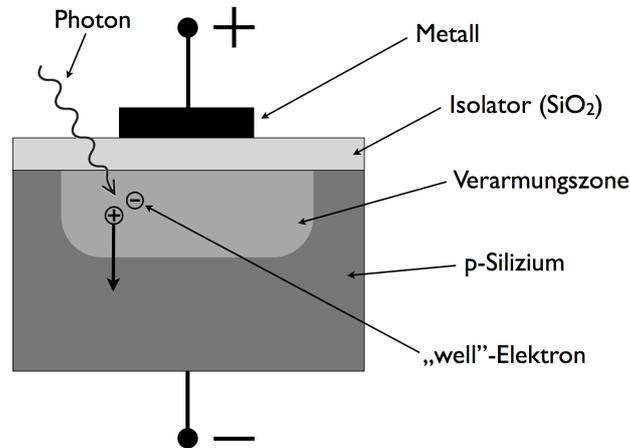


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung eines MOS-Kondensators.

Gates abhängige Potentialmulde für Elektronen des Leitungsbandes darstellt. Elektronen im Leitungsband des p-Siliziums werden von dieser Potentialmulde lokal gebunden. Einstrahlende Photonen erzeugen Elektron-Loch-Paare, wobei die Löcher in das p-dotierte Silizium diffundieren und dort rekombinieren. Die Elektronen werden hingegen in der Potentialmulde gefangen. Man nennt diese Elektronen „well“-Elektronen.

Ordnet man solche MOS-Dioden in einem Gitter an, so ist die Anzahl der „well“-Elektronen in den Mulden ein Abbild der einfallenden Lichtintensität. Jeder einzelne MOS-Kondensator stellt dabei ein Pixel⁶ des Bildes dar. Das Auslesen der Information in den einzelnen MOS-Dioden geschieht mittels parallelen und seriellen Schieberegistern. Die Spalten des MOS-Diodengitters bilden die parallelen Schieberegister. Neben der ersten Zeile befindet sich das (ebenfalls aus MOS-Dioden bestehende) serielle Schieberegister. Unmittelbar nach dem Belichten des Chips ist das serielle Register leer. Zum Auslesen werden die Ladungen entlang der Spalten um eine Pixelposition in Richtung des seriellen Registers verschoben. Die Ladungen der ersten Zeilen gelangen in das serielle Register, die der zweiten in das erste und so weiter. Die Ladungen im seriellen Schieberegister werden dann in Richtung der Auslese-einheit verschoben, so dass diese nacheinander den Ladungsinhalt der Pixel der ersten Zeile registrieren kann. Sobald das serielle Register komplett ausgelesen ist, wiederholt sich der Vorgang erneut. Auf diese Weise können sämtliche Zeilen ausgelesen werden. Es muss verhindert werden, dass während des Auslesevorgangs weitere „well“-Elektronen durch Photoneinfall erzeugt werden. Deshalb muss der Chip beim Auslesen völlig dunkel gehalten werden. Dies wird mit einem Verschlussystem (Shutter) erreicht. CCD-Chips, die nach diesem Prinzip funktionieren, heißen Full-Frame-CCD-Chips. Die Abbildung 3.9) zeigt schematisch einen solchen Full-Frame-CCD-Chip.

Für Anwendungen, bei denen in kurzer Zeit sehr viele Aufnahmen gemacht werden müssen (z. B. bei digitalen Videokameras), setzt man andere Verfahren ein. Hierzu gehören

⁶Abkürzung für picture element

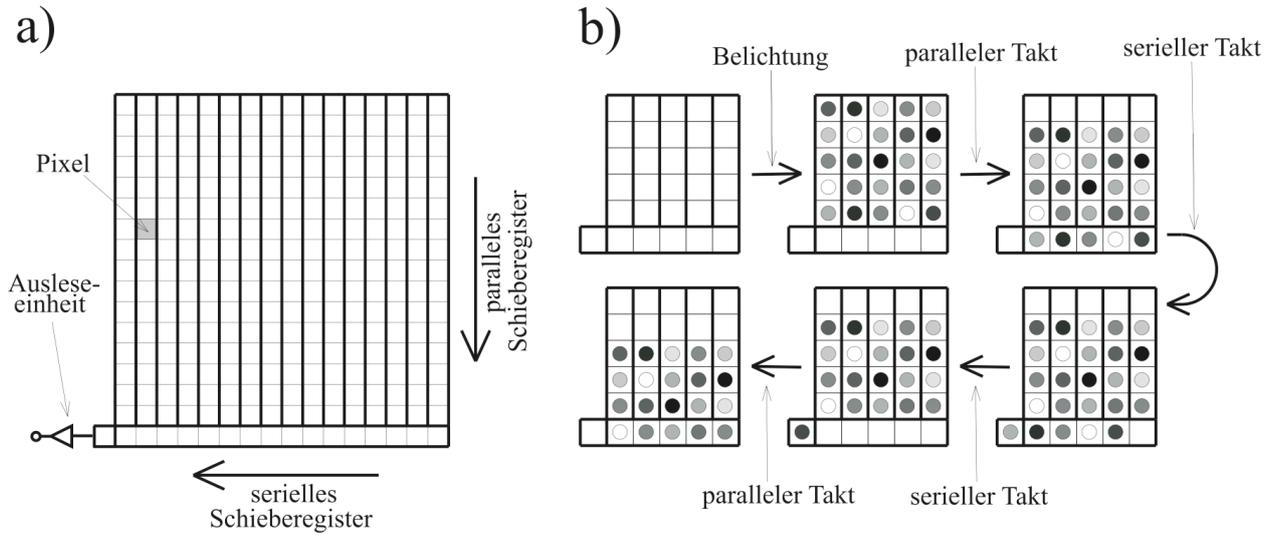


Abbildung 3.9: a) Schematische Darstellung eines Full-Frame-CCD-Chips. b) Funktionsprinzip eines Full-Frame-CCD-Chips.

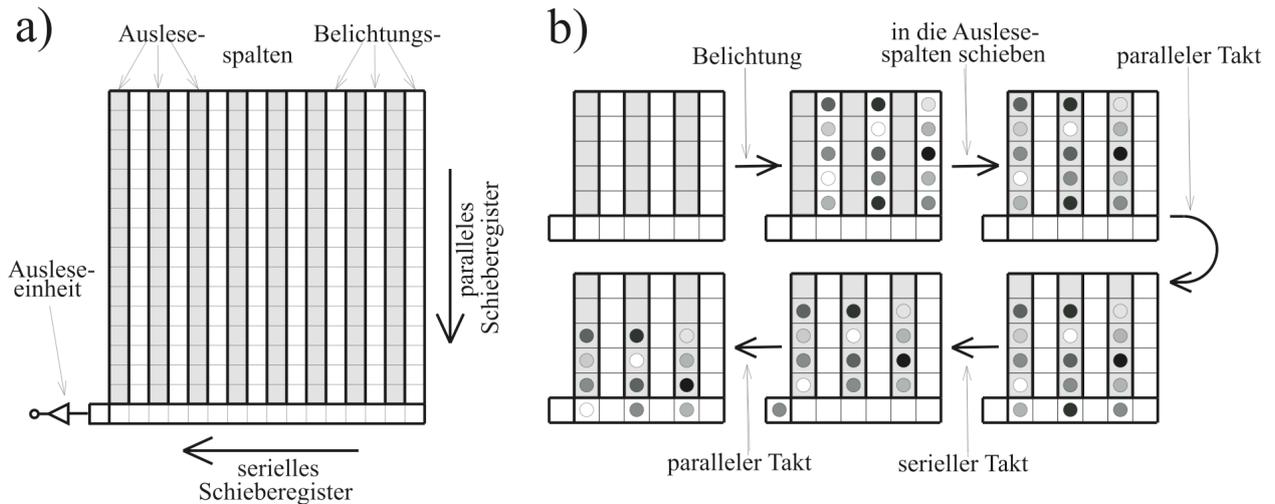


Abbildung 3.10: a) Schematische Darstellung eines Interline-Transfer-CCD-Chips. b) Funktionsprinzip eines Interline-Transfer-CCD-Chips.

das Interline-Transfer-Verfahren und das Frame-Transfer-Verfahren. Beim Interline-Transfer-Verfahren werden die Spalten des Gitters aufgeteilt in Belichtungs- und Auslesespalten (siehe Abbildung 3.10). Die Auslesespalten werden mit einer lichtundurchlässigen Schicht versehen, wodurch nur noch die Belichtungsspalten lichtempfindlich sind. Nach einer bestimmten Belichtungszeit werden die „well“-Elektronen von den Belichtungsspalten in die jeweils benachbarten Auslesespalten verschoben, wo sie dann durch abwechselndes paralleles und seriell Verschieben ausgelesen werden. In dieser Zeit findet bereits die nächste Belichtungsphase statt, die den Ausleseprozess nun nicht mehr behindern

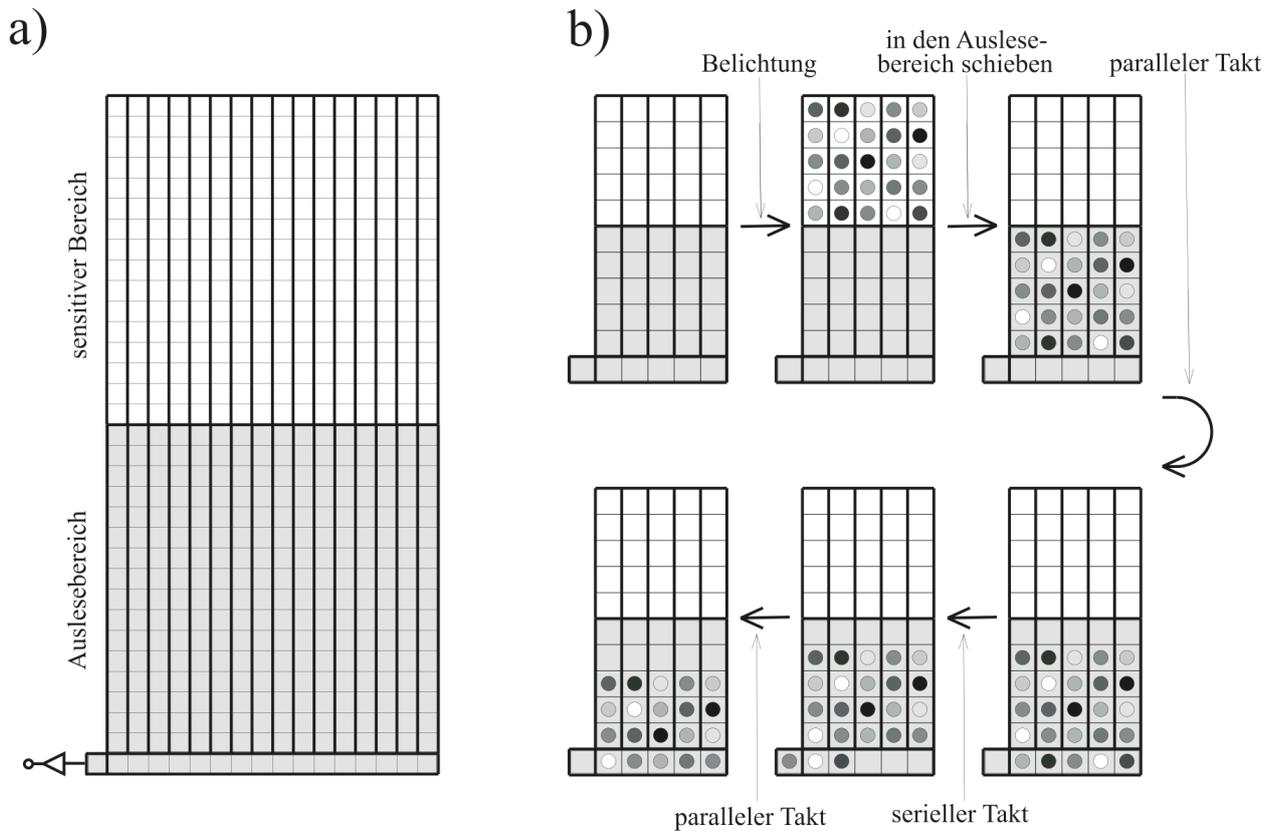


Abbildung 3.11: a) Schematische Darstellung eines Frame-Transfer-CCD-Chips. b) Funktionsprinzip eines Frame-Transfer-CCD-Chips.

kann. Bei diesem Verfahren trägt nur die Hälfte der ausgeleuchteten Chipfläche zum Detektieren der Photonen bei, so dass dadurch ein Faktor zwei an Effizienz eingebüßt wird. Zwar kann man diesen Verlust teilweise ausgleichen, indem auf die lichtsensitiven Pixel kleine das Licht sammelnde Linsen aufgesetzt werden. Aber in Anwendungen, die höchste Quantenausbeute verlangen, werden meist Full-Frame-CCD-Sensoren verwendet.

Das Frame-Transfer-Verfahren macht von einer totalen räumlichen Trennung der Auslesepixel von den Belichtungspixel Gebrauch. Die lichtempfindlichen Pixel bilden hierbei eine lückenlos lichtsensitive Fläche. Um eine Spaltenlänge parallel entlang der Spalten verschoben befinden sich die Auslesepixel (Abbildung 3.11). Nach der Belichtungszeit werden die gesammelten Elektronen entlang der Spalten in das Auslesegitter verschoben. Während der nächsten Belichtungsphase kann dann ausgelesen werden. Das Verschieben der Ladungen in das Auslesegitter braucht zwar etwas mehr Zeit als beim Interline-Transfer-Verfahren, da aber noch keine Ladungen in der Ausleseeinheit registriert werden müssen, geht dies schnell genug, damit dabei nicht zu viele neue „well“-Elektronen entstehen. Der Vorteil dieses Verfahrens gegenüber dem Interline-Transfer-Verfahren ist eine bessere Lichtempfindlichkeit, weil die lichtsensitive Fläche keine Lücken aufweist.

Der Transport der well-Elektronen von einem Pixel zum nächsten geschieht mittels feld-

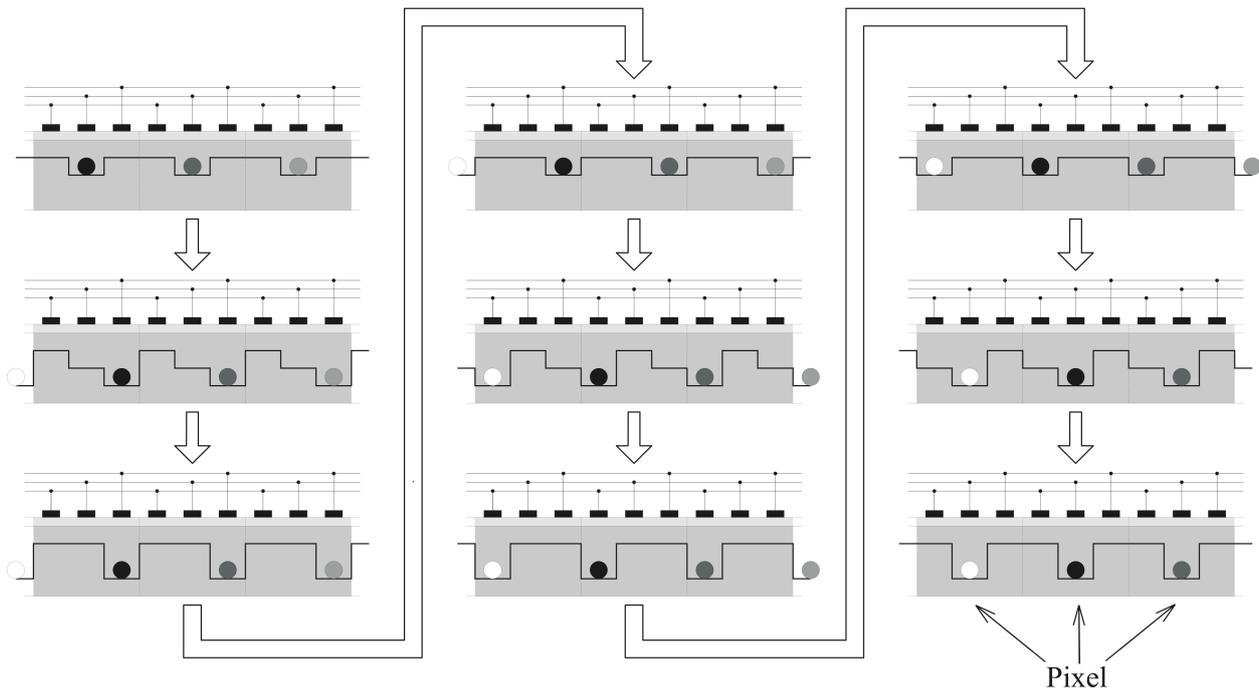


Abbildung 3.12: Elektronentransport von einem Pixel zum nächsten mittels feldgestützter Diffusion in einem CCD-Chip.

gestützter Diffusion. Dazu werden an den MOS-Dioden eines Pixels weitere Metallkontakte angebracht, so dass ein einzelnes Pixel aus mehreren MOS-Kondensatoren besteht. Durch geeignet gepulste Gatespannungen kann erreicht werden, dass die Elektronen entlang einer Pixelreihe verschoben werden. Dies wird in der Abbildung 3.12 illustriert.

3.6.2 Direkte CCD-Detektoren

Bei weicher Röntgenstrahlung setzt man den CCD-Chip direkt der Strahlung aus, d.h. das zu detektierende Röntgenphoton dringt in die Verarmungszone einer MOS-Diode ein und erzeugt dort viele Elektron-Lochpaare. Bei sichtbarem Licht belichtet man die Gate-Seite des CCD-Chips (front illuminated CCD). Die Photonen durchdringen die Elektrodenschicht (meist polykristallines Silizium) und die Isolatorschicht und erzeugen in der Verarmungszone Elektron-Loch-Paare. Dies funktioniert bei kürzerwelligem Licht nicht mehr, denn die Elektroden werden für kürzere Wellenlängen undurchsichtig. Als Ausweg hat man sogenannte Open-Electrode-CCDs entwickelt, bei denen die Elektroden nur noch etwa die halbe Fläche eines Pixels bedecken. Als Nachteil hat man jedoch eine Verringerung der Kapazität der MOS-Kondensatoren hinzunehmen, die Pixel laufen also schneller voll. Außerdem leidet die Quanteneffizienz, weil nur etwa die halbe Fläche zur Detektion beiträgt. Um diese Probleme zu vermeiden, benutzt man für UV-Licht und für weiche Röntgenstrahlung anstelle der vorderseitig-belichteten CCD-Chips rückseitig-belichtete CCD-Chips (back illuminated CCD). Hierbei kommen die Photonen von der Seite des Siliziumsubstrats, durchdringen es

bis zur Verarmungszone und erzeugen dort well-Elektronen. Diese Bauweise hat den zusätzlichen Vorteil, dass die Isolatorschicht besser vor Strahlungsschäden⁷ bewahrt wird. UV-Photonen und niederenergetische weiche Röntgenphotonen haben jedoch eine nicht zu vernachlässigende Wahrscheinlichkeit, im Siliziumsubstrat absorbiert zu werden, bevor sie die Verarmungszone erreichen. Diese Photonen erzeugen keine well-Elektronen und werden somit nicht registriert. Um diesem Effekt gerecht zu werden, wird das Siliziumsubstrat auf eine Dicke von nur $40\mu\text{m}$ bis $50\mu\text{m}$ geschliffen. Bei vorderseitig belichteten CCD-Chips ist diese Dicke um einen Faktor 10 größer. Möchte man Photonen noch höherer Energie detektieren (bis zu einigen keV), so macht sich eine starke Reduzierung der Quantenausbeute bemerkbar, denn die Absorptionswahrscheinlichkeit in der Verarmungszone nimmt drastisch ab. Nur ein geringer Bruchteil der einfallenden Photonen wird erfasst. Durch größere Pixelflächen könnte man die Empfindlichkeit steigern, aber gleichzeitig würde man an Ortsauflösung einbüßen. Daher versucht man, die Dicke der Verarmungszone senkrecht zur Pixeloberfläche zu vergrößern, was man mit speziellem hochdotiertem Silizium (epitaxial silicon) erreicht. Verarmungszonen mit Dicken von $50\mu\text{m}$ können auf diese Weise erreicht werden. Hat man es mit Röntgenenergien weit über 1 keV zu tun, so wird die direkte Bestrahlung des CCD-Chips immer weniger ratsam. Zum Einen wird die Absorptionswahrscheinlichkeit immer geringer (die Verarmungszone kann nicht beliebig vergrößert werden), zum Anderen erzeugt ein einzelnes Photon — wenn es denn absorbiert wird — gleich so viele „well“-Elektronen, dass die Kapazität eines Pixel schon bei niedrigen Flüssen schnell erschöpft ist. Dieses Problem wäre zu lösen, indem der CCD-Chip innerhalb sehr kurzer Abstände immer wieder schnell ausgelesen würde. Die Dynamik nähme dann mit der Anzahl der Ausleseperioden zu. Das Auslesen eines CCD-Chips nimmt jedoch aus technischen Gründen eine gewisse Mindestzeitdauer in Anspruch. Zum Einen müssen die Ladungen mittels feldgestützter Diffusion von Pixel zu Pixel transportiert werden, zum Anderen muss der Ladungsinhalt eines Pixels gemessen und digitalisiert werden. Das Erhöhen der Anzahl der Ausleseperioden führt also zu einer proportionalen Zunahme an Gesamtmesszeit. Aber selbst wenn man das Problem der schlechten Dynamik in den Griff bekäme, so stellt doch die Zunahme an Strahlungsdefekten bei höheren Energien ein ernstes Problem dar. Strahlendefekte äußern sich in einer Zunahme des Dunkelstromes, einer Erniedrigung der Kapazitäten einzelner Pixel und einer Verschlechterung der Ladungstransfer-Effizienz. Deshalb verwendet man bei harter Röntgenstrahlung über 5keV indirekte CCD-Detektoren.

3.6.3 CCD-Detektoren mit Faseroptiken

Um die im vorigen Abschnitt angesprochenen Nachteile einer direkten Bestrahlung des CCD-Chips zu vermeiden, versieht man die bestrahlte Seite des CCD-Chips mit einer Faseroptik,

⁷Hochenergetische Photonen erzeugen tiefe Störstellen im SiO_2 . Diese Störstellen erniedrigen die Kapazität der MOS-Kondensatoren. Um die ursprüngliche Ladungsmenge speichern zu können, müsste das elektrische Potential nachgeregelt werden. Störstellen entstehen aber auch im Silizium, wodurch das thermische Rauschen erhöht wird. Sehr hochenergetische Strahlung kann auch Gitterfehler im Silizium verursachen. Dadurch wird die Effizienz beim Verschieben der well-Elektronen beim Auslesen herabgesetzt, was die Gesamtquanteneffizienz des Detektors erniedrigt.

auf deren anderen Ende ein Fluoreszenzschirm aufgeklebt ist. Dieser konvertiert die einfallende Röntgenstrahlung in sichtbares Licht (siehe Abschnitt 3.3 „Szintillator“), welches in die Faseroptik einkoppelt und auf den CCD-Chip gelangt. Die Faseroptik ist ein Bündel aus lauter Glasfasern. Jedes Glasfaserkabel besteht aus einem optisch dichten Kern und einer optisch weniger dichten Ummantelung. Durch Totalreflexion an der Ummantelung wird das Licht entlang der Faser geleitet. Diejenigen Röntgenquanten, die nicht mit dem Fluoreszenzschirm wechselwirken, werden überwiegend in der Faseroptik absorbiert, so dass keine Röntgenstrahlung den CCD-Chip erreicht. Anstelle der Röntgenphotonen registriert der CCD-Chip die von den Röntgenphotonen im Szintillator erzeugten niederenergetischen Photonen. Der CCD-Chip bleibt somit vor Strahlungsschäden bewahrt, und die Elektronen-Kapazität eines CCD-Pixels ist wieder deutlich höher im Vergleich zur Anzahl der von einem einzelnen Photon im Pixel erzeugten Elektronen, wodurch eine gute Dynamik erreicht werden kann. Die numerische Apertur einer Faseroptik hängt von den Brechungsindizes des Faserkerns (n_1) und des Fasermantels (n_2) und des Szintillators (n_0) ab, und zwar gilt $NA = \frac{1}{n_0} \sqrt{n_2^2 - n_1^2}$. Bei kommerziellen Röntgenkameras mit Faseroptiken liegen numerische Aperturen zwischen 0,2 und 0,7 vor. Im Vergleich zu optischen Linsen, bei denen solche Werte nur bei starker Vergrößerung erreicht werden, sind dies recht hohe Werte. Bei nichtvergrößerndem Abbilden des Szintillators auf den CCD-Chip ist eine Faseroptik einem Linsensystem überlegen. Die Ortsauflösung eines CCD-Detektors mit Faseroptik hängt in erster Linie von der Dicke und der Beschaffenheit des Szintillators ab, aber auch von der Anzahldicke der Fasern in der Faseroptik und der Pixelgröße des CCD-Chips. Höhere Auflösungen erreicht man durch einen dünneren Szintillator, eine höhere Faserdicke und kleinere Pixelgröße. Um aber eine ausreichende Quanteneffizienz zu haben, muss der Szintillator dick genug sein und dürfen die Pixel nicht zu klein werden. Meist werden polykristalline Fluoreszenzschirme der Dicke $10\mu\text{m}$ bis $50\mu\text{m}$ und Pixelgrößen zwischen $15\mu\text{m}$ und $25\mu\text{m}$ eingesetzt. Am meisten verwendet man mit Terbium dotiertes Gadoliniumoxysulfid ($\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S} : \text{Tb}$)⁸, welches etwa 15% der Röntgenenergie in sichtbares grünes Licht konvertiert. Verwendet man kleinere Pixel als $15\mu\text{m}$, so kann man zur Steigerung der Empfindlichkeit eine verkleinernde Faseroptik einsetzen. Diese besteht aus konisch zusammenlaufenden Fasern, weshalb man sie auch Taper-Optiken nennt. Hierbei bilden die Faseroptik auf dem CCD-Chip zusammen mit dem CCD-Chip eine zusammenhängende Komponente und die Taperoptik mit dem Fluoreszenzschirm eine weitere Komponente. Beide Komponenten werden mittels eines Kopplungsgels verbunden. Dadurch wird es möglich, die Taperoptik ohne größeren Aufwand zu wechseln. Eine verkleinernde Taperoptik bietet den zusätzlichen Vorteil einer größeren Detektorfläche, ohne einen größeren CCD-Chip verwenden zu müssen.

3.6.4 CCD-Detektoren mit Linsenoptiken

Im vorhergehenden Abschnitt 3.6.3 „CCD-Detektoren mit Faseroptiken“ wurden Röntgenkameras beschrieben, bei denen die innerhalb eines Fluoreszenzschirms aus den Röntgenphotonen erzeugten sichtbaren Photonen mittels einer Faseroptik auf den CCD-Chip projiziert

⁸ $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S} : \text{Tb}$ ist auch bekannt unter der Abkürzung GADOX oder P43.

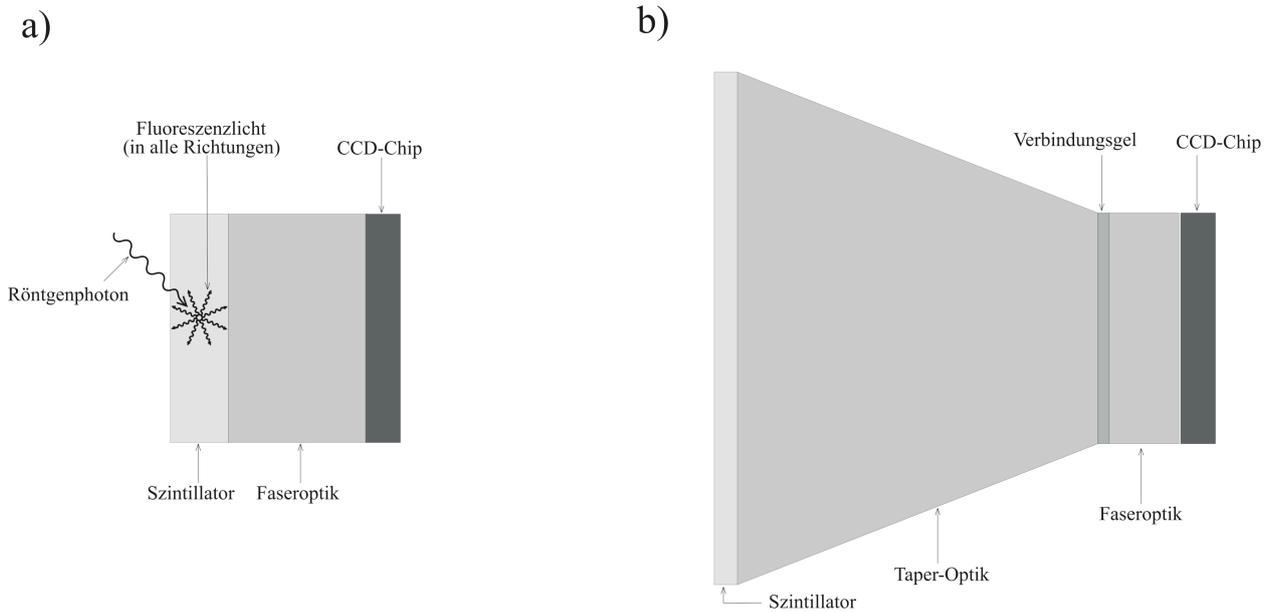


Abbildung 3.13: Röntgenkamera mit Faseroptik. a) 1:1-Faseroptik. b) Verkleinernde Taper-Optik

werden. Eine andere Möglichkeit, die Szintillatorebene auf dem Chip abzubilden, besteht darin, anstelle einer Faseroptik ein refraktives Linsensystem zu verwenden. Mit einem Objektiv und einem Projektiv wird der Szintillator auf dem CCD-Chip vergrößert abgebildet. Gegenüber einer Faseroptik besteht hierbei der Vorteil, dass die Auflösung nun nicht mehr durch die Pixelgröße der CCD-Kamera begrenzt ist, sondern nur noch durch die Beschaffenheit und Dicke des Szintillators. Dies setzt natürlich ein hochwertiges Objektiv voraus, dessen numerische Apertur eine genügend hohe beugungsbegrenzte Auflösung gestattet. Der CCD-Chip wird durch die vorgeschalteten Linsen teilweise vor der harten Röntgenstrahlung geschützt. Um sicherzustellen, dass bei sehr hohen Röntgenenergien keine Röntgenphotonen den CCD-Chip erreichen können, wird der Strahlengang des sichtbaren Fluoreszenzlichts um 90° geknickt, so dass sich der CCD-Chip nicht mehr in der Strahlrichtung der Röntgenstrahlung befindet. Die bei dieser Diplomarbeit entwickelte Röntgenkamera beruht auf einer solchen Mikroskopoptik. Im Kapitel 5 „Hochauflösende Röntgenkamera“ wird davon noch ausführlich die Rede sein.

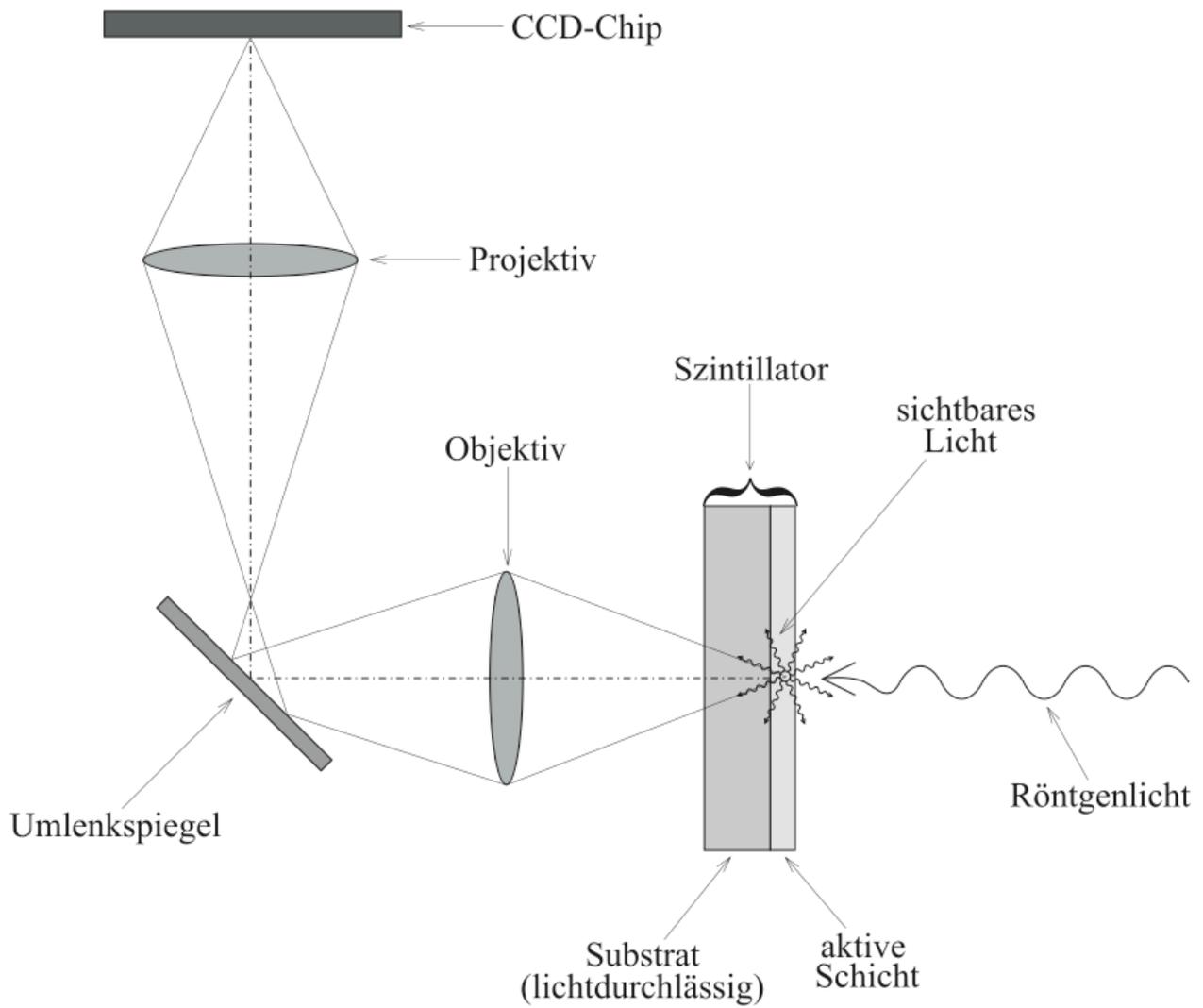


Abbildung 3.14: Röntgenkamera mit Mikroskopoptik.

Kapitel 4

Abbilden mit Röntgenstrahlung

Es gibt eine Vielzahl verschiedenster Methoden zur Untersuchung von Proben mit Röntgenstrahlung. Dazu zählen u.a. Diffraktometrie, Reflektometrie, Kleinwinkelstreuung und Fluoreszenzanalyse. Jede Methode liefert bestimmte Information über die Probe. Mittels Diffraktometrie lässt sich bei einem Festkörper herausfinden, ob er kristallin oder amorph ist. Wenn er kristallin ist, kann ermittelt werden, welcher Kristallgittertyp vorliegt und welche Elemente oder Moleküle an welchen Gitterplätzen sitzen. Mit Hilfe der Reflektometrie kann man wichtige Eigenschaften über Oberflächen lernen, kann herauskriegen, ob die Probe aus Schichten besteht, wie dick diese Schichten sind und welche Dichte sie haben. Die Fluoreszenzanalyse erlaubt das Bestimmen der Elemente in einer Probe. Darüber hinaus ist man in der Lage, komplexe Strukturen im Innern von Proben räumlich aufzulösen, ohne den Körper öffnen zu müssen. Kein experimentelles Verfahren liefert gleichzeitig alle diese Informationen. Der bei dieser Diplomarbeit entwickelte Detektor wird vor allem für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung eingesetzt werden. Ziel beim Abbilden mit Röntgenstrahlung ist es, die räumliche Verteilung von Strukturen innerhalb einer Probe herauszufinden. Im Idealfall wüsste man gern die räumlichen Koordinaten aller interessanten Strukturen. Was als interessante Struktur angesehen wird, hängt vom betrachteten Problem ab. Der Arzt möchte zum Beispiel einen Knochen eines Patienten auf Brüche hin untersuchen, ihn interessiert also vornehmlich die Knochenstruktur innerhalb organischen Gewebes. Ein Biologe möchte dagegen vielleicht die Organellen einer bestimmten Zelle sehen, und ein Molekularbiologe will etwas über die Anordnung der Atome in einem Protein erfahren. Bei der Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung nutzt man aus, dass räumliche Änderungen in den Strukturen der Probe mit räumlichen Änderungen des komplexen Brechungsindex $n = 1 - \delta + i\beta$ einhergehen. An denjenigen Stellen, an denen sich Knochensubstanz befindet, liegt zum Beispiel ein anderer Brechungsindex vor als dort, wo sich nur weiches Gewebe befindet. Durch Messen der räumliche Verteilung des komplexen Brechungsindex kann somit auf die Strukturen in der Probe geschlossen werden. Bei der Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung wird die Probe in einen Röntgenstrahl gehalten und die durch die Probe transmittierte Strahlung gemessen. Im folgenden Abschnitt zeige ich, welchen Einfluss die Verteilung des komplexen Brechungsindex innerhalb der Probe auf die Transmission der Strahlung hat.

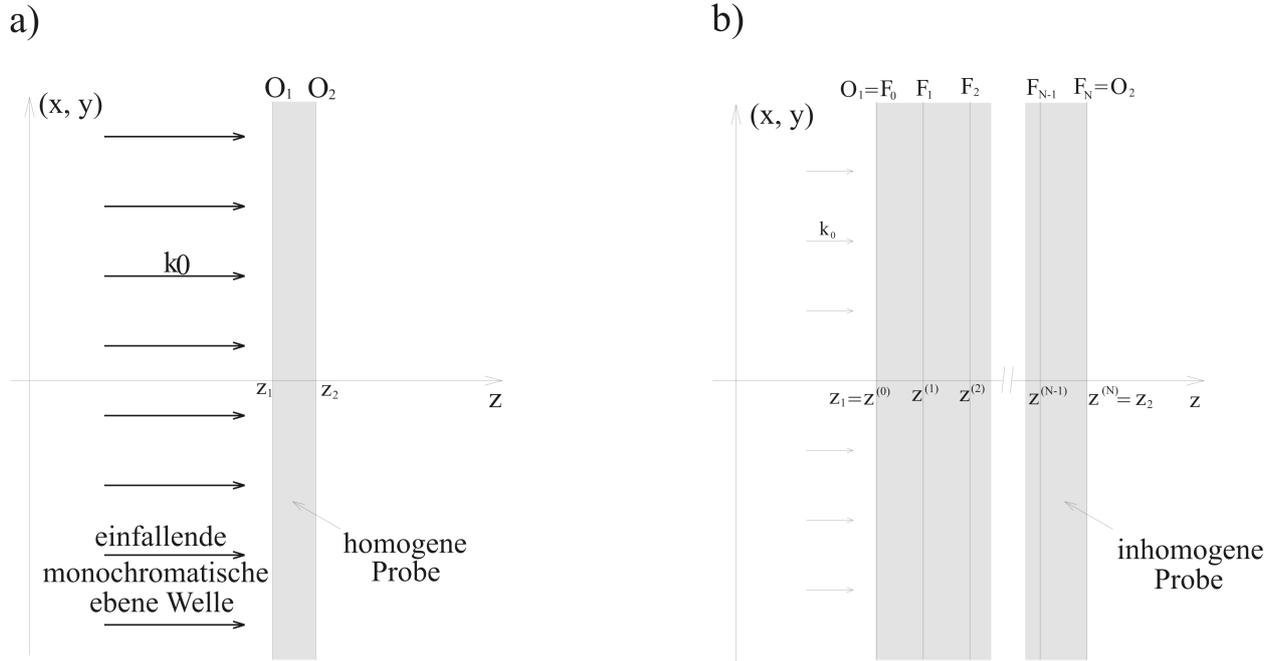


Abbildung 4.1: a) Senkrecht auf die homogene dünne Probe trifft eine monochromatische ebene Welle ein. b) Innerhalb einer jeden Schicht der inhomogenen dünnen Probe variiert der komplexe Brechungsindex nur sehr schwach.

4.1 Transmission von Röntgenstrahlung durch eine Probe

Um zu erklären, wie auf den komplexen Brechungsindex einer Probe geschlossen werden kann, betrachten wir zunächst einen sehr einfachen Spezialfall, nämlich den einer homogenen Probe, die in z-Richtung eines kartesischen Koordinatensystems von zwei planparallelen ebenen Oberflächen O_1 und O_2 begrenzt wird (Abbildung 4.1a). O_1 schneide die z-Achse bei $z = z_1$ und O_2 bei $z = z_2$. Eine Röntgenquelle erzeuge eine monochromatische ebene Welle, die senkrecht auf O_1 treffe. Vor der Probe sei die Welle durch

$$\vec{E}(x, y, z, t) = \vec{E}_0 \exp(-i\omega t) \exp(i k_0 z) \quad , z < z_1 \quad (4.1)$$

gegeben, so dass sie bei Erreichen der ersten Oberfläche

$$\vec{E}(x, y, z_1, t) = \vec{E}_0 \exp(-i\omega t) \exp(i k_0 z_1) \quad (4.2)$$

lautet. Innerhalb der Probe kann die Wechselwirkung der Welle mit der Probe phänomenologisch mit Hilfe des komplexen Brechungsindex [Jam65]

$$n(\vec{r}) = 1 - \delta(\vec{r}) + i\beta(\vec{r}) \quad (4.3)$$

beschrieben werden, indem die Vakuumwellenzahl k_0 mit dem komplexen Brechungsindex multipliziert wird. In unserem Beispiel ist n ortsunabhängig, und es folgt für die Röntgenwelle

innerhalb der Probe:

$$\vec{E}(x, y, z, t) = \vec{E}(x, y, z_1, t) \exp(i k_0 n [z - z_1]) \quad , z_1 \leq z < z_2. \quad (4.4)$$

Hierbei wurde die Reflexion der Welle an der Oberfläche vernachlässigt. Dies ist deshalb gerechtfertigt, weil die Reflektivität von Röntgenstrahlung an Oberflächen sehr stark mit dem Winkel abnimmt, den die Einfallrichtung mit der Oberfläche einschließt. Bei senkrechtem Einfall beträgt die Reflektivität für 10keV-Strahlung je nach Material zwischen 10^{-11} und 10^{-12} . Erst ab etwa 2° wird die Reflektivität signifikant. Da aber sowohl im vorliegenden Beispiel als auch später im Kapitel nur Einfallswinkel auftreten, die fast 90° betragen, bleibt die Reflexion unberücksichtigt. Am Probenausgang (wieder ohne Reflexion) haben wir somit

$$\begin{aligned} \vec{E}(x, y, z_2, t) &= \vec{E}(x, y, z_1, t) \exp(i k_0 n [z_2 - z_1]) \\ &= \vec{E}(x, y, z_1, t) T_{z_2 - z_1}. \end{aligned} \quad (4.5)$$

Der Faktor $T_{\Delta z}$ beschreibt die Transmission der ebenen Welle durch die Probe. Einsetzen des Brechungsindex (Gleichung 4.3) ergibt

$$\begin{aligned} T_{\Delta z} &= \exp(i k_0 n \Delta z) \\ &= \exp(i k_0 (1 - \delta + i\beta) \Delta z) \\ &= \exp(i k_0 \Delta z) \exp(-i k_0 \delta \Delta z) \exp(-k_0 \beta \Delta z) \\ &= K_{\Delta z} P_{\Delta z} A_{\Delta z}. \end{aligned} \quad (4.6)$$

mit

$$\begin{aligned} K_{\Delta z} &= \exp(i k_0 \Delta z) \\ P_{\Delta z} &= \exp(-i k_0 \delta \Delta z) \\ A_{\Delta z} &= \exp(-k_0 \beta \Delta z). \end{aligned} \quad (4.7)$$

Wenn also die ebene Welle die homogene Probe der Dicke Δz passiert, äußert sich dies so, als propagiere die Welle durch ein Vakuum der Dicke Δz , wobei gleichzeitig eine Phasenverschiebung $P_{\Delta z}$ und eine Amplitudenabnahme $A_{\Delta z}$ stattfinden. Die Anwesenheit der Probe bewirkt im Vergleich zur Abwesenheit eine Phasenverschiebung P und eine Amplitudenerniedrigung A der Welle. Eine Messung der Amplitudenabnahme A und der Phasenverschiebung P erlaubt somit Rückschlüsse auf den komplexen Brechungsindex der Probe. In unserem Beispiel einer homogenen Probe mit konstanter Dicke Δz sind die Amplitudenabnahme und die Phasenverschiebung von den x-y-Koordinaten unabhängig. Man wird also aufgrund der Messung von P und A auf ein Medium schließen, dessen Brechungsindex homogen verteilt ist. Wenn die Probe einen Brechungsindex hat, der in z-Richtung konstant ist, aber innerhalb der x-y-Ebene variiert ($n = n(x, y)$), so gilt

$$\begin{aligned} P_{\Delta z}(x, y) &= \exp(-i k_0 \delta(x, y) \Delta z) \\ A_{\Delta z}(x, y) &= \exp(-k_0 \beta(x, y) \Delta z). \end{aligned} \quad (4.8)$$

Durch Messen der x- und y-Abhängigkeit der Phasenverschiebung und der Amplitudenabnahme an der Oberfläche O_2 erhält man also ein Abbild der räumlichen Verteilung des komplexen Brechungsindex entlang der x-y-Ebene. Dies gilt jedoch nur unter der Annahme, dass sich der komplexe Brechungsindex entlang der z-Achse nicht ändert. Im allgemeinen hängt n aber von allen 3 Raumkoordinaten ab. Um diesen Fall behandeln zu können, nehmen wir zunächst eine Probe an, in der der komplexe Brechungsindex innerhalb der x-y-Ebene konstant ist und entlang der z-Achse variiert (also $n = n(z)$). Man denke sich die Probe in N Schichten aufgeteilt, die durch Flächen F_0, F_1, \dots, F_N begrenzt sind. Die Flächen F_0 und F_N seien identisch mit O_1 bzw. O_2 , alle weiteren Flächen liegen dazwischen und seien parallel zu O_1 und O_2 . Der Flächen F_j haben die z-Koordinaten $z^{(j)}$, wobei $z_1 = z^{(0)} < z^{(1)} < \dots < z^{(N-1)} < z^{(N)} = z_2$ gelte (Abbildung 4.1b). Der Abstand benachbarter Flächen sei so klein gewählt, dass der komplexe Brechungsindex n innerhalb einer Schicht kaum variiert, also entlang der z-Achse als konstant angesehen werden kann. Es folgt dann für die Transmission:

$$\begin{aligned} \vec{E}(x, y, z_2, t) &= \vec{E}(x, y, z_1, t) \prod_{j=1}^N \exp(i k_0 n(z^{(j)}) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]) \\ &= \vec{E}(x, y, z_1, t) \exp\left(\sum_{j=1}^N i k_0 n(z^{(j)}) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right) \\ &= \vec{E}(x, y, z_1, t) T. \end{aligned} \quad (4.9)$$

Die Transmission wird also wiederum durch Multiplikation mit einem Faktor T beschrieben. Durch Einsetzen von Gleichung 4.3 erhält man weiter:

$$\begin{aligned} T &= \exp\left(\sum_{j=1}^N i k_0 n(z^{(j)}) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right) \\ &= \exp\left(\sum_{j=1}^N i k_0 (1 - \delta(z^{(j)}) + i\beta(z^{(j)})) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right) \\ &= \exp\left(\sum_{j=1}^N i k_0 [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right) \\ &\quad \cdot \exp\left(\sum_{j=1}^N -i k_0 \delta(z^{(j)}) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right) \cdot \exp\left(\sum_{j=1}^N -k_0 \beta(z^{(j)}) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right) \\ &= \exp(i k_0 [z_2 - z_1]) \\ &\quad \cdot \exp\left(-i k_0 \sum_{j=1}^N \delta(z^{(j)}) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right) \cdot \exp\left(-k_0 \sum_{j=1}^N \beta(z^{(j)}) [z^{(j)} - z^{(j-1)}]\right). \end{aligned}$$

Jetzt kann man noch die Summen durch Integrale ersetzen und den Absorptionskoeffizienten $\mu = 2k_0\beta$ einführen¹:

$$\begin{aligned} T &= \exp(i k_0 [z_2 - z_1]) \cdot \exp\left(-i k_0 \int_{z_1}^{z_2} dz \delta(z)\right) \cdot \exp\left(-\frac{1}{2} \int_{z_1}^{z_2} dz \mu(z)\right) \\ &= K \cdot P \cdot A \end{aligned} \quad (4.10)$$

mit

$$\begin{aligned} K &= \exp(i k_0 [z_2 - z_1]) \\ P &= \exp\left(-i k_0 \int_{z_1}^{z_2} dz \delta(z)\right) \\ A &= \exp\left(-\frac{1}{2} \int_{z_1}^{z_2} dz \mu(z)\right). \end{aligned} \quad (4.11)$$

Der interessantere Fall ist aber der, bei dem der komplexe Brechungsindex sowohl in z-Richtung variiert, als auch innerhalb der x-y-Ebene. Falls die Probe sehr dünn ist, so dass die einzelnen Photonen des Wellenfeldes an der Probe nur schwach gestreut werden, so kann die Transmission wiederum durch einen multiplikativen Faktor T beschrieben werden, nur dass T nun von der x- und der y-Koordinate abhängt:

$$\vec{E}(x, y, z_2, t) = \vec{E}(x, y, z_1, t) T(x, y). \quad (4.12)$$

$$\begin{aligned} T(x, y) &= \exp(i k_0 [z_2 - z_1]) \\ &\cdot \exp\left(-i k_0 \int_{z_1}^{z_2} dz \delta(x, y, z)\right) \cdot \exp\left(\frac{1}{2} \int_{z_1}^{z_2} dz \mu(x, y, z)\right) \\ &= K \cdot P(x, y) \cdot A(x, y). \end{aligned} \quad (4.13)$$

, wobei

$$\begin{aligned} K &= \exp(i k_0 [z_2 - z_1]) \\ P(x, y) &= \exp\left(-i k_0 \int_{z_1}^{z_2} dz \delta(x, y, z)\right) \\ A(x, y) &= \exp\left(\frac{1}{2} \int_{z_1}^{z_2} dz \mu(x, y, z)\right). \end{aligned} \quad (4.14)$$

$A(x, y)$ und $P(x, y)$ entstehen durch Integration von $\mu(x, y, z)$ bzw. $\delta(x, y, z)$ entlang der z-Achse. Durch Messen dieser Größen erhält man somit lediglich eine x-y-Projektion des komplexen Brechungsindex. Um die vollständige Information über $n(x, y, z)$ zu erhalten, muss man viele Projektionen in verschiedene Ebenen durchführen. Mittels tomographischer Verfahren erhält man somit eine dreidimensionale Rekonstruktion der Strukturen innerhalb der Probe.

¹Durch diese Definition wird gewährleistet, dass β mit der Konstanten im Lambert-Beer-Gesetz für die Intensität übereinstimmt: $I(\Delta z) \propto |E(\Delta z)|^2 \propto \exp(-k_0\beta\Delta z)^2 = \exp(-2k_0\beta\Delta z) = \exp(-\mu\Delta z)$.

4.2 Detektormittelwert

Im vorhergehenden Abschnitt 4.1 wurde gezeigt, dass die Phasenverschiebung $P(x, y)$ und die Amplitudenerniedrigung $A(x, y)$ ein projektives Abbild der räumlichen Verteilung des komplexen Brechungsindex $n(x, y, z)$ liefern. Es bleibt zu klären, wie die Größen $P(x, y)$ und $A(x, y)$ gemessen werden können. Dabei muss berücksichtigt werden, dass kein Röntgendetektor die momentane elektrische Feldstärke $\vec{E}(\vec{r}, t)$ des Röntgenfeldes an einem gegebenen Punkt \vec{r} zu einem bestimmten Zeitpunkt t messen kann. Ein Detektor misst lediglich die zeitlich gemittelte Intensität $I(x, y, z)$ des Strahlungsfeldes. Um dies zu erläutern seien

$$\begin{aligned} A(t) &= \tilde{A}(t) \exp(-i\omega t) \quad \text{und} \\ B(t) &= \tilde{B}(t) \exp(-i\omega t) \end{aligned} \quad (4.15)$$

zwei skalare Feldgrößen an einem festen Ort \vec{r} , wobei die Amplituden $\tilde{A}(t)$ bzw. $\tilde{B}(t)$ nur über sehr große Zeitspannen τ variieren. Ein Detektor mittelt über eine Zeitspanne T , die groß ist im Vergleich zu $\frac{1}{\nu}$ ($\omega = 2\pi\nu$) aber klein ist gegenüber τ . Es gelte also $\frac{1}{\nu} \ll T \ll \tau$. Anstelle der Größe G mit

$$G = \mathcal{R}(A(t)) \cdot \mathcal{R}(B(t)) \quad (4.16)$$

misst ein Detektor lediglich den folgenden Mittelwert:

$$\begin{aligned} G_T(t) &= \langle \mathcal{R}(A(t)) \mathcal{R}(B(t)) \rangle_T \\ &= \frac{1}{T} \int_{t-\frac{1}{2}T}^{t+\frac{1}{2}T} dt' \mathcal{R}(A(t')) \mathcal{R}(B(t')) \\ &= \frac{1}{2} \mathcal{R}(\tilde{A}(t) \tilde{B}^*(t)) \end{aligned} \quad (4.17)$$

$\mathcal{R}(z)$ steht für den Realteil der komplexen Zahl z und z^* für das komplex Konjugierte von z . In der Größe $G_T(t)$ bleibt also nur noch die langsame Zeitabhängigkeit der Amplituden $\tilde{A}(t)$ und $\tilde{B}(t)$ übrig. Bei sichtbarem Licht liegt $\frac{1}{\nu}$ in der Größenordnung 10^{-14} s, bei Röntgenstrahlung ist $\frac{1}{\nu}$ sogar kleiner als 10^{-18} s. Mit den zur Zeit schnellsten Detektoren können gerade einmal 10^{-12} s aufgelöst werden, so dass auf jeden Fall über sehr viele Perioden gemittelt wird. Wird an einem Ort \vec{r} die Intensität gemessen, so misst man also

$$\begin{aligned} I(\vec{r}, t) &= c^2 \langle \mathcal{R}(E(t)) \mathcal{R}(B(t)) \rangle_T \\ &= \frac{c^2}{2} \mathcal{R}(\tilde{E}(\vec{r}, t) \tilde{B}^*(\vec{r}, t)) \\ &= \frac{c}{2} \mathcal{R}(\tilde{E}(\vec{r}, t) \tilde{E}^*(\vec{r}, t)) \\ &= \frac{c}{2} \left| \tilde{E}(\vec{r}, t) \right|^2. \end{aligned} \quad (4.18)$$

Eine weitere nützliche Gleichung ist der folgende Zusammenhang zwischen einer reellen Feldgröße $\mathcal{R}(E(t))$ und der assoziierten komplexen Funktion $E(t)$:

$$\langle \mathcal{R}^2(E(t)) \rangle_T = \frac{1}{2} \langle E(t)E^*(t) \rangle_T \quad (4.19)$$

4.3 Absorptionskontrast

Der Umstand, dass nur eine über sehr viele Perioden gemittelte Intensität gemessen werden kann, hat insbesondere zur Folge, dass von den beiden Größen $A(x, y)$ und $P(x, y)$ nur die erstgenannte direkt bestimmt werden kann. Um $A(x, y)$ zu bestimmen, stellt man seinen Detektor unmittelbar hinter der Probe auf (also in der Ebene O_2 bei $z=z_2$). Man misst dann sowohl die Intensität $I_0(x, y, z_2)$ ohne Probe, als auch die Intensität $I(x, y, z_2)$ mit Probe. Der Quotient aus beiden Intensitäten ergibt das Quadrat von $A(x, y)$:

$$\begin{aligned} \frac{I(x, y, z_2)}{I_0(x, y, z_2)} &= \frac{|\tilde{E}(x, y, z_2)|^2}{|\tilde{E}_0(x, y, z_2)|^2} = \frac{|\tilde{E}(x, y, z_1) K P(x, y) A(x, y)|^2}{|\tilde{E}(x, y, z_1) K|^2} \\ &= \frac{|\tilde{E}(x, y, z_1)|^2 |K|^2 |P(x, y)|^2 |A(x, y)|^2}{|\tilde{E}(x, y, z_1)|^2 |K|^2} \\ &= A^2(x, y). \end{aligned} \quad (4.20)$$

Die Intensitätsverteilung $I(x, y, z_2)$ in der Ebene direkt hinter der Probe ergibt daher ein Abbild der Amplitudenerniedrigung $A(x, y)$ und somit ein projektives Abbild der Absorptionskoeffizientenverteilung $\mu(x, y)$ bzw. von $\beta(x, y)$ innerhalb der Probe. Die Intensitätsverteilung gibt aber keine Auskunft über die Phasenverschiebung $P(x, y)$, also auch keine Information über $\delta(x, y)$. Solange die Strukturen der Probe tatsächlich durch $\mu(x, y)$ hinreichend gut repräsentiert werden und der durch $\mu(x, y)$ erzeugte Absorptionskontrast stark genug ist, um die Projektionen der Strukturen durch Messen von $I(x, y, z_2)$ erkennbar werden zu lassen, besteht auch gar keine Veranlassung, $P(x, y)$ zu ermitteln. Es kann aber vorkommen, dass $\mu(x, y)$ nur sehr schwach zwischen Strukturmerkmalen unterscheidet und daher kaum Absorptionskontrast entsteht. Dies ist oft in biologischen Proben der Fall. In solchen Fällen ist man auf eine Messung von $P(x, y)$ angewiesen, um ein projektives Bild von $\delta(x, y)$ zu erhalten. Damit $P(x, y)$ mit den zur Verfügung stehenden Detektoren gemessen werden kann, wird die Intensitätsverteilung in Ebenen mit verschiedenen Abständen zur Probe gemessen. Durch die bei der Propagation auftretende Beugung und Interferenz wird die $P(x, y)$ -Verteilung in eine Intensitätsverteilung transformiert. Somit enthält die Intensitätsverteilung nicht nur Information über $A(x, y)$, sondern auch über $P(x, y)$. Um die Information über $A(x, y)$ und $P(x, y)$ zu entkoppeln, muss die Intensität in mindestens zwei verschiedenen Ebenen gemessen werden. Um $P(x, y)$ zu bestimmen, müssen also Beugung und Propagation betrachtet werden.

Es gibt Fälle, bei denen zwar aufgrund der Verteilung von $\mu(x, y)$ die Strukturen der Probe durch die Intensität $I(x, y, z_2)$ direkt hinter der Probe hinreichend gut repräsentiert werden, aber trotzdem nicht die Intensität am Probenausgang gemessen wird. Der Grund hierfür liegt in der mangelnden Ortsauflösung des Detektors, die es nicht erlaubt, diese Strukturen aufgrund ihrer winzigen Größe erkennen zu lassen. Wenn zwei Strukturdetails der Probe senkrecht zur z -Achse (wie im gesamten Kapitel sei die z -Achse durch die Strahlrichtung gegeben) einen Abstand Δs haben, so beträgt der Abstand des Bildes dieser Strukturdetails am Probenausgang (also in der Ebene O_2 , siehe Abbildung 4.1a bzw. 4.1b) ebenfalls Δs . Hat der Detektor eine maximale Ortsauflösung von Δs_{Det} , so muss $I(x, y, z_2)$ wie folgt vergrößert werden:

$$I_{Det}(x, y) \propto I\left(\frac{x}{V}, \frac{y}{V}, z_2\right) \quad \text{mit } V \geq \frac{\Delta s_{Det}}{\Delta s}. \quad (4.21)$$

Für harte Röntgenstrahlung gibt es bis heute keine Detektoren mit Ortsauflösungen weit unter einem Mikrometer. Typischerweise liegt die Ortsauflösung bei einigen Mikrometern. Möchte man Details einer Probe auflösen, deren transversalen Abmessungen hundert Nanometer oder kleiner sind, so kommt man um das Vergrößern nicht herum. Vergrößern bei Verwendung harter Röntgenstrahlung kann mittels zusammengesetzter refraktiver Röntgenlinsen erfolgen. Die durch die Probe transmittierte Strahlung propagiert von der Probe zur ersten Linse, passiert diese, propagiert zur nächsten Linse und so fort. Am Ende gelangt sie von der letzten Linse zum Detektor. Wie auch schon bei der Bestimmung von $P(x, y)$ spielen Beugung und Propagation auch beim vergrößerten Abbilden eine wichtige Rolle. Deshalb wird der folgende Abschnitt davon handeln.

4.4 Beugung und Propagation

Es gibt verschiedene Gründe, weshalb die Intensität oft nicht direkt am hinteren Ende der Probe gemessen wird:

- Experimentelle Umstände erlauben nicht das Positionieren des Detektors direkt am Probenausgang.
- Aufgrund mangelnder Auflösung des Detektors soll vergrößert werden.
- Die Phasenverschiebung $P(x, y)$ soll ermittelt werden.

In allen drei Beispielen muss das Propagieren der Wellen durch den freien Raum untersucht werden.

Gegeben sei eine dünne Probe, die sich in einer Ebene O_1 senkrecht zur z -Achse bei $z = z_1$ befindet und die Querschnittsfläche \mathcal{A}_1 habe. Im Punkt P_0 (Koordinaten (x_0, y_0, z_0)) befindet sich eine punktförmige Röntgenquelle, die die Probe monochromatisch bestrahlt (siehe Abbildung 4.2). Wir fragen nun nach dem E-Feld $E_2(P_2)$, welches in einem Punkt P_2 (Koordinaten (x_2, y_2, z_2)) hinter der Probe vorliegt. Dabei sei vorausgesetzt, dass der Abstand des Punktes P_2 und des Punktes P_0 von der Probe jeweils groß ist im Vergleich zur transversalen

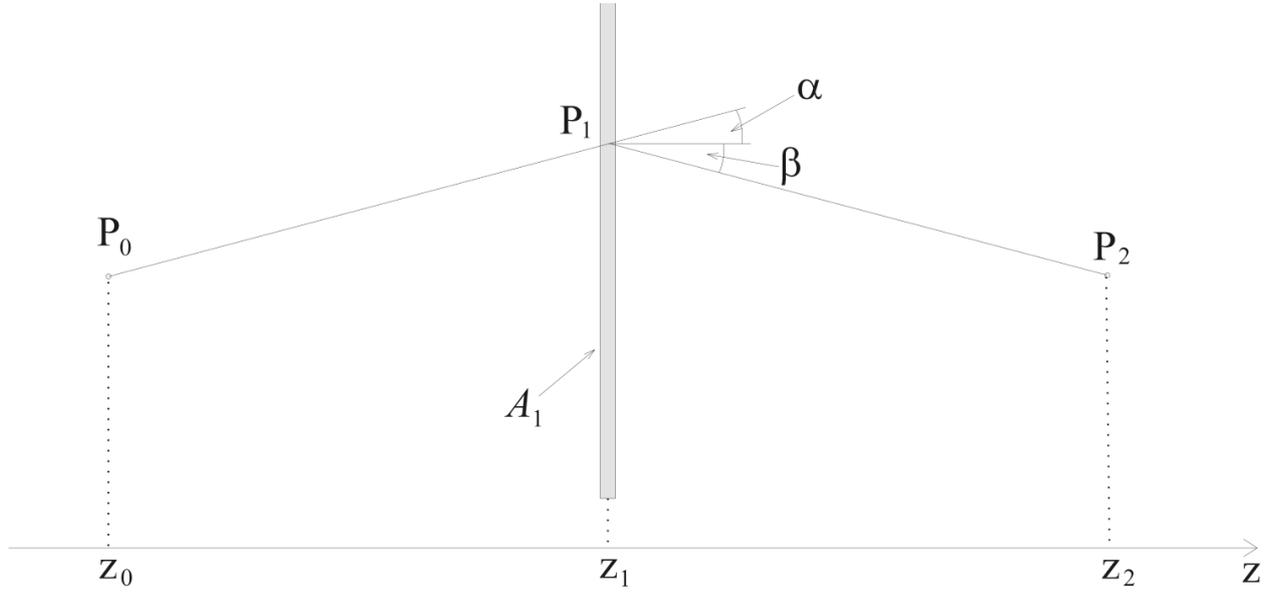


Abbildung 4.2: Zur Illustration der Fresnel-Kirchhoffschen Beugungsformel. Im Gegensatz zur Zeichnung werden die Winkel α und β als sehr klein angenommen. Man denke sich die transversale Ausdehnung der Probe sehr viel kleiner als die Abstände der Punkte P_0 und P_2 von der Probe.

Ausdehnung der Probe, diese Ausdehnung jedoch ihrerseits gross ist im Vergleich zur Wellenlänge der Röntgenstrahlung. Außerdem gelte für jeden Punkt P_1 (Koordinaten (x_1, y_1, z_1)) auf der Probe, dass $(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2 \ll (z_2 - z_1)^2$ bzw. $(x_1 - x_0)^2 + (y_1 - y_0)^2 \ll (z_1 - z_0)^2$. Insbesondere sind dann die Winkel α und β sehr klein. Da die Quelle monochromatisch ist, hat die Zeitabhängigkeit der Welle die Gestalt $\exp(-i\omega t)$, man kann also schreiben

$$E(\vec{r}, t) = \mathcal{E}(\vec{r}) \exp(-i\omega t). \quad (4.22)$$

Das Feld im Punkt P_2 erhält man nun wie folgt mit Hilfe der Fresnel-Kirchhoffschen Beugungsformel [BWB⁺99]:

$$\mathcal{E}_2(P_2) = \iint_{\mathcal{A}_1} dP_1 \mathcal{E}_0 \frac{\exp(ik_0 |P_0 P_1|)}{|P_0 P_1|} T(P_1) \frac{\cos(\alpha(P_1)) + \cos(\beta(P_1))}{2} \left(\frac{-ik_0}{2\pi} \right) \frac{\exp(ik_0 |P_1 P_2|)}{|P_1 P_2|}$$

Der Schrägheitsfaktor $\frac{1}{2}(\cos(\alpha) + \cos(\beta))$ gewährleistet, dass Beugung in Vorwärtsrichtung bevorzugt wird. Da α und β sehr klein sind, kann der Schrägheitsfaktor gleich 1 gesetzt werden. Mit Einführung der Propagatoren

$$L_k(r) \equiv \frac{1}{r} \exp(ikr) \quad (4.23)$$

$$K_k(r) \equiv \left(\frac{-ik}{2\pi} \right) L_k(r) \quad (4.24)$$

kann man auch schreiben:

$$\mathcal{E}_2(P_2) = \iint_{\mathcal{A}_1} dP_1 \mathcal{E}_0 L_{k_0}(|P_0 P_1|) T(P_1) K_{k_0}(|P_1 P_2|) \quad (4.25)$$

$L_{k_0}(|P_0P_1|)$ sorgt für die Propagation des Feldes vom Punkt P_0 der Quelle zum Punkt P_1 der Probe. $\mathcal{E}_0 L_{k_0}(|P_0P_1|)$ ist die Feldamplitude kurz vor Passieren der Probe. Multiplikation mit $T(P_1)$ trägt der Transmission durch die Probe Rechnung, so dass der Ausdruck $\mathcal{E}_0 L_{k_0}(|P_0P_1|) T(P_1)$ das Feld direkt hinter der Probe ergibt. Der Propagator $K_{k_0}(|P_1P_2|)$ entspricht der Propagation von P_1 nach P_2 , wobei der Faktor $\left(\frac{-ik_0}{2\pi}\right)$ eine Phasenverschiebung um $\frac{\pi}{2}$ aufgrund der Beugung an der Probe bedeutet. $\mathcal{E}_0 L_{k_0}(|P_0P_1|) T(P_1) K_{k_0}(|P_1P_2|)$ ist somit der Beitrag zum E-Feld bei E_2 , den der Punkt P_1 auf der Probe beisteuert. Das resultierende E-Feld bei E_2 erhält man durch Integration über die gesamte Probenquerschnittsfläche \mathcal{A}_1 . Für die Intensität erhält man schließlich (siehe Abschnitt 4.2)

$$\begin{aligned}
I_2(P_2) &= \frac{c}{2} \mathcal{E}(P_2) \mathcal{E}^*(P_2) \\
&= \frac{c}{2} \left(\iint_{\mathcal{A}_1} dP_1 \mathcal{E}_0 L_{k_0}(|P_0P_1|) T(P_1) K_{k_0}(|P_1P_2|) \right) \\
&\quad \cdot \left(\iint_{\mathcal{A}_1} dP_1 \mathcal{E}_0 L_{k_0}(|P_0P_1|) T(P_1) K_{k_0}(|P_1P_2|) \right)^* \\
&= \frac{c}{2} \iint_{\mathcal{A}_1} dP'_1 \iint_{\mathcal{A}_1} dP''_1 \mathcal{E}_0 \mathcal{E}_0^* \\
&\quad \cdot L_{k_0}(|P_0P'_1|) L_{k_0}^*(|P_0P''_1|) T(P'_1) T^*(P''_1) K_{k_0}(|P'_1P_2|) K_{k_0}^*(|P''_1P_2|) \quad (4.26)
\end{aligned}$$

Das bisher Besprochene bezieht sich auf den Fall einer monochromatischen Punktquelle in P_0 . In dieser sehr speziellen Situation werden die E-Felder kohärent überlagert, und anschließend erhält man über zeitliche Mittelung des Betragsquadrats die Intensität. In der Realität ist aber jede Strahlungsquelle räumlich ausgedehnt, und das Spektrum enthält nicht nur eine einzige Wellenlänge, sondern eine kontinuierliche Verteilung. Verschiedene Punkte der Quelloberfläche emittieren Lichtwellen, die keine feste Phasenbeziehung zu haben brauchen und ein beliebiger Punkt der Quelle emittiert endliche Wellenzüge, deren Breite von der Monochromasie der Quelle abhängen. Die folgenden Abschnitte zeigen, wie solche Fälle behandelt werden können.

4.5 Korrelation und wechselseitige Intensität

Man betrachte das Beispiel aus dem vorigen Abschnitt 4.4. Die Röntgenquelle sei nun aber ausgedehnt und quasimonochromatisch. Quasimonochromatisch soll heißen, dass die Bandbreite $\Delta\lambda$ des Spektrums sehr klein ist im Vergleich zur mittleren Wellenlänge $\bar{\lambda}$. Seien P'_1 und P''_1 zwei Punkte auf der Probe und P_2 ein Punkt, an dem die Intensität $I_2(P_2)$ gemessen wird (Beispiel aus dem vorigen Abschnitt 4.4). Es sollen jetzt nur diejenigen Beiträge zum Feld bei P_2 berücksichtigt werden, die von den beiden Punkten P'_1 und P''_1 herrühren. Die Beiträge $\mathcal{E}'(P_2)$ und $\mathcal{E}''(P_2)$ am Ort P_2 erhält man durch Multiplizieren der E-Felder $\mathcal{E}(P'_1)$ bzw. $\mathcal{E}(P''_1)$ bei P'_1 bzw. P''_1 mit dem Propagator $K'_k(|P'_1P_2|)$ bzw. $K''_k(|P''_1P_2|)$. Für die nachfolgenden Betrachtungen ist es jedoch zweckmäßig, anstelle der Propagatoren die äquivalente Darstellung mittels Retardierung zu verwenden. Für eine Fourierkomponente $E'_\omega(P_2, t)$ des

Spektrums gilt

$$\begin{aligned}
E'_\omega(P_2, t) &= \mathcal{E}'_\omega(P_2) \exp(-i\omega t) \\
&= \mathcal{E}_\omega(P'_1) K'(|P'_1 P_2|) \exp(-i\omega t) \\
&= \mathcal{E}_\omega(P'_1) \left(\frac{-ik}{2\pi} \frac{\exp(ik|P'_1 P_2|)}{|P'_1 P_2|} \right) \exp(-i\omega t) \\
&= \mathcal{E}_\omega(P'_1) \exp\left(-i\omega \left(t - \frac{|P'_1 P_2|}{c} \right)\right) \frac{-ik}{2\pi |P'_1 P_2|} \\
&= E_\omega(P'_1, t-t') \kappa'_k,
\end{aligned} \tag{4.27}$$

mit dem rein imaginären Faktor

$$\kappa'_k \equiv \frac{-ik}{2\pi |P'_1 P_2|} \tag{4.28}$$

und der Retardierung

$$t' = \frac{|P'_1 P_2|}{c}. \tag{4.29}$$

Damit steuert der Punkt P'_1 den folgenden Beitrag zum Feld bei P_2 bei:

$$\begin{aligned}
E'(P_2, t) &= \int_{\bar{\omega}-\frac{1}{2}\Delta\omega}^{\bar{\omega}+\frac{1}{2}\Delta\omega} d\omega E'_\omega(P_2, t) \\
&= \int_{\bar{\omega}-\frac{1}{2}\Delta\omega}^{\bar{\omega}+\frac{1}{2}\Delta\omega} d\omega E_\omega(P'_1, t-t') \kappa'_k \\
&= E'(P'_1, t-t') \kappa'
\end{aligned} \tag{4.30}$$

Im letzten Schritt wurde ausgenutzt, dass die Bandbreite sehr schmal ist, so dass κ_k durch $\kappa \equiv \kappa_{\bar{k}}$ ersetzt werden konnte. Für das Feld $E_2(P_2, t)$ folgt dann

$$E_2(P_2, t) = E'(P_2, t) + E''(P_2, t) = E(P'_1, t-t')\kappa' + E(P''_1, t-t'')\kappa''. \tag{4.31}$$

Die zeitlich gemittelte Intensität lautet somit (siehe Gleichung 4.19)

$$\begin{aligned}
I_2(P_2, t) &= c \langle \mathcal{R}^2(E_2(P_2, t)) \rangle \\
&= \frac{c}{2} \langle E_2(P_2, t) E_2^*(P_2, t) \rangle \\
&= \frac{c}{2} \langle [E(P'_1, t-t')\kappa' + E(P''_1, t-t'')\kappa''] \cdot [E(P'_1, t-t')\kappa' + E(P''_1, t-t'')\kappa'']^* \rangle \\
&= \frac{c}{2} \langle E(P'_1, t-t') E^*(P'_1, t-t') \rangle \kappa' \kappa'^* + \frac{c}{2} \langle E(P''_1, t-t'') E^*(P''_1, t-t'') \rangle \kappa'' \kappa''^* \\
&\quad + c \mathcal{R}[\langle E(P'_1, t-t') E^*(P''_1, t-t'') \rangle \kappa' \kappa''^*]
\end{aligned} \tag{4.32}$$

Die betrachteten Felder sollen stationär sein. Dann können die Zeitargumente in den Ausdrücken mit den zeitlichen Mittelwerten um eine Zeitkonstante verschoben werden. Es gilt also:

$$\begin{aligned} \frac{c}{2} \langle E(P'_1, t-t') E^*(P'_1, t-t') \rangle &= \frac{c}{2} \langle E(P'_1, t) E^*(P'_1, t) \rangle = I_1(P'_1) \\ \frac{c}{2} \langle E(P''_1, t-t'') E^*(P''_1, t-t'') \rangle &= \frac{c}{2} \langle E(P''_1, t) E^*(P''_1, t) \rangle = I_1(P''_1) \\ \frac{c}{2} \langle E(P'_1, t-t') E^*(P''_1, t-t'') \rangle &= \frac{c}{2} \langle E(P'_1, t) E^*(P''_1, t + (t'-t'')) \rangle \\ &\equiv \Gamma(P'_1, P''_1, t'-t''), \end{aligned} \quad (4.33)$$

wobei

$$\Gamma(P'_1, P''_1, \tau) = \frac{c}{2} \langle E(P'_1, t) E^*(P''_1, t+\tau) \rangle. \quad (4.34)$$

Für die Intensität in P_2 kann also geschrieben werden

$$I_2(P_2) = I_1(P'_1) |\kappa'|^2 + I_1(P''_1) |\kappa''|^2 + 2 \mathcal{R}(\Gamma(P'_1, P''_1, t'-t'') \kappa' \kappa''^*) \quad (4.35)$$

Weil κ' und κ'' rein imaginär sind, gilt für beliebige komplexe Zahlen z die Gleichung $\mathcal{R}(z \kappa'' \kappa'') = \mathcal{R}(z) \mathcal{R}(\kappa' \kappa'')$ und weil die Imaginärteile von κ' und κ'' beide negativ sind, gilt weiter $\mathcal{R}(\kappa' \kappa'') = |\kappa' \kappa''|$. Desweiteren gilt $|K'| = |\kappa'|$ und $|K''| = |\kappa''|$, so dass schließlich folgt:

$$I_2(P_2) = I_1(P'_1) |K'|^2 + I_1(P''_1) |K''|^2 + 2 \mathcal{R}[\Gamma(P'_1, P''_1, t'-t'')] |K' K''| \quad (4.36)$$

Die Funktion $\Gamma(P'_1, P''_1, \tau)$ ist ein Maß für die Fähigkeit, dass die Partialwellen von P'_1 und P''_1 im Punkt P_2 Interferenz zeigen, falls die Differenz der Retardierungen τ beträgt. Ist Γ gleich Null, so ist die Intensität in P_2 durch Addition der Intensitäten $I_1(P'_1) |K'_{k_0}|^2$ und $I_1(P''_1) |K''_{k_0}|^2$ gegeben. Je größer Γ ist, desto mehr weicht die Intensität von diesem Wert ab. Man nennt Γ „wechselseitige Kohärenzfunktion“ oder „Kreuz-Korrelationsfunktion“.

Wir haben in unseren Beispielen immer vorausgesetzt, dass die laterale Ausdehnung der Probe klein ist gegenüber dem Abstand zwischen Probe und Detektor. Damit ist auch die Differenz $\Delta = ||P'_1 P_2| - |P''_1 P_2||$ klein im Vergleich zu diesem Abstand. Wenn zusätzlich gilt, dass die Bandbreite $\Delta\nu$ des Spektrums der Röntgenstrahlung so klein ist, dass $\Delta \ll \frac{c}{\Delta\nu}$ gilt, so kann in der Gleichung 4.35 die Differenz $t'-t'' = \frac{1}{c} (|P'_1 P_2| - |P''_1 P_2|)$ durch Null angenähert werden. Man führt daher eine neue Funktion

$$J(Q', Q'') = \Gamma(Q', Q'', 0) \quad (4.37)$$

ein, der ich im folgenden den Namen „wechselseitige Intensitätsfunktion“² gebe. Fallen die Punkte P'_1 und P''_1 zusammen, so ergibt die wechselseitige Intensitätsfunktion die Intensität im Punkt $P'_1 = P''_1$, d.h. $I_1(P'_1) = J_1(P'_1, P'_1)$. Es folgt also für die Intensität im Punkt P_2 :

$$\begin{aligned} I_2(P_2) &= J_2(P_2, P_2) \\ &= J_1(P'_1, P'_1) |K'|^2 + J_1(P''_1, P''_1) |K''|^2 + 2 \mathcal{R}[J_1(P'_1, P''_1)] |K' K''|. \end{aligned} \quad (4.38)$$

²In der englischsprachigen Literatur heißt diese Funktion „mutual intensity“ oder auch „equal-time coherence function“. Siehe auch [BWB⁺99].

Um die Intensität im Punkt P_2 , verursacht durch die Partialwellen von P'_1 und P''_1 , zu erhalten, reicht zwar die Kenntnis der Intensitäten in P'_1 und P''_1 nicht aus. Aber andererseits braucht der genaue zeitliche Verlauf der Felder in P'_1 und P''_1 nicht bekannt zu sein, es reicht bereits die Kenntnis der wechselseitigen Intensität. Entsprechendes gilt auch für die Intensität $I_2(P_2)$ im Punkt P_2 , die durch den Beitrag sämtlicher Punkte der Probenoberfläche zustande kommt. Mehr dazu in den nächsten Abschnitten.

4.6 Das Theorem von Van Cittert und Zernike

Der Zusammenhang zwischen den Eigenschaften der Röntgenquelle und der wechselseitigen Intensitätsfunktion in der Probenebene wird beschrieben durch das Theorem von van Cittert und Zernike. Die räumlich ausgedehnte quasimonochromatische Quelle befindet sich im großen Abstand zur Probe. Die laterale Ausdehnung der Quelle und die der Probe seien beide klein im Vergleich zum Abstand Δz zwischen Quelle und Probe aber jeweils groß im Vergleich zur mittleren Wellenlänge. Die Phasenunterschiede der Wellenzüge verschiedener Elemente der Quelloberfläche seien statistisch unabhängig verteilt. Wenn $I_0(P_0)$ die Intensitätsverteilung in der Quelloberfläche ist, so folgt nach dem Theorem von van Cittert-Zernike für die wechselseitige Intensitätsfunktion $J_1(P'_1, P''_1)$ in der Probenebene [BWB⁺99]:

$$J_1(P'_1, P''_1) = \iint_{\mathcal{A}_0} dP_0 I_0(P_0) L_{\vec{k}}(|P_0 P'_1|) L_{\vec{k}}^*(|P_0 P''_1|). \quad (4.39)$$

L ist der Faktor für die Propagation aus dem Abschnitt 4.4 (Gleichung 4.23).

Der Versuchsaufbau bei der Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung sieht so aus, dass eine quasimonochromatische Röntgenquelle (Undulator eines Synchrotrons) eine im großen Abstand angebrachte Probe beleuchtet und die transmittierte Strahlung nach Passieren mehrerer refraktiver Röntgenlinsen auf einen zweidimensional ortsauflösenden Detektor gelangt. Gemessen wird die Intensitätsverteilung auf dem Detektor. Mit dem Theorem von Van Cittert und Zernike kann die wechselseitige Intensitätsfunktion in der Probenebene ermittelt werden. Eine Verallgemeinerung dieses Theorems erlaubt die Bestimmung der wechselseitigen Intensitätsfunktion $J_2(P', P'')$ in einer Fläche \mathcal{A}_2 hinter einer Fläche \mathcal{A}_1 , falls die wechselseitige Intensitätsfunktion $J_1(Q', Q'')$ in der Fläche \mathcal{A}_1 bekannt ist. Es sei vorausgesetzt, dass das Medium zwischen den beiden Flächen homogen und dessen Brechungsindex 1 ist. Dann gilt [BWB⁺99]

$$J_2(P', P'') = \iint_{\mathcal{A}_1} dQ' \iint_{\mathcal{A}_1} dQ'' J_1(Q', Q'') K_{\vec{k}}(|Q' P'|) K_{\vec{k}}^*(|Q'' P''|). \quad (4.40)$$

Mit den Gleichungen 4.39 und 4.40 ist man in der Lage, die Intensitätsverteilung im Detektor zu berechnen. Ausgehend von der Intensitätsfunktion $I_0(P_0)$ in der Querschnittsfläche der Strahlungsquelle, kann man die wechselseitige Intensitätsfunktion $J_1(P'_1, P''_1)$ in der Ebene

unmittelbar vor der Probe ermitteln. Multiplizieren mit $T(P'_1)T^*(P''_1)$ ergibt die wechselseitige Intensitätsfunktion in der Ausgangsebene der Probe. Anschließend kann die wechselseitige Intensitätsfunktion $J_2(P'_2, P''_2)$ in der Ebene der ersten Linse, dann diejenige der zweiten Linse und so weiter berechnet werden. Am Ende erhält man die wechselseitige Intensitätsfunktion in der Detektorebene, womit man insbesondere auch die Intensitätsverteilung der Detektorebene hat.

4.7 Projektionsabbildung

Bevor ich auf das vergrößernde Abbilden mit Röntgenstrahlung komme, zeige ich zunächst, wie der einfachere Fall einer Projektion zu behandeln ist.

Eine ausgedehnte quasimonochromatische Quelle mit großem Abstand zur Probe beleuchte die Probe. Hinter der Probe befindet sich ein Detektor. Um die wechselseitige Intensitätsfunktion $J_D(Q', Q'')$ in der Detektorebene zu berechnen, wird zunächst die wechselseitige Intensitätsfunktion $J_0(P', P'')$ hinter der Probenebene kurz nach Passieren der Probe bestimmt:

$$J_0(P', P'') = \iint_S dS I_Q(S) L(|SP'|)L^*(|SP''|) T_P(P')T_P^*(P''). \quad (4.41)$$

S ist die Querschnittsfläche und I_Q die Intensitätsverteilung der Quelle. Die Transmission durch die Probe wurde mittels T_P berücksichtigt. Die wechselseitige Intensitätsfunktion in der Detektorebene lautet somit

$$J_D(Q', Q'') = \iint_A dP' \iint_A dP'' J_0(P', P'') K(|P'Q'|)K^*(|P''Q''|). \quad (4.42)$$

A steht für die Probenquerschnittsfläche. Zusammenfassen der beiden Gleichungen führt auf

$$J_D(Q', Q'') = \iint_S dS \iint_A dP' \iint_A dP'' I_Q(S) L(|SP'|)L^*(|SP''|) \cdot T_P(P')T_P^*(P'') K(|P'Q'|)K^*(|P''Q''|). \quad (4.43)$$

Mit Hilfe der Gleichung $I(Q) = J(Q, Q)$ bekommt man schließlich die Intensitätsverteilung in der Detektorebene:

$$I_D(Q) = \iint_S dS \iint_A dP' \iint_A dP'' I_Q(S) L(|SP'|)L^*(|SP''|) \cdot T_P(P')T_P^*(P'') K(|P'Q|)K^*(|P''Q|). \quad (4.44)$$

Im Kapitel 6 wird dieser Abschnitt eine Rolle spielen, denn zum Testen des Detektors wurde eine Probe durch Projektion auf den Detektor abgebildet. Die aufgrund der räumlichen Ausdehnung der Quelle hervorgerufene Verschmierung des Bildes kann mit Hilfe obiger Gleichung am Computer simuliert und mit der Messung verglichen werden.

4.8 Das Röntgenmikroskop

Das für die Vergrößerung verwendete Mikroskop besteht aus einer Reihe hintereinandergesetzter identischer refraktiver Röntgenlinsen. Jede einzelne Röntgenlinse besteht aus einem Material mit einem Brechungsindex, dessen δ möglichst groß und dessen β möglichst niedrig ist. Niedriges β gewährleistet eine niedrige Absorption in der Linse und hohes δ führt zu einer höheren Brechkraft der Linse. Die Wirkung einer einzelnen Linse auf ein eintreffendes Strahlungsfeld äußert sich darin, dass das E-Feld direkt hinter der Linse gegeben ist durch die Multiplikation des E-Feldes $E(x, y)$ unmittelbar vor der Linse mit der Transmissionsfunktion $T_L(x, y)$ der Linse³. Die Linse besteht aus einem homogenen Material, so dass der δ -Wert des Brechungsindex innerhalb der Linse konstant ist. Deshalb wird die laterale räumliche Variation von T_L durch die Dicke der Linse in z-Richtung bestimmt. Da δ für harte Röntgenstrahlung positiv ist, muss die durch die Linse bewirkte Phasenverschiebung $P(x, y)$ nach außen hin zunehmen, damit die Linse fokussierend wirkt⁴. Somit muss die Linse zum Fokussieren konkav sein (und zwar parabolisch). Die Transmissionsfunktion einer Einzellinse lautet

$$\widehat{T}_L(x, y) = \begin{cases} \exp\left(i\frac{kR_0^2+d}{2R}\right) \exp\left(-ik\delta\left[\frac{x^2+y^2}{2R}+d\right]\right) \exp\left(-\mu\left[\frac{x^2+y^2}{2R}+d\right]\right) & : x^2 + y^2 \leq R_0^2 \\ 0 & : x^2 + y^2 > R_0^2 \end{cases}$$

R_0 gibt die Apertur der Linse an, R ist der Krümmungsradius der Linsenoberfläche im Scheitelpunkt des Paraboloids, und d ist der Abstand der beiden Linsenoberflächen entlang der optischen Achse. In der Gleichung 4.40 für die Propagation der wechselseitigen Intensität tritt T immer in der Kombination $T(x', y')T(x'', y'')^*$ auf. Aus diesem Grund führt man anstelle von \widehat{T}_L die Funktion T_L ein [SBG⁺02]:

$$T_L(x, y) = \begin{cases} \exp\left(-ik\delta\frac{x^2+y^2}{2R}\right) \exp\left(-\mu\left[\frac{x^2+y^2}{2R}+d\right]\right) & : x^2 + y^2 \leq R_0^2 \\ 0 & : x^2 + y^2 > R_0^2 \end{cases} \quad (4.45)$$

Es gilt nämlich $\widehat{T}_L(x', y')\widehat{T}_L^*(x'', y'') = T_L(x', y')T_L^*(x'', y'')$. Die Brennweite einer Einzellinse beträgt $\frac{R}{2\delta}$. Der Wert für δ liegt in der Größenordnung 10^{-6} und Krümmungsradien liegen bei $R = 200\mu\text{m}$. Die Brennweite einer Einzellinse liegt somit bei etwa 100m. Um die Brechkraft zu erhöhen, werden sehr viele Einzellinsen hintereinandergesetzt. Eine solche Linsenanordnung wird CRL⁵ genannt.

³Dass die Transmission als eine solche Multiplikation beschrieben werden kann liegt daran, dass die einzelne Linse sehr dünn ist.

⁴Fokussierend heißt, es gibt einen Punkt (Brennpunkt) hinter der Linse, in dem eine senkrecht auf die Linse einfallende ebene Welle konstruktive Interferenz zeigt. Diejenigen Amplituden, bei denen zwischen Linse und Brennpunkt ein größerer Abstand besteht, haben dadurch eine größere Phasenverschiebung. Dies wird mit der Linse ausgeglichen, indem die erstgenannten Amplituden durch die Transmission eine geringere Phasenverschiebung innerhalb der Linse erleiden als die anderen.

⁵CRL steht für „compound refractive lens“. Eine ausführliche Darstellung des Themas ist in [Tüm00, LSR⁺99, LST⁺99] zu finden.

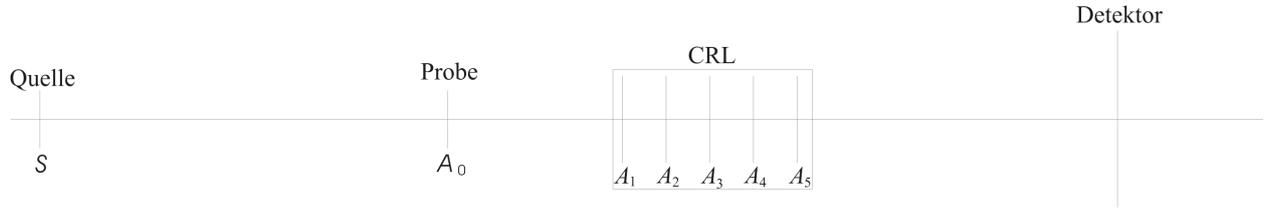


Abbildung 4.3: Röntgenmikroskop. Die Probe wird mittels zusammengesetzter parabolischer refraktiver Röntgenlinsen in die Detektorebene abgebildet. Die Zeichnung ist nicht maßstabsgetreu. Die Quelle ist sehr viel weiter von der Probe entfernt als in der Zeichnung angedeutet. Siehe auch [SBG⁺02].

Den Gesamtaufbau des Röntgenmikroskops zeigt Abbildung 4.3. Die wechselseitige Intensitätsfunktion $J_D(Q', Q'')$ in der Detektorebene kann nun analog zu Abschnitt 4.7 berechnet werden. Es folgt:

$$\begin{aligned}
 J_D(Q', Q'') = & \iint_{\mathcal{S}} dS' \iint_{\mathcal{S}} dS'' \iint_{\mathcal{A}_0} dP'_0 \iint_{\mathcal{A}_0} dP''_0 \cdots \iint_{\mathcal{A}_N} dP'_N \iint_{\mathcal{A}_N} dP''_N J_Q(S', S'') L(|S' P'_0|) L^*(|S'' P''_0|) \\
 & \cdot T_P(P'_0) T_P^*(P''_0) \prod_{n=1}^N K(|P'_{n-1} P'_n|) K^*(|P''_{n-1} P''_n|) T_L(P'_n) T_L^*(P''_n). \quad (4.46)
 \end{aligned}$$

\mathcal{S} ist die Querschnittsfläche und J_Q die wechselseitige Intensitätsfunktion der Quelle. \mathcal{A}_0 ist die Querschnittsfläche der Probe und J_0 die wechselseitige Intensitätsfunktion hinter der Probenebene kurz nach Passieren der Probe. $\mathcal{A}_1 \dots \mathcal{A}_N$ sind die Querschnittsflächen der N Linsen und J_n ist die wechselseitige Intensitätsfunktion hinter der Linse mit der Nummer n ($n=1 \dots N$, N Anzahl der Linsen) kurz nach Durchqueren derselben.

Kapitel 5

Hochauflösende Röntgenkamera

Im Kapitel 3 „Röntgendetektoren“ habe ich bereits kurz beschrieben, welche Arten von Detektoren für Röntgenstrahlung zur Verfügung stehen. Zum zweidimensionalen Abbilden mit harter Röntgenstrahlung stellte sich ein Detektor, bestehend aus einer CCD-Kamera mit indirekter Röntgenbestrahlung als besonders geeignet heraus. Die Variante mit Faseroptik führt zu einem kompakten Aufbau des Detektors und zu recht guten Quantenausbeuten. Im Gegensatz dazu ist die Quantenausbeute bei der Variante mit Linsenoptik wegen der begrenzten numerischen Apertur des Objektivs schlechter. Geht es aber um besonders hohe Ortsauflösung, ist der Einsatz einer vergrößernden Mikroskopoptik die erste Wahl. Ziel dieser Diplomarbeit war das Entwickeln eines solchen hochauflösenden Röntgendetektors für vergrößerndes Abbilden mit Röntgenstrahlung. In diesem Kapitel werde ich erläutern, worauf beim Bau einer hochauflösenden Röntgenkamera geachtet werden muss und werde den Aufbau unserer Röntgenkamera beschreiben.

5.1 Anforderungen an den Detektor

Der zu entwickelnde Detektor soll eine möglichst hohe Ortsauflösung erreichen. Zumindest sollte er Ortsauflösungen erreichen, wie sie auch vergleichbare Detektoren aufweisen. Die weltweit zur Zeit im Einsatz befindenden Detektoren haben Auflösungen von $200 \frac{\mu\text{p}}{\text{mm}}$ ¹ oder schlechter. Einige speziell für hohe Auflösungen konzipierte Detektoren erreichen auch Werte über $500 \frac{\mu\text{p}}{\text{mm}}$, was jedoch sehr auf Kosten der Detektorquanteneffizienz geht.

Neben einer möglichst hohen Ortsauflösung sollte der Detektor eine größtmögliche Detektorquanteneffizienz (DQE) besitzen. Die DQE beschreibt den Einfluss des Detektors auf das Signal-Rauschverhältnis. Sie ist definiert als das Quadrat des Quotienten aus dem Signal-Rauschverhältnis SNR_0 am Eingang und dem Signal-Rauschverhältnis SNR_1 am Ausgang des Detektors, also

$$DQE = \left(\frac{SNR_1}{SNR_0} \right)^2. \quad (5.1)$$

¹Bei einem Kontrast von 10%.

Ein perfekter Detektor würde dem Eingangssignal kein weiteres Rauschen hinzufügen, die DQE hätte dann den Wert 1. Ein unbrauchbarer Detektor würde unabhängig vom Eingangssignal nur Rauschen liefern, er hätte einen DQE-Wert von Null. Das Eingangssignal eines Detektors durchläuft mehrere Prozesse, die alle zur Verschlechterung der DQE führen. Wenn von jedem Prozess der Verstärkungsfaktor η_i und die Varianz v_i des Rauschens bekannt sind, lässt sich die DQE wie folgt berechnen [KHM⁺95, Rav98]:

$$DQE = \frac{1}{1 + v_1 + \frac{v_2}{\eta_1} + \frac{v_3}{\eta_1\eta_2} + \dots}. \quad (5.2)$$

Dabei sollen die Prozesse so nummeriert sein, dass ein Prozess eine kleinere Nummer bekommt, wenn er an früherer Stelle im System auftritt. Der Verstärkungsfaktor η_i kann sehr unterschiedliche Werte annehmen. Er kann viel kleiner als 1 sein, was zum Beispiel bei der Absorption in einem sehr dünnen Szintillator der Fall ist. Andererseits kann er auch sehr große Werte annehmen, wie die Konversion eines Röntgenphotons in sehr viele Fluoreszenzphotonen zeigt. Damit der Detektor eine hohe DQE hat, müssen die Verstärkungsfaktoren hoch und die Varianzen niedrig sein. Die Varianzen sind nicht unabhängig von den Verstärkungsfaktoren, sondern werden direkt von ihnen beeinflusst. Für sehr große und sehr kleine η -Werte² gilt der Zusammenhang

$$v_i = \frac{1}{\eta_i}. \quad (5.3)$$

Man kann Gleichung 5.2 also schreiben als

$$DQE = \frac{1}{1 + \frac{1}{\eta_1} + \frac{1}{\eta_1\eta_2} + \frac{1}{\eta_1\eta_2\eta_3} + \dots}. \quad (5.4)$$

Anhand dieser Formel sieht man bereits, dass der negative Einfluss eines Prozesses mit sehr kleinem Verstärkungsfaktor auf die DQE umso schlimmer ist, je weiter vorn er im System auftritt. Dies gilt insbesondere für die Absorption von Röntgenstrahlung im Szintillator.

Weitere wichtige Anforderung an den Detektor sind das fehlerfreie Abbilden durch die vergrößernde Optik und die Möglichkeit zur digitalen Verarbeitung der Daten verbunden mit der Möglichkeit, Online-Auswertungen vorzunehmen.

5.2 Szintillator

Die Aufgabe des Szintillators ist das Konvertieren der eintreffenden Röntgenstrahlung in sichtbares Licht. Idealerweise geschieht dieses Konvertieren innerhalb einer zum Röntgenstrahl senkrechten Konvertierungsebene der Dicke Null, wobei die Verteilung der Intensität $I_r(x, y)$ des Röntgenstrahlungsfeldes dieser Ebene identisch auf die Intensitätsverteilung $I_s(x, y)$ des sichtbaren Lichtfeldes dieser Ebene übertragen wird. Um diesen Idealfall

²In unserem Detektor treten nur diese beiden Fälle auf.

zu erhalten, müsste ein Photon bei Erreichen der Konvertierungsebene (am Punkt P) mit einer Wahrscheinlichkeit von 1 absorbiert werden, woraufhin der Punkt P der Ausgangspunkt einer Anzahl N_s an Photonen im sichtbaren Wellenlängenbereich wäre. Wenn das Röntgenphoton die Energie E_r hat und die sichtbaren Photonen die Energie E_s , so sollten also idealerweise $N_s = \frac{E_r}{E_s}$ sichtbare Röntgenphotonen nach der Absorption bei P in der Konvertierungsebene entstehen. Mit einer Mikroskopoptik könnte man dann diese Konvertierungsebene auf einen CCD-Chip abbilden. Die Ortsauflösung des Detektors wäre in diesem Fall von der numerischen Apertur des Mikroskopobjektivs, der Wellenlänge des Fluoreszenzlichts, der Vergrößerung des Mikroskops und der Pixelgröße des CCD-Chips abhängig, aber nicht durch den Szintillator begrenzt. Die Realität weicht jedoch von diesem Idealfall ab. Wenn nämlich die Szintillatorschicht aus nur wenigen Atomlagen bestünde, würde nur ein sehr geringer Bruchteil der eintreffenden Röntgenphotonen absorbiert, der Rest ginge einfach ungehindert durch den Szintillator hindurch. Die detektierbare Quanteneffizienz DQE wird wesentlich durch die Absorption beeinflusst. Je schlechter die Absorption, desto schlechter die DQE. Um eine genügend hohe Absorption zu erreichen, muss die Szintillatorschicht hinreichend dick sein. Selbst Festkörper hoher Kernladungszahlen wie Blei, Uran, Gold oder Platin haben Eindringtiefen für harte Röntgenstrahlung (ab 5keV) von einigen Mikrometern. Bei leichteren Elementen steigt die Einfingtiefe rasch bis auf mehrere hundert Mikrometer. Szintillatoren mit Dicken unter $1\mu\text{m}$ weisen eine derart niedrige Absorption auf, dass sie selbst bei Synchrotronstrahlungsquellen mit hoher Brillanz viel zu lange Belichtungszeiten erfordern würden. Die Punkte P im Szintillator, wo die Konvertierung stattfindet, liegen also nicht in einer beliebig dünnen Ebene, sondern in einer Schicht mit einer Dicke z von einigen Mikrometern. Diese Mindestdicke führt jedoch unter Umständen zu einer Reduzierung der Ortsauflösung des Detektors, denn das Mikroskop kann nicht auf sämtliche Ebenen der Szintillatorschicht scharfgestellt werden. Alle Ebenen der Szintillatorschicht, auf die das Mikroskop nicht scharfgestellt worden ist, tragen zu einer zusätzlichen Verwaschung des Bildes bei. Es muss also ein Kompromiss zwischen hoher Auflösung (dünner Szintillator) und hoher DQE (dicker Szintillator) gefunden werden. Der Einfluss der Dicke des Szintillators auf die Ortsauflösung des Detektors hängt von der Schärfentiefe d_T der Mikroskopoptik ab, die ihrerseits von der numerischen Apertur NA des Mikroskopobjektivs abhängt ($d_T \propto \frac{\lambda}{(NA)^2}$). Bei sehr kleinen numerischen Aperturen ist die Schärfentiefe sehr groß, so dass die Auflösung d_{res} hauptsächlich beugungsbegrenzt und daher unabhängig von der Dicke des Szintillators ist ($d_{res} \propto \frac{\lambda}{NA}$). Das bedeutet, dass es keinen Sinn macht, einen sehr dünnen Szintillator zu verwenden, wenn gleichzeitig ein Objektiv mit kleiner numerischer Apertur verwendet wird. Andererseits darf bei einem sehr dicken Szintillator das verwendete Objektiv keine zu hohe numerische Apertur haben, denn aufgrund der niedrigen Schärfentiefe wird die Auflösung mit zunehmender numerischer Apertur immer schlechter. In Abbildung 5.1 wird dies beispielhaft für verschiedene Szintillatordicken gezeigt. Daraus wird ersichtlich, dass Szintillator und Objektiv gut aufeinander abgestimmt sein müssen.

Bei dem eingangs des Abschnitts angesprochenen Idealfall wurde eine weitere Annahme gemacht, die in der Realität nicht zutrifft, und zwar wurde angenommen, dass die Umwandlung eines Röntgenphotons in lauter niederenergetischer Photonen (sichtbarer Wel-

lenlängenbereich) innerhalb eines beliebig kleinen Raumvolumens stattfindet. Aufgrund diverser Sekundärprozesse, die zwischen Absorption des Röntgenquants und Emission eines der Fluoreszenzphotonen stattfinden, kann zwischen dem Ort P_r der Absorption und dem Ort P_s der Emission ein gewisser Abstand r bestehen. Die Funktion $V(r)$, die die Wahrscheinlichkeit angibt, dass ein Fluoreszenzphoton im Abstand r emittiert wird, kann mittels Computersimulationen bestimmt werden. In [KRSS98] wurde dies für einen mit Cer dotierten YAG-Einkristall der Dicke $5\mu\text{m}$ durchgeführt.

Abbildung 5.2 zeigt, dass unabhängig von der Energie der Röntgenstrahlung 90% der Energie in einem Raumbereich deponiert wird, dessen Durchmesser kleiner als 100nm beträgt. 99% der Energie wird in einem etwa 800nm großen Raumbereich deponiert. Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Fluoreszenzphoton in einem Abstand größer als 100nm vom Ort der Absorption emittiert wird, sollte also 10% betragen und dass der Abstand größer als 800nm ist, sollte bereits kleiner als 1% sein. Bei dieser Überlegung wird vorausgesetzt, dass die deponierte Energie proportional zu $V(r)$ ist. In Abbildung 5.2 wurde ein $5\mu\text{m}$ dicker YAG:Ce-Szintillator betrachtet. Es ist anzunehmen, dass bei anderen einkristallinen Szintillatoren die Verhältnisse ähnlich sind. Wenn man 10% Kontrast als Kriterium für die Ortsauflösung nimmt, wird die Ortsauflösung durch den Effekt der verstreuten Energiedeponierung auf 100nm beschränkt. Dieser Wert ist bereits niedriger als die Wellenlänge des Fluoreszenzlichts. Um von einem CCD-Chip hinreichend gut detektiert werden zu können, muss das Fluoreszenzlicht eine Wellenlänge von 400nm bis 800nm haben, so dass die Ortsauflösung von vornherein nicht besser als einige 100nm sein wird. Der Effekt der verteilten Energiedeponierung hat somit keinen wesentlichen Einfluss auf die Ortsauflösung des Detektors. Weiterhin ist zu beachten, dass nicht die gesamte Energie des absorbierten Röntgenphotons für die Emission von Fluoreszenzlicht verwendet wird. Ein großer Anteil führt lediglich zum Erwärmen des Szintillators. Es werden also nicht $\frac{E_r}{E_s}$ Fluoreszenzphotonen pro absorbiertem Röntgenquant erzeugt, sondern nur ein Bruchteil $\eta_{r/s} \frac{E_r}{E_s}$. Der Faktor $\eta_{r/s} < 1$ hängt davon ab, aus welchem Material der Szintillator besteht, von der Dotierung, der Konzentration der Dotierung und der Röntgenenergie. Für große DQE-Werte sollte $\eta_{r/s}$ nicht zu niedrig sein. Brauchbare Szintillatoren haben Werte zwischen 1% und 10%.

Herkömmliche Röntgendetektoren verwenden meistens einen YAG-Einkristall, der mit Ce dotiert ist. Der YAG-Kristall absorbiert die Röntgenphotonen, und die Ce-Störstellen dienen als Farbzentren. YAG:Ce emittiert Fluoreszenzlicht in einem breiten Spektralbereich zwischen 500nm und 650nm, so dass das Fluoreszenzlicht von einer CCD-Kamera gut detektiert werden kann. Der Nachteil von YAG ist die vergleichsweise hohe Eindringtiefe³ für harte Röntgenstrahlung und eine damit verbundene schwache Absorption. Bessere Absorption erhält man mit LAG ($\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), denn Luthetium hat aufgrund seiner Ordnungszahl von $Z=71$ eine deutlich bessere Absorptionswahrscheinlichkeit für harte Röntgenstrahlung als Yttrium, dessen Ordnungszahl $Z=39$ beträgt (siehe Abbildung 5.3). Die Eindringtiefe ist für YAG über weite Energiebereiche um mindestens einen Faktor 10 höher als für LAG. Gerade bei sehr dünnen Szintillatoren für höchste Ortsauflösungen kommt es auf niedri-

³Gemeint ist die Tiefe, bei der die Intensität auf $\frac{1}{e}$ abgefallen ist.

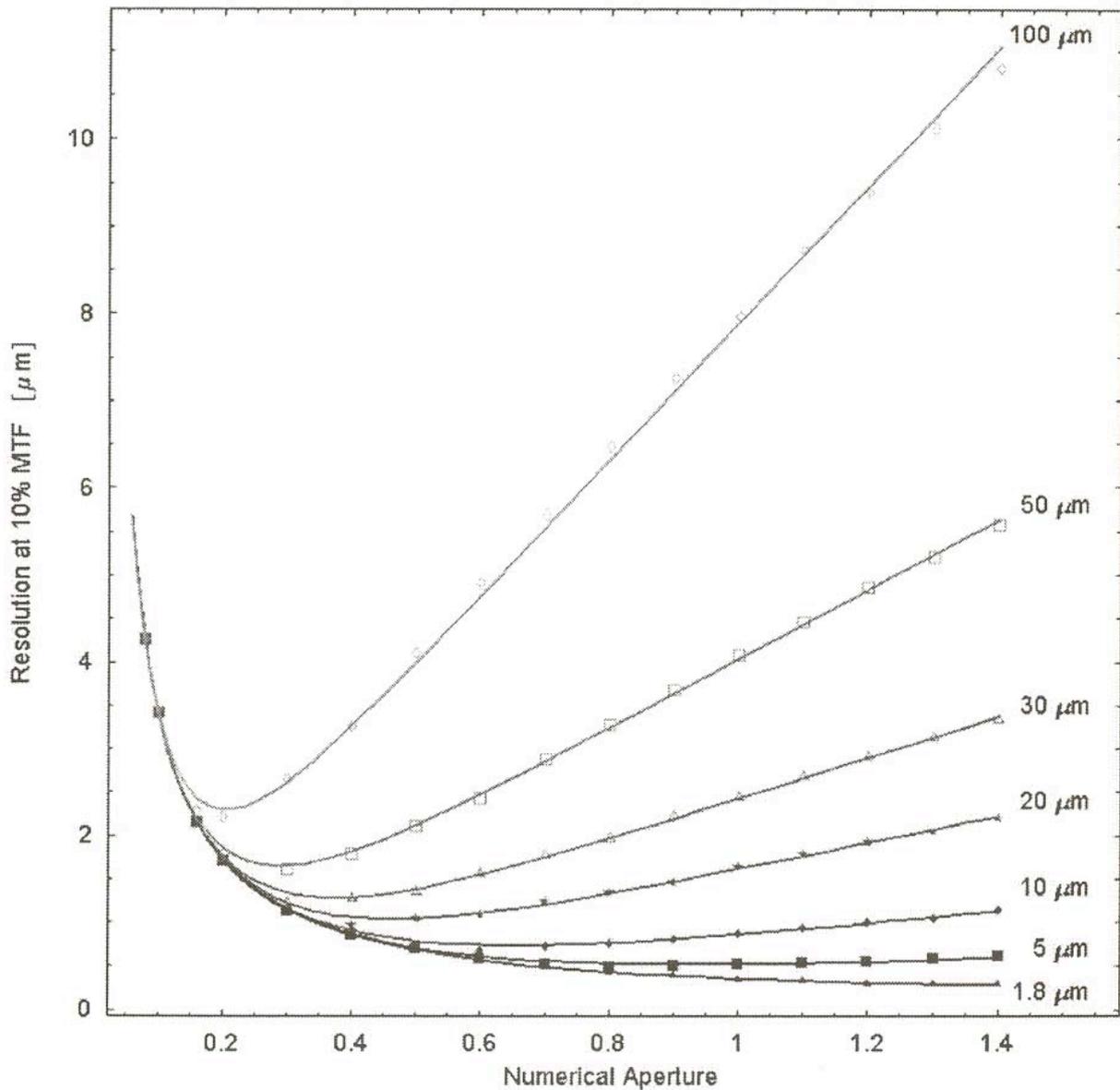


Abbildung 5.1: Theoretisches Auflösungsvermögen (bezogen auf 10% MTF) in Abhängigkeit der numerischen Apertur für ein lichteoptisches System mit Szintillatoren verschiedener Dicken [SBW⁺02].

ge Eindringtiefen an, deshalb haben wir nicht YAG, sondern LAG als Szintillatormaterial verwendet.

Als Dotierelement kommen solche Elemente in Frage, deren Fluoreszenzlinie möglichst im für CCD-Chips empfindlichen Wellenlängenbereich liegt, also sichtbares Licht bis nahes Infrarot (Siehe Abbildung 5.7). Außerdem sollte ein möglichst hoher Anteil der Röntgenphotonenergie in Fluoreszenzlichtenergie umgesetzt werden. Wir haben uns für Terbium als

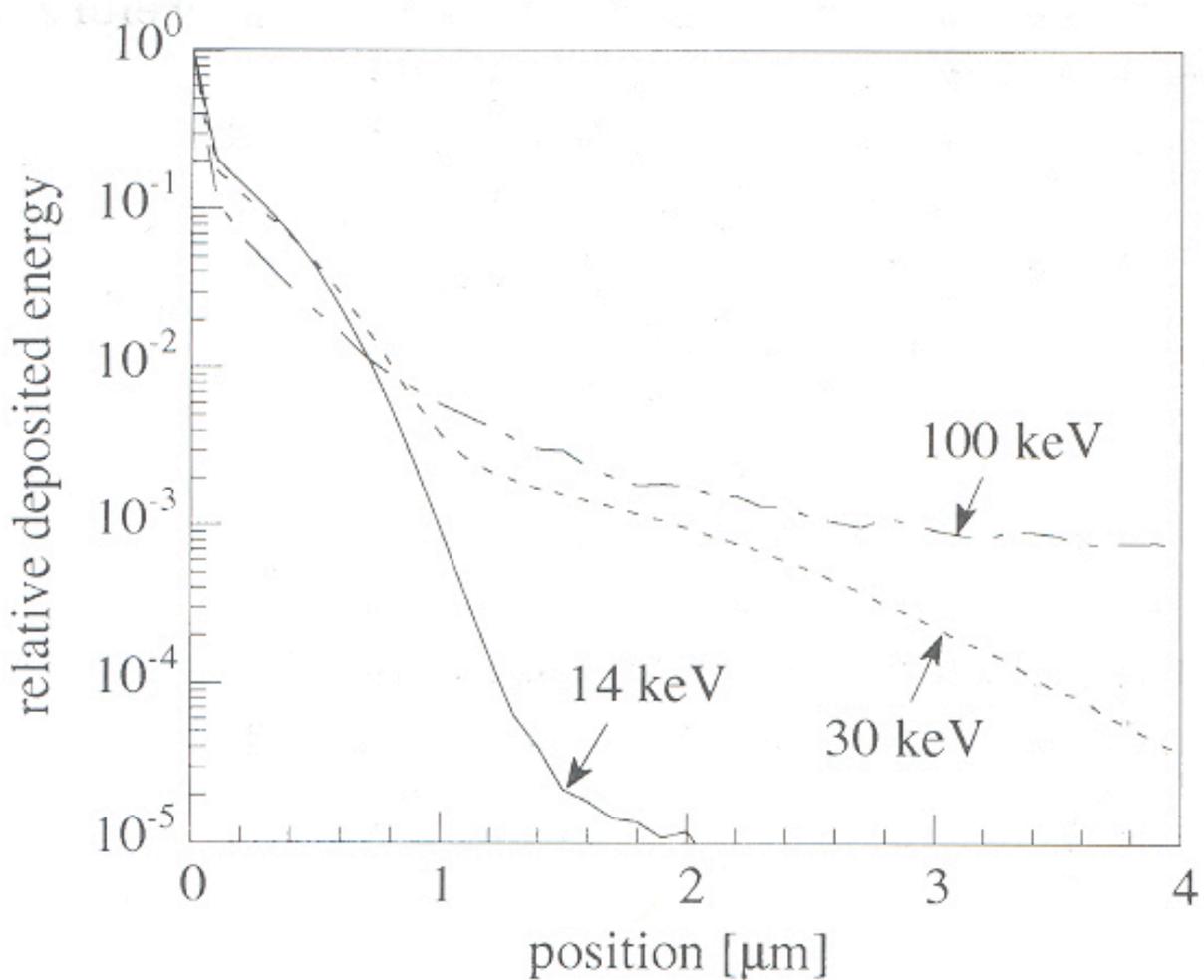


Abbildung 5.2: Energieverteilung absorbierter Röntgenphotonen. Die Daten beruhen auf einer Montecarlo-Simulation. Es wurde ein $5\mu\text{m}$ dicker YAG:Ce-Szintillator auf einem $100\mu\text{m}$ dicken YAG-Substrat zugrunde gelegt [KRSS98].

Dotierelement entschieden. Das in LAG eindotierte Terbium hat sein Emissionsmaximum bei einer Wellenlänge von 550nm . Die Quanteneffizienz des von uns verwendeten Kodak-CCD-Chips beträgt bei dieser Wellenlänge ca. 55% . Die meisten Nebenmaxima liegen bei Wellenlängen zwischen 350nm und 500nm , also in einem Bereich, für den die Quanteneffizienz unseres Kodak-Chips mit Werten zwischen 30% und 45% schon deutlich niedriger als das Maximum ist. Ein wenig besser sähe es bei Europium als Dotierelement aus. Hier liegen die beiden Maxima bei 580nm und bei 700nm . Bei 580nm liegt gerade das Maximum der Quanteneffizienz des CCD-Chips, welches ca. 68% beträgt. Das andere Emissionsmaximum von Europium wird vom CCD-Chip mit einer Effizienz von 55% detektiert. Aus diesem Grund wäre es besser gewesen, Eu als Dotierelement anstelle von Tb zu verwenden. Dies war jedoch zum Zeitpunkt der Entscheidungsfindung nicht bekannt, so dass unser Detektor zur Zeit mit

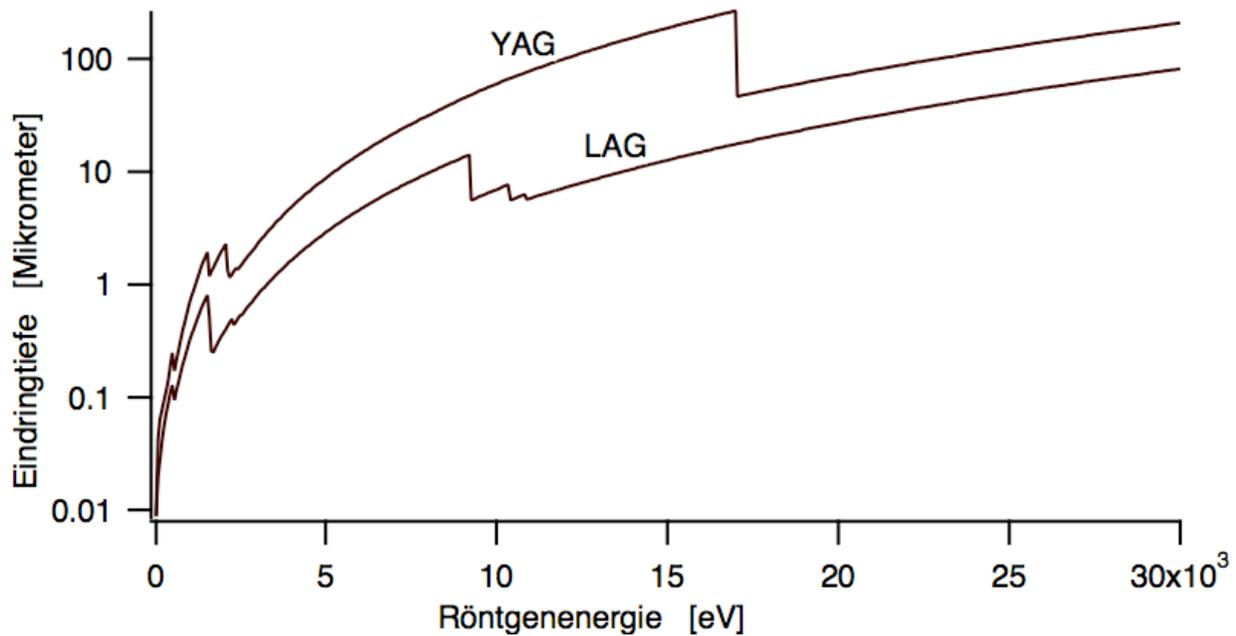


Abbildung 5.3: Eindringtiefe von harter Röntgenstrahlung in YAG und LAG in Abhängigkeit der Röntgenenergie. In allen Energiebereichen ist die Eindringtiefe von LAG wesentlich niedriger als bei YAG [Web03a].

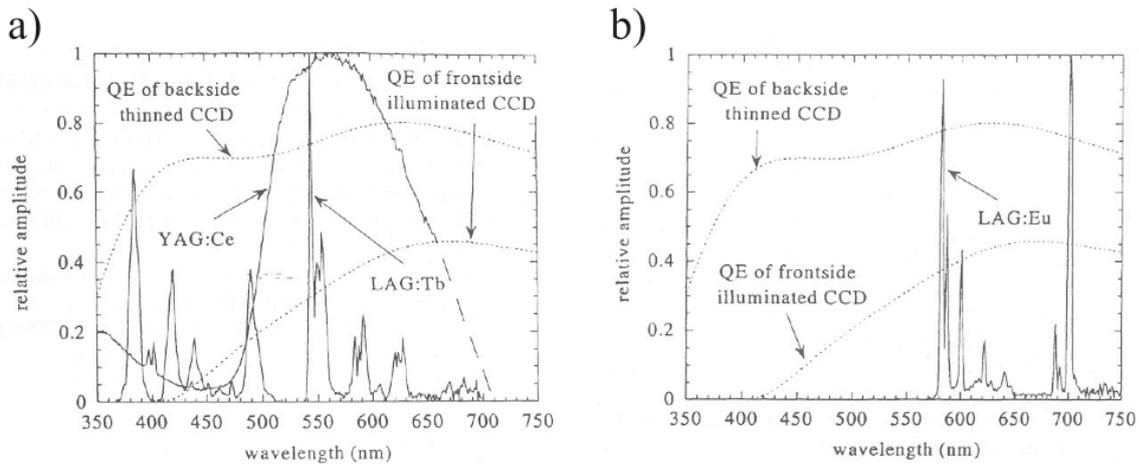


Abbildung 5.4: Emissionsspektren von LAG:Tb und LAG:Eu. Mit eingezeichnet sind die Kurven der spektralen Empfindlichkeit typischer CCD-Chips [KPH⁺99].

Szintillatoren ausgestattet ist, die mit Terbium dotiert sind. Bei einer weiteren Bestellung von Szintillatoren wird daher das Terbium durch Europium ersetzt werden.

Eine weitere wichtige Eigenschaft eines Szintillators ist sein Abklingverhalten. Nach Abschalten der Bestrahlung des Szintillators mit Röntgenlicht leuchtet der Szintillator noch eine zeitlang weiter. Je langsamer dieses Nachleuchten abklingt, desto problematischer wird das

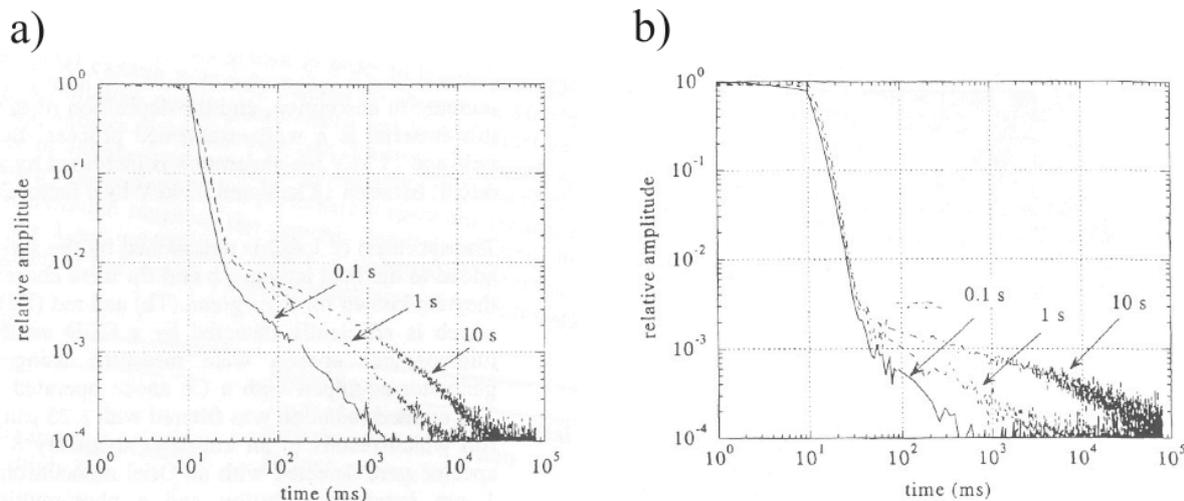


Abbildung 5.5: Nachleuchten von a) LAG:Tb und b) LAG:Eu [KPH⁺99].

kurze Nacheinanderausführungen von Belichtungen. Es stellt sich heraus, dass Europium auch in dieser Hinsicht besser abschneidet als Terbium. Abbildung 5.5 zeigt das Nachglühverhalten von LAG:Eu und LAG:Tb bei verschiedenen Belichtungsdauern, einer Röntgenenergie von 8keV und einer Intensität von $10^6 \frac{\text{ph}}{\text{s mm}^2}$. Während der ersten 10 Millisekunden bleibt die Fluoreszenzintensität fast unverändert, aber nach 100ms ist die Amplitude auf 0,1% der Ausgangsintensität abgefallen, und zwar für Belichtungszeiten bis 10 Sekunden. Da die Auslesegeschwindigkeit unserer Kamera Belichtungsintervalle von unter 1s nicht zulässt, führt das Nachglühverhalten des Szintillators in dieser Hinsicht zu keiner Einschränkung. Das Nachglühen wird zwar für länger werdende Belichtungszeiten immer stärker, aber gerade bei Anwendungen mit langen Belichtungszeiten kommt es meistens nicht so sehr auf schnelles Abklingen an.

Wir hatten die Firma LETI/DOPT⁴ beauftragt, 4 Szintillatoren wachsen lassen, jeweils bestehend aus einer 170 μm dicken LAG-Substratschicht und einer dünnen LAG:Tb-Schicht. Das Verfahren zur Herstellung der Szintillatoren wird in [KPH⁺99] beschrieben. Die Tb-Konzentration beträgt 4%, denn bei diesem Wert ist $\eta_{r/s}$ maximal [KPH⁺99]. Die dotierten Schichten haben Dicken von 5 μm , 10 μm , 20 μm und 50 μm . Die beiden dünnsten Szintillatoren sind für Anwendungen am Synchrotron vorgesehen, bei denen es um höchste Ortsauflösung geht. Die beiden dickeren Szintillatoren werden für Experimente an der Röntgenröhre verwendet. Hier ist der Photonenfluss so niedrig, dass die dünneren Szintillatoren nicht empfindlich genug sind. Wegen ihrer höheren Absorption können die beiden dickeren Szintillatoren auch für die Justage an Synchrotrons eingesetzt werden, da sie nur sehr kurz belichtet zu werden brauchen.

⁴Laboratoire d'Electronique de Technologie de l'Information, CEA Grenoble.

5.3 Mikroskop

Das Mikroskop dient dem Abbilden der aktiven Schicht des Szintillators auf den CCD-Chip. Gebaut wurde es von der Firma Optique Peter⁵. Das Mikroskop sollte den folgenden Anforderungen genügen.

1. Es müssen mehrere geeignete Vergrößerungen einstellbar sein.
2. Der gesamte CCD-Chip (18,1mm mal 27,5mm) soll gleichmäßig ausgeleuchtet sein.
3. Die Abbildung soll verzerrungsfrei sein.
4. Auf dem Weg vom Szintillator zum CCD-Chip sollen möglichst wenig Photonen verlorengehen.
5. Der CCD-Chip muss vor direkter Bestrahlung durch harte Röntgenstrahlung geschützt sein.
6. Auf den CCD-Chip darf ausschließlich das im Szintillator erzeugte Fluoreszenzlicht treffen (aber kein Streulicht usw.)

Die Pixelgröße eines CCD-Chips beträgt mindestens $6\mu\text{m}$, so dass der Szintillator vergrößert abgebildet werden muss, damit Auflösungen im Mikrometerbereich erreicht werden können. Unsere CCD-Kamera hat eine Pixelgröße von $d_{\text{pixel}} = 9\mu\text{m}$. Damit wir Strukturen auf dem Szintillator auflösen können, die nur $r_{\text{res}} = 1\mu\text{m}$ groß sind, muss nach dem Abtasttheorem eine Vergrößerung von mindesten $V_{\text{min}} = 2 \frac{d_{\text{pixel}}}{r_{\text{res}}} = \frac{29\mu\text{m}}{1\mu\text{m}} = 18$ eingesetzt werden. Mit Faseroptiken ist eine derartige Vergrößerung nicht zu bewerkstelligen, dies schafft nur ein gutes Lichtmikroskop. Unser Mikroskop besteht aus einem Objektivrevolver, der 3 Objektive gleichzeitig beherbergen kann, einem Umlenkspiegel (Siehe Punkt 5) und einem Projektiv⁶. Die für das Mikroskop benutzten Objektive sind hochwertige Planapochromate mit Vergrößerungen zwischen 2fach und 20fach (Siehe Tabelle 5.3). Zusammen mit dem 2fach vergrößernden Projektiv erhalten wir Gesamtvergrößerungen zwischen 4fach und 40fach.

Objektiv	NA	Arbeitsabstand [mm]	Gesamtvergrößerung
2x PLAPO	0,08	6,20	4
5x UMPLFL	0,15	20,00	10
10x UPLAPO	0,40	3,10	20
20x UPLAPO	0,70	0,65	40

Tabelle 5.1: Liste der für die Röntgenkamera zur Verfügung stehenden Objektive.

Das Scharstellen des Mikroskops geschieht mit einem Schrittmotor, der das Objektiv entlang der optischen Achse mit ca. $2\mu\text{m}$ Genauigkeit verschieben kann. Da mit zunehmender Vergrößerung die numerische Apertur NA des Objektivs größer wird, nimmt wegen

⁵Optique Peter, Ingenierie Optique Mécanique, Lyon.

⁶Im Gegensatz zu einem Okular erzeugt ein Projektiv ein reelles Bild.

$d_T \propto \frac{\lambda}{(NA)^2}$ die Schärfentiefe d_T des Mikroskops ab. Im Experiment hat sich gezeigt, dass die Schärfentiefe beim 20fach-Objektiv nur wenige Mikrometer beträgt. Verwendet man also den 5 Mikrometer dicken Szintillator, so muss man in der Lage sein, das Objektiv tatsächlich mikrometergenau verfahren zu können, um die Szintillatorebene scharfzustellen. Folglich wird die Genauigkeit des Schrittmotors von $2\mu\text{m}$ zwingend benötigt.

Der Punkt 2 stellt sicher, dass keine wertvolle CCD-Sensorfläche ungenutzt bleibt, dass also jeder Teil des Chips in gleicher Weise als Detektionsfläche verwendet werden kann. Hierfür ist der Punkt 3 mindestens genauso wichtig, denn das Ausleuchten des gesamten CCD-Chips macht nur Sinn, falls auch die Randgebiete verwendet werden können, was nur gewährleistet ist, wenn sie das Abbild nicht verzerren. Die für das Mikroskop verwendeten Linsensysteme sind so aufeinander abgestimmt, dass die gesamte Bildfläche gleichzeitig scharf und verzerrungsfrei ist.

Punkt 4 ist wichtig für ein gutes Signal-Rausch-Verhältnis. Um einen hohen DQE-Wert zu erreichen, muss ein möglichst hoher Anteil der Fluoreszenzphotonen den Chip erreichen. Bei Linsensystemen hat man immer das Problem einer relativ niedrigen numerischen Apertur. Die Fluoreszenzphotonen werden in den gesamten Raumwinkel von 4π emittiert, aber wegen der niedrigen numerischen Apertur wird nur ein kleiner Bruchteil von dem Objektiv eingefangen. Billige Objektive haben z.T. numerische Aperturen von weniger als 0,05. Es wird also nur der Bruchteil von $\frac{2\pi R^2(1-\cos(\theta))}{4\pi R^2} = 2\pi(1-\cos(\theta)) \approx 6 \cdot 10^{-4}$ an Photonen eingesammelt. Um Forderung 4 zu erfüllen, wurde bei den Objektiven auf eine möglichst hohe numerische Apertur geachtet. Neben der besseren Photonenausbeute hat dies den weiteren Vorteil, dass die beugungsbegrenzte Auflösung des Mikroskops besser wird, die ja proportional zum Kehrwert der numerischen Apertur des Objektivs ist. Die numerischen Aperturen der Objektive sind in der Tabelle 5.3 aufgelistet.

Der Forderung 5 wird genüge getan, indem die Fluoreszenzstrahlung mittels eines Spiegels im rechten Winkel zur Röntgenstrahlrichtung abgelenkt wird. Dabei muss beachtet werden, dass die Reflektivität des Spiegels für das Fluoreszenzlicht nahezu 1, für die harte Röntgenstrahlung hingegen Null sein muss. Letzteres ist bei einem Einfallswinkel von 45° automatisch erfüllt. Die Reflektivität bei Aluminiumoberflächen beträgt zum Beispiel weniger als 10^{-10} , bei anderen Oberflächen verhält es sich ähnlich. Spiegeloberflächen mit spezieller Beschichtung haben heutzutage Reflektivitäten für sichtbares Licht von nahezu 100%. Das Hauptproblem beim Spiegel ist weniger die Reflektivität als vielmehr die Planarität. Es muss gewährleistet sein, dass die gesamte Spiegelfläche möglichst wenig von einer idealen Ebene abweicht, da sonst keine verzerrungsfreie Abbildung zustande kommt. Alternativ zum einfachen ebenen Spiegel kämen diverse Prismen in betracht. Diese arbeiten mittels Totalreflexion, so dass die Reflektivität quasi 1 ist. Der Nachteil von Prismen ist die mit der Zeit auftretende Schwärzung des Prismenmaterials. Da dieses für sichtbares Licht durchsichtig sein muss, kommen Metalle nicht in Frage. Gläser oder Kunststoffe erleiden jedoch mit der Zeit Strahlenschäden, die zur Abnahme der Durchsichtigkeit für sichtbares Licht führen. Da die Reflektivität ebener Spiegel bei weitem ausreicht und die Reflexionseigenschaften eines Metallspiegel durch die Bestrahlung mit harter Röntgenstrahlung nicht beeinträchtigt wird, wurde in unser Mikroskop ein einfacher Spiegel zum Umlenken des Lichtstrahls eingebaut.

Um zu verhindern, dass Umgebungsstreulicht auf den CCD-Chip trifft, sind der CCD-Chip, der Szintillator und die gesamte Mikroskoptik innerhalb eines lichtdichten Gehäuses untergebracht. Die zu messende Röntgenstrahlung kann durch eine dünne Aluminiumfolie in das Innere gelangen. Nur ein Bruchteil des im Szintillator entstehenden Fluoreszenzlichts wird von der Apertur des Objektivs direkt eingefangen, der Rest gelangt an das Gehäuse des Szintillatorhalters und an die Aluminiumfolie des Eintrittslochs. Dort darf dieses Licht nicht reflektiert, sondern muss möglichst vollständig absorbiert werden, da ansonsten störende Reflexe entstehen. Daher muss die Innenseite der Aluminiumfolie wie auch das gesamte restliche Innere des Gehäuses geschwärzt sein.

5.4 CCD-Kamera

Die für den Röntgendetektor verwendete CCD-Kamera wurde von der Firma DTA in Pisa gebaut und trägt die Bezeichnung „Chroma C3“. Der CCD-Chip von Kodak (KAF6003E) besitzt 3072 mal 2048 Pixel bei einer Pixelgröße von $9\mu\text{m}$. Die sensitive Fläche des Chips beträgt 27,5mm mal 18,1mm. Mit den zur Verfügung stehenden Objektiven erreichen wir somit Detektionsflächen im Szintillator zwischen $680\mu\text{m}$ mal $450\mu\text{m}$ (20fach-Objektiv) und 6,8mm mal 4,5mm (2fach-Objektiv). Die Pixelgröße auf dem Szintillator liegt zwischen 225nm (20fach-Objektiv) und $2,25\mu\text{m}$ (2fach-Objektiv). Der CCD-Chip hat eine Güte vom Grad 1, das heißt, es gibt nur sehr wenige defekte Pixel, keine defekten Cluster und auch keine defekten Pixelreihen⁷. Um eine bestmögliche Dynamik zu haben, wurde bei der Wahl der Kamera auf eine hohe Elektronenkapazität, ein niedriges Dunkelrauschen und ein niedriges Ausleserauschen geachtet. Die Elektronenkapazität gibt an, wie viele Elektronen pro Pixel gesammelt werden können, ohne dass es zu Sättigung oder Überlauf kommt. Typische Werte sind 10^4 bis 10^6 Elektronen pro Pixel. Unsere Kamera hat eine Elektronenkapazität von 10^5 Elektronen je Pixel. Um den Dunkelstrom zu minimieren, kann die Kamera gekühlt werden. Bei voller Kühlleistung wird ein Temperaturunterschied zur Umgebung von 40K erreicht. Der Hersteller gibt an, dass bei einer CCD-Temperatur von -25 Grad Celsius ein Dunkelrauschen von nur 0,2 Elektronen je Pixel und Sekunde auftritt. Das Ausleserauschen ist abhängig von der Auslesegeschwindigkeit. Je nach Bedarf lässt sich eine Auslesegeschwindigkeit zwischen $40\frac{\text{KPixel}}{\text{s}}$ und maximal $2,5\frac{\text{MPixel}}{\text{s}}$ einstellen. Je nach Anwendung muss ein Kompromiss zwischen schnellem Auslesen (aber hohem Rauschen) und niedrigem Ausleserauschen (langsameres Auslesen) gefunden werden. Bei einer Auslesegeschwindigkeit von $1,5\frac{\text{MPixel}}{\text{s}}$ garantiert der Hersteller, dass die Standardabweichung des Ausleserauschsens kleiner als 20 Elektronen beträgt. Bei einer Elektronenkapazität von 10^5 Elektronen bedeutet dies bei sehr kurzen Belichtungszeiten einen dynamischen Bereich von über 12bit. Diese 12bit gehen durch den A/D-Wandeln nicht verloren, denn der A/D-Konverter ist für 14bit ausgelegt. Mit dem integrierten Shutter können Belichtungszeiten von 10ms oder höher vorgenommen werden. Ein schnellerer Shutter wäre für unsere Zwecke nicht sinnvoll, denn der Röntgenphotonenfluss ist

⁷Gilt bei Auslieferung des CCD-Chips. Mit zunehmender Lebensdauer des Chips können durchaus noch mehr Pixel zu Schaden kommen.

in der Regel selbst am Synchrotron am ESRF so niedrig, dass die Belichtungszeiten in der Größenordnung von 1s und höher liegen. Aus diesem Grund war es ja auch wichtig, einen möglichst niedrigen Dunkelstrom zu haben; bei sehr kurzen Belichtungszeiten wäre dieser schließlich vernachlässigbar.

Die Kamera gestattet das Zusammenfassen von mehreren Pixeln zu einer neuen Pixeleinheit, Binning genannt. Durch das Binning verliert man an zwar an Pixel-Auflösung, aber dafür geht das Auslesen eines kompletten Bildes schneller vonstatten. Da die Elektronenkapazität eines Pixels im gebinnten Fall um ein Vielfaches größer ist als beim ungebinnten Fall, besteht die Möglichkeit festzulegen, wie viele Elektronen einer digitalen Einheit entsprechen sollen. Somit bekommt man die Möglichkeit, je nach Situation den dynamischen Bereich zu optimieren.

Die Bilder der Kamera werden über ein FDL-PCI-Kabel an einen PC geschickt, mit dem sie digital verarbeitet und gespeichert werden können. Dieselbe Schnittstelle dient auch zur Steuerung der Kamera. Eine Funktionen-Bibliothek gestattet das Integrieren der Kamerasteuerung in bereits vorhandene Steuerungsprogramme.

Die Kurve in Abbildung 5.7 zeigt die spektrale Quanteneffizienz des CCD-Chips.

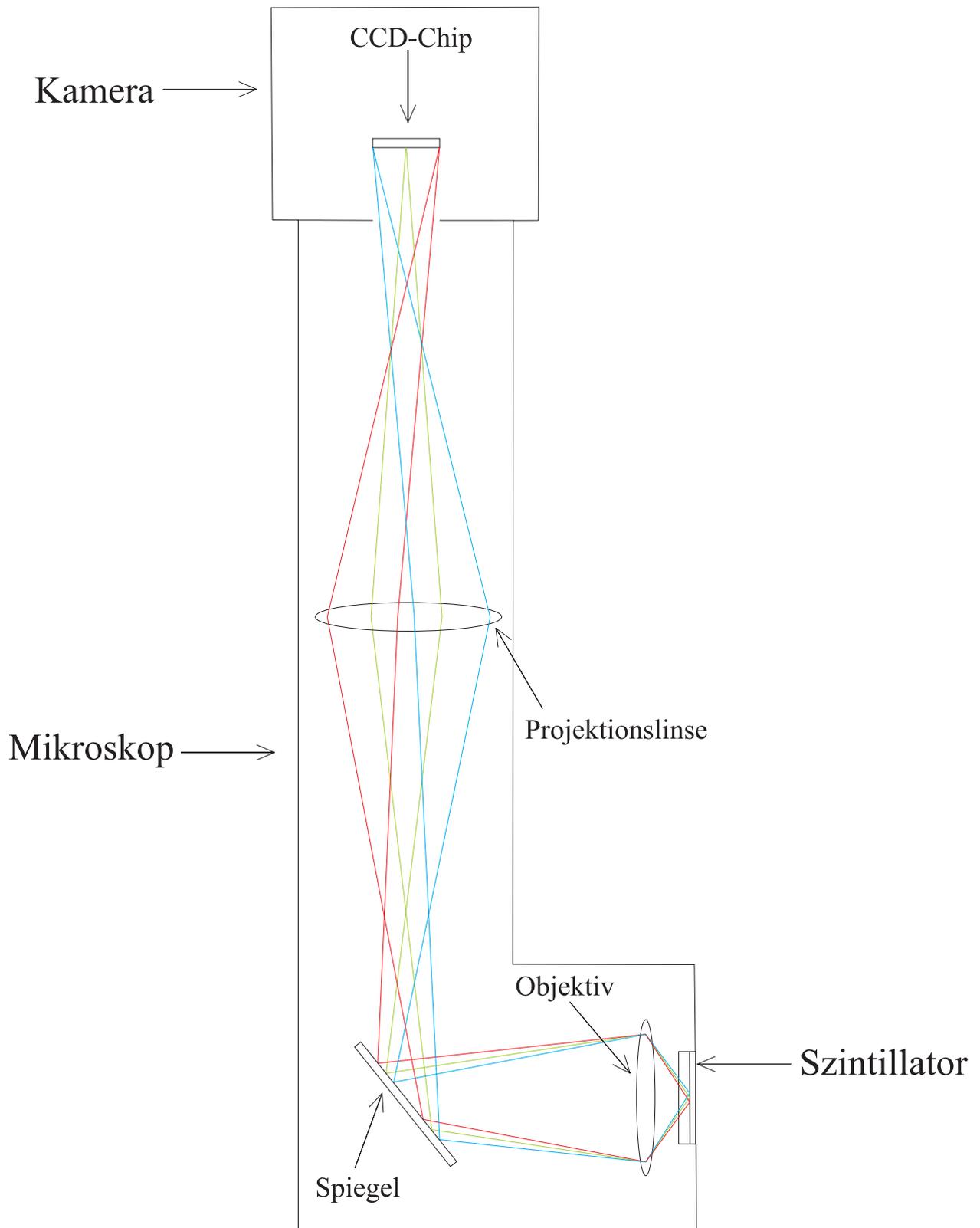


Abbildung 5.6: Die Gegenstandsebene des Szintillators wird mittels Objektiv, Umlenkspiegel und Projektiv auf den CCD-Chip abgebildet.

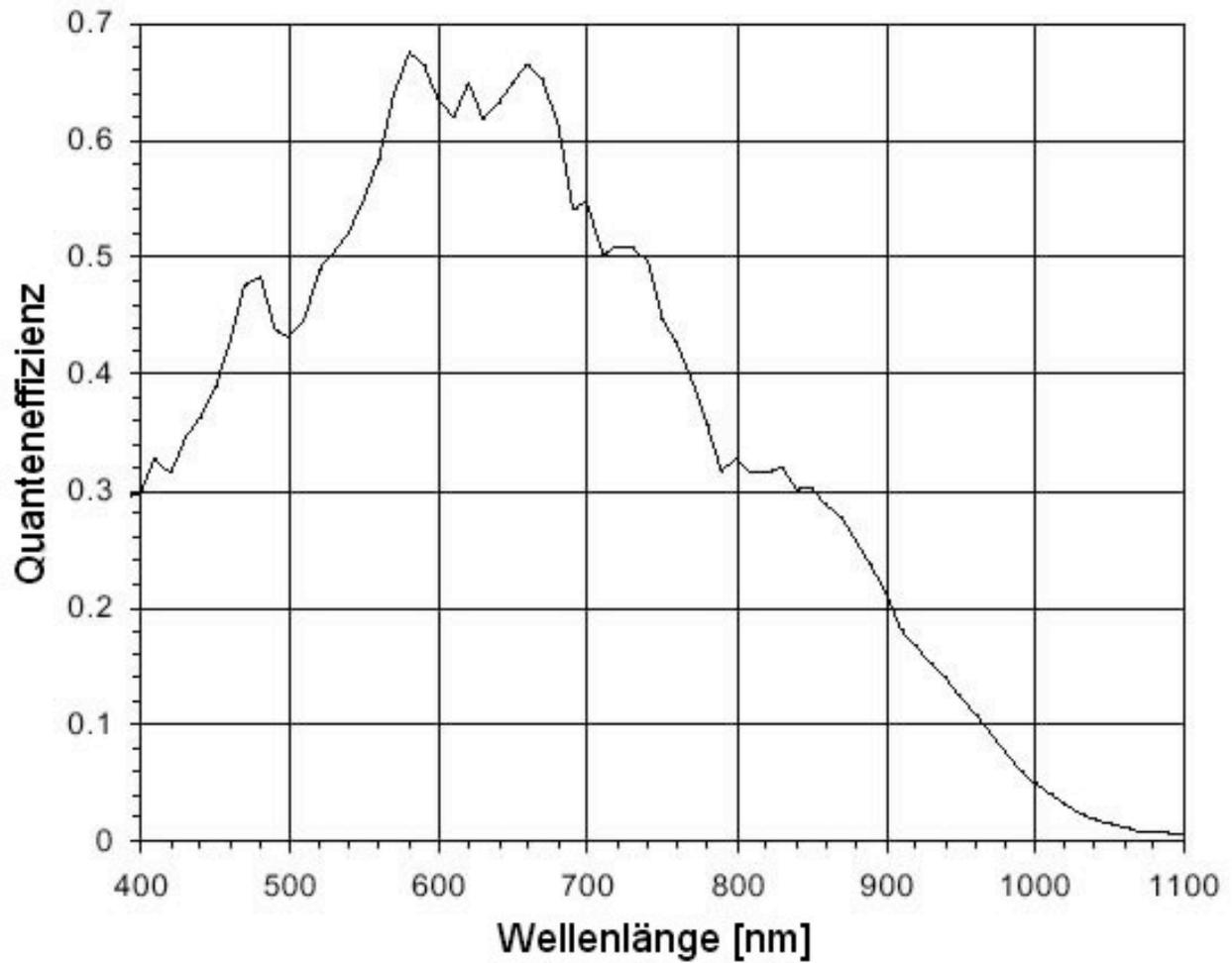


Abbildung 5.7: CCD-Chip „Kodak KAF 6003E“. Die Quanteneffizienz des Chips in Abhängigkeit der Wellenlänge [Web03b].

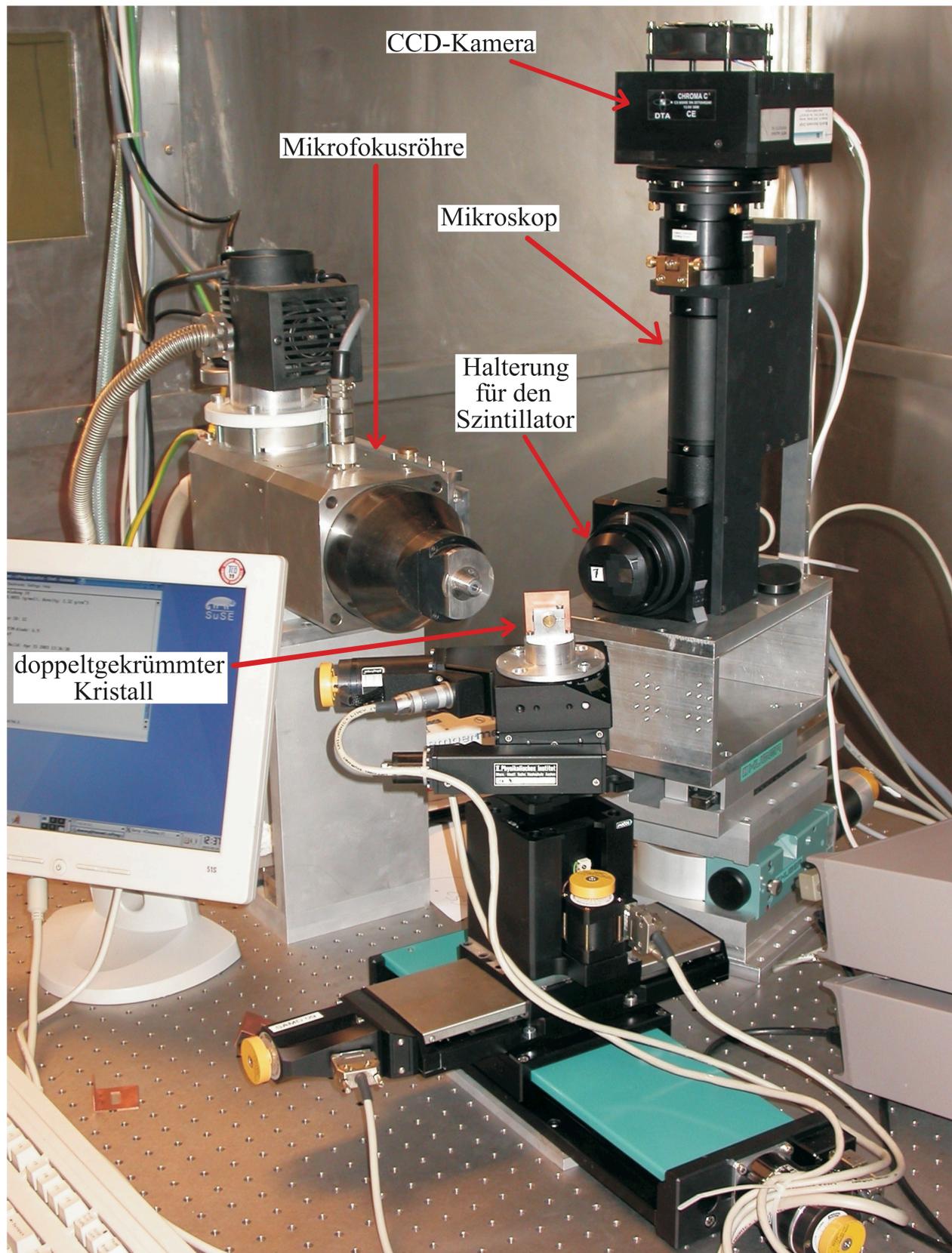


Abbildung 5.8: Das Foto zeigt die Röntgenkamera im Einsatz bei einem Experiment an einer Mikrofokusröhre. Mit der Kamera wurde der Fokus vermessen, der von einem doppeltgekrümmten Kristall erzeugt wurde. Aufgrund der niedrigen Brillanz konnte hierbei nur der dickste Szintillator ($50\mu\text{m}$) eingesetzt werden.



Abbildung 5.9: Wie Abbildung 5.8, jetzt aber aus einer anderen Blickrichtung.

Kapitel 6

Charakterisierung des Detektors

Um den Röntgendetektor zu testen, wurde dieser an einer Synchrotronstrahlungsquelle aufgebaut. Es wurden Testobjekte in Absorptionskontrast projektiv ohne Röntgenoptiken abgebildet. Herausgefunden werden sollte, ob Ortsauflösungen im Mikrometer- oder gar Submikrometerbereich erreicht werden können. Für das gesamte Experiment stand nur die Dauer einer Nacht zur Verfügung, so dass nur eine begrenzte Zahl an experimentellen Methoden zur Bestimmung der Auflösung des Detektors angewendet werden konnte. Das Experiment wurde von Herrn Dr. Schroer und mir an der Beamline E2 des HASYLAB in Hamburg durchgeführt.

6.1 Versuchsaufbau

Als Röntgenquelle diente ein Ablenkmagnet am Hamburger HASYLAB. In [Web03c] wird eine vertikale Quellgröße von ungefähr 1,3mm FWHM und eine horizontale Größe von 3,0mm FWHM angegeben. Ein Si(III)-Monochromator filterte aus dem Strahl eine Energie von 11 keV heraus. In einem Abstand von 35m zur Quelle wurde die Probe montiert. Unmittelbar hinter der Probe befand sich der Detektor. Der Abstand zwischen Probe und Szintillator betrug zwischen 4mm und 8mm. Als Proben dienten ein 2000mesh aus Nickel ¹, ein Goldstreifenmuster sowie ein aufgebrochener Mikroprozessor.

Das Nickelgitter bestand aus einer 4,8 μ m dicken ebenen Nickelschicht, in der sich auf einem quadratischen Punktgitter kleine quadratische Löcher befanden. Der Punktgitterabstand betrug 12,7 μ m und die Quadrate hatten Kantenlängen von 8,5 μ m. Die Gitterstege hatten eine Breite von 12,7 μ m – 8,5 μ m = 4,2 μ m. Die Geometrie des 2000er Gitters wurde mit einem Elektronenmikroskop überprüft (Abbildung 6.1).

Das Goldstreifenmuster bestand aus einer Reihe von parallelen Goldstreifen, die sich auf einem 305 μ m dicken Si-Substrat befanden. Die Goldstreifen hatten eine Breite von (1,2 \pm 0,1) μ m, und der Abstand zwischen zwei Goldstreifen lag im Bereich zwischen 0,2 μ m

¹2000mesh bedeutet, dass 2000 Perioden des Gitters eine Länge von einem Zoll einnehmen, d.h. es liegt eine Wellenzahl von 78,7 Linienpaare pro Millimeter vor ($k \approx 80 \frac{\text{lp}}{\text{mm}}$). Die Periodenlänge beträgt dann circa 12,7 μ m.

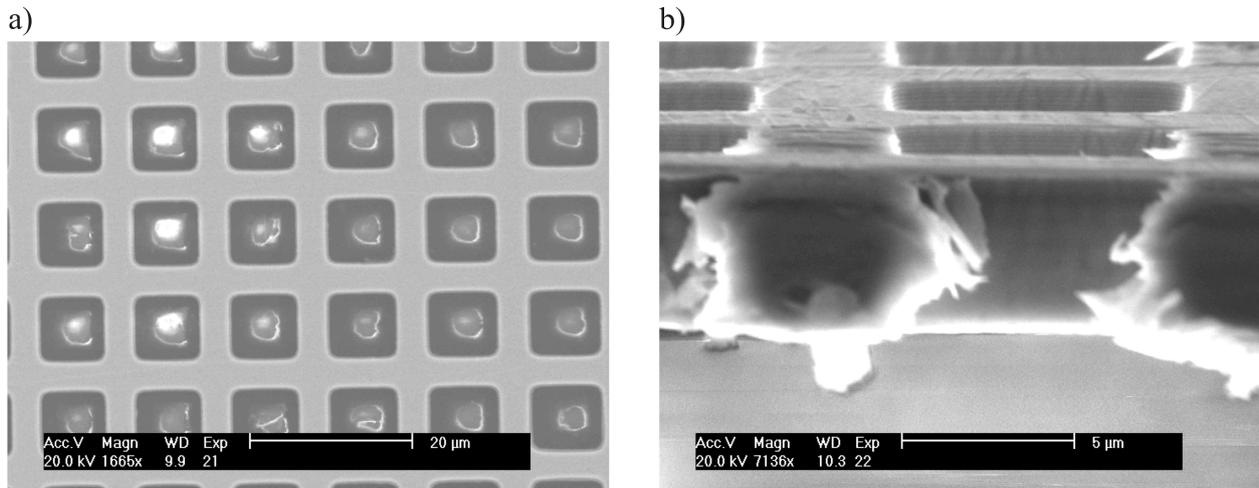


Abbildung 6.1: REM-Aufnahme des Ni-Gitters. a) Blick von oben. b) Blick von der Seite.

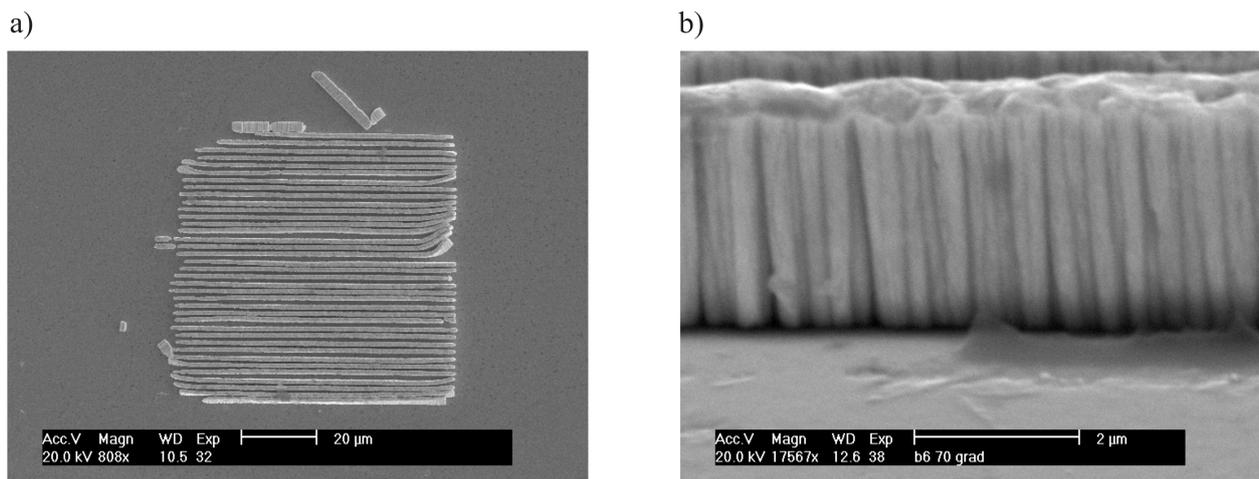


Abbildung 6.2: REM-Aufnahme der Goldstreifen. a) Blick von oben. b) Blick von der Seite mit einem Neigungswinkel von 20°.

und $1,5\mu\text{m}$. Dieser große Schwankungsbereich hatte zur Folge, dass die Periodenlänge lokal stark variierte. Über die gesamte Probe hatte die Periodenlänge einen Durchschnittswert von $1,95\mu\text{m}$. Die Goldstreifen hatten eine Dicke von $(2,7\pm 0,2)\mu\text{m}$. Eine elektronenmikroskopische Aufnahme der Goldstreifenprobe ist in Abbildung 6.2 zu sehen.

Über den Mikroprozessor ist bekannt, dass sich in seinem Innern Strukturen der Größe bis runter zu einigen Hundert Nanometern befanden. Der Absorptionskontrast wird hierbei vornehmlich von Wolfram hervorgerufen.

Bei dem Experiment in Hamburg haben wir nur die beiden dünnsten Szintillatoren ($5\mu\text{m}$ und $10\mu\text{m}$) verwendet, bei den Objektiven kamen die 3 am stärksten vergrößenden zum Einsatz (5fach, 10fach und 20fach).

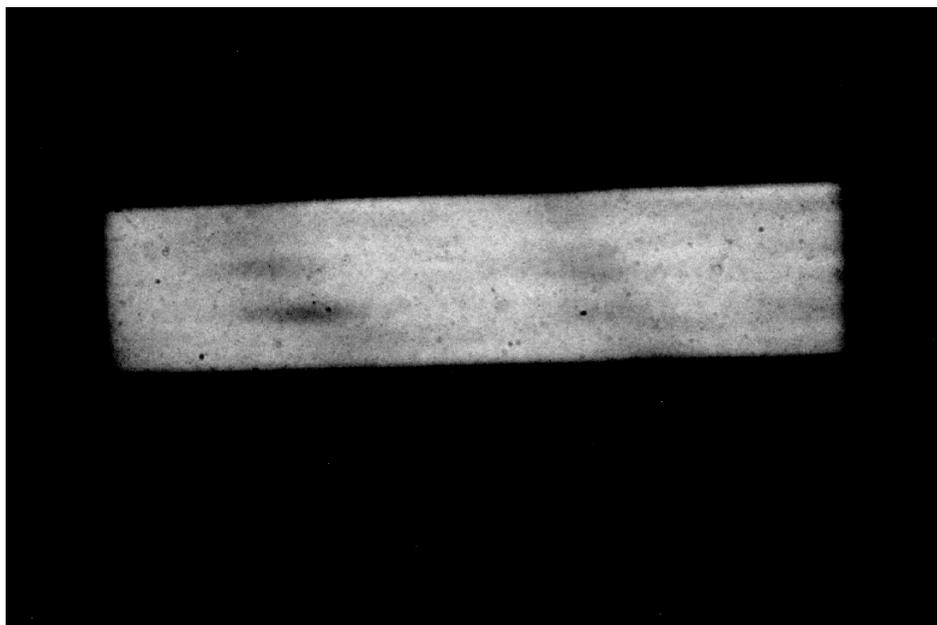


Abbildung 6.3: Flachfeldbild der Quelle am HASYLAB. Es sind deutliche Intensitätsschwankungen zu erkennen.

6.2 Auswertung

Zunächst sei erwähnt, dass zu sämtlichen Aufnahmen zusätzlich Dunkel- und Flachfeldbilder aufgenommen wurden. Dunkelbilder sind Bilder, die bei geschlossenem Kamera-Shutter aufgenommen werden. Im Idealfall sollte das Dunkelbild ein konstantes Nullfeld liefern. Aufgrund des thermischen Rauschens (Dunkelstrom), des Ausleserausichens und sonstiger unerwünschter Effekte gibt es aber selbst bei einem Dunkelbild eine gewisse Zählrate in jedem Pixel. Diese Dunkelfehler treten auch bei den Originalbildern mit geöffnetem Shutter auf. Durch Abziehen des Dunkelbildes vom Originalbild trägt man diesen Dunkelfehlern Rechnung. Der Dunkelstrom hängt von der Belichtungszeit und der Temperatur des CCD-Chips ab, das Ausleserausichens von der Auslesegeschwindigkeit. Immer dann, wenn diese Parameter geändert werden, muss ein neues Dunkelbild aufgenommen werden. Um sicherzugehen, dass uns immer ein aktuelles Dunkelbild vorliegt, haben wir vor jeder Aufnahme ein neues Dunkelbild gemacht².

Flachfeldbilder sind Bilder mit geöffnetem Shutter aber ohne Probe, d.h. man misst die Intensitätsverteilung der Quelle. Wir interessieren uns im Experiment für die relative Intensitätsabnahme aufgrund der Absorption in der Probe, nicht aber für die absolute Intensität am Ort des Detektors. Wenn $I_0(x, y)$ die Intensität am Ort des Detektors ohne Probe und $I(x, y)$ die Intensität am Detektor mit Probe sind, so will man den Quotienten $i(x, y) = \frac{I(x, y)}{I_0(x, y)}$ wissen. Daher muss eine sogenannte Flachfeldkorrektur durchgeführt werden, bei der man das dunkelkorrigierte Bild mit Probe durch das dunkelkorrigierte Flachfeldbild dividiert. Bei

²Bei den automatisierten Scans zum Scharfstellen haben wir pro Scan nur ein Dunkelbild aufgenommen.

idealer Quelle sollte das Flachfeldbild eine über das gesamte Bild gleichmäßige Zählrate liefern, d.h. $I_0(x, y) = \text{const.}$ In diesem Fall wären $I(x, y)$ und $i(x, y)$ proportional, auf eine Flachbildkorrektur könnte verzichtet werden. In Wirklichkeit gibt es aber eine räumlich nicht konstante Intensitätsverteilung. Abgesehen von statistischen Schwankungen treten systematische Abweichungen von einer konstanten Intensitätsverteilung auf, die bei Synchrotronstrahlungsquellen in erster Linie durch Monochromatoren oder andere optische Instrumente verursacht werden. Daher kann auf eine Flachbildkorrektur in der Regel nicht verzichtet werden. Da die Intensität der Quelle zeitlich variiert³ müssen in geeigneten Zeitabständen neue Flachfeldbilder aufgenommen werden. Die Abbildung 6.3 zeigt ein Flachfeldbild der Quelle in Hamburg, welches während des hier beschriebenen Experiments aufgenommen wurde. Die rechteckige Geometrie der beleuchteten Fläche wird durch Blenden bewirkt.

6.3 Nickel-Gitter

Im ersten Teil des Experiments wurden Aufnahmen von dem 2000mesh mit den drei oben genannten Objektiven (5fach, 10fach, 20fach) gemacht, wobei wir den $10\mu\text{m}$ -Szintillator benutzten. Die Abbildungen 6.5 bis 6.10 zeigen die Transmissionsbilder als Graustufenbilder nach einer Belichtungszeit von 60 Sekunden. Anhand dieser Bilder wird bereits deutlich, dass sämtliche wesentlichen Strukturen des Gitters bei allen Vergrößerungen sehr gut aufgelöst werden. Zu sehen sind die Stege der Breite $8,5\mu\text{m}$ und die Ni-freien Quadrate mit der Kantenlänge $4,2\mu\text{m}$. Es fällt auf, dass die Stege in horizontaler Richtung stärker verwaschen sind als in vertikaler Richtung. Dies lässt sich erklären durch die unterschiedliche Größe der Quelle in horizontaler und vertikaler Richtung. Die Verzerrungen in den Ecken der Kreuzungen der Stege kommen dadurch zustande, dass die Gitterstege nicht waagrecht bzw. senkrecht verlaufen (siehe Abschnitt 6.6).

Durch Ausmessen der Periodenlänge erhält man für die verschiedenen Vergrößerungen die in Tabelle 6.3 angegebenen Werte.⁴ Wenn die Gitterperiode tatsächlich $12,7\mu\text{m}$ betrüge, kämen die in Tabelle 6.3 verzeichneten Vergrößerungen heraus.

Die Abweichungen der gemessenen Periodenlänge von der nominellen Periodenlänge von $12,7\mu\text{m}$ können erklärt werden durch ein ungenaues Gitter oder ein Projektiv, dessen Vergrößerung nicht 2fach sondern 2,03fach ist. Um die tatsächliche Vergrößerung des Mikroskops genau zu bestimmen, bräuchte man Teststrukturen, bei denen man die absoluten Längenmaße und die zugehörigen Fehler genau kennt. Solche Testobjekte standen uns für die Messzeit

³Während der Zeit zwischen zwei aufeinanderfolgender Elektroneninjektionen in den Speicherring fällt der Stromfluss im Speicherring kontinuierlich ab, womit auch eine Abnahme der Intensität der Synchrotronstrahlung verbunden ist.

⁴Die Periodenlänge wurde wie folgt bestimmt: Auf der Aufnahme wurden zwei Kreuzungsmittelpunkte herausgesucht, die auf denselben vertikalen Gitterstegen lagen. Der Abstand s dieser beiden Punkte war dann ein ganzzahliges Vielfaches n der Priodenlänge a , also $a = \frac{s}{n}$ und $\Delta a = \frac{\Delta s}{n}$. Dies wurde N mal an verschiedensten Punktpaaren durchgeführt. Der Mittelwert kann dann als die im Experiment gemessene Periodenlänge angesehen werden. Als Fehlermaß diente die Standardabweichung.

Objektiv	Periodenlänge [μm]	Fehler [μm]
5fach	12,87	0,06
10fach	12,92	0,05
20fach	12,87	0,04

Tabelle 6.1: Die gemessenen Periodenlängen des Gitters bei den 3 verschiedenen Objektiven.

Objektiv	Gesamtvergröß.	Projektivvergröß.	Fehler der Projektivvergröß.
5fach	10,13	2,036	0,009
10fach	20,34	2,034	0,008
20fach	40,54	2,027	0,006

Tabelle 6.2: Experimentell ermittelte Projektivvergrößerung anhand der in Tabelle 6.3 angegebenen Werte für die gemessene Periodenlänge des Gitters.

in Hamburg nicht zur Verfügung. Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen des Gitters erlauben zwar eine grobe Überprüfung der Geometrie des Gitters, aber die dabei auftretenden Ungenauigkeiten sind größer als die in der Tabelle 6.3 angegebenen Fehler. Für die folgende Auswertung nehme ich daher für die Gesamtvergrößerung an, dass diese jeweils den nominalen Werten von 10fach, 20fach und 40fach entspricht.

Um die Modulation zu bestimmen, berechne ich zunächst den zu erwartenden Kontrast des 2000er-Gitters. Mit einem Elektronenmikroskop wurde die Dicke des Gitters gemessen. Es ergab sich eine Dicke von $d = (4,8 \pm 0,2)\mu\text{m}$. Die Röntgenenergie betrug $E = (11,00 \pm 0,05)\text{keV}$, d.h. die Eindringtiefe lag bei $l = (6,9 \pm 0,08)\mu\text{m}$ (Daten aus [Web03a]). Der Strahl traf nahezu senkrecht auf das Gitter, Verluste durch Reflexion sind somit vernachlässigbar. Die Transmission durch die Gitterstege ist dann durch

$$|T|^2 = \exp(-\mu d) = \exp\left(-\frac{d}{l}\right) \quad (6.1)$$

gegeben (Abschnitt 4.1). Mit den Fehlern Δd für die Dicke des Gitters und Δl für die Eindringtiefe folgt für $|T|^2$ ein Fehler von

$$\Delta|T|^2 = \left|\frac{\partial|T|^2}{\partial d}\right| \Delta d + \left|\frac{\partial|T|^2}{\partial l}\right| \Delta l = \frac{d}{l} e^{-\frac{d}{l}} \left(\frac{\Delta d}{d} + \frac{\Delta l}{l}\right) \quad (6.2)$$

Es ist also eine Transmission von $|T|^2 = (49,9 \pm 1,8)\%$ zu erwarten. Der Kontrast ist definiert als

$$C_0 = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}} \quad (6.3)$$

Mit $I_{max} = I_0$ und $I_{min} = I_0|T|^2$ folgt für den zu erwartenden Kontrast

$$C_0 = \frac{1 - |T|^2}{1 + |T|^2} \quad (6.4)$$

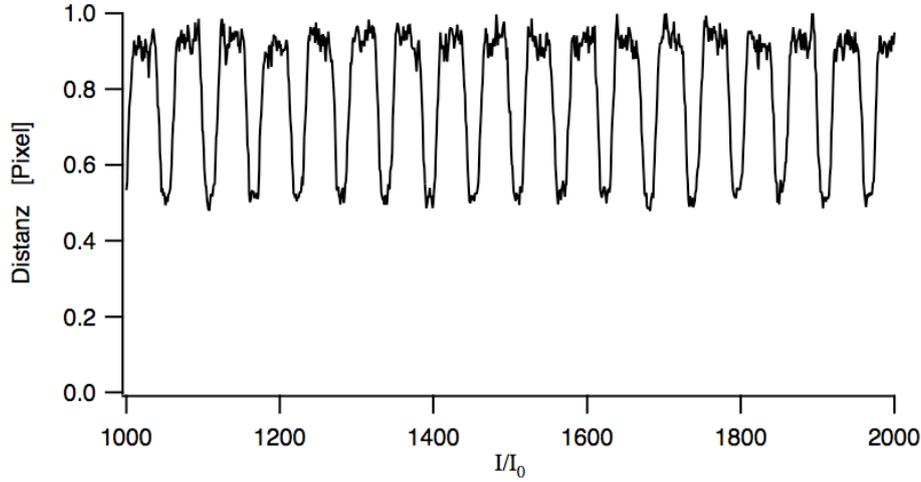


Abbildung 6.4: Linienprofil des 2000er Ni-Gitters mit 20fach-Objektiv

mit einer Ungenauigkeit von

$$\Delta C_0 = \left| \frac{\partial C}{\partial |T|^2} \right| \Delta |T|^2 = \frac{2\Delta |T|^2}{(1 + |T|^2)^2} \quad (6.5)$$

Einsetzen liefert $C_0 = (33,4 \pm 1,6)\%$. Die Modulation M ist der Quotient aus gemessenem Kontrast und zu erwartendem Kontrast, d.h.

$$M = \frac{C_{Det}}{C_0} \quad (6.6)$$

und

$$\Delta M = \left| \frac{\partial M}{\partial C_{Det}} \right| \Delta C_{Det} + \left| \frac{\partial M}{\partial C_0} \right| \Delta C_0 = \left(\frac{\Delta C_{Det}}{C_{Det}} + \frac{\Delta C_0}{C_0} \right) \frac{C_{Det}}{C_0} \quad (6.7)$$

Die gemessenen Kontraste habe ich mittels vertikaler Linienprofile ermittelt (Abbildung 6.4). Dazu habe ich eine Stichprobe von Minima und Maxima der Linienprofile genommen und Mittelwerte berechnet. Die dabei auftretenden Standardabweichungen dienen als Fehlermaß. Die folgende Tabelle 6.3 listet die Ergebnisse der Messung auf.

Objektiv	C_{Det} [%]	ΔC_{Det} [%]	C_0 [%]	ΔC_0 [%]	M [%]	ΔM [%]
5fach	20,0	0,8	33,4	1,6	59,9	5,3
10fach	30,8	1,4	33,4	1,6	92,2	8,6
20fach	33,0	1,2	33,4	1,6	98,8	8,3

Tabelle 6.3: Gemessene Kontraste und Modulationen der Transmissionsbilder des Ni-Gitters.

Mit der vorletzten Spalte dieser Tabelle haben wir den Wert der Modulations-Transfer-Funktion an der Stelle $k \approx 80 \frac{\text{lp}}{\text{mm}}$ (siehe Fußnote 1) für die einzelnen Objektive bei Einsatz

des $10\mu\text{m}$ -Szintillators gegeben. Beim 5fach-Objektiv ist bereits ein deutlicher Verlust an Kontrast zu erkennen, aber mit den beiden stärksten Objektiven werden mit über 90% sehr gute Modulationswerte erreicht. Der nächste Versuchsteil erlaubt das Bestimmen der Modulations-Transfer-Funktion an der Stelle $k = 250 \frac{\text{lp}}{\text{mm}}$, allerdings nur bei Verwendung des 20fach-Objektivs.

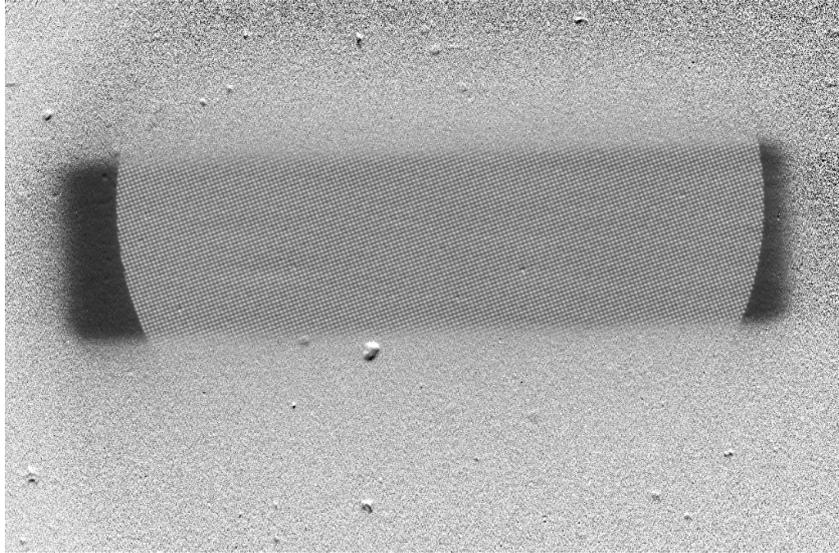


Abbildung 6.5: Transmissionsbild des Ni-Gitters, 5fach-Objektiv, Gesamtbild ($2760\mu\text{m} \times 1840\mu\text{m}$).

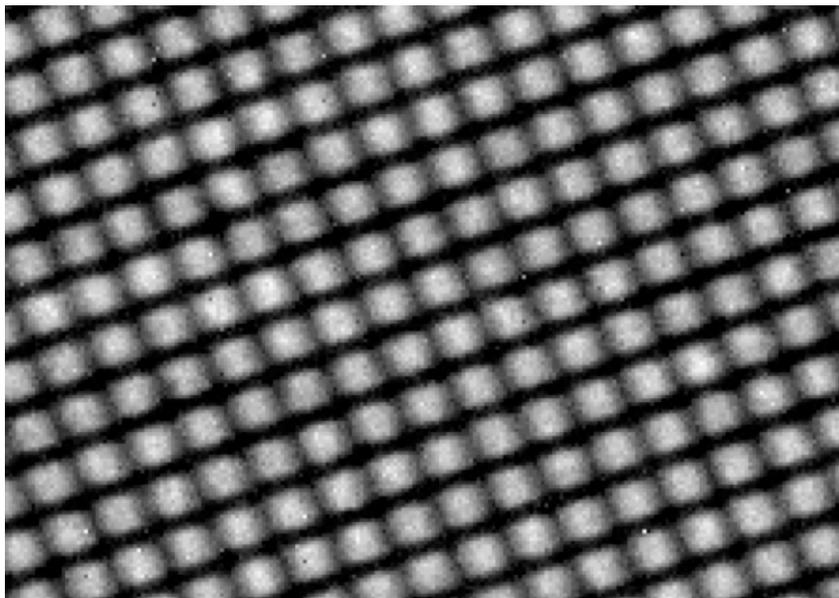


Abbildung 6.6: Transmissionsbild des Ni-Gitters, 5fach-Objektiv, Ausschnitt ($192\mu\text{m} \times 96\mu\text{m}$).

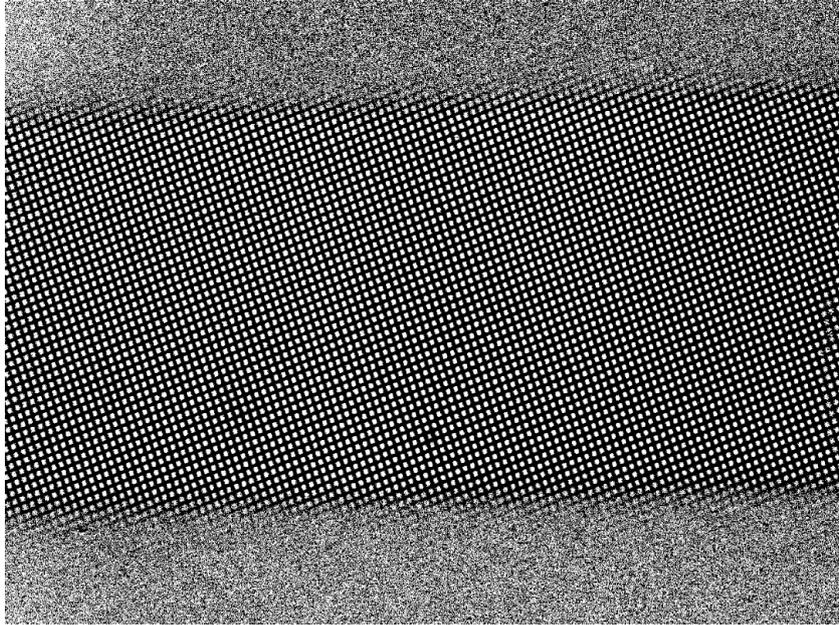


Abbildung 6.7: Transmissionsbild des Ni-Gitters, 10fach-Objektiv, Gesamtbild ($1380\mu\text{m} \times 920\mu\text{m}$).

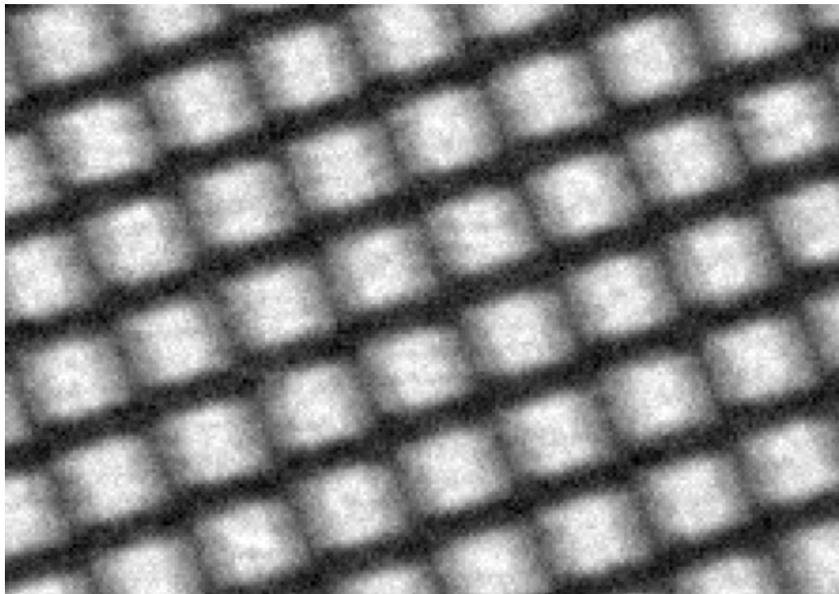


Abbildung 6.8: Transmissionsbild des Ni-Gitters, 10fach-Objektiv, Ausschnitt ($96\mu\text{m} \times 48\mu\text{m}$).

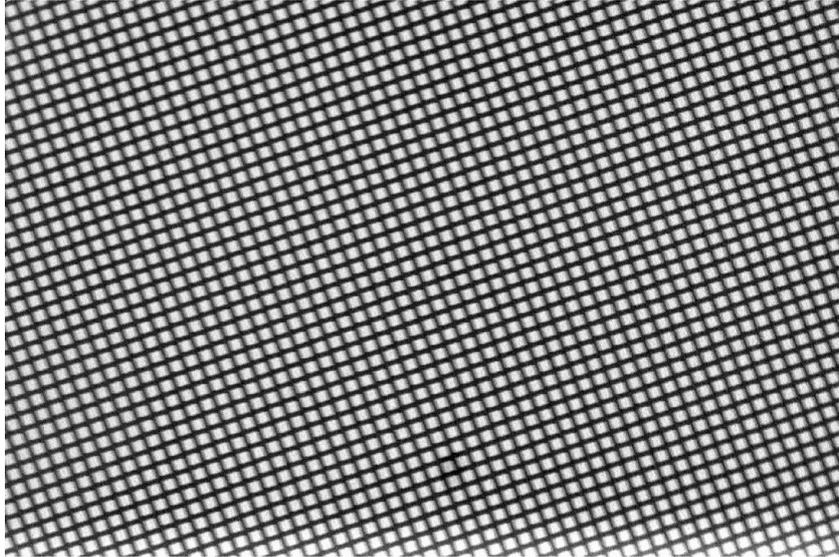


Abbildung 6.9: Transmissionsbild des Ni-Gitters, 20fach-Objektiv, Gesamtbild ($690\mu\text{m} \times 460\mu\text{m}$).

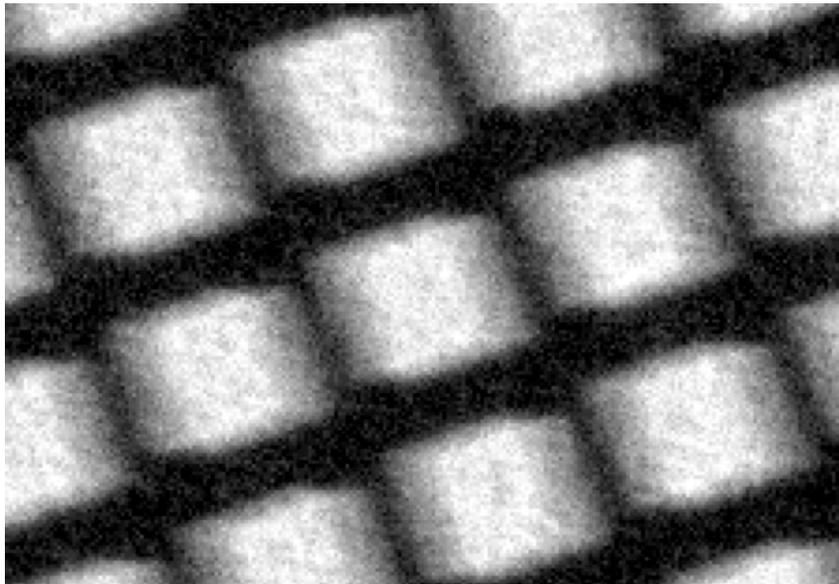


Abbildung 6.10: Transmissionsbild des Ni-Gitter, 20fach-Objektiv, Ausschnitt ($48\mu\text{m} \times 24\mu\text{m}$).

6.4 Goldstreifen

Die Goldstreifen wurden sowohl mit dem $10\mu\text{m}$ dicken Szintillator als auch mit dem $5\mu\text{m}$ dicken Szintillator abgebildet, und zwar bei Verwendung des stärksten Objektivs (20fach). Die Belichtungszeit betrug 300 Sekunden. Der Unterschied zwischen der horizontalen und der vertikalen Verschmierung beim 2000mesh war so deutlich, dass es für den vorliegenden Teil des Versuches unbedingt notwendig war, die Goldstreifen horizontal auszurichten, damit die stärkere Verwaschung nicht senkrecht zu den Streifen gerichtet ist, sondern entlang den Streifen. Die Transmissionsbilder (Abbildungen 6.11 und 6.12) zeigen, dass die $2\mu\text{m}$ -Periodenstruktur mit beiden Szintillatoren sehr gut aufgelöst und ein guter Kontrast erzielt wird. Zum genauen Messen des Kontrasts habe ich vertikale Linienprofile vermessen (Abbildung 6.13). Beim $10\mu\text{m}$ dicken Szintillator kommt ein durchschnittlicher Kontrast von $C_{dick}=(10,7 \pm 0,3)\%$ heraus und beim $5\mu\text{m}$ dicken Szintillator ergibt sich ein Kontrast von $C_{dünn}=(10,3 \pm 0,3)\%$.⁵ Wie schon beim Ni-Gitter habe ich auch hier die Kontraste durch Berechnen von Mittelwerten geeigneter Stichproben benachbarter Maxima und Minima bestimmt und die dabei auftretende Standardabweichung als Fehlermaß herangezogen.

Unmittelbar hinter der Probe ist der Absorptionskontrast aufgrund der teilweisen Transparenz der Goldschicht für 11keV-Photonen kleiner als 100%. Die Röntgenenergie betrug $E=(11,00 \pm 0,05)\text{keV}$, so dass für die Eindringtiefe in Gold folgt: $l=(5,73 \pm 0,07)\mu\text{m}$ (Daten aus [Web03a]). Die Goldschicht hatte eine Dicke von $d=(2,0 \pm 0,2)\mu\text{m}$. Mit den Gleichungen (6.1) und (6.2) folgt also für die Transparenz $|T|^2=(70,5 \pm 2,8)\%$. Man erwartet demnach einen Absorptionskontrast von $C_0=\frac{1+|T|^2}{1-|T|^2}=17,3\%$ mit einer Ungenauigkeit von $\Delta C_0=\frac{2\Delta|T|^2}{(1+|T|^2)^2}=1,9\%$ (siehe Gleichungen 6.3 bis 6.5). Bezogen auf diesen Wert erhält man eine Modulation des Detektors von $M_{dick}=\frac{C_{dick}}{C_0}=0,618$ ($10\mu\text{m}$ Szintillator) und $M_{dünn}=\frac{C_{dünn}}{C_0}=0,595$ ($5\mu\text{m}$ Szintillator). In Tabelle 6.4 sind diese Werte noch einmal zusammengefasst.

Szintillator	C_{Det} [%]	ΔC_{Det} [%]	C_0 [%]	ΔC_0 [%]	M [%]	ΔM [%]
$10\mu\text{m}$	10,7	0,3	17,3	1,9	61,8	8,5
$5\mu\text{m}$	10,3	0,3	17,3	1,9	59,5	8,3

Tabelle 6.4: Gemessene Kontraste und Modulationen der Transmissionsbilder der Goldstreifen.

Die Modulations-Transfer-Funktion (MTF) hat also für beide Szintillatoren an der Stelle $500\frac{\text{lp}}{\text{mm}}$ ($2\mu\text{m}$ Periodenlänge) einen Wert von 60%. Der Einsatz des $5\mu\text{m}$ -Szintillators lohnt sich somit zum Abbilden von Strukturen ab $2\mu\text{m}$ Größe nicht wirklich. Angesichts der besseren Detektorquanteneffizienz empfiehlt sich daher die Verwendung des dickeren Szintillators. Ob der dünnere Szintillator dem dickeren bei kleineren Strukturen überlegen ist, muss sich erst noch erweisen.

⁵Diese Werte wurden wie folgt ermittelt: Von 11 äquidistanten vertikalen Linienprofilen wurde der Mittelwert des Kontrasts berechnet, indem die Mittelwerte $V_{min,i}$ und $V_{max,i}$ der Maxima und Minima bestimmt wurden: $C_i = \frac{V_{max,i} - V_{min,i}}{V_{max,i} + V_{min,i}}$. Der Mittelwert dieser 11 Werte C_i ergab C_{dick} bzw. $C_{dünn}$. (Index $i \in \{0, \dots, 10\}$.)

Die spektrale Leistungsdichte⁶ (Abbildung 6.14) zeigt an der Stelle $2,08\mu\text{m}$ einen steilen Peak, ebenso an der Stelle $1,04\mu\text{m}$. Dieser Peak bei $1,04\mu\text{m}$ deutet an, dass der Detektor vielleicht auch Strukturen von $1\mu\text{m}$ oder kleiner aufzulösen imstande ist. Zum Nachweis, dass tatsächlich Strukturen um $1\mu\text{m}$ aufgelöst werden können, bedarf es jedoch einer Probe, von der bekannt ist, dass sie derart kleine Strukturen aufweist. Der aufgebrochene Mikroprozessor im nächsten Versuchsteil ist eine solche Probe.

⁶Die spektrale Leistungsdichte eines zweidimensionalen skalaren Feldes (z.B. eines Transmissionsbildes) ergibt sich aus der zweidimensionalen Fouriertransformation des Feldes durch zirkuläre Integration der Betragsquadrate im Fourier-Raum. Die spektrale Leistungsdichte $S(k)$ ist ein Maß für den Anteil der Raumfrequenz k im skalaren Feld.

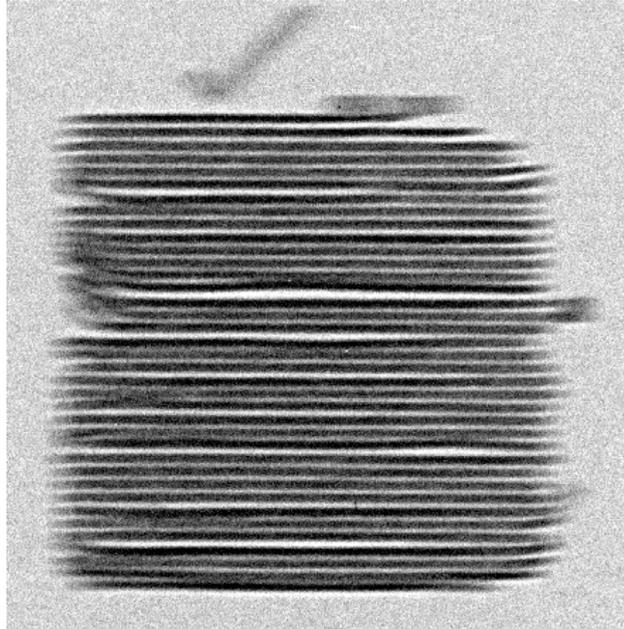


Abbildung 6.11: Goldstreifen mit dem 10 μm -Szintillator aufgenommen (100 μm x 100 μm).

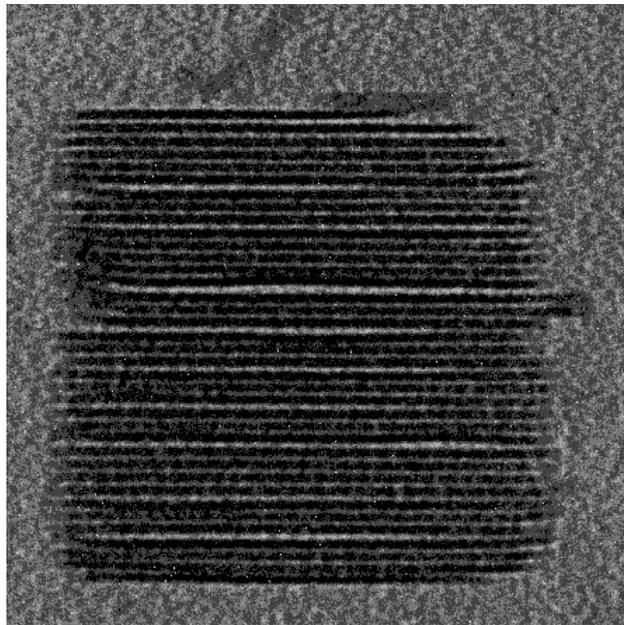


Abbildung 6.12: Goldstreifen mit dem 5 μm -Szintillator aufgenommen (100 μm x 100 μm).

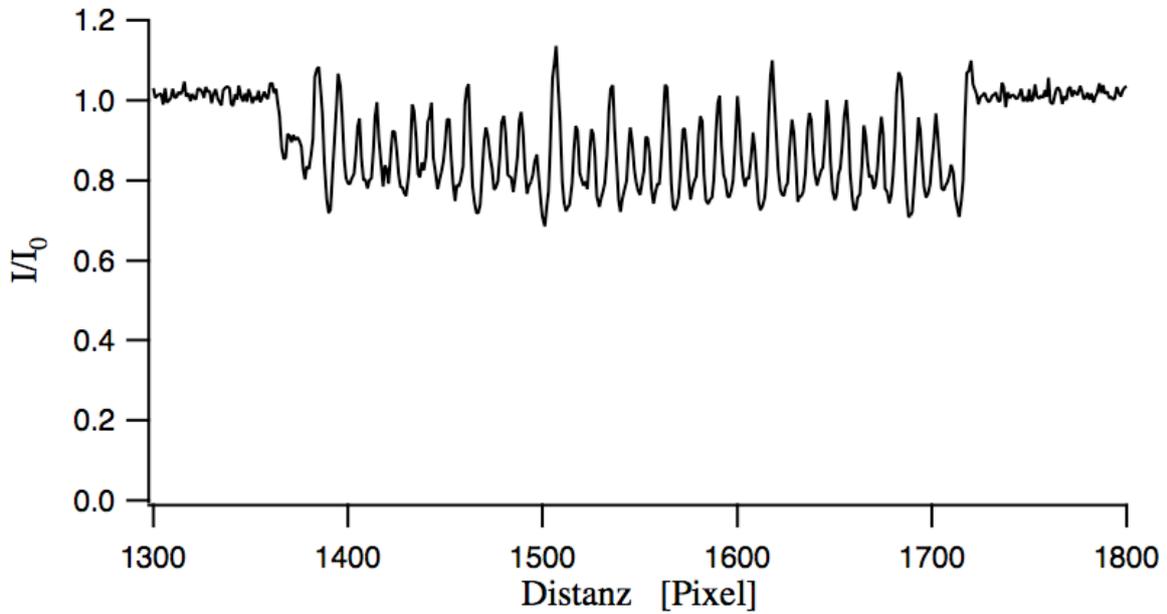


Abbildung 6.13: Vertikales Linienprofil der Goldstreifen (10 μ m Szintillator, 20fach Objektiv).

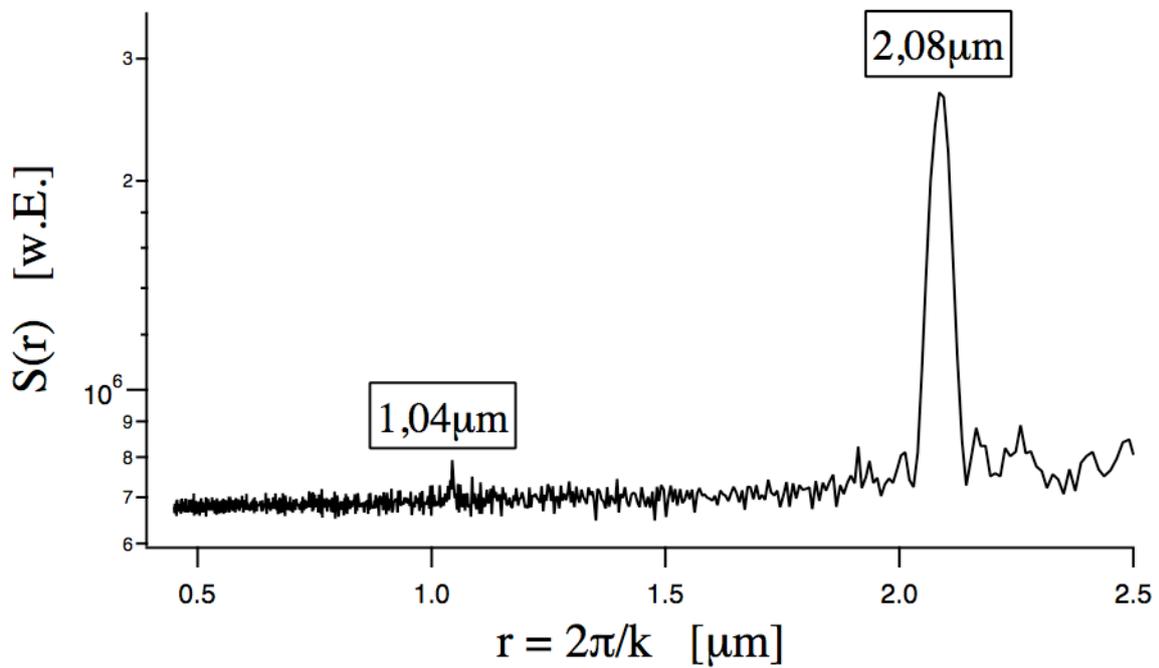


Abbildung 6.14: Spektrale Leistungsdichte der Goldstreifen (10 μ m-Szintillator, 20fach Objektiv). Neben dem stark ausgeprägten Peak bei 2,08 μ m ist auch noch bei 1,04 μ m eine kleine Spitze zu erkennen.

6.5 Mikroprozessor

Der Mikroprozessor wurde mit dem $5\mu\text{m}$ -Szintillator und dem 20fach-Objektiv aufgenommen. Die Belichtungszeit betrug 360 Sekunden. Die Abbildung 6.18 zeigt ein Transmissionsbild des Mikroprozessors. Auf diesem Bild sind Strukturen mit Periodenlängen von ca. $4,5\mu\text{m}$ zu erkennen. Dieser Wert macht sich auch im Diagramm 6.16 der spektralen Leistungsdichte durch einen Peak bei $\frac{2\pi}{k}=4,4\mu\text{m}$ bemerkbar. Der entscheidende Punkt bei diesem Teil des Experiments ist aber ein anderer. Und zwar wird in [VSS⁺00] eine Methode zur Bestimmung des Auflösungsvermögens eines Mikroskops vorgestellt, die für unsere Röntgenkamera angewendet werden kann. Laut [VSS⁺00] ist die Grenze r_{res} der Ortsauflösung eines Detektors gegeben durch diejenige Raumfrequenz k_{res} , bei der die Kurve der spektralen Leistungsdichte nicht mehr konstant bleibt, sondern steil ansteigt. Wenn nämlich ein Bild nur aus weißem Rauschen besteht, äußert sich dies dahingehend, dass die spektrale Leistungsdichte für alle Raumfrequenzen den gleichen Wert hat. Periodische Strukturen in einem Bild mit Raumfrequenz k sorgen dafür, dass die spektrale Leistungsdichte an der Stelle $\frac{2\pi}{k}$ einen aus dem weißen Rauschen hinausragenden Peak aufweist. Hat man ein Bild vorliegen, welches Strukturen in sehr vielen verschiedenen Größenskalen enthält, so wird die spektrale Leistungsdichte nicht nur an einer bestimmten Stelle einen Peak aufweisen, sondern über einen weiten Bereich des Spektrum Werte haben, die signifikant größer sind als die des weißen Rauschens. Unterhalb der Auflösungsgrenze des Detektors können keine echten Strukturen im Bild vorkommen, so dass für Raumfrequenzen, die größer als $\frac{2\pi}{r_{res}}$ sind, nur noch das weiße Rauschen zum Spektrum beiträgt. Somit ist die Kurve im Diagramm der Leistungsdichte für $\frac{2\pi}{k} < r_{res}$ konstant. Der in Hamburg benutzte Mikroprozessor enthält sehr viele kontrastgebende Strukturen, deren Größen von ungefähr 100nm bis in den Mikrometerbereich variieren. Daher ist das in Abbildung 6.17 gezeigte Diagramm tatsächlich geeignet, die Auflösungsgrenze des Detektors auf die beschriebene Weise zu bestimmen. Der Knick tritt im Diagramm an der Stelle $\frac{2\pi}{k_{res}} = (0,7 \pm 0,1)\mu\text{m}$ auf, so dass zu recht behauptet werden kann, dass das Auflösungsvermögen des Detektors auf jeden Fall im Submikrometerbereich liegt.

Als der 3. Versuchsteil mit dem Mikroprozessor durchgeführt wurde, war seit dem Einschalten der CCD-Kamera bereits eine Zeit von über 10 Stunden vergangen. Während dieser gesamten Zeit wurde der CCD-Chip durch Kühlung auf eine Temperatur von -25°C gehalten. So blieb es nicht aus, dass sich auf dem CCD-Chip langsam kleine Eiskristalle bildeten. Anhand der Flachfeldbilder konnte man das langsame Fortschreiten der Eisbildung beobachten. Die ersten Eiskristalle fanden wir nach etwa 5 Stunden an den vier Ecken des CCD-Chips. Im Laufe der Zeit breitete sich die Eisschicht von den Ecken entlang des Randes aus. Nach 10 Stunden war die Eisschicht am Rand bereits ca. 100 Pixel breit (fast ein Millimeter). Indem in regelmäßigen Abständen neue Flachfeldbilder aufgenommen wurden, konnte der Einfluss der Eisbildung auf die Ergebnisse mittels Flachfeldkorrektur eliminiert werden. Ohne Flachfeldkorrektur hätte die Bestimmung des Auflösungsvermögens des Detektors nach der in diesem Unterabschnitt beschriebenen Methode mit Sicherheit zu falschen Ergebnissen geführt, denn sie stellen ja keine aufzulösenden Details in der Röntgenstrahlintensitätsverteilung im Szin-

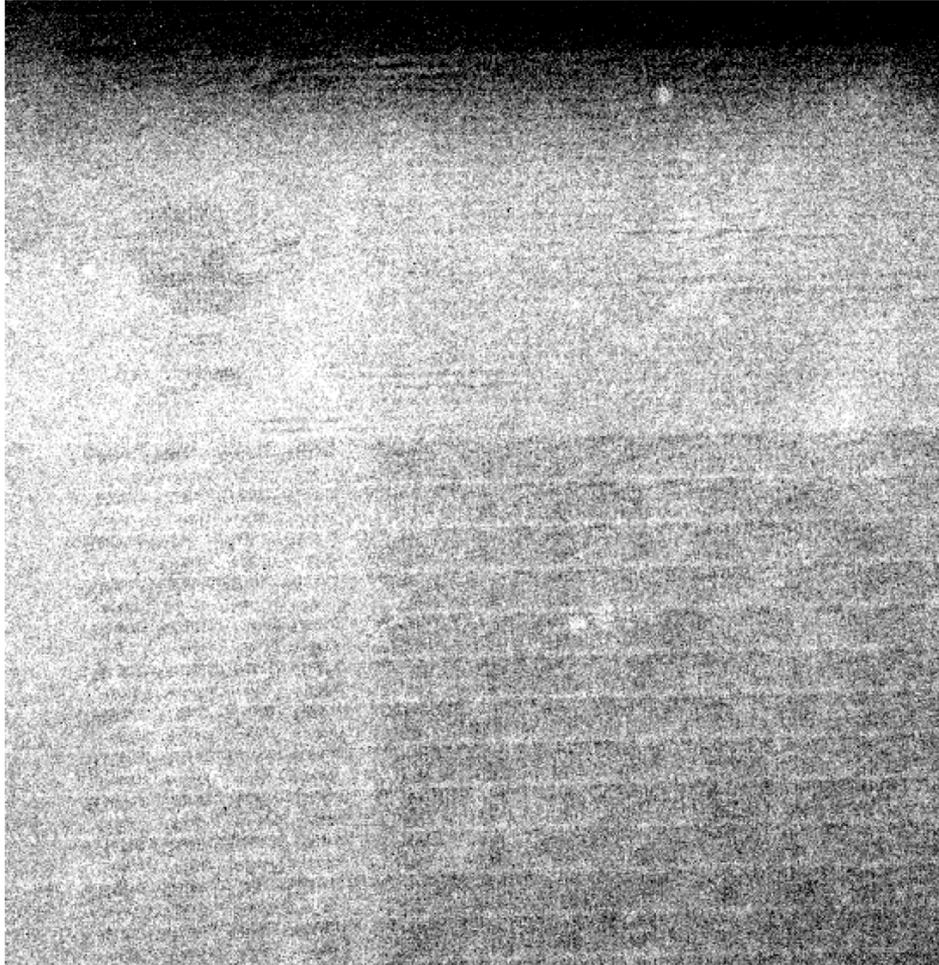


Abbildung 6.15: Mikroprozessor aufgenommen mit dem $5\mu\text{m}$ -Szintillator und dem 20fach-Objektiv.

tillator dar. Trotzdem könnte die Eisbildung für zukünftige Experimente hinderlich sein. Die von der Eisbildung betroffenen Regionen auf dem Chip würden entweder gar keine Information mehr liefern können oder bestenfalls erheblich an Dynamik verlieren. Aus diesem Grund muss ein Mittel gefunden werden, die Eisbildung zu verhindern. Den CCD-Chip bei höheren Temperaturen zu betreiben kommt wegen der exponentiellen Abhängigkeit des Dunkelstromes von der Temperatur nicht in Frage. Eine Lösung des Problems könnte sein, das Innere der CCD-Kamera während des Betriebes ständig mit Stickstoff zu durchfluten.

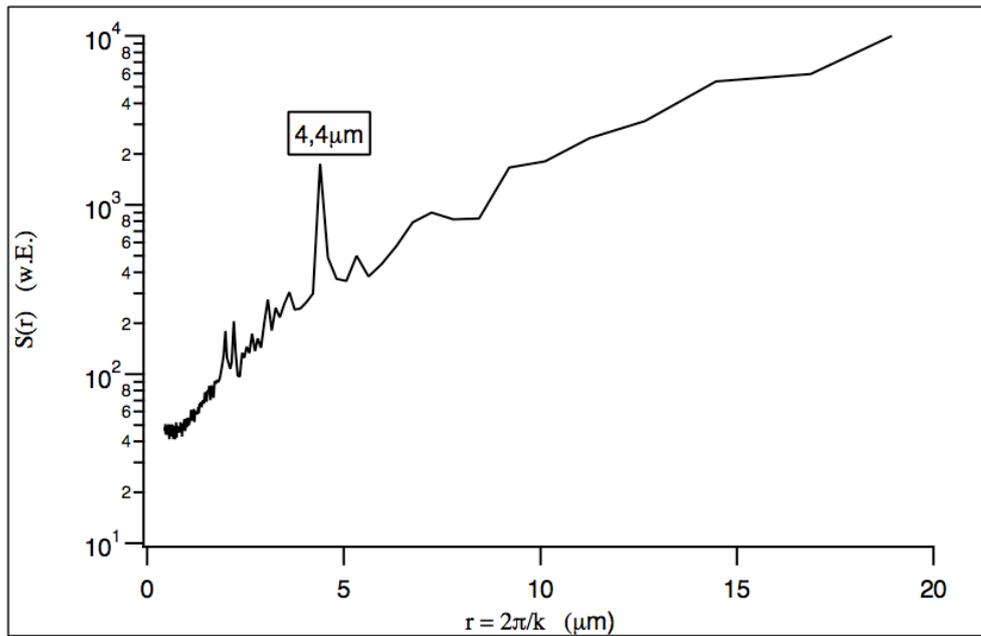


Abbildung 6.16: Spektrale Leistungsdichte des Mikroprozessors. Der Peak bei $4,4\mu$ gehört zu der periodischen Struktur, die in Abbildung 6.18 rechts oben zu erkennen ist.

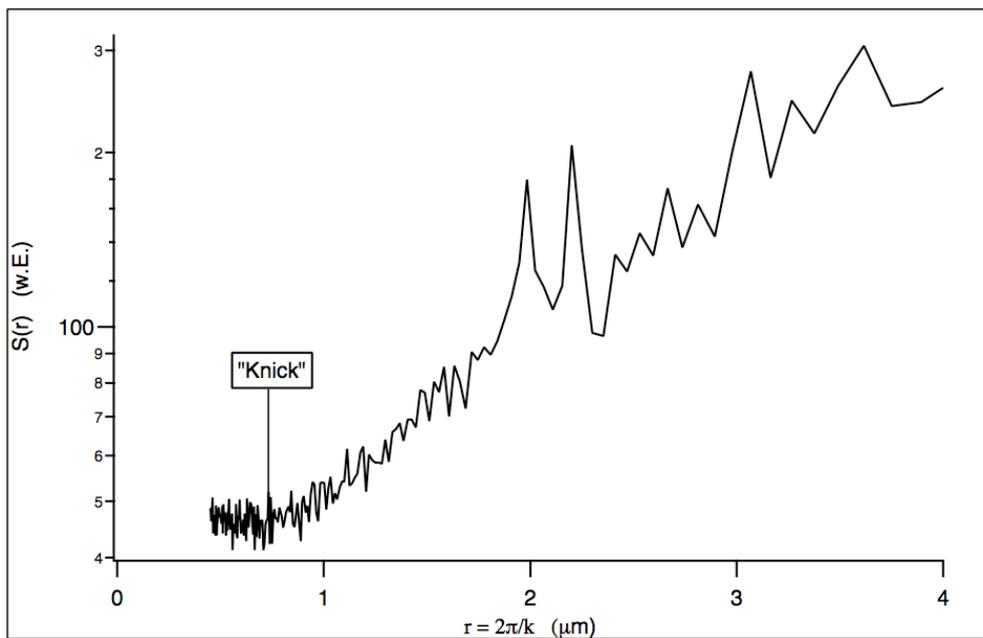


Abbildung 6.17: Spektrale Leistungsdichte des Mikroprozessors in der Nähe der Knickstelle, wo die zunächst konstant verlaufende Kurve plötzlich steil ansteigt.

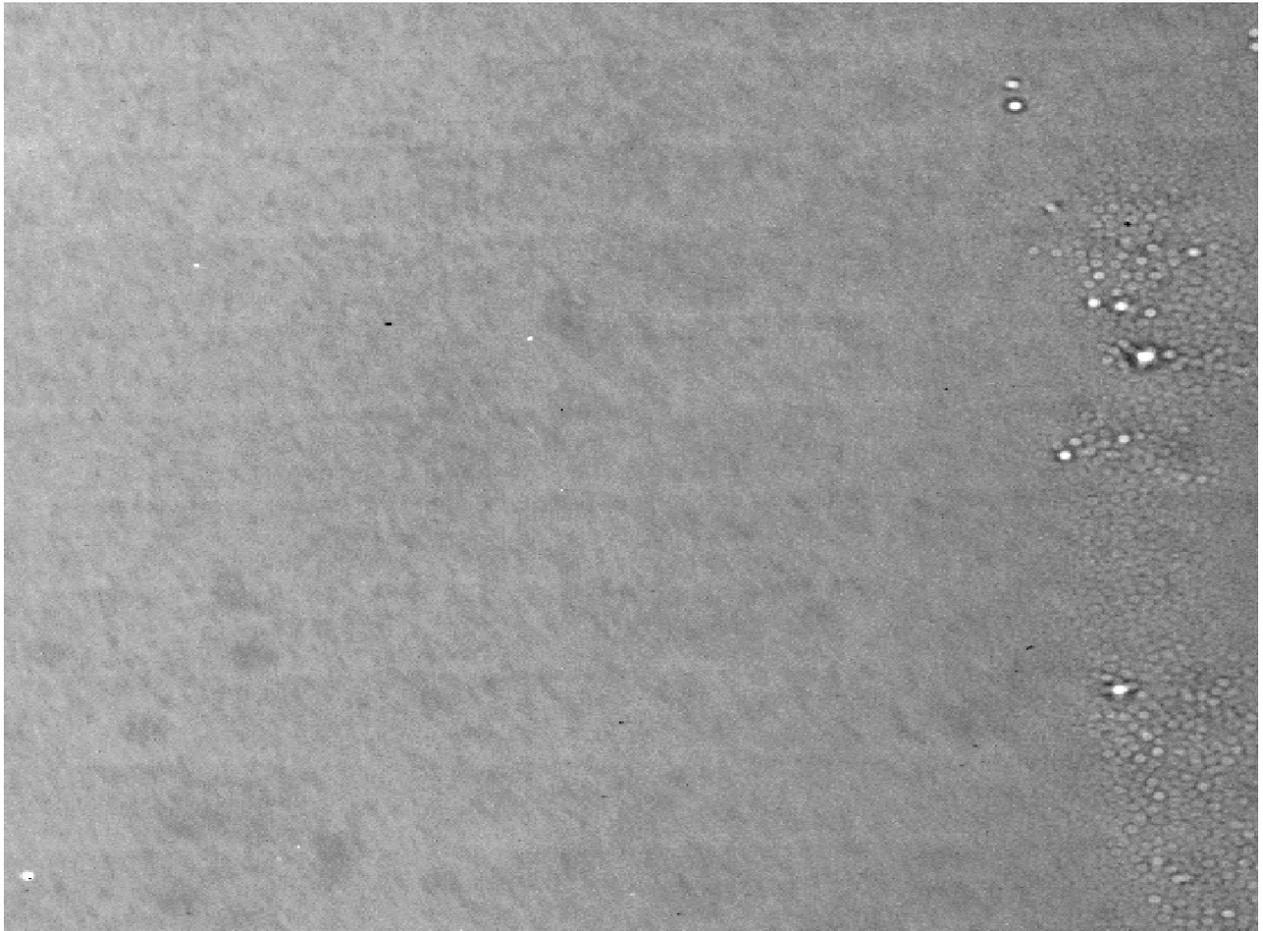


Abbildung 6.18: Eisbildung auf dem CCD-Chip. Dieses Bild zeigt den Rand der Aufnahme des Mikroprozessors. Damit die Eiskristalle zu sehen sind, wurde hierbei auf eine Flachfeldkorrektur verzichtet.

6.6 Einfluss der Quellgröße

Die endliche Größe der am HASYLAB bereitstehenden Röntgenquelle führt zu einer Verschmierung der abgebildeten Strukturen. Der Abstand L_0 zwischen Quelle und Probe beträgt $35m$ und der Abstand L_1 zwischen Quelle und Probe variierte zwischen $8mm$ beim Nickelgitter und $4mm$ beim Goldstreifenmuster und dem Mikroprozessor. Die Intensitätsverteilung in der Querschnittsfläche der Quelle ist gaussverteilt mit den FWHM-Breiten σ_x (horizontal) und σ_y (vertikal). Es ist zu erwarten, dass die durch die Ausdehnung der Quelle verursachte Verwaschung in horizontaler Richtung proportional zu $\frac{L_1}{L_0}\sigma_x$ und in vertikaler Richtung proportional zu $\frac{L_1}{L_0}\sigma_y$ ist. Die im Abschnitt 4.7 angegebene Gleichung 4.44 kann benutzt werden, um die Situation im Experiment numerisch zu simulieren. Die Abbildung 6.19 zeigt ein mit dem 20fach-Objektiv aufgenommenes Bild des Ni-Gitters, und Abbildung 6.20 gibt die simulierte Intensitätsverteilung in der Detektorebene wieder, wie sie in der Situation von Abbildung 6.19 vorliegt. Bei der in Abbildung 6.20 präsentierten Simulation wurden die Werte $\sigma_x = 10mm$ und $\sigma_y = 1mm$ als Breiten der Quelle zugrunde gelegt. Anhand der Simulation wird auch ersichtlich, dass die Verdrillungen an den Ecken der Kreuzungspunkte der Gitterstege keine vom Detektor verursachten Artefakte sind, sondern röntgenoptisch aufgrund der Verdrehung des Gitters relativ zu den Halbachsen der Quelle entstehen. Simulationen mit verschiedenen Gitterwinkeln zeigen, dass die Artefakte verschwinden, sobald das Gitter derart ausgerichtet wird, dass die Stege horizontal und vertikal verlaufen. Eine Diskrepanz zwischen Simulation und Experiment stellt das in der Simulation vorhandene aber in der Abbildung 6.19 nicht erkennbare Interferenzmuster an den Rändern der Gitterstege dar. Eine mögliche Erklärung dafür könnte sein, dass das Interferenzmuster im Experiment tatsächlich auftritt, aber der Detektor es nicht auflösen kann. Oder das der Simulation zugrundeliegende Modell von der Versuchsanordnung ist so stark idealisiert, dass in der Simulation Prozesse ignoriert werden, die das Interferenzmuster auswaschen würden.

Bei den Aufnahmen der Goldstreifenstruktur und des Mikroprozessors war der Abstand zwischen Probe und Detektor mit $4mm$ jeweils nur halb so groß wie beim Ni-Gitter. Die Verwaschung aufgrund der Quellgröße war deshalb bei der Goldprobe und dem Mikroprozessor nur etwa halb so groß wie beim Ni-Gitter.

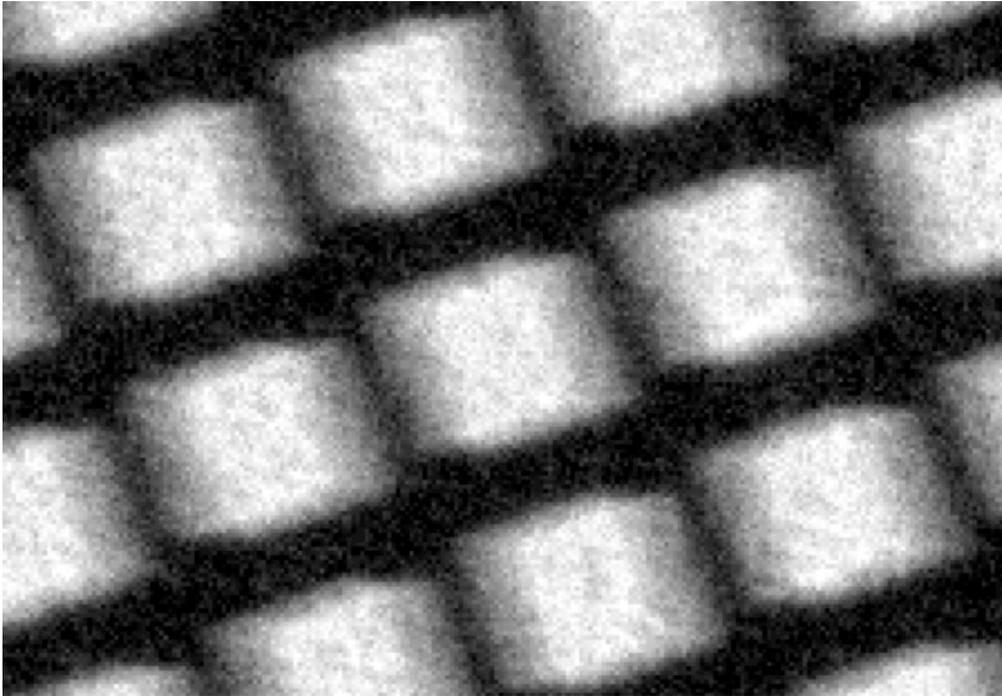


Abbildung 6.19: Gemessenes Transmissionsbild des Ni-Gitters aufgenommen mit dem 20fach-Objektiv.

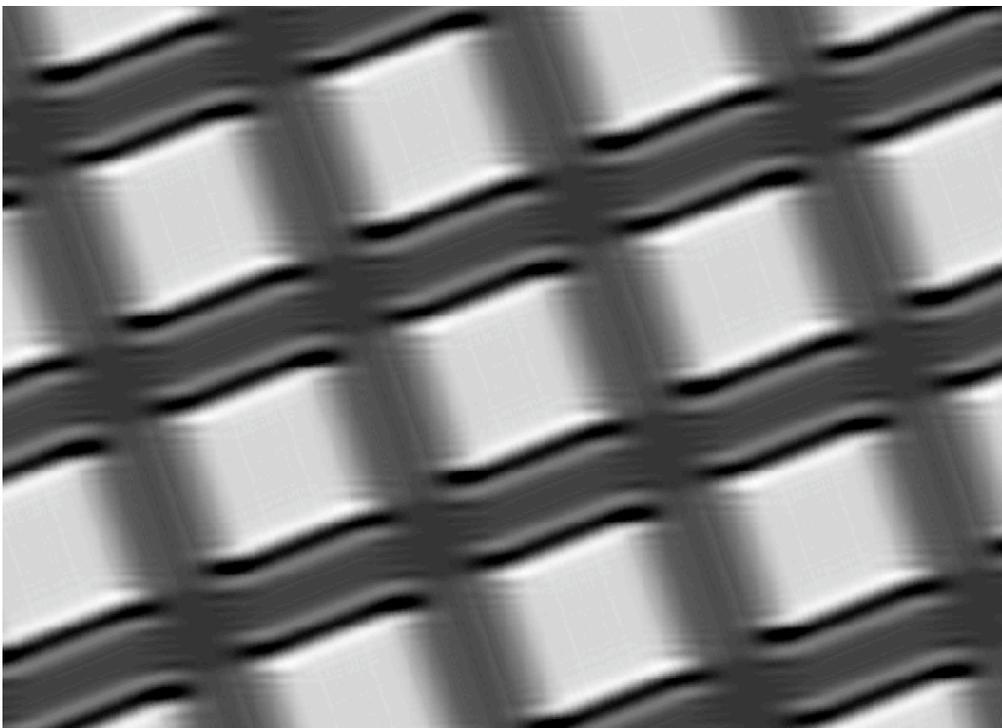


Abbildung 6.20: Simuliertes Transmissionsbild des Ni-Gitters in der Detektorebene.

Kapitel 7

Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde eine Röntgenkamera vorgestellt, die vornehmlich für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung vorgesehen ist. Bei der Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung wird die zu untersuchende Probe mit dem Strahl einer Synchrotronstrahlungsquelle durchleuchtet und das transmittierte Strahlungsfeld mit Hilfe einer Röntgenoptik auf einen zweidimensional ortsauflösenden Detektor vergrößert abgebildet. Unter den heute zur Verfügung stehenden Röntgenoptiken wie Spiegel, Kapillaren, gekrümmte Kristalle, Vielschichtoptiken, Wellenleiter, Fresnel-Zonenplatten und Bragg-Fresnel-Optiken ist die PCRL (parabolic compound refractive lens) als Röntgenoptik für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung besonders gut geeignet. Das röntgenoptische Vergrößern dient vornehmlich dem Umgehen der Auflösungsbegrenzung aufgrund des Detektors. Ohne Röntgenoptiken, d.h. bei einfacher Projektion, ist die Gesamtortsauflösung durch die Ortsauflösung des Detektors gegeben. Durch röntgenoptisches Vergrößern wird die Gesamtauflösung um den Faktor der Vergrößerung verbessert. Da die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung hohe Anforderungen an die Brillanz der Quelle stellt, wird die Röntgenmikroskopie hauptsächlich an Synchrotronstrahlungsquellen 3. Generation durchgeführt.

Der für die Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung entwickelte zweidimensional ortsauflösende Detektor sollte in Bezug auf die wesentlichen Parameter mit den zur Zeit besten vergleichbaren Detektoren konkurrieren können. Zu diesen Parametern zählen Ortsauflösung, Detektorquanteneffizienz, Dynamik und maximal sinnvolle Belichtungsdauer. Es musste dabei ein sinnvoller Kompromiss zwischen diesen Parametern gefunden werden, denn das Verbessern eines bestimmten Parameters geht zumeist zulasten eines anderen. Da die Bildinformation des Detektors digital vorliegen und möglichst online verarbeitet werden können soll, lag es nahe, als Basis des Detektors eine CCD-Kamera zu nehmen. Eine CCD-Kamera hat überdies den Vorteil einer sehr guten Dynamik. Ein Problem bei Verwendung einer CCD-Kamera ist der sehr eingeschränkte Bereich der spektralen Empfindlichkeit. Die für die Fotografie eingesetzten CCD-Kameras sind empfindlich für sichtbares Licht und nahes Infrarot. Schon nahes UV-Licht kann von solchen CCD-Kameras nicht mehr detektiert werden. Für UV-Licht und weiche Röntgenstrahlung sind zwar spezielle CCD-Chips entwickelt worden, aber für das Belichten mit harter Röntgenstrahlung sind CCD-Chips insbesondere wegen der im Innern des Chips auftretenden Strahlenschäden ungeeignet. Hinzu kommt

noch die schlechte Dynamik wegen der hohen Photonenenergie bei gleichzeitig begrenzter Elektronenkapazität eines einzelnen Pixels. Eine Lösung dieses Problems ist das Entkoppeln der beiden Prozesse Absorption der Röntgenstrahlung und Erzeugen von Topfelektronen im Pixel des CCD-Chips. Die Absorption der harten Röntgenstrahlung findet im Innern eines Szintillators statt, wobei Orte im Szintillator mit hoher Röntgenintensität entsprechend viel Fluoreszenzlicht emittieren. Jetzt braucht der (im sichtbaren Wellenlängenbereich) leuchtende Szintillator nur noch mittels einer Optik auf den CCD-Chip abgebildet zu werden. Als Optik zwischen Szintillator und CCD-Chip werden sowohl Faseroptiken als auch refraktive Linsensysteme verwendet. Faseroptiken bieten gegenüber Linsensystemen den Vorteil, dass sie einen vergleichsweise hohen Anteil der Fluoreszenzphotonen in den CCD-Chip ein-koppeln, wodurch eine zu starke Abnahme der Detektorquanteneffizienz verhindert wird. Zudem führt das Verwenden von Faseroptiken zu einem sehr kompakten Aufbau des Detektors, da Szintillator und Faseroptik in das Gehäuse der CCD-Kamera integriert werden können. Kommerzielle Röntgenkameras basieren nahezu ausschließlich auf Faseroptiken. Die Ortsauflösung solcher Detektoren ist jedoch begrenzt durch die Pixelgröße des CCD-Chips, denn eine Faseroptik eignet sich nicht für das vergrößernde Abbilden des Szintillators auf den CCD-Chip. Da CCD-Pixel nicht kleiner als $6\mu\text{m}$ sind, sind maximale Auflösungen unter 10 Mikrometer mit Faseroptiken nicht möglich. Der bei dieser Diplomarbeit entwickelte Detektor soll eine Ortsauflösungen bis in den Submikrometerbereich schaffen. Daher schied eine Faseroptik zugunsten einer vergrößernden Mikroskopoptik aus. Was bei der Konstruktion des Mikroskops sowie der Wahl der CCD-Kamera und des Szintillators zu beachten ist, wurde in Kapitel 5 erläutert.

Erste Tests des Röntgendetektors wurden an einer Mikrofokusröhre durchgeführt. Hierbei zeigte sich, dass der Detektor auch für Laborquellen eingesetzt werden kann, sofern die verwendeten Szintillatoren dick genug sind ($\geq 20\mu\text{m}$). Dünnere Szintillatoren sind für Röntgenröhren nicht geeignet, weil die Absorption der Röntgenstrahlung im Szintillator zu gering ist. Während die Periodenstruktur eines Ni-1000meshs (1000 Perioden pro Zoll) an einer Röntgenröhre noch gut aufgelöst wurde, scheiterte der Versuch, ein 2000mesh abzubilden. Trotz 10minütiger Belichtungszeit war kein Kontrast erkennbar.

Der eigentliche Test des Detektors wurde am Hamburger HASYLAB an der Beamline E2 durchgeführt. Die Versuchsergebnisse zeigten, dass der Detektor sämtlichen Mindestanforderungen für die vergrößernde Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung genügt. Der Versuchsteil mit dem Ni-2000mesh zeigt, dass der Detektor bei $80\frac{\text{lp}}{\text{mm}}$ (lp=Liniennaare) einen Kontrast von 98% liefert, falls er mit dem $10\mu\text{m}$ -Szintillator und dem 20fach-Objektiv betrieben wird. Mit der Goldstreifenstruktur konnte nachgewiesen werden, dass der Detektor eine $500\frac{\text{lp}}{\text{mm}}$ -Periodenstruktur bei einem Kontrast von 60% auflösen kann, und zwar bei Verwenden der beiden dünnsten Szintillatoren ($5\mu\text{m}$ und $10\mu\text{m}$). Das Abbilden des Mikroprozessors im dritten Versuchsteil offenbarte schließlich eine Auflösungsgrenze von circa $0,7\mu\text{m}$. Diesen Wert erhält man durch Bestimmen des Knickpunktes im Diagramm der spektralen Leistungsdichte [VSS⁺00]. Eine detaillierte Beschreibung des Experiments am HASYLAB wurde in Kapitel 6 gegeben.

Inzwischen hatte der Detektor seinen ersten wirklichen Einsatz, wenn auch nicht bei der

Mikroskopie mit harter Röntgenstrahlung. Im Rahmen einer Diplomarbeit wurde der Detektor als ein Instrument zum Vermessen von Foki, die von diversen Röntgenoptiken erzeugt werden, eingesetzt. Da dies an einer Röntgenröhre geschah, wurde hierbei nur der dicke Szintillator verwendet.

Bevor der Detektor seinem eigentlichen Zweck zugeführt wird, muss noch das Problem mit der Eisbildung am CCD-Chip behoben werden. Es hat sich nämlich herausgestellt, dass der CCD-Chip langsam zufriert, wenn er viele Stunden lang auf -25°C gekühlt bleibt. Durch Fluten des CCD-Gehäuses mit Stickstoffgas hoffen wir, diese Schwierigkeit in den Griff zu bekommen.

Obwohl der Detektor bereits in seiner derzeitigen Ausführung bei weitem sämtliche an ihn gestellten Anforderungen erfüllt, ist noch eine Verbesserung zu erwarten, wenn bei zukünftiger Neuanschaffung von Szintillatoren nicht mehr Terbium, sondern Europium als Dotierelement gewählt wird. Das von Europium emittierte Fluoreszenzspektrum passt nämlich besser zur spektralen Quanteneffizienz des bei dem Detektor eingebauten Kodak-CCD-Chips als jenes von Terbium emittierte. Außerdem ist das Nachleuchtverhalten bei Europium wesentlich günstiger als bei Terbium, so dass auch in dieser Hinsicht eine Verbesserung zu erwarten ist.

Literaturverzeichnis

- [AAS89] R. S. Aikens, D. A. Agard, and J. W. Sedat. Solid-state imagers for microscopy. *Methods in Cell Biology*, 29:291–313, 1989.
- [BS70] W. S. Boyle and G. E. Smith. Charge coupled semiconductor devices. *Bell Syst. Tech. J.*, 49:587–593, 1970.
- [BWB⁺99] Max Born, Emil Wolf, A. B. Bhatia, P. C. Clemmow, D. Gabor, A. R. Stokes, A. M. Taylor, P. A. Wayman, and W. L. Wilcock. *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light*. Cambridge University Press, 7th edition, October 1999.
- [DMS⁺80] C. L. Davies, B. L. Morgan, R. J. Scaddan, R. W. Airey, J. C. Dainty, L. Marton, and C. Marton. *Astronomical Applications of a CCD*, volume 52, pages 481–494. Academic Press, 1980.
- [Jam65] R. W. James. *The Optical Principles of the Diffraction of X-Rays*. Cornell University Press, Ithaca, New York, 3rd edition, 1965.
- [Kai03] Robert Kaiser. Private website, 2003. <http://science.kairo.at/chemistry/fotografie.html>.
- [KB80] J. Kristian and M. Blouke. Charge-coupled devices in astronomy. *Sci. Am.*, pages 66–75, 1980.
- [KHM⁺95] A. Koch, M. Hagelstein, A. San Miguel, A. Fontaine, and T. Ressler. Scintillating screen-ccd camera using analog on chip storage for time-resolved x-ray absorption spectroscopy. In *SPIE conference proceedings*, volume 2416, pages 85–93. SPIE Optical Engineering Press, 1995.
- [KPH⁺99] Andreas Koch, Françoise Peyrin, Philippe Heurtier, Bernard Ferrand, Bernard Chambaz, Wolfgang Ludwig, and Maurice Couchaud. X-ray camera for computed microtomography of biological samples with micrometer resolution using lu3al5o12 and y3al5o12 scintillators. In *Proceedings of SPIE*, volume 3659, pages 170–179. SPIE, the International Society for Optical Engineering, Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, Bellingham, WA, ETATS-UNIS (1981) (Revue), January 1999.

- [KRSS98] Andreas Koch, Carsten Raven, Per Spanne, and Anatoly Snigirev. X-ray imaging with submicrometer resolution employing transparent luminescent screens. *J. Opt. Soc. Am. A*, 15(7):1940–1951, 1998.
- [LSR⁺99] Bruno Lengeler, Christian G. Schroer, Matthias Richwin, Johannes Tümmler, Michael Drakopoulos, Anatoly Snigirev, and Irina Snigireva. A microscope for hard x-rays based on parabolic compound refractive lenses. *Appl. Phys. Lett.*, 74(26):3924–3926, 1999.
- [LST⁺99] Bruno Lengeler, Christian Schroer, Johannes Tümmler, Boris Benner, Matthias Richwin, Anatoly Snigirev, Irina Snigireva, and Michael Drakopoulos. Imaging by parabolic refractive lenses in the hard x-ray range. *J. Synchrotron Rad.*, 6:1153–1167, 1999.
- [NSS⁺87] M. G. Naday, M.G. Strauss, I.S. Sherman, M.R. Kraimer, and E.M. Westbrook. Detector with charge-coupled device sensor for protein crystallography with synchrotron x-rays. *Optical Engineering*, 26(8):788–794, 1987.
- [Rav98] Carsten Raven. *Microimaging and Tomography with High Energy Coherent Synchrotron X-Rays*. PhD thesis, RWTH Aachen, II. Physikalisches Institut B, Aachen, 1998.
- [SBG⁺02] Christian G. Schroer, Boris Benner, Til Florian Günzler, Marion Kuhlmann, Bruno Lengeler, Christoph Rau, Timm Weitkamp, Anatoly Snigirev, and Irina Snigireva. Magnified hard X-ray microtomography: Toward tomography with sub-micron resolution. In U. Bonse, editor, *Developments in X-Ray Tomography III*, volume 4503 of *Proceedings of the SPIE*, pages 23–33, 2002.
- [SBW⁺02] Marco Stampanoni, Gunther Borchert, Peter Wyss, Rafael Abela, Bruce Patterson, Steven Hunt, Detlef Vermeulen, and Peter Rüegsegger. High resolution X-ray detector for synchrotron-based microtomography. *Nucl. Instrum. Meth. A*, 491(1–2):291–301, Sep 2002.
- [Tüm00] Johannes Tümmler. *Development of Compound Refractive Lenses for Hard X-Rays; A Novel Instrument in Hard X-Ray Analysis*. PhD thesis, RWTH Aachen, II. Physikalisches Institut B, Aachen, 2000.
- [VSS⁺00] S. Vogt, G. Schneider, A. Steuernagel, J. Lucchesi, E. Schulze, D Rudolph, and G. Schmahl. X-ray microscopic studies of the drosophila dosage compensation complex. *Journal of Structural Biology*, 132:123–132, 2000.
- [Web03a] Website. Center for x-ray optics, 2003. http://henke.lbl.gov/optical_constants.
- [Web03b] Website. Homepage der Firma DTA (Hersteller der CCD-Kamera), 2003. <http://www.dta.it>.

-
- [Web03c] Website. Webseite des HASYLAB, Hamburg, 2003. <http://www-hasyllab.desy.de>.
- [Wil92] Klaus Wille. *Physik der Teilchenbeschleuniger und Synchrotronstrahlungsquellen*. B. G. Teubner Stuttgart, 1. edition, 1992.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Röntgenröhre	4
2.2	Abstrahlcharakteristik eines Dipols	5
2.3	Abstrahlcharakteristik eines relativistischen Elektrons	7
2.4	Undulator	9
3.1	Ionisationskammer	12
3.2	Arbeitsbereiche eines Gasionisationsdetektors	13
3.3	Diodenkennlinie	14
3.4	PIN-Diode	15
3.5	Szintillationsdetektor	16
3.6	Silber, Silberbromid	18
3.7	Bildplatten	19
3.8	MOS-Kondensator	21
3.9	Full-Frame-CCD	22
3.10	Interline-Transfer-CCD	22
3.11	Frame-Transfer-CCD	23
3.12	Feldgestützte Diffusion beim Auslesen eines CCD-Chips	24
3.13	Röntgenkamera mit Faseroptik	27
3.14	Röntgenkamera mit Mikroskopoptik	28
4.1	Transmission durch eine dünne Probe	30
4.2	Zur Illustration der Fresnel-Kirchhoffschen Beugungsformel	37
4.3	CRL-Mikroskop	44
5.1	Räumliche Auflösung gegen numerische Apertur	49
5.2	Energieverteilung absorbierter Röntgenphotonen	50
5.3	Eindringtiefe YAG vs. LAG	51
5.4	Emissionsspektren von LAG:Tb und LAG:Eu	51
5.5	Nachleuchten von LAG:Tb und LAG:Eu	52
5.6	Schemazeichnung des Mikroskops	57
5.7	Quanteneffizienz des Kodak-CCD-Chips	58
5.8	Detektor im Einsatz 1	59
5.9	Detektor im Einsatz 2	60

6.1	REM-Aufnahme des Ni-Gitters	62
6.2	REM-Aufnahme der Goldstreifen	62
6.3	Flachfeldbild der Quelle am HASYLAB	63
6.4	Linienprofil des Ni-Gitters mit 20fach-Objektiv	66
6.5	Transmissionsbild des Ni-Gitters (5fach-Objektiv, Gesamtbild)	68
6.6	Transmissionsbild des Ni-Gitters (5fach-Objektiv, Ausschnitt)	68
6.7	Transmissionsbild des Ni-Gitters (10fach-Objektiv, Gesamtbild)	69
6.8	Transmissionsbild des Ni-Gitters (10fach-Objektiv, Ausschnitt)	69
6.9	Transmissionsbild des Ni-Gitters (20fach-Objektiv, Gesamtbild)	70
6.10	Transmissionsbild des Ni-Gitters (20fach-Objektiv, Ausschnitt)	70
6.11	Goldstreifen mit dem $10\mu\text{m}$ -Szintillator aufgenommen	73
6.12	Goldstreifen mit dem $5\mu\text{m}$ -Szintillator aufgenommen	73
6.13	Vertikales Linienprofil der Goldstreifen	74
6.14	Spektrale Leistungsdichte der Goldstreifen	74
6.15	Transmissionsbild des Mikroprozessors	76
6.16	Spektrale Leistungsdichte des Mikroprozessors mit Peak	77
6.17	Spektrale Leistungsdichte des Mikroprozessors mit Knick	77
6.18	Eisbildung auf dem CCD-Chip	78
6.19	Gemessenes Transmissionsbild des Ni-Gitters	80
6.20	Simuliertes Transmissionsbild des Ni-Gitters	80

Tabellenverzeichnis

5.1	Liste der Objektive	53
6.1	Gemessene Periodenlänge	65
6.2	Gemessene Projektivvergrößerung	65
6.3	Gemessene Kontraste und Modulationen beim Ni-Gitter	66
6.4	Gemessene Kontraste und Modulationen bei den Goldstreifen	71

Danksagung

Für ihre unschätzbare Unterstützung bei der Anfertigung dieser Arbeit danke ich:

- Herrn Prof. Dr. Lengeler für viele anregende Diskussionen nicht nur in den Vorbesprechungen für die Physikübungen. Manches Mal musste ich dabei einsehen, dass ein zu formales mathematisches Herangehen an physikalische Problemstellungen die Sicht auf das Wesentliche behindern kann.
- Herrn Prof. Dr. Klemradt für die freundliche Übernahme der Zweitgutachtertätigkeit. Ihm verdanke ich insbesondere die Möglichkeit, die Röntgenkamera am Hamburger HASYLAB testen können, indem er seine eigene Strahlzeit zur Verfügung stellte. Nirgendwo sonst wären wir so unkompliziert und kurzfristig an eine Synchrotronstrahlungsquelle herangekommen.
- Herrn Dr. Schroer für die stets hervorragende Betreuung während der Diplomarbeit, für das wunderbar mächtige Werkzeug TOMO und nicht zuletzt für die nächtliche Session an der Beamline E2.
- Florian Günzler, ohne dessen umfassende Linux-Kenntnisse ich manchmal ziemlich alt ausgesehen hätte (und das nicht nur bezüglich der Treiber für die CCD-Kamera).
- Den übrigen Mitgliedern der Röntgengruppe (einschließlich den „Mesoskopikern“) für ihre Unterstützung bei der wissenschaftlichen Arbeit, sowie für das hervorragende Arbeitsklima. Als Beleg für letzteres möge die Aktion mit den Dispersiven Propagatoren dienen.
- Den Mitarbeitern in der Werkstatt, durch deren Einsatz es gelang, dass sämtliche für das Experiment am HASYLAB nötigen Werkstücke binnen kürzester Zeit fristgerecht fertig wurden.
- Bernard Ferrand, for growing the high quality $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ -scintillators.
- Allen weiteren Menschen, die mir bei dieser Arbeit behilflich waren, und vor allem meinen Eltern für das Ermöglichen meines Physikstudiums.