

**Realisierung eines  
Talbot-Lau-Interferometers an  
Mikrofokusröntgenröhren für  
materialwissenschaftliche  
Tomografieanwendungen**

Zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktor der Ingenieurwissenschaften**

der Fakultät für Maschinenbau  
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte  
**Dissertation**

von:

Dipl.-Phys. Jens Thomas Maisenbacher

Tag der mündlichen Prüfung: 15.01.2016

Hauptreferent:

Dr.-Ing. Jens Gibmeier

Koreferent:

Prof. Dr.rer.nat. Franz Pfeiffer

Koreferent:

Prof. Dr.rer.nat. Alexander Wanner

---



---

## Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde des Karlsruher Institut für Technologie (KIT).

Ich danke Dr.-Ing. Jens Gibmeier für die Übernahme des Hauptreferats, sein offenes Ohr in wissenschaftlichen Fragestellungen und die angenehme Arbeitsatmosphäre in der Gruppe.

Ich danke Herrn Prof. Dr. Franz Pfeiffer und Herrn Prof. Dr. Alexander Wanner für die Übernahme des Koreferates.

Für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des Virtuellen Instituts - Neue Röntgenoptische Methoden in der Materialwissenschaft (VI-NRMM) danke ich der Helmholtz-Gesellschaft.

Herrn Ingolf Mugrauer und Herrn Rafael Hofsäb danke ich für die Unterstützung in elektrischen und mechanischen Fragen bei der Errichtung meines Versuchsaufbaus. Herrn Christoph Wilhelm und Frau Susanne Kaminski danke ich für den Verleih und die Ratschläge bezüglich ihres energiedispersiven Detektors.

Den Kollegen aus dem VI-NRMM danke ich für die gute Zusammenarbeit. Insbesondere gebühren Friedrich Prade, Andreas Malecki, Jan Meiser, Dr. rer. nat. Julia Herzen und Alexander Hipp mein Dank für zahlreiche Ratschläge und Diskussionen.

Großen Dank schulde ich Herrn Peter Nabholz für das Korrekturlesen des Manuskripts der Arbeit.

Abschließend danke ich meinen Eltern und Ulrike Nabholz - insbesondere für den moralischen Rückhalt in allen Situationen.

---

## **Eigenständigkeitserklärung**

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig angefertigt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Die wörtlich oder inhaltlich übernommenen Stellen habe ich als solche kenntlich gemacht. Die Satzung des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis habe ich beachtet.

gez. Jens Thomas Maisenbacher

## Abkürzungsverzeichnis

<b>CVI</b> chemical vapor infiltration .....	37
<b>DDFI</b> directional dark-field imaging .....	29
<b>DFC</b> dark-field contrast .....	13
<b>DPC</b> differential phase contrast .....	
<b>FOV</b> field of view .....	12
<b>JIMA</b> Japan Inspection Instruments Manufacturer's Association .....	48
<b>MMC</b> metall matrix composite .....	40
<b>SNR</b> signal noise ratio .....	61
<b>VI-NRMM</b> Virtuelles Institut - Neue Röntgenanalytische Methoden in der Materialwissenschaft .....	2
<b>XTT</b> X-ray tensor tomography .....	29

# Inhaltsverzeichnis

<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>vi</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Kenntnisstand</b>	<b>4</b>
2.1 Grundlagen . . . . .	4
2.1.1 Beschreibung von elektromagnetischen Wellen . . . . .	4
2.1.2 Beschreibung von Interferenz . . . . .	5
2.1.3 Computertomografie . . . . .	9
2.2 Methoden zur Phasen- und Dunkelfeldkontrastbildung mit Röntgenstrahlen . . . . .	11
2.2.1 Kristallinterferometrie . . . . .	12
2.2.2 Propagationsbasierte Methoden . . . . .	13
2.2.3 Diffraktionsbasierte Methoden . . . . .	14
2.2.4 Gitterinterferometer . . . . .	15
2.3 Talbot-Lau Interferometer . . . . .	17
2.3.1 Interferenz am optischen Gitter . . . . .	17
2.3.2 Phasenkontrast . . . . .	20
2.3.3 Dunkelfeldkontrast . . . . .	24
2.3.4 Signalgewinnung . . . . .	25
2.3.5 Tensortomografie . . . . .	29
2.4 Gitterherstellung . . . . .	31
<b>3 Untersuchte Materialien</b>	<b>36</b>
3.1 Kohlenstoffmatrix/Kohlenstofffaser-Verbundwerkstoffe . . . . .	36
3.2 Metallmatrix/Keramik-Verbundwerkstoffe . . . . .	40
3.3 Reibkontaktmaterialien . . . . .	44
<b>4 Talbot-Lau Interferometer mit Transmissions-Mikrofokusröhre am IAM-WK</b>	<b>46</b>
4.1 Röntgenquelle . . . . .	46
4.1.1 Eigenschaften . . . . .	47

4.2	Gitterauswahl . . . . .	48
4.2.1	Positionierung der Gitter . . . . .	52
4.3	Detektor . . . . .	54
4.4	Montage und Justage . . . . .	54
<b>5</b>	<b>Versuchsdurchführung</b>	<b>59</b>
5.1	Vorversuche zur Optimierung des Aufbaus am IAM-WK . . . . .	59
5.1.1	Charakterisierung der Brennfleckgröße . . . . .	59
5.1.2	Charakterisierung der Spektren . . . . .	64
5.2	Visibilitätsanalyse . . . . .	67
5.2.1	2-Gitter-Aufbau . . . . .	67
5.2.2	3-Gitter-Aufbau . . . . .	69
5.3	Untersuchungen an der TU München . . . . .	69
5.3.1	Tomografie in Phasen- und Dunkelfeldkontrast . . . . .	69
5.3.2	Radiografische Untersuchungen . . . . .	70
<b>6</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>72</b>
6.1	Voruntersuchungen . . . . .	72
6.1.1	Auflösung und Brennfleckgröße . . . . .	72
6.1.2	Spektren . . . . .	77
6.2	Charakterisierung des Talbot-Lau Interferometers am IAM-WK	82
6.2.1	2-Gitter-Aufbauten . . . . .	82
6.2.2	3-Gitter-Aufbau . . . . .	88
6.3	Anwendungen in der Materialwissenschaft . . . . .	101
6.3.1	Metallmatrix/Keramik-Verbundwerkstoff . . . . .	101
6.3.2	Absorptionsmessungen am IAM-WK . . . . .	105
6.3.3	Kohlenstoffmatrix/Kohlenstofffaser-Verbundwerkstoff	106
6.3.4	Reibkontaktmaterialien . . . . .	113
<b>7</b>	<b>Diskussion</b>	<b>119</b>
7.1	Visibilität . . . . .	119
7.1.1	2-Gitter-Aufbauten . . . . .	119
7.1.2	3-Gitter-Aufbau . . . . .	121
7.2	Anwendungen in der Materialwissenschaft . . . . .	125
7.2.1	Phasenkontrast . . . . .	126
7.2.2	Dunkelfeldkontrast . . . . .	129
7.3	Umsetzbare Designenergien und Auflösungen . . . . .	130
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>133</b>



# 1 Einleitung

Die Computertomografie ist als bildgebendes Verfahren in Medizin, Wissenschaft und in der Industrie etabliert. Es wird zur Diagnose bei Verletzungen, zur Qualitätssicherung in der Produktion und in der Materialforschung eingesetzt. Während im klinischen Betrieb Einschränkungen bedingt durch den gesundheitsgefährdenden Aspekt der Röntgenstrahlung und durch die Größe und Bewegung des Patienten gegeben sind, tritt diese Problematik in der Materialforschung nicht auf. Die Fragestellungen erfordern hier häufiger hohe Auflösungen bei teilweise gleichzeitig hohen Beschleunigungsspannungen. Dabei tritt vielfach die Problematik nicht separierbarer Bereiche in den Ergebnissen auf, was durch ähnliche Absorptionseigenschaften der jeweiligen Materialien bedingt ist. Dies kann beispielsweise bei kohlefaserverstärkten Polymeren oder beim Eindiffundieren von Wasser in Beton der Fall sein. Gleichmaßen ist es nur sehr aufwändig möglich, große Probenvolumen bei gleichzeitig hoher Auflösung zu analysieren.

Eine Möglichkeit, diese Problematik anzugehen, sind Modifikationen in der Bildgebung, wie sie in der Weißlichtmikroskopie bereits üblich sind - Phasen- und Dunkelfeldkontrast. Hierfür gibt es mehrere Ansätze, wie zum Beispiel über Strahlteiler [BH65b, BH65a, BBBG97, MTY<sup>+</sup>01], die Ausnutzung von propagationsbasierten Effekten der Röntgenstrahlung [SSKS95, CPSB<sup>+</sup>97, CLB<sup>+</sup>99a, WGG<sup>+</sup>96] und diffraktionsbasierte Methoden [IB95, DGG<sup>+</sup>95] und [Bra03, ZTCS00, WWC<sup>+</sup>03, CZ14].

Die vielseitigste Methode, welche auch an Laborquellen nutzbar ist, sollte in dieser Arbeit am Institut für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde (IAM-WK) bereitgestellt werden. Sie basiert auf Talbot-Lau Interferometern [Cla98, DNS02, MKK<sup>+</sup>03, PWBD06, PKBD07, PBB<sup>+</sup>08, PBB<sup>+</sup>09, EBS<sup>+</sup>07, TPK<sup>+</sup>11], welche aus röntgen-optischen Gittern aufgebaut sind. Die Anwendung dieses Verfahrens ist im Bereich der Materialforschung noch nicht weit verbreitet und es existieren nur wenige Veröffentlichungen bezüglich konkreter Anwendungen [KPR12]. Daher ist es ebenso Ziel, anhand von Anwendungsbeispielen das Potential gitterbasierter Phasen- und Dunkelfeldanalysen in der Materialwissenschaft zu demonstrieren.

Im Zuge dieser Arbeit wurde daher ein solcher Interferometer im Rahmen eines

virtuellen Instituts der Helmholtzgesellschaft (Virtuelles Institut - Neue Röntgenanalytische Methoden in der Materialwissenschaft (VI-NRMM)) in einen bestehenden, kommerziell erworbenen Mikro-Computertomografen ( $\mu$ CT) der Firma Yxlon integriert. Durch den kleinen Brennfleck der Transmissions-Mikrofokusröhre, sowie durch die entsprechenden Gitter [MGK<sup>+</sup>12, MAW<sup>+</sup>14], welche von Projektpartnern am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) hergestellt wurden, sollte eine möglichst hohe Auflösung bei Energien  $\geq 50$  keV erzielt werden. Um diese Ziele umzusetzen waren auch mittels 2-Gitter-Aufbauten zu realisieren. Auf diese Weise sollte ein für materialwissenschaftliche Fragestellungen geeigneter Aufbau bereitgestellt werden.

Hierzu wurde das vorhandene  $\mu$ CT hinsichtlich der Umsetzbarkeit des Aufbaus charakterisiert und Gitterparameter sowohl entsprechend zur Verfügung stehenden Platz als auch herstellungsspezifischem Aspekt ausgewählt. Der Aufbau wurde im Anschluss charakterisiert und hinsichtlich der damit erzielbaren Leistung optimiert. Dazu wurden auch Vergleichsmessungen bei Projektpartnern an der Technischen Universität München durchgeführt.

Parallel dazu wurden Messreihen zur Identifizierung geeigneter Demonstratoren für die Aufbauten im Projekt unternommen. Dazu wurden Werkstoffe ausgewählt, die Gegenstand aktueller Forschung sind und Fragestellungen aufwerfen, die mittels Tomografie beantwortet werden können. Gleichzeitig war Auswahlkriterium, dass diese Fragestellungen nicht, oder nur umständlich im gewöhnlichen Absorptionkontrast zu analysieren sind. Die ausgewählten Proben wurden sowohl am IAM-WK, als auch an Aufbauten an der TU München untersucht.

Die Daten der vorliegenden Arbeit wurden aus Voruntersuchungen zur Charakterisierung des am IAM-WK vorhandenen Computertomografen sowie aus Messungen an Demonstratorproben gewonnen.

Die Voruntersuchungen umfassen Projektionen von Testkörpern zur Bestimmung der Brennfleckgröße, Spektren der vorhandenen Transmissionstargets und Messungen im Phasen- und Dunkelfeldkontrast.

Letztere wurden auch zur Analyse der untersuchten Werkstoffe verwendet. Dabei wurde bei den Untersuchungen an den Werkstoffen teilweise auch speziell die Richtungsabhängigkeit des Interferometers hinsichtlich der dem Dunkelfeldkontrast zugrunde liegenden Kleinwinkelstreuung genutzt.

Die Daten liegen sowohl als Rekonstruktionen der Proben als auch als Projektionen vor.

Die Ergebnisse der Voruntersuchungen gestatten die Auswahl eines geeigneten Aufbaus aus den am IAM-WK umsetzbaren Aufbauten. Gleichzeitig dienen sie

---

als Grundlage für die Auslegung zukünftiger Talbot-Lau Interferometer an der vorhandenen Quelle.

Die Resultate der untersuchten Werkstoffe sollen den Zugewinn an Informationen, der unter Verwendung der neuen Aufbauten erhalten wurde demonstrieren. So ist die innere Struktur eines  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlSi12}$ -Metallmatrix-Keramik Verbunds [ZNR<sup>+</sup>09, ZNP10, RW08, Roy09, RGW09] im Absorptionskontrast nicht erkennbar. Es war zu erwarten, dass der Kontrast im Phasenkontrast deutlicher ist.

Bei einem mit Kohlenstoff infiltrierten Kohlefasergewebe [GRP<sup>+</sup>10, Geb10, ZHH02, ZH03, HZH<sup>+</sup>03] kann nach der Infiltration, im Absorptionskontrast, nicht mehr zwischen Fasern und eingebrachtem Kohlenstoff unterschieden werden. Die Untersuchungen im Phasen- und Dunkelfeldkontrast sollten zeigen inwieweit nach der Infiltration noch Informationen über die Fasern gewonnen werden können.

Ebenso sollten Reibkontaktmaterialien, wie sie in Kupplungsscheiben von Lammellenkupplungen Anwendung finden, im Dunkelfeldkontrast radiografisch analysiert werden. Dies geschah im Rahmen einer Machbarkeitsstudie zur Untersuchung des Zuschmierens der Porenetzwerke beim nasslaufenden Betrieb der Kupplungsscheiben. Schmiermittel und Reibkontaktmaterialien können im Absorptionskontrast nicht unterschieden werden.

## 2 Kenntnisstand

### 2.1 Grundlagen

Im Folgenden wird auf die Grundlagen der Ausbreitung elektromagnetischer Wellen, der Interferenz und der Computertomografie eingegangen. Die Röntgenstrahlung, welche im Spektralbereich von ca.  $10^{-9}$  bis  $10^{-12}$  m liegt [A<sup>+</sup>79] und ein wesentlicher Bestandteil dieser Arbeit ist, stellt davon einen Teilaspekt dar. Sofern nicht anders angegeben, entstammen die Grundlagen [Hec02] und [BW99].

#### 2.1.1 Beschreibung von elektromagnetischen Wellen

Die Maxwell-Gleichungen beschreiben physikalisch die Wechselwirkung elektromagnetischer Wellen. Deren Interaktion mit Materie ist durch die Polarisierung  $\mathbf{P}$  und die Magnetisierung  $\mathbf{M}$  gegeben und ist im Allgemeinen abhängig vom Beobachtungspunkt  $\mathbf{r}$ , der Kreisfrequenz  $\omega$  der Wellen und der Zeit  $t$ . Die elektrische Verschiebung  $\mathbf{D}$  und die magnetische Induktion  $\mathbf{B}$  lassen sich wie in Gl. 2.1 und Gl. 2.2 über die Permittivität  $\epsilon(\omega)$  und die Permeabilität  $\mu(\omega)$  bzw. die elektrische und magnetische Suszeptibilität  $\chi_e$  und  $\chi_m$  ausdrücken.  $\mathbf{E}$  ist das elektrische Feld und  $\mathbf{H}$  die magnetische Erregung

$$\mathbf{D}(\mathbf{r}, t) = \epsilon_0(1 + \chi_e(\omega))\mathbf{E}(\mathbf{r}, \omega) = \epsilon_0\epsilon(\omega)\mathbf{E}(\mathbf{r}, \omega) \quad (2.1)$$

$$\mathbf{B}(\mathbf{r}, t) = \mu_0(1 + \chi_m(\omega))\mathbf{H}(\mathbf{r}, \omega) = \mu_0\mu(\omega)\mathbf{H}(\mathbf{r}, \omega). \quad (2.2)$$

Der komplexe Brechungsindex  $n$  geht aus der ebenfalls komplexwertigen Permeabilität und Permittivität hervor<sup>1</sup>

$$\sqrt{\epsilon(\mathbf{r}, \omega) \cdot \mu(\mathbf{r}, \omega)} = n(\mathbf{r}, \omega) = (1 - \delta(\omega) + i \cdot \beta(\omega)). \quad (2.3)$$

Am Beispiel der ebenen Welle in Gl. 2.4 wird ersichtlich, dass die Absorption der Welle durch  $\beta(\omega)$  und die Phase durch  $(1 - \delta)$  gegeben ist.  $\mathbf{k}_0$  ist der Wellenvektor und  $\phi$  die Phase:

<sup>1</sup>Die Lösung der Wurzel ist in der Tat eindeutig, wobei sich das Vorzeichen aus  $\exp[\frac{i}{2}(\operatorname{arccot} \frac{\epsilon'}{\epsilon''} + \operatorname{arccot} \frac{\mu'}{\mu''})]$  ergibt [Ves64].  $\epsilon'$  und  $\mu'$  sind dabei die Real-,  $\epsilon''$  und  $\mu''$  die Imaginärteile der Permittivität und der Permeabilität.

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cdot e^{i(n(\mathbf{r}, \omega) \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r} + \phi)} = \mathbf{E}_0 \cdot e^{i(1-\delta) \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r}} e^{-\beta \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r}} e^{i\phi}. \quad (2.4)$$

Für monochromatisches Licht der Wellenlänge  $\lambda$  kann die Schichtdicke  $d_\pi$ , über deren Verlauf die Welle einen Phasenschub von  $\pi$  erfährt, über

$$d_\pi = \frac{\lambda}{2\delta} \quad (2.5)$$

berechnet werden. Für  $\beta \neq 0$  wird die Welle exponentiell gedämpft.

### 2.1.2 Beschreibung von Interferenz

Die Wechselwirkung von Licht untereinander ist im wesentlichen durch das Superpositionsprinzip beschrieben [Fow12]. So ist das elektrische Feld, welches an einem Punkt durch Überlagerung mehrerer Wellen  $\mathbf{E}_n$  aus jeweils separaten Quellen durch

$$\mathbf{E} = \sum_n \mathbf{E}_n \quad (2.6)$$

gegeben. Zur Veranschaulichung des Prinzips soll die Betrachtung zweier ebener, linear polarisierter Wellen  $\mathbf{E}_1$  und  $\mathbf{E}_2$  dienen. Die Intensität an einem Punkt ist proportional zum Quadrat der Amplitude des elektrischen Felds an diesem Ort. Folglich ist die Intensität  $I$  zweier überlagerter Wellen proportional zu

$$\begin{aligned} I \propto |\mathbf{E}|^2 &= \mathbf{E} \cdot \mathbf{E}^* = (\mathbf{E}_1 + \mathbf{E}_2) \cdot (\mathbf{E}_1^* + \mathbf{E}_2^*) \\ &= |\mathbf{E}_1|^2 + |\mathbf{E}_2|^2 + 2\mathbf{E}_{0,1} \cdot \mathbf{E}_{0,2} \cos \theta \\ &= I_1 + I_2 + 2\mathbf{E}_{0,1} \cdot \mathbf{E}_{0,2} \cos \zeta, \end{aligned} \quad (2.7)$$

wobei sich  $\mathbf{E}_1$  und  $\mathbf{E}_2$  jeweils gemäß Gl. 2.4 darstellen und der Exponent in  $\zeta$  zu

$$\zeta = \mathbf{k}_{0,1} \cdot \mathbf{r} - \mathbf{k}_{0,2} \cdot \mathbf{r} + \phi_1 - \phi_2 \quad (2.8)$$

zusammengefasst ist. Ohne Beschränkung der Allgemeinheit wurde  $n(\mathbf{r}, \omega) = 1$  angenommen. Mit  $*$  ist jeweils die komplex Konjugierte dargestellt. Anhand des letzten Summanden in Gl. 2.7 ist ersichtlich, dass die resultierende Intensität sowohl größer als auch kleiner als die Summe der Intensitäten der

einzelnen Wellen  $I_1$  und  $I_2$  sein kann. Ist die Phasenbeziehung  $\phi_1 - \phi_2$  zeitlich konstant,<sup>2</sup> so stellen sich räumlich periodische Variationen der Intensität dar. Variiert  $\phi_1 - \phi_2$  über die Zeit zufällig, so ist der zeitliche Mittelwert von  $\cos \zeta = 0$  und es tritt keine Interferenz auf.

Für den allgemeineren Fall zeitlich variierender Phasen und Amplituden ist gemäß [Fow12] eine über die Zeit gemittelte Definition der Intensität sinnvoll. Unter den vereinfachenden Annahmen, dass die Polarisation gleich und dass die zeitliche Mittelung unabhängig von der Wahl des Nullpunkts der Zeit ist, wird Gl. 2.7 zu

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \Re(\gamma_{12}). \quad (2.9)$$

Der Kohärenzgrad  $\gamma$  ist

$$\gamma_{12} = \frac{\Gamma_{12}(\tau)}{\sqrt{\Gamma_{11}(0)\Gamma_{22}(0)}} = \frac{\Gamma_{12}(\tau)}{\sqrt{I_1 I_2}} \quad (2.10)$$

und die Kohärenzfunktion  $\Gamma$  stellt sich wie folgt dar:

$$\Gamma_{12}(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_0^T E_1(t) E_2^*(t + \tau) dt. \quad (2.11)$$

$\Re(\dots)$  bezeichnet den Realteil, während mit der Doppelindizierung bei der Kohärenzfunktion  $\Gamma_{12}$  und dem Kohärenzgrad  $\gamma_{12}$  jeweils die beteiligten Wellen  $\mathbf{E}_1$  und  $\mathbf{E}_2$ , bzw. die unterschiedlichen Wege benannt sind.  $\tau$  entspricht hier dem Zeitunterschied der Lichtstrahlen zwischen Weg 1 und 2 in Abb. 2.1.  $2\Re(\Gamma_{12}(\tau))$  entspricht dabei dem Interferenzterm in Gl. 2.7. Anhand von  $\gamma$  kann der Grad der Kohärenz abgelesen werden: Für  $|\gamma_{12}| = 1$  sind die Quellen komplett kohärent, für  $|\gamma_{12}| = 0$  vollständig inkohärent und für Werte dazwischen teil-kohärent.

Die Visibilität  $V$  der Interferenzmuster ist durch das Verhältnis der Differenz der maximalen und der minimalen Intensität bezogen auf deren Summe gegeben:

$$V = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}}. \quad (2.12)$$

Drückt man Gl. 2.12 unter Verwendung des Kohärenzgrades  $\gamma$  aus, gemäß

---

<sup>2</sup>Die Quellen sind in diesem Beispiel als vollständig kohärent, monochromatisch und mit konstanter Amplitude angenommen.

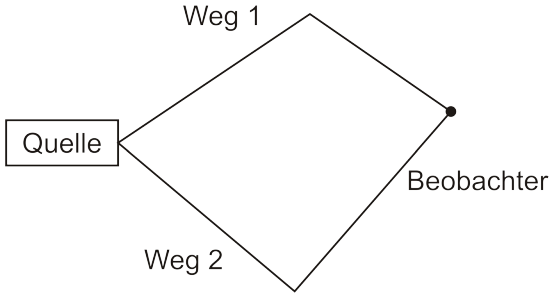


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Strahlengänge.

$$V = \frac{2\sqrt{I_1 I_2} |\gamma_{12}|}{I_1 + I_2}, \quad (2.13)$$

und wenn  $I_1 = I_2$  gilt, stellt sich die Visibilität als

$$V = |\gamma_{12}| \quad (2.14)$$

dar. Damit ist anschaulich die Abhängigkeit der Visibilität, der Erkennbarkeit der Interferenzmuster, vom Kohärenzgrad gezeigt. Sind die Quellen vollständig kohärent ( $|\gamma_{12}| = 1$ ), liegt maximaler Kontrast zwischen den Interferenzmustern vor, wohingegen bei komplett inkohärenten Quellen ( $|\gamma_{12}| = 0$ ) gar keine Interferenzmuster zu beobachten sind.

Wird zu den zeitlichen Schwankungen noch eine endliche Länge der Wellenzüge berücksichtigt oder alternativ angenommen, dass sich nach der Kohärenzzeit  $\tau_0$  die Phase eines Wellenzuges abrupt ändert, ergibt sich nach [Fow12] für den Kohärenzgrad:

$$\begin{aligned} \gamma_{12}(\tau) &= 1 - \frac{\tau}{\tau_0} & \tau < \tau_0 \\ &= 0 & \tau \geq \tau_0. \end{aligned} \quad (2.15)$$

Ist der Gangunterschied  $\tau$  zwischen den beiden interferierenden Strahlen größer oder gleich der Kohärenzzeit, werden keine Beugungsbilder beobachtet, wohingegen im Fall kleinerer Gangunterschiede ein Kohärenzgrad gemäß Gl.

2.15 vorliegt. Äquivalent könnte dies auch über die Kohärenzlänge  $l_c$  ausgedrückt werden, welche über die Lichtgeschwindigkeit mit der Kohärenzzeit zusammenhängt:

$$c\tau_0 = l_c. \quad (2.16)$$

Die Kohärenzlänge ist anschaulich die durchschnittliche Länge eines von einer Quelle ausgesandten Wellenzuges. Dementsprechend liegt bei längeren Wellenzügen (mit einer höheren Kohärenzzeit) tendenziell auch ein höherer Kohärenzgrad vor. Aufgrund der Zufälligkeit der Lichterzeugung in den Atomen ist die Kohärenzzeit kein konstanter Faktor und es muss mit einem Mittelwert gearbeitet werden. Aufgrund von Gl. 2.15 gilt dies entsprechend auch für die Kohärenzlänge. Wird die endliche spektrale Breite realer Quellen berücksichtigt, ergibt sich die zeitlich gemittelte Kohärenzzeit aus dem Reziprokwert der Spektralbreite  $\Delta f$ :

$$\langle \tau_0 \rangle = \frac{1}{\Delta f}. \quad (2.17)$$

$\langle, \rangle$  steht hierbei abkürzend für die zeitliche Mittelung, wie sie bereits in Gl. 2.11 angewendet wurde. Wird noch die endliche Ausdehnung der Quelle berücksichtigt, die als eine Ansammlung vieler Punktquellen angesehen werden kann, so stellt sich der Kohärenzgrad für zwei Punktquellen näherungsweise wie folgt dar:

$$|\gamma_{12}| \approx \left( \frac{1 + \cos[\omega(\tau_b - \tau_a)]}{2} \right) \left( 1 - \frac{\tau_a}{\tau_0} \right) \left( 1 - \frac{\tau_b}{\tau_0} \right). \quad (2.18)$$

Im Vergleich zu Gl. 2.15, bei der noch von einer Punktquelle ausgegangen wurde, kommt hier ein weiterer Term hinzu, welcher entscheidend von der Differenz der Gangunterschiede zwischen zwei beobachteten Punkten abhängt.  $\tau_a = (r_{2a} - r_{1a})/c + \tau$  und entsprechend  $\tau_b = (r_{2b} - r_{1b})/c + \tau$  sind die Gangunterschiede der Punktquelle a, oder b an den beiden Beobachtungspunkten (siehe Abb. 2.2).

Der Kohärenzgrad ist maximal, wenn  $\tau_b - \tau_a$  gleich null ist. Die Gangunterschiede sind dabei vom Beobachtungspunkt abhängig, vom Abstand der beiden Quellpunkte sowie von der Kohärenzzeit  $\tau_0$  der hier bis auf die Phase als identisch angenommenen Quellen. Für Bereiche, in denen  $\tau_b - \tau_a = \pi$  gilt, liegt gar keine Kohärenz mehr vor. Damit kann eine transversale Kohärenzlänge  $\Lambda_s$  definiert werden:



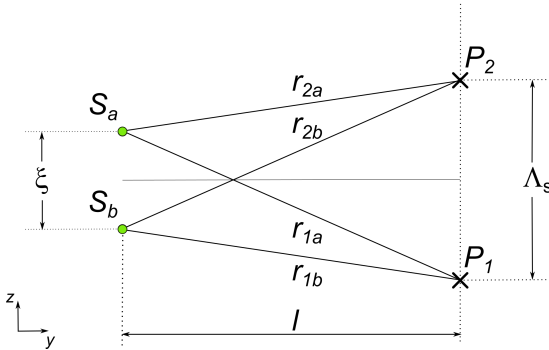


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Strahlengänge bei zwei Punktquellen  $S_a$  und  $S_b$  und zwei beliebigen Beobachtungspunkten  $P_1$  und  $P_2$ . Die beiden Punktquellen sind identisch, mit Ausnahme unabhängiger und zufälliger Phasen. Der Quelldurchmesser  $\xi$  gemäß Formel 2.19 ist eingezeichnet für die Annahme, dass die beiden Punktquellen auf dem Rand einer ausgedehnten Quelle liegen. Die transversale Kohärenzlänge  $\Lambda_s$  liegt wie eingezeichnet, wenn in  $z$ -Richtung  $\tau_b - \tau_a < \pi$  zwischen den Beobachtungspunkten und außerhalb  $\tau_b - \tau_a \geq \pi$  gilt.

$$\Lambda_s = \lambda \cdot \frac{l}{\xi}. \quad (2.19)$$

Dabei ist  $\lambda$  die Wellenlänge der Quelle,  $\xi$  der Quelldurchmesser und  $l$  der mittlere Abstand zur Quelle. Die transversale Kohärenzlänge ist eine Kenngröße für den Bereich, in dem noch Interferenzmuster beobachtet werden können.

### 2.1.3 Computertomografie

Bei der Computertomografie werden aus mehreren Projektionen einer um eine feste Achse rotierten Probe Schnittbilder dieses Gegenstands konstruiert. Der mathematische Prozess, mithilfe dessen aus den einzelnen Projektionen auf die Gestalt der Probe geschlossen werden kann, sind in der Literatur hinreichend beschrieben [Her80, KS01]. Damit werden bei der klassischen

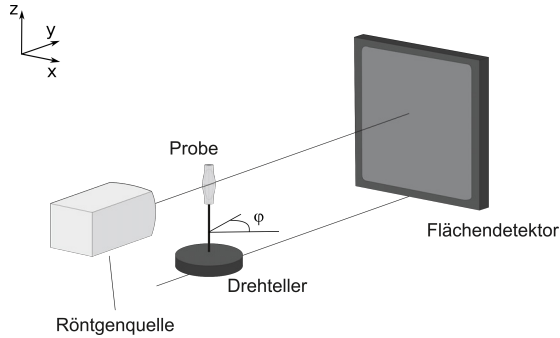


Abbildung 2.3: Schematischer Aufbau eines Computertomografen.

Computertomografie die in den Projektionen integral aufsummierten Informationen über die lokalen Absorptionseigenschaften der Probe abgebildet. Liegen die Projektionen in der  $x$ - $z$  Ebene, so werden die Schnittbilder, welche die dreidimensionale Gestalt der Probe widerspiegeln, in der  $x$ - $y$  Ebene ermittelt, wobei  $y$  in Strahlrichtung liegt und  $z$  lotrecht steht (siehe Abb. 2.3). Die gemessenen Intensitäten können mit Hilfe des Lambert-Beer'schen Absorptionsgesetzes (Gl.2.20) dargestellt werden:

$$I(x, z) = I_0 \cdot \exp\left(-\int_S \mu(\mathbf{r}, \omega) d\mathbf{r}\right). \quad (2.20)$$

$S$  ist hierbei der von der Röntgenstrahlung zurückgelegte Weg,  $I_0$  die Intensität der Quelle und  $\mu(\mathbf{r}, \omega)$  der Absorptionskoeffizient am Ort  $\mathbf{r}$  bei der Kreisfrequenz  $\omega$  der Röntgenstrahlung. Der in Klammern stehende Teil beschreibt somit die Absorptionseigenschaften entlang des Strahlengangs der Röntgenstrahlung. Für den Spezialfall eines eindimensionalen Strahls kann die Intensitätsverteilung in der Projektion durch:

$$p_\varphi(t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \mu(x, y) \delta(x \cos \varphi + y \sin \varphi - t) dx dy \quad (2.21)$$

dargestellt werden.  $p_\varphi(t)$  ist hierbei die Radontransformierte bzw. das Sinogramm von  $\mu(x, y)$  und  $\varphi$  der Drehwinkel bei der Tomografie (siehe Abb. 2.3). Aus Gründen der besseren Übersichtlichkeit wurde die Frequenzabhängigkeit hier vernachlässigt. Das Sinogramm stellt faktisch die Rohdaten einer

computertomografischen Analyse dar.

Unter Verwendung des Fourier-Scheiben-Theorems kann durch Fourierrücktransformation die Absorption der Probe mittels der sogenannten gefilterten Rückprojektion (Filtered Backprojection) rekonstruiert werden:

$$f(x, y) = \int_0^\pi \int_{-\infty}^{\infty} H(w) P_\varphi(w) e^{i2\pi w t} dw d\varphi. \quad (2.22)$$

$P_\varphi(w)$  ist dabei die Fouriertransformierte der Sinogramme  $p_\varphi(t)$  und  $H(w) = |w|$  ist die Filterfunktion. In der Praxis wird diese gelegentlich noch um zusätzliche Terme erweitert. Idealerweise entspricht  $f(x, y)$  so  $\mu(x, y)$ .

## 2.2 Methoden zur Phasen- und Dunkelfeldkontrastbildung mit Röntgenstrahlen

Phasen- und Dunkelfeldkontrast sind zum Beispiel in der Weißlichtmikroskopie etablierte Verfahren [MW10]. Die Umsetzung dieser Methoden mittels Röntgenstrahlen wird je nach Methode dadurch erschwert, dass zum einen die Wellenlänge im Å-Bereich liegt und  $1 - \delta$  für Röntgenstrahlen bei vielen Materialien in der Größenordnung von  $10^{-5}$  bis  $10^{-6}$  ist [BH65b]. Dies bewirkt Beugungswinkel um  $10^{-9} rad$  und erschwert zum einen die Ab- und Umlenkung von Röntgenstrahlen, was bei sichtbarem Licht zum Beispiel mittels halbdurchlässiger Spiegel, Linsen und Kollimatorsysteme geschieht. Die Wellenlänge im Å-Bereich erschwert Positionierungen bei Interferometern, die Positioniergenauigkeiten im Sub-Wellenlängenbereich erfordern.

Im Folgenden sind einige Methoden aufgeführt, mit denen Phasen- und Dunkelfeldkontrast bereits erfolgreich analysiert wurde. Hierzu zählen:

- Kristallinterferometrie
- propagationsbasierte Methoden
- diffraktionsbasierte Methoden
- Gitterinterferometrie.

Die aufgelisteten Methoden werden im Folgenden näher betrachtet.

### 2.2.1 Kristallinterferometrie

In der Kristallinterferometrie wird ein Röntgenstrahl mittels Strahlteiler in mehrere kohärente Strahlteile aufgeteilt. Die Probe ist im Strahlengang eines der Teilstrahlen positioniert. Im Analysatorkristall wird dieser mit einem Referenzstrahl, welcher keine Probe durchstrahlt, zusammengeführt und mittels eines Flächendetektors aufgenommen (siehe Abb. 2.4 und [BH65b, BH65a]). Als Strahlteiler, Transmissionsspiegel und Analysator dienen dabei Einkristalle, welche durch Diffraktion die Röntgenstrahlen lenken.

Die Methode verfügt über eine sehr hohe Sensitivität bezüglich der Phasenverschiebungen; die Brechungsindizes können mit einem relativen Fehler von unter 1 % bestimmt werden. Ebenso besteht die Möglichkeit zu tomografieren ([BBBG97, MTY<sup>+</sup>01]). Die Anforderungen an die Strahlqualität sind prinzipiell gering, allerdings wird durch den beugungsbasierten Charakter des Interferometers jeweils nur ein Teil des Spektrums durchgelassen (der Aufbau ist im Prinzip ein Monochromator). Es können unter Verwendung von Laborquellen selbst von schwach absorbierenden Materialien nur Proben mit Durchmessern im Mikrometerbereich durchstrahlt werden. Die hohe Phasensensitivität bringt zudem einen beträchtlichen Justageaufwand mit sich [MTY<sup>+</sup>01], sofern der Interferometer nicht aus einem einzelnen Einkristall gefertigt ist. In diesem Fall ist das Sichtfeld (field of view (FOV)) dadurch eingeschränkt, dass die zu untersuchenden Proben noch in dem Interferometer positioniert werden können.

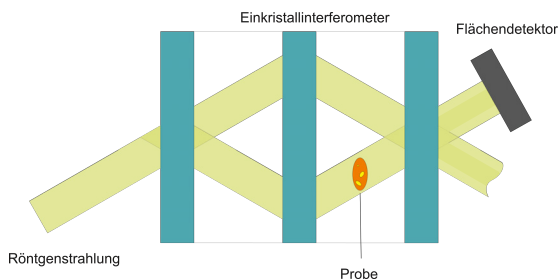


Abbildung 2.4: Phasenkontrast Bildgebung mittels Kristallinterferometrie

### 2.2.2 Propagationsbasierte Methoden

Ein weiterer Ansatz zur Bildgebung im Phasenkontrast ist die Analyse der in den Projektionen im Nahfeld auftretenden Beugungsbilder einer Probe [SSKS95]. Es ist dabei möglich, eine Kontrasterhöhung an Übergängen zwischen Bereichen unterschiedlicher Brechungsindizes zu erzielen [CLB<sup>+</sup>99a].  $1 - \delta$  wird jedoch nicht direkt wie beim Kristallinterferometer abgebildet [CPSB<sup>+</sup>97]. Für letzteres werden jedoch Aufnahmen bei verschiedenen Detektorpositionen benötigt. Dazu werden die unterschiedlichen Verläufe der Intensitäten im Nahfeld verwendet, welche vom Abstand zwischen Probe und Detektor abhängen (Abb. 2.5).

Für die Methode werden keinerlei zusätzliche optische Komponenten benötigt. Die Anforderungen an die Breite des Spektrums sind ebenfalls gering [WGG<sup>+</sup>96, CLB<sup>+</sup>99b], jedoch sind eine sehr hohe Kohärenz sowie ein hochauflösender Detektor, der die entstehenden Beugungsbilder auflösen kann, erforderlich. Ebenso muss in der Strahlenschutzkabine mehrere Meter Platz zwischen Detektor und Probe realisierbar sein. Der Kontrast bei leichten Unterschieden im Brechungsindex ist bei dieser Methode nicht sehr ausgeprägt, wengleich hohe Auflösungen erzielt werden können. Ebenso ist es hier nicht möglich, im Dunkelfeldkontrast (dark-field contrast (DFC)) zu messen.

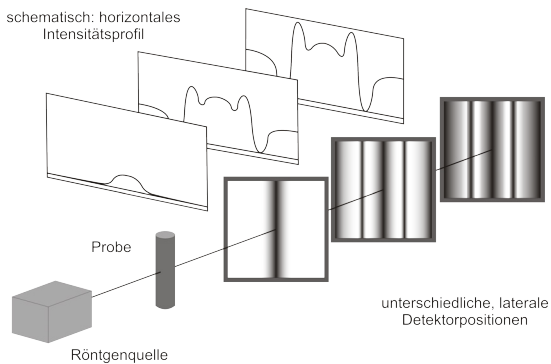


Abbildung 2.5: Phasenkontrast durch propagationsbasierte Bildgebung

### 2.2.3 Diffraktionsbasierte Methoden

Der Phasenkontrast kann ebenso unter Verwendung von Parallel- bzw. Fächerstrahlen und Bragg-Reflektion an einem Analysatorkristall [IB95, DGG<sup>+</sup>95, Bra03] abgebildet werden. Durch die vor dem Analysator in den Strahlengang eingebrachte Probe erfahren Teilbereiche des Strahls eine Ablenkung. Die Bragg-Bedingung wird an diesen Stellen nicht mehr erfüllt und die betroffenen Bereiche können den Analysator nicht mehr passieren. Die Aufnahme mehrerer Bilder unter jeweils verschiedenen Kippwinkeln des Analysators ermöglicht das Zuordnen der Winkelabweichung unterschiedlicher Bereiche und somit den Rückschluss auf den Phasenschub. Durch die Analyse der Kleinwinkelstreuung ist ebenso eine Art Dunkelfeldkontrast umsetzbar [ZTCS00, WWC<sup>+</sup>03], welcher aufgrund der isotropen Detektion der Streuung durch den Analysator auch zur Vektortomografie eingesetzt werden kann [CZ14].

Die diffraktionsbasierten Verfahren verfügen über eine hohe Phasensensitivität, jedoch nur in der Streuebene ( $x$ - $y$ -Ebene in Abb. 2.6). Die Anforderungen an die Strahlungsquelle (monochromatische Parallel- oder Fächerstrahlung) sind unter Verwendung eines Monochromatorkristalls auch an Laborquellen umsetzbar, jedoch mit hohen Einbußen des Flusses und entsprechend langen Zählzeiten [Bra03]. Das field of view ist dabei jedoch auf den erreichbaren Strahlquerschnitt beschränkt.

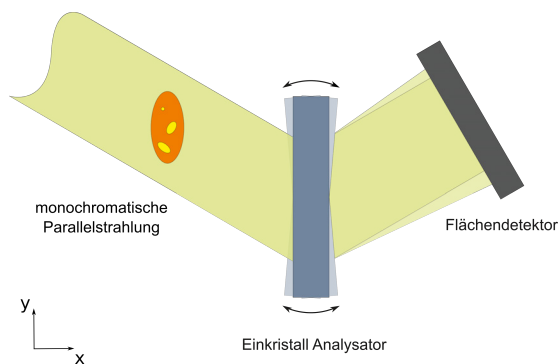


Abbildung 2.6: Schema der diffraktionsbasierten Methoden

### 2.2.4 Gitterinterferometer

Die Betrachtung der Beugungsbilder, wie sie von einem Gitterinterferometer erzeugt werden, ist eine ebenso gängige Methode zur Abbildung des Phasen- sowie des Dunkelfeldkontrastes einer Probe [Cla98]. Ein Phasengitter erzeugt ein periodisches Beugungsmuster, welches ein Analysatorgitter passiert. Die Gitter werden häufig auf Si- oder Ti-Wafern hergestellt. Das Phasengitter absorbiert die Strahlung idealerweise nicht; an den Lamellen des Analysatorgitters kann keine Röntgenstrahlung passieren, während - im besten Falle - zwischen den Lamellen die Strahlung ungehindert passiert. Wird durch eine Probe im Strahlengang die Phasenfront verändert, kommt es lokal zu einer minimalen Verschiebung der Beugungsbilder, sodass sie das Analysatorgitter nicht mehr komplett passieren. Aus dem Vergleich von Messungen mit und ohne Probe kann auf den Verschiebungswinkel zurückgeschlossen werden [DNS02, MKK<sup>+</sup>03, PWBD06]. Gleichzeitig besteht die Möglichkeit, das Dunkelfeldsignal senkrecht zu den Gitterlamellen durch den Abfall der Visibilität mit dem Einbringen einer Probe zu analysieren [PBB<sup>+</sup>08, PBB<sup>+</sup>09].

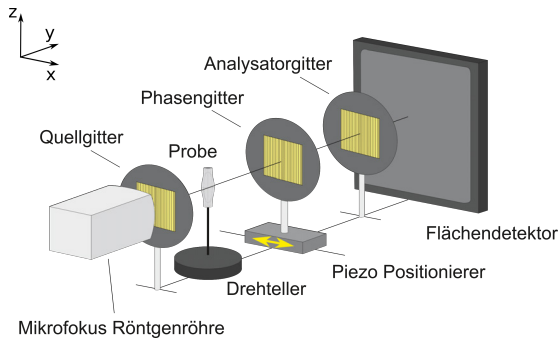


Abbildung 2.7: Schematischer Aufbau der gitterbasierten Methode mit Quell-Phasen und Analysatorgitter.

Experimentell gibt es mehrere Umsetzungen, die sich in der Strahlungsquelle, der Art und Anzahl an Gittern sowie der Signalgewinnung unterscheiden. So kann die benötigte hohe Kohärenz der Röntgenstrahlung mittels einer gewöhnlichen Röntgenröhre und eines periodischen Quellgitters umgesetzt werden [PKBD07]. Das Quellgitter erzeugt hierbei virtuell eine Vielzahl kohärenter Quellen. Alternativ kann auf ein Quellgitter verzichtet werden, sofern

die Quelle ausreichend kohärente Strahlung erzeugt, wie dies z.B. bei Mikrofokusröhren [EBS<sup>+</sup>07] oder an Synchrotronquellen der Fall ist. Bei der Mikrofokusröhre besteht der weitere Vorteil einer höheren Auflösung bei gleichzeitiger geometrisch-optischer Vergrößerung, bedingt durch die kleinere Quellgröße und den Kegelstrahl, wohingegen aufgrund des letzteren idealerweise gebogene Gitter verwendet werden müssen [TPK<sup>+</sup>11]. Bei den gitterbasierten Methoden werden generell meist mehrere Aufnahmen benötigt, um die Lage des Interferenzmusters auf dem Analysatorgitters abzurastern.

Unter Verwendung von Synchrotronstrahlung und eines sehr hochauflösenden Detektors kann sowohl auf Quell- als auch Analysatorgitter verzichtet werden [WHZ<sup>+</sup>09, WBK<sup>+</sup>10]. Der Detektor muss hierfür jedoch in der Lage sein, das Beugungsmuster abzubilden. Mittels Fouriertransformation der aufgenommenen Beugungsbilder entfällt das Abrastern des Analysatorgitters; es genügt somit eine Aufnahme pro Projektion. Die Auflösung der Aufnahmen wird so jedoch auf die zweifache Gitterperiode begrenzt; ebenso wird das field of view dadurch effektiv verkleinert.

Grundsätzlich sind die Grenzen der Methode in großem Maße durch die fertigungstechnisch realisierbaren Gitterstrukturen gegeben, die sich stetig verbessern [MGK<sup>+</sup>12]. Neben Abschattungseffekten durch die Gitterlamellen ist deren Aspektverhältnis und die Fläche der Gitter, insbesondere des Analysatorgitters, Gegenstand aktueller Forschung. Die Schwierigkeit der Umsetzung hoher Aspektverhältnisse schränkt dabei vor allem die Maximalenergie ein bei der die Gitterinterferometer eingesetzt werden können, und limitiert die Methode auf Materialien mit geringer Dichte. In [TAW<sup>+</sup>14] wird zwar ein Ansatz vorgestellt, mit welchem beinahe beliebige Energien bzw. Aspektverhältnisse unter Verwendung einer gewöhnlichen Röntgenröhre umgesetzt werden können. Durch die seitliche Bestrahlung der Gitter geschieht dies jedoch durch eine sehr starke Limitierung des field of view. Es können pro Projektion nur wenige Pixelreihen aufgenommen werden, was einen immensen Zeit- und Justageaufwand bei der Tomografie größerer Proben bedeutet.

Im Vergleich zu Kristallinterferometrie und zu propagations- und diffraktionsbasierten Methoden stellen die gitterbasierten Methoden das breiteste Spektrum an Anwendungsmöglichkeiten dar. Die propagationsbasierten Methoden können nicht das Dunkelfeldsignal analysieren, diffraktionsbasierte Methoden und die Kristallinterferometrie sind im field of view stark eingeschränkt, sowohl durch die Anforderungen an den Strahl als auch durch die einkristallbasierten Versuchsaufbauten. Die Grenzen der gitterbasierten Methoden sind hauptsächlich durch die realisierbaren Gitterstrukturen gegeben, bei denen es



jedoch laufend technische Fortschritte gibt.

Für das Ziel, sowohl Phasen- als auch Dunkelfeldanalysen an materialwissenschaftlich relevanten Proben durchzuführen, kommen somit nur diffraktionsbasierte Methoden oder Gitterinterferometrie in Frage. Da der notwendige Fluss aufgrund der Notwendigkeit eines Monochromators bei den diffraktionsbasierten Methoden sehr hoch ist, sind diese an Laborquellen zu zeitintensiv. Die Gitterinterferometrie bietet im direkten Vergleich überdies den Vorteil eines größeren field of views. Die im Rahmen der Zielsetzung dieser Arbeit geforderten  $\geq 50$  keV können ebenfalls umgesetzt werden, weshalb die Gitterinterferometrie die für diese Arbeit optimale Methode darstellt.

## 2.3 Talbot-Lau Interferometer

### 2.3.1 Interferenz am optischen Gitter

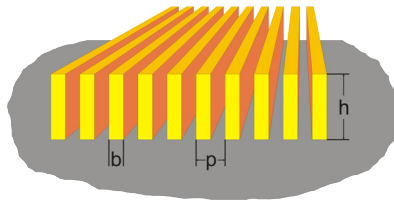


Abbildung 2.8: Illustration der Gitterparameter. Eingezeichnet ist die Gitterperiode  $p$ , die Lamellenhöhe  $h$  und die Lamellenbreite  $b$ . Zusätzlich ergibt sich der duty cycle aus  $b/p$ .

Grundvoraussetzung für das Auftreten von Interferenzerscheinungen ist, wie in Abschnitt 2.1.2 erläutert, ein ausreichend hoher Kohärenzgrad am Beobachtungspunkt. Beim Talbot-Lau Interferometer unter Verwendung von Laborquellen ist somit die Brennfleckgröße ausschlaggebend, da die transversale Kohärenzlänge  $\Lambda_s = \lambda \cdot l/\xi$  (siehe auch Gl. 2.19) größer sein muss als die Vereinzelung der interferierenden Wellen  $h_m = mp_1/4$  auf Höhe des Analysatorgitters [EBS<sup>+</sup>07]. Also:

$$\xi < \frac{4\lambda l}{mp_1} = \frac{4}{E} \frac{hcl}{mp_1}, \quad (2.23)$$

wobei  $\xi$  die Quellgröße,  $\lambda$  die Wellenlänge,  $m$  die Ordnung des fraktionalen Talbotabstandes,  $l$  der Abstand Quelle-Phasengitter und  $E$  die Energie ist. Hieraus ist ersichtlich, dass die notwendige Quellgröße antiproportional zur Energie der Strahlung sowie zur Periode des Phasengitters  $p_1$  ist. Bei einer Energie von 33 keV, einer Periode des Phasengitters von  $5\mu\text{m}$  und  $m = 1$  beträgt die maximale Quellgröße  $19,98\ \mu\text{m}$ .

Mit Mikrofokusröhren sind derzeit Brennfleckgrößen im Mikrometerbereich erreichbar. Unter Verwendung eines Quellgitters können auch gewöhnliche Röntgenröhren mit Brennfleckgrößen im Millimeterbereich verwendet werden. Durch das Quellgitter werden mehrere kohärente Einzelquellen erzeugt. Die Kohärenzlänge  $\Lambda_s$  ergibt sich in diesem Fall aus

$$\Lambda_s = \frac{\lambda l}{\gamma_0 p_0} \geq p_1. \quad (2.24)$$

$l$  ist in diesem Fall der Abstand vom Quell- zum Phasengitter,  $\gamma_0$  ist das Verhältnis der Spaltbreite zur Periode (duty cycle) des Quellgitters mit der Periode  $p_0$ ; und  $\lambda$  ist die Wellenlänge<sup>3</sup>. Da jede Einzelquelle ein Interferenzmuster erzeugt, muss  $p_0 = p_2 \cdot l/d$  gelten. Auf diese Weise trägt jede Teilquelle konstruktiv zur Bildgebung bei [PWBD06], wenn  $d$  der Abstand des Phasengitters zum Analysatorgitter mit der Periode  $p_2$  ist.

Das Beugungsbild bzw. die Propagation der Wellenfunktion von elektromagnetischer Strahlung kann generell durch das Kirchhoff'sche Beugungsintegral (Gl.2.25) beschrieben werden.

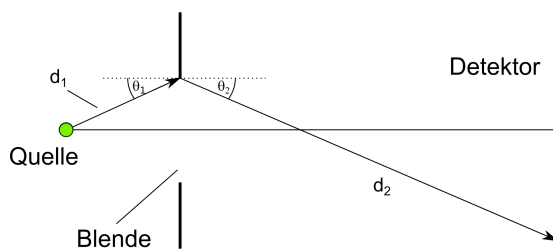


Abbildung 2.9: Skizze zu Kirchhoff'schem Integral

<sup>3</sup>In diesem Fall ist hier die Wellenlänge der Designenergie, also die Energie, für die der Interferometer ausgelegt ist, einzusetzen.

Dem kommt im Gegensatz zur Absorptions-CT bei der Phasenkontrasttomografie eine Bedeutung zu, da sich die Phasenfront nicht nur beim Durchgang der Welle durch Materie, sondern auch bei der Propagation an sich ändert:

$$\Psi_P = \frac{a_Q k_0}{2\pi i} \int_{Blende} f_S \frac{e^{ik_0(d_2+d_1)}}{d_2 \cdot d_1} \left[ \frac{\cos \theta_2 + \cos \theta_1}{2} \right] dS. \quad (2.25)$$

$a_Q$  ist dabei die Amplitude der Quelle,  $k_0$  der Betrag des Wellenvektors,  $f_S$  die Blendenfunktion<sup>4</sup>,  $(\cos \theta_2 + \cos \theta_1)/2$  der Neigungsfaktor und  $\Psi_P$  die Amplitude an dem Beobachtungspunkt auf dem Detektor. Die verbleibenden Größen können Abb. 2.9 entnommen werden. Mit Hilfe des Beugungsintegrals lässt sich zeigen, dass sich eine periodische Wellenfront in regelmäßigen Abständen,

$$d_T = \frac{2p^2}{\lambda}, \quad (2.26)$$

den Talbotabständen  $d_T$  [Tal36], wiederholt.  $p$  ist dabei die Periode der Wellenfront und  $\lambda$  die Wellenlänge. Bei der Beobachtung von Beugungsbildern, wie sie nach optischen Gittern auftreten, werden weitere um eine halbe Gitterperiode verschobene Beugungsmuster sichtbar. Die Positionen dieser fraktionalen Talbotabstände wurden in [Sul97] ermittelt und treten in den Abständen

$$d_m = m \frac{2p_1^2}{8\lambda} \quad (2.27)$$

auf. In der Formel wurde bereits auf den hier vorliegenden Fall eingegangen, dass die Periode der Wellenfront der des Phasengitters mit  $p = p_1$  entspricht. Der ganzzahlige Faktor  $m$  gibt die Ordnung des Abstandes wieder.

Die Position von Quell-, Phasen- und Analysatorgitter sind somit von mehreren Faktoren abhängig, welche sich untereinander bedingen. Unter Annahme einer festgelegten Designenergie (der Energie, für welche der Aufbau ausgelegt ist und für welche die Visibilität maximal wird), begrenzen sich somit die Abstände zwischen Phasen- und Analysatorgitter durch Gl. 2.27.

Wird als Quelle eine Mikrofokusröhre gewählt, muss Gl. 2.27 leicht modifiziert werden, da aufgrund des Kegelstrahls das Beugungsbild geometrisch-optisch vergrößert wird [Cow95]:

$$d_m^* = \frac{l}{l - d_m} d_m. \quad (2.28)$$

<sup>4</sup>Die Blende wäre beispielsweise das Quellgitter.

Dies muss auch bei der Wahl der Periode des Analysatorgitters berücksichtigt werden, welche um denselben Vorfaktor vergrößert wird. Anstatt einer Periode von  $p_2 = p_1/2$  weist das Interferenzmuster im Abstand  $d_m$  vom Phasengitter die Periode

$$p_2^* = \frac{l}{l - d_m} \frac{p_1}{2} \quad (2.29)$$

auf und ist somit direkt abhängig von der Periode des Analysatorgitters.  $p_1$  ist in diesem Beispiel durch die Kohärenzlänge der Mikrofokusröhre begrenzt bzw. durch die Brennfleckgröße der Quelle (siehe Gl. 2.23).

### 2.3.2 Phasenkontrast

In den vorigen Abschnitten wurde darauf eingegangen welche Voraussetzungen hinsichtlich der Quelle gegeben sein müssen, um Interferenzmuster zu erzeugen, und wie die Gitter des Talbot-Lau Interferometers positioniert werden müssen. Nun soll dargelegt werden, wie aus den mit dem Interferometer erzeugten Bildern auf den Phasenkontrast und somit auf den Realteil des Brechungsindex geschlossen werden kann.

Die Analyse von  $1 + \delta$  einer Probe geschieht über die bei der Transmission erfolgte Veränderung der Phasenfront. Die hierdurch entstehende Beugung ist charakterisiert durch den Beugungswinkel  $\alpha$ , welcher durch

$$\alpha(x) = \tan \left( \frac{\lambda}{2\pi} \frac{\partial \Phi(x)}{\partial x} \right) \quad (2.30)$$

gegeben ist.  $x$  ist dabei die Richtung senkrecht zu den Gitterlamellen. Da  $\alpha$  für Röntgenstrahlung und die meisten Materialien im Bereich  $10^{-9}$  rad liegt, gilt  $\tan x \approx x$ . Die Ablenkung des Beugungsbilds am Analysatorgitter beträgt so

$$S(x) = \frac{\lambda}{2\pi} \frac{\partial \Phi(x)}{\partial x} \cdot d. \quad (2.31)$$

$d$  ist hier der Abstand zwischen Phasen- und Analysatorgitter. Da die relative Position von Phasen- und Analysatorgitter zueinander - was die Lage der Interferenzbilder angeht - im Allgemeinen unbekannt ist, wird eines der Gitter um eine Periode des Analysatorgitters in transversaler Richtung in mehreren Schritten verfahren. Bei jedem Zwischenschritt wird ein Abb. aufgenommen. Der Verlauf der Grauwerte während des Verfahrens kann gemäß [BW99, WDD<sup>+</sup>05] an jedem Pixel durch

$$\phi = \frac{\lambda d}{p_2} \frac{\partial \Phi(x)}{\partial x} \quad (2.32)$$

beschrieben werden. Durch partielle Integration von  $\Phi(x)$  nach  $x$  ist das Phasenprofil der Wellenfront zugänglich. Zur Abschätzung der zu erhaltenden Signalqualität sind Informationen zur Intensitätsverteilung des Interferenzmusters vor dem Analysatorgitter notwendig.

Unter Annahme einer punktförmigen Quelle hat das Interferenzmuster die Gestalt einer Rechteckfunktion mit der Periode  $p_2$ . Der Verlauf der Grauwerte am Detektor ist die Faltung der Intensität des Interferenzmusters mit der Absorption des Analysatorgitters, welche ebenfalls eine Rechteckfunktion darstellt; die Resultierende stellt eine Sägezahnfunktion dar. Für Quellen mit endlicher Größe muss zusätzlich die Intensitätsverteilung der Quelle selbst durch eine weitere Faltung berücksichtigt werden.  $s$  sei die mittlere Halbwertsbreite der Quelle mit einem als Gauß'förmig angenommenen Strahlprofil,  $w = sd/l$  die auf das Analysatorgitter projizierte Quellgröße sowie  $l$  der Abstand zwischen Quelle und Phasengitter und  $d$  der Abstand zwischen Phasengitter und Analysatorgitter. Die Gestalt der Quelle am Analysatorgitter ergibt sich zu:

$$h(x) = \frac{1}{w\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-x^2}{2w^2}\right). \quad (2.33)$$

Wenn  $f$  die Intensitätsverteilung einer punktförmigen Quelle am Analysatorgitter ist, ergibt sich die Intensitätsverteilung mit endlicher Quellgröße aus der Faltung

$$I(x) = f(x) * h(x). \quad (2.34)$$

Gemäß [Bec09] stellt sich die relative Intensität des Interferenzmusters wie folgt dar:

$$\frac{I(x)}{I_0} = 1 + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{8}{(2n-1)^2\pi^2} e^{-\pi^2 2(w/p)^2 (2n-1)^2} \cos\left(\frac{2\pi x}{p}(2n-1)\right). \quad (2.35)$$

Mit Hilfe von Gl. 2.35 lässt sich die Visibilität (Gl. 2.12) in Abhängigkeit von der Quellgröße abschätzen. Sie ist hier unter anderem ein Maß für die mit dem Interferometer erzielbaren Kontrast. Unter der Annahme, dass bei  $x = 0$  das Beugungsbild komplett das Analysatorgitter passieren kann und bei  $x = p_2/2$  vollständig absorbiert wird, ist die Visibilität nur noch von dem

Verhältnis  $w/p_2$  abhängig. Dabei handelt es sich um die am Analysatorgitter sichtbare Quellgröße  $w = sd/l$ , welche ebenso dem Halbschatten an dieser Stelle entspricht, und die Periode des Analysatorgitters  $p_2$ :

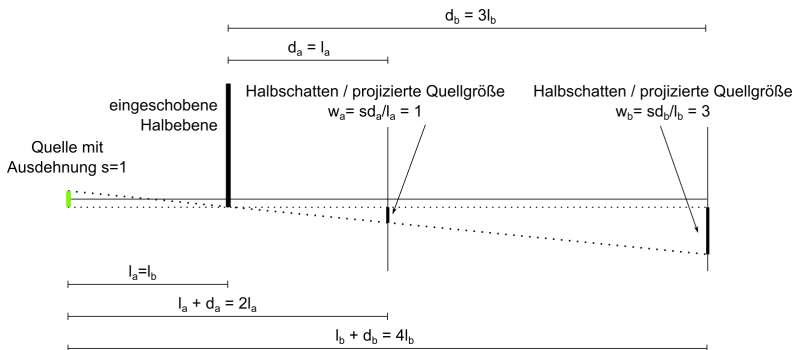


Abbildung 2.10: Veranschaulichung der projizierten Quellgröße  $w = sd/l$  bzw. des Verschmierens einer Projektion bedingt durch eine ausgedehnte Quelle an zwei Beispielen (Indizes a und b).

$$\begin{aligned}
 V(w/p) &= \frac{I(x=0) - I(x=p_2/2)}{I(x=0) + I(x=p_2/2)} \\
 &= \frac{8}{\pi^2} e^{-\pi^2 2(w/p)^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n-1)} e^{-\pi^2 2(w/p)^2 (4n^2 - 4n)}. \tag{2.36}
 \end{aligned}$$

Es ist sofort ersichtlich, dass unter den getroffenen Annahmen zum einen nur bei einer Punktquelle ( $w = 0$ ) eine Visibilität von 100 % erreicht werden kann und dass zum anderen die Visibilität mit steigendem Verhältnis von auf das Analysatorgitter projizierter Quellgröße zu Analysatorperiode sinkt. Ebenso sind eine minimale Quellgröße sowie ein großer Abstand Quelle-Phasengitter bei gleichzeitig kleiner Entfernung zwischen Phasen- und Quellgitter einer hohen Visibilität zuträglich. Anschaulich kann dies über den durch die endliche Quellgröße erzeugten Halbschatten der Beugungsmuster erklärt werden. Dieser wird am Analysatorgitter umso größer, je näher das Phasengitter an der Quelle und je größer der Abstand zwischen beiden Gittern ist. Der Halbschatten stellt somit eine Art Fehlpassung des Beugungsbilds auf dem Analysator-

gitter dar.

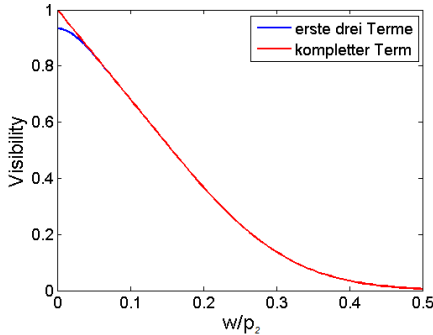


Abbildung 2.11: Gemäß Gl. 2.36 erreichbare Visibilitäten. Die blaue Kurve berücksichtigt nur die ersten drei Terme der Summe. Die Näherung geht für Verhältnisse von  $w/p_2 > 0,05$  gegen die tatsächliche Größe.

### Zur Rekonstruktion von Tomografien im Phasenkontrast

Zur Rekonstruktion von Phasenkontrastmessungen, die mittels Talbot-Lau Interferometer durchgeführt wurden, muss die Filterfunktion in Gl. 2.22 gemäß [FB88, PKBD07] ebenso angepasst werden. Denn hier wird nicht  $\mu(x, y)$ , sondern der Phasenschub  $\Delta\Phi$  rekonstruiert, welcher u.a. durch eine partielle Integration der Rohdaten in Richtung senkrecht zu den Gitterlamellen erzielt wird (siehe dazu auch Gl. 2.32). Die Filterfunktion ist in diesem Fall:

$$H_{dpc}(w) = \frac{1}{2\pi i} \cdot \text{sgn}(w), \quad (2.37)$$

wobei  $\text{sgn}(\dots)$  die Signumfunktion darstellt. Der Index steht dabei für: differential phase contrast.

### 2.3.3 Dunkelfeldkontrast

Für die Rekonstruktion von Dunkelfeldanalysen ist es notwendig, die zugrunde liegende Kleinwinkelstreuung der Röntgenstrahlen einer von der Messapparatur unabhängigen, materialspezifischen Größe zuzuordnen. Zu diesem Zweck wird in [BBD<sup>+</sup>10] der so genannte „lineare Diffusionskoeffizient“  $\tilde{\epsilon}$  eingeführt. Im folgenden wird auf die dort beschriebene Herleitung des Koeffizienten sowie seinen Zusammenhang mit der Visibilität eingegangen.

Die Verteilung der in einer Schicht der Dicke  $\Delta y$  um einen Winkel  $\theta$  gestreuten Röntgenquanten kann mit einer Gaußfunktion beschrieben werden,

$$A_1(\theta) = \frac{1}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\theta^2}{2\sigma_1^2}\right), \quad (2.38)$$

wobei  $\sigma_1$  die Streubreite ist. Werden mehrere Schichten mit i.A. unterschiedlichen Streukoeffizienten durchstrahlt, ergibt sich die totale Verteilung der Streuwinkel an einem Pixel durch Faltung der Verteilungen der einzelnen Schichten. Die effektive Streubreite  $\sigma$  ergibt sich aus dem quadratischen Mittel der Einzelstrebereiten:

$$\begin{aligned} A(\theta) &= A_1(\theta) * A_2(\theta) * A_3(\theta) * \dots * A_N(\theta) \\ &= \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\theta^2}{2\sigma^2}\right). \end{aligned} \quad (2.39)$$

Die Intensität am Detektorpixel  $(m,n)$  ergibt sich aus der Faltung der um den Abstand zwischen Probe und Analysatorgitter  $d'$  propagierten Verteilung der Streuwinkel, welche in diesem Fall auf die Richtung senkrecht zum Strahl und zu den Gitterlamellen  $x$  (siehe Abb. 2.7) bezogen ist.  $I^r$  ist die Intensität ohne und  $I^s$  diejenige mit streuender Probe im Strahlengang:

$$I_{m,n}^s(x) = I_{m,n}^r(x) * \underbrace{\frac{1}{\sigma_{m,n} d' \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{x^2}{2\sigma_{m,n}^2 d'^2}\right)}_{=A_{m,n}(x)}. \quad (2.40)$$

Wenn die Terme höherer Ordnung in der Intensitätsverteilung (Gl.2.35) vernachlässigt werden können ergibt die Faltung:



$$\begin{aligned}
 I_{m,n}^s(x) &= \left[ a_0^r(m,n) + a_1^r(m,n) \cos\left(\frac{2\pi}{p_2}x - \phi_1(m,n)\right) \right] * A_{m,n}(x) \\
 &= a_0^r(m,n) + a_1^r(m,n) \exp\left(\frac{-2\pi^2}{p_2^2}\sigma_{m,n}^2 d'^2\right) \cos\left(\frac{2\pi}{p_2}x - \phi_1(m,n)\right).
 \end{aligned} \tag{2.41}$$

$a_0^r$  und  $a_1^r$  sind dabei die ersten beiden Fourierkoeffizienten der Intensität, wie sie in Gl.2.35 dargestellt ist. Gemäß der Definition (Gl.2.12) kann die Visibilität in Abhängigkeit der Streubreite dargestellt werden:

$$V(m,n) = \exp\left(\frac{-2\pi^2}{p_2^2}\sigma_{m,n}^2 d'^2\right). \tag{2.42}$$

Der "lineare Diffusionskoeffizient"  $\tilde{\epsilon}$  wird gemäß [BBD<sup>+</sup>10] in Gl.2.43 definiert und ist sowohl von der Streubreite  $\sigma$  als auch von der Dicke der durchstrahlten Probe  $\Delta y$  abhängig:

$$\tilde{\epsilon} \equiv \frac{\sigma^2}{\Delta y}. \tag{2.43}$$

Die Visibilität  $V$  stellt sich in Abhängigkeit von  $\tilde{\epsilon}$  wie folgt dar:

$$V(m,n) = \exp\left(\frac{-2\pi^2 d'^2}{p_2^2} \int \tilde{\epsilon}_{m,n}(y) dy\right). \tag{2.44}$$

### 2.3.4 Signalgewinnung

Wie aus Gl. 2.41 und [PBB<sup>+</sup>09] ersichtlich, kann der Verlauf der Intensität in einem Detektorpixel beim gegenseitigen Verfahren der Gitter in  $x$ -Richtung näherungsweise durch eine  $\cos$ -Funktion beschrieben werden. Wird eine Probe eingebracht, die in dem verwendeten Wellenlängenbereich  $\Re(n(\omega)) \neq 0$  (siehe Gl.2.3) aufweist, so wird am Detektor beim Verfahren der Gitter ein  $\cos$  mit einer zu einer Vergleichsmessung ohne Probe verschiedenen Phase detektiert. Der Mittelwert der  $\cos$ -Funktion mit Probe ist, bedingt durch die i.A. auftretende Absorption in der Probe, geringer als bei der Referenzmessung. Tritt keine Streuung in der Probe auf, so bleibt die Amplitude unverändert (siehe Abb. 2.12). Läge neben dem Phasenschub weder Absorption noch Streuung vor, so wären die Mittelwerte beider  $\cos$ -Funktionen identisch. Bei

einer rein streuenden Probe, die weder absorbiert noch einen Phasenschub bewirkt, wird im Vergleich zur Referenzmessung lediglich die Amplitude verringert sein. Phase und Mittelwert der  $\cos$ -Funktionen wären in diesem Fall identisch. In dem in Abb. 2.13 dargestellten Beispiel weist die Probe zusätzlich zur Streuung eine von Null verschiedene Absorption, jedoch keinen Phasenschub auf.

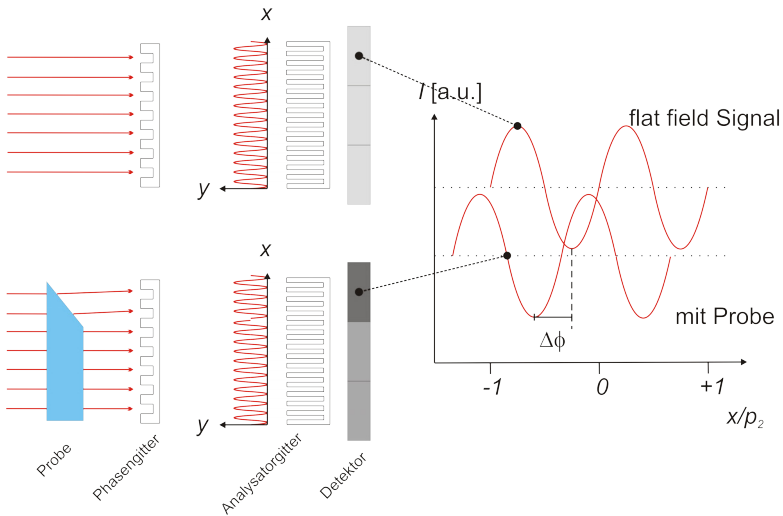


Abbildung 2.12: Prinzip der Signalerzeugung bei der Phasenkontrastmessung. Aus dem Vergleich einer Referenzmessung ("flat field") zu einer Messung mit Probe wird der differentielle Phasenschub  $\partial\Phi/\partial x$  aus der Verschiebung des Interferenzmusters (siehe Gl.2.31) bestimmt. In der Grafik dargestellt ist links der Talbot-Lau Interferometer sowie schematisch die Gestalt des Interferenzmusters und dessen Position relativ zum Analysatorgitter. Auf der rechten Seite ist der Verlauf der Intensität am oberen der drei dargestellten Detektorpixel beim Verfahren eines Gitters in  $x$ -Richtung, aufgezeigt. Die Probe erzeugt einen Phasenschub  $\Delta\Phi$  und weist eine von Null verschiedene Absorption auf.

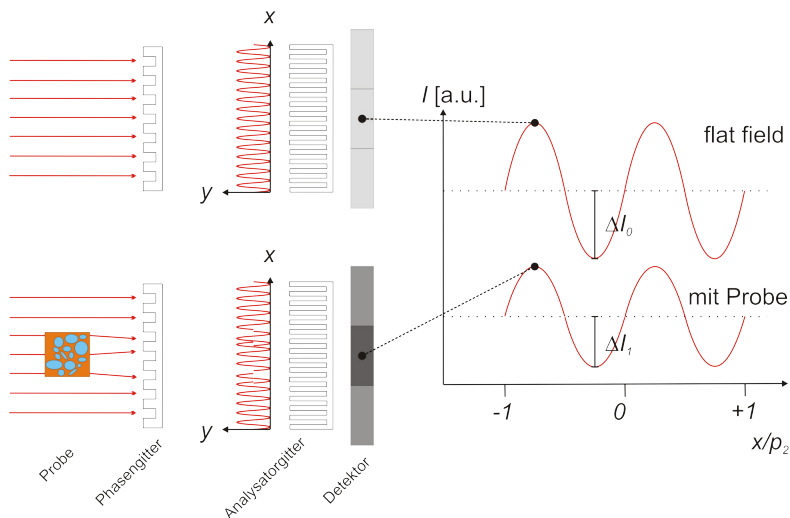


Abbildung 2.13: Prinzip der Signalerzeugung bei der Dunkelfeldanalyse. Wie bei der Analyse des Phasenkontrasts ist eine Referenzmessung ohne Probe notwendig. Die Messgröße ist der Verlust an Visibilität (Gl.2.12) durch Einbringen der Probe. Über Gl.2.44 kann damit auf den so genannten "linearen Diffusionskoeffizienten"  $\bar{\epsilon}$  geschlossen werden, was eine tomografische Rekonstruktion ermöglicht. In dem schematischen Beispiel streut die Probe und weist Absorption auf, erzeugt jedoch keinen Phasenschub. Im rechten Teil der Grafik ist der Intensitätsverlauf des mittleren Detektorpixels beim Verfahren eines der Beugungsgitter in  $x$ -Richtung dargestellt.

## 2.3.5 Tensortomografie

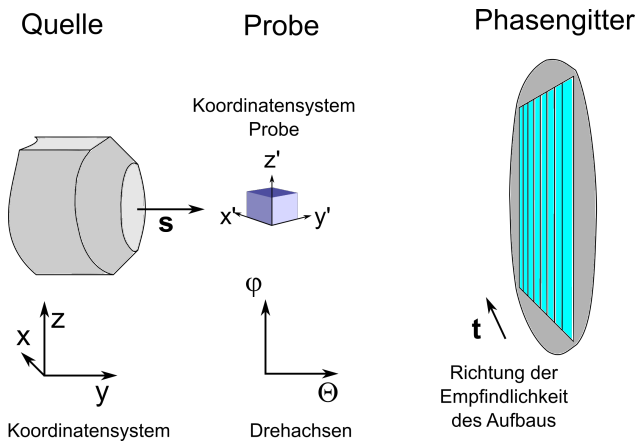


Abbildung 2.14: Schematische Skizze des DDFI- und XTT- Aufbaus. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind nicht alle Drehachsen der Probe eingezeichnet. Ebenso sind Analysatorgitter und Detektor nicht dargestellt.

Eine Charakteristik des Talbot-Lau Interferometers hinsichtlich der Analyse des Dunkelfeldsignals ist, dass der Aufbau inhärent nur für Streuung senkrecht zu den Lamellen der verwendeten Gitter sensitiv ist. Als Konsequenz besteht die Möglichkeit, dass es bei der Analyse isotrop streuender Proben je nach Orientierung der Probe relativ zu den Gitterlamellen und zur Strahlrichtung zu Unterschieden im Dunkelfeldsignal kommt. Dies ist die Grundlage des directional dark-field imaging (DDFI) sowie der X-ray tensor tomography (XTT) [JBB<sup>+</sup>10, JBZ<sup>+</sup>10, RKK<sup>+</sup>12, PMB<sup>+</sup>12, Mal13, MPB<sup>+</sup>13, RPK<sup>+</sup>13, MPB<sup>+</sup>14], mit denen gezielt isotrope Streueigenschaften eines Materials untersucht werden können. Nachdem auf die Gewinnung des Dunkelfeldsignals aus den Rohdaten in Abschnitt 2.3.3 eingegangen wurde, soll im Folgenden auf die Grundprinzipien von DDFI und XTT eingegangen werden, wie sie in [Mal13] ausführlich erläutert werden.

DDFI verhält sich hinsichtlich der Informationen, welche über eine Probe gewonnen werden können, zu XTT - vereinfacht gesehen - wie die Radiogra-

fie zur Computertomografie. Bei der Vektortomografie werden Dunkelfeld-Projektionen unter Rotation der untersuchten Probe um die Strahlachse aufgenommen. Die Projektionen werden dabei, wie in Abschnitt 2.3.2 und 2.3.3 beschrieben, durch das Verknüpfen mehrerer Aufnahmen erzeugt, die mit dem Verfahren der Gitter gegeneinander gewonnen wurden. Wenn  $\Theta$  die Rotation der Probe um den Strahl beschreibt, so kann das reine Dunkelfeldsignal  $D_i$ , das durch eine Schicht  $i$  erzeugt wird, durch

$$\begin{aligned} D_i(\Theta) &= \exp[-A_i(\cos[2(\Theta - T_i)] + 1)] \\ &= \exp[-2A_i \cos^2(\Theta - T_i)] \end{aligned} \quad (2.45)$$

beschrieben werden.  $\tau$  ist dabei die Orientierung der am stärksten streuenden Orientierung.  $A_i$  ist ein Parameter, über den die Charakteristik des Streukörpers sowie des Versuchsaufbaus<sup>5</sup> berücksichtigt wird, und hängt zudem von dem Grad an richtungsabhängiger Streuung ab. Um die Abhängigkeit des tatsächlich gemessenen Signals von der Orientierung der Gitterlamellen zu berücksichtigen, werden die zweidimensionalen Vektoren  $\mathbf{t}$  und  $\tilde{\epsilon}$  eingeführt.  $\mathbf{t}$  gibt Richtung und Empfindlichkeit des Aufbaus wieder, wohingegen  $\tilde{\epsilon}$  Betrag und Richtung der Streuung beschreibt. Ebenso ist  $\sqrt{2A_i} = |\tilde{\epsilon}_i||\mathbf{t}|$  und

$$D_i(\Theta) = \exp(-(\tilde{\epsilon}(\Theta) \cdot \mathbf{t}(\Theta))^2). \quad (2.46)$$

Werden zwei Lagen von streuenden Schichten betrachtet, gilt das Superpositionsprinzip und das gemessene Dunkelfeldsignal ergibt sich aus

$$\begin{aligned} D(\theta) &= D_1(\Theta)D_2(\Theta) \\ &= \exp[-((\tilde{\epsilon}_1 \cdot \mathbf{t})^2 + (\tilde{\epsilon}_2 \cdot \mathbf{t})^2)], \end{aligned} \quad (2.47)$$

wobei das Analysatorgitter für beide Schichten dasselbe ist. Somit ist  $\mathbf{t}$  für beide Terme identisch. Für den allgemeinen Fall vieler infinitesimal dünner Schichten wird Gl. 2.47 zu:

$$D(x, z) = \exp\left[-\int (\tilde{\epsilon}(x, y, z) \cdot \mathbf{t})^2 dy\right]. \quad (2.48)$$

In diesem Fall entspricht  $(\tilde{\epsilon}(x, y, z) \cdot \mathbf{t})^2$  einer Streudichte und nicht mehr dem Absolutwert der Streuung wie in Gl.2.47 und 2.46. Der Zusammenhang

<sup>5</sup>Beinhaltet nicht die im Folgenden eingeführte Richtungsempfindlichkeit des Aufbaus.

zwischen Dunkelfeldsignal, Probe und Interferometer ist somit gegeben. Der Einfluss der Strahlrichtung in Bezug zur Probe muss hier nicht berücksichtigt werden, da die Probe bei DDFI lediglich um die Strahlachse rotiert wird. Dies wird erst notwendig, wenn bei der Tensoromografie die Streueigenschaften der Probe in alle Raumrichtungen untersucht werden soll.

Der experimentelle Ablauf bei XTT ist ähnlich zu dem bei DDFI. Während bei DDFI die Probe lediglich um die Strahlachse rotiert, kommen bei XTT zwei weitere Rotationsachsen hinzu, sodass alle Eulerwinkel angefahren werden können. Als Konsequenz ist das Ergebnis eine 3D-Darstellung der Streueigenschaften, wobei jedem Voxel ein Tensor zugeordnet ist. Der Vorteil der Methode im Vergleich zu DDFI ist, dass bei letzterem nicht zwischen anisotropen Streukörpern und einer Anordnung perfekt isotroper Streukörper, welche in einem  $90^\circ$ -Winkel zueinander angeordnet sind, unterschieden werden kann. Durch die fehlende Tiefeninformation gehen in diesem Fall wie bei der Radiografie Informationen verloren, was bei XTT nicht der Fall ist.

Gl. 2.48 muss somit dahingehend angepasst werden, dass sich die Streueigenschaften abhängig von der Strahlrichtung  $s$  relativ zur Probenorientierung ändern.  $s$  muss somit im Probenkoordinatensystem betrachtet werden (Siehe hierzu Abb. 2.14)

$$D(x, z) = \exp \left[ - \int \sum_{\alpha=1}^O (\tilde{\epsilon}_{\alpha}(s, x, y, z) \cdot \mathbf{t})^2 dy \right]. \quad (2.49)$$

Jeder Orientierung  $\alpha$  entspricht im Allgemeinen ein  $\epsilon_{\alpha}(s, x, y, z)$  der Probe, auf das aus den Messgrößen  $D_{\alpha}(x, z)$  geschlossen werden kann. Näheres hierzu kann [Mal13, MPB<sup>+</sup>14] entnommen werden.

## 2.4 Gitterherstellung

Es existieren zahlreiche Ansätze zur Herstellung von Gitterstrukturen im Mikrometerbereich für Phasen- und Dunkelfeldkontrast-Analysen unter Verwendung von Röntgenstrahlen [DBT<sup>+</sup>07, MMP08]. Ihnen liegt das Prinzip der Lithografie zugrunde, wobei die Art der Belichtung (Elektronenstrahl, Röntgenstrahlung, Laserlicht) variieren kann. Weitere Unterschiede liegen in der Nutzung des belichteten Fotolacks als Maske für Tiefenätzungen oder als Stützstruktur. Oft wird im Anschluss noch galvanisch Metall (z.B. Au oder W) abgeschieden, insbesondere bei der Herstellung von Analysatorgittern.

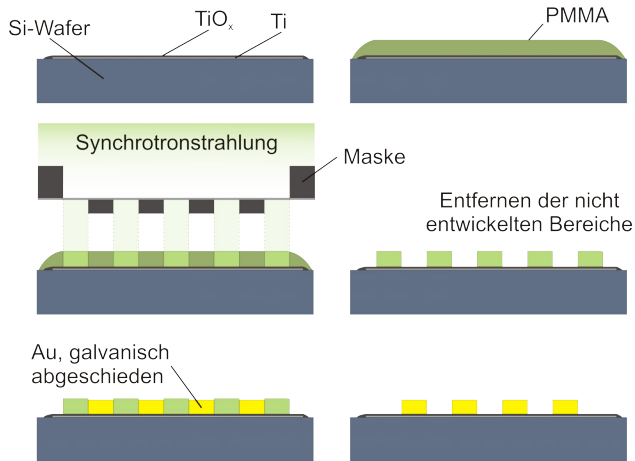


Abbildung 2.15: Schritte zur Gitterherstellung mittels LIGA-Verfahren

Phasengitter bestehen in der Regel aus Materialien, die bei der angestrebten Designenergie möglichst schwach absorbieren. Hier muss auf die Lamellentiefe lediglich ein Phasenschub von  $\pi$  bzw.  $\pi/2$  erzeugt werden. Im Folgenden ist die Herstellung der für diese Arbeit verwendeten Gitter beschrieben.

Die konkrete Herstellung der Masken für die Lithografie und der Gitter an sich erfolgt über das LIGA-Verfahren<sup>6</sup> [MMP08] und lässt sich untergliedern in die Herstellung der Maske, die Strukturierung der Gitter mittels Synchrotronstrahlung und die galvanische Abformung der Gitter.

Die Struktur der Maske wird in einen Fotolack (z.B. PMMA, SU-8) von 3-4  $\mu\text{m}$  Dicke beispielsweise mittels eines Elektronenstrahlschreibers eingebracht. Der Lack wird hierfür auf eine Trägerfolie aufgeschleudert. Die Trägerfolien bestehen oft aus Beryllium oder Titan, welche aufgrund ihrer geringen Absorption von Röntgenstrahlung und hohen spezifischen Festigkeit den Anforderungen entsprechen. Die Folien selbst werden mittels Sputtern und anschließendem Abtragen eines massiven Substrats hergestellt und werden von einem Rahmen gestützt. Die nicht entwickelten Bereiche der Lackschicht werden entfernt und galvanisch mit Gold aufgefüllt.

<sup>6</sup>Lithografie Galvanik und Abformung



Im nächsten Schritt wird ein titanbeschichteter Siliziumwafer mit einer Fotolackschicht von etwas mehr als der gewünschten Lamellenhöhe beschichtet und mit Hilfe der Maske unter Verwendung von Synchrotronstrahlung belichtet. Aufgrund der höheren Eindringtiefe als auch der geringen Divergenz der Röntgenstrahlen im Gegensatz zum Elektronenstrahlschreiber können so Strukturen mit höheren Aspektverhältnissen erzeugt werden. In diesem Fall spielt jedoch auch die mechanische Stabilität des Fotolacks nach dem Belichten eine Rolle.

Durch geeignetes Design der Gitter können diese jedoch stabilisiert werden [MGK<sup>+</sup>12]. Ein Ansatz besteht darin, mittels Brücken, welche in periodischen Abständen zwischen den Lamellen angeordnet sind, die Struktur abzustützen. Dies beeinträchtigt jedoch die Visibilitäten, welche mit den Gittern im Talbot-Lau Interferometer erzielt werden können. Das damit erstellte Gitter weist unterbrochene Lamellen und somit eine inhomogene Visibilitätsverteilung auf. Ein eleganterer Ansatz ist, die Gitterlamellen nicht mit Brücken von der gleichen Höhe zu verbinden, sondern mit dünnen Verstrebungen. Dies wird durch weitere Belichtungen der Lamellenstruktur unter Verkippung des Substrats gegen den Strahl und einer entsprechenden, zweiten Maske erreicht, die lediglich dünne Säulen produziert (siehe [MGK<sup>+</sup>12] und Abb. 2.16).

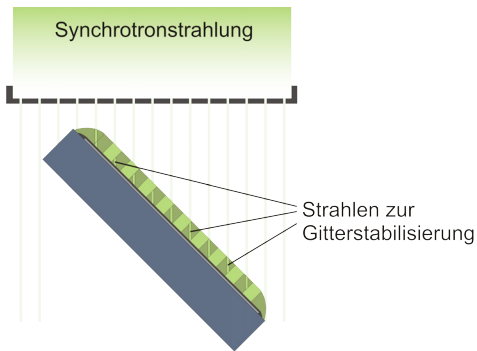


Abbildung 2.16: Stabilisierung der Lamellen im Fotolack mittels Strahlstruktur (Sunray)

Prinzipiell können alle Metalle für die Mikrostrukturierung eingesetzt werden, die galvanisch abgeschieden werden können. Im einzelnen müssen die Anforderungen an Mikrostreufähigkeit, Benetzung, innere Spannungen und geringe

Gasbildung erfüllt sein [MMP08]. Die Anforderungen an die Oberfläche sind dabei neben der elektrischen Leitfähigkeit eine gute Haftung des Fotolacks sowie eine gute Startfähigkeit der Galvanik. Aus diesem Grund wird ein Teil der Titanschicht auf dem Substrat unter Verwendung von Wasserstoffperoxid-Lösung oxidiert (Dicke der oxidierten Schicht 40 nm). Die künstlich erzeugte Oxidschicht ist eine sehr gute Startschicht für die Galvanisierung und bietet gleichzeitig ausreichend Haftung für das abgeschiedene Metall. Da es sich bei der künstlichen Oxidation um  $\text{TiO}_x$  mit  $x < 2$  handelt, ist die Oxidschicht im Gegensatz zu reinem  $\text{TiO}_2$  auch elektrisch leitend. Dies ist essentiell für die galvanische Abscheidung.

Die Herausforderungen bei der Herstellung bestehen in den hohen Aspektverhältnissen der Lamellen, vor allem bei Gitterperioden im einstelligen Mikrometerbereich. Eine weitere Problematik ist die Limitierung des field of view, bedingt durch die Gitterfläche und die Abschattung der Strahlung bei Kegelstrahlgeometrie, wie sie an Mikrofokusröhren vorliegt. Letzterer Problematik kann z.B. durch gebogene Gitter begegnet werden [TPK<sup>+</sup>11]. Ein Ansatz zur Vergrößerung des field of view wird in [MAW<sup>+</sup>14] präsentiert. Der Ansatz verfolgt das Zusammensetzen mehrerer Gitter und demonstriert die Umsetzung hinsichtlich des Ausrichtens der Gitterlamellen der Einzelgitter zueinander. Unter kompletter Vernachlässigung des field of view (begrenzt auf einzelne Pixelreihen) wird in [TAW<sup>+</sup>14] dargestellt, wie mittels seitlicher Beleuchtung nahezu beliebige Aspektverhältnisse realisiert werden können. Aufgrund des immensen Zeit- und Positionieraufwands bei der Tomografie ist dieser Ansatz in der Anwendung jedoch nicht praktikabel. [YBP<sup>+</sup>14] behandelt die Möglichkeit, mit nicht-binären Phasen- und Analysatorgittern (Dreieckform der Lamellen) bei Talbot-Lau Interferometern mit Quellgittern die Anforderungen an die Periode des Quell- und Analysatorgitters zu reduzieren und so potentiell hohe Designenergien umzusetzen. Experimentell konnten damit allerdings noch nicht Designenergien  $\geq 50$  keV nachgewiesen werden.

Aufgrund der herausragenden Aspektverhältnisse bei gleichzeitig hoher Formtreue war das LIGA-Verfahren optimal für die Herstellung der für diese Arbeit benötigten Gitter geeignet. Es wurden nicht-gebogene, binäre Gitterstrukturen auf einzelnen Wafern verwendet. Dies lag darin begründet, dass gebogene Gitterstrukturen bislang nicht routinemäßig hergestellt werden können, was auch für aus mehreren Einzelgittern bestehende Strukturen gilt. Zusätzlich ist die Anwendungsmöglichkeit gebogener Gitter auf genau einen Abstand zur Quelle limitiert. Der Einsatz von seitlich bestrahlten Gittern ist aufgrund des hohen Zeit- und Positionieraufwands keine Option. Gegen den Einsatz von

nicht-binären Gittern spricht die Notwendigkeit des Biegens der Gitter, was noch nicht routinemäßig möglich ist. Zudem weist der Herstellungsprozess an sich eine geringe Fehlertoleranz auf.

### 3 Untersuchte Materialien

Das Auswahlkriterium für die untersuchten Materialien war, dass sie Gegenstand aktueller Forschung waren. Sie sollten offene Fragestellungen aufweisen, die prinzipiell mittels Tomografie beantwortet werden könnten. Gleichzeitig wurde nach Materialkombinationen und Strukturen gesucht, die nicht oder nur umständlich im Absorptionskontrast analysiert werden können.

#### 3.1 Kohlenstoffmatrix/Kohlenstofffaser-Verbundwerkstoffe

Kohlefaserverstärkte Kohlenstoffe sind Verbundwerkstoffe, die sich neben einer hohen Festigkeit und Steifigkeit auch durch geringe Kerbempfindlichkeit auszeichnen. Sie weisen zudem eine hohe Beständigkeit gegen Belastungen durch Temperaturschwankungen und Korrosion auf; zudem sind sie biokompatibel und verfügen über gute thermische und elektrische Leitfähigkeit. Die Einsatzgebiete erstrecken sich daher auf Widerstandsheizelemente, Hochleistungsbremsscheiben, Hitzeschutzschilde oder Implantate. Die Herstellung erfolgt über die Infiltration eines für die Anwendung geeigneten Fasergewebes (siehe z.B. Abb. 3.1) mit Kohlenstoff. Die Infiltration geschieht pyrolytisch durch Abscheidung aus flüssigen oder gasförmigen Kohlenwasserstoffprecursoren [Tho93, Man98]. Dabei werden bedingt durch hohe Temperaturen von ca. 1100°C aromatische und polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe durch homogene Gasphasenreaktionen gebildet. Diese führen durch heterogene Oberflächenreaktionen zur Bildung von pyrolytischem Kohlenstoff auf dem Substrat. Es gibt mehrere Verfahren der chemischen Gasphaseninfiltration. Die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden mittels isothermer isobarer chemischen Gasphaseninfiltration hergestellt.

Für den Einsatz als Konstruktionswerkstoff ist eine Charakterisierung sowohl der Porosität nach dem Abscheiden des Kohlenstoffes als auch des effektiven E-Moduls der Bauteile notwendig. In früheren Arbeiten [GRP<sup>+</sup>10, Geb10] wurde dabei bereits ermittelt, dass in den orientierten Schichten prolate Poren bevorzugt parallel zur Faserorientierung auftreten. Oblate Poren sind mit ihrer außerordentlichen Achse senkrecht zur Faserrichtung gelegen. In den Filz-Zwischenschichten liegt kein geordnetes Porennetzwerk vor. Eine Charakterisierung der Faser-Matrix-Anordnung nach der Infiltration scheiterte bisher

Faservolumengehalt [%]	Temperatur [°C]	Druck [kPa]	Verweilzeit [s]	Infiltrationsdauer [h]
22,5	1095	25	0,1	90

Tabelle 3.1: Herstellungsparameter der mittels chemischer Gasphaseninfiltration hergestellten Probe

an der ähnlichen Absorption der beiden Komponenten.

Bei den im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersuchten Proben handelt es sich um würfelförmige Ausschnitte aus Platten mit den Abmessungen  $1,03 \times 1,03 \times 1,02 \text{ cm}^3$ . Die Matten bestanden dabei aus insgesamt 17 Faserschichten. Jeweils zwei Schichten aus identisch orientierten Fasern waren gefolgt von zwei Schichten entgegengesetzt orientierten Fasern. Die Gesamtmenge betrug acht Schichten orientierter Fasern. Die Trennung zwischen den orientierten Lagen waren dünnere Filzschichten ohne Vorzugsorientierung. Die gesamte Faserstruktur wurde mittels dünner Faserbündel zusammengehalten, welche senkrecht zu beiden Vorzugsorientierungen der Fasern verliefen. Die Herstellungsparameter der Pyrolyse können Tabelle 3.1 entnommen werden. Die Chemische Gasphaseninfiltration (chemical vapor infiltration (CVI)) erfolgte am Institut für Chemische Technik und Polymerchemie am Karlsruher Institut für Technologie unter isothermen und isobaren Bedingungen.

Bedingt durch die Wahl der Parameter wurde eine hochtexturierte Mikrostruktur des pyrolytisch abgeschiedenen Kohlenstoffs begünstigt. Dies sowie weitere Korrelationen zwischen Herstellungsparametern und Mikrostruktur des abgeschiedenen Kohlenstoffs werden in [ZHH02, ZH03, HZH<sup>+</sup>03] erläutert. Die untersuchte Probe wurde aus einem größeren Probenblock entnommen. Bedingt durch den Infiltrationsprozess, welcher in Abb. 3.2 schematisch dargestellt ist, sind Dichte und Porosität der Probe inhomogen: Die Dichte nimmt zur Mitte der Probe hin ab [Geb10]. Der untersuchte Würfel stammt aus dem im Bild hervorgehobenen Bereich.

Das Material wurde für die Untersuchungen ausgewählt, da eine orientierte Porenstruktur vorliegt, die sich von Lage zu Lage der Probe ändert. Unter dieser Voraussetzung, und der Auflösbarkeit der jeweiligen Lagen mit den zur Verfügung stehenden Setups, ist es ein optimaler Demonstrator für Dunkelfeld-Analysen.

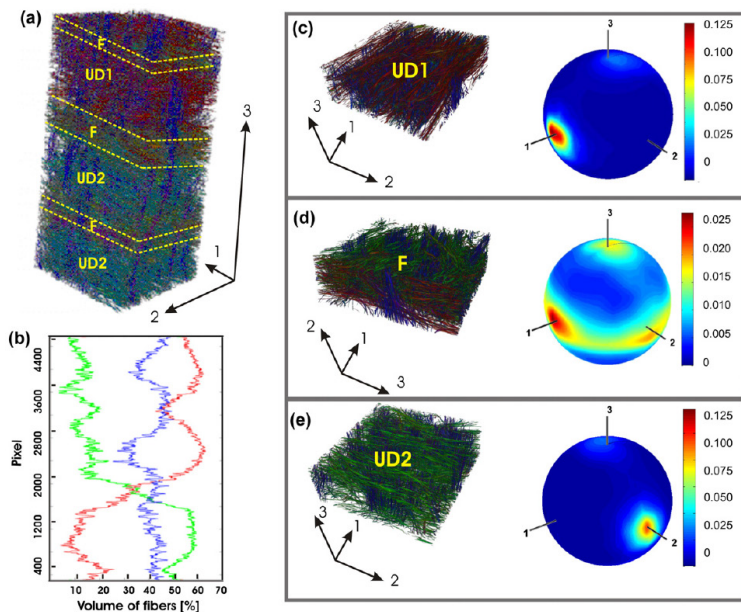


Abbildung 3.1: Untersuchungen an noch nicht infiltrierte Kohlefasergerlegen aus [DGS<sup>+</sup>12]. (a): Farbkodierte Ausrichtung der Fasern in zwei Schichten identischer Orientierung (UD1 und UD2) und drei Filzschichten (F). (b): Projektion der drei Haupt-Faserrichtungen auf das Probenkoordinatensystem. Der Volumenanteil der Fasern gibt Aufschluss, welche der Lagen an dem jeweiligen Pixeln vorliegt. (c-e): Darstellung der Faserorientierung in den jeweiligen Schichten. Während bei UD1 und UD2 jeweils ein Hauptmaximum existiert, ist in der Filzschicht F (d) keine Vorzugsrichtung zu erkennen.

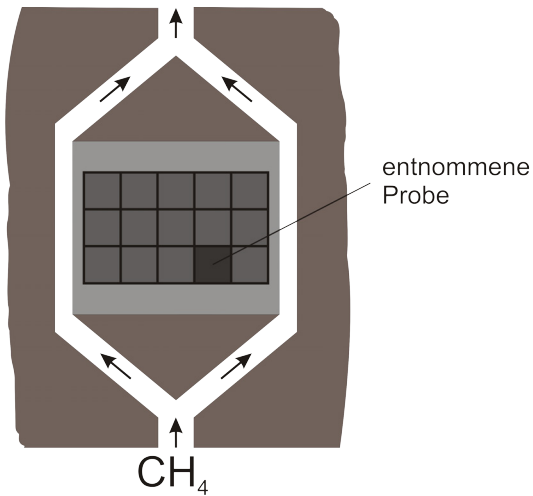


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung des CVI-Prozesses. Abgebildet ist die Probe (hellgrau), welche von Methan umspült wird. In dem eingezeichneten Raster ist die Position der untersuchten Einzelprobe hervorgehoben. Bedingt durch die Geometrie der Anlage ist die Dichte in den einzelnen Probensegmenten inhomogen [Geb10].

### 3.2 Metallmatrix/Keramik-Verbundwerkstoffe

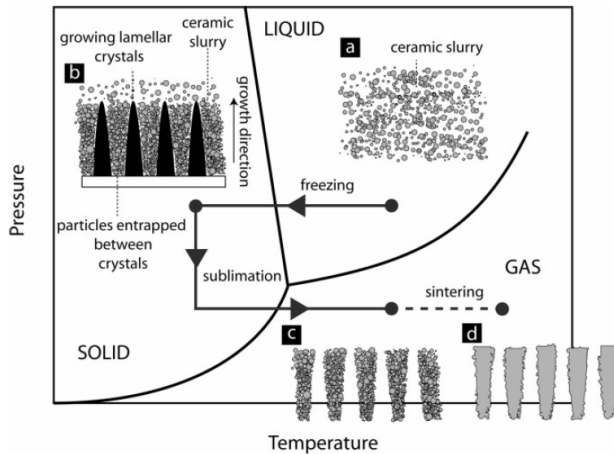


Abbildung 3.3: Die vier Prozessschritte des freeze-cast-Prozess gemäß [Dev08]: (a): Herstellung des Feedstocks (b): Erstarrung (c): Sublimation (d): Sintern. Das Zustandsdiagramm von Wasser gibt dabei über Druck und Temperatur während des Prozesses Auskunft.

Metallmatrix/Keramik-Verbundwerkstoffe<sup>1</sup> sind als Ingenieurwerkstoff aufgrund ihrer hohen spezifischen Steifigkeit und Zugfestigkeit, ihrer Verschleißfestigkeit und zyklischen Belastbarkeit, sowie ihrer verglichen mit dem reinen Matrixmetall, besseren mechanischen Eigenschaften bei hohen Temperaturen, von hohem Interesse [ESMM03]. Der Ansatz, mittels freeze-casting [Dev08] keramische Vorformen zu erstellen (siehe Abb. 3.3), bietet die Möglichkeit, einen Verbund aus hierarchischen lamellaren Domänenstrukturen herzustellen. Auf diese Weise ist es möglich, Verbundwerkstoffe mit einem technisch relevanten Anteil von 30%-70% Keramik zu produzieren. Gewöhnliche Metallmatrix Verbunde, welche mittels Partikeln oder Fasern verstärkt wurden, weisen hier aus Prozessgründen entweder niedrigere (5%-30%) [Llo94] oder weit

<sup>1</sup>metall matrix composite (MMC)



höhere (50%-80%) [PKC<sup>+</sup>95, SHB<sup>+</sup>98] Keramikanteile auf. Größe und Form der Domänen in der keramischen Vorform können über die Herstellungsparameter beim freeze-cast-Prozess eingestellt werden. Die Preform wird mittels Press- oder Kokillenguss mit flüssigem Metall ausgegossen.

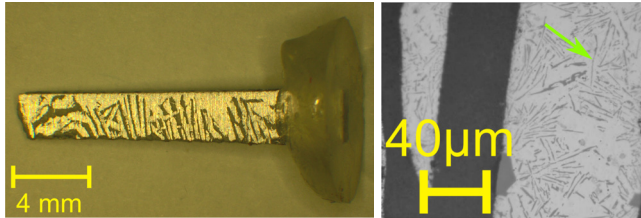


Abbildung 3.4: (*links*): Aufnahme des untersuchten Metallmatrix-Keramik-Verbundmaterials. Zu erkennen sind die weniger stark reflektierenden  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Lamellen, die stärker reflektierende AlSi12-Matrix, sowie der Zweikomponentenkleber zum Befestigen der Probe während der Tomographie. (*rechts*): Mikroskop-Aufnahme der Si-Ausscheidungen in der AlSi12-Matrix aus [ZNR<sup>+</sup>09]. Die dunklen Bereiche sind die verstärkenden  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Lamellen, die hellen die AlSi12-Matrix. Darin sind in dunklerem Grau langgezogene Si-Ausscheidungen zu erkennen (siehe Pfeil).

Bei den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben handelt es sich um Stäbe mit Grundflächen im Millimeterbereich. Die mittleren Lamellenabstände darin waren in der Größenordnung von  $100 \mu\text{m}$ , wobei jeweils nur eine Domäne gleich ausgerichteter Schichten vorlag. Die verwendeten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Preforms wurden am IAM-KM am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) hergestellt und wiesen eine mittlere Porosität von 56 Vol.-% auf. Die für den freeze-cast-Prozess verwendete wasserbasierte Suspension enthielt 22 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Pulver (CT3000SG der Firma Almatris), wobei das Pulver über einen nominellen Aluminiumoxidgehalt von 99,8 %, eine Pulverpartikelgröße von  $2,5 \mu\text{m}/\text{D}90$  Cilas und eine Dichte von  $3,90 \text{ Mg}/\text{m}^3$  verfügte. Es wurden 0,5 Ma.-% Dolapix CE64 Dispersionsmittel und 10 Ma.-% Optapix PAF60 Bindemittel verwendet. Die Temperatur beim freeze-cast-Prozess betrug  $-10^\circ\text{C}$ . Nach einer Trockenzeit von 48 Stunden wurden die Grünlinge bei  $1550^\circ\text{C}$  eine Stunde gesintert und mit einer Kühlrate von  $4^\circ\text{C}/\text{min}$  auf Raumtempera-

tur gebracht (siehe auch [WOH09]). Die eutektische AlSi12-Legierung wurde mittels Pressgießen am Institut für Oberflächentechnologie und Materialwissenschaft an der Hochschule Aalen in die Vorform eingebracht. Dazu wurden die Preforms auf 800°C und die Gußform auf 450°C erhitzt. Im Anschluss an das Gießen wurden die Proben für zwei Stunden bei 450°C wärmebehandelt und anschließend zum Abkühlen im Ofen belassen. Weitere Details zu den Herstellungsparametern können [Roy09] entnommen werden.

Die Bestimmung der effektiven elastischen Konstanten des Verbundes wird in [ZNR<sup>+</sup>09, ZNP10] beschrieben. Ausgehend von Gefügeschliffbildern wurden hierzu 3D-Modelle der Strukturen erstellt (siehe Abb. 3.5). Dabei wurde von einem rein zweiphasigen Material ausgegangen. Si-Ausscheidungen in der AlSi12-Legierung wurden nicht berücksichtigt, ebenso wenig die Kornstruktur der beiden Phasen. Der E-Modul der AlSi12-Legierung wurde mittels Zugversuch und Ultraschallmessungen zu 77,6 GPa ( $\nu = 0,3$ ) bestimmt, während für Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> der Literaturwert aus [Mun02] von 400 GPa und einer Poissonzahl von 0,25 verwendet wurde. Die 3D-Netze wurden mittels ABAQUS gelöst.

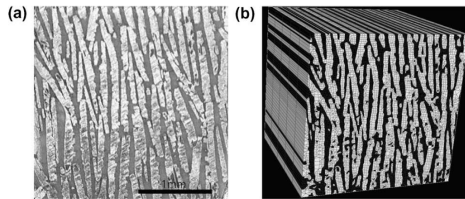


Abbildung 3.5: Modellierung der lamellaren Struktur der MMCs in [ZNR<sup>+</sup>09, ZNP10]: Ausgehend von einem Gefügeschliffbild (a) wird basierend auf der Annahme eines in der Tiefe parallelen Verlaufs der Lamellen ein Finite-Elemente-Modell erstellt (b). Die Auswirkung von Abweichungen von diesem Modell, wie z.B. Sinterbrücken zwischen den Lamellen oder Veränderungen im Querschnitt, wurden bislang nicht untersucht. Ebenso wenig, inwieweit die Annahme, das Schliffbild in die Tiefe zu extrudieren, eine akzeptable Vereinfachung darstellt.

Neben der Nichtberücksichtigung der Mehrphasigkeit des Matrixmetalls ist die Annahme, dass die Lamellen in die Tiefe parallel verlaufen eine Vereinfachung

der tatsächlichen Materialstruktur. Eine Möglichkeit, ein möglichst realitätsnahes 3D-FE-Modell zu erstellen, ist die Computertomografie. Dies ist bei der gegebenen Materialpaarung aufgrund ähnlicher Absorptionseigenschaften jedoch problematisch. In [DLS<sup>+</sup>07] wurden unter anderem  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlSi12}$ -Verbunde mittels Synchrotronstrahlung tomografiert. Dabei handelte es sich bei den untersuchten Proben um partikel- und kurzfaserverstärkte Materialien. Da jedoch monochromatische Synchrotronstrahlung verwendet wurde, waren diese Analysen nicht den Einschränkungen unterworfen, die bei Verwendung polychromatischer Laborquellen auftreten. In [BKB06] wurden partikelverstärkte  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AA6061}$ -Verbunde an einer Laborquelle tomografiert. AA6061 verfügt gemäß [Cap11] über einen weit geringeren Masseanteil von 0,4-0,8 Ma.-% Si im Vergleich zu 12 Ma.-% beim Werkstoff AlSi12. Die Absorptionseigenschaften dieser Materialpaarung sind darum nicht mit dem in der vorliegenden Arbeit untersuchten  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlSi12}$ -Verbund vergleichbar sondern unterscheiden sich stärker.

Für die Materialeigenschaften und Fragestellungen scheint eine Analyse mittels Computertomografie im Phasenkontrast unter Verwendung eines Talbot-Lau Interferometers und einer Laborquelle ein optimales Verfahren. Vergleichbare Fragestellungen konnten bislang nur an Synchrotronquellen [DLS<sup>+</sup>07] und an Laborquellen lediglich an Materialkombinationen durchgeführt werden, deren Absorptionseigenschaften sich stärker unterscheiden.

### 3.3 Reibkontaktmaterialien

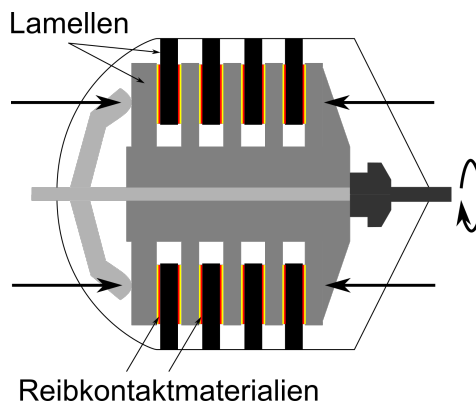


Abbildung 3.6: Skizze einer Lamellenkupplung. In gelb und rot sind die Positionen der Reibkontaktmaterialien eingetragen, welche in der vorliegenden Arbeit untersucht wurden.

Es wurden Reibkontaktmaterialien untersucht, wie sie in Lamellenkupplungen in Kraftfahrzeugen verwendet werden. Die Reibkontaktmaterialien, welche aus unterschiedlichen Faser- und Partikelkombinationen bestehen und mittels Kunstharz gebunden sind, befinden sich auf Papierstreifen. Diese sind in der Anwendung meist auf Stahllamellen aufgebracht und werden in der Regel nass laufend betrieben. Aus diesem Grund sind zwischen den eigentlichen Reibbelägen Aussparungen, um eine ausreichende Versorgung mit Kühlmittel zu ermöglichen. Im Betrieb kommt es abwechselnd zu Anlagerung und Ausspülen von Kühlmittel in den Poren der Reibbeläge. Lagern sich dauerhaft Rückstände in den Poren des Reibkontakts an, kommt es zu Reibwertverlust. Von Herstellerseite ist es daher interessant, welche Kombinationen von Reibkontaktmaterial und Kühlmittel möglichst wenig Einbußen im Reibwert aufweisen. Wegen des hohen Zeitaufwands ist es allerdings nicht praktikabel, entsprechende Charakterisierungen über die Änderung des Reibwertes direkt durchzuführen. Daher wird versucht, nach relativ kurzem Betrieb zu ermitteln, in welchem Maße das Porennetzwerk im Reibkontakt zugeschmiert wurde. So sind Aussagen bezüglich des Zuschmier- und Ausspülprozesses während des

Betriebs möglich. Aufgrund der Materialbeschaffenheit - sowohl der Reibkontakt als auch das Schmiermittel sind kohlenstoffbasiert - ist die Charakterisierung problematisch:

Um die Porenstruktur im Mikrometerbereich aufzulösen, werden hohe Vergrößerungen benötigt. Aufgrund der inhärenten Kühlmittelrückstände in den Proben ist eine Betrachtung mittels REM (wegen Verschmutzung des Geräts) kritisch. Absorptionsbasierte Computertomografie stößt aufgrund der vergleichbaren Absorptionseigenschaften der kohlenstoffbasierten Kühlmittel und Reibkontakte auf Schwierigkeiten, da die Materialien nicht auseinandergehalten werden können.

Aus den erläuterten Gründen ist eine Untersuchung mittels Radiografie im Dunkelfeldkontrast bestens zur Beantwortung der beschriebenen Fragestellung nach dem Zuschmieren der Poren während des Betriebs geeignet. Der Ansatz dabei ist Reibbeläge nach definierten Einsatzzeiten mit noch unbenutzten zu vergleichen.



Abbildung 3.7: Lamellenscheibe mit aufgeklebtem Reibkontaktmaterial.

## 4 Talbot-Lau Interferometer mit Transmissions-Mikrofokusröhre am IAM-WK

### 4.1 Röntgenquelle

Als Strahlungsquelle des umgesetzten Phasen- und Dunkelfeldkontrast-Aufbaus diente eine FXE-225.99 TwinHead Mikrofokusröhre mit Wechselkopf der Firma Yxlon. Röhren dieser Bauart bieten die Möglichkeit, sowohl Direktstrahl-targets als auch Transmissionstargets zu verwenden. Der Direktstrahlkopf stellt hierbei einen höheren Fluß bei einer im Vergleich zum Transmissionskopf verminderten Auflösung bereit. Der generelle Aufbau ist in Abb. 4.1 und Abb. 4.2 zu sehen. Für die Experimente in dieser Arbeit wurde ausschließlich der Transmissionskopf verwendet. Je nach Aufgabenstellung kamen unterschiedliche Targets zum Einsatz. Auf die Eigenschaften der Transmissionsröhre sowie der verschiedenen Targets, die zum Einsatz kamen, wird im Folgenden eingegangen.

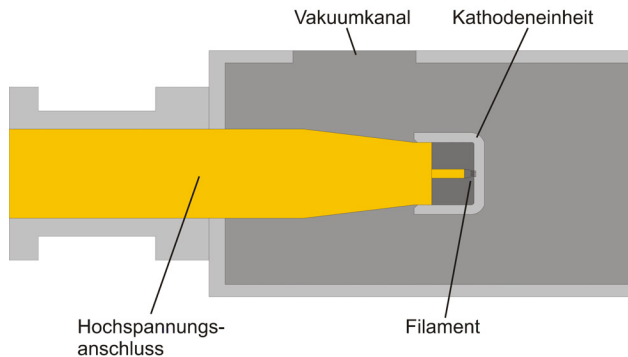


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau der Hochspannungseinheit (hinterer Teil der Mikrofokusröhre).

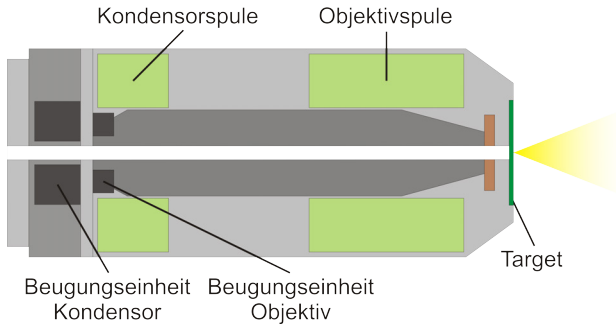


Abbildung 4.2: Schematischer Aufbau des Röhrenkopfes, in welchem die Fokussierung des Elektronenstrahls erfolgt.

#### 4.1.1 Eigenschaften

Mikrofokus-Transmissionsröhren werden für hochauflösende (bis zu  $1\ \mu\text{m}$ ) CT-Systeme verwendet. Die Auflösung eines Aufbaus ist hier durch Brennfleckgröße, Vergrößerung sowie das Signal-Rausch-Verhältnis gegeben. Die Brennfleckgröße sollte hierbei möglichst klein sein, so dass möglichst wenig Halbschatten, welche die Detailerkennbarkeit vermindern, auftreten. Dies wird durch eine Fokussierung des Elektronenstrahls mittels mehrerer Spulen umgesetzt, welche als Elektronenoptik fungieren. Die Röhre kann zudem im Nano- oder Mikrofokus und im High-Power-Modus betrieben werden, was Einfluss auf die erreichbare Brennfleckgröße und die Leistung der Röhre hat. In Abb. 4.3 ist die unterschiedliche Fokussierung der Strahlmodi dargestellt; der Faktor  $M$  stellt dabei die Verkleinerung des Strahlquerschnitts dar. Die kleinste Brennfleckgröße ist (nach Herstellerangaben) mit unter  $0,8\ \mu\text{m}$  im Nanofokus möglich, während in den verbleibenden Modi Minimalwerte von  $1\ \mu\text{m}$  erreicht werden sollen. Die maximal erzielbaren Leistungen sind  $2\ \text{W}$  im Nanofokus,  $4\ \text{W}$  im Mikrofokus und  $10\ \text{W}$  im High-Power-Modus. Sie begrenzen somit Beschleunigungsspannung und Anodenstrom. Per Software kann eingestellt werden, ob die Strom-Spannungswerte beschnitten werden, oder der Modus beim Erreichen der jeweiligen Maximalleistung gewechselt wird.

Da im Allgemeinen die Brennfleckgröße mit steigender Beschleunigungsspannung und steigendem Anodenstrom zunimmt, müssen die Ströme der Kondensor- und Objektivspule entsprechend justiert werden. Dies geschieht mittels ei-

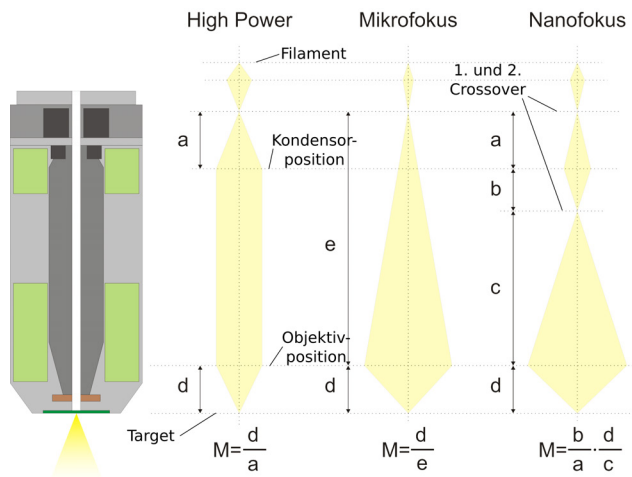


Abbildung 4.3: Fokussierung des Elektronenstrahls im Mikro- und Nanofokus, sowie im High Power Modus. Die geringsten Brennfleckgrößen können im Nanofokus erreicht werden (nach Herstellerangaben bis zu  $0,8\mu\text{m}$ ), die größte Leistung kann mit 10W im High Power Modus erbracht werden.  $M$  stellt jeweils schematisch die erreichbare Verkleinerung des Strahldurchmessers dar.

nes geeigneten Prüfkörpers (z.B.  $5\mu\text{m}$  W-Drähte, JIMA-Maske<sup>1</sup>); in Schritten von 10 kV werden mittels der Röhrensoftware FXE-Control Kondensator- und Objektivstrom so eingestellt, dass der Prüfkörper maximal scharf erscheint. Der Vorteil der JIMA-Maske liegt dabei darin, dass die Erkennbarkeit graduell feiner werdender Strukturen ein objektives Kriterium der Bildschärfe darstellt.

## 4.2 Gitterauswahl

Die Kriterien für die Auswahl der Gitter für den Phasen- und Dunkelfeldkontrast-Aufbau am IAM-WK sind zum einen durch den in der Strahlenschutzkabine vorhandenen Platz gegeben, zum anderen durch die Talbotabstände bei den

<sup>1</sup>Japan Inspection Instruments Manufacturer's Association (JIMA)



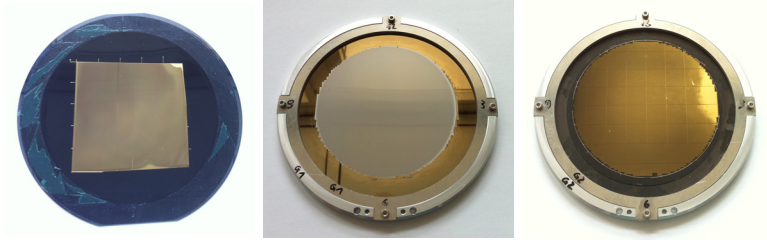


Abbildung 4.4: Von links nach rechts: Quell-, Phasen- und Analysatorgitter (0548-5 mit  $p_0=10\ \mu\text{m}$ , sub0581 mit  $p_1=5\ \mu\text{m}$ , sub0629 mit  $p_2=10\ \mu\text{m}$ ). Die Gitter sind in Aluminiumrahmen befestigt. Im Hinblick auf das notwendige Verfahren der Gitter mittels eines Piezotisches wurde die Konstruktion auf Minimalgewicht ausgelegt.

Bezeichnung	Periode [ $\mu\text{m}$ ]	Lamellenhöhe [ $\mu\text{m}$ ]	Material
sub0581	5	17,7	Ni
0709-2	10	4,3	Au
sub0629	10	200	Au
0548-5	10	93	Au
0693-2	22,39	80	Au

Tabelle 4.1: Übersicht der Parameter (siehe Abb. 2.8) der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Gitter.

angestrebten Designenergien. Aus Zeitgründen und aus Gründen der Wirtschaftlichkeit muss hier zusätzlich noch die Verfügbarkeit entsprechender Masken für die Herstellung der Gitter berücksichtigt werden (siehe Abschnitt 2.4). Prinzipiell wären jedoch beliebige Kombinationen von Perioden möglich, sofern der zur Verfügung stehende Raum für den Talbot-Lau Interferometer ausreicht.

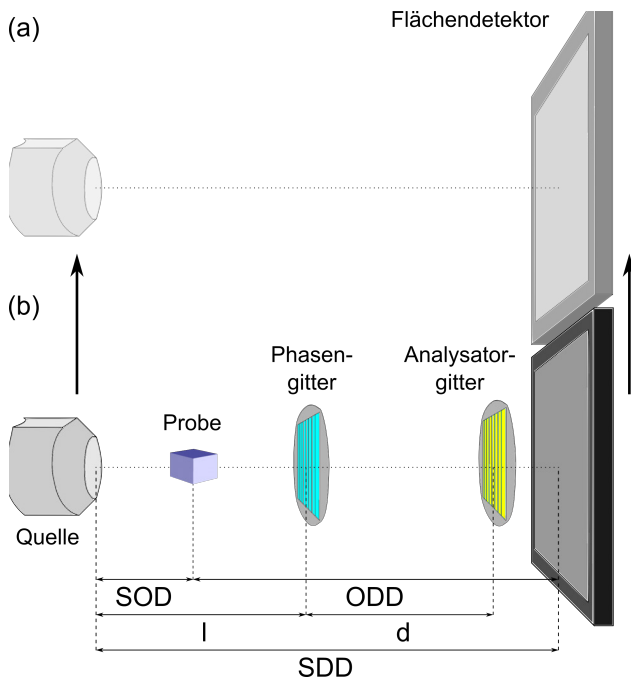


Abbildung 4.5: Schematische Skizze der Gitterabstände beim 2-Gitter-Aufbau. Die Angaben ändern sich beim 3-Gitter-Aufbau dahingehend, dass  $l$  dann den Abstand zwischen Quell- und Phasengitter darstellt. Ebenso eingezeichnet sind Quelle-Detektorabstand (SDD), Quelle-Objektabstand (SOD) und Objekt-Detektorabstand (ODD). Um die detektorbedingten Intensitätsschwankungen zu bereinigen, werden Quelle und Detektor von Position (b) zu Position (a) verfahren. Die so erhaltenen Aufnahmen dienen als Offset-Korrektur.

Für einen **2-Gitteraufbau** bei **50 keV Designenergie** und einen maximalen Quelle-Detektorabstand von 1432 mm (siehe Abb. 4.5 für die im Weiteren aufgeführten Abstände), wurde für das Phasengitter (*sub0581*) eine Periode von  $p_1=5 \mu\text{m}$  gewählt. Bei einer mittleren Lamellenhöhe von  $17,7 \mu\text{m}$  Nickel wird so gemäß Gl. 2.5 ein  $\pi$ -Phasenschub bei  $d_{m=1}^*=50,4 \text{ cm}$  erzeugt. Der Abstand zwischen Quelle und Phasengitter beträgt in diesem Fall  $l=16,8 \text{ cm}$  und die Periode des Interferenzmusters bei  $d_{m=1}^*$  ist  $p_2=10 \mu\text{m}$ . Entsprechend wurde ein Absorbergitter aus Gold mit einer Periode von  $p_2=10 \mu\text{m}$  und einer mittleren Lamellenhöhe von  $200 \mu\text{m}$  (Bridge-Design, *sub0629*) gewählt.

Mit denselben Gittern kann ein zweiter, symmetrischer **2-Gitteraufbau** bei **33 keV Designenergie** umgesetzt werden. Das Phasengitter *sub0581* (siehe Tab. 4.1) erzeugt einen  $3/2\pi$ -Phasenschub bei einem Talbotabstand von  $d_{m=3/2}^*=66,9 \text{ cm}$ . Bei einem Quelle- $G_1$  Abstand von  $l=66,9 \text{ cm}$  gleicht die Periode des erzeugten Beugungsmusters an dieser Stelle der Periode  $p_2 = 10 \mu\text{m}$  des Analysatorgitters.

Bei dieser  $3/2\pi$ -Phasenschub-Anordnung besteht die Möglichkeit, ein **Quellgitter** (*0548-5*) mit  $p_0=10 \mu\text{m}$  und einer Lamellenhöhe (Sunray-Design) von ca.  $93 \mu\text{m}$  Au bei einer Substratdicke von  $119,4 \mu\text{m}$  Si einzusetzen. Damit steht bei hohen Röhrenleistungen noch ausreichend kohärente Strahlung zur Verfügung. Sämtliche Abstände relativ zur Quelle müssen in diesem Fall relativ zur Position des Gitters angenommen werden. Das Quellgitter *0548-5* kann prinzipiell auch als Analysatorgitter Verwendung finden. Aufgrund der im Vergleich zu *sub0629* geringeren Lamellenhöhe ist die Maximalenergie, für welche noch 100 % Abschattung erzielt werden kann, in diesem Fall geringer. Für die niederere **Designenergie von 20 keV** liegt ein weiterer Gittersatz für einen **2-Gitteraufbau** vor. Dieser besteht aus einem Phasengitter *0709-2* mit  $p_1=10 \mu\text{m}$  und einer Lamellenhöhe von ca.  $4,3 \mu\text{m}$  Au auf einem  $200 \mu\text{m}$  Si-Substrat (Duty Cycle 0,5). Das zugehörige Analysatorgitter hat die Parameter:  $p_2=24,4 \mu\text{m}$ , Lamellenhöhe ca.  $83 \mu\text{m}$  Au auf einem  $200 \mu\text{m}$  Si-Substrat und einem Duty Cycle von 0,63.

Durch Gl. 2.23 ist der maximale Brennfleckdurchmesser  $\xi$  gegeben, unter dem gerade noch ausreichend Kohärenz am Analysatorgitter vorliegt. Die maximalen Brennfleckgrößen  $\xi_{max}$  der bei der vorliegenden Arbeit umgesetzten 2-Gitteraufbauten sind in Tabelle 4.2 neben den Gitterabständen der jeweiligen Aufbauten aufgeführt.

Die verwendeten Gitter wurden seitens der Projektpartner am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) teilweise in einer Kooperation mit der Firma Microworks GmbH, Karlsruhe bereitgestellt. Gemäß der REM-basierten Charakterisierung der Gitter, durchgeführt seitens der Hersteller, ist die Strukturhöhe

Designenergie	l [cm]	d [cm]	$p_1$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\lambda$ [ $\text{\AA}$ ]	$\xi$ [ $\mu\text{m}$ ]
20 keV	28,0	106,5	10	0,620	6,9
33 keV	66,9	66,9	5	0,376	20,1
50 keV	16,8	50,4	5	0,247	3,3

Tabelle 4.2: Tabelle der maximalen Brennfleckgrößen  $\xi$  (siehe Formel 2.23) für die in Abschnitt 4.2 beschriebenen 2-Gitteraufbauten. Die Ordnung der fraktionalen Talbotabstände war jeweils  $m=1$ ,  $\lambda$  entspricht der Wellenlänge der jeweiligen Designenergie.

des Phasengitters *sub0581* im Mittel um  $0,4 \mu\text{m}$  höher als spezifiziert, was allerdings noch im Rahmen der 10%-Toleranzgrenze liegt. Der duty cycle, welcher in diesem Falle das Verhältnis von Lamellenbreite zur Gitterperiode beschreibt, liegt im Bereich von 0,54. Die genaue Angabe der Höhe der Goldlamellen beim Absorbergitter (*sub0629*) ist mittels REM nicht möglich. In dem golden glänzenden Bereich ist nach Herstellerangaben die Oberflächenstruktur der Lamellen unterschiedlich zum umgebenden Bereich, die Struktur habe jedoch keine Fehler. In den Trennlinien zwischen den  $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$  kam es bei der Herstellung zu einer Überwachung, was in einem Wulst von einer Breite von  $60 \mu\text{m} - 85 \mu\text{m}$  resultierte. Dies ist mit bloßem Auge erkennbar. Die Bildgebung in diesem Bereich ist nicht möglich, was auf lange Sicht bei der Rekonstruktion zu Komplikationen führen könnte. Das Gitter wurde mittels des Brückendesigns (siehe Abschnitt 2.4) hergestellt.

#### 4.2.1 Positionierung der Gitter

Die Positionierung der Gitter hinsichtlich der Hardware ist essentiell zur Justierung sowie zur zeitsparenden und komfortablen Nutzung des Aufbaus. Für die Justierung des Aufbaus ist es notwendig, die Gitter sowohl um die Achse in Strahlrichtung als auch um die Vertikale mit einer Genauigkeit im Winkelsekundenbereich drehen zu können. Dies wurde mittels zweier M36 Dreh-/Kipptischen der Firma Newport umgesetzt. Hierbei wurde auf eine Spezialanfertigung (vgl. Abb. 4.6) zurückgegriffen, welche die ferngesteuerte Ansteuerung der Kippachsen mittels Schrittmotoren realisiert. Die Ausrichtung der Gitter ist damit auch bei aktiver Röntgenröhre möglich.

Zur Feineinstellung der Talbotabstände über die Moiré-Beugungsbilder ist das laterale Verfahren eines der Gitter notwendig (siehe Abb. 4.9). Dies kann über einen Linearmotor erfolgen. Eine Verfahrensgenauigkeit im Mikrometerbereich

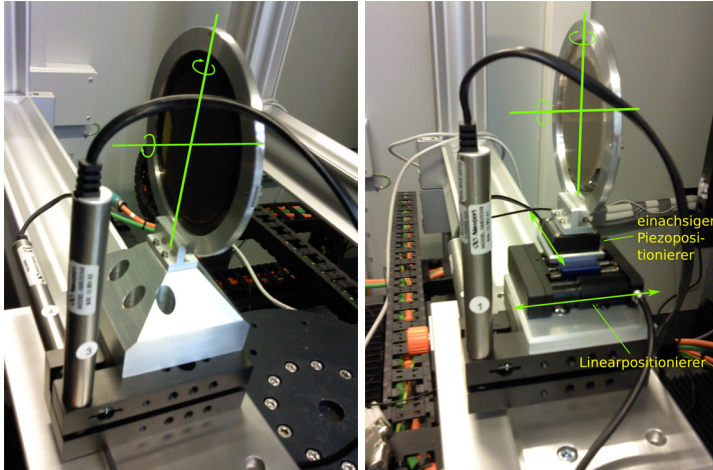


Abbildung 4.6: Aufnahmen der Hardware zur Gitterpositionierung.

(links): Analysatorgitter auf Dreh-/Kipptisch.

(rechts): Phasengitter auf Dreh-/Kipptisch, Linearpositionierer und einachsiger Piezo-Positionierer. Es sind Drehungen um die Strahlachse sowie um die Horizontale möglich. Der Linear-tisch dient zur Feinjustierung der Talbot-Abstände, während der Piezo zum Abrastern des Interferenzmusters eingesetzt wird.

ist hierfür ausreichend. Ein größerer Verfahrweg erhöht dabei die Toleranz in lateraler Richtung bei der Montage der Gitter. Dies wurde mittels eines M-111.12S Mikrolinearstellisches der Firma Physik Instrumente, Karlsruhe umgesetzt.

Maßgeblich für die Funktion des Talbot-Lau Interferometers ist die Möglichkeit, Phasen- und Absorbergitter in transversaler Richtung gegeneinander zu verfahren. Da die abzurasternden Beugungsmuster Perioden im einstelligen Mikrometerbereich aufweisen, muss eine Verfahrengenauigkeit im Nanometerbereich gegeben sein. Eine große Bedeutung kommt hier auch der Verfahrensgeschwindigkeit zu. Da pro Rotationsschritt mehrfach die Gitter gegeneinander verfahren werden, ist die Messdauer neben der Anzahl an Verfahrensschritten proportional zur Verfahrdauer. Ebenso müssen die jeweiligen Positionen mit

einer Wiederholgenauigkeit, die ebenfalls im Nanometerbereich liegt, angefahren werden können. Diese Anforderungen werden am besten von einem geregelten Piezo-Linearpositionierer erfüllt.

Für den Aufbau am IAM-WK wurde daher ein P-620.1CD mit kapazitiver Regelung der Firma Physik Instrumente verwendet. Mit einer Auflösung von 0,2 nm im geregelten Modus bei einer Wiederholgenauigkeit von  $\pm 1$  nm und einem Stellweg von 50  $\mu\text{m}$  sind alle Anforderungen erfüllt. Mit einer maximalen mechanischen Belastbarkeit von 10 N kann das Gitter samt Aluminiumrahmen und -gestell getragen werden. Die Aluminiumrahmen, welche die Gitter halten, sowie alle weiteren mechanischen Komponenten wurden in der Werkstatt des IAM-WK entworfen und gefertigt.

Bei dem umgesetzten Aufbau ist das Phasengitter auf dem Piezo montiert, welcher auf dem transversalen Lineartisch befestigt ist. Die gesamte Konstruktion ruht auf dem Dreh-/Kipptisch. Das Absorbergitter ist lediglich auf einem Dreh-/Kipptisch angebracht. Welche Gitter verfahren bzw. transversal bewegt werden können, ist im Prinzip beliebig. Die Wahl fiel bei dieser Arbeit auf das Phasengitter, da es etwas leichter als das Absorbergitter ist und somit seitens des Piezos einfacher bewegt werden kann.

### 4.3 Detektor

Der verwendete Detektor im  $\mu\text{CT}$  ist ein Perkin Elmer XRD 1622 flat panel Detektor, welcher auch für die Phasen- und Dunkelfeldkontrast-Experimente verwendet wurde. Mit  $2048 \times 2048$  Pixel und  $200\mu\text{m}$  Pixelgröße beträgt das field of view  $41 \times 41 \text{ cm}^2$ . Die Detektorfläche wird durch eine Platte aus kohlefaserverstärktem Kohlenstoff vor mechanischen Einwirkungen geschützt. Der Detektor wird über die CT-Steuersoftware ausgelesen. Das Auslesen wäre jedoch unter Zuhilfenahme eines externen Triggersignals auch mit alternativer Software wie z.B. LabVIEW möglich. Die Wahl der Belichtungszeit geschieht über die CT-Software. Diese bietet ebenfalls die Möglichkeit, eine Offsetkorrektur durchzuführen, wodurch Einflüsse des Detektors und der Belichtung auf die Bildgebung (z.B. durch Fehlerpixel) korrigiert werden.

### 4.4 Montage und Justage

Zur Ausrüstung des  $\mu\text{CT}$  mit dem Talbot-Lau Interferometer steht ein Schienensystem aus Aluminiumstreben der Firma Quioptiq zur Verfügung. Die Basisschienen sind dabei an dem Granitfundament der Anlage befestigt, was

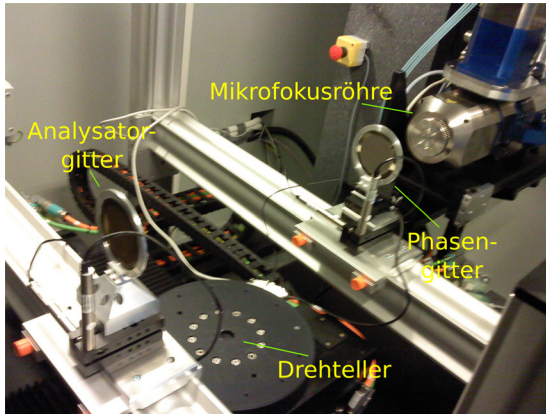


Abbildung 4.7: Aufnahme des Setups am IAM-WK. Zu sehen ist ein 2-Gitteraufbau ohne Quellgitter. Im Bild sind rechts die Transmissionsröhre sowie Phasen- und Analysatorgitter. Der Detektor befindet sich ganz links, ist jedoch auf dem Foto nicht zu sehen.

zur Dämpfung externer Vibrationen dient. Zur Installation des Interferometers besteht die Möglichkeit, Querschienen mit passenden Halterungen für die Dreh-/Kipptische anzubringen. Die Bewegungsfreiheit des Proben-tellers in Strahlrichtung wird hierdurch notgedrungen eingeschränkt. Beim symmetrischen Aufbau kann der Detektor nicht mehr in vertikaler Richtung verfahren werden, da selbst bei maximalem Quelle-Detektor-Abstand das Absorbergitter bzw. die Querverstreuung am Detektor anliegt. Dies ist insbesondere bei der Durchführung der Offsetkorrektur zu beachten, bei der Quelle und Detektor synchron nach oben gefahren werden.

Die Kommunikation zwischen den Controllern der Schrittmotoren und des Piezos mit der entsprechenden Steuer-Software erfolgt mittels RS232, bzw. USB-Schnittstelle des LabVIEW Rechners, welche über die Schleuse in der Strahlenschutzkabine erreichbar sind.

Die Gitter werden in speziellen konkaven Behältern aufbewahrt, wodurch die Mikrostruktur auf den Wafern vor physischem Kontakt geschützt wird. Bei ordnungsgemäßer Lagerung in der Box ist auf eine sichere Lagerung der Behältnisse zu achten. Je nach Dicke des Siliziumwafers können die Wafer

aufgrund ihrer spröden Materialeigenschaften auch in der Box durch äußere Gewalteinwirkung beschädigt werden. Entsprechend ist auch bei der Montage der Gitter in die Halterungen Vorsicht geboten. Die Schrauben sollten nicht sehr fest angezogen werden, um eine Beschädigung der Gitter durch einen Verzug der Rahmen zu vermeiden. Die Ausrichtung der Gitterlamellen kann anhand der Aufspaltung des reflektierten Deckenlichts erfolgen, welche senkrecht zu den Lamellen auftritt (Abb. 4.8). Alternativ kann auch das Beugungsbild eines Laserpointers verwendet werden. Die Hardware muss bei der ersten Inbetriebnahme in der Regel neu initialisiert werden; die notwendigen Schritte sind in den entsprechenden Handbüchern aufgeführt.

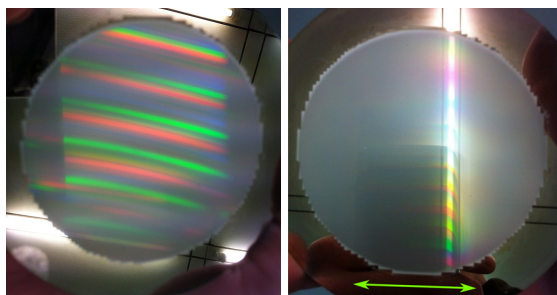


Abbildung 4.8: Bestimmung der Ausrichtung der Gitterlamellen mithilfe des Deckenlichts. Die spektrale Aufspaltung erfolgt in Richtung der periodischen Strukturen. Die Lamellen müssen, wie im rechten Bild dargestellt, parallel zur eingezeichneten Linie sein. Die Gitterlamellen jedes Gitters müssen im Aufbau in dieselbe Richtung ausgerichtet sein. Da die Mikrostruktur an sich nicht mit bloßem Auge erkennbar ist, muss die Ausrichtung indirekt überprüft werden.

Die Gitterpositionen können mittels Gln. 2.27 und 2.28 für die angestrebte Designenergie ermittelt werden<sup>2</sup>. Die weitere Ausrichtung der Gitter erfolgt bei aktivierter Röntgenstrahlung. Phasen- und Absorbergitter können in der Projektion weiter zueinander ausgerichtet werden, indem die Ränder der Mikrostruktur jeweils genau waagrecht oder senkrecht positioniert wer-

<sup>2</sup>Das Zentralinstitut für Medizintechnik an der TU München bietet zusätzlich unter [www.imetum.tum.de/forschung/x-ray-physics/more/services/?L=](http://www.imetum.tum.de/forschung/x-ray-physics/more/services/?L=) die Möglichkeit, Gitterabstände, -perioden und Designenergien mittels eines Java-Applets komfortabel zu ermitteln.



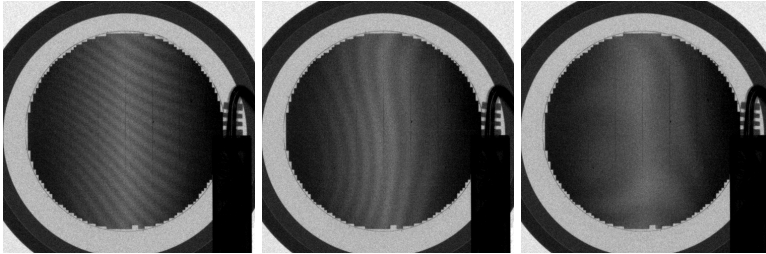


Abbildung 4.9: (*links*): Die Feinjustage der Gitter ist möglich, wenn Moiré-Streifen im field of view zu erkennen sind.  
(*Mitte*): Durch Rotation der Gitter um die Strahlachse müssen diese parallel zur Gitterorientierung ausgerichtet werden.  
(*rechts*): Durch Korrigieren der lateralen Gitterposition mittels des Lineartisches (siehe Abb. 4.6) werden die Moiré-Streifen breiter und verschwinden idealerweise komplett.

den (siehe Abb. 4.10). Die Gitter sind in der vorerst korrekten Position, wenn Moiré-Muster zu erkennen sind. Im folgenden müssen die Moiréstreifen durch Drehen der Gitter um die Strahlachse in vertikale Position gebracht werden. Durch laterales Verfahren des Phasengitters wird im Anschluss die Dicke der Streifen erhöht, bis idealerweise nur noch ein einzelner Streifen zu sehen ist. In der Praxis ist jedoch meist ein Beugungsmuster in irgendeiner Form erkennbar<sup>3</sup>. Im weiteren kann durch Maximieren der Visibilität die Gitterausrichtung zueinander noch optimiert werden.

---

<sup>3</sup>Bedingt dadurch, dass Gitter nie überall perfekt periodisch sind.

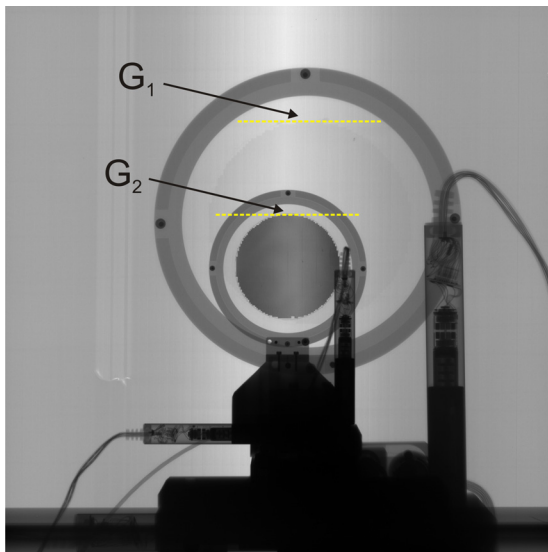


Abbildung 4.10: Phasen- und Analysatorgitter (Projektion mit Quell-, Phasen- und Analysatorgitter) im Strahlengang. Das Quellgitter befindet sich in einem Abstand von 3 cm zur Quelle, weshalb seine Ränder nicht zu erkennen sind und die Gitterlamellen nur sehr schwach vergrößert werden. Die Gitterabstände entsprechen dem Aufbau bei 33 keV Designenergie. Zur groben Justierung können die Ränder der Mikrostrukturen auf  $G_1$  und  $G_2$  (gelb gestrichelte Markierungen) parallel ausgerichtet werden. Bei den helleren vertikalen Streifen im linken Teil des Bilds liegt höchst wahrscheinlich eine Schwankung der Lamellenhöhe in Gitter 0548-5 vor. Dies ist bereits mit bloßem Auge erkennbar (siehe Abb. 4.4 links oben).

## 5 Versuchsdurchführung

### 5.1 Vorversuche zur Optimierung des Aufbaus am IAM-WK

Es wurden Voruntersuchungen an der am Institut bereits vorhandenen Transmissions-Mikrofokusröhre des CT-Systems  $\mu$ CT.Precision der Firma Xylon GmbH hinsichtlich der vorliegenden Bedingungen durchgeführt. Das Hauptziel war dabei eine Charakterisierung der Quelle hinsichtlich Brennfleckgröße und Spektrum unter Verwendung verschiedener Targets der Mikrofokus-Transmissionsröhre. Diese Informationen ermöglichen die Auswahl der optimalen Parameter für die in der vorliegenden Arbeit realisierten 2- und 3-Gitter-Aufbauten.

#### 5.1.1 Charakterisierung der Brennfleckgröße

Da die Größe des Brennflecks einer Mikrofokusröhre sowohl für die erreichbare Auflösung als auch für die Verwendung eines Talbot-Lau Interferometers bestimmend ist, musste diese Größe zunächst charakterisiert werden. Die räumliche Kohärenz hängt von der Quellgröße ab (siehe Abschnitt 2.1.2) und ist daher ausschlaggebend dafür, bei welchen Beschleunigungsspannungen bei 2-Gitter-Aufbauten prinzipiell in Phasen- und Dunkelfeldkontrast gemessen werden kann.

Nach der europäischen Norm **DIN EN 12543-5** können Brennflecke zwischen  $5\mu\text{m}$  und  $300\mu\text{m}$  für bis zu 225kV mittels eines Testobjekts (Drahtkreuz oder Kugel) aus hochabsorbierendem Material (z.B. W, Pt) ermittelt werden. Der Durchmesser des Testkörpers muss zwischen 0,9 mm und 1,1 mm bei einer Unsicherheit von 0,01 mm liegen. Das Drahtkreuz muss sich unter einem Winkel von  $87^\circ$ - $93^\circ$  kreuzen und in einem stabilen Rahmen mittig vor der Apertur befestigt sein. Der Minimalabstand zum Brennfleck muss mindestens dem fünffachen Drahtdurchmesser entsprechen, und eine 20-100-fache geometrische Vergrößerung muss durch einen entsprechenden Fokus-Objekt-Detektorabstand gewährleistet sein. Die Ebene des Drahtkreuzes muss senkrecht zur Röhrenachse und parallel zum Detektor mit einer Genauigkeit von  $3^\circ$  liegen. In der Projektion des Kreuzes wird horizontal und vertikal das Ausmaß des Brennflecks gemäß

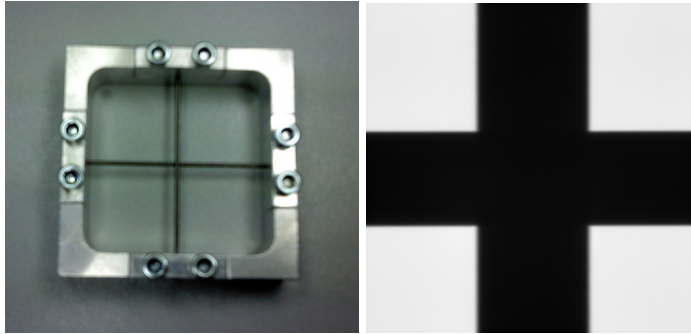


Abbildung 5.1: (links): Testkörper zur Bestimmung der Brennfleckgröße gemäß DIN EN 12543-5  
(rechts): Projektion der Wolframdrähte. Ausgewertet wurde jeweils die äußerste Pixelreihe.

$$l = (\overline{EF} + \overline{GH})/M_l \quad (5.1)$$

$$w = (\overline{EF} + \overline{GH})/M_w \quad (5.2)$$

bestimmt. Dabei gilt:  $A(x_1)$ ,  $B(x_2)$ ,  $C(x_3)$  und  $D(x_4)$  sowie  $\overline{EF} = x_2 - x_1$  und  $\overline{GH} = x_4 - x_3$  (siehe Abb. 5.2). A und D werden bei 90 % des Kontrast ausgelesen, B und C bei 50 % Kontrast. Die geometrischen Vergrößerungen  $M_l$  und  $M_w$  ergeben sich aus  $M_{l,w} = D_{l,w}/D_{real}$ , wobei  $D_{real}$  der tatsächliche Durchmesser ist.

Zur Vorcharakterisierung der Röntgenquelle wurden Aufnahmen des W-Prüfkörpers für Beschleunigungsspannungen im Bereich von 75-220 kV erstellt. Zusätzlich wurde die Fokussierung der Röntgenröhre variiert (Nanofokus, Mikrofokus und High Power, siehe auch Abschnitt 4.1). Die Rohdaten wurden mittels MATLAB ausgewertet. Nachdem der Untergrund durch Anpassen einer Gaußfunktion an die äußersten Punkte des Intensitätsverlaufes abgezogen wurde, konnte die horizontale und vertikale Abmessung des Brennflecks gemäß Formel 5.1 und 5.2 bestimmt werden (siehe Abb.5.2).

Es besteht weiterhin die Möglichkeit, die Brennfleckgröße **indirekt über die Auflösung** näherungsweise zu ermitteln. Die Auflösung ist durch die geome-

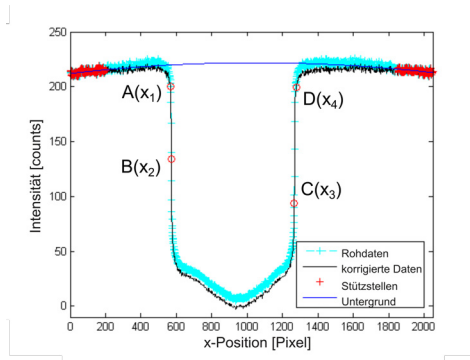


Abbildung 5.2: Intensitätsverlauf einer Projektion senkrecht zum Draht. Die erhaltenen Intensitäten wurden um den Untergrund bereinigt. Gekennzeichnet sind die vom Skript als 100 % (A,C) und 50 % (B,D) der Intensität erkannten Werte, wie sie in Gl. 5.1 und 5.2 verwendet werden.

trische Vergrößerung, das Signal-Rausch-Verhältnis (signal noise ratio (SNR)) und die Brennfleckgröße festgelegt. Für hohe Vergrößerungen und SNRs entspricht sie näherungsweise der doppelten Brennfleckgröße. Die Auflösung kann über die Erkennbarkeit von Strukturen mit bekanntem Ausmaß bestimmt werden. Im CT-Bereich werden häufig durch JIMA zertifizierte Mikrostrukturen eingesetzt. Weitere gebräuchliche Prüfkörper sind Doppeldrähte aus Wolfram, die im Abstand ihres jeweiligen Durchmessers angeordnet sind, oder Siemenssterne.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Auflösungs tests mittels einer JIMA RT-RC02B Maske (siehe Abb. 5.3) durchgeführt. Die Teststrukturen sind Linienmuster sowohl in horizontaler als auch in vertikaler Ausrichtung. Eine Aussage über die Ausdehnung des Brennflecks senkrecht zu den jeweiligen Linien ist jeweils möglich. Die Analysen wurden für die vorhandenen targets *High Power*, *High Resolution* und *Low Energy* (Spezifikationen siehe Tabelle 5.1) durchgeführt.

Für die Messreihen wurden für Beschleunigungsspannungen von 70-100 kV für jedes Target jeweils Projektionen der Maske bei einer effektiven Belichtungszeit von 10 s (1 s Integrationsdauer, 10-faches Binning) aufgenommen.

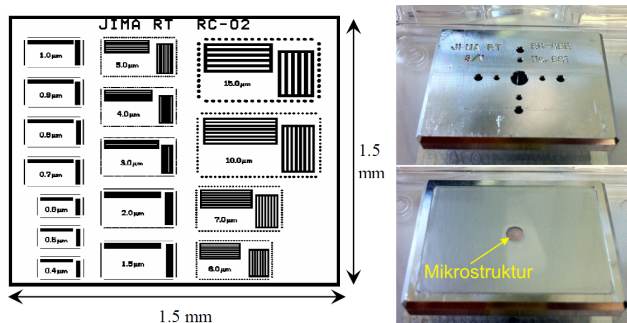


Abbildung 5.3: (links): RT RC-02B Mikrostruktur (JIMA geprüft)  
 (rechts): Vorder- und Rückseite der Maske. Die eigentliche  
 Mikrostruktur ist an der Bohrung in der Mitte angebracht.  
 Für maximale Vergrößerungen muss die Struktur so nahe wie  
 möglich vor der Röntgenquelle positioniert werden.

Auf Spannungen über 100 kV wurde bei dieser Messreihe verzichtet, da diese im Zuge der Messungen mittels DIN EN 12543-5 untersucht wurden. Für die Messungen wurde die maximal mögliche Vergrößerung gewählt. Diese ist gegeben durch den maximalen Abstand zwischen Quelle und Detektor von 1442 mm sowie durch die Geometrie der JIMA-Maske. Die Mikrostruktur kann minimal 1 mm vor der Quelle angebracht werden. Damit beträgt die maximale Vergrößerung  $M_{max}=1442 \text{ mm}/1 \text{ mm}=1442$ . Bedingt durch die Halterung der Struktur, welche sich auf einem Si-Substrat befindet, das in einem Aluminiumrahmen befestigt ist, konnten die einzelnen Liniensegmente nur einzeln abgebildet werden. Bei sukzessive kleineren Linienbreiten auf der Maske ergibt sich die Auflösung aus der letzten noch erkennbaren Linienbreite. Als noch auflösbar gilt hierbei

$$C = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_0} \geq 20 \%, \quad (5.3)$$

wobei  $I_{max}$  dem Mittelwert der lokalen Maxima und  $I_{min}$  dem Mittelwert der lokalen Minima der Grauwerte des Profils über den W-Linien entspricht.  $I_0$  ist die Grundintensität. Siehe hierzu Abb. 5.4, rechts. Die Auflösung kann mittels

$$d_{extrapoliert} = \frac{20\% - C_{<20\%}}{C_{\geq 20\%} - C_{<20\%}} \cdot (d_{\geq 20\%} - d_{<20\%}) + d_{<20\%} \quad (5.4)$$

extrapoliert werden.  $C_{<20\%}$  und  $C_{\geq 20\%}$  sind hier die gemäß Gl. 5.3 ermittelten Kontraste der nicht mehr unterscheidbaren bzw. gerade noch unterscheidbaren Linien und  $d_{\geq 20\%}$  sowie  $d_{<20\%}$  die jeweils zugehörige Abstände der Mikrostrukturen.

Target	Material: Fenster	Material: Anode	Dicke: Anode
High Resolution	Beryllium	Wolfram	6 $\mu\text{m}$
Low Energy	Beryllium	Wolfram	1 $\mu\text{m}$
High Power	Diamant	Wolfram	6 $\mu\text{m}$

Tabelle 5.1: Spezifikationen der verfügbaren Transmissionstargets. Die Gesamtdicke, bestehend aus Fenster- und Anodendicke, beträgt für alle Targets 0,2 mm.

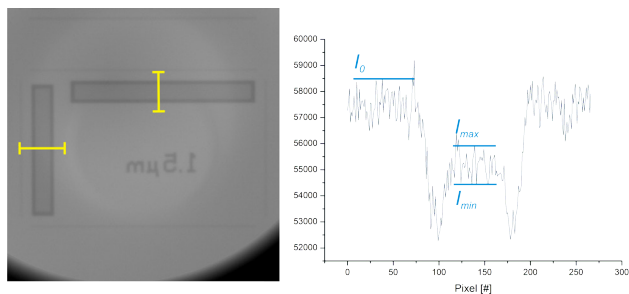


Abbildung 5.4: (*links*): Projektionen der JIMA-Maske. Aufgrund der hohen Vergrößerung (1442-fach) sind nur die 1,5  $\mu\text{m}$ -Linien zu erkennen. Die spiegelverkehrte Darstellung rührt von der Ausrichtung der Mikrostruktur in Richtung der Quelle her. (*rechts*): Verlauf der Intensität senkrecht zu den W-Linien (gelbe Markierungen). Die beiden Bilder verdeutlichen, dass die Erkennbarkeit der Linien links nicht zwingend bedeutet, dass die Kriterien für die Auflösbarkeit erfüllt sind.

## 5.1.2 Charakterisierung der Spektren

Anodenstrom [ $\mu A$ ]	Abstand [ $m$ ]	Position	$[\mu Sv/h]$
10	1,15	Mitte	1540
10	1,29	Rand	800
10	1,75	oben	700
1	1,75	oben	120

Tabelle 5.2: Ergebnisse der Dosismessungen vor der Analyse der Spektren

Wie bei Synchrotronstrahlungsquellen liegt bei Laborquellen i.A. ein weißes Spektrum vor. Der Einsatz eines Monochromators ist aufgrund des dadurch stark verringerten Flusses insbesondere bei Computertomografen nicht praktikabel. Abhängig vom verwendeten Targetmaterial und Beschleunigungsspannung tritt dabei neben dem kontinuierlichen Bremsstrahlspektrum charakteristische Röntgenstrahlung  $[A^{+79}]$  auf. Gängige, absorptionsbasierte CT-Systeme verwenden gegenwärtig meist nicht-energie-dispersive Flächendetektoren, was bedingt durch die Energieabhängigkeit des komplexen Brechungsindex zu Artefaktbildung (Strahlaufhärtung) führen kann. Während die Gestalt des Spektrums keinen Einfluss auf die Schärfe der Interferenzlinien in transversaler Richtung hat  $[EKB^{+08}]$ , was die generelle Verwendung weißer Quellen für Talbot-Lau Interferometer ermöglicht, so bleibt der jeweilige Fluss bei der Designenergie als Einfluss auf die Messzeit und Visibilität bestehen. Aus diesem Grund wurde die Gestalt der Spektren einiger Targets im Zuge dieser Arbeit experimentell ermittelt.

Zur Analyse der Spektren wurde ein P-RPG3800-LA Detektor von Silena Detektor-Systeme GmbH verwendet. Gewöhnlich finden Detektoren dieser Art Anwendung in der Gamma-Spektroskopie und sind für Photonenflüsse ausgelegt, die geringer sind als jene der untersuchten Quelle. Eine Untersuchung der emittierten Dosisleistung (siehe Tabelle 5.2) abhängig vom Abstand Röhre-Detektor, von der Position relativ zur Strahlmitte und vom Anodenstrom ergab, dass ein Einsatz des Silena Detektors bei Maximalentfernung, am Rand des Gauß'schen Strahlprofils und bei minimalem Anodenstrom möglich ist. Die genaue Positionierung des P-RPG3800-LA Detektors kann Abb. 5.5 entnommen werden. Aufgrund des Aufbaus des Detektors, welcher aus einem Dewar für flüssigen Stickstoff sowie der eigentlichen Detektoreinheit besteht (siehe Abb. 5.6), konnte ein Abstand von 1,75 m, wie er bei der Dosisbestimmung verwendet wurde, nicht übernommen werden. Der Abstand des Detektorfens-



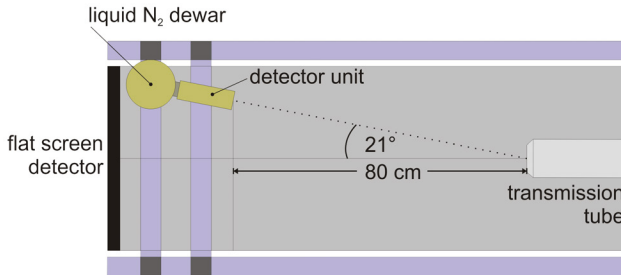


Abbildung 5.5: Positionierung des energiedispersiven Detektors. Aufgrund der Detektorgeometrie war eine Positionierung auf Höhe des Flächendetektors nicht möglich. Der am Detektor ankommende Fluss ist demnach höher als bei der Analyse der Dosis.

ters von der Quelle betrug in diesem Fall  $80 \text{ cm} / \cos(\pi \cdot 21^\circ / 180^\circ) = 85,7 \text{ cm}$  und der Winkel zur Strahlachse  $21^\circ$ . Zudem war das Detektorfenster auf Höhe der Röntgenröhre positioniert.

Zur Begrenzung des am Detektorfenster auftretenden Flusses und zur Abschirmung gegen Streustrahlung wurde die Detektoreinheit vollständig mit drei Lagen Bleifolie mit jeweils 1 mm Stärke eingehüllt. Das Detektorfenster wurde zusätzlich durch eine Lochblende von 5 mm Blei mit einer Öffnung von 1 mm abgeschirmt, wie in Abb. 5.6 dargestellt ist.

Die Messdauer variierte zwischen den analysierten Targets und den eingestellten Beschleunigungsspannungen, betrug jedoch nie mehr als 120 s und musste bei zu hohem Fluss manuell gestoppt werden, um die empfindliche Elektronik des Detektors nicht zu gefährden. Die erhaltenen Spektren wurden auf die tatsächliche Messdauer normiert (die während der Messung verstrichene Zeit, bereinigt um die jeweilige Totzeit des Detektors). Dies geschah automatisiert mittels der Detektorsoftware.

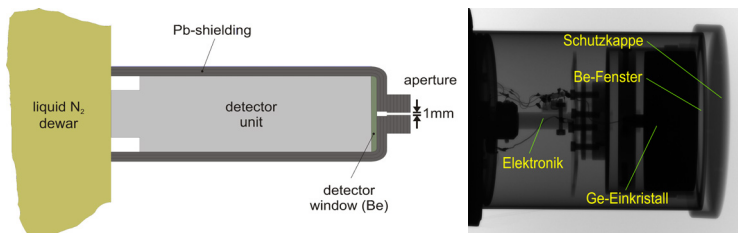


Abbildung 5.6: Abschirmung und Aufbau des Detektors

(links): Schematische Skizze des Detektors samt Abschirmung. Die Detektoreinheit wurde durch 3 mm Pb-Folie umwickelt. Der Fluss am Detektorfenster wurde durch eine Lochblende mit 1 mm Durchmesser und 7 mm Stärke abgeschirmt. (rechts): Radiografie des der Detektoreinheit. Zu erkennen sind Teile der Elektronik sowie der Ge-Einkristall. Die Projektion der Detektoreinheit wurde ohne die Bleiabschirmung aufgenommen.

## 5.2 Visibilitätsanalyse

In Kapitel 4 wurde auf die Wahl der Hardware, den generellen Aufbau sowie die Justage eingegangen. Im Folgenden sollen die Versuche zur Analyse der mit den verschiedenen Aufbauten erreichbaren Visibilitäten beschrieben werden. Die dadurch gewonnenen Ergebnisse stellen eine objektive Aussage der Leistungsmöglichkeiten des Aufbaus dar.

### 5.2.1 2-Gitter-Aufbau

Mit den vorhandenen Gittern war generell die Umsetzung von Aufbauten bei den Designenergien 20 keV, 33 keV und 50 keV möglich. Wie in Abschnitt 4.2 dargelegt, wurde bei 33 keV ein symmetrischer Aufbau mit  $l=d=66,9$  cm umgesetzt. Bei 20 keV und 50 keV betrug die Gitterabstände  $l=28,0$  cm und  $d=106,5$  cm (20 keV) und  $l=16,8$  cm und  $d=50,4$  cm (50 keV). In allen Fällen wurde eine Beschleunigungsspannung von 90 kV gewählt.

Das Phasengitter wurde jeweils in zehn Schritten um die Periode des Analysatorgitters von  $10 \mu\text{m}$  verfahren und jeweils ein Bild mit 1 s Belichtungszeit aufgenommen. Unter Berücksichtigung der geometrisch-optischen Vergrößerung des Beugungsbilds um den Faktor  $(l+d)/l$  ergeben sich die Verfahwege entsprechend Tabelle 5.3. Die Aufnahmen waren dabei um die detektorbedingten Intensitätsschwankungen bereinigt (siehe Abb. 4.5). Die hierfür notwendigen Messungen wurden ohne Probe und Gitter im Strahlengang durchgeführt.

Designenergie	20 keV	33 keV	50 keV
$l$	28,0 cm	66,9 cm	16,8 cm
$d$	106,5 cm	66,9 cm	50,4 cm
Verfahweg $G_1$	$2,5 \mu\text{m}$	$5,0 \mu\text{m}$	$5,6 \mu\text{m}$

Tabelle 5.3: Geometrische Details der umgesetzten Aufbauten (siehe Abb. 4.5).

Aus den Rohdaten wurde mittels MATLAB (Code siehe Abb. 5.7) das Phasen- und Dunkelfeldkontrastsignal gewonnen. Dies geschah durch die in der Software implementierte Fast Fourier Transformation (fft, Zeile 28), mithilfe derer die Intensitätsverläufe pro Pixel hinsichtlich Offset, Amplitude und Phase aufgeschlüsselt werden konnten (Zeile 30-32).

```
1  clc
2  clear all
3
4  % amount of pictures per projection
5  n_pictures = 8;
6  n_periods = 1;
7
8  % grating period
9  p1 = 5; % µm
10 p2 = 10; % µm
11 % sampling frequency
12 Fs = n_pictures / p2;
13
14 %% Load images
15 filenames=ls('*.h5'); % list all .h5-files
16 fileinfo_1(1) = hdf5info(filenames(1,:)); % read information on data structure
17
18 % initiating images
19 raw_images = zeros(fileinfo_1(1).GroupHierarchy.Datasets.Dims(1),...
20 fileinfo_1(1).GroupHierarchy.Datasets.Dims(2),n_pictures);
21
22 for aa=1:n_pictures
23     fileinfo(aa) = hdf5info(filenames(aa,:));
24     raw_images(:, :, aa)=hdf5read(filenames(aa,:), fileinfo(aa).GroupHierarchy.Datasets.Name);
25 end
26
27 %% create dpc-image
28 fft_images=fft(raw_images, [],3)/n_pictures; % Fast Fourier Transformation
29
30 amp=abs(fft_images(:, :,1));
31 dpc=angle(fft_images(:, :,n_periods+1));
32 dci=abs(fft_images(:, :,n_periods+1)) ./abs(fft_images(:, :,1));
```

Abbildung 5.7: MATLAB Code zur Extraktion des differentiellen Phasenkontrasts und des Dunkelfeldsignals bzw. der Visibilität

### 5.2.2 3-Gitter-Aufbau

Als Quellgitter wurde Gitter 0548-5 mit einer Periode von  $p_0=10 \mu\text{m}$  und einer Lamellenhöhe von  $93 \mu\text{m}$  verwendet. Die Substratdicke betrug  $200 \mu\text{m}$  Si. Der Abstand von Quell- zu Phasengitter und von Phasen- und Analysatorgitter war  $66,9 \text{ cm}$ , wobei das Phasengitter einen  $3\pi/2$ -Phasenschub bei  $33 \text{ keV}$  erzeugte. Für die Versuche wurde das High Power Target verwendet. Das Phasengitter wurde zur Analyse der Visibilität um  $5 \mu\text{m}$  in Schritten von  $0,5 \mu\text{m}$  verfahren. Die Belichtungszeit betrug  $1 \text{ s}$ , wobei mittels bis zu 10-fachem Frame Binning in der Yxlon-Software effektive Belichtungszeiten von bis zu  $10 \text{ s}$  verwendet wurden. Weitere Parameter, die variiert wurden, waren der Abstand zwischen Quelle und Quellgitter, die Strahlfokussierung (Nanofokus, Mikrofokus und High Power Modus) und der Röhrenstrom. Zudem wurde der Brennfleck in einer Messreihe über die Fokussierungsspulen bewusst vergrößert, um das Quellgitter beim 3-Gitter-Aufbau nicht abzubilden. Die Einflüsse der unterschiedlichen Parameter auf die Visibilität wurden ermittelt, wobei die Rohdaten wie beim 2-Gitter-Aufbau mittels MATLAB ausgewertet wurden.

## 5.3 Untersuchungen an der TU München

Um das zweite Ziel der vorliegenden Arbeit, die Untersuchung materialwissenschaftlich relevanter Fragestellungen mittels Phasen- und Dunkelfeldkontrast, zeiteffizient anzugehen, wurden bereits während des Errichtens des Talbot-Lau Aufbaus am IAM-WK Messungen am Zentralinstitut für Medizintechnik (IMETUM) und dem Physikalischen Institut E17 an der TU München durchgeführt. Die verwendeten Versuchsaufbauten werden im Folgenden beschrieben.

### 5.3.1 Tomografie in Phasen- und Dunkelfeldkontrast

Es wurden computertomografische und radiografische Untersuchungen im Phasen- und Dunkelfeldkontrast am Physikalischen Institut E17 durchgeführt. Diese Messungen befassten sich mit der Analyse von Metallmatrix-Keramik-Verbunden aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und einer AlSi12-Legierung (siehe auch Abschnitt 3.2). Der 3-Gitter-Aufbau, welcher vom Prinzip dem in Kapitel 4 beschriebenen gleicht, verwendet jedoch eine Mikrofokus-Direktstrahlröhre der Firma X-Ray worX im Unterschied zu der am IAM-WK in dieser Arbeit verwendeten Mikrofokus-Transmissionsröhre. Die Experimente in München an diesem Aufbau wurden bei  $60 \text{ kV}$  Beschleunigungsspannung an der Röhre bei einer

Leistung von 20 W durchgeführt. Die Designenergie des Talbot-Lau Interferometers betrug 45 keV, wobei ein symmetrischer Aufbau mit  $l=d=92$  cm vorlag. Details zu den verwendeten Gittern können Tabelle 5.4 entnommen werden.

Die Messung des Metallmatrix-Keramik-Verbunds wurde in 35 Blöcken von je 21 Projektionen bei fünf Einzelaufnahmen pro Projektion durchgeführt. Die Belichtungszeit jedes Bilds betrug 1 s. Zwischen den Blöcken fand jeweils eine Referenzmessung ohne Probe (flat field Messung) statt. Die Signalerzeugung fand, wie in Abschnitt 2.3.4 beschrieben, pro Block mit dem jeweils zuvor ermittelten flat field statt. Dies minimiert Fehler, welche potentiell durch Schwankungen der Röhrenintensität auftreten könnten. Schwankungen in einem Zeitraum, der länger als ein Block dauert, kann so besser begegnet werden. Für die Rekonstruktion wurde ein filtered back projection Algorithmus mit einer entsprechenden Filterfunktion verwendet (siehe Abschnitt 2.1.3 und Gl. 2.37).

Gitter	Periode [ $\mu\text{m}$ ]	Lamellenhöhe [ $\mu\text{m}$ ]	Material
Quellgitter	10	160-170	Au
Phasengitter	5	8	Ni
Analysatorgitter	10	160-170	Au

Tabelle 5.4: Gitterparameter der Phasen- und Dunkelfeld-Analysen am Physikalischen Institut E17 der TU München. Die Gitter wurden am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) am KIT hergestellt.

### 5.3.2 Radiografische Untersuchungen

Unter Verwendung des 3-Gitter-Aufbaus am Zentralinstitut für Medizintechnik der TU München (IMETUM) konnten im Rahmen dieser Arbeit Dunkelfeldanalysen durchgeführt werden. Dabei wurden Einzelproben aus mittels chemical vapor infiltration mit Kohlenstoff angereicherten Kohlefasermatten mit dem Verfahren des directional dark field imaging (DDFI) untersucht (siehe Abschnitt 2.3.5 und 3.1). Am selben Versuchsstand, jedoch unter Verwendung der Gitter *0548-5*, *sub0581* und *sub0629* aus dem Portfolio des IAM-WK (siehe Tabelle 4.1) wurden Reibkontaktmaterialien von Lamellenkupplungen (vgl. Abschnitt 3.3) mittels Radiografie im Dunkelfeldkontrast analysiert.

Für die Messungen wurde ein symmetrischer Aufbau mit Quellgitter verwendet. Als Strahlungsquelle diente eine MXR-160HP/11 Röntgenröhre der Fir-

ma Comet AG. Die Röhre verfügte über eine Leistung von 0,8 kW bei einem Brennfleckdurchmesser von 0,4 mm. Die Versuche wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 90 kV durchgeführt, wobei die Strahlung noch durch 3 mm Aluminium gefiltert wurde. Die Gitterparameter können Tabelle 5.5 entnommen werden.

Das Phasengitter erzeugt bei der gegebenen Höhe der Ni-Lamellen bei einer Energie von 56,9 keV einen Phasenschub von  $\pi/2$  unter einem Talbotabstand von  $d=l=1,15$  m. Als Detektor wurde ein Varian PaxScan 2520D Detektor (CsI-Szintillator) mit einer Pixelgröße von  $127 \mu\text{m}$  verwendet. Die Proben wurden auf einer Dreikreis-Eulerwiege montiert. Der Abstand zwischen Probe und Quellgitter betrug 0,89 m, womit ein Vergrößerungsfaktor von 2,6 erreicht wurde.

Gitter	Periode [ $\mu\text{m}$ ]	Lamellenhöhe [ $\mu\text{m}$ ]	Material
Quellgitter	10	160-170	Au
Phasengitter	5	10	Ni
Analysatorgitter	10	160-170	Au

Tabelle 5.5: Gitterparameter der directional dark field Analysen am IMETUM.

Die verwendeten Gitter wurden auf einem Si-Substrat hergestellt mit Dicken von  $500 \mu\text{m}$  (Quell-),  $200 \mu\text{m}$  (Phasen-) und  $150 \mu\text{m}$  (Analysatorgitter). Die Zwischenräume der Lamellen bei Quell- und Analysatorgitter waren zudem mit SU-8 Fotolack gefüllt. Der duty cycle aller Gitter betrug 0,5.

## 6 Ergebnisse

### 6.1 Voruntersuchungen

#### 6.1.1 Auflösung und Brennfleckgröße

In Abb. 6.1 sind die Ergebnisse der Charakterisierung der Brennfleckabmessungen in Abhängigkeit von der Fokussierung, nach **DIN EN 12543-5** dargestellt. Bei allen Verläufen ist eine eindeutige Zunahme der Brennfleckdurchmesser mit steigender Beschleunigungsspannung zu erkennen. Bei der Fokussierung im High Power Modus (in Abb. 6.1 links oben) ist zudem eine deutliche Diskrepanz zwischen den Abmessungen in horizontaler und vertikaler Richtung zu erkennen. Der Brennfleckdurchmesser nimmt mit sinkender Beschleunigungsspannung ab, bis bei 85 kV beide Richtungen über die selbe Ausdehnung verfügen. Bei 170 kV ist eine Unstetigkeit in beiden Komponenten zu erkennen, der Sprung der Brennfleckabmessung ist horizontal und vertikal annähernd gleich. Die maximalen Ausdehnungen des Brennflecks werden bei der High Power Fokussierung bei 155 kV in beiden Richtungen gemessen, wobei die horizontale Ausdehnung stärker ausgeprägt ist als die vertikale. Der Brennfleck ist hier  $65\ \mu\text{m}$  breit, während das Maximum in vertikaler Richtung bei  $47\ \mu\text{m}$  liegt. Die minimale Brennfleckausdehnung wird bei 80 kV erreicht und beträgt jeweils ca.  $15\ \mu\text{m}$ .



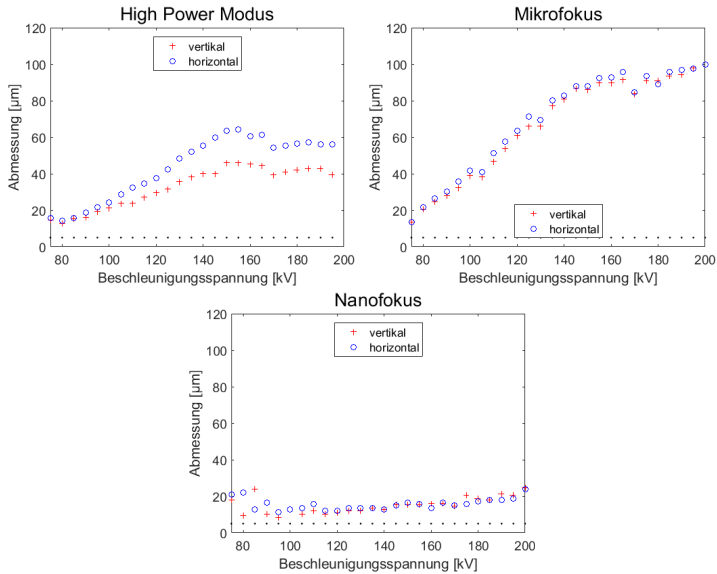


Abbildung 6.1: Brennfleckabmessungen in Abhängigkeit von Beschleunigungsspannung und Fokussierung. Die Werte wurden mittels eines Wolfram-Drahtkreuzes gemäß DIN EN 12543-5 ermittelt. Die Brennfleckabmessungen für Beschleunigungsspannung unter 95 kV werden im Nanofokus hier nicht korrekt wiedergegeben. Wie die Untersuchungen anhand der Auflösung zeigen, liegen die Werte hier unter  $5 \mu\text{m}$  und können durch die Drahtkreuzmethode nicht mehr ausreichend aufgelöst werden. Untersucht wurde das High Resolution Target.

Im Mikrofokus ist die vertikale und horizontale Ausdehnung des Brennflecks weitgehend identisch und erreicht bei 200 kV ihr Maximum von 100  $\mu\text{m}$ . Die Kurve fällt zu kleineren Beschleunigungsspannungen monoton ab, bis bei 75 kV die minimalen Abmessungen in horizontaler und vertikaler Richtung mit 17  $\mu\text{m}$  erreicht werden.

Beim Betrieb im Nanofokus liegen die Abmessungen in horizontaler und vertikaler Richtung ähnlich dicht wie im Mikrofokus. Maximale Ausdehnung wird bei 215 kV mit 35  $\mu\text{m}$  erreicht, minimale bei 95 kV mit ca. 7  $\mu\text{m}$ . Bei Spannungen unter 75 kV steigen die ermittelten Werte für den Durchmesser und streuen verhältnismäßig stärker als für höhere Beschleunigungsspannungen. Da das Verfahren jedoch nur bis minimal 5  $\mu\text{m}$  Brennfleckdurchmesser verlässlich ist, besteht die Möglichkeit, dass die tatsächlichen Durchmesser ab 75 kV weiter sinken. Diese Vermutung wird durch die über die Auflösung ermittelten Werte gestützt.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Brennfleckabmessungen im Mittel im Nanofokus am geringsten und im Mikrofokus am höchsten liegen. Nach Herstellerangaben sollte innerhalb eines Fokussierungsmodus (Nanofokus, Mikrofokus, High-Power Modus, siehe Abb. 4.3) keine Abhängigkeit der Brennfleckgröße von der Beschleunigungsspannung vorliegen bzw. sollte hardwareseitig ausgeglichen werden. Dies ist allenfalls im Nanofokus zu erkennen. In Mikrofokus und High Power Modus war eine deutliche Abhängigkeit der Brennfleckgröße von der Beschleunigungsspannung zu erkennen.

Die Ergebnisse der **Auflösetests**, welche mittels JIMA-Maske durchgeführt wurden, sind in Abb. 6.2 dargestellt. Sämtliche Targets wurden mit der Strahlfokussierung im Nanofokus untersucht.

Das Hauptziel lag dabei darin, Beschleunigungsspannungen von 70-100 kV zu analysieren. Dies lag darin begründet, dass mittels DIN EN 12543-5 höhere Beschleunigungsspannungen bereits charakterisiert wurden. Die geringsten Brennfleckgrößen ( $\leq 5 \mu\text{m}$ ) wurden in dem untersuchten Spannungsbereich erwartet, in dem DIN EN 12543-5 nicht mehr anwendbar ist. Die erhaltenen Auflösungen variieren mit den verwendeten Targets.

Die niedrigsten Auflösungen wurden mit dem High Power Target erzielt, welches bei 80 kV mit 5  $\mu\text{m}$  seinen minimalen Wert aufwies. Die höchste Auflösung konnte mit dem Low Energy Target bei 95 und 100 kV und 0,02 mA Anodenstrom mit 1,5  $\mu\text{m}$  erreicht werden. Dies entspricht näherungsweise einer Brennfleckgröße von 3,0  $\mu\text{m}$ . Das High Resolution Target lag mit der erreichten maximalen Auflösung bei 2  $\mu\text{m}$ . Dies war bei 80 kV und 0,02 mA Anodenstrom der Fall. Bei den gemessenen Werten liegen tendenziell höhere

Auflösungen bei 0,02 mA vor als bei 0,01 mA. Die Auflösungen der Targets folgen dabei auf diesem Bereich der Beschleunigungsspannung keinem deutlichen Trend, was die Abhängigkeit der Maxima von der Spannung angeht.

Die Umsetzung eines Talbot-Lau Interferometers an der untersuchten Quelle erfordert bei 2-Gitter-Aufbauten eine durch Gl. 2.23 spezifizierte Maximalabmessung des Brennflecks (siehe auch Tabelle 4.2). Die Ergebnisse zeigen, dass zwischen 80 und 85 kV Beschleunigungsspannung im Nanofokus noch für alle Targets ausreichend Kohärenz für den (mit  $\xi = 3,3\mu\text{m}$  hinsichtlich Brennfleckgröße am anspruchsvollsten) 50 keV-2-Gitter-Aufbau vorliegt. Die kleinsten Brennflecke liegen beim Low Energy Target bei 95 und 100 kV Beschleunigungsspannung vor. Bei Auflösungen von jeweils  $1,5\mu\text{m}$  ist der Brennfleckdurchmesser ca.  $3,0\mu\text{m}$ . Die Kohärenz für den 33 keV-2-Gitter-Aufbau ist gemäß den Ergebnissen in Abb. 6.1 im High Power Modus bis 90 kV und bis 75 kV im Mikrofokus gegeben. Im Nanofokus ist die Brennfleckgröße bis fast 180 kV ausreichend, wenn im Bereich von 75-85 kV von methodenbedingten Messfehlern ausgegangen wird. Der 20 keV-2-Gitter-Aufbau kann hinsichtlich Brennfleckgröße, basiert auf den Ergebnissen in Abb. 6.2, zwischen 70 und 100 kV im Nanofokus umgesetzt werden.

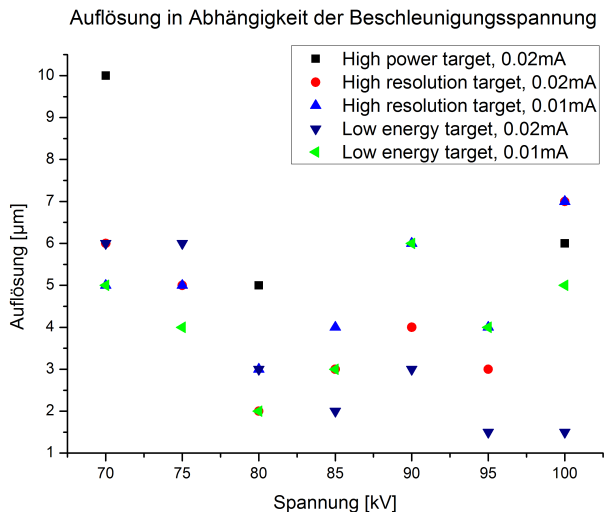


Abbildung 6.2: Mittels JIMA-Maske ermittelte Auflösungen unterschiedlicher Targets bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen. Die Auflösung entspricht näherungsweise der zweifachen Brennfleckgröße (vgl. Abschnitt 5.1.1). Der Anodenstrom wurde für die Messungen weitestgehend konstant gehalten (siehe Legende). Die höchsten Auflösungen werden unter Verwendung des Low-Energy Targets bei 95-100 kV Beschleunigungsspannung erzielt. Nach Herstellerangaben sollte die Auflösung jedoch bei allen Targets und Beschleunigungsspannungen mindestens  $1\mu\text{m}$  erreichen.

### 6.1.2 Spektren

Die Ergebnisse der Analysen des Spektrums der vorhandenen Targets bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen und unter Verwendung unterschiedlicher Filter sind in den Abb. 6.7 und 6.8 dargestellt. Der Einfluss der Beschleunigungsspannung wird aus den Abb. 6.3, 6.4 und 6.5 ersichtlich. In Abb. 6.6 ist der über alle Energien aufsummierte Fluss dargestellt.

Die Countraten der Spektren des High Resolution Targets (Abb. 6.3) sind bei Beschleunigungsspannungen zwischen 100 und 200 keV gering im Vergleich zu den Countraten von Null bis 100 keV. Das globale Maximum liegt bei allen Beschleunigungsspannungen etwas unter 40 keV, wobei die Werte der Countrate zwischen 5 und 15 counts pro Sekunde schwanken. Die mittlere Energie der Spektren steigt streng monoton mit der Beschleunigungsspannung von 27 keV bei 50 kV auf 60 keV bei 200 kV an. Die jeweils über alle Energien integrierte Countrate hat ihr Maximum bei 100 keV, verfügt ansonsten jedoch über keinen eindeutigen Trend.

Bei Verwendung eines 50  $\mu\text{m}$  Pb-Filters (Abb. 6.4) weist das Maximum des kontinuierlichen Anteils der Spektren eine Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung auf. Zwischen 50 und 110 kV steigt es streng monoton an, ab 115 kV bleibt sein Wert weitgehend konstant. Die dazugehörigen Countraten steigen ebenso bis 110 kV monoton an und fallen bei 140 kV auf ein Minimum. Für höhere Beschleunigungsspannungen alternieren sie zwischen 3 und 5 Counts pro Sekunde, bei 200 kV fällt die Countrate erneut auf 1/s ab. Der Verlauf der globalen Maxima der Kurven verhält sich ähnlich wie der Verlauf der Maxima des kontinuierlichen Anteils, jedoch wird bei 120 kV ein Maximum von 13 Counts pro Sekunde beobachtet. Die mittlere Energie der Spektren steigt im selben Maße an wie bei den Spektren, die ohne Filter aufgenommen wurden. Allerdings liegen die Werte im Mittel um 10 keV höher, was sehr gut mit der Gestalt der Spektren bei Verwendung des Pb-Filters übereinstimmt. Erwartungsgemäß ähnelt der Verlauf des Gesamtflusses über die Beschleunigungsspannung dem der ungefilterten Spektren (siehe Abb. 6.6).

Die Gestalt der Spektren des Low Energy Targets (Abb. 6.5) ähneln denen des High Resolution Targets: Von höheren zu niedrigeren Energien steigt die Countrate langsam an und fällt ab dem Maximum der Kurven bei 20 keV steil ab. Die maximale Countrate liegt bei allen Beschleunigungsspannungen konstant bei 20 keV und erreicht selbst bei 80 kV ein Maximum von 23 1/s. Die Werte folgen jedoch keinem erkennbaren Verlauf und variieren ansonsten zwischen 10 und 18 Counts pro Sekunde. Die mittlere Energie der Spektren des Low Energy Targets steigt streng monoton von 25 keV bei 50 kV auf

68 keV bei 200 kV Beschleunigungsspannung. Wie aus Abb. 6.6 ersichtlich, besteht keine erkennbare Abhängigkeit des Gesamtflusses von der Beschleunigungsspannung.

Die Einflüsse der Filter (Abb. 6.7 und 6.8) beziehen sich erwartungsgemäß auf die Lage der mittleren Energie des jeweiligen Spektrums sowie auf die maximale Countrate. Je dichter das Material und je dicker der Filter, umso stärker der Effekt.

Bei den auftretenden Peaks handelt es sich gemäß [TLA<sup>+</sup>09] um charakteristische Röntgenstrahlung von Wolfram und Blei. Aufgrund der Tatsache, dass Wolfram als Anodenmaterial im Target auftritt, ist dies naheliegend. Die charakteristische Pb-Strahlung könnte als Fluoreszenz in der Abschirmung des Detektors entstanden sein.

Die Gestalt der Spektren hinsichtlich der Umsetzung eines Talbot-Lau Interferometers ist idealerweise ein möglichst kleiner spektraler Bereich um die Designenergie des jeweiligen Aufbaus. Gleichzeitig ist ein möglichst hoher Fluss wünschenswert. Unter diesem Aspekt betrachtet eignet sich nach den hier dargestellten Ergebnissen für den 50 keV-Aufbau das High-Resolution Target unter Verwendung eines 50  $\mu\text{m}$ -Pb Filters und 100 kV Beschleunigungsspannung am besten. Für den 33 keV-Aufbau ist das High-Resolution Target ohne Vorfilterung bei 80 kV Beschleunigungsspannung optimal. Das für den 20 keV-Aufbau von den gemessenen Spektren am besten geeignete ist das des Low Energy Targets bei 50 kV Beschleunigungsspannung.

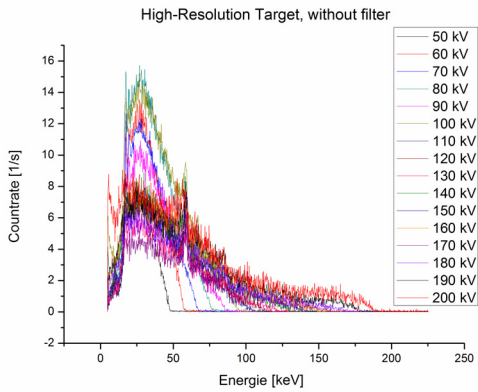


Abbildung 6.3: Spektren des High Resolution Targets bei Beschleunigungsspannungen zwischen 50 und 200 kV.

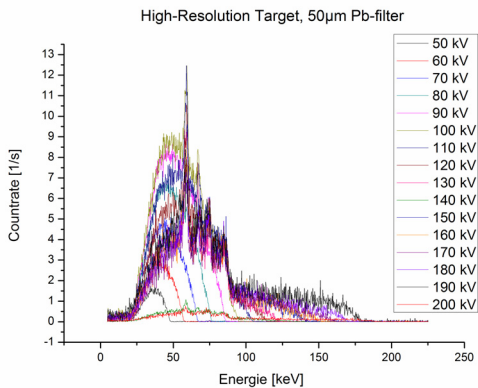


Abbildung 6.4: Spektren des High Resolution Targets bei Beschleunigungsspannungen zwischen 50 und 200 kV unter Verwendung eines 50 µm dicken Pb-Filters.

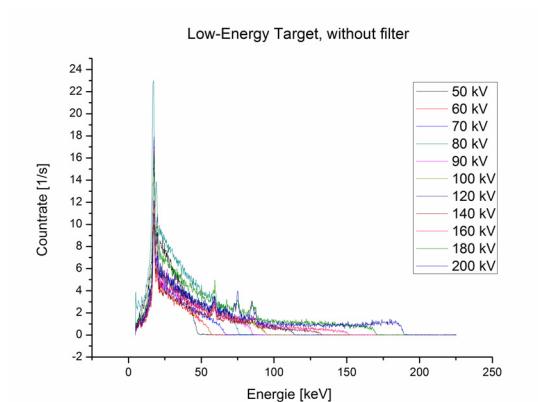


Abbildung 6.5: Spektren des Low Energy Targets bei Beschleunigungsspannungen zwischen 50 und 200 kV.

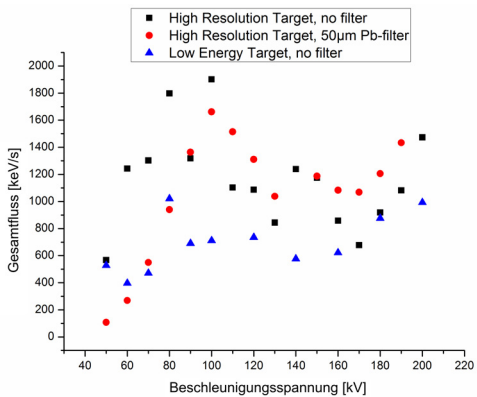


Abbildung 6.6: Integrierte Countraten der Spektren des High Resolution Targets (mit und ohne 50 µm Filter) und des Low Energy Targets.



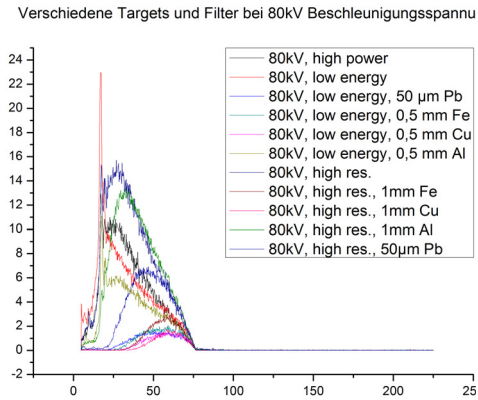


Abbildung 6.7: Spektren bei einer Beschleunigungsspannung von 80 kV. Die Target-Filter Kombinationen können der Legende entnommen werden.

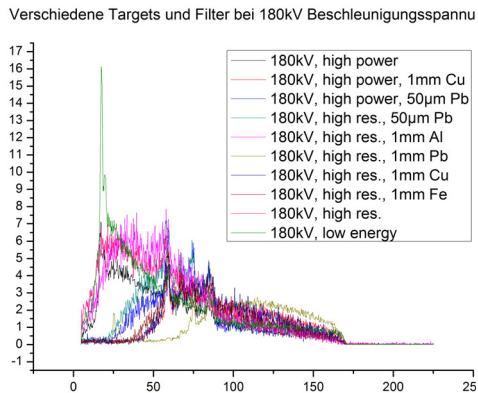


Abbildung 6.8: Spektren bei einer Beschleunigungsspannung von 180 kV. Die Target-Filter-Kombinationen können der Legende entnommen werden.

## 6.2 Charakterisierung des Talbot-Lau Interferometers am IAM-WK

### 6.2.1 2-Gitter-Aufbauten

Die gemessenen Visibilitäten der 20 keV-, 33 keV- und 50 keV-Aufbauten sind in den Abb. 6.9, 6.10 und 6.11 dargestellt. Pro Bildgruppe ist jeweils die Belichtungszeit konstant, die Farbskalierung aller drei Gruppen ist identisch. Wie zu erwarten, weisen die Messungen mit höherer Belichtungszeit ein besseres SNR auf. Auf die mittlere Visibilität wirkte es sich in diesem Fall nicht aus. Dies ist u.U. auf das generell niedrige SNR zurückzuführen. Bei den 33 keV- und 50 keV-Aufbauten sind die Visibilitäten in der Mitte des Analysatorgitters am größten und fallen senkrecht zu den Gitterlamellen nach Außen hin ab. Beim 20 keV-Aufbau ist die Visibilitätsverteilung bei den Messungen in den Abb. 6.9, 6.10 und 6.11 ebenfalls inhomogen, jedoch stärker in Gestalt des Beugungsmuster auf dem Analysatorgitter abgebildet. Die mittlere Visibilität über das FOV beim 20 keV-Aufbau liegt im Schnitt bei diesen Messungen bei 5,6 %. Die mittlere Visibilität über das FOV bei 33 keV- und 50 keV-Setup schwankt um 4 %.

Außerhalb des Analysatorgitters auf der rechten Seite liegt scheinbar ebenfalls ein Bereich maximaler Visibilität vor. Da dieser aber in einem Gebiet liegt, das nicht vom Talbot-Lau Interferometer abgedeckt wird, handelt es sich um ein Messartefakt: Aufgrund der starken Absorption im Linearmotor wird der Nenner bei der Berechnung der Visibilität hier sehr gering, was zu den beobachteten Werten führt. Das FOV wird zudem durch den Kegelstrahl und das hohe Aspektverhältnis am Analysatorgitter beeinträchtigt. Dieser geometrische Effekt ist umso stärker, je näher sich das Analysatorgitter an der Quelle befindet (siehe Abb. 6.9).

Designenergie	mittlere Visibilität	maximale Visibilität
20 keV	5 %	9 %
33 keV	3 %	6 %
50 keV	4 %	6 %

Tabelle 6.1: Mittlere und maximale Visibilitäten der 2-Gitter-Aufbauten am IAM-WK.

Die Intensitätsverläufe beim Verfahren des Phasengitters, aus welchen sich die dargestellten Visibilitäten berechnen, sind in Abb. 6.12 exemplarisch an drei

ausgewählten Punkten dargestellt. Hierbei wurden Verläufe aus unterschiedlichen Bereichen des Analysatorgitters herausgenommen, welche verschiedene Visibilitäten aufweisen. Punkt 1 stellt den Bereich der höchsten Visibilität dar, während bei Punkt 2 am Rand des FOVs eine geringere Visibilität vorliegt. Im Randbereich wurde als Referenz außerhalb des Interferometers in Punkt 3 die Intensität aufgetragen, um eine etwaige durch die Quelle erzeugte Schwankung abzubilden. Um den Einfluss des Rauschens zu vermindern, wurde an Punkt 3 über  $10 \times 10$  Pixel gemittelt.

Ein annähernd sinusförmiger Verlauf ist im Intensitätsverlauf in Punkt 2 zu erkennen. An Punkt 1 ähnelt der Verlauf weniger einer Sinuskurve, jedoch variieren die Intensitäten über einen Bereich von  $0,8 \cdot 10^4$ , wohingegen an Punkt zwei der Unterschied nur  $0,6 \cdot 10^4$  beträgt. Dies erklärt die höhere Visibilität an Punkt 1 im Vergleich zu Punkt 2. Die Intensität am Referenzpunkt 3 schwankt um  $0,7 \cdot 10^3$  und somit um eine Größenordnung kleiner als die Signale in Punkt 1 und 2. Der Einfluss der Intensitätsschwankung auf die Visibilität während dieser Messung ist somit gering.

Wie in Tabelle 6.1 zusammengefasst, überschreiten die erreichbaren Visibilitäten der 2-Gitter-Aufbauten nicht 10 %, selbst bei enormen Zählzeiten von 10 s pro Einzelbild. Für Analysen von Proben ist ein Mindestmaß an Visibilität notwendig, da im Dunkelfeldkontrast der Abfall von Visibilität das Signal darstellt. Entsprechend ist nach Erfahrungswert eine Visibilität von mindestens 20 % für die Analyse von Proben notwendig. Daher kommen 2-Gitter-Aufbauten am IAM-WK derzeit nicht in Frage.

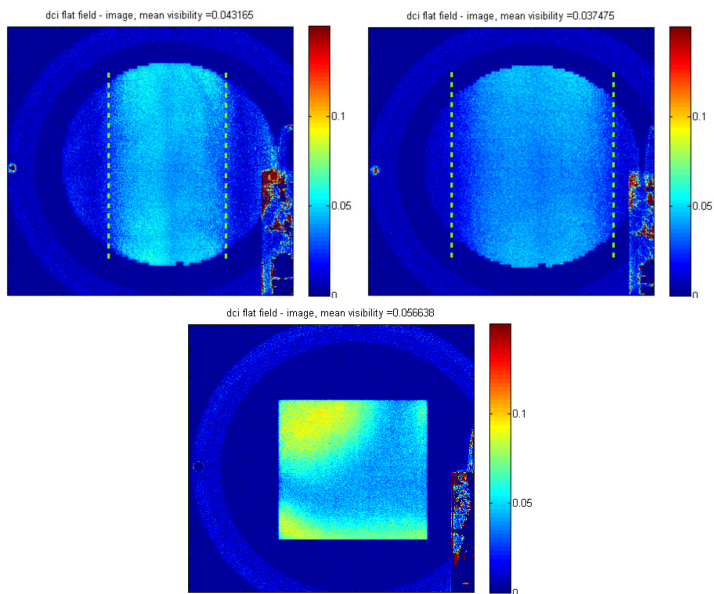


Abbildung 6.9: Visibilität (Farbskala) der 2-Gitteraufbauten (siehe Tabelle 4.2) bei **10 s Zählzeit** pro Einzelaufnahme und jeweils 10 Bildern pro Periode. Die Beschleunigungsspannung betrug jeweils 90 kV.

(Links oben): 50 keV Designenergie; gestrichelt ist die, durch Abschattung am Analysatorgitter bedingte Begrenzung des FOVs eingezeichnet

(Rechts oben): 33 keV Designenergie, gestrichelt: Grenze des FOVs

(unten): 20 keV Designenergie.

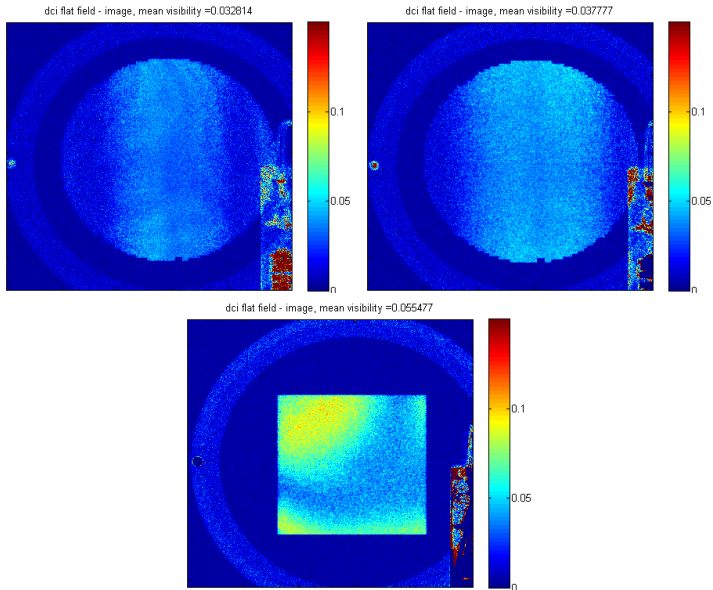


Abbildung 6.10: Visibilität (Farbskala) der 2-Gitter-Aufbauten (siehe Tabelle 4.2) bei **5 s Zählzeit** pro Einzelaufnahme und jeweils 10 Bildern pro Periode. Die Beschleunigungsspannung betrug jeweils 90 kV.

(Links oben): 50 keV Designenergie

(Rechts oben): 33 keV Designenergie

(unten): 20 keV Designenergie.

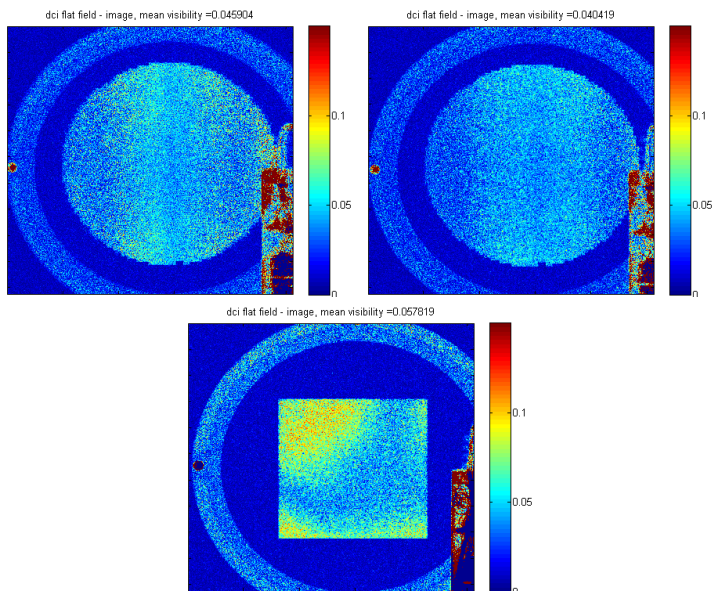


Abbildung 6.11: Visibilität (Farbskala) der 2-Gitter-Aufbauten (siehe Tabelle 4.2) bei **1 s Zählzeit** pro Einzelaufnahme und jeweils 10 Bildern pro Periode. Die Beschleunigungsspannung betrug jeweils 90 kV.

(Links oben): 50 keV Designenergie

(Rechts oben): 33 keV Designenergie

(unten): 20 keV Designenergie.

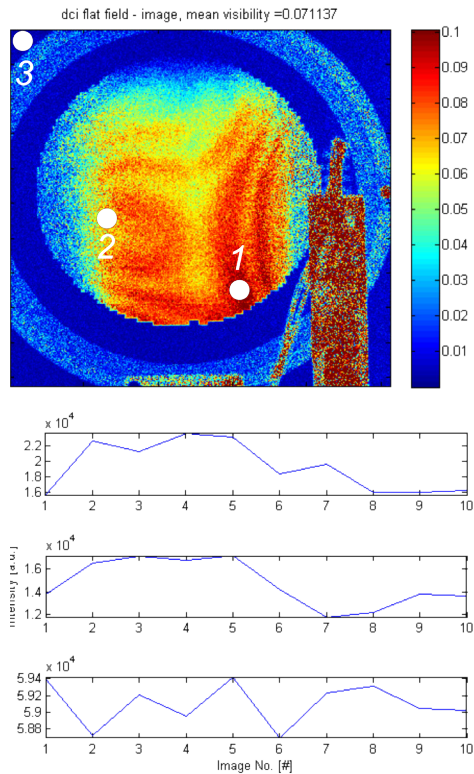


Abbildung 6.12: (*unten*): Verlauf der Intensität über mehrere Bilder in ausgesuchten Pixeln beim Verfahren des Phasengitters. (*oben*): Zugehörige Visibilitätsverteilung. Die Intensitätsverläufe an den markierten Punkten sind dargestellt. Bei Punkt 3 wurde über ein Gebiet von  $10 \times 10$  gemittelt, um eventuelle Schwankungen der Intensität zu identifizieren.

### 6.2.2 3-Gitter-Aufbau

In den Abb. 6.13, 6.15 und 6.17 sind die Visibilitätsverteilungen dargestellt, die beim 3-Gitter-Setup bei 33 keV Designenergie aufgenommen wurden. Bei den Messungen wurden sowohl der Abstand des Quellgitters zum Target variiert (0,5 cm; 1,0 cm; 3,0 cm) als auch die Beschleunigungsspannung (90 kV, 150 kV, 190 kV). Da die Fokussierungsmodi durch die Leistung unterschiedlich begrenzt sind, wurde indirekt auch die Fokussierung variiert.

Die maximale mittlere Visibilität der Messungen bei 90 kV Beschleunigungsspannung und 0,02 mA (**Nanofokus**) liegt in etwa bei ähnlichen Werten wie beim vergleichbaren 2-Gitter-Aufbau bei 33 keV Designenergie. Mit zunehmendem Abstand des Quellgitters zum Target nehmen sowohl die Homogenität als auch die mittlere Visibilität ab (siehe Abb. 6.13). Direkte Einflüsse des Quellgitters auf die Visibilität sind lediglich bei einem Abstand von 0,5 cm zu erkennen. In den Projektionen in Abb. 6.14 ist das Quellgitter jedoch jeweils in jedem Einzelbild in der Vergrößerung zu erkennen, die dem jeweiligen Target- $G_0$  Abstand entspricht. Bei einem Quelle-Detektor-Abstand von 144,2 cm sind diese Vergrößerungen für die Quelle-Quellgitterabstände (0,5 cm, 1,0 cm und 3,0 cm) jeweils 288,4-, 144,2- und 48,1-fach.

Bei den Messungen bei 150 kV Beschleunigungsspannung und 0,04 mA Röhrenstrom (**Mikrofokus**), dargestellt in Abb. 6.15, fällt die starke Sichtbarkeit des Quellgitters in den Verteilungen der Visibilität bei allen Quelle-Quellgitter-Abständen auf. Sie ist stärker als bei der Analyse im Nanofokus in Abb. 6.13. Neben der weit inhomogeneren Gestalt liegen zum anderen die mittleren Visibilitäten 2-3 % unter der entsprechenden Visibilität des 2-Gitter-Aufbaus bei 33 keV Designenergie. Dies ist jedoch wegen des, bei dieser Messung breiteren, Spektrums zu erwarten. Der Abstand des Quellgitters scheint hier keinen Einfluss auf die mittlere Visibilität zu haben. Im Vergleich zu den Messungen im Nanofokus in Abb. 6.14 ist das Quellgitter bei den Messungen im Mikrofokus noch deutlicher zu erkennen (Abb. 6.16). In den Lamellen sind die durch das Sunray-Design bedingten Kanäle in den Lamellen zu erkennen. Diese finden sich im Gegensatz zu den Lamellen jedoch nicht in den Visibilitätsverteilungen wieder.

Nahe der maximalen Leistung der Mikrofokusröhre mit Transmissionstarget (190 kV, 0,06 mA, Fokussierung: **High Power Modus**) sind die gemessenen mittleren Visibilitäten am geringsten (Abb. 6.17). Da der Bereich des Spektrums von 33-190 keV jedoch bei dieser Messung nicht zum Signal beiträgt und lediglich einen Offset der Intensität bewirkt, ist dies nicht verwunderlich. Grundsätzlich sind kaum Unterschiede in den Verteilungen in Bezug auf den



Abstand des Quellgitters zu erkennen. In den Projektionen in Abb. 6.18 ist das Quellgitter im Gegensatz zu den Projektionen in Mikro- und Nanofokus (Abb. 6.14 und 6.16) nicht zu erkennen, ebenso wenig in den Verteilungen der Visibilität.

In Abb. 6.19 sind Projektionen unter Verwendung des Quellgitters beim 33 keV-3-Gitter-Aufbau bei verschiedenen Leistungen (1,6 und 4,8 W bei jeweils 80 kV Beschleunigungsspannung) aufgezeigt. Neben den Moirémustern auf dem Analysatorgitter ist in beiden Bildern die Abbildung des Quellgitters auf der Detektorebene zu sehen. Der Kontrast der Abbildungen ist bei geringerem Anodenstrom höher. In den vertikalen Linien sind, wie in Abb. 6.16, die durch das Sunray-Design erzeugten Kanäle in den Goldlamellen zu erkennen. Die Visibilitätsverteilung wird dadurch (wie z.B. in Abb. 6.15) stärker gestört. Ist das Quellgitter in den Projektionen weniger deutlich zu sehen (Abb. 6.14), so wird auch die Visibilitätsverteilung weniger beeinträchtigt (vgl. Abb. 6.13). Die Visibilität bei 50 kV, 0,08 mA und 10 s Belichtungszeit (Abb. 6.20) ist mit einem Maximalwert von 11 %, im Vergleich zu den Messungen aus Abb. 6.9 bis 6.17 mit Maximalwerten von höchstens 6 % deutlich höher. Die Messungen bei identischer Beschleunigungsspannung und Spektralbereich, jedoch höherem Röhrenstrom wiesen allerdings niedrigere Visibilitäten auf (siehe Abb. 6.21). Der Einsatz eines 1 mm Al-Filters bei dieser Messreihe konnte nur eine minimale Verbesserung der Visibilität herbeiführen. Das Quellgitter wurde bei keiner dieser Messungen mit abgebildet und ist in den Visibilitätsverteilungen nicht als störendes Element vorhanden.

Zu Vergleichszwecken wurde mit den Gittern *0548-5*, *sub0581* und *sub0629* aus dem Bestand des IAM-WK (siehe Tabelle 4.1) am Institut für Medizintechnik an der TU München (IMETUM) Visibilitätsanalysen durchgeführt (siehe Abb. 6.22). Mit Ausnahme der Positionierungshardware, der Lagerung des Aufbaus, der Quelle und des Detektors (Varian PaxScan 2520D) war der Aufbau identisch mit dem 33 keV 3-Gitter-Aufbau am IAM-WK. Bei der Quelle handelte es sich um eine gewöhnlichen Röntgenröhre des Typs *MXR-160HP/11* der Comet AG. Für die Versuche wurde sie bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV bei einer Leistung von 0,8 kW und einer Brennfleckgröße von 400  $\mu\text{m}$  mit einem Wolfram-Target betrieben. Die erhaltene Visibilitätsverteilung ist im linken Bereich des Analysatorgitters am höchsten; ein zweites Gebiet erhöhter Visibilität liegt auf der rechten Seite. Das SNR ist sichtbar größer als bei sämtlichen Messungen an der Transmissions-Mikrofokusröhre am IAM-WK. Sämtliche Versuchsparameter

(Gitter und deren Abstände) entsprachen denen des 33 keV 3-Gitter-Aufbaus am IAM-WK. Damit wurde gezeigt, dass die Gitterqualität ausreichend ist, um eine mittlere Visibilität von 25 % zu erzielen. Der limitierende Faktor des Aufbaus am IAM-WK ist somit bei den anderen Komponenten zu suchen.

Die Ergebnisse der Charakterisierungen des 3-Gitter-Aufbaus zeigten, dass mit dem am IAM-WK umsetzbaren 3-Gitter-Aufbau bei 33 keV Designenergie maximale Visibilitäten von 11 % am IAM-WK erreichbar sind. Diese wurden mittels de-fokussiertem Brennfleck im Mikrofokus-Modus der Transmissionsröhre erzielt und erreichen die für Materialanalysen benötigte Marke von etwa 20 % Visibilität nicht. Im Vergleich mit dem 33 keV-Aufbau ohne Quellgitter, welcher eine maximale Visibilität von 6 % erzielte, konnte eine Steigerung von 5 % erzielt werden. Unter Verwendung der am IAM-WK vorhandenen Gitter konnte an einem vergleichbaren Aufbau an der TU München gezeigt werden, dass mit diesen mittlere Visibilitäten von 25 % erreichbar sind. Eine Steigerung der Visibilität am IAM-WK muss somit über die Positionierung, den Detektor oder die Quelle erzielt werden. Eine ausführliche Diskussion, mit welchen Mitteln die Visibilität des 3-Gitter-Aufbaus am IAM-WK erreicht werden kann, erfolgt im nächsten Kapitel.

Designenergie	mittlere Visibilität	maximale Visibilität
20 keV	5 %	9 %
33 keV	3 %	6 %
50 keV	4 %	6 %
33 keV, 3 Gitter	7 %	11 %
33 keV, 3 Gitter*	25 %	38 %

Tabelle 6.2: Mittlere und maximale Visibilitäten der 2- und 3-Gitter-Aufbauten am IAM-WK sowie \*unter Verwendung einer gewöhnlichen Röntgenröhre an der TU München (siehe Abb. 6.22).

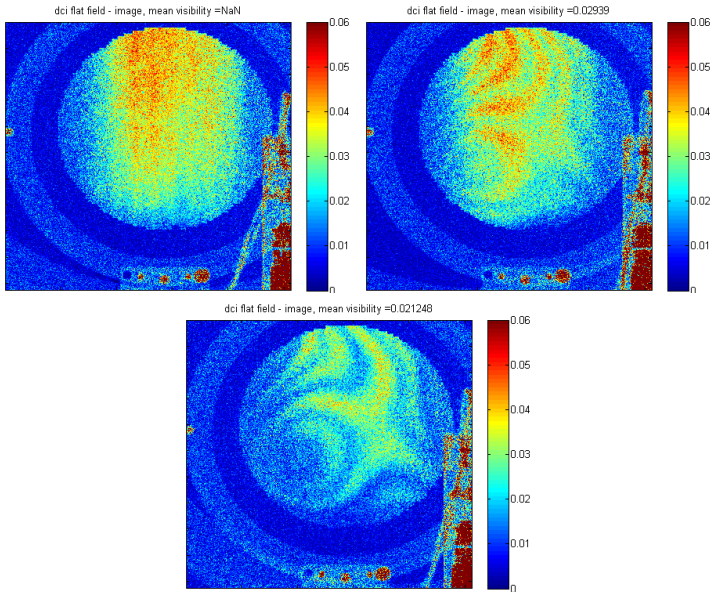


Abbildung 6.13: Visibilitäten des 3-Gitter-Aufbaus bei 33 keV mit 90 kV Beschleunigungsspannung und 0,02 mA Röhrenstrom. Fokussierung im **Nanofokus**. In der Messreihe wurde der Abstand des Quellgitters zum Target variiert. (*links oben*): 0,5 cm (*rechts oben*): 1 cm (*unten*): 3 cm

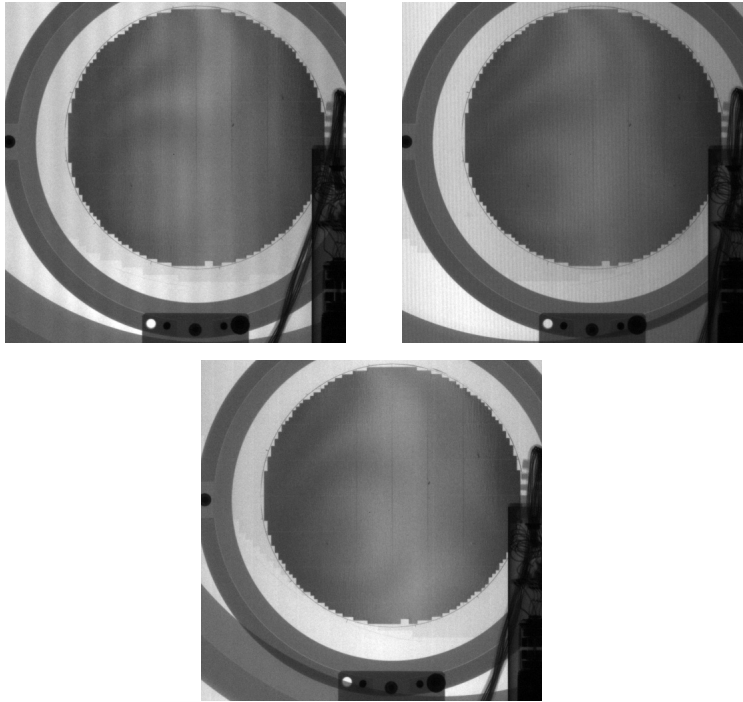


Abbildung 6.14: Einzelne Projektionen der in Abb. 6.13 verwendeten Parameter. Neben dem am Analysatorgitter zu beobachtenden Beugungsbild ist das auf dem Detektor abgebildete Quellgitter zu erkennen. Die Quelle-Quellgitterabstände waren:  
(links oben): 0,5 cm  
(rechts oben): 1 cm  
(unten): 3 cm

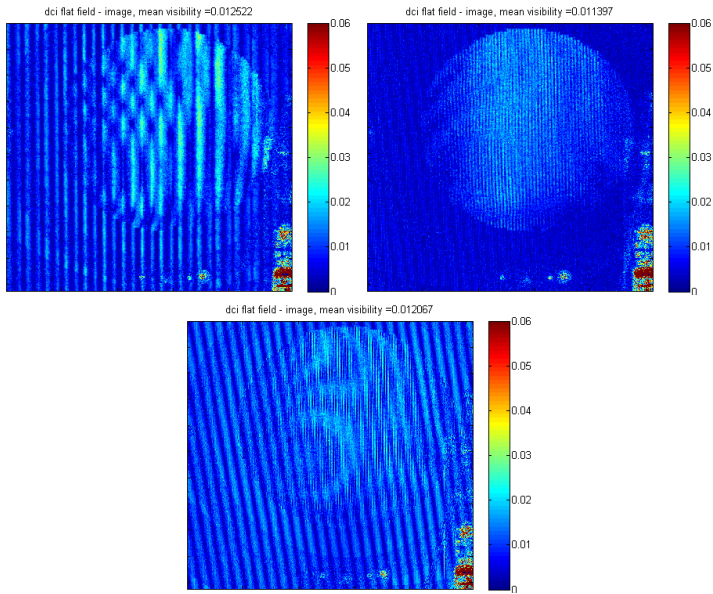


Abbildung 6.15: Visibilitäten des 3-Gitter-Aufbaus bei 33 keV mit 150 kV Beschleunigungsspannung und 0,04 mA Röhrenstrom. Fokussierung im **Mikrofokus**. In der Messreihe wurde der Abstand des Quellgitters zum Target variiert. (*links oben*): 0,5 cm (*rechts oben*): 1 cm (*unten*): 3 cm.

Die Visibilitätsverteilung im FOV ist in allen Bildern deutlich durch die Abbildung des Quellgitters beeinflusst. Der störende Effekt ist deutlicher als in Abb. 6.13.

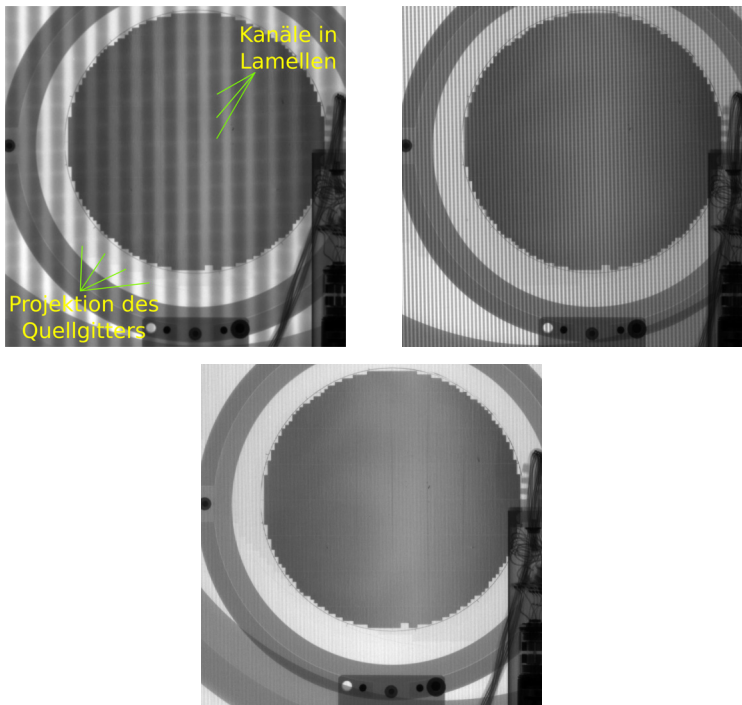


Abbildung 6.16: Einzelne Projektionen der in Abb. 6.15 verwendeten Parameter. Das Quellgitter wird deutlich abgebildet. In den Lamellen sind die durch das Sunray-Herstellungsverfahren entstandenen Kanäle zu erkennen. Die Quelle-Quellgitterabstände waren:

- (links oben): 0,5 cm
- (rechts oben): 1 cm
- (unten): 3 cm

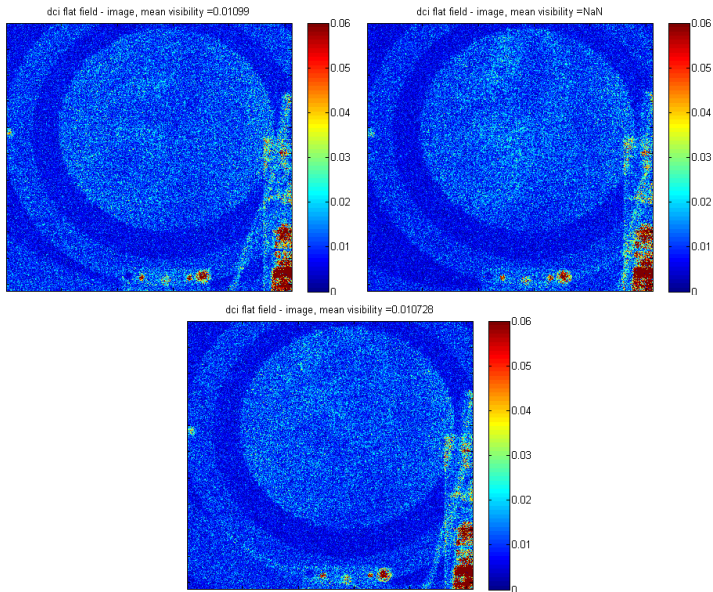


Abbildung 6.17: Visibilitäten des 3-Gitter-Aufbaus bei 33 keV mit 190 kV Beschleunigungsspannung und 0,04 mA Röhrenstrom. Fokussierung im **High Power Modus**. In der Messreihe wurde der Abstand des Quellgitters zum Target variiert. (*links oben*): 0,5 cm (*rechts oben*): 1 cm (*unten*): 3 cm. Auffallend ist das im Vergleich zu äquivalenten Messungen (Bilder 6.13 und 6.15) bei geringeren Leistungen schlechtere SNR.

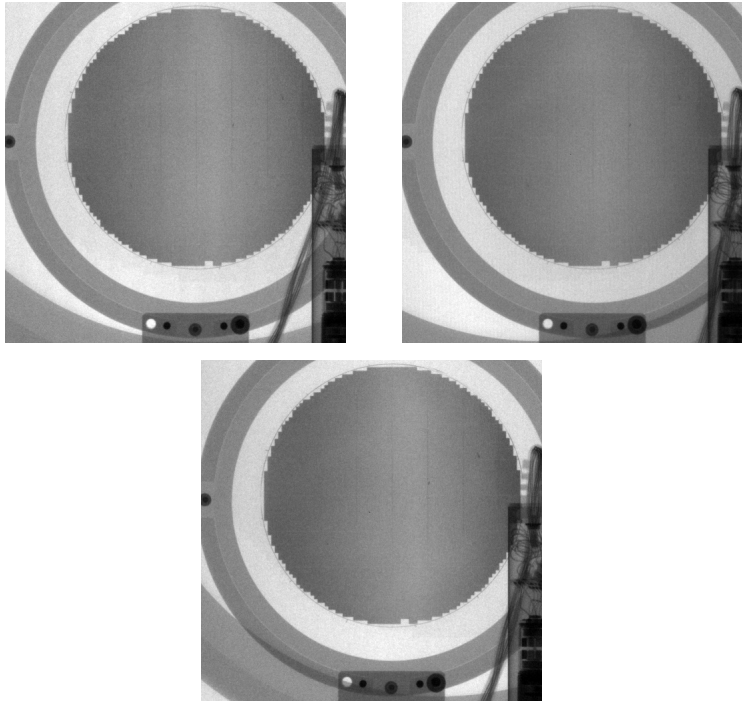


Abbildung 6.18: Einzelne Projektionen der in Abb. 6.17 verwendeten Parameter. Das Quellgitter wird bei diesen Parametern nicht abgebildet. Das Beugungsbild ist kaum zu erkennen. Die Quellgitterabstände waren:  
(links oben): 0,5 cm  
(rechts oben): 1 cm  
(unten): 3 cm



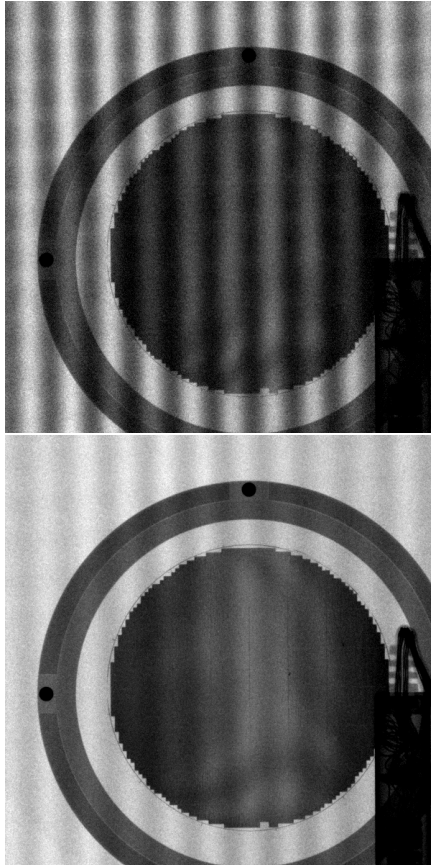


Abbildung 6.19: Projektionen des 33 keV-3-Gitter-Aufbaus unter verschiedenen Leistungen  
(oben): 1,6 W (80 kV Beschleunigungsspannung, 0,02 mA Röhrenstrom)  
(unten): 4,8 W (80 kV Beschleunigungsspannung, 0,02 mA Röhrenstrom).

Auf beiden Bildern ist das Quellgitter abgebildet. Die Abbildung ist bei geringerer Leistung (*links*) deutlicher und überdeckt das Interferenzmuster im FOV stärker.

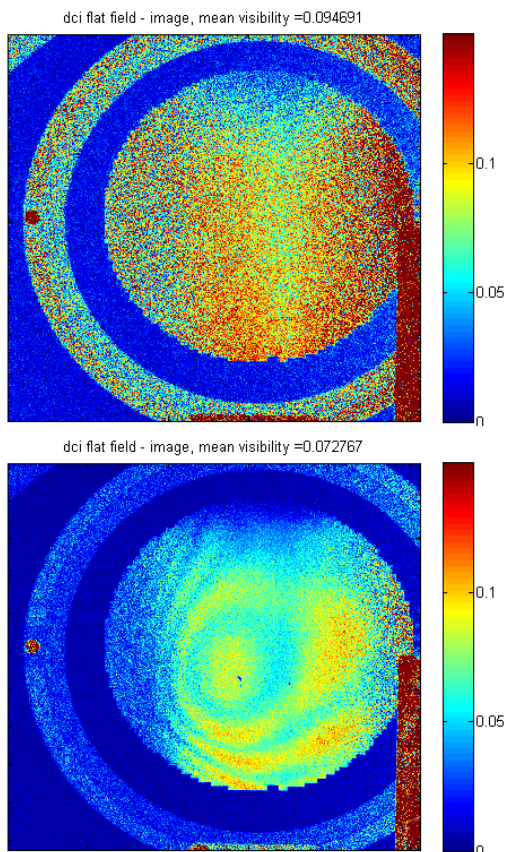


Abbildung 6.20: Visibilitätsverteilungen des 33 keV-Aufbaus mit Quellgitter. Der Abstand  $G_0$ -Quelle betrug 0,5 cm, die Beschleunigungsspannung betrug 50 kV bei einem Anodenstrom von 0,08 mA im Mikrofokus-Modus der Röhre. Oben wurde mit 1 s Belichtungszeit, unten mit 10 s pro Einzelbild aufgenommen. Der Brennfleck wurde für diese Messreihe mittels der Röhrensoftware *FXE-Control* defokussiert, um das Quellgitter nicht abzubilden.

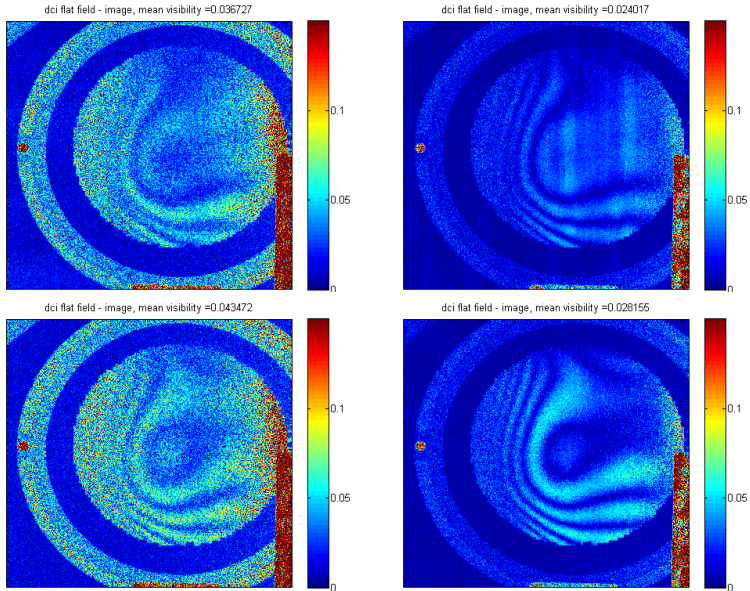


Abbildung 6.21: Visibilitätsverteilungen des 33 keV-Aufbaus mit Quellgitter. Der Abstand  $G_0$ -Quelle betrug 0,5 cm, die Beschleunigungsspannung betrug 50 kV bei einem Anodenstrom von 0,148 mA im Mikrofokus-Modus der Röhre. Die Bilder links wurden mit 1 s Belichtungszeit, rechts mit 10 s Belichtungszeit aufgenommen, wobei bei der unteren Reihe ein 1 mm Al-Filter verwendet wurde.

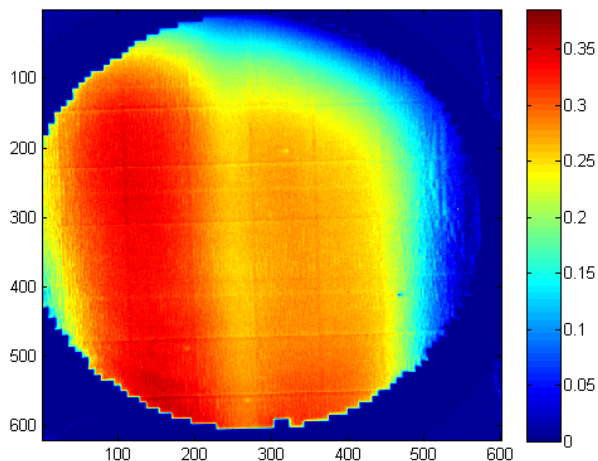


Abbildung 6.22: Visibilitätsanalyse unter Verwendung einer gewöhnlichen (Nicht-Mikrofokus) Röntgenröhre am Institut für Medizintechnik an der TU München (IMETUM). Es wurden die identischen Gitter des 33 keV-3-Gitteraufbaus am IAM-WK verwendet. Der Brennfleckdurchmesser betrug  $400 \mu\text{m}$  bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV, einer Leistung von 0,8 kW und einer Belichtungszeit von 1 s. Mit einer mittleren Visibilität von 25 % und lokalen Visibilitäten von bis zu 35 % in einzelnen Pixeln ist gezeigt, dass die geringen Visibilitäten des 33 keV-3-Gitteraufbaus am IAM-WK nicht in der Gitterqualität zu suchen sind.

## 6.3 Anwendungen in der Materialwissenschaft

Zur Demonstration der möglichen Anwendungen der Methode wurden Tomografien in Phasen- und Dunkelfeldkontrast an der TU München durchgeführt. Die Ergebnisse der Messungen sind im Folgenden aufgeführt.

### 6.3.1 Metallmatrix/Keramik-Verbundwerkstoff

Die Ergebnisse der MMC-Untersuchungen am Physikalischen Institut E17 der TU München sind in den Abb. 6.24 und 6.25 dargestellt. Der unterschiedliche Informationsgehalt in Absorptions-, Phasen- und Dunkelfeldkontrast wird bereits anhand der Projektionen in Abb. 6.24 deutlich. Während in der Absorption (das Signal wurde mit den Gittern im Strahlengang aufgenommen) lediglich der Probenhalter, der Kleber und die Probe an sich zu erkennen sind, können im differentiellen Phasen- und Dunkelfeldkontrast bereits Details in der Probe ausgemacht werden. Die Gitterlamellen waren dabei längs zur untersuchten Probe, im Bild somit senkrecht orientiert. In den rekonstruierten Volumen ist im Absorptionskontrast andeutungsweise die lamellare Struktur der Probe zu erkennen. Im Gegensatz zum Phasenkontrast sticht die AlSi12-Matrix jedoch nicht deutlich hervor. Hier scheinen die Kanten im Vergleich allerdings verrauschter. Im Dunkelfeldkontrast sind Bereiche, in denen keine Lamellen vorliegen, als dunkle - fast schwarze - Stellen deutlich zu erkennen. Die lamellaren Bereiche erscheinen heller, wobei einzelne Lamellen nicht oder nur sehr schwer zu identifizieren sind.

In einer Voruntersuchung der erzielbaren Unterschiede im Grauwert von AlSi12 und reinem Silizium bei Phasenkontrastanalysen wurde ein AlSi12-Si-Phantom untersucht. In Abb. 6.23 sind links die Probe, sowie die erhaltenen Rekonstruktionen zu erkennen. Die Verbesserung der Grauwertdifferenz der beiden Materialien ist in dem Plot auf der rechten Seite in Abb. 6.23 dargestellt: Es ist klar ersichtlich, dass die relative Differenz der Grauwerte von AlSi12 und Si im Phasenkontrast höher ist. Die beiden Materialien sind somit klarer unterscheidbar als im Absorptionskontrast. Ausscheidungen von Si in der AlSi12-Legierung können, was den Kontrast angeht, demnach im Phasenkontrast besser unterschieden werden. Die Auflösung war allerdings nicht ausreichend die wenige Mikrometer dünnen Ausscheidungen im Matrixmetall selbst aufzulösen.

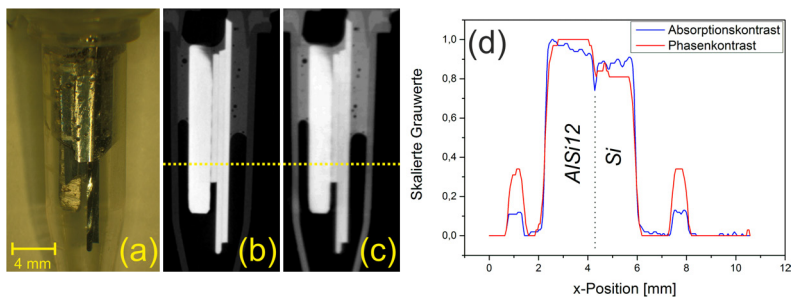


Abbildung 6.23: Vergleich der Grauwerte in den Absorptions- und Phasenkontrast-Rekonstruktionen eines AlSi12/Si-Phantoms aus [MPG<sup>+</sup>15].

(a): Bild der Probe

(b): Querschnitt im Absorptionskontrast

(c): gleiche Schnittebene im Phasenkontrast

(d): Verlauf der Grauwerte entlang der eingezeichneten Linie. Eine deutlichere Unterscheidbarkeit im Phasenkontrast gegenüber dem Absorptionskontrast ist erkennbar.

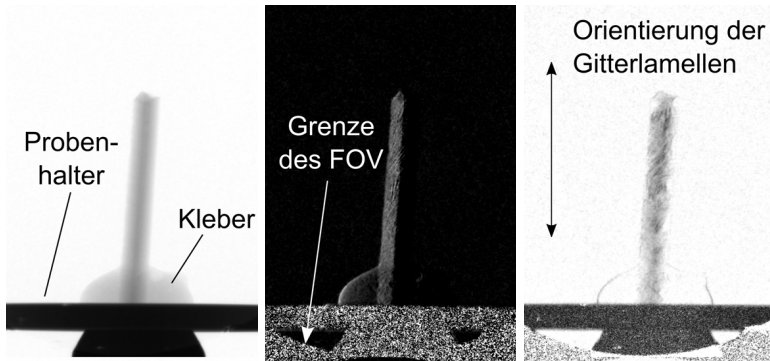


Abbildung 6.24: Projektionen der Messungen für die rekonstruierten Volumenelemente aus [MPG<sup>+</sup>15] in Abb. 6.25.

(links): Absorptionskontrast

(Mitte): Differentieller Phasenkontrast

(rechts): Dunkelfeldkontrast.

Die Gitterlamellen waren längs zur untersuchten Probe, im Bild somit senkrecht orientiert. In der mittleren und rechten Projektion sind die Grenzen des FOV, definiert durch das Analysatorgitter, am unteren Bildrand zu erkennen. Die innere Struktur der Probe ist im Absorptionskontrast quasi nicht zu erkennen, im differentiellen Phasen- und im Dunkelfeldkontrast ist sie deutlicher zu sehen. Der Zweikomponentenkleber zum Fixieren der Probe auf dem Drehtisch ist im Dunkelfeldkontrast - mit Ausnahme der Grenzfläche - kaum sichtbar.

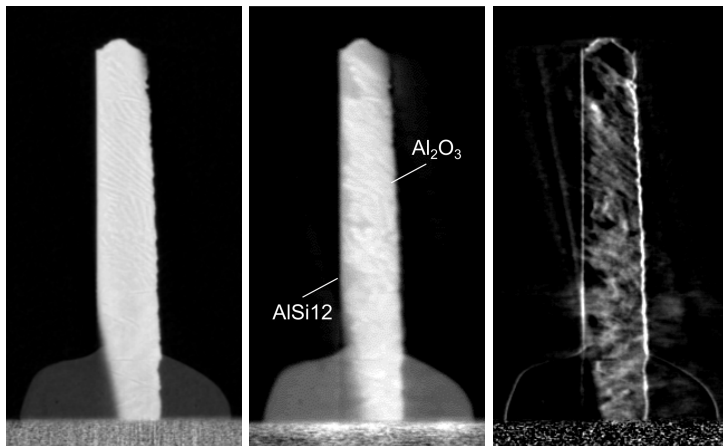


Abbildung 6.25: Schnitte durch das rekonstruierte Volumen einer Metallmatrix-Keramik-Verbundprobe aus [MPG<sup>+</sup>15] (siehe Abb. 3.4.). Das lamellar vorliegende Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, welches als Preform durch einen freeze-cast Prozess hergestellt und mittels squeeze-cast mit AlSi12 aufgefüllt wurde, ist je nach betrachtetem Signal unterschiedlich gut zu erkennen. Im Absorptionskontrast (*links*) kann die lamellare Gestalt erahnt werden. Im Dunkelfeldkontrast (*rechts*) kommen größere, zusammenhängende AlSi12-Teile deutlich heraus; die lamellaren Bereiche sind allerdings kaum als solche zu erkennen. Die meisten Informationen in Bezug auf die Unterscheidbarkeit der beiden Materialien AlSi12 und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gewährt der Phasenkontrast (*Mitte*).



### 6.3.2 Absorptionsmessungen am IAM-WK

Zu Vergleichszwecken wurde am IAM-WK eine gewöhnliche Tomografie im Absorptionskontrast durchgeführt. Es wurde bei 100 kV Beschleunigungsspannung und unter Verwendung eines Al-Filters von 2 mm Dicke gemessen. Die Fokussierung geschah im Mikrofokus bei einer Leistung von 4 W. Absicht der Analyse war, eine Vergleichsmessung ohne die beim Talbot-Lau Interferometer vorhandenen Gitter im Strahlengang zu haben.

Hinsichtlich der Unterscheidbarkeit der Werkstoffe im Verbund sind die Ergebnisse, welche im Absorptionskontrast am  $\mu$ CT des IAM-WK gewonnen wurden, nicht aussagekräftiger als das Absorptionssignal bei der Analyse mittels Talbot-Lau Interferometer (Abb. 6.25, *links*). In Abb. 6.26 ist sowohl in der Projektion links als auch in den rekonstruierten Bildern rechts AlSi12 kaum von  $Al_2O_3$  zu unterscheiden.

Mit diesen Ergebnissen ist der Zugewinn an Informationen, welcher sich bei der Tomografie im Phasenkontrast an den untersuchten  $Al_2O_3/AlSi12$ -Verbunden ergibt, gegenüber der gewöhnlichen Absorptionstomografie gezeigt. Für weitere materialwissenschaftliche Untersuchungen an diesem Material scheinen Phasenkontrastanalysen mittels Talbot-Lau-basierter Computertomografie ein optimaler Ansatz.

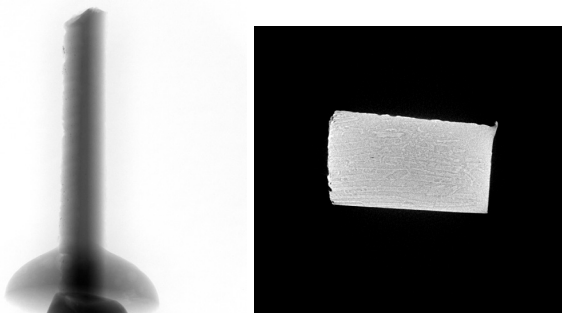


Abbildung 6.26: (*links*): Projektion im Absorptionskontrast, aufgenommen am IAM-WK.

(*rechts*): Schnitt des rekonstruierten Volumens.

Die innere Struktur der Probe ist in keinem der Bilder zu erkennen.

### 6.3.3 Kohlenstoffmatrix/Kohlenstofffaser-Verbundwerkstoff

Die Ergebnisse der am Institut für Medizintechnik an der TU München (IME-TUM) durchgeführten Analysen an kohlefaserverstärkten-Kohlenstoff Proben sind in den Abb. 6.27, 6.29 und 6.30 dargestellt. Dabei ist die würfelförmige Probe für Projektionen dargestellt, die um jeweils  $90^\circ$  um die Strahlachse verdreht sind. In Abb. 6.27 ist das Signal im Absorptionskontrast, in Abb. 6.28 im differentiellen Phasenkontrast, in Abb. 6.29 und 6.30 im Dunkelfeldkontrast gegeben, wobei die Probe bei letzterem in einem Winkel von  $45^\circ$  zwischen den Würfelflächen und dem Mittenstrahl orientiert ist. Alle Aufnahmen entstanden mittels Talbot-Lau Interferometer; es waren somit zu jedem Zeitpunkt Gitter im Strahlengang. Zu erkennen sind auf den Bildern neben der Probe selbst der Probenhalter aus Plastik sowie der stark absorbierende metallische Halter des Goniometers. Der verrauschte Bereich in den differentiellen Phasenkontrast- und Dunkelfeldaufnahmen stellt die Grenze des FOV dar, welches durch die Abmessungen des Analysatorgitters gegeben ist.

Im direkten Vergleich sind in den Dunkelfeldmessungen mehr Details der Probe erkennbar als in den Absorptionsanalysen. Abhängig vom Rotationswinkel der Probe um den Mittenstrahl schwankt die Intensität in den orientierten Schichten der Probe. Zudem sind bei den Ausrichtungen in Abb. 6.29 (c) und (d) hellere Streifen zu erkennen (gelbe Pfeile), die bei den Ausrichtungen in (a) und (b) nicht zu sehen sind. Die Filzschicht ist bei dieser Probenausrichtung nur in den schwächer streuenden (helleren) Schichten zu erkennen. Bei den Absorptionsanalysen ist dies nicht der Fall. Allerdings sind auch hier nicht alle neun Filzschichten erkennbar, wie es bei der Probenausrichtung in Abb. 6.30 der Fall ist. Die orientierten Schichten streuen hier kaum, wohingegen die Filzschichten deutlich zu erkennen sind. Im differentiellen Phasenkontrast sind hier am wenigsten Details zu erkennen.

Die richtungsabhängigen Streueigenschaften der Probe sind zusammenfassend in Abb. 6.31 dargestellt. Es handelt sich dabei um eine am IMETUM durchgeführte directional dark-field-Analyse (vgl. Abschnitt 2.3.5). Darin ist die Richtung der maximalen Streuung in der Probe anhand einer Farbskala dargestellt. Eine rote Färbung bedeutet hier beispielsweise, dass maximale Streuung in vertikaler Richtung vorliegt. Die Stärke der Streuung ist durch die Farbintensität gegeben. Entsprechend liegt an schwarzen Stellen überhaupt keine Streuung vor. Die Probe wurde für die Messung um die Strahlachse rotiert und bei 64 äquidistanten Winkeln hinsichtlich ihres Dunkelfeldsignals untersucht. Die weiteren Versuchsparameter entsprechen den in Abschnitt 5.3.2 gemachten Angaben.

Die für die Streueigenschaften der Probe verantwortlichen Strukturen sind die Porenetzwerke (siehe Abschnitt 3.1). Es ist somit auch unter Verwendung gewöhnlicher Absorptionstomografie möglich, die in diesem Abschnitt gewonnenen Informationen über die Gestalt der Poren zu erhalten. Allerdings erfordert dies eine Tomografie des gesamten Volumens, Segmentierung der Rekonstruktion nach Poren und Material und Auswertung der segmentierten Daten. Für dieselbe Aussage wurden bei der directional dark-field-Analyse lediglich 64 Projektionen im Dunkelfeldkontrast und eine Auswertung für die Ergebnisse in Abb. 6.31 benötigt, was deutlich weniger Aufwand darstellt.

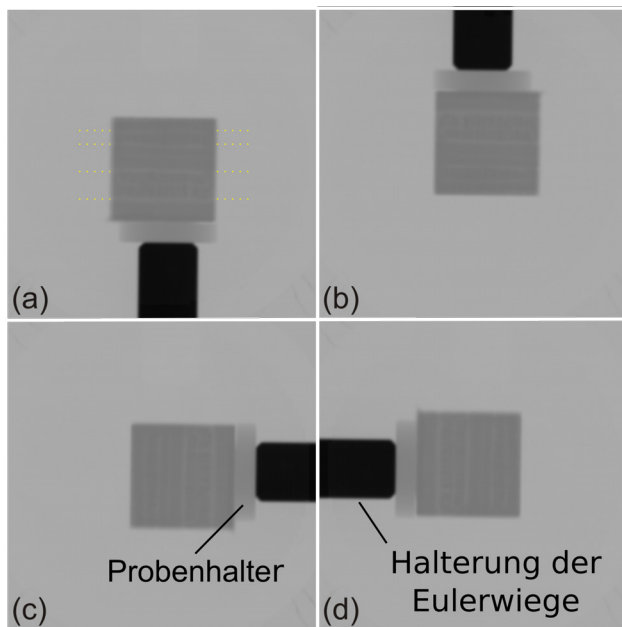


Abbildung 6.27: Projektionen im Absorptionskontrast einer kohlefaserverstärkten Kohlenstoffprobe in verschiedenen Ausrichtungen (a)-(d) zu den Gitterlamellen, welche jeweils vertikal verliefen. Bei den Aufnahmen handelt es sich um Projektionen, welche während Phasen- und Dunkelfeldkontrast-Aufnahmen gewonnen wurden. Die Gitter des Talbot-Lau Interferometers waren demnach im Strahlengang. Zu erkennen sind die aufgrund ihrer weniger dichten Packung helleren Filzschichten zwischen den Schichten orientierter Fasern (gelbe Markierung in (a)). Von den insgesamt neun Filzschichten sind dort allerdings nur vier erkennbar.

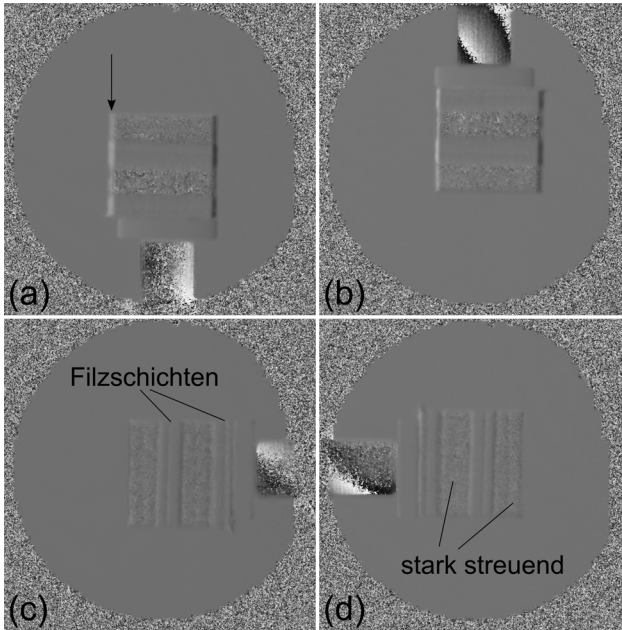


Abbildung 6.28: Projektionen im differentiellen Phasenkontrast der kohlefaserverstärkten Kohlenstoffprobe in verschiedenen Ausrichtungen (a)-(d) zu den Gitterlamellen, welche jeweils vertikal verliefen. Im Vergleich zu Abb. 6.27 ist der Informationsgehalt geringer. Die Filzschichten sind lediglich in den schwach streuenden Schichten zu erkennen (siehe Markierung in (c) und (d)). Die scheinbar unscharfen Kanten (Pfeil in (a)) resultieren von einer leichten Verdrehung des Würfels um die Halterung der Eulerwiege.

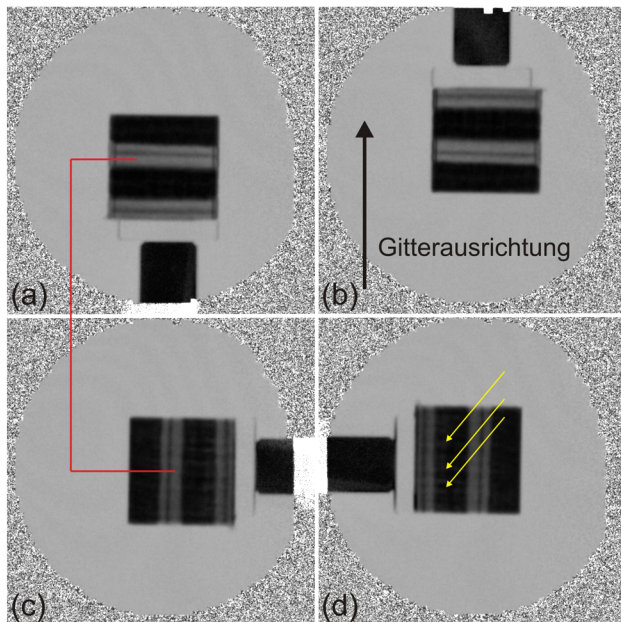


Abbildung 6.29: Projektionen im Dunkelfeldkontrast derselben kohlefaserverstärkten Kohlenstoffprobe wie in Abb. 6.27 in verschiedenen Ausrichtungen (a)-(d) zu den Gitterlamellen, welche jeweils vertikal verliefen (aus [MPB<sup>+</sup>14]). Zu sehen ist ein deutlicher Kontrastunterschied zwischen den Lagen unterschiedlich orientierter Fasern. Mit Rotation der Probe ändert sich zudem leicht der Kontrast in den schwächer streuenden Schichten (rote Markierung). Bei der Ausrichtung in (a) streut die markierte Schicht schwächer als bei der Position der Probe in (c); der Kontrast ist daher leicht schwächer. In (c) und (d) können zusätzlich dünne helle Streifen beobachtet werden, welche bei den Positionen in (a) und (b) nicht auftreten.

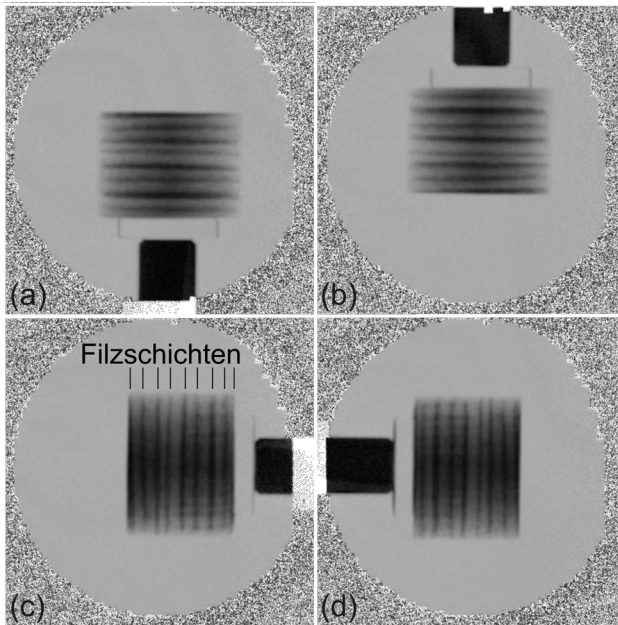


Abbildung 6.30: Projektionen der Probe aus Abb. 6.27 und 6.29 im Dunkel-feldkontrast in verschiedenen Ausrichtungen (a)-(d) zu den Gitterlamellen, welche jeweils vertikal verliefen (siehe auch [MPB<sup>+</sup>14]). Die Würfel­flächen waren bei diesen Aufnahmen 45° zum Mittenstrahl orientiert. Deutlich zu erkennen sind die stark streuenden Filzschichten im Gegensatz zu den bei dieser Probenausrichtung schwach streuenden Schichten der orientierten Fasern. Im Zusammenhang mit Abb. 6.29 macht dies den isotropen Charakter der Dunkelfeldanalyse deutlich. Mit dem verwendeten Gittersetup werden nur Kleinwinkelstreuungen senkrecht zur Lamellenlage in horizontaler Richtung detektiert.

Direction and Anisotropy of the Dark Field Signal

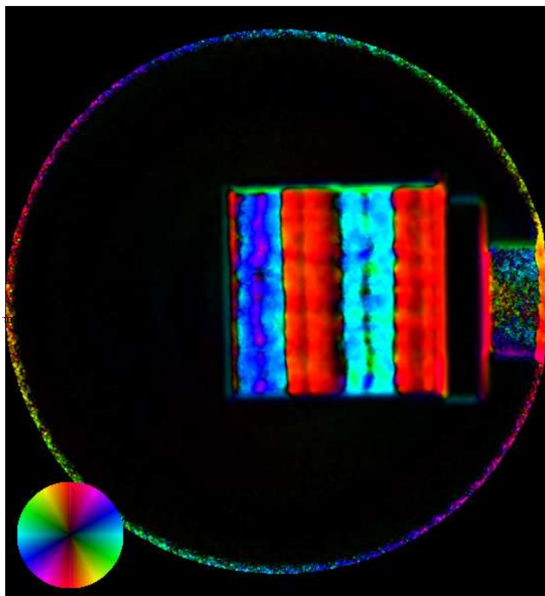


Abbildung 6.31: Directional dark-field-Aufnahme der kohlefaserverstärkten Kohlenstoffprobe. Die Streueigenschaften der Probe sind anhand der Farbskala unten links dargestellt. Diese gibt dabei die Richtung der maximalen Streuung an, während die Intensität der Stärke der Streuung entspricht. Im Bild können deutlich die Filzschichten (schwarz) von den Schichten isotroper Orientierung (rot und blau) unterschieden werden (Siehe dazu Abb. 6.29 (c)).



### 6.3.4 Reibkontaktmaterialien

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Untersuchungen an Reibkontaktmaterialien aufgeführt, die an der TU München (IMETUM) unter Verwendung der Gitter *0548-5*, *sub0581* und *sub0629* (siehe Abb. 6.22) aus dem Bestand des IAM-WK erzielt wurden.

Bei sämtlichen Messungen ist innerhalb des FOV an der rechten Seite ein verwaschter Bereich zu erkennen. Dies tritt sowohl im Absorptions-, als auch im Dunkelfeldkontrast auf. Dabei handelt es sich sehr wahrscheinlich um einen Abfall der Intensität, bedingt durch die Ausrichtung des Analysatorgitters. Die so entstehende Abschattung wirkt sich auf die Visibilitätsverteilung aus. Die in Abb. 6.22 dargestellte Visibilitätsverteilung liegt der Messreihe der Reibkontaktmaterialien zugrunde und weist an der besagten Stelle Visibilitäten um 10 % auf. Dies erklärt den verwaschten Bereich hinreichend.

Bei den untersuchten Proben, welche sowohl im Absorptions- als auch Dunkelfeldkontrast dargestellt sind, ist teilweise ein deutlicher Unterschied der Kontraste ersichtlich. Ausnahmen bilden *Grenzmuster High 4 unverpresst* in Abb. 6.32 sowie *Grenzmuster 0217 Low 3 verpresst* in Abb. 6.35. Diese erscheinen im Absorptionskontrast kontrastreicher als im Dunkelfeldkontrast. Jedoch sind die Grauwerte dieser beiden Proben relativ homogen, sodass dadurch kein unmittelbar erkennbarer Informationsverlust stattfindet. In Abb. 6.33 wurde die Dunkelfeldanalyse der Probe *D-0530-31 (Papier)* unter verdrehter Anordnung der Probe wiederholt. Dies geschah um eine eventuelle Richtungsabhängigkeit der Streueigenschaften festzustellen. Dies konnte allerdings bei keiner der anderen Proben beobachtet werden.

Die Vergleichsmessungen unter Verwendung des 2-Gitter-Aufbaus bei 33 keV Designenergie am IAM-WK an Probe *BW 6100 (Papier)* sind in Abb. 6.38 dargestellt. Wie aufgrund der geringen Ausgangsvisibilität zu erwarten war, ist die Detailerkennbarkeit im Vergleich zu den Messungen in den Abb. 6.32-6.37 weit geringer. Nur die am stärksten streuenden Bereiche der Probe (quadratische Muster) sind noch zu erkennen. Diese Messung führt nicht zu einem Zugewinn an Informationen.

Ähnlich wie die *directional dark-field imaging* (DDFI) Methode hat der Dunkelfeldkontrast gegenüber der gewöhnlichen Absorptionstomografie den Vorteil, bereits in der Radiographie Aussagen zu Poren im Material zu liefern. Während dieser Vorteil beim DDFI speziell in der Bewertung von anisotrop streuenden Materialien zum tragen kommt, kann im einfachen Dunkelfeldkontrast auf Porendichte und -größe geschlossen werden.

Die Ergebnisse der Messungen an den Reibkontaktmaterialien hat gezeigt, dass ein probenabhängiges Dunkelfeldsignal vorliegt. Aufgrund des Aufbaus der Materialien aus kohlenstoffbasierten Komponenten (z.B. Carbon, Papier, Harz - siehe auch Abschnitt 3.3) ist es am wahrscheinlichsten, dass Poren die Streukörper sind, da die Grenzfläche Luft-Kohlenstoff eher eine Inhomogenität darstellt als Grenzflächen zwischen zwei kohlenstoffbasierten Materialien. Der Vergleich von Reibkontaktmaterialien nach einer definierten Benutzungsdauer mit noch unbenutzten, ist somit ein möglicher Anwendungsfall der Radiografie im Dunkelfeldkontrast. Im Vergleich zur Tomografie im Absorptionskontrast ist eine große Zeitersparnis möglich.

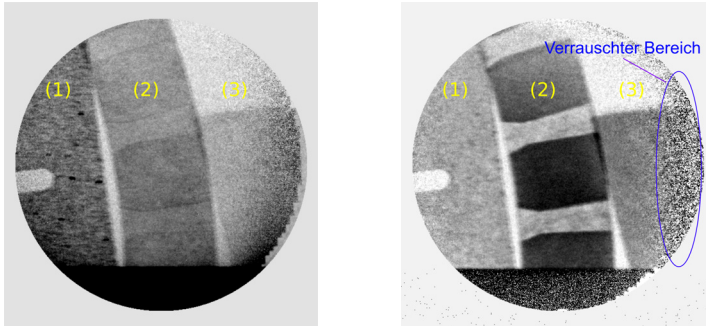


Abbildung 6.32: (*Probe 1*): Grenzmuster High 4 unverpresst (*Probe 2*): D-0-530-31 (Papier) (*Probe 3*): HC100.3 (Carbon).  
Im Bild links ist der Absorptions-, im Bild rechts der Dunkelfeldkontrast zu sehen. Die Lamellen des Analysatorgitters waren dabei vertikal ausgerichtet.

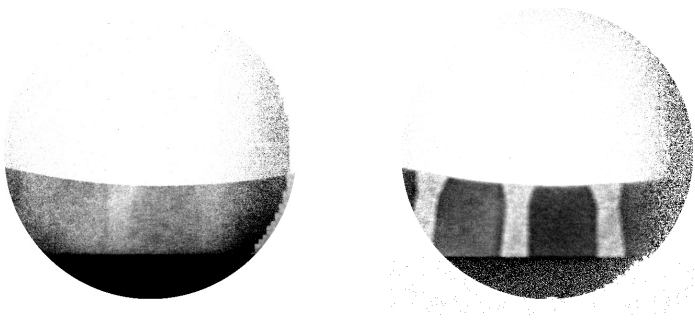


Abbildung 6.33: (*Probe*):D-0530-31 (Papier). Ziel der Messung war die Überprüfung richtungsabhängiger Streueigenschaften. Diese waren nicht zu beobachten. Im Bild links ist der Absorptions-, im Bild rechts der Dunkelfeldkontrast zu sehen. Die Lamellen des Analysatorgitters waren dabei vertikal ausgerichtet.

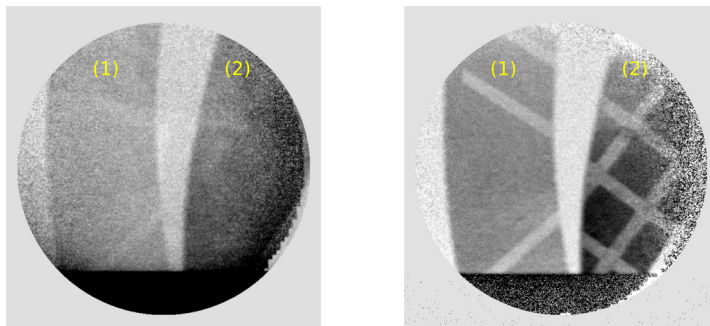


Abbildung 6.34: (*Probe 1*): BW 4329 (Papier), (*Probe 2*): BW 6100 (Papier). Im Bild links ist der Absorptions-, im Bild rechts der Dunkelfeldkontrast zu sehen. Die Lamellen des Analysatorgitters waren vertikal ausgerichtet.

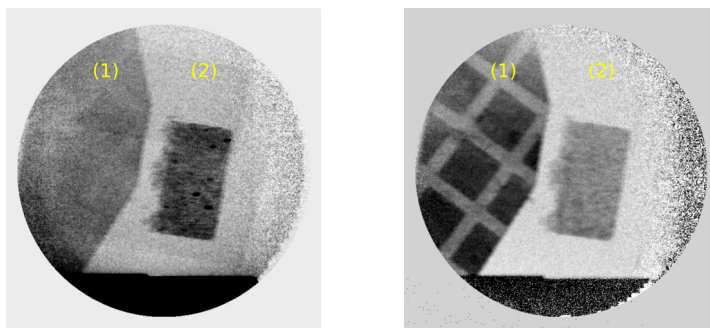


Abbildung 6.35: (*Probe 1*): BW 6100 (Papier), (*Probe 2*): Grenzmuster 0217 Low 3 verpresst. Im Bild links ist der Absorptions-, im Bild rechts der Dunkelfeldkontrast zu sehen. Die Lamellen des Analysatorgitters waren vertikal ausgerichtet.

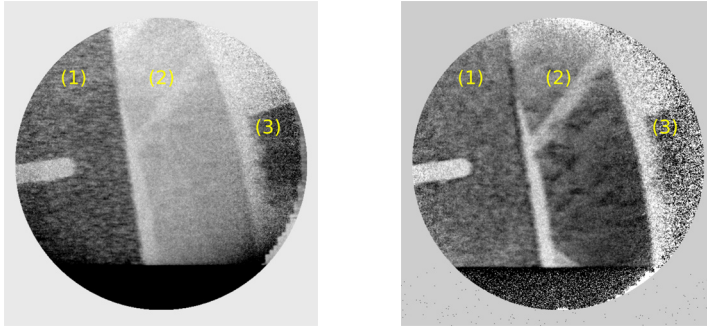


Abbildung 6.36: (*Probe 1*): Serie 222720 unverpresst, (*Probe 2*): BW 6500 (Papier mit Muschelkalk) (*Probe 3*): Grenzmuster 0214 high 3. Aufgrund der geringen Visibilität am rechten Bildrand kann diese Probe allerdings nicht beurteilt werden. Im Bild links ist der Absorptions-, im Bild rechts der Dunkelfeldkontrast zu sehen. Die Lamellen des Analysatorgitters waren dabei vertikal ausgerichtet.

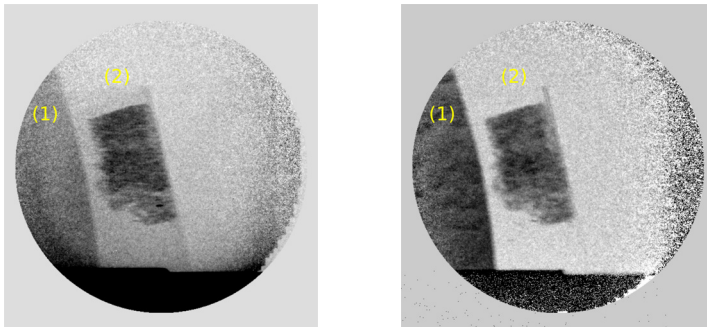


Abbildung 6.37: Analyse von *Probe 2*: Grenzmuster 0214 high 3 im Bereich hoher Visibilität (*Probe 3* in Abb. 6.36). Links ist *Probe 1*: BW 6500 (Papier mit Muschelkalk) zu erkennen. Im linken Bild ist der Absorptions-, im Bild rechts der Dunkelfeldkontrast zu sehen. Die Lamellen des Analysatorgitters waren dabei vertikal ausgerichtet.

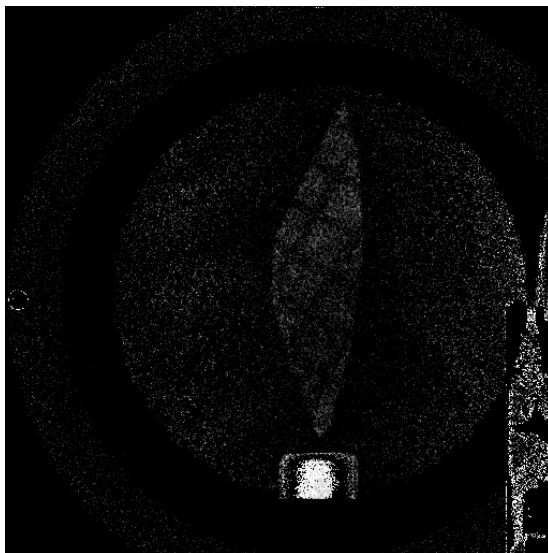


Abbildung 6.38: Aufnahme der Probe *BW 6100 (Papier)* im Dunkelfeldkontrast unter Verwendung des 33 keV-Aufbaus ohne Quellgitter. Beschleunigungsspannung waren 90 kV bei 0,02 mA Röhrenstrom und Fokussierung im Nanofokus. Die grobe Gestalt der Probe ist zu erkennen. Aufgrund der geringen Ausgangsvisibilität von ca. 5 % (siehe Abb. 6.9) ist der mögliche Kontrast stark eingeschränkt.

## 7 Diskussion

### 7.1 Visibilität

#### 7.1.1 2-Gitter-Aufbauten

Die erreichten Visibilitäten der 2-Gitter-Aufbauten bei Designenergien von 20 keV, 33 keV und 50 keV bewegten sich im einstelligen Prozentbereich mit einer maximalen Visibilität von 9 % bei 20 keV. Gegenwärtig ist kein 2-Gitter-Labora Aufbau mit einer Mikrofokusröhre als Strahlungsquelle bekannt, der signifikant höhere Visibilitäten bei vergleichbarem field of view erzielt.

Die Gründe hierfür sind in der Quelle selbst zu suchen: Die Größe des Brennflecks im Sinne der Halbwertsbreite des gaußförmigen Strahlprofils ist, wie in Gl. 2.36 beschrieben, verantwortlich für das Verschmieren des Interferenzmusters und den damit einhergehenden Abfall der Visibilität. Die gemäß dieser Formel erwarteten Visibilitäten der derzeit verfügbaren 2-Gitter-Aufbauten sind in Abb. 7.1 eingezeichnet, wobei von der gemessenen minimalen Brennfleckgröße von  $3 \mu\text{m}$  ausgegangen wurde. Zum Vergleich sind außerdem die zu erwartenden Visibilitäten bei einer Brennfleckgröße von  $1 \mu\text{m}$  eingezeichnet. Die für  $s=3 \mu\text{m}$  zu erwartenden Visibilitäten stimmen sehr gut mit den tatsächlich gemessenen Werten bei den 2-Gitter-Aufbauten überein (siehe Tabelle 6.1 und 7.1), wenn noch in Betracht gezogen wird, dass bei der zugrunde liegenden Formel nur die Geometrie betrachtet wird. Die Kohärenz, das Spektrum und die Stabilität der Quelle, das sowie das Signal-Rausch-Verhältnis gehen beispielsweise nicht mit ein. Die erwartete Visibilität des 50 keV-2-Gitteraufbaus liegt bei  $0,9 w/p_2$  und ist nicht abgebildet.

Die in Gleichung 2.23 geforderte maximale Brennfleckgröße bezieht sich zudem auf den Absolutwert, nicht auf die Halbwertsbreite des Gauß'schen Strahlprofils. Ebenso stellt sie lediglich den maximalen Durchmesser dar, unter dem gerade noch Interferenzen zu beobachten sind (siehe Abschnitt 2.1.2). Wie aus Gl. 2.14, 2.15, 2.17 und 2.18 ersichtlich, ist für eine quantitative Abschätzung der Visibilität ebenso die Beschreibung der Kohärenz der Quelle notwendig.

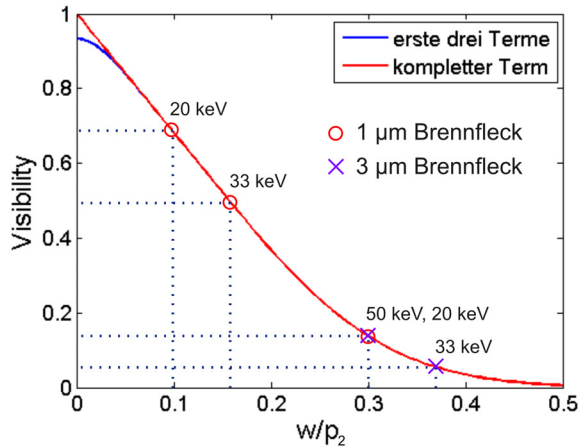


Abbildung 7.1: Abschätzung der Visibilitäten der am IAM-WK verfügbaren 2-Gitter-Aufbauten in Abhängigkeit der auf das Analysatorgitter projizierten Quellgröße  $w = sd/l$ , normiert auf die Periode des Absorbergitters  $p_2$  gemäß Gl. 2.36. Eingezeichnet sind abgeschätzte Visibilitäten der theoretisch verfügbaren 2-Gitter-Setups. Es wurde von einer Brennfleckgröße von  $1 \mu\text{m}$  ausgegangen. Hierbei ist allerdings lediglich die durch die gaußförmige Intensitätsverteilung der Quelle verursachte Verschmierung des Interferenzmusters berücksichtigt. Andere Faktoren, wie z.B. Kohärenz der Strahlung, Signal-Rausch Verhältnis etc. gehen nicht ein.



Im selben Maße haben das Signal-Rausch-Verhältnis sowie die Stabilität der Quelle einen Einfluss. Eine quantitative Vorhersage erfordert demnach eine Berücksichtigung der folgenden Faktoren: Gauß'sches Profil des Brennflecks, Kohärenz und Stabilität der Quelle, SNR. Die in Abb. 2.11 dargestellten Werte stellen somit zwar einen Idealfall dar, spiegeln die erhaltenen Werte jedoch gut wider.

Designenergie	gemessene Visibilität	abgeschätzte Visibilität
20 keV	9%	12%
33 keV	6%	8%
50 keV	6%	ca. 1%

Tabelle 7.1: Vergleich der gemessenen maximalen Visibilitäten der 2-Gitter-Aufbauten mit den mittels Gl. 2.36 abgeschätzten Werten. Für die Abschätzung wurde eine Brennfleckgröße von  $3 \mu\text{m}$  angenommen.

### 7.1.2 3-Gitter-Aufbau

Die beobachteten Visibilitäten beim 3-Gitter-Aufbau am IAM-WK unterscheiden sich mit lokalen Spitzenwerten von 11 % im Betrag nicht maßgeblich von denen der 2-Gitter-Aufbauten.

Die Gründe hierfür lassen sich anhand eines äquivalenten Aufbaus bei Projektpartnern an der TU München, mit dem mittlere Visibilitäten von über 20 % realisiert wurden, eingrenzen. Zudem konnte in Testmessungen dort nachgewiesen werden, dass mit den am IAM-WK vorhandenen Gittern im 33 keV-3-Gitter-Aufbau mittlere Visibilitäten von 25 % und lokale Spitzenwerte von über 30 % erzielt werden können. Fehler in den Gittern als Ursache für diese Unterschiede konnten somit ausgeschlossen werden.

Damit kommen als Fehlerquellen noch in Frage:

- die Positionierung der Gitter
- Fehler bei der Auswertung
- der Detektor
- die Strahlungsquelle.

Die Positionierung, bzw. das Steppen des Gitters erfolgt mittels eines geregelten Piezos. Die absolute Position ist somit zu jedem Zeitpunkt durch den kapazitiven Sensor bekannt. Die mechanische Stabilität und der etwaige Einfluss externer Schwingungen wurde durch das Beobachten des reflektierten Interferenzmusters eines auf das Phasengitter gerichteten Laserstrahls überprüft. Bei einer Wegstrecke des Gesamtstrahls von ca. 3 m konnte kein Schwingen des Gitters festgestellt werden.

Ein Fehler bei der Auswertung ist ausgeschlossen. Die Intensitätsverläufe beim Steppen wurden in einigen Pixelreihen überprüft (siehe Abb. 6.12). Die erwarteten sinusartigen Verläufe sind sowohl bei den 2-Gitter-Aufbauten als auch beim 3-Gitter-Aufbau erkennbar. Ebenso passen die beobachteten Amplituden zu den mittels Fast-Fourier-Transformation ermittelten Visibilitäten (MATLAB-Code in Abb. 5.7).

Eine zu hohe Pixelgröße bzw. mangelnde Sensitivität des Detektors fällt weg, da bei dem äquivalenten 3-Gitter-Aufbau an der TU München ein Detektor mit einer Pixelgröße von  $127 \mu\text{m}$  verwendet und Visibilitäten von über 20 % erzielt werden. Die Pixelgröße des verwendeten Detektors am IAM-WK ist mit  $200 \mu\text{m}$  zwar höher, jedoch verfügen beide über CsI als Szintillatormaterial. Die Schutzabdeckung des Perkin-Elmer besteht zudem aus schwach absorbierenden Carbon. Eine ungewollte Filterung der Strahlung, wie sie bei den untersuchten Designenergien bei Al-Schutzabdeckungen auftreten könnte, ist somit nicht gegeben.

Seitens der Quelle sind generell mehrere Faktoren für das optimale Funktionieren des Talbot-Lau Interferometers maßgeblich. Während für 2-Gitter-Aufbauten eine minimale Brennfleckgröße essentiell ist, kann dies beim 3-Gitter-Aufbau sogar von Nachteil sein. Der Grund hierfür ist, dass bei zu kleinen Brennfleckgrößen die Lamellen und Stützstellen des Quellgitters abgebildet werden (siehe Abb. 6.15 und 6.19), was sich nachträglich auf die Visibilität auswirken kann. Dem kann durch eine Vergrößerung des Abstands zwischen Quelle und Quellgitter oder einem größeren Brennfleck begegnet werden. Aufgrund des räumlich auf 1,44 m zwischen Detektor und Röhre eingeschränkten Platzes und Gitterabständen von  $L = d = 66,9 \text{ cm}$  stehen am IAM-WK noch  $144 \text{ cm} - (l + d) = 10,2 \text{ cm}$  Distanz zur Verfügung. Aufgrund der Breite der Aluminiumprofile, auf denen die Gitter montiert sind, kann diese Distanz jedoch nicht voll ausgeschöpft werden<sup>1</sup>.

Ein ausgedehnter Brennfleck wäre in dieser Hinsicht eine Alternative. Die Transmissions-Mikrofokusröhre ist generell jedoch für möglichst kleine Fokus-

---

<sup>1</sup>Das Absorbergitter kann nicht beliebig nahe am Detektor positioniert werden.

größen ausgelegt. Mittels der Steuersoftware der Röhre kann der Brennfleck vergrößert werden, was die höchsten Visibilitäten erbrachte, die in der vorliegenden Arbeit ermittelt wurden (siehe Abb. 6.20). Es ist allerdings Gegenstand aktueller Forschung im VI-NRMM, inwiefern die Kohärenz der Quelle trotz Verwendung eines Quellgitters noch Einfluss auf die erzielbaren Visibilitäten hat.

Weiterhin ist die Stabilität des Brennflecks von großer Wichtigkeit. Dies liegt darin begründet, dass eine Bewegung des Brennflecks senkrecht zur Richtung der Gitterlamellen einer Bewegung des Interferenzmusters in der gleichen Richtung entspricht. Dies lässt sich im Betrieb nicht vom regulären Steppen der Gitter unterscheiden. Überlagern sich beide Mechanismen, wird somit das Messergebnis verfälscht. Gleichermaßen kann jedoch auf eine Bewegung des Brennflecks geschlossen werden, wenn bei ruhendem Piezo-Stepper dennoch eine Bewegung des Interferenzmusters zu beobachten ist. Dies war bei den im Rahmen der Arbeit durchgeführten Experimenten teilweise der Fall.

Um den Einfluss dieser Bewegung abzuschätzen, kann von einer fiktiven Quellvergrößerung ausgegangen werden. Diese entspricht der als gleichmäßig angenommenen Driftgeschwindigkeit der Quelle  $v_S$  mal der Belichtungszeit einer einzelnen Aufnahme  $t_{single}$  während des Verfahrens des Phasengitters. Verwendet man diese fiktiven Quellgröße  $s_{fiktiv} = v_S \cdot t_{single}$  in Gleichung 2.36, erschließt sich der Einfluss der Driftgeschwindigkeit der Quelle. Läge beispielsweise bei dem in Abb. 7.1 dargestellten Fall des 20 keV-2-Gitter-Aufbaus bei einer Brennfleckgröße von  $3 \mu\text{m}$  ein Drift von  $0,1 \mu\text{m/s}$  vor, dann würde die fiktive Quellgröße bei einer Belichtungszeit von  $1 \text{ s}$   $s_{fiktiv} = 3,1 \mu\text{m}$  betragen. Dies entspräche einer fiktiven Vergrößerung um den Faktor 1,034.  $w/p_2$  würde sich in diesem Beispiel dann von 0,3 auf 0,31 verschieben, was einer Verschlechterung der Visibilität von 1 bis 2% entspräche. Umgekehrt würde unter diesen Annahmen eine Verschlechterung der Visibilität von 20 % auf 10 % einer fiktiven Quellvergrößerung von ca. 18 % entsprechen. Geht man weiterhin von einer fiktiven Quellgröße von  $3 \mu\text{m}$  aus, entspräche dies bei einer Belichtungszeit von  $1 \text{ s}$  einer tatsächlichen Brennfleckgröße von  $2,54 \mu\text{m}$  und einer Driftgeschwindigkeit von  $0,46 \mu\text{m/s}$ .

Gegen diesen Ansatz spricht zunächst, dass die Ergebnisse mit steigender Belichtungszeit tendenziell höhere Visibilitäten aufwiesen. Jedoch wurde bei den hier angestellten Überlegungen von einer konstanten Driftgeschwindigkeit  $v_S$  des Brennflecks ausgegangen. Für den Fall einer zufälligen oder oszillierenden Bewegung kann die Annahme aufrecht erhalten werden. Die fiktive Brennfleckgröße entspricht dann der doppelten Amplitude bzw. der Varianz.

Der Hersteller Yxlon hat einen Drift des Brennflecks eingeräumt. Dieser sei systembedingt und Abhilfemaßnahmen seien angedacht: Zum einen soll an Röhrenköpfen neuer Generation eine Kühlung der Spulen erfolgen. Zum anderen soll der verbleibende Drift erfasst und softwareseitig in den Projektionen korrigiert werden.

Trivialer ist die Problematik, wenn nicht die spezifizierte Leistung auf dem Target ankommt. Dies kann z.B. durch Fehler beim Ablenken des Elektronenstrahls in der Röhre herbeigeführt werden. Durch den verminderten Fluss wird das Signal-Rausch-Verhältnis schlechter, was eine Erhöhung der Zählzeit bzw. eine Verschlechterung der Visibilität bedingt. Dies konnte bei der Röhre am IAM-WK mitunter beobachtet werden. Der Targetstrom und der Strom, welcher am Filament austritt, unterscheiden sich in diesem Fall beträchtlich. Normal sind Abweichungen von bis zu 20 %, welche jedoch vereinzelt überschritten wurden. Dies führt zu sehr geringen und verrauschten Visibilitäten wie sie in Abb. 6.17 zu beobachten sind.

Das Spektrum der Quelle spielt eine Rolle für die Visibilität, da nur Röntgenstrahlen von der Designenergie des Interferometers zur Visibilität beitragen. Andere Wellenlängen stellen in diesem Fall ein Störsignal dar und verringern die Visibilität dahingehend, dass sie dennoch die Gesamtintensität erhöhen (siehe Gl. 2.12). Die Gestalt der in Abschnitt 6.1 gezeigten Spektren lässt jedoch nicht auf einen verminderten Fluss bei den Interferometer-Energien der umgesetzten Aufbauten zwischen 20 und 50 keV schließen. Der quantitative Einfluss der Spektren hinsichtlich der damit zu erwartenden Visibilitäten bei den jeweiligen Aufbauten sollte Gegenstand zukünftiger Arbeiten sein.

Die erzielten Visibilitäten von maximal 11 % waren bis zuletzt nicht ausreichend für Phasen- oder Dunkelfeldanalysen am IAM-WK. Erfahrungsgemäß werden Visibilitäten von mindestens 20 % für Materialanalysen benötigt. Dies ist exemplarisch in Abb. 6.38 dargestellt. Die Gestalt der Probe ist zu erkennen; es handelt sich dabei um eine Probe aus Reibkontaktmaterial (BW 6100, Papier) aus Abb. 6.34). Das Material hebt sich dabei von der Intensität nicht stark vom Rauschen ab. Dies liegt darin begründet, dass die eingebrachte Probe die Visibilität lokal verringert. Der erzielbare Kontrast entspricht im Dunkelfeldkontrast dem Rückgang der Visibilität. Da kaum Ausgangsvisibilität vorliegt, entspricht jegliche Abnahme einem kompletten Verlust an Signal. Es kann also nicht zwischen unterschiedlich stark streuenden Bereichen differenziert werden, was die binäre Gestalt in Abb. 6.38 erklärt.

Primärziel weiterer Arbeiten ist somit das Erreichen von Visibilitäten von mindestens 20 % mittels eines 3-Gitter-Aufbaus. Optimierungen an der Quelle, scheinen dafür der erfolgversprechendste Ansatz zu sein. Dabei muss im Spe-

ziellen der Einfluss der Brennfleckgröße bei 3-Gitter-Aufbauten und der Drift des Brennflecks untersucht werden. Erste Tests mit einer neuen Mikrofokusröhre, welche herstellerseitig getauscht wurde, ließen bereits auf eine höhere Stabilität des Brennflecks schließen.

## 7.2 Anwendungen in der Materialwissenschaft

Tomografie und Radiografie im Phasenkontrast mittels Talbot-Lau Interferometer und Laborquellen sind gegenwärtig hinsichtlich field of view und Auflösung beschränkt. Kommerziell erhältliche Computertomografen verfügen über höhere Auflösungen und erlauben die Messung größerer Proben und Bauteile, als es mit aktuellen gitterbasierten DPC und DCI-Aufbauten möglich ist. Ebenso überschreiten die Designenergien der Talbot-Lau Interferometer 50 keV derzeit noch nicht maßgeblich. So sind Untersuchungen an stark absorbierenden Materialien wie Stählen und vielen Hochtemperaturlegierungen (z.B. auf Ni-, Mo-, Nb-Basis) aufgrund der Durchstrahlbarkeit bzw. den Einschränkungen hinsichtlich der Dicke der zu untersuchenden Proben nicht praktikabel. Im Einzelfall muss für jedes Material, basierend auf dem jeweiligen Absorptionskoeffizienten, abgeschätzt werden, welche Probenabmessungen tolerabel sind<sup>2</sup>. Ähnlich verhält es sich bei der Abbildung kleiner Strukturen wie z.B. Fasern oder teilweise Körnern, welche Auflösungen im Mikrometerbereich erfordern.

Das Gebiet, auf dem Phasen- und Dunkelfeldkontrastanalysen mittels Talbot-Lau Interferometer Absorptions-CTs überlegen sind, ist derzeit bei leicht durchstrahlbaren Materialien zu suchen. Die Fragestellung muss anhand kleiner Proben beantwortbar sein, wobei die aufzulösenden Details verhältnismäßig groß sein sollten. Quantitativ sind Maximalabmessungen und Minimaldetailgrößen von den jeweiligen Aufbauten abhängig. Die Minimalabmessung lässt sich explizit angeben:

$$\frac{SDD}{SOD} \cdot x_{Probe} \leq \frac{SDD}{l+d} \cdot x_{Abs}. \quad (7.1)$$

$SDD$  ist der Abstand der Quelle zum Detektor,  $SOD$  der Abstand der Quelle zur Probe und  $x$  die Abmessung von Probe  $x_{Probe}$  bzw. Absorbergitter  $x_{Abs}$  in einer Richtung.  $l$  und  $d$  sind der Abstand des Phasengitters zur Quelle und der Talbot-Abstand des Aufbaus. Der rechte Teil der Ungleichung entspricht dabei

<sup>2</sup> 2 mm Stahl, bzw. metallisches Glas (50 Ma.% Ni, Cu, Nb, weitere) konnten bei einer Designenergie von 45 keV bei der vorliegenden Arbeit nicht durchstrahlt werden.

dem FOV am Detektor. Die Auflösbarkeit der Details lässt sich dahingehend abschätzen, dass die minimale Detailgröße projiziert auf den Detektor sich auf mehrere Pixel verteilt. Also:

$$\frac{SDD}{SOD} \cdot x_{Detail} \geq n \cdot x_{Pixel}, \quad (7.2)$$

wobei  $n$  der Anzahl an Pixeln entspricht um das aufzulösende Detail ausreichend darzustellen.  $x$  ist äquivalent zu Gl. 7.1 der Abmessung des aufzulösenden Details bzw. der Pixelabmessung in der gleichen Richtung. Für die umsetzbaren Aufbauten sind in Tabelle 7.2 die nach Gl. 7.1 und 7.2 gegebenen Grenzwerte gegeben, wobei eine Probe mit  $x_{Probe} = 5\text{mm}$  und  $n = 10$  Pixeln (bei einer Pixelgröße von  $200\ \mu\text{m}$ ) für die Darstellung eines Proben-details angenommen wurde. Die Abmessung des Absorbergitters  $x_{Abs}$  betrug  $10\ \text{cm}$ .

Designenergie	SDD/SOD <sub>max</sub>	$x_{Detail,min}$ [mm]
20 keV	21,4	0,093
33 keV	21,5	0,093
50 keV	22,0	0,091

Tabelle 7.2: Theoretische maximale Vergrößerung SDD/SOD<sub>max</sub> und minimale Detailerkennbarkeit  $x_{Detail,min}$  der Aufbauten am IAM-WK. Es wurde von einer Probe mit  $x_{Probe}=5\ \text{mm}$  ausgegangen und  $n=10$  Pixel als notwendig zur Auflösung eines Details angenommen.

Unter Verwendung von Parallelstrahlung am Synchrotron entspricht das field of view einfach der Fläche des Absorbergitters oder des Detektors - je nachdem, welche der beiden Flächen kleiner ausfällt. Durch den höheren Fluss ist es zudem prinzipiell möglich, sehr hochauflösende Detektorsysteme zu verwenden. Bedingt durch die geringe effektive Pixelgröße wird die Detektorfläche potentiell der einschränkende Faktor des FOV.

### 7.2.1 Phasenkontrast

Die Ergebnisse der in Abschnitt 6.3 gezeigten Messungen sind gute Demonstratoren für die Anwendbarkeit von gitterbasierten Phasenkontrastanalysen an

materialwissenschaftlich relevanten Proben. Der Metall-Matrix-Keramik Verbund aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{AlSi12}$  ermöglicht Probendicken von ca. 3 mm bei einer Designenergie von 45 keV. Die minimale Detailgröße beträgt um die 100  $\mu\text{m}$ . Wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, basiert das Modell zur Berechnung der effektiven elastischen Konstanten des Komposits auf der Annahme paralleler, nicht verbundener Lamellen. Die Rohdaten für die Berechnungen werden dabei anhand metallografischer Schlitte ermittelt. Während ein Verfahren, basierend auf einem Finite-Elemente-Modell der Realstruktur des Materials, offensichtlich das exakteste Verfahren darstellt, wurden absorptionsbasierte tomografische Analysen durch den mangelnden Kontrast zwischen den beteiligten Materialien erschwert. Dies wurde anhand einer Vergleichsmessung an dem am IAM-WK vorhandenen, kommerziell erhältlichen Absorptions-CT an derselben Probe überprüft (siehe Abschnitt 6.3.2 und Abb. 6.26). Eine Segmentierung der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und der  $\text{AlSi12}$ -Phase aus diesen Messdaten ist nicht möglich. Die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse stellen eine bessere Grundlage für die Segmentierung der beiden Phasen dar und geben somit eine Grundlage für Finite-Elemente-Simulationen, basierend auf der tatsächlichen Struktur des Materials. Wie in Abb. 7.2 gezeigt, treten in der Probe tatsächlich Abweichungen von den in  $[\text{ZNR}^{+09}]$  und  $[\text{ZN10}]$  getroffenen Annahmen auf. Es sind Sinterbrücken zwischen den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Lamellen zu erkennen sowie Kavitäten innerhalb der Lamellen. Es ist davon auszugehen, dass diese Realstruktur ein anderes mechanisches Verhalten aufweist als das bislang idealisierte Modell.

Eine Untersuchung unter Verwendung monochromatischer Synchrotronstrahlung könnte zwar ebenfalls den Kontrast der beiden Materialien verbessern, jedoch ist dies aufgrund des beschränkten Zugangs zu Synchrotron-Strahlungsquellen keine Alternative. Labormessungen im Phasenkontrast mittels Talbot-Lau Interferometer scheinen für diese materialwissenschaftliche Fragestellung eine optimale Analyseverfahren zu sein.

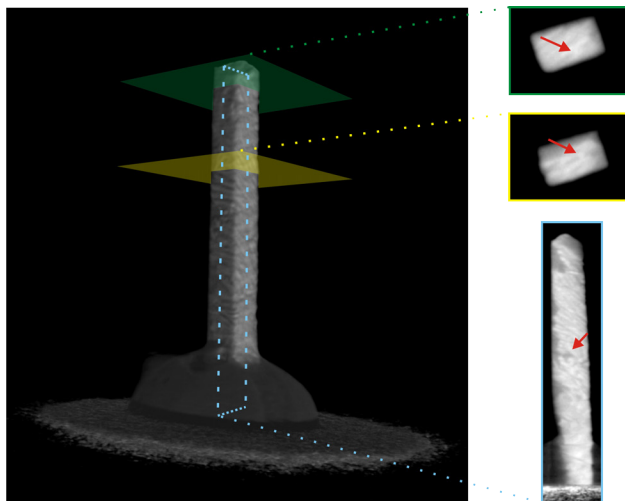


Abbildung 7.2: Gerendertes Volumen des Phasenkontrast-Signals der an TU München gemessenen MMC-Probe aus [MPG<sup>+</sup>15]. In den Querschnitten rechts sind exemplarisch Stellen in der Probe dargestellt, welche nicht in den bislang für die Berechnung der effektiven mechanischen Kennwerte getroffenen Annahmen berücksichtigt werden können: In den beiden Querschnitten (gelb und grün) sind Sinterbrücken zwischen den Keramik-Lamellen zu erkennen. Im Längsschnitt (blau) ist eine Kavität in einer der Lamellen markiert.



### 7.2.2 Dunkelfeldkontrast

Die Anwendbarkeit von Dunkelfeldanalysen in der Materialwissenschaft wurde unter anderem bereits von [KPR12] und [YPG<sup>+</sup>14] demonstriert. Der besondere Nutzen der Methode liegt dabei in der Möglichkeit, Strukturdetails in der Größenordnung der verwendeten Gitterperioden zu analysieren, ohne diese Details zwingend auflösen zu können. So kann beispielsweise die Anwesenheit von Riss- oder Porennetzwerken in Proben und Bauteilen nachgewiesen werden, vorausgesetzt diese Strukturen erstrecken sich über einen Bereich, der aufgelöst werden kann. Zur Detektion einzelner Poren oder Risse sind auch im Dunkelfeldkontrast höhere Auflösungen erforderlich. Die Suche nach Defekten wird jedoch prinzipiell dadurch erleichtert, dass weit größere Bereiche der Bauteile auf einmal abgebildet werden können, als die eigentliche Defektgeometrie erfordern würde.

In ähnlicher Weise können Änderungen der Porenstruktur charakterisiert werden. In [YPG<sup>+</sup>14] geschieht dies durch Eindiffundieren von Wasser, was die Streueigenschaften der Poren in den Proben vermindert. Das Dunkelfeldsignal wird schwächer. Auf dieselbe Art und Weise könnte dies zur Charakterisierung des Zuschmierens der in Abschnitt 3.3 beschriebenen Reibkontaktmaterialien geschehen, da das Einlagern von Kühlmittel (z.B. Öl) auch hier die Streueigenschaften verändert. Die in Abschnitt 6.3.4 gezeigten Ergebnisse, welche demonstrieren, dass die Reibkontaktmaterialien ein deutliches Signal im Dunkelfeldkontrast aufweisen, sind somit der Grundstein für zukünftige Messreihen.

Es muss allerdings berücksichtigt werden, dass das Dunkelfeldsignal nicht unabhängig vom Aufbau quantitativ interpretiert werden kann. In [BBD<sup>+</sup>10] und [Str14] sind Ansätze zur quantitativen Interpretation des Dunkelfelds gegeben. Andernfalls müssen bei Messreihen im Einzelfall Referenzmessungen durchgeführt werden, da ein gegebener Grauwert nicht eindeutig einem bestimmten Maß an Kleinwinkelstreuung zugeordnet werden kann. Wenn beispielsweise Veränderungen in einem Porennetzwerk untersucht werden, so müssen diese ohne quantitative Auswertung jeweils z.B. auf den Ausgangszustand bezogen betrachtet werden.

Diese Grundvoraussetzungen gelten prinzipiell auch für die Tensortomografie, wengleich die Vorteile einer schnellen Überblicksmessung, wie es bei der Radiografie möglich ist, hier noch nicht gegeben sind. Der Hauptnutzen der Methode liegt in der Detektion von Vorzugsorientierungen der Streukörper in einer Probe, wie z.B. Faserorientierungen. Da lokale Abweichungen von der Orientierung, beispielsweise in Ecken oder Kanten bei sheet moulding

compounds (nicht im Rahmen dieser Arbeit untersucht), teils nur geringe Abmessungen haben, ist das Verfahren hierfür aufgrund der momentan noch beschränkten Auflösungen (siehe Abschätzungen in Tabelle 7.2) nicht optimal. Ähnlich wie bei der Tomografie im Phasenkontrast an Laborquellen können kleine Proben mit großen Bereichen gleicher Orientierung am unkompliziertesten untersucht werden (siehe auch Gl. 7.1 und 7.2 sowie Tabelle 7.2).

### 7.3 Umsetzbare Designenergien und Auflösungen

Viele der Begrenzungen der Computertomografie im Phasen- und Dunkelfeldkontrast unter Verwendung eines Talbot-Lau Interferometers hängen mit der Umsetzbarkeit entsprechender Gitter zusammen. Ein Aspekt ist dabei die erzielbare Fläche des Analysatorgitters, welche maßgeblich das FOV bestimmt. Bei vielen gegenwärtigen Aufbauten ist diese Fläche durch die Abmessungen der verwendeten Wafer gegeben. In [MAW<sup>+</sup>14] wird jedoch das Ausrichten und Zusammenfügen mehrerer Gitter als eine Möglichkeit zur Vergrößerung des FOV vorgestellt.

Die Designenergie der Interferometer ist durch die Lamellenhöhe bzw. das notwendige Aspektverhältnis beim Analysator gegeben. So müssen einerseits die Lamellen hoch genug sein, um sämtliche Strahlung der gewünschten Designenergie zu absorbieren. Andererseits kann die Gitterperiode nicht beliebig groß gewählt werden, da ansonsten die Ablenkung des Interferenzmusters im Vergleich zu klein wird und nicht mehr oder zumindest schwerer detektierbar ist. Dies ist seitens der Gitterherstellung ein Problem. Mit steigendem Aspektverhältnis werden die noch nicht entwickelten Fotolackstrukturen instabiler. Zudem kann es, ausgelöst durch Sekundärelektronen, bei zu kleinen Perioden zu ungewollten Belichtungen zwischen den Lamellen kommen.

Materialwissenschaftliche Fragestellungen, die mit Phasen- und Dunkelfeldkontrastanalysen bei Auflösungen von 1  $\mu\text{m}$  beantwortet werden könnten, sind in großer Menge vorhanden. Im Bereich der Verbundwerkstoffe kommen hier vor allem kohlefaserverstärkte Polymere in Frage, welche aufgrund ihrer vergleichbaren Absorptionseigenschaften nicht oder nur schwer in Absorption tomografiert werden können. Hierbei ist z.B. die Untersuchung der Delamination von Faser und Matrix unter Belastung von Interesse. Diese spezielle Fragestellung erfordert zwingend die lokale Auflösung von Faser- und Matrixmaterial und kann daher nicht in einer integralen Messung (z.B. der Änderung

des Dunkelfeldkontrasts in einem größeren Bereich der Probe) beantwortet werden. Unter Verwendung eines größeren Analysatorgitters, welches ein größeres FOV und damit auch höhere Vergrößerungen ermöglicht, könnte diese Fragestellung jedoch beantwortet werden.

Mit höheren Auflösungen könnten auch Si-Ausscheidungen (siehe Abb. 3.4, *rechts*) in AlSi12-Matrix der untersuchten MMCs besser segmentiert und in die Berechnung der effektiven elastischen Konstanten mit einbezogen werden. Wie in der Voruntersuchung an einem AlSi12-Si-Phantom gezeigt wurde, ist dies seitens des Kontrasts durchaus möglich (siehe Abb. 6.23). Die Analyse im Phasenkontrast an Laborquellen hat also das Potential, sobald höhere Auflösungen durch größere Analysatorgitter umsetzbar sind, auch diese Fragestellungen zu beantworten. Die maximale Vergrößerungen am  $\mu$ CT werden beispielsweise unter Ausnutzung der gesamten Detektorfläche von  $41 \times 41 \text{ cm}^2$  erzielt, während ein einzelnes Analysatorgitter ca.  $10 \times 10 \text{ cm}^2$  abmisst. Das Zusammenfügen mehrerer dieser Gitter, wie es in [MAW<sup>+</sup>14] für zwei demonstriert wurde, scheint ein vielversprechender Ansatz zu sein, dies praktisch umzusetzen. Ebenso ist es eine Option, die innerhalb des VI-NRMM verfolgt wird, beim Belichten den Halter mit dem Fotolack zu verfahren und so theoretisch beliebig lange Gitter zu erzeugen.

Um den Nutzen höherer Designenergien abschätzen zu können, ist für den Phasenkontrast im Einzelfall eine Betrachtung der Realteile des Brechungsindex der jeweiligen Materialien nötig. Generell bestehen genügend Fragestellungen, deren Beantwortung zum einen hohe Energien und zum anderen hohe Auflösungen erfordern. So ist häufig das Abbilden und Segmentieren einzelner Körner und unterschiedlicher Phasen im Material wünschenswert. Neben ausreichend großer Analysatorgitter, welche die nötigen Vergrößerungen gestatten, müssen hier auch höhere Designenergien der Talbot-Lau Interferometer umgesetzt werden. Dafür ist es notwendig, am Analysatorgitter Lamellenhöhen von  $200 \mu\text{m}$ , wie sie derzeit bei einer Gitterperiode von  $10 \mu\text{m}$  möglich sind, zu überschreiten. Ein Ansatz im VI-NRMM, die erwähnte Instabilität des noch nicht entwickelten Fotolacks zu kontrollieren, ist, eine Schwamm-Struktur mit Lack zu füllen und so zu belichten. Auf diese Weise könnte ein Kollabieren der belichteten, noch nicht entwickelten Strukturen verhindert und könnten Lamellenhöhen weit über  $200 \mu\text{m}$  bei Gitterperioden im Mikrometerbereich realisiert werden.

Abschließend konnte gezeigt werden, dass es trotz der derzeitigen Einschränkungen einige Anwendungsfälle für Analysen im Phasen- und Dunkelfeldkontrast an Laborquellen mittels Talbot-Lau Interferometer gibt. Angesichts der

stetigen Verbesserungen in der Gitterherstellung und der Ausweitung der bestehenden Grenzen hinsichtlich Aspektverhältnis und Gitterfläche werden sich in Zukunft vermutlich noch weit mehr Anwendungsfälle eröffnen.

## 8 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war der Aufbau eines Talbot-Lau Interferometers unter Verwendung einer Transmissions-Mikrofokus-Röntgenröhre. Mittels neuer, am Institut für Mikrostrukturtechnik hergestellten, optischer Gitter sollten dabei Designenergien von 50 keV oder mehr umgesetzt werden. Durch die Verwendung einer Mikrofokusröhre sollte damit an 2- und 3-Gitter-Aufbauten die Auflösung im Vergleich zu ähnlichen Aufbauten mit einer gewöhnlichen Röntgenröhre als Quelle verbessert werden.

Der zweite Teil der Aufgabenstellung bestand darin zu demonstrieren, dass Messungen in Phasen- und Dunkelfeldkontrast einen wertvollen Beitrag zur materialwissenschaftlichen Forschung bereitstellen können. Zu diesem Zweck sollten Proben aus Industrie und der aktuellen Forschung mittels der neu errichteten Aufbauten im Projekt untersucht werden.

Die Umsetzung des Talbot-Lau Interferometers am IAM-WK umfasste die Planung, die Beschaffung und Fertigung der notwendigen Komponenten sowie die Charakterisierung der Transmissions-Mikrofokusröhre. So mussten die Gitter basierend auf dem im Computertomografen verfügbaren Platz ausgewählt werden. Die Begrenzungen waren dabei durch den Talbot-Abstand gegeben, welcher durch die Gitterperiode und die Wellenlänge der verwendeten Strahlung definiert ist. Für die praktische Umsetzung wurde ein modulares System zum Einbau des Interferometers gewählt, das die übliche Nutzung des Computertomografen nicht einschränkt. Die Gitter für den Interferometer wurden von Projektpartnern am Institut für Mikrostrukturtechnik hergestellt. Sämtliche Hardware zur Positionierung der Gitter wurde kommerziell erworben. Spezialkomponenten zur Befestigung des Aufbaus am Granitblock des CT, sowie die Halterungen für die Gitter wurden in der Werkstatt des IAM-WK entworfen und gefertigt.

Die Charakterisierung der Quelle erfolgte hinsichtlich der Brennfleckgröße sowie der Spektren jeweils unter Verwendung verschiedener Transmissions-Targets. Die Brennfleckgröße wurde dabei indirekt über die Auflösung des Systems ermittelt. Hierzu wurde versucht, Mikrostrukturen mit zertifizierten Abmessungen (JIMA-Maske) aufzulösen, wobei sich die maximale Auflösung aus den Abmessungen der gerade noch erkennbaren Strukturen ergab. Die

Spektren wurden mittels eines energieauflösenden Detektors für verschiedene Targets und Filter ermittelt.

Es wurden mehrere 2-Gitter-Aufbauten hinsichtlich ihrer jeweiligen Leistung getestet. Die Interferometer waren dabei jeweils für 20 keV, 33 keV und 50 keV ausgelegt. Es konnte gezeigt werden, dass selbst unter Verwendung hoher Gitterperioden beim 20 keV-Aufbau ohne Quellgitter an Mikrofokusröhren lediglich Visibilitäten um 9 % realisierbar sind. Diese Beobachtung wurde an äquivalenten Aufbauten bei Projektpartnern an der TU München bestätigt.

Ein symmetrischer Aufbau mit Quellgitter bei einer Designenergie des Interferometers von 33 keV wurde ebenso umgesetzt. Dabei wurde die Relevanz des Abstands des Quellgitters von der Röntgenröhre identifiziert. Ist dieser zu gering, wird das Quellgitter aufgrund der hohen Auflösung mit abgebildet. Dies ist problematisch, da dadurch zum einen die Visibilität lokal verringert wird und zum anderen in der Rekonstruktion aus den so erhaltenen Projektionen Artefakte auftreten können. Ebenso wurde die Stabilität des Brennflecks als wichtiger Faktor hinsichtlich der erreichbaren Visibilitäten identifiziert. Während mit identischen Gittern an anderen Quellen mittlere Visibilitäten von ca. 25 % erreicht wurden, konnten an der Mikrofokusröhre am IAM-WK nur Werte bis 11 % erreicht werden. Grund hierfür waren Probleme mit der Stabilität und dem Fluss der Transmissionsröhre.

Die Demonstration der Anwendbarkeit von Phasen- und Dunkelfeldkontrastanalysen in der Materialwissenschaft konnte anhand mehrerer Proben erbracht werden. Es wurden Reibkontaktmaterialien aus Lamellenkupplungen, kohlefaserverstärkter Kohlenstoff sowie ein Metallmatrix-Keramik Verbund aus Al-Si12, verstärkt durch  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , untersucht. Die Analysen umfassten dabei Tomografie im Phasen- und Dunkelfeldkontrast sowie radiografische Untersuchungen, u.a. mittels DDFI (directional dark field imaging). Die momentanen Anwendungsgrenzen sind durch das Sichtfeld (field of view), die Auflösung sowie durch die Designenergie des Interferometers gegeben. Diese Größen sind bei der gegebenen Problemstellung vornehmlich durch das Analysatorgitter limitiert: Field of view und Auflösung durch die Fläche, die maximale Designenergie durch die Lamellenhöhe des Gitters. Bei Flächendurchmessern von 10 cm und Lamellenhöhen von 200  $\mu\text{m}$  (bei 10  $\mu\text{m}$  Gitterperiode) sind Anwendungen (bei Proben mit 5 mm Durchmesser) derzeit auf eine Auflösung von knapp 100  $\mu\text{m}$  bei einer ca. 20-fachen Vergrößerung begrenzt.

Die Reibkontaktmaterialien, wie sie bei nasslaufenden Lamellenkupplungen verwendet werden, wurden radiografisch im Dunkelfeldkontrast untersucht. Es wurde gezeigt, dass der Reibkontakt im Dunkelfeld einen deutlichen Kon-

---

trast liefert, was diese Methode für eine sehr zeitsparende Untersuchung des Zuschmierprozesses der Poren durch den Betrieb empfiehlt.

Anhand eines Würfels aus einem mehrschichtigen Gelege von Kohlefasern, in welches über chemische Gasphasen-Infiltration Kohlenstoff angelagert wurde, konnte die Detektion von Bereichen orientierter Porenstrukturen demonstriert werden. Dies zeigt ebenfalls den hohen Zeitgewinn, der mittels Dunkelfeldanalyse erzielt werden kann. Es konnte eine Tomografie im Phasenkontrast an einem Metallmatrix-Keramik-Werkstoffverbund durchgeführt werden. Die Ergebnisse wiesen einen besseren Kontrast zwischen der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik und der AlSi12-Matrix auf, als es im Absorptionskontrast an Laborquellen möglich war. Die Ergebnisse bilden die Grundlage für zukünftige Finite-Elemente-Simulationen, basierend auf der Realstruktur des Materials, und könnten neue Einsichten in dessen mechanische Eigenschaften ermöglichen.

## Literaturverzeichnis

- [A<sup>+</sup>79] Bipin K. Agarwal et al. *X-ray Spectroscopy*, volume 2. Springer Berlin, Heidelberg, 1979.
- [BBBG97] F. Beckmann, U. Bonse, F. Busch, and O. Grünnewig. X-ray microtomography ( $\mu$ ct) using phase contrast for the investigation of organic matter. *Journal of Computer Assisted Tomography*, 21:539–553, 1997.
- [BBD<sup>+</sup>10] M. Bech, Oliver Bunk, T. Donath, R. Feidenhans'l, Christian David, and Franz Pfeiffer. Quantitative x-ray dark-field computed tomography. *Physics in Medicine and Biology*, 55:5529–5539, 2010.
- [Bec09] Martin Bech. *X-ray imaging with a grating interferometer*. dissertation, University of Copenhagen, 2009.
- [BH65a] U. Bonse and M. Hart. Principles and design of laue-case x-ray interferometers. *Zeitschrift für Physik*, 188:154–164, 1965.
- [BH65b] U. Bonse and M. Hart. An x-ray interferometer. *Applied Physics Letters*, 6(8):155–156, 1965.
- [BKB06] A Borbély, P Kenesei, and H Biermann. Estimation of the effective properties of particle-reinforced metal–matrix composites from microtomographic reconstructions. *Acta materialia*, 54(10):2735–2744, 2006.
- [Bra03] Alberto Bravin. Exploiting the x-ray refraction contrast with an analyser: the state of the art. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 36:A24–A29, 2003.
- [BW99] Max Born and Emil Wolf. *Principles of optics: electromagnetic theory of propagation, interference and diffraction of light*. Cambridge university press, 1999.
- [Cap11] Capital Aluminium Extrusions Ltd. Datenblatt, 2011.



- [Cla98] John F Clauser. Ultrahigh resolution interferometric x-ray imaging, September 22 1998. US Patent 5,812,629.
- [CLB<sup>+</sup>99a] Peter Cloetens, Wolfgang Ludwig, José Baruchel, Jean-Yves Buffière, Jean-Pierre Guigay, Petra Pernot-Rejmánková, Murielle Salomé-Pateyron, Michel Schlenker, and Gilles Peix. Hard x-ray phase imaging using simple propagation of a coherent synchrotron radiation beam. *Journal of Applied Physics*, 32:A145–A151, 1999.
- [CLB<sup>+</sup>99b] Peter Cloetens, Wolfgang Ludwig, José Baruchel, D. Van Dyck, and J. Van Landuyt Jean-Pierre Guigay Michel Schlenker. Hologtomography: Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation x-rays. *Applied Physics Letters*, 75(19):2912–2914, 1999.
- [Cow95] John Maxwell Cowley. *Diffraction physics*. Elsevier, 1995.
- [CPSB<sup>+</sup>97] P. Cloetens, M. Pateyron-Salomé, J.Y. Buffière, G. Peix, J. Baruchel, F. Peyrin, and M. Schlenker. Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *Journal of Applied Physics*, 81(9):5878–5886, 1997.
- [CZ14] Dean M. Connor and Zhong Zhong. Diffraction-enhanced imaging. *Current Radiology Reports*, 2(7), 2014.
- [DBT<sup>+</sup>07] C. David, J. Bruder, T.Rohbeck, C. Grünzweig, C. Kottler, A. Diaz, O. Bunk, and F. Pfeiffer. Fabrication of diffraction gratings for hard x-ray phase contrast imaging. *Microelectronic Engineering*, 84:1172–1177, 2007.
- [Dev08] Sylvain Deville. Freeze-casting of porous ceramics: A review of current achievements and issues. *Advanced Engineering Materials*, 10(3):155–169, 2008.
- [DGG<sup>+</sup>95] T.J. Davis, D. Gao, T.E. Gureyev, A.W. Stevenson, and S.W. Wilkins. Phase-contrast imaging of weakly absorbing materials using hard x-rays. *Nature*, 373(16):595–598, 1995.
- [DGS<sup>+</sup>12] S. Dietrich, J.-M. Gebert, G. Stasiuk, A. Wanner, K.A. Weidenmann, O. Deutschmann, I. Tsukrov, and R. Piat. Microstructure

characterization of cvi-densified carbon/carbon composites with various fiber distributions. *Composites Science and Technology*, 72(15):1892–1900, 2012.

- [DLS<sup>+</sup>07] HP Degischer, F Lasagni, M Schöbel, T Huber, and MA Aly. Thermal expansion of al- and mg-matrix composites. In *Proceedings of the 16th International Conference on Composite Materials, Kyoto*, 2007.
- [DNS02] C. David, B. Nöhammer, and H.H. Solak. Differential x-ray phase contrast imaging using a shearing interferometer. *Applied Physics Letters*, 81(17):3287–3289, 2002.
- [EBS<sup>+</sup>07] Martin Engelhardt, Joachim Baumann, Manfred Schuster, Christian Kottler, Franz Pfeiffer, Oliver Bunk, and Christian David. High-resolution differential phase contrast imaging using a magnifying projection geometry with a microfocus x-ray source. *Applied Physics Letters*, 90:224101, 2007.
- [EKB<sup>+</sup>08] Martin Engelhardt, Christian Kottler, Oliver Bunk, Christian David, C. Schroer, Joachim Baumann, Manfred Schuster, and Franz Pfeiffer. The fractional talbot effect in differential x-ray phase contrast imaging for extended and polychromatic x-ray sources. *Journal of Microscopy*, 232:145–157, 2008.
- [ESMM03] Alexander Evans, Christopher San Marchi, and Andreas Mortensen. *Metal matrix composites in industry: an introduction and a survey*, volume 1. Springer, 2003.
- [FB88] Gregory W Faris and Robert L Byer. Three-dimensional beam-deflection optical tomography of a supersonic jet. *Applied Optics*, 27(24):5202–5212, 1988.
- [Fow12] Grant R Fowles. *Introduction to modern optics*. Courier Dover Publications, 2012.
- [Geb10] Jörg Martin Gebert. *Intrinsische Risse und Poren in Kohlenstoff Verbundwerkstoffen*. dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2010.

- [GRP<sup>+</sup>10] J.M. Gebert, B. Reznik, R. Piat, B. Viering, K. Weidenmann, A. Wanner, and O. Deutschmann. Elastic constants of high-texture pyrolytic carbon measured by ultrasound phase spectroscopy. *Carbon*, 48:3647–3650, 2010.
- [Hec02] Eugene Hecht. Optics. *Pearson Education, Inc.*, 360:366–367, 2002.
- [Her80] Gabor T Herman. *Image reconstruction from projections*. Academic Press, New York, 1980.
- [HZH<sup>+</sup>03] ZJ Hu, WG Zhang, KJ Hüttinger, B Reznik, and D Gerthsen. Influence of pressure, temperature and surface area/volume ratio on the texture of pyrolytic carbon deposited from methane. *Carbon*, 41(4):749–758, 2003.
- [IB95] V.N. Ingal and E.A. Beliaevskaya. X-ray plane-wave topography observation of the phase contrast from a non-crystalline object. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 28:2314–2314, 1995.
- [JBB<sup>+</sup>10] T.H. Jensen, Martin Bech, Oliver Bunk, Tilman Donath, Christian David, Robert Feidenhans'l, and Franz Pfeiffer. Directional x-ray dark-field imaging. *Physics in Medicine and Biology*, 55:3317–3323, 2010.
- [JBZ<sup>+</sup>10] Torben Haugard Jensen, Martin Bech, Irene Zanette, Timm Weitkamp, Christian David, Hans Deyhle, Simon Rutihauser, Elena Reznikova, Jürgen Mohr, Robert Feidenhans'l, and Franz Pfeiffer. Directional x-ray dark-field imaging of strongly ordered systems. *Physical Review B*, 82:214103, 2010.
- [KPR12] Johann Kastner, Bernhard Plank, and Guillermo Requena. Non-destructive characterization of polymers and al-alloys by polychromatic cone-beam phase contrast tomography. *Materials Characterization*, 64:79–87, 2012.
- [KS01] Avinash C. Kak and Malcolm Slaney. *Principles of computerized tomographic imaging*. Society for Industrial and Applied Mathematics, 2001.
- [Llo94] DJ Lloyd. Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites. *International Materials Reviews*, 39(1):1–23, 1994.

- [Mal13] Andreas Dominik Malecki. *X-Ray Tensor Tomography*. Dissertation, Technische Universität München, 2013.
- [Man98] E. Fitzer L.M. Manocha. *Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites*. Springer Verlag Berlin, 1998.
- [MAW<sup>+</sup>14] J Meiser, M Amberger, M Willner, D Kunka, P Meyer, F Koch, A Hipp, M Walter, F Pfeiffer, and J Mohr. Increasing the field of view of x-ray phase contrast imaging using stitched gratings on low absorbent carriers. In *SPIE Medical Imaging*, pages 903355–903355. International Society for Optics and Photonics, 2014.
- [MGK<sup>+</sup>12] Jürgen Mohr, Thomas Grund, Danays Kunka, Johannes Kenntner, Juerg Leuthold, Jan Meiser, Joachim Schulz, and Marco Walter. High aspect ratio gratings for x-ray phase contrast imaging. In *International Workshop on X-ray and Neutron Phase Imaging with Gratings*, volume 1466, pages 41–50. AIP Publishing, 2012.
- [MKK<sup>+</sup>03] Atsushi Momose, Shinya Kawamoto, Ichiro Koyama, Yoshitaka Hamaishi, Kengo Takai, and Yoshio Suzuki. Demonstration of x-ray talbot interferometry. *Japanese Journal of Applied Physics*, 42:L866–L868, 2003.
- [MMP08] Wolfgang Menz, Jürgen Mohr, and Oliver Paul. *Microsystem technology*. John Wiley & Sons, 2008.
- [MPB<sup>+</sup>13] Andreas Malecki, Guillaume Potdevin, Thomas Biernath, Elena Ettl, Eduardo Grande Garcia, Thomas Baum, Peter B Noël, Jan S Bauer, and Franz Pfeiffer. Coherent superposition in grating-based directional dark-field imaging. *PloS one*, 8(4):e61268, 2013.
- [MPB<sup>+</sup>14] A Malecki, G Potdevin, T Biernath, E Ettl, K Willer, T Lasser, J Maisenbacher, J Gibmeier, A Wanner, and F Pfeiffer. X-ray tensor tomography. *EPL (Europhysics Letters)*, 105(3):38002, 2014.
- [MPG<sup>+</sup>15] Jens Maisenbacher, Friedrich Prade, Jens Gibmeier, Franz Pfeiffer, and Jürgen Mohr. Grating based differential phase contrast

- imaging of an interpenetrating  $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{Al}_2\text{O}_3$  metal matrix composite. In *Proceedings of the Second International Conference on Tomography of Materials and Structures, ICTMS*, 2015.
- [MTY<sup>+</sup>01] Atsushi Momose, Tohoru Takeda, Akio Yoneyama, Ichiro Koyama, and Yuji Itai. Phase-contrast x-ray imaging using an x-ray interferometer for biological imaging. *Analytical Sciences*, 17:i527–i530, 2001.
- [Mun02] Ronald Gordon Munro. *Elastic moduli data for polycrystalline oxide ceramics*. US Department of Commerce, Technology Administration, National Institute of Standards and Technology, 2002.
- [MW10] Maria Mulisch and Ulrich Welsch. *Romeis-mikroskopische technik*. Springer-Verlag, 2010.
- [PBB<sup>+</sup>08] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft, E.F. Eikenberry, and CH .Brönnimann. Hard-x-ray dark field imaging using a grating interferometer. *Nature Materials*, 7:134–137, 2008.
- [PBB<sup>+</sup>09] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, T. Donath, B. Henrich, P. Kraft, and C. David. X-ray dark-field and phase-contrast imaging using a grating interferometer. *Journal of Applied Physics*, 105:102006, 2009.
- [PKBD07] Franz Pfeiffer, Christian Kottler, Oliver Bunk, and Christian David. Hard x-ray phase tomography with low-brilliance sources. *Physical Review Letters*, 98:108105, 2007.
- [PKC<sup>+</sup>95] Helge Prielipp, Mathias Knechtel, Nils Claussen, SK Streiffer, H Müllejans, M Rühle, and Jürgen Rödel. Strength and fracture toughness of aluminum/alumina composites with interpenetrating networks. *Materials Science and Engineering: A*, 197(1):19–30, 1995.
- [PMB<sup>+</sup>12] Guillaume Potdevin, Andreas Malecki, Thomas Biernath, Martin Bech, Torben H Jensen, Robert Feidenhans, Irene Zanette, Timm Weitkamp, Johannes Kenntner, Jürgen Mohr, et al. X-ray vector radiography for bone micro-architecture diagnostics. *Physics in medicine and biology*, 57(11):3451, 2012.

- [PWBD06] Franz Pfeiffer, Timm Weitkamp, Oliver Bunk, and Christian David. Phase retrieval and diffractive phase-contrast imaging with low brilliance x-ray sources. *Nature Physics*, 2:258–261, 2006.
- [RGW09] Siddhartha Roy, Jens Gibmeier, and Alexander Wanner. In situ study of internal load transfer in a novel metal/ceramic composite exhibiting lamellar microstructure using energy dispersive synchrotron x-ray diffraction. *Advanced Engineering Materials*, 11(6):471–477, 2009.
- [RKK<sup>+</sup>12] V Revol, C Kottler, R Kaufmann, A Neels, and A Dommann. Orientation-selective x-ray dark field imaging of ordered systems. *Journal of Applied Physics*, 112(11):114903, 2012.
- [Roy09] Siddhartha Roy. *Metal/ceramic composites from freeze-cast preforms: domain structure and mechanical properties*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2009.
- [RPK<sup>+</sup>13] Vincent Revol, Bernhard Plank, Rolf Kaufmann, Johann Kastner, Christian Kottler, and Antonia Neels. Laminate fibre structure characterisation of carbon fibre-reinforced polymers by x-ray scatter dark field imaging with a grating interferometer. *NDT & E International*, 58:64–71, 2013.
- [RW08] Siddhartha Roy and Alexander Wanner. Metal/ceramic composites from freeze-cast ceramic preforms: Domain structure and elastic properties. *Composites Science and Technology*, 68(5):1136–1143, 2008.
- [SHB<sup>+</sup>98] S Skirl, M Hoffman, K Bowman, S Wiederhorn, and J Rödel. Thermal expansion behavior and macrostrain of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$  composites with interpenetrating networks. *Acta materialia*, 46(7):2493–2499, 1998.
- [SSKS95] A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, and I. Schelokov. On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation. *Review of Scientific Instruments*, 68(12):5486–5492, 1995.
- [Str14] Markus Strobl. General solution for quantitative dark-field contrast imaging with grating interferometers. *Scientific reports*, 4, 2014.

- [Sul97] Thomas J Suleski. Generation of Iohann images from binary-phase Talbot array illuminators. *Applied optics*, 36(20):4686–4691, 1997.
- [Tal36] Henry Fox Talbot. Lxxvi. facts relating to optical science. no. iv. *The London and Edinburgh Philosophical Magazine and Journal of Science*, 9(56):401–407, 1836.
- [TAW<sup>+</sup>14] T Thüring, M Abis, Z Wang, C David, and M Stampanoni. X-ray phase-contrast imaging at 100 [emsp14] keV on a conventional source. *Scientific Reports*, 4, 2014.
- [Tho93] C.R. Thomas. *Essentials of Carbon-Carbon Composites*. The Royal Society of Chemistry, 1993.
- [TLA<sup>+</sup>09] Albert Thompson, Ingolf Lindau, David Attwood, Yanwei Liu, Eric Gullikson, Piero Pianetta, Malcolm Howells, Arthur Robinson, Kwang-Je Kim, James Scofield, Janos Kirz, James Underwood, Jeffrey Kortright, Gwyn Williams, and Herman Winick. *X-Ray Data Booklet*. Lawrence Berkeley National Laboratory, 2009.
- [TPK<sup>+</sup>11] T. Thuring, T. Grund P. Modregger, J. Kenntner, C. David, and M. Stampanoni. High resolution, large field of view x-ray differential phase contrast imaging on a compact setup. *Applied Physics Letters*, 99:041111, 2011.
- [Ves64] VG Veselago. The propagation of waves in a substance with  $\epsilon < 0$  and  $\beta < 0$ . "right-handed" and "left-handed" substances. *Usp. Fiz. Nauk*, 92:517–526, 1964.
- [WBK<sup>+</sup>10] Harold H. Wen, Eric E. Bennett, Rael Kopace, Ashley F. Stein, and Vinay Pai. Single-shot x-ray differential phase-contrast and diffraction imaging using two-dimensional transmission gratings. *Optics Letters*, 35(12), 2010.
- [WDD<sup>+</sup>05] Timm Weitkamp, Ana Diaz, Christian David, Franz Pfeiffer, Marco Stampanoni, Peter Cloetens, and Eric Ziegler. X-ray phase imaging with a grating interferometer. *Optics express*, 13(16):6296–6304, 2005.

- [WGG<sup>+</sup>96] S.W. Wilkins, T.E. Gureyev, D. Gao, A. Pogany, and A.W. Stevenson. Phase-contrast imaging using polychromatic hard x-rays. *Nature*, 384(28):335–338, 1996.
- [WHZ<sup>+</sup>09] Zhentian Wang, Zhifeng Huang, Li Zhang, Kejin Kang, and Peiping Zhu. Fast x-ray phase-contrast imaging using high resolution detector. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 56(3), 2009.
- [WOH09] Thomas Waschkies, Rainer Oberacker, and Michael J Hoffmann. Control of lamellae spacing during freeze casting of ceramics using double-side cooling as a novel processing route. *Journal of the American Ceramic Society*, 92(s1):S79–S84, 2009.
- [WWC<sup>+</sup>03] Miles N. Wernick, Oliver Wirjadi, Dean Chapman, Zhong Zhong, Nikolas P. Galatsanos, Yongyi Yang, Jovan G. Brankov, Oral Oltulu, Mark A. Anastasio, and Carol Muehleman. Multiple-image radiography. *Physics in Medicine and Biology*, 48:3875–3895, 2003.
- [YBP<sup>+</sup>14] Andre Yaroshenko, Martin Bech, Guillaume Potdevin, Andreas Malecki, Thomas Biernath, Johannes Wolf, Arne Tapfer, Markus Schüttler, Jan Meiser, Danays Kunka, et al. Non-binary phase gratings for x-ray imaging with a compact talbot interferometer. *Optics express*, 22(1):547–556, 2014.
- [YPG<sup>+</sup>14] F Yang, F Prade, M Griffa, I Jerjen, C Di Bella, J Herzen, A Sarapata, F Pfeiffer, and P Lura. Dark-field x-ray imaging of unsaturated water transport in porous materials. *Applied Physics Letters*, 105(15):154105, 2014.
- [ZH03] WG Zhang and KJ Hüttinger. Densification of a 2d carbon fiber preform by isothermal, isobaric cvt: kinetics and carbon microstructure. *Carbon*, 41(12):2325–2337, 2003.
- [ZHH02] WG Zhang, ZJ Hu, and KJ Hüttinger. Chemical vapor infiltration of carbon fiber felt: optimization of densification and carbon microstructure. *Carbon*, 40(14):2529–2545, 2002.



- [ZNP10] Tobias Ziegler, Achim Neubrand, and Romana Piat. Multiscale homogenization models for the elastic behaviour of metal/ceramic composites with lamellar domains. *Composites science and technology*, 70(4):664–670, 2010.
- [ZNR<sup>+</sup>09] Tobias Ziegler, Achim Neubrand, Siddhartha Roy, Alexander Wanner, and Romana Piat. Elastic constants of metal/ceramic composites with lamellar microstructures: finite element modeling and ultrasonic experiments. *Composites science and technology*, 69(5):620–626, 2009.
- [ZTCS00] Z. Zhong, W. Thomlinson, D. Chapman, and D. Sayers. Implementation of diffraction-enhanced imaging experiments: at the nsls and aps. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 450:556–567, 2000.