Großflächige Röntgengitter

für die Röntgen-Phasenkontrastbildgebung

Zur Erlangung des akademischen Grades Doktor der Ingenieurswissenschaften der Fakultät für Maschinenbau am Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte Dissertation von

Dipl.-Ing. Jan Meiser

Tag der mündlichen Prüfung: 28. September 2016 Hauptreferent: Prof. Dr. Manfred Kohl Korreferentin: Prof. Dr. Ulrike Wallrabe



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung -Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International Lizenz (CC BY-SA 4.0): https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/deed.de

Vorwort

Diese Arbeit entstand nicht im stillen Kämmerlein, sondern durch die breite Unterstützung und Zusammenarbeit mit einer Vielzahl von Personen. Die wichtigsten sollen hier erwähnt werden, aber auch den Nichtgenannten sei gedankt.

Mein erster Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Volker Saile, der trotz Wechsel in die Leitungsebene des KIT meine Betreuung übernommen hat und sich stets Zeit machte, wenn Diskussionsbedarf bestand.

Prof. Manfred Kohl danke ich sehr, dass er das Hauptreferat übernommen hat.

Prof. Ulrike Wallrabe danke ich herzlich für die Übernahme des Korreferats.

Besonders danken möchte ich Dr. Jürgen Mohr, der mir Forscherleidenschaft vorlebte und mir die Kunst vermittelte, im Detail achtsam zu sein, ohne den Blick für das große Ganze zu verlieren. Seine engagierte und fürsorgliche Betreuung war beispielhaft und prägend.

Zwei weitere Personen gaben mir während dieser Zeit Orientierung. Ich danke Johannes Kenntner, der mich mit seiner Begeisterung für die Gitterinterferometrie angesteckt und in die Geheimnisse der Gitterherstellung eingeführt hat. Andreas Hofmann danke ich, der mir wertvoller Lehrer für die Arbeit als Ingenieur war und dessen Tür immer offen stand.

Danke schön meinen Bürokollegen Maximilian Amberger, Frieder Koch, Tobias Schröter und Felix Marschall für lange, fruchtbare Diskussionen bisweilen abstruser Ideen in stets freundschaftlicher Atmosphäre. Danken möchte ich Danays Kunka, die das mütterliche Herz der Gittergruppe ist und mir mit ihrer großen Erfahrung Hingabe für die Forschung vorlebte. Pascal Meyer verdanke ich den kritischen Blick für noch so unscheinbare Details und das kritische Hinterfragen von Daten und Informationen. Meinem Postdoc der ersten Stunde, Thomas Grund, danke ich für seine Denkanstöße, Zusammenhänge kritisch zu hinterfragen und sich nicht mit Ungefährem zufrieden zu geben.

Herzlichen Dank gilt dem Gitterteam um Alexandra Karbacher, Christin Straus und Julia Wolf, ohne deren Unterstützung die Arbeit so nicht möglich gewesen wäre. Danke an Barbara Matthis, die mich in zahlreichen Galvanikversuchen unterstütze, und an Martin Börner, der immer ein offenes Ohr für fachliche Diskussionen hatte. Danke auch an Klaus Bade, der mich vor allem in Fragen zur Galvanik unterstützte.

Dem E-Beamteam um Peter Jakobs, Andreas Bacher und Marie-Kristin Nees danke ich für ihren großen Einsatz für unzählige Masken und Layouts und die stets kollegiale, unkomplizierte Zusammenarbeit.

Den Beamlineverantwortlichen Franz-Josef Pantenburg und Daniel Münch danke ich für ihren unermüdlichen Einsatz für funktionierende Bestrahlungsanlagen und ihre stets schnelle Unterstützung.

Ein großes Dankeschön dem Reinraumteam um Heike Fornasier, Uwe Köhler und Birgit Hübner, die mich bei vielen Versuchen und der Arbeit mit Studenten unterstützt haben.

Herzlicher Dank gebührt Alexandra Moritz und ihrer Mannschaft in der Werkstatt für ihre große Unterstützung, die immer wieder Dinge möglich gemacht haben und häufig wertvolle Tipps für Konstruktionen geben konnten.

Joachim Schulz, Marco Walter und Konradin Kaiser danke ich für die angenehme kollegiale Zusammenarbeit und den unkomplizier-

ten fachlichen Austausch. Thomas Duttenhofer danke ich besonders, der mir Lehrer der ersten Stunde im Reinraum und stets Diskussionspartner für Fragen der Gitterherstellung war.

Ich danke außerdem meinen Kollegen der Röntgenlinsengruppe um Arndt Last, Vladimir Nazmov, Harald Vogt, Otto Markus und Sebastian Georgi.

Bedanken möchte ich mich auch für große Unterstützung bei meinen Studenten Lars Sahlmann, Tillmann Volz, Abrar Faisal, Abel Gil Villalba, Harsh Patel, Deepthi Priya Adireddy, Steffen Wittek, Steffen Reichel, Min Zhang, Bohui Wang, Christian Uhle, Maria Zagorianou, Andreas Klappenecker, Steffen Wall, Lara Laparra Cuervo und Valentina Bykovskaya.

Zu danken ist Guiseppe Papagno für das Zuschneiden unzähliger Gitter, ohne den kein Kacheln möglich gewesen wäre. Ein Dankeschön auch an Klaus-Martin Reichert, der mich bei meinen Mikroskopmessungen am IAI stets unterstützte.

Für ihre Zeit und Bereitschaft, auch ungewöhnliche Ideen auszuprobieren, danke ich vor allem der Abformgruppe um Matthias Worgull, Alexander Kolew, Marc Schneider und Norbert Schneider. Meinen Kolleginnen und Kollegen aus der Doktorandenschaft danke ich für viele Stunden fruchtbarer Diskussionen und wechselseitige Unterstützung in unseren Projekten.

Danke sagen möchte ich auch den guten Geistern in Verwaltung und Technik, die die Rahmenbedingungen für reibungslose Abläufe im Institut schafften und mich mit meinen Anliegen unterstützten: Dieter Maas, Holger Moritz, Karin und Ulrich Klein, Ursula Rothweiler, Dieter Gutjahr, Nina Giraud, Rolf Ehnes und Klaus Feit.

Auch außerhalb des Instituts erfuhr ich große Unterstützung. Ich danke Prof. Franz Pfeiffer und Prof. Gisela Anton, die mir die Möglichkeit gaben, mit ihren Mitarbeitern an ihren Anlagen meine Versuche durchzuführen und stets offen für fachliche Diskussionen waren.

Allen voran möchte ich Marian Willner danken, der mir immer Ansprechpartner, Ratgeber und Korrektor in Fragen der Bildgebung war. Auch anderen Münchner Kollegen bin ich sehr zu Dank verpflichtet: Julia Herzen, Alexander Hipp, Lorenz Birnbacher, Sebastian Ehn und Michael Epple für viele gemeinsame Stunden an diversen Setups und in Besprechungsräumen. Danke auch Miriam, dem alten Mädchen, das sich immer wieder berappelte und viele wertvolle Ergebnisse dieser Arbeit lieferte.

Meinen Kollegen aus Erlangen, Thomas Weber, Jens Rieger, Florian Bayer und Georg Pelzer, danke ich ebenfalls sehr für ihre große fachliche Unterstützung.

Ebenso möchte ich meinen Kollegen im Virtuellen Institut und der Karlsruhe Nano and Micro Facility danken, stellvertretend möchte ich Jens Maisenbacher, Iwan Jerjen und Thomas Thüring erwähnen.

Zuletzt möchte ich meiner Familie, insbesondere meinen Eltern Danke sagen, die mir alle Unterstützung und Freiheit für meinen Werdegang haben zukommen lassen und mir immer den Rücken frei gehalten haben.

Karlsruhe, im August 2017

Jan Meiser

Kurzfassung

Die gitterbasierte Röntgeninterferometrie hebt die Röntgenbildgebung auf eine neue Stufe: Neben dem klassischen Absorptionskontrast werden gleichzeitig zwei weitere Bildinformationen aus der Phasenverschiebung und der Kleinwinkelstreuung ermittelt der Phasenkontrast und der Dunkelfeldkontrast. Damit erlaubt die neue Methode, schwach oder ähnlich stark absorbierende Obiekte zu untersuchen. In der medizinischen Diagnostik etwa wird es so möglich, Gewebe differenziert darzustellen, was besonders wichtig für die Tumorerkennung ist. Der heute kommerziell vielversprechendste Ansatz, die Talbot-Lau-Interferometrie, erweitert konventionelle Röntgengeräte um drei optische Transmissionsgitter. Zwei der Gitter sind Absorptionsgitter, deren Herstellung eine besondere technische Herausforderung darstellt. Die Schwierigkeit besteht im hohen Aspektverhältnis der Gitterstrukturen: einerseits Gitterperioden von wenigen Mikrometern, andererseits Gittersteghöhen von bis zu mehreren hundert Mikrometern. Kleine Perioden ermöglichen kurze Zwischengitterabstände und damit einen kompakten Gesamtaufbau, große Steghöhen stellen ausreichende Absorption sicher. Das am Institut für Mikrostrukturtechnik eingesetzte LIGA-Verfahren zählt zu den wenigen in Frage kommenden Herstellungsmethoden. Allerdings war bislang das für die Bildgebung mögliche Sichtfeld durch die Gitterflächen von maximal 70 mm im Durchmesser eingeschränkt.

Im Rahmen dieser Arbeit werden in einem Schwerpunkt verschiedene Methoden zur Flächenvergrößerung bewertet und Erkenntnisse zum präferierten Ansatz, dem Kacheln, diskutiert. Bei der Herstellung der Gitter kann das Kacheln als einfache Erweiterung des etablierten Prozesses implementiert werden. Die Bildgebung wird merklich nur in den Fugen beeinträchtigt, diese sind aber für die meisten Anwendungen nicht mehr als ein Pixel breit. Es zeigte sich, dass große Gitterflächen für Röntgenröhren zylindrisch gebogen werden müssen. Der andere Schwerpunkt der Arbeit liegt auf Maßnahmen zur Verbesserung der Strukturqualität sowohl der Absorptions- als auch der Phasengitter. Die Entwicklung eines Gefriertrocknungsprozesses ermöglicht es jetzt, nahezu ideale Phasengitter herzustellen. Für Absorptionsgitter konnten quasi-ideale Strukturen auf großen Flächen von 50 mm x 50 mm mittels des Sonnenstrahl-Designs stabil erreicht werden.

Abstract

Grating based X-ray interferometry brings X-ray imaging on a new level: In addition to the classic absorption contrast, two more images are recorded using phase shift and small angle scattering the phase contrast and the dark-field contrast. Thus, the new method allows weak or similar absorbing objects to be investigated. Within medical diagnostics, differentiated tissue imaging essential for tumor diagnostics - becomes possible. Today's commercially most promising approach, the Talbot Lau Interferometry, extends available X-ray imaging instruments by three optical transmission gratings. Two of these gratings are absorption gratings, whose production is a particular technical challenge. The challenge lies in the high aspect ratio of the grating structures: On the one hand grating periods of a few micrometers, on the other hand grating lamella heights of up to some hundred micrometers. Small periods enable small inter-grating distances and therefore a compact setup; important lamella heights guarantee sufficient absorption. The LIGA method used at the Institute of Microstructure Technology is among the few potential fabrication methods. However, the field of view has been limited to 70 mm in diameter thus far.

Within this work methods to increase the field of view are evaluated and findings concerning the preferred stitching approach are discussed as one key aspect. The fabrication may easily implement the stitching process as an add-on to the established process. Imaging is only influenced importantly in the inter-grating gaps; these are not wider than a pixel for most applications. With large grating areas for X-ray tubes, the need for cylindrical bending arises. The other focus of this work concerns measures to improve the structure quality of both absorption and phase gratings. The development of a freeze-drying process allows for fabricating almost ideal phase gratings. For absorption gratings quasi ideal structures could be achieved reproducibly on large areas of 50 mm x 50 mm using the sunray design.

Inhaltsverzeichnis

Vorw	ort	i			
Kurzf	assung	v			
Abstr	act	vii			
Inhal	tsverzeich	nisix			
Abbil	dungsverz	eichnisxiii			
Tabel	lenverzeic	chnisxvii			
1	Einleitung1				
2	Stand de	Stand der Technik5			
	2.1	Röntgenphasenkontrast-Verfahren7			
	2.2	Talbot-Lau-Interferometer12			
	2.3	Gitterfertigung24			
	2.3.1	Anforderungen24			
	2.3.2	Siliziumätzen27			
	2.3.3	Abscheideprozesse28			
	2.3.4	LIGA29			
3	Steigeru	ng der Gitterqualität37			
	3.1	Verstärkungslose Phasengitter mittels Gefriertrocknen37			
	3.1.1	Prozesse ohne Kapillarkräfte37			

	3.1.2	Gefriertrocknen	39
	3.2	Verstärkungsstrukturen	42
	3.2.1	Lochgeometrie	45
	3.2.2	Lochanordnung	54
	3.2.3	Belichtung in zwei Richtungen	58
	3.3	Auswirkungen auf die Bildgebung	63
	3.4	Niedrig absorbierende Substrate	73
4	Methode	en zur Vergrößerung der Gitterfläche	79
	4.1	Kacheln	79
	4.2	Waferstepping	80
	4.3	Bonden LIGA-gefertigter Röntgengitter	81
	4.4	Weitere Alternativen	82
	4.5	Auswahl der Methode z Flächenvergrößerung	ur 83
5	Theoreti	sche Betrachtungen zur Positionierung	85
	5.1	Einfluss von Positionsfehlern a Kachelpixel	auf 86
	5.1.1	Translationen	87
	5.1.2	Rotationen	91
	5.2	Fugenpixel	94
	5.2.1	x-Translation	95
	5.2.2	y-Translation	97

5.2.3	z-Translation9	8
5.2.4	x-Rotation9	9
5.2.5	y-Rotation10	0
5.2.6	z-Rotation10	1
5.2.7	Superposition der wichtigsten Freiheitsgrade10	3
Kachelpr	ozess10	5
6.1	Kachelform und Parkettierung10	5
6.2	Trennen11	3
6.2.1	Anforderungen des Trennens11	3
6.2.2	Trennverfahren11	5
6.2.3	Wafersäge11	7
6.3	Positionieren12	2
6.3.1	Auf Stoß 12	2
6.3.2	Lichtmikroskop und Bildverarbeitung12	5
6.3.3	Laserinterferometrie	5
6.4	Fügen 12	7
6.4.1	Anforderungen an das Fügen12	8
6.4.2	Auswahl eines geeigneten Fügeverfahrens13	0
6.5	Biegen13	5

6

7	Auswirku Bildgebu	ıngen der Flächenvergrößerung auf di ng1	ie .39
	7.1	Gekachelte Absorptionsgitter1	.39
	7.1.1	Kachelmitte1	.40
	7.1.2	Lamellenparallele Fuge 1	.45
	7.1.3	Lamellenorthogonale Fuge 1	.46
	7.1.4	Untersuchung eines Frosches1	.48
	7.2	Großflächige Phasengitter 1	.50
8	Zusamme	enfassung und Ausblick1	55
9	Literatur	verzeichnis 1	.63

Abbildungsverzeichnis

Abbildung Phaseversch	2.1: Jiebum	Prinzip m	von	Absorption	und 6
Abbildung 2	2. Ein	511	iontoo Int	orfor	o
Abbildung 2	.2: EIII	KIIStallbas	siertes m	errer	0
Abbildung 2	.3: Ana	alysatorba	sierter Aı	ıfbau	9
Abbildung 2	.4: Pro	pagations	basierter	Aufbau	9
Abbildung 2	.6: Gitt	erinterfer	ometer		11
Abbildung 2	.7: Tal	bot-Teppi	ch		13
Abbildung 2	.8: Prii	nzip einer	Stepping	kurve	17
Abbildung 2	.9: Sili	ziumätzen			27
Abbildung 2	.10: LI	GA-Verfah	ren		30
Abbildung 3	.1: Brü	ckendesig	;n		42
Abbildung 3	.2: Son	nenstrahl	design		44
Abbildung Lochmaske	3.3:	Effektive	Goldhöh	e einer ge	kippten 47
Abbildung 3	.4: Ver	gleich zwo	eier Locho	lurchmesser	49
Abbildung 3	.5: Loc	hprojektio	on		51
Abbildung 3	.6: Noi	mierte eff	ektive Go	ldhöhe einer	53
Abbildung 3	.7: Lan	nellenabso	orptionsp	rofile	55
Abbildung 3	.8: Opt	imierung	der Locha	anordnung	57

Abbildung 3.9: Anordnung der Sonnenstrahlen relativ zu den Lamellen59
Abbildung 3.10: Varianten des Brückenlayouts64
Abbildung 3.11: Varianten des Brückenlayouts und ihre Lage zum Pixel
Abbildung 3.12: Visibilität der Brückenlayouts bei 55 μm Pixelgröße70
Abbildung 3.13: Visibilität der Brückenlayouts bei 172 μm Pixelgröße
Abbildung 3.14: Krümmungsradius von 200 µm 4"-Si- Wafern während LIGA76
Abbildung 3.15: Einfluss von Substratposition im Aufbau auf Visibiliät
Abbildung 5.1: Kachelkoordinatensystem85
Abbildung 5.2: Zusammenhang Periode - effektive Pixelgröße
Abbildung 5.3: Visibilität des Kachelpixels bei z- Translation90
Abbildung 5.4: Visibiliät des Kachelpixels bei z-Rotation92
Abbildung 5.5: Herausforderungen der Kachelposition94
Abbildung 5.6: Visibiliät des Fugenpixels bei x-Translation96
Abbildung 5.7: Visibilität des Fugenpixels bei y- Translation97

Abbildung 5.8: Visibilität des Fugenpixels bei z- Translation98
Abbildung 5.9: Visibilität des Fugenpixels bei z-Rotation102
Abbildung 5.10: Beispiel des Visibilitätsverlaufs einer vertikalen Fuge
Abbildung 5.11: Überlagerte x-Translation und z-Rotation bei Fugenpixeln
Abbildung 6.1: Parkettierungen106
Abbildung 6.2: Regelmäßige Parkettierungen
Abbildung 6.3: Flächennutzung beim Zuschneiden 109
Abbildung 6.4: Kantenqualität durch Wafersäge119
Abbildung 6.5: Analyse der Trennkante mit Wafersäge 121
Abbildung 6.6: Fehlerfortpflanzung beim Kacheln
Abbildung 6.7: Aufbau zum Einstellen der z-Rotation 126
Abbildung 6.8: Große Gitterfläche und konisches Strahlprofil
Abbildung 6.9: Grundarten des Biegens gekachelter Substrate
Abbildung 7.1: 2x2 gekacheltes Analysatorgitter und seine Visibilitätskarte
Abbildung 7.2: Falschfarbenbild der vertikalen Fuge des 2x2-Gitters

Abbildung 7.3: Gemittelte Visibiliät in horizontaler und vertikaler Richtung143
Abbildung 7.4: Visibilitätskarte des Kreuzungspunkts des 2x2-Gitters
Abbildung 7.5: Projektionen eines Frosches mit 2x2- Kachelanalysatorgitter
Abbildung 7.6: Flatfieldphasenbilder mit gekacheltem G1 und G2
Abbildung 7.7: Gekacheltes und lasergeschriebenes Phasengitter
Abbildung 7.8: Visibilitätskarten mit un- oder gekacheltem Phasengitter
Abbildung 7.9: Phasenbild eines Froschs mit gekacheltem G1 und G2

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1: Historische Entwicklung
Tabelle 3.1: Lochanteil einer Lamelle durch Sonnenstrahlen62
Tabelle 4.1: Bewertung ausgewählter Verfahren zur Flächenvergrößerung83
Tabelle 6.1: Kachelanzahl zum Bedecken eines Dektors nach Kachelform111
Tabelle 6.2: Voreinschätzung dreier ausgewählter Trennverfahren
Tabelle7.1:GemesseneVisibilitätmitdem2x2gekacheltenAnalysatorgitter

1 Einleitung

Bildgebung mit Röntgenstrahlung zählt seit deren Entdeckung durch Wilhelm Conrad Röntgen 1895 [1] zu einem der zentralen medizinischen Diagnostikwerkzeuge, um Erkenntnisse über das Körperinnere zu gewinnen. Seit Ende des 19. Jahrhunderts hat sich am physikalischen Prinzip des Absorptionskontrastes wenig geändert: Hinter dem untersuchten Objekt wird die Röntgenstrahlung, die nicht vom Objekt absorbiert wurde, gemessen. Das Intensitätsprofil kann so Aufschluss über die Materialien und ihre Geometrie im Objektinnern geben. Hohe Kontraste können nur zwischen Bereichen mit sehr unterschiedlichem Absorptionsvermögen entstehen, wie im menschlichen Körper zwischen den sehr stark absorbierenden Knochen und dem im Verhältnis dazu schwach absorbierenden umliegenden Gewebe. Aus diesem Grund eignet sich der Absorptionskontrast nicht, ähnlich stark absorbierende Bereiche zu untersuchen, wie sie z. B. in Organen und Geweben vorkommen.

Dieser Mangel kann jedoch mit Hilfe der sehr sensitiven Röntgen-Phasenkontrastverfahren behoben werden. Sie nutzen die Phasenverschiebung der Röntgenstrahlung beim Durchtritt durch ein Objekt aus. Das Verfahren mit größter Aussicht zur Marktreife ist die gitterbasierte Talbot-Lau-Interferometrie. Standard-So können Röntgenapparate mit überschaubarem technischem mit Aufwand Talbot-Lau-Röntgengittern zu Interferometern ausgebaut werden. Außerdem liefert ein Talbot-Interferometer mit einer Messung drei komplementäre Bildinformationen: den konventionellen Absorp-

Einleitung

tionskontrast, den Phasenkontrast sowie den Dunkelfeldkontrast, der auf Kleinwinkelstreuung beruht, Dieser Satz aus drei Bildsignalen eröffnet erstmals die Möglichkeit, mittels Röntgentechnik Tumore von gesundem Gewebe zu unterscheiden oder Gefäßablagerungen ohne Einsatz von Kontrastmitteln sichtbar zu machen. Die Kernelemente des Talbot-Lau-Interferometers sind nach heutigem Entwicklungsstand ein Phasengitter, das gemäß seinem Namen ein Interferenzmuster durch periodische Phasenverschiebung ohne Absorption erzeugen soll, und zwei Absorptionsgitter. Das erste Absorptionsgitter stellt die notwendige Kohärenz für die Interferometrie sicher, das zweite erlaubt, das Interferenzmuster zu analysieren. Die Gitter haben Perioden im Bereich weniger Mikrometer, gleichzeitig müssen die Lamellen der Absorptionsgitter bis zu mehreren hundert Mikrometern hoch sein. um hohen Kontrast zwischen Stegen und Lücken der Gitter zu gewährleisten. Diesen hohen Anforderungen an die Fertigung genügen nur wenige Herstellungsprozesse. Am Institut für Mikrostrukturtechnik werden diese Röntgengitter im LIGA-Verfahren (Lithographie, Galvanik) hergestellt, mit dem Aspektverhältnisse von 100 bereits erreicht wurden. In der medizinischen Bildgebung werden aber Sichtfelder in der Größenordnung von mindestens 200 mm x 200 mm benötigt, von denen selbst das aussichtsreiche LIGA-Verfahren mit bisher höchstens 100 mm x 100 mm noch weit entfernt war.

Im Rahmen dieser Arbeit werden Möglichkeiten zur geforderten Flächenvergrößerung von Röntgengittern mit hohem Aspektverhältnis untersucht. Dies setzt eine hohe Qualität der Gitterstrukturen auf großer Fläche voraus. Im

Röntgenphasenkontrast-Verfahren

ersten Teil werden die Maßnahmen und Entwicklungen zur Verbesserung der Gitterqualität und –homogenität beschrieben und diskutiert, die eine Erhöhung der Visibilität um mehr als den Faktor 2 bewirkten. Darauf aufbauend werden Methoden der Flächenvergrößerung erarbeitet und analysiert, bevor der vielversprechendste Ansatz – das Kacheln von Gittern verfügbarer Größe – entwickelt und hinsichtlich seiner Auswirkungen auf die Bildgebung untersucht wird.

2 Stand der Technik

Die Röntgenbildgebung stellt eine wichtige Methode der medizinischen Diagnostik dar, wobei die eingesetzten Röntgentechniken fast ausschließlich auf dem Absorptionskontrast basieren, bei dem die Abschwächung der Röntgenstrahlung durch das Objekt gemessen wird. [2] Ein hoher Kontrast entsteht zwischen Objektteilen aus Materialien mit großem Absorptionskoeffizienten und solchen mit niedrigem Absorptionskoeffizienten wie z. B. zwischen Knochen und Gewebe. Bei der Darstellung von ähnlich stark absorbierenden benachbarten Bereichen stößt die Methode an ihre Grenzen: Veränderungen in Weichgewebe wie Organen oder Blutgefäßen oder die Unterscheidung von gesundem und tumorösem Gewebe können kaum detektiert werden – der Signalunterschied ist zu gering.

Neben Ansätzen zur Optimierung des Absorptionskontrastes – beispielhaft sei die Dual-Source-Technik [3]–[5] genannt, die für die kontrastreichere Darstellung von Objekten Absorptionskontrastbilder zweier Energien vergleicht – wurden seit 1965 [6], [7] zahlreiche Verfahren entwickelt, die die sehr sensitive Phasenverschiebung von Röntgenstrahlung beim Durchtritt durch ein Objekt auswerten. Insbesondere bei dünnen Proben oder Proben mit ähnlichem Absorptionskoeffizienten kann über die Phase ein hoher Kontrast erzielt werden, während er für die Absorption fast vollständig verschwindet. Bezogen auf den komplexen Brechnungsindex eines Materials wird nicht mehr nur der Imaginärteil β – die Absorption -, sondern auch der Realteil δ – die Phase – für die Bildgebung ausgenutzt. Entdeckt und entwickelt wurde die Phasenkontrastmethode ursprünglich für die Lichtmikroskopie durch den niederländischen Physiker Frits Zernike, der dafür 1953 den Nobelpreis für Physik erhielt. [8]



Abbildung 2.1

Phasenverschiebung δ und Absorption β einer elektromagnetischen Welle beim Durchtritt eines Objektes im Vergleich zu einer ungestörten Referenzwelle.

Abbildung 2.1 zeigt vereinfacht das physikalische Prinzip von Absorption und Phasenverschiebung: Während durch die Absorption im Objekt die Amplitude der Welle – die Intensität – abnimmt, ändert sich auch die Geschwindigkeit im Objekt und resultiert in einer Phasenverschiebung im Vergleich zu einer Referenzwelle im Vakuum. Absorptionsunterschiede korrelieren direkt mit Intensitätsunterschieden im Transmissionsbild. Phasenunterschiede sind schwieriger zu detektieren: Um sie in Intensitätsunterschiede umzuwandeln, bedienen sich die meisten Phasenkontrastmethoden Interferenzeffekten. Die Phasenverschiebungen werden sichtbar, indem sie Form und Lage der Interferenzmuster verändern. Voraussetzung für Interferenz ist eine vom Aufbau abhängige mindestens notwendige räumliche und zeitliche Kohärenz.

2.1 Röntgenphasenkontrast-Verfahren

Bis heute wurde eine Vielzahl an Verfahren zur Auswertung des Phasensignals von Objekten entwickelt. [9]–[15] Alle Verfahren werden maßgeblich durch die *zeitliche (longitudinale)* und *räumliche (transversale) Kohärenz* begrenzt. [16], [17]

Die zeitliche Kohärenzlänge L_L hängt von der Bandbreite $\delta\lambda$ um die zentrale Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung ab:

$$L_L = \frac{\lambda^2}{\delta \lambda}$$
 2.1

Die Art des Spektrums hängt von der Bandbreite ab: Schmale Bandbreite wird als *monochromatisches Spektrum* bezeichnet, große Bandbreite dagegen als *polychromatisches Spektrum*. Die zeitliche Kohärenzlänge ist demnach für ein polychromatisches Spektrum kleiner als für ein monochromatisches.

Die *räumliche (transversale) Kohärenzlänge* L_T wird neben der Wellenlänge von der Quellgeometrie – dem Quellabstand l und der Quellfleckgröße w – bestimmt:

$$L_T = \lambda \cdot \frac{l}{w}$$
 2.2

Die Kohärenzlängen legen die zulässigen Obergrenzen fest, die bei Wahl von Methode und Aufbau nicht überschritten werden dürfen.

Wilkins et al. teilen die Verfahren beispielsweise in folgende fünf Kategorien ein und geben in ihrer Tabelle 1 einen komprimierten Überblick über die verwendeten optischen Elemente, deren Bedeutung im Aufbau, Anforderungen an Kohärenz sowie die messbaren Phaseninformationen [9]:

• Einkristallbasiertes Interferometer. [6], [7], [14], [18] Der Kristall spaltet einfallende Röntgenstrahlung in zwei Lichtpfade auf: In einem befindet sich das zu analysierende Objekt, der zweite dient als Referenz. Die beiden Lichtpfade werden schließlich zusammengeführt, so dass aus ihrem Interferenzverhalten auf die Phasenverschiebung im Objekt geschlossen werden kann. Kristalle beschränken aufgrund ihrer Größe sehr das Sichtfeld und erfordern hohe Kohärenz.



Abbildung 2.2 Einkristallbasiertes Interferometer

• Analysatorbasierte Methoden. [19]–[21] (Synonym: Diffraction Enhanced Imaging) Während der erste Kristall als Monochromator wirkt, dient der zweite Kristall als Analysator. Auch bei dieser Methode schränken die Kristalle die Größe des Sichtfeldes ein und benötigen hohe Kohärenz.



Abbildung 2.3

Analysatorbasierter Aufbau

• **Propagationsbasierte Methoden.** [22]–[27] (Synonym: In-line Phase Contrast) Die Aufbauten kommen ohne zusätzliche Röntgenoptiken aus, entscheidende Komponenten sind Röntgenquelle und Detektor. Sie benötigen hohe räumliche Kohärenz und lange Aufbauten.



Abbildung 2.4 Propagationsbasierter Aufbau

• **Coded Aperture – Methoden.** [28]–[30] Gitter großer Periode werden für Schattenwurf statt Interfenz verwendet: Die Pixel des Detektors sind teilweise durch eine Schattenmaske abgedeckt, die sich mit dem Muster eines Gitters davor deckt; ein Objekt verändert die Schattenform und damit die Intensität in den Pixeln.



Abbildung 2.5

Coded Aperture - Aufbau

• **Gitterinterferometer.** [11], [16], [31], [32] Ein bis drei Gitter prägen der Wellenfront ein periodisches Interferenzmuster auf, dessen Form sich durch ein Objekt im Strahlengang verändert. Die Anforderungen an die räumliche Kohärenz sind hoch; ein Quellgitter macht den Einsatz konventioneller Röntgenröhren möglich.



Abbildung 2.6

Gitterinterferometer

Klinische Eignung hat bisher noch keines der Verfahren erreicht, da vor allem die scharfen Kohärenzanforderungen teure Röntgenquellen wie Synchrotrons erforderlich machen oder das Sichtfeld zu klein für Anwendungen ist. Allerdings scheint die Gitterinterferometrie aus heutiger Sicht die größten Chancen zu haben, die hohen Anforderungen klinischer Bildgebung bezüglich Patientendosis, Bestrahlungsdauer, Sichtfeld und Kosten zu erfüllen, indem sie konventionelle Röntgenröhren nutzt oder sogar in bestehende Röntgenapparate und – CT-Syteme integriert werden kann. Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich im Weiteren ausschließlich mit der Gitterinterferometrie, insbesondere mit der Talbot-Lau-Interferometrie.

2.2 Talbot-Lau-Interferometer

[16], [33], [34]

Die Methode des Talbot-Lau-Interferometers macht sich den von Henry Fox Talbot 1836 entdeckten Effekt zu Nutze, der für sichtbares Licht einen Selbstabbildungseffekt eines optischen Gitters in periodischen Entfernungen d_{Talbot} beobachtete [35]:

$$d_{Talbot} = \frac{2 \cdot p_1^2}{\lambda}$$
 2.3

mit der Gitterperiode p_1 und der Wellenlänge λ .

Das Interferometer besteht aus drei Gittern mit Perioden im Bereich weniger Mikrometer, zusätzlich zu Röntgenquelle und –detektor: Phasengitter, Analysatorgitter und Quellgitter. Der Begriff *Phasengitter (G1)* rührt von dessen Eigenschaft her, nur die Phase zu verändern, ohne – im Idealfall – Röntgenstrahlung zu absorbieren. Während in den Lücken die Strahlung unbeeinflusst bleibt, verschieben die Gitterstege die Phase der Wellenfront um eine Viertelwellenlänge (π /2-Aufbau) oder um eine halbe Wellenlänge (π -Aufbau), so dass hauptsächlich die erste und minus erste Beugungsordnung zur Interferenz kommen. Hinter dem Phasengitter entsteht ein *Talbot-Teppich* – die Bezeichnung für das in Strahlrichtung periodisch veränderliche Interferenzmuster. In den ungeraden,

Talbot-Lau-Interferometer

fraktionalen Talbot-Abständen treten die Selbstabbilder des Phasengitters auf (maximaler Kontrast), während in den geraden der Kontrast vollständig verschwindet. Ein Objekt im Strahlengang verändert durch die Phasenverschiebung die Form der Selbstabbildungen; die nicht messbare Phasenverschiebung wird damit in eine messbare Intensitätsmodulation umgewandelt.



Abbildung 2.7

Talbot-Teppich. Intensitätsverteilung hinter einem Gitter (linker Rand). In periodischen Abständen in horizontaler Richtung treten durch Interferenz Maxima bzw. Minima in der Intensität auf.

Die Gitterperiode des Phasengitters ist in der Regel sehr viel kleiner als die Pixelgröße des Detektors, die Selbstabbildung kann folglich nicht von diesem aufgelöst werden. Eine Schattenmaske in Form eines Absorptionsgitters – das *Analysatorgitter (G2)* –, eingesetzt am Ort einer Selbstabbildung des Phasengitters und mit gleicher Periode wie diese Selbstabbildung, löst dieses Problem: Der

Stand der Technik

Detektor muss nicht die Selbstabbildung auflösen, sondern detektiert nur noch dessen Formveränderungen als Intensitätsänderungen. Zur maximalen Absorption in den Gitterstegen bestehen diese meist aus Elementen hoher Kernladungszahl wie Gold, Wolfram oder Tantal. Der Aufbau aus Phasen- und Absorptionsgitter heißt *Talbot-Interferometer*. Voraussetzung ist eine Quelle hoher räumlicher Kohärenz, vor allem kleine Quellfleckgröße, die nur von teuren Synchrotronquellen oder Mikrofokusröhren, nicht aber von konventionellen Röntgenröhren erfüllt wird. [16]

Erst ein drittes Gitter – das *Quellgitter (G0)* – unmittelbar hinter der Röntgenquelle macht den Einsatz herkömmlicher Röntgenröhren möglich: Jede Gitterlücke wirkt als virtuelle Quelle kleiner Quellgröße und erzeugt so die notwendige räumliche Kohärenz. [16] Der Effekt, dem Prinzip nach dem Talbot-Effekt ähnlich, ist nach seinem Entdecker Ernst Lau benannt [36] und trägt zum Namen des Aufbaus bei: Talbot-Lau-Interferometer.

Die Arbeitsgruppe um Hanben Niu hat einen Ansatz erarbeitet [37]–[39], der die Absorptionsgitter mit ihrem hohen Aspektverhältnis überflüssig macht: Sie verschmelzen Quelle und Quellgitter zu einer treppenförmig strukturierten Wolframanode und Analysatorgitter und Detektor zu einem strukturierten Detektor. Das Phasengitter ist ein konventionell mittels Siliziumätzen gefertigtes Gitter. Die Stege des periodisch strukturierten Detektors bestehen aus dem Szintillatormaterial CsI:Tl, die die Röntgenstrahlung in sichtbares Licht umwandeln, die Lücken aus Silizium. Für höchste Lichtausbeute werden die Seiten-

Talbot-Lau-Interferometer

wände des Siliziums oxidiert, um an ihnen Totalreflexion zu erreichen. Bei einer Designenergie von 31 keV wurden zwei Proben mit einem Sichtfeld von 55 mm x 55 mm untersucht. Einer Vergrößerung des Sichtfelds sowie einer Erhöhung der Designenergie steht aus Sicht der Autoren nichts im Wege. Die Idee des strukturierten Detektors haben auch die Siemens AG und das Paul-Scherrer-Institut bereits 2007 zum Patent angemeldet. [40], [41] Ob sich dieser Ansatz durchsetzen kann, bleibt abzuwarten. Separate Gitter garantieren insbesondere für das Analysatorgitter Unabhängigkeit vom Detektortyp, auch muss bei Gitterdefekten nicht der ganze Detektor getauscht werden. Zu tatsächlicher Ortsauflösung und Photonenausbeute des Szintillators machen die Autoren keine Angaben.

Mit einem Talbot-Lau-Interferometer kann die Phaseninformation auf drei Arten gewonnen weren:

• **einfachste Methode**. G2 wird um eine Viertelperiode gegen das Selbstbild von G1 verschoben fest positioniert, so dass auf eine Absorberlinie (oder auch auf eine Lücke) des G2 die Hälfte eines virtuellen Stegs und die Hälfte einer Lücke fällt. In dieser Anordnung ändert sich die lokale Transmission proportional mit dem Selbstbild; eine Änderung des Selbstbilds verhält sich proportional zur ersten Ableitung des Phasenschubs des Objekts.

Nachteile sind, dass die Unterscheidung zwischen Absorptionsanteilen und Diffraktionsanteilen schwierig ist und eine sehr exakte Positonierung notwendig wird; dies scheitert an Gitterfehlern oder Setup-Abweichungen. Moiré-Interferometrie. Phasen- und Analysatorgitter werden gegeneinander um den Winkel α um die optische Achse verdreht, so dass Moiré-Muster mit einer Periode von

$$p_M = \frac{p_2}{\alpha}$$
 2.4

senkrecht zur Lamellenrichtung entstehen. Der Phasengradient der Wellenfront $\frac{\partial \Phi}{\partial x}$ hängt wie folgt mit der lateralen Verschiebung Δy der Moiré-Muster zusammen:

$$\frac{\partial \Phi}{\partial x} = \alpha \cdot \frac{\Delta y}{d}$$
 2.5

Aus den beiden Formeln folgt, dass die Wahl des Verdrehwinkels α einem Kompromiss zwischen räumlicher Auflösung und Sensitivität unterliegt:

- Die räumliche Auflösung entspricht in etwa der Periode des Moiré-Musters: Je größer der Winkel, desto kleiner die Periode – und damit umso höher die räumliche Auflösung.
- Dagegen nimmt die Sensitivität mit wachsendem Winkel ab: Für einen gegebenen Phasengradienten werden Moiré-Muster für größere Winkel weniger verschoben.

Größter Vorteil der Methode ist, dass aus einem Bild reine Phaseninformation ohne unerwünschte Absorptionskom-
ponenten gewonnen werden können. Hauptnachteil jedoch stellt die um mindestens eine Größenordnung geringere Auflösung als die Detektorpixelgröße in Lamellenrichtung (senkrecht zu den Moiré-Linien) dar.

• Phase Stepping. Ein Gitter wird in seiner Ebene senkrecht zu seinen Lamellen um (mindestens) eine Gitterperiode verschoben und an jedem Punkt des Scans wird ein Bild aufgenommen. Daraus entsteht für jedes Pixel eine *Stepping-Kurve*, die die oszillierende Intensität je Pixel in Abhängigkeit von der Gitterposition zeigt.



Abbildung 2.8

Prinzip einer Steppingkurve. Die drei Bildinformationen können aus dem Vergleich der Referenzmessung ohne Objekt und der Messung mit Objekt gewonnen werden: der Absorptionskontrast aus dem Verhältnis der Mittelwerte, der Phasenkontrast aus der Phasenverschiebung zwischen den Kurven und das Dunkelfeldbild aus dem Verhältnis der Quotienten Amplitude zu Mittelwerte. Die Methode erfordert zwei Bildserien, eine mit und eine ohne Objekt, aus deren Differenz zeitgleich drei sich ergänzendende Bildinformationen ermittelt werden können:

- Absorptionskontrast. Der konventionelle Kontrast durch Abschwächung im Objekt bleibt bei dieser Methode erhalten. Er zeigt hohen Kontrast zwischen Materialbereichen großer Absorptionskoeffizientenunterschiede. Er ist im Mittelwert einer Oszillation enthalten, neben dem kantenverstärkenden Fresnel Diffraktionskontrast.
- Phasenkontrast. Er nutzt die Phasenverschiebung in Objekten aus. Durch ihn lassen sich auch Bereiche ähnlicher Absorptionseigenschaften mit hohem Kontrast darstellen, wie z. B. Weichgewebe. Die Phase der Stepping-Kurve φ(x, y) hängt vom Phasenprofil der Wellenfront Φ(x, y) ab:

$$\varphi(x,y) = \frac{\lambda \cdot d}{p_2} \cdot \frac{\delta \Phi(x,y)}{\delta x}$$
 2.6

 Dunkelfeldkontrast. [42] (Synonyme: Kleinwinkelstreukontrast, Visibilitätskontrast) Der Begriff wurde durch Pfeiffer et al. geprägt, in Anlehnung an die Dunkelfeldmikroskopie: Bei beiden Methoden wird nur das Streulicht gemessen. Der Dunkelfeldkontrast betont innere und äußere Objektkanten und –übergänge sehr stark und ermöglicht Strukturen unterhalb der Auflösungsgrenze des Aufbaus zu detektieren. Besonders für die medizinische Bildgebung mit großen Pixelgrößen (um große Sichtfelder zu ermöglichen) wird dieser Fakt für die Auflösung z. B. granulärer Strukturen im Mikrometerbereich in Tumorgewebe wichtig. Er drückt das Verhältnis der Quotienten aus Amplitude und Mittelwert für Objekt- und Referenzkurve aus.

Die Methode funktioniert sowohl bei Verschieben von Analysatorgitter, Phasengitter oder auch der Quelle bzw. des Quellgitters. Das Verschieben der Quelle (des Quellgitters) erfordert jedoch eine deutlich geringe Präzision (Faktor $\frac{l}{d}$ kleiner).

Wesentlicher Nachteil dieser Methode ist der Umstand, dass mehrere Bilder anstatt nur einem aufgenommen werden müssen. Dies bedeutet jedoch nicht zwingend eine Erhöhung von Bestrahlungsdosis und –zeit. [16]

Zentrale Größe zur Charakterisierung der Güte eines Talbot-Lau-Interferometers ist die *Visibilität*. Sie ist ein Maß für den erreichbaren Kontrast und errechnet sich aus den Extrema der Intensitäten einer Steppingkurve [17]:

$$V = \frac{Max - Min}{Max + Min}$$
 2.7

Einen guten chronologischen Überblick über die Entwicklung der gitterbasierten Röntgen-Phasenkontrastbildgebung seit der Jahrtausendwende geben Pfeiffer et al. [11], zur Vollständigkeit wurden historische Grundlagen sowie aktuelle Veröffentlichungen ergänzt (vgl. Tabelle 2.1).

Tabell	e 2.1		
Histor	ische Ei	ntwicklung	
1836	[35]	Talbot	Talbot-Effekt
1948	[36]	Lau	Lau-Effekt
1953	[8]	Zernike	Phasenkontrastmethode für Lichtmikroskopie
1965	[6], [7]	Bonse, Hart	Röntgeninterferometrie
1971	[43]	Lohmann, Silva	Talbot-Interferometer für sichtbares Licht
1985	[44]	Aristov et al.	Talbot-Effekt für weiche Röntgenstrahlung
1992	[45]	Clauser et al.	Talbot-Lau-Interferometrie
1997	[46]	Cloetens et al.	Talbot-Effekt für harte Röntgenstrahlung (Synchrotron)
2002	[47]	David et al.	Vorversuch: Aufbau mit zwei Phasengittern und einem Analysator- kristall (Synchrotron)
2003	[32]	Momose et al.	Talbot-Interferometer für harte Röntgenstrahlung (Synchrotron)

Stand der Technik

21

2011	[57]	Momose et al. 4D-Phasen-Kontrast durch schnelles Phase-Stepping
	[58]	Stampanoni et Studie zum Potential der gitterbasierten Interferometrie für die al. Mammographie
	[63]	Stutman et al. Analyse von Gelenkknorpel der Hand
	[09]	Thüring et al. Gebogene Gitter (Röntgenröhre)
2012	[61]	Sztrokay et al. Phasen-Kontrast Brust-CT (Synchrotron)
	[62]	Rutishauser et Phasen-Kontrast mit XFEL (Freier-Elektronen-Laser) al.
	[63]	Tapfer et al. Erster vorklinischer Kleintierscanner (Röntgenröhre)
	[64]	Modregger et Verbesserte Post-Processing Techniken al.
	[65]	Zanette et al. Verbesserte Akquisitation
	[99]	Schleede et al. Analyse von Lungenemphysemen (Compact Light Source)

22

2013	[67]	Hetterich et al.	Analyse artherosklerotischer Plaques (Röntgenröhre)
	[68]	Anton et al.	Dunkelfeld-Bildgebung für Mammographie (Röntgenröhre)
	[69]	Bech et al.	Erste in-vivo Projektionen einer Maus
	[70]	Willner et al.	Phasenkontrast bei 82 keV (Synchrotron)
2014	[71]	Malecki et al.	Tensor-Tomographie
	[72]	Hipp et al.	Energiegewichteter Phasenkontrast (Röntgenröhre)
	[73]	Pelzer et al.	
	[74]	Thüring et al.	Hochenergie-Phasenkontrast bei 100 keV (Röntgenröhre)
2015	[75]	Velroyen et al.	Erste in-vivo Dark-field Tomographie einer Maus
	[26]	Ruiz et al.	Hochenergie-Phasenkontrast >180 keV (Synchrotron)
	[77]	Bruker microCT	Erster kommerzieller Phasenkontrastscanner: <i>Skyscan 1294</i> (Röntgenröhre)

23

2.3 Gitterfertigung

Herzstück des Talbot-Interferometers sind Röntgengitter mit Gitterperioden im Bereich weniger Mikrometer. Während die Steghöhe der Phasengitter im Bereich einbis zweistelliger Mikrometer liegt, müssen die Stege der Absorptionsgitter G0 und G2 eine Größenordnung höher sein, um hohe Absorption zu garantieren. Gitter mit Aspekverhältnissen von 100 und größer sind eine große Herausforderung für die Fertigung und schränken die Auswahl an Methoden auf einige wenige ein. Im Folgenden werden nur die heute relevanten Verfahren vorgestellt, weitere existieren bisher nach derzeitigem Wissensstand nur als Idee auf dem Papier. [78], [79]

2.3.1 Anforderungen

Die Qualität der Röntgengitter über die ganze Fläche ist für die Bildgebung entscheidend: Abweichungen vom idealen Liniengitter führen zu Verlusten in der Visibilität und damit der Bildqualität. Für die medizinische Bildgebung bedeutet das längere Belichtungszeiten und in der Folge höhere Patientendosen. Im Folgenden werden die wichtigsten Fehlerarten von Röntgengittern beschrieben:

• Abweichender Duty Cycle. Weicht der Mittelwert der Metalllinienbreite von seinem Sollmaß ab, verringert sich die mittlere Visibilität. Lokale Schwankungen in und unterhalb der Größenordnung der effektiven Pixelgröße lassen die Visibilität von Pixel zu Pixel schwanken. E-Beamlithographisch hergestellte Masken schwanken kaum um den erreichten Mittelwert, der allerdings 10 – 20 % vom Sollmaß abweichen kann.

- Inhomogene Metallhöhe. Zu unterscheiden sind lokale und globale Schwankungen, kleiner bzw. größer als die effektive Pixelgröße des Detektors. Lokale Schwankungen können die Visibilität im Mittel verringern: in Absorptionsgittern aufgrund partieller Resttransmission, in Phasengittern durch verrauschten Phasenschub. Schwankt die Metallhöhe global, so schwankt die Visibilität von Pixel zu Pixel. Ein Beispiel für globale Schwankungen ist der "Badewanneneffekt" von galvanisierten Proben, bei dem die Strukturen am Gitterrand wegen konzentrierter Feldlinien höher werden als in der Strukturfeldmitte. [80]
- Formabweichungen. Passen die Gitter aufgrund von Formabweichungen lokal nicht zueinander, werden der maximale Intensitätsunterschied und damit die Visibilität kleiner. Zu den Formabweichungen zählen
 - Welligkeit. Schwankende Abweichung der Lamellenmittellinie von der Sollgeraden. Dies tritt durch Resistschrumpf während des Post Exposure Bakes, ungeeignete Trocknungsmethode oder thermische Spannungen aufgrund unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten von Substrat und Resist während der Galvanik auf.

- Aufrisse, Gräben. Lokal große Veränderung von Periode und Duty Cycle. Ursache sind lokale Spannungsschwankungen, die vermutlich durch lokale E-Modulschwankungen des Resists und lokale Schwankungen des Querschnitts der Lamellen z. B. durch lithographische Stitchingfehler verursacht werden. Letzteres kann durch Aufrisse im Abstand der E-Beam *main fields* – reduziert um den Überlapp der Felder – belegt werden.
- Löcher. Fehlende Metallstrukturen in Bereichen nicht freientwickelter Resiststrukturen oder Auftreten von Metallblöcken in Bereichen fehlender Resistlamellen, z. B. durch Ablösung, oder durch Übergalvanisieren
- Abweichende Periode. Deckt sich beispielsweise die Gitterperiode des Analysatorgitters nicht mit dem virtuellen Bild des Phasengitters, verringert sich der maximal erreichbare Intensitätsunterschied während des Steppings und damit die Visibilität. Diese Fehlerart spielt allerdings eine untergeordnete Rolle, da einerseits die fertigungsbedingten Abweichungen klein sind und andererseits in Aufbauten mit der Projektionsvergrößerung durch den konischen Strahl von Röntgenröhren kompensiert werden können, indem das Gitter in Strahlrichtung verschoben wird.

2.3.2 Siliziumätzen

Die derzeit größte Konkurrenz zum LIGA-Verfahren setzt auf das anisotrope KOH-Ätzen von <110>-Silizium-Substraten, die anschließend durch Bedampfen leitfähig gemacht und dann galvanisch gefüllt werden. Das anisotrope Ätzen wird durch die hohe Selektivität von etwa 80:1 zwischen den Kristallrichtungen <110> und <111> möglich, so dass nahezu senkrechte Wände - abweichende Winkel bis 0,2 ° wurden berichtet – erzeugt werden können. Ein Phasengitter besteht nur aus Silizium, sein Herstellungsprozess endet nach dem Ätzschritt. Bedampft und galvanisch mit Gold gefüllt kann daraus ein Quellgitter entstehen. Für die Herstellung des Analysatorgitters G2 kommt eine Entwicklung der Galvanik zum Einsatz (vgl. Abbildung 2.9): Die Gräben im Silizium sind drei Mal breiter als ein Steg; nach dem Bedampfungsschritt wächst galvanisch eine stegbreitdicke Goldschicht um die Stege. Die mäanderförmige Goldschicht, die abwechselnd silizium- und luftgefüllte Lücken besitzt, entspricht damit einer Periodenverdopplung. [81]



Abbildung 2.9

Prozesskette zur Herstellung von Analysatorgittern mittels Siliziumätzen. Zunächst wird die Ätzmaske photolithographisch auf einem <110>-Si-Wafer hergestellt (links), bevor die Strukturen nass-chemisch im KOH-Bad geätzt werden (Mitte) und schließlich bedampft und galvanisch mit Gold gefüllt werden (rechts). Durch die mäanderförmige Goldschicht entsteht eine effektive Periodenverdopplung. Entwickelt von der Arbeitsgruppe um Christian David am Paul-Scherrer-Institut in der Schweiz [81], [82] wird das Verfahren heute am *Centre Suisse d'Électronique et de Microtechnique* (CSEM) fortgeführt. In einer aktuellen Veröffentlichung werden für die Herstellung des Analysatorgitters bei Gitterperioden von 2 µm bis 5 µm bei einem Duty Cycle von 0,5 Höhen von 50 µm bis 150 µm angegeben, was einem Aspektverhältnis von mindestens 60 entspricht. [83]

Wie bereits erwähnt, nutzt und entwickelt die Arbeitsgruppe um Tadashi Hattori inzwischen ebenfalls diese Technik, um kostengünstige Röntgengitter und –masken herzustellen. [84], [85] Eine Weiterentwicklung berichten Yashiro et al. mit der Abformung in ein metallisches Glas. [86]

Die chinesische Arbeitsgruppe um Hanben Niu hat auf Basis des Silizium-Ätzens eine kostengünstige Mikrogießtechnik mit Bismut entwickelt. Sie geben an, Absorptionsgitter mit Perioden von 42 μ m und 3 μ m mit Metallhöhen von 110 μ m und 150 μ m hergestellt zu haben, was für die kleinere Periode einem Aspektverhältnis von 73 oder 100 entspricht. Den verwendeten Silizium-Ätz-Prozess haben sie ausgehend von einem von Siemens entwickelten Prozess selbst entwickelt. [87], [88]

2.3.3 Abscheideprozesse

Die beiden größten Herausforderungen des LIGA-Verfahrens und des Siliziumätzprozesses – Gitterstrukturen mit Aspektverhältnissen >100 bei Perioden <2 μ m – umgehen Abscheideverfahren aus der Gasphase: Abwechselndes Abscheiden von für Röntgenstrahlung transparenten und opaken Schichten ermöglicht Gitter mit Perioden << 1 µm mit theoretisch sehr großen Aspektverhältnissen >1000. Erkauft werden diese Vorteile mit einem sehr kleinen Sichtfeld in der Richtung senkrecht zu den Schichten, da Schichtabscheidungen relativ viel Zeit beanspruchen. Eine zumindest teilweise Lösung dieses Problems verspricht die Verwendung eines treppenförmigen Substrats: Während der Abscheidung entsteht auf jeder Stufe ein Gitter, das mit seinen Nachbarn im richtigen Abstand einen virtuellen Stapel erzeugen kann. Jede Stufe verschiebt das Gitter in Strahlrichtung und entfernt es von der idealen Position im Talbotteppich; kürzere Stufen reduzieren wiederum das Aspektverhältnis. Die Herstellung muss je nach Anwendung den Kompromiss zwischen Aspektverhältnis, Größe des Sichtfelds und Produktionsdauer finden

Mit diesen sehr kleinen Perioden kann anstelle eines im Nahfeld funktionierenden Talbot-Interferometers im Fernfeld ein Bonse-Hart-Interferometer mit Phasengittern statt Kristallen aufgebaut werden. Entwickelt wird diese Technik in der Arbeitsgruppe um Han Wen [89], [90], die auf etablierten Methoden zur Herstellung von Blazegittern im EUV- bis weichen Röntgenbereich aufbaut. [91], [92]

2.3.4 LIGA

Eine vielversprechende Methode zur Herstellung der Absorptionsgitter ist das Röntgen-LIGA-Verfahren, das am Institut für Mikrostrukturtechnik entwickelt wurde. Das deutsche Akronym LIGA steht für *Lithographie, Galvanik*

Stand der Technik

und *Abformung* und bezeichnet einen Prozess zur Herstellung und Replikation von 2,5 D-mikrostrukturierten Polymerbauteilen mit hohem Aspektverhältnis: Eine lichtempfindliche Polymerschicht auf einem leitfähigen Substrat wird in der Regel über eine Schattenmaske mit UV- oder Röntgenstrahlung strukturiert. Die Polymerstruktur wird galvanisch gefüllt, die Metallstruktur – das spätere Abformwerkzeug – anschließend entformt. Im Heißprägeverfahren und im Spritzguß können mit diesem Abformwerkzeug größere Stückzahlen an Polymerbauteilen hergestellt werden.



Abbildung 2.10

Gitterherstellung im LIGA-Verfahren. Abgebildet sind die beiden wichtigsten Schritte: Ein mit Fotoresist beschichtetes Substrat wird über eine Maske mit Goldabsorbern mit Röntgenstrahlung belichtet (links). Nach der Entwicklung werden die entstandenen Kavitäten galvanisch gefüllt (rechts).

Mikrostrukturen mit sehr geringen Formtoleranzen in großer Stückzahl herzustellen macht die Stärke des Verfahrens aus. Insbesondere die Verwendung von Röntgenstrahlung ermöglicht nahezu senkrechte Strukturflanken und sehr niedrige Rauigkeit der Seitenwände.

Das LIGA-Verfahren wurde Ende der 1970er Jahren entwickelt, um Trenndüsen für die Urananreicherung herstellen zu können. [93] Im letzten Jahrzehnt wurde der Prozess als vielversprechender Ansatz – in verkürzter Form ohne den Abformschritt – für die Herstellung von Röntgengittern mit hohem Aspektverhältnis identifiziert und angepasst, so dass Gitterstrukturen mit Aspektverhältnis bis zu 100 möglich wurden. [94] Abbildung 2.10 zeigt die beiden wichtigsten Prozessschritte des LIGA-Verfahrens für die Gitterherstellung, die Resiststrukturierung mittels Röntgenstrahlung und Maske und die Galvanisierung der freientwickelten Kavitäten.

Ebenfalls auf der Basis des LIGA-Verfahren hat die Arbeitsgruppe um Tadashi Hattori in den vergangenen Jahren Gitter auf Flächen bis 100 mm x 100 mm bei Aspektverhältnissen bis etwa 13 hergestellt. [95]–[97]

Substratvorbereitung

Als Substrate für die Gitterherstellung werden heute standardmäßig 4"-Silizium-Wafer (200 μ m oder 525 μ m dick) eingesetzt, die mit einer leitfähigen Galvanikstartschicht, meist oxidiertem Titan oder Chrom-Gold, beschichtet sind. Oxidiertes Titan garantiert durch seine raue, schwammähnliche Struktur hohe Haftung von Resist und Metall auf dem Trägersubstrat. Nach einem Reinigungsschritt im Sauerstoffplasma wird der Wafer mittels Spincoating mit dem auf hohe Aspektverhältnisse optimierten SU-8 basierten Negativresist *mr-X* der Fa. *Microresist Technology* beschichtet und auf einer Heizplatte getrocknet. Mit diesem Verfahren können sehr homogene Schichtdicken bis ca. 300 µm eingestellt werden.

Strukturierung

Der Resist wird röntgenlithographisch mit Hilfe einer Schattenmaske - Goldabsorber auf einer röntgentransparenten Membran - strukturiert, [81], [98] Zunächst wird mittels Elektronenstrahlschreiber eine Zwischenmaske hergesellt, die – teuer und aufwändig in ihrer Herstellung - in eine Arbeitsmaske umkopiert wird. Standardarbeitsmasken bestehen für den zur Strukturierung eingesetzen längeren Wellenlängenbereich an LIGA I von 3.8 Å bis 5,6 Å (2,2 keV – 3,3 keV) aus 2,7 µm dicken oxidierten Titanmembranen mit 2,2 µm hohen Goldabsorbern; für den kürzereren Wellenlängenbereich an LIGA II von 0,8 Å bis 5 Å (2,5 keV – 15,0 keV) können stabilere Membranen wie 100 µm Si-Wafer verwendet werden, allerdings müssen die Goldabsorber für ausreichend Absorption mindestens 25 um hoch sein. Die Arbeitsmaske wird über Abstandshalter (Proximities, 7,5 µm dicke Polyimidstreifen) mit dem Resist in Kontakt gebracht, bevor der Verbund mit Röntgenlicht des ANKA-Speicherrings bestrahlt wird.

Durch die Röntgenbestrahlung wird der Photoinitator im Negativresist aktiviert. Er setzt die Vernetzungsreaktion der Monomere des Resist in den belichteten Bereichen im anschließenden *Post Exposure Bake* in Gang. Dabei läuft die Vernetzungsreaktion erst bei Temperaturen über 50 °C ausreichend schnell ab. Als Standardparameter haben sich eine Backzeit von 2 h 20 min bei 75 °C etabliert, bevor der Ofen über mindestens acht Stunden kontinuierlich auf Raumtemperatur wieder abkühlt. Das langsame Abkühlen soll intrinsische Materialspannungen reduzieren und so der Deformation der Strukturen vorbeugen.

Die unbelichteten Bereiche des Fotolacks können im Becherglas mit der Entwicklerlösung Propylenglycolmonomethyletheracetat (PGMEA) gelöst werden, die die vernetzten Bereiche nicht angreift. Aus Kostengründen wird in zwei Stufen entwickelt, eine Grob- und eine Feinentwicklung: Für die Grobentwicklung (30 min bei Raumtempertur) wird die wenig verunreinigte Lösung einer vorangegangen Feinentwicklung verwendet, um zunächst die großflächigen Randbereiche wegzuentwickeln. Während der Feinentwicklung (60 min bei Raumtemperatur) werden die verbleibenden Resistreste in den kapillarähnlichen Kavitäten zwischen den Gitterstegen herausgelöst, da dieser Prozess diffusionsbegrenzt länger dauert. Schließlich werden die Strukturen im Isopropanolbad gespült. Um etwaige Resistreste und Häutchenbildung am Substratgrund – verursacht durch Sekundäreffekte, insbesondere Photoelektronen - im Sauerstoffplasma der RIE trocken-chemisch entfernen zu können, werden die Strukturen nach der Entwicklung bei Umgebungsdruck und Raumtemperatur (bis 30 °C) getrocknet.

Galvanik

Die Kavitäten werden im mit Elektrolyt befüllten Becherglas galvanisch mit Gold (sulfitisch) [80] für Absorptionsgitter oder Nickel für Phasengitter gefüllt, indem der elektrisch leitende Substratgrund der ins Bad eingehängten Anode als Gegenelektrode dient. Die Herausforderung besteht darin, die Polymerstrukturen bis knapp unter ihren Rand metallisch homogen zu füllen, ohne lokal, oder schlimmer noch global, überzugalvanisieren.

Endkontrolle

Neben einer makroskopischen und mikroskopischen Sichtkontrolle auf Beschädigungen und Deformationen werden anhand von Aufnahmen des Rasterelektronenmikroskops abschließend die wichtigsten Gitterparameter kontrolliert: die Gitterperiode und der Duty Cycle. Um die vereinbarte maximale Schwankungsbreite der beiden Parameter von ± 10 % messen zu können, sollte die Messmethode in der Größenordnung von 0,5 % der Gitterperiode – bis zu 12 nm für die kleinste Periode von 2,4 µm – genau sein. Dafür muss die Vergrößerung V der REM-Aufnahme mindestens

$$V = \frac{\frac{108,\overline{108}\,\frac{\mu m}{px}}{0,012\,\frac{\mu m}{px}}}{0,012\,\frac{\mu m}{px}} \approx 9\ 000\ \text{betragen}^{1}.$$

Die Metallhöhe – toleriert werden ebenfalls 10 % Abweichung – kann an Aufnahmen, bei denen das Gitter um die Lamellenrichtung gekippt wird, bestimmt werden. Jedoch eignet sich die **Methode nur für kleine Aspektverhältnisse <5**, da folgende Kriterien erfüllt werden müssen:

¹ Der Wert im Zähler stellt den auf die Vergrößerung normierten empirisch ermittelten Umrechnungsfaktor $k = \frac{Länge in \, \mu m}{Anzahl \, Pixel} \cdot Vergrößerung$ dar, der aus einer REM-Aufnahme mit 2000-facher Vergrößerung ermittelt wurde. Dort entsprechen 37 Pixel 2 µm.

- Vollständige Seitenwand. Um die vollständige Seitenwand einer Lamelle sehen zu können, muss der Kippwinkel mit zunehmendem Aspektverhältnis AV gemäß tan $\alpha = \frac{(1-DC)\cdot p}{h} = \frac{1}{AV}$ kleiner werden. Für Resistbrückenlayouts vergrößert sich der Winkel, weil sich der Zähler um eine Periode erhöht: Durch die Lücken der Resistbrücken kann die übernächste Metalllamelle betrachtet werden.
- Winkeltoleranz REM-Stage, ebenes Aufliegen. Gleichzeitig nimmt der systematische Fehler zu: Die als konstant angenommene Toleranz beim Einstellen des Winkels macht sich mit abnehmendem Winkel zunehmend bemerkbar. Bei einer Winkeltoleranz von 0,1° sollte der eingestellte Winkel mindestens 10° betragen, damit der systematische Fehler höchstens 1% beträgt – eine Größenordnung kleiner als die zu messende Höhenschwankung.
- **Pixelauswahl.** Damit auch der Messfehler im Bild nicht größer als 1 % wird, muss eine Seitenwand in der Höhe mit mindestens 100 Pixeln abgebildet werden, wenn von einem Pixel Schwankungsbreite ausgegangen wird.

Die Flächenvergrößerung der Röntgengitter ist nur sinnvoll, wenn eine durchgehend hohe Strukturqualität auf dem Gitter gewährleistet ist. Die Beurteilungskriterien bestimmen die Bildgebung: ein hoher Mittelwert der Visibilität zeugt von guter Strukturqualität, eine niedrige Standardabweichung der Visibilität von hoher Homogenität der Gitterqualität in der Fläche.

3 Steigerung der Gitterqualität

Ideale eindimensionale Röntgengitter sind schlichte Liniengitter. Ihre Herstellung im LIGA-Verfahren war bisher insbesondere für hohe Aspektverhältnisse nicht möglich, weil Kapillarkräfte während des Trocknens nach dem Entwicklungsschritt zum Kollabieren der Strukturen führten. [99] Zwei Methoden können den Strukturkollaps verhindern: entweder die Vermeidung der Kapillarkräfte im Prozess oder Stützstrukturen mit möglichst geringem Einfluss auf die Visibilität. Um die Kapillarkräfte während des Trocknens zu vermeiden, wurde eine Gefriertrockenmethode für den Gitterprozess entwickelt. [99]

3.1 Verstärkungslose Phasengitter mittels Gefriertrocknen

Das Trocknen der entwickelten Resiststrukturen bei Raumtemperatur und Normaldruck war bisher der limitierende Schritt für die freie Länge einer Lamelle: Die auftretenden Kapillarkräfte sind ausreichend groß, um die Resiststrukturen reiner Liniengitter zu deformieren. [94] Zur Vermeidung der Kapillarkräfte bieten sich mehrere Wege an.

3.1.1 Prozesse ohne Kapillarkräfte

 Nass-in-Nass-Austausch. Die Resistgitter werden ohne Trocknungsschritt aus dem Entwicklerbad unmittelbar ins Galvanikbad überführt. Größter Nachteil dieser Methode ist, dass Entwicklungsreste und sog. *Häutchen* aufgrund sekundärer Bestrahlungseffekte an Strukturfuß oder –kopf mittels reaktivem Ionenätzen im Sauerstoffplasma nicht entfernt werden können. Diese Notwendigkeit wächst mit dem Aspektverhältnis. Das bedeutet aber andererseits, dass dieser Prozess eine Möglichkeit für die Herstellung von durchgehenden Lamellenstrukturen bei niedrigem Aspektverhältnis darstellen kann, wenn auf die Strukturbeurteilung zwischen Entwicklung und Galvanik verzichtet werden kann.

• **Trocknen mit Mikrowellen.** [100] Diese relativ neue Methode stellten chinesische Forscher 2013 vor, bei der durch Herabsetzen der Oberflächenspannung des Wassers Kapillarkräfte verringert werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden dazu keine Untersuchungen durchgeführt.

Eine weitere Möglichkeit ist, den Phasenübergang *flüssiggasförmig* beim Trocknen der Strukturen zu vermeiden. Der Blick auf ein Phasendiagramm zeigt, dass es zwei Lösungsansätze gibt.

 Überkritisches Trocknen. [82], [101] Oberhalb des kritischen Punkts verschwindet die Phasengrenze flüssig-gasförmig und mit ihr die Kapillarkräfte. Der kritische Punkt liegt typischerweise im Bereich relativ hoher Temperaturen und Drücke, die wie im Beispiel von Kohlenstoffdioxid (CO₂) aber gut handhabbar sind. Das überkritische Trocknen mit CO₂ ist ein bereits industriell etablierter Prozess. In früheren Untersuchungen am IMT mit PMMA wurden allerdings die Resiststrukturen während des Trocknens angegriffen. [102] Aufgrund dieser Ergebnisse wurden im Rahmen dieser Arbeit keine weiteren Untersuchungen durchgeführt.

• **Gefriertrocknen**. [82], [99] Unterhalb des *Tripelpunkts* existiert nur noch die Phasengrenze "fest – gasförmig". Während der Sublimation treten ebenfalls keine Kapillarkräfte auf. In der Regel befindet sich der Tripelpunkt bei relativ niedrigen Temperaturen und Drücken. Aber auch für diesen Prozess existieren Stoffe wie z. B. Cyclohexan, deren Tripelpunkt mit überschaubarem technischen Aufwand zu unterschreiten sind.

3.1.2 Gefriertrocknen

Für das Trocknen von Röntgenlinsen baute Felix Marschall im Rahmen seiner Diplomarbeit eine Pilotanlage zum Einfrieren von Proben am IMT auf. Die Sublimation führte er in einem Vakuumofen durch. Das mäßige Vakuum des Ofens von 30 mbar schränkte die Auswahl der Stoffe, die als Gefrier- und Sublimationsmedium in Frage kamen, erheblich ein, aber mehr noch die Anforderung, nicht bei Temperaturen unterhalb -20 °C einfrieren zu müssen. Übliche Medien scheiden aus, Isopropanol wegen seiner niedrigen Temperatur des Tripelpunkts (-88,5 °C) und Wasser aufgrund seines niedrigen Dampfdrucks (6,12 mbar). Marschall entschied sich für Cyclohexan (6,32 °C, 53,2 mbar). [103] Die Vorteile des technisch verhältnismäßig geringen Aufwands überwogen die Nachteile wie hohe Toxizität und vergleichsweise hohe Kosten in Anschaffung und Entsorgung.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde dieser Prozess für das Trocknen von entwickelten Röntgengittern getestet und optimiert. Ziel war es, das maximale Aspektverhältnis für Liniengitter auf einer Fläche von 50 mm x 50 mm mit Gitterperiode 5,4 μ m zu bestimmen, um das Potential des Prozesses für die Herstellung von Röntgengittern einschätzen zu können.

Untersucht wurden bis zum Trocknungsschritt gleich prozessierte Proben unterschiedlicher Resisthöhe. Von jeder Resisthöhe wurden mindestens zwei Proben hergestellt, um Gefriertrocknen und konventionelles Trocknen im Umluftofen vergleichen zu können. Beurteilt wurde die Strukturqualität nach dem Post Exposure Bake und nach dem Trocknen mittels Lichtmikroskopie.

Diese Versuchsreihe lieferte folgende Ergebnisse: Während bei konventionell getrockneten Proben bereits ab einem Aspektverhältnis von ca. 5 wellige oder kollabierte Strukturen beobachtet wurden, traten diese Effekte bei der Gefriertrocknungsmethode bei Strukturen bis zu einem Aspektverhältnis von etwa 25 nicht auf. Damit können ab sofort Phasengitter als ideale Liniengitter hergestellt werden. Für Aufbauten niedriger Energien sind auch Absorptionsgitter mit durchgehenden Lamellen möglich. Tatsächlich begrenzt nicht mehr das Trocknen das Aspektverhältnis guter Strukturen, sondern bereits nach dem Post Exposure Bake sind durchgehende Lamellenstrukturen mit einem Aspektverhälntis von > ca. 20 wellig deformiert. Dass das Gefriertrocknen auch bei Strukturen mit Aspektverhältnissen bis etwa 40 zu keinen fehlerhaften Strukturen führt, bestätigten Versuche mit nach dem PEB welligen Proben, deren Welligkeit und Fehlerzahl durch das Gefriertrocknen nicht zunahm.

Um Liniengitter mit Aspektverhältnis >20 herstellen zu können, müssen die Strukturen vom heutigen Stand der Entwicklung mit zusätzlichen Verstrebungen verstärkt werden.

3.2 Verstärkungsstrukturen

In einem ersten Ansatz wurden in der Vergangenheit Stützstrukturen, so genannte *Brücken* (Abbildung 3.1), eingeführt, Querverstrebungen aus Resist von 2 μm bzw. 3 μm Wandstärke über die gesamte Gitterhöhe im Abstand von 20 μm bzw. 30 μm in Lamellenrichtung.



Abbildung 3.1

Brückendesign. Die 2 μ m bzw. 3 μ m dicken Querverstrebungen im Resist verhindern beim Trocknen nach der Entwicklung den Strukturkollaps durch auftretende Kapillarkräfte.

Die Resistbrücken nehmen so $\frac{1}{11}$ der Absorberfläche ein und reduzieren die Visibilität auf

$$V = \frac{1-m}{1+m} = \frac{1-\frac{1}{11}}{1+\frac{1}{11}} = \frac{5}{6} = 83, \overline{3}\%$$

Da ihr Einfluss auf die Visibilität bedeutend ist (Kap. 3.3), schlug Johannnes Kenntner im Rahmen seiner Dissertation das *Sonnenstrahldesign* vor. [94], [104]

Verstärkungsstrukturen

Beim Sonnenstrahldesign (Abbildung 3.2) werden die Brückenwände durch stabförmige Querverstrebungen im Resist ersetzt, die in einem Winkel zwischen 30° und 45° zum Lot der Substratoberfläche mehrere Resistlamellen durchqueren – aufgrund ihres Aussehens im Folgenden als *Sonnenstrahlen* bezeichnet. Die galvanisierten Metalllamellen sind dadurch nicht mehr über ihre ganze Höhe unterbrochen, sondern nur noch perforiert. Dadurch ergeben sich keine Lücken in den Lamellen entlang ihrer Länge und damit auch keine Stellen mehr, in denen der Strahl nicht absorbiert wird. Die Absorption schwankt nur noch geringfügig entsprechend dem Anteil an absorberfreier Fläche über der gesamten absorbierenden Struktur. Dies führt zu einer homogeneren Absorption über der gesamten Lamellenlänge. [94], [104]

Dieses Konzept erfordert drei Bestrahlungsschritte: Im ersten wird ein einfaches Liniengitter einbelichtet. Im zweiten Schritt werden die Sonnenstrahlen mit Hilfe einer Lochmaske erzeugt, die zusammen mit dem Substrat unter dem gewünschten Winkel gegen die Strahlrichtung und senkrecht zur Lamellenrichtung ausgerichtet sind. Um Kräftegleichgewicht quer zur Lamellenrichtung herzustellen, werden zwei entgegensetzte Belichtungen von Sonnenstrahlen durchgeführt. Um Abschattung an den Rändern des Strukturfelds durch Teile der Belichtungsanlage wie dem Kühlring zu verhindern, wird üblicherweise mit einem Kippwinkel von 30 ° bestrahlt.

Nachteile dieser Methode sind einerseits der größere Belichtungsaufwand, die zusätzlich benötigte Lochmaske und der unerwünschte Dosiseintrag in unbelichteten

Steigerung der Gitterqualität

Bereichen durch die beiden weiteren Bestrahlungen, was das Strukturierungsfenster beeinflussen kann. Andererseits ist diese Möglichkeit auf die Verwendung von Negativresisten beschränkt. Für Positivresiste können aufgrund der destruktiven Wirkung der Belichtung keine Querverstrebungen erzeugt werden.

Die optimale Lochgeometrie und –anordnung sorgt für die minimal notwendige Stabilisierung der Gitterlamellen, die zu maximaler und homogenster effektiver Goldhöhe führt – Voraussetzung für maximale Visibilität. Im Folgenden werden die Kriterien einer optimalen Lochmaske diskutiert.



Abbildung 3.2

Sonnenstrahldesign. Die mit Hilfe einer Lochmaske einbelichteten Querverstrebungen ("Sonnenstrahlen") verhindern den Strukturkollaps durch Kapillarkräfte während des Trocknens. Gleichzeitig homogenisieren sie die Absorption in Lamellenrichtung und damit die Visibilität.

3.2.1 Lochgeometrie

Die optimale Lochgeometrie und –anordnung sorgt für die minimal notwendige Stabilisierung der Gitterlamellen, die zu maximaler und homogenster effektiver Goldhöhe führt – Voraussetzung für maximale Visibilität.

Da die Herstellung von Zwischenmasken mit gekippten Strukturen im Winkel der späteren Bestrahlung bis zum Einreichen dieser Arbeit am IMT nicht möglich war, werden die Auswirkungen der ungekippten Strukturen im Folgenden erläutert. Kreisförmige Löcher, deren Mittelachse senkrecht auf der Ebene der Maskenmembran steht, erzeugen durch die gekippte Bestrahlung Sonnenstrahlen mit elliptischem Querschnitt. Während die Lochbreite in Richtung der Kippachse gleich bleibt, schrumpft die effektive Lochlänge quer zur Kippachse gemäß folgender Formel:

$$l_{eff} = l \cdot \cos \alpha$$

mit

3.1

l: nominelle Lochlänge

l_{eff}: effektive Lochlänge

α: Kippwinkel

Außerdem beeinflusst die Goldhöhe der Maskenabsorber die effektive Lochlänge, wie Abbildung 3.3 illustriert. Durch die Kippung ändert sich die effektive Goldhöhe kontinuierlich, so dass symmetrisch zwei grautonlithographische Bereiche der Länge

$$l_{grau} = h \cdot tan \, \alpha \cdot \cos \alpha = h \cdot \sin \alpha \qquad \qquad 3.2$$

entstehen, wobei h die reale Goldhöhe der Absorber ist. Der Bereich maximaler Transmission wird um die Länge eines grautonlithographischen Bereichs reduziert. Wird der Kippwinkel so groß, dass

$$\tan \alpha > \frac{l}{h}$$

dann passieren alle Strahlen einen Teil des Goldabsorbers, wie in Abbildung 3.3 rechts dargestellt. Die (normierte) effektive Goldhöhe ist so stets >0, wie exemplarisch im rechten Diagramm der normierten effektiven Goldhöhe gezeigt.

Die effektive Goldhöhe ist eine stetige, abschnittsweise definierte, symmetrische Funktion, deren Nullpunkt x_0 auf die Symmetrieachse – auch *center line* – der effektiven Höhe gelegt wird, während der Ursprung des Bezugssystems sich an der linken unteren Lochkante befindet.

$$x_{0} = 0,5 \cdot (l \cdot \cos \alpha + h \cdot \sin \alpha)$$

$$x_{1} = 0,5 \cdot |l \cdot \cos \alpha - h \cdot \sin \alpha| + x_{0}$$

$$x_{2} = 0,5 \cdot (l \cdot \cos \alpha + h \cdot \sin \alpha) + x_{0}$$

$$h_{eff,M}(x)$$

$$c, 0 < |x| < x_{1}$$

$$\left\{\frac{1}{\cos \alpha \cdot \sin \alpha} \cdot (|x| - x_{1}) + c, x_{1} \le |x| < x_{2}$$

$$\frac{h}{\cos \alpha}, x_{2} < |x| < \infty$$
3.4

$$\operatorname{mit} c(\alpha) = \begin{cases} 0, \tan \alpha < \frac{l}{h} \\ \frac{h}{\cos \alpha} - \frac{l}{\sin \alpha}, \tan \alpha \ge \frac{l}{h} \end{cases}$$



Abbildung 3.3

Auswirkung des Kippwinkels auf die effektive Goldhöhe einer Lochmaske.

Abbildung 3.4 zeigt den Verlauf der effektiven Goldhöhe und die daraus resultierende Transmission bei 2 keV für die mit Hilfe einer Testmaske empirisch untersuchten Fälle, um auf den Querschnitt der Sonnenstrahlen schließen zu können. [94] Auf der Testmaske befanden sich einerseits Felder mit Linienstrukturen, um Lamellen einzubelichten, und andererseits Felder mit Lochbildern für die Einbelichtung der Sonnenstrahlen, wobei Lochdurchmesser und -abstand über die Felder variiert wurden. Ziel war, einen guten Kompromiss zwischen mechanischer Stabilisierung der Lamellen und minimalem Anteil an Verstärkungsstrukturen zu finden. Ergebnis dieser kleinen Parameterstudie: Im Versuch versagten die dünneren Sonnenstrahlen aus den nominell 1,3 μ m im Durchmesser messenden Löchern. Mit den dickeren Sonnenstrahlen, die aus den nominell 3,3 μ m breiten Löchern erzeugt wurden, konnten die Lamellen gut stabilisiert werden.

Die Auslegung der Lochmaske erfordert exakte Kenntnis der Empfindlichkeit und des Kontrasts des Resists sowie des Spektrums für dessen Bestrahlung, die Einfluss auf Spannungen durch Schrumpf und thermische Ausdehnung haben. Besonders der Lochdurchmesser und –abstand, aber auch die Lochgeometrie sind entscheidend für die Stabilisierung der Lamellen. Unter der Annahme gleichen Lochabstands und gleicher – geometrie, wie mit der Testmaske untersucht, ergäbe sich in der Draufsicht des Lochbilds bereits ein Faktor von

$$\frac{A_{3,3}}{A_{1,3}} = \frac{\pi \cdot \left(\frac{3,3 \ \mu m}{2}\right)^2}{\pi \cdot \left(\frac{1,3 \ \mu m}{2}\right)^2} \approx 6.4$$

zwischen großen und kleinen Löchern. Die Spannung in den Sonnenstrahlen kleinen Durchmessers ist um diesen Faktor höher als in den großen. Durch Kippen der Lochmaske nimmt der Unterschied noch zu:

Der Peak des Spektrums des Strahlrohrs Litho 1, an dem die Versuche durchgeführt wurden, liegt bei etwa 2 keV. Für diese Energie ergeben sich aus dem Verlauf der effektiven Goldhöhe bei einem Kippwinkel von 30 ° für 1,3 µm Lochdurchmesser (Abbildung 3.4A) und für 3,3 µm (Abbildung 3.4B) die grünen Transmissionskurven der Abbildung 3.4C und D. Es wird beispielhaft angenommen, dass der Resist ab 50 % der *Bottom Dose* vollständig vernetzt; diese Bereiche begrenzen in den Transmissionsdiagrammen die senkrechten roten Linien.

Lochdurchmesser

1,3 µm 3,3 µm 2.5 2.5 Effektive Goldhöhe / µm Effektive Goldhöhe / µm 2 2 1.5 1.5 1 1 0.5 0.5 0 0 0L 1 2 3 4 Abstand Lochkante links unten / um 2 3 4 5 Abstand Lochkante links unten / um А В T=0.5 T_{BD} T_{BD} T=0.5 0.8 0.8 Transmission 0.6 **Fransmission** 0.6 0.4 0.2 0.2 0<u></u> 0 0 2 2 3 3 4 5 4 Abstand Lochkante links unten / um Abstand Lochkante links unten / um С D

Abbildung 3.4

Vergleich zweier Lochdurchmesser. A,B: Effektive Goldhöhe von nominell 2,2 µm Gold unter einem Kippwinkel von 30°. C,D: Intensitätsverlauf (blau) bei 2 keV und gegebener effektiver Goldhöhe und vernetzter Bereich (rot) unter Annahme "Vernetzung ab 50 % der transmittierten Dosis". Die Ergebnisse der Überlegungen bestätigen die empirischen Erkenntnisse: Während die Löcher mit 1,3 μ m Durchmesser elliptische Querschnitte mit einer Nebenachse von ca. 0,3 μ m Länge (Annahme: Vernetzung ab 50 % der *Bottom Dose*) erzeugen, beträgt die Länge der Nebenachse der im Durchmesser 3,3 μ m messenden Löcher ca. 2,0 μ m. Damit ist die Fläche der größeren Löcher um den Faktor

$$\frac{A_{3,3}}{A_{1,3}} = \frac{\pi \cdot \frac{3,3 \ \mu m}{2} \cdot \frac{2,0 \ \mu m}{2}}{\pi \cdot \frac{1,3 \ \mu m}{2} \cdot \frac{0,3 \ \mu m}{2}} \approx 8,5$$

größer, folglich die Spannung im Material um diesen Faktor kleiner. Vermutlich wird im ersten Fall durch den Schrumpf während des *Post Exposure Bakes* die Zugfestigkeit des vernetzten Resists überschritten, so dass die Sonnenstrahlen reißen, im zweiten Fall wegen des deutlich größeren Querschnitts dagegen nicht.

Der Kippwinkel bestimmt außerdem den Streckfaktor in y-Richtung – quer zur Kippachse – zwischen dem Lochbild der Maske und dem auf die Seitenwand projizierten Bild:

$$l_{eff,proj} = l_{eff} \cdot \cos \alpha \qquad \qquad 3.5$$

$$l_{Lamelle} = \frac{l_{eff,proj}}{\sin \alpha} = \frac{l_{eff} \cdot \cos \alpha}{\sin \alpha} = \frac{l_{eff}}{\tan \alpha}$$
 3.6

Bei einem Kippwinkel von 30 ° wird das effektive Lochbild der Maske um den Faktor $\sqrt{3}$ in y-Richtung gestreckt. Unter einem Kippwinkel von 45 ° wird der Tangens des Winkels 1; das projizierte Bild entspricht dem effektiven Lochbild der Maske (Abbildung 3.5).



Abbildung 3.5

Die Lochprojektion legt den Durchmesser der Sonnenstrahlen fest. Dies wirkt sich entsprechend auf die effektive Goldhöhe der Gitterlamelle und damit auf ihre Transmission aus:

$$h_{eff,G}(x) = h_{nom,G} - n_{L,Lot} \cdot l_{Lamelle} \cdot \left| \sin\left(\pi \cdot \frac{x}{b} \right) \right| \qquad 3.7$$

mit $x \in [0; b], n_{L,Lot} = \frac{h_{nom}}{d_V \tan \alpha}$

b: Lochbreite in Richtung der Kippachse n: Anzahl lotrecht übereinander-liegender Löcher

– auch der Abstand in y-Richtung wird um den Faktor $\frac{1}{\tan \alpha}$ gestreckt – und unter der Annahme, dass die Mittelpunkte der $n_{L,Lot}$ Löcher auf dem Lot zur Substratoberfläche liegen. Alternative Anordnungen werden im nächsten Abschnitt Lochanordnung diskutiert.

Da die Lochbreite *b* und der Lochabstand d_x in Richtung der Kippachse in der Regel sehr viel kleiner als die Pixelgröße des Detektors sind, kann näherungsweise mit der effektiven Lochhöhe $l_{eff,Lamelle}$ und so auch mit der mittleren effektiven Goldhöhe gerechnet werden:

$$l_{eff,Lamelle} = \frac{l_{Lamelle}}{b} \cdot \int_{0}^{b} \left| \sin\left(\pi \cdot \frac{x}{b}\right) \right| dx$$
$$= -\frac{l_{Lamelle}}{b} \cdot \frac{b}{\pi} \cdot \left[\cos\left(\pi \cdot \frac{x}{b}\right) \right]_{0}^{b} \qquad 3.8$$
$$= \frac{2}{\pi} \cdot l_{Lamelle}$$
$$h_{eff,G} = \left(1 - \frac{b}{d_x}\right) \cdot h_{nom,G} + \frac{b}{d_x} \cdot \left(h_{nom,G} - n_{L,Lot} \cdot l_{eff,Lamelle}\right)$$

$$3.9$$

$$= h_{nom,G} \cdot \left(1 - \frac{2}{\pi} \cdot \frac{b \cdot l_{Lamelle}}{d_x \cdot d_y \cdot \tan^2 \alpha} \right)$$

In Abbildung 3.6 ist die normierte effektive Goldhöhe in Lamellenrichtung des Sonnenstrahldesigns für eine Einheitszelle zwischen zwei Sonnenstrahlen aufgetragen; in grün der reale Verlauf, wenn die Löcher auf Parallelen zur Kippachse liegen, in blau die mittlere effektive Goldhöhe. Für diesen Fall sinkt die effektive Goldhöhe durch die Sonnenstrahlen auf 98,6 % ab.



Abbildung 3.6

Normierte effektive Goldhöhe entlang einer Lamelle des Sonnenstrahldesigns. Durch die Sonnenstrahlen sinkt die effektive Goldhöhe auf 98,6 % gegenüber unverstärkten Liniengittern.

3.2.2 Lochanordnung

Die Lochanordnung in der Maskenebene entscheidet über die Stabilität der Strukturen und stärker noch über die Homogenität der effektiven Goldhöhe: Im ungünstigsten Fall liegen wie oben diskutiert die Löcher auf Geraden parallel zur Lamellenrichtung. Dieser Fall markiert den Übergang zwischen Brücken- und idealem Sonnenstrahllayout bezüglich der Homogenität der Goldhöhe in Lamellenrichtung.

Abbildung 3.7 A-C zeigt schematisch die Seitenwand einer Lamelle jeweils mit resultierendem Lochbild: Im Brückenlavout (A) unterbrechen die Brücken die Goldlamelle über die ganze Höhe, im Sonnenstrahllayout beeinflusst die Lochanordnung die Homogenität der effektiven Goldhöhe (B,C). Das Diagramm (D) vergleicht die normierte, effektive Goldhöhe entlang einer Lamelle zwischen versetzter (blau) und paralleler Lochanordnung (rot) des Sonnenstrahldesigns sowie des Brückendesigns (schwarz gepunktet) für die in A-C skizzierten geometrischen Verhältnisse. Die lotrecht übereinander liegenden Löcher lassen die effektive Goldhöhe im Vergleich zu den gleichmäßig verteilten Löchern stark schwanken. Der Verlust effektiver Goldhöhe durch Sonnenstrahlen kann durch nominell größere Goldhöhen kompensiert werden. Die Lage der Kurven verschiebt sich zu größeren Werten, wenn sich das Verhältnis Goldhöhe zu Lochdurchmesser vergrößert.

Verstärkungsstrukturen



Abbildung 3.7

A-C: Schematische Seitenansichten einer verstärkten Lamelle: A- Brückenlayout mit Verstärkung über ganze Höhe. B- Sonnenstrahllayout mit lotrechter Verteilung. C-Sonnenstrahllayout mit gleichmäßiger Verteilung. D-Normierte effektive Goldhöhe entlang einer Lamelle für die drei Fälle, wobei Verstärkungstrukturen horizontal 25 % einer Einheitszelle einnehmen, vertikal abhängig vom in A-C dargestellten Design: 100 % bei den Brücken (A), 40 % bei den parallelen Sonnenstrahlen (B) und 10 % bei den optimalen Sonnnenstrahlen (C).

Größtmögliche Stabilität lässt eine homogene Spannungsverteilung erwarten, die äquidistant verteilte Sonnenstrahlen in der Ebene einer Lamellenseitenwand am besten erreichen. Dies entspricht der dichtesten Kreisgitterpackung (Abbildung 3.8 D) mit $dx = \sqrt{3} \cdot dy$. Die Rotation des Gitters in seiner Ebene bestimmt die Homo-

Steigerung der Gitterqualität

genität der effektiven Goldhöhe. Abbildung 3.8A und B zeigen die beiden Extremfälle: Während in A der Fall lotrecht übereinander liegender Löcher dargestellt ist, wobei die Standardabweichung in x-Richtung maximal ist, stellt B den Fall kleinster Standardabweichung in x-Richtung und damit den Fall homogenster effektiver Goldhöhe dar. Der Rotationswinkel hängt neben Lochabstand und –durchmesser auch von der zu erzielenden Goldhöhe ab. Das Diagramm (C) zeigt die resultierenden Transmissionsprofile der beiden Fälle entlang einer Lamelle, das die deutlich höhere Homogenität von Fall B gegenüber Fall A unterstreicht. Dieses Diagramm ist ebenfalls qualitativer Natur. Die absolute Form und Lage der Kurven bestimmt sich durch Parameter wie Loch-

Lochabstand und –durchmesser hängen zusammen, da die Zugfestigkeit des Resists eine minimale Verstärkungsfläche pro Seitenwandfläche definiert. Kleinere Lochabstände (und damit kleinere Lochdurchmesser) führen zu homogenerer effektiver Goldhöhe entlang der Lamelle.

Die Lochform spielt ebenfalls eine Rolle: Der Homogenität zuträglich sind tendenziell breite, flache elliptische Löcher, da die effektive Goldhöhe am wenigsten schwankt. Umgekehrt führen enge, hohe Löcher zu großen Schwankungen der effektiven Goldhöhe in Lamellenrichtung.

Die Anzahl durch einen Strahl verbundener Lamellen bestimmen Gitterperiode p, Resisthöhe h_R und der Kippwinkel der Lochmaske α

Verstärkungsstrukturen

$$n_S = \frac{\Delta}{p} = \frac{h_R}{p} \cdot \tan \alpha = \frac{AV}{2} \cdot \tan \alpha$$
 3.10

wobei AV das Aspektverhältnis bezeichnet.



Abbildung 3.8

Lochanordnungen bei Seitenansicht einer exemplarischen Lamelle. A: Ungünstigste Lochanordnung, die Standardabweichung in x-Richtung wird maximal. B: Beste Lochanordnung für diese Geometrie (Lochabstand, -durchmesser sowie Goldhöhe), minimale Standardabweichung. C: Transmissionsprofil entlang einer Gitterlamelle für die ungünstigste (grün) und die günstigste Lochanordnung (blau). D: Dichteste Kreisgitterpackung mit hexagonaler Einheitszelle (rot).

3.2.3 Belichtung in zwei Richtungen

Im Folgenden werden die Randbedingungen für ein optimales Lochbild für eine Serienfertigung diskutiert.

Um Kräftegleichgewicht quer zur Lamellenrichtung herzustellen, erfolgen zwei gekippte zur Normalen der Substratoberfläche und zur Lamellenrichtung symmetrische Belichtungen mit der Lochmaske, wie in Abbildung 3.9 dargestellt. Die optimale Lochanordnung für eine einfache Belichtung (Abbildung 3.8) führt bei Belichtung in zwei Richtungen zu sich teilweise sich kreuzenden Verstärkungsstrukturen. Analog zur vorangegangen Betrachtung kann die Lochanordnung durch Rotation des Rasters in der Ebene der Belichtung in zwei Richtungen angepasst werden.

Für den Spezialfall einer Lochmaske mit rechtwinkligem, äquidistantem Lochraster und Kippachse in eine Lochzeilenrichtung gilt: Wegen der genannten Symmetrie befinden sich Schnittpunkte gekreuzter Sonnenstrahlen mittig zwischen den Löchern, von denen sie ausgehen.

Außerdem sind die Löcher für eine homogene Spannungsverteilung auf der Maske äquidistant verteilt. Dies hat zur Folge, dass die Schnittpunkte lotrecht übereinander liegen und diese Lote den halben Lochabstand zueinander haben. Schneiden sich Sonnenstrahlen, so wird die prozentual größte effektive Goldhöhe erreicht, wenn die Lote der Schnittpunkte mit den lotrechten Mittellinien der Metalllamellen zusammenfallen, wie der untere, grünumrandete Teil der Abbildung zeigt.

Verstärkungsstrukturen



Abbildung 3.9

Anordnung der Sonnenstrahlen quer zur Lamellenrichtung in Bezug zu den Lamellen für den Spezialfall einer Lochmaske mit rechwinkligem, äquidistanten Lochraster. A: Ungünstigste Anordnung – Kreuzung in Resistlamellen. B: Kontinuierliche Verschiebung des Kreuzungspunkts. C: Günstigste Anordnung – Kreuzung in Goldlamellen.

Damit sollte der Lochabstand d_x auf der Maske einem ganzzahligen Vielfachen k der doppelten Periode p entsprechen:

$$d_x = 2 \cdot k \cdot p \qquad \qquad \mathbf{3.11}$$

Der an die Periode angepasste Lochabstand setzt voraus, dass die Sonnenstrahlen sehr präzise relativ zu den Lamellen justiert werden können, vor allem in den Freiheitsgraden "Rotation um die Flächennormale" (Genauigkeit $\propto < \cos^{-1}\left(\frac{l}{l+n\cdot DC}\right) = \cos^{-1}\left(\frac{50000}{500012}\right) \approx 0.40^{\circ}$ und "Translation quer zur Lamellenrichtung" (Genauigkeit). Die Genauigkeit der Rotation mitrelativ einfachen Mitteln einzuhalten ist realistisch. Kann die Translationsforderung nicht eingehalten werden, sollte der Lochabstand auf der Maske so gewählt werden, dass die mittlere Goldhöhe quer zur Lamellenrichtung von Pixel zu Pixel konstant unabhängig von der relativen Position der Lochmaske zu den Gitterlamellen bleibt. Letzteres gilt, wenn die Pixelgröße ein ganzzahliges Vielfaches der Periode der Verschiebung ist, unter der oben abgeleiteten Forderung, dass die effektive Pixelgröße ein ganzzahliges Vielfaches der Periode ist:

$$px = n \cdot d_{x,1}$$
 und $px = |n \pm m| \cdot d_{x,2}$
3.12

mit $n, m \in \mathbb{N} \setminus \{0\}, |n \pm m| \neq 0$ und $d_{x,1} = 2 \cdot k \cdot p$

$$d_{x,2} = \frac{n}{|n \pm m|} \cdot d_{x,1} = \frac{\frac{px}{d_{x,1}}}{\left|\frac{px}{d_{x,1}} \pm m\right|} \cdot d_{x,1}$$
$$= \frac{px \cdot d_{x,1}}{|px \pm m \cdot d_{x,1}|}$$
$$= \frac{px \cdot 2 \cdot k \cdot p}{|px \pm m \cdot 2 \cdot k \cdot p|}$$
3.13

Sonst besteht die Gefahr, dass der ungünstigste Fall – die obere Variante der vorangehenden Abbildung – eintritt, der die effektive Goldhöhe am stärksten reduziert.

Um asymmetrische Kräfte zu vermeiden, gilt für den Lochabstand $d_x < 2 \cdot h \cdot \tan \alpha$ (h: Goldhöhe). Andernfalls schneiden sich die Sonnenstrahlen nicht und die effektive Goldhöhe hängt nicht vom Lochabstand ab.

Da es jedoch im Forschungsstadium nicht wirtschaftlich ist, für jede Periode eine gesonderte Lochmaske anzufertigen, wurde sie der kleinsten Periode angepasst, dem mechanisch kritischsten Fall. Für die kleinste bisher hergestellte Periode von 2,4 μ m haben die Versuche mit der Testmaske gezeigt, dass der Abstand kleiner als 20 μ m sein muss und der Lochdurchmesser größer als 1,3 μ m. Ein Lochdurchmesser von 3,3 μ m bei einem Abstand von 10 μ m lieferte ein stabiles Ergebnis.

Im Folgenden wird der erwartete Gewinn an effektiver Goldhöhe abgeschätzt:

Der Querschnitt einer Metalllamelle besteht aus Einheitszellen der Größe $A_{Ein} = \frac{d}{\tan \alpha} \cdot p \cdot DC$. Ein Sonnenstrahl nimmt die Fläche $A_{Loch} = \frac{l \cdot p \cdot DC}{\tan \alpha}$ der Einheitszelle ein. So lange $d > l + p \cdot DC \cdot \frac{\tan \alpha}{\cos \alpha}$ gilt, wird ein Sonnenstrahl in der Metalllamelle von höchstens einem entgegenkommenden Strahl gekreuzt. Davon ausgehend beträgt die minimale relative Goldhöhe $A_{\%,min}$, wenn sich die entgegenkommenden Strahlen nicht in der Metalllamelle kreuzen:

Steigerung der Gitterqualität

$$A_{\%,min} = 1 - \frac{2 \cdot A_{Loch}}{A_{Ein}} = 1 - \frac{2 \cdot l}{d_x}$$
 3.14

Tabelle 3.1

Berechnung des Lochanteils durch Sonnenstrahlen einer Metalllamelle

	$p \cdot DC < l$	$p \cdot DC \ge l$
Schnittfläche A _{Schnitt}	$\frac{p \cdot DC}{2 \cdot \tan \alpha} \cdot (2 \cdot l - p \cdot DC)$	$\frac{l^2}{2\cdot\tan\alpha}$
$A_{Loch,ges} = 2 \cdot A_{Loch} - A_{Schnitt}$	$\frac{p \cdot DC}{2 \cdot \tan \alpha} \cdot (p \cdot DC + 2 \cdot l)$	$\frac{l}{2\cdot\tan\alpha}\cdot(4\cdot p\cdot DC-l)$
$A_{\%,max} = \frac{A_{Loch,ges}}{A_{Ein}}$	$1 - \frac{l}{d_y} \cdot \left(1 + \frac{p \cdot DC}{2 \cdot l}\right)$	$1 - \frac{l}{d_y} \cdot \left(2 - \frac{l}{2 \cdot p \cdot DC}\right)$

Für den Versuch mit der Testmaske würde für Periode 2,4 µm, Duty Cycle 0,5, Lochabstand in x und y je 9,6 mm (gerades Vielfaches der Periode), Lochdurchmesser 3,3 µm die effektive Goldhöhe am Scheitelpunkt des Schnittpunkts der Sonnenstrahlen ca. 59 % der nominellen Höhe betragen, am Scheitelpunkt zwischen den Schnittpunkten dagegen nur ca. 31 %. Die mittlere effektive Goldhöhe $h_{\%,mittel}$ betrüge damit in Lamellenrichtung im ersten Fall ca. 79 % der nominellen Goldhöhe, im zweiten ca. 72 % unter der Annahme kreisförmiger Löcher in der Maske.

$$h_{\%,mittel} = \frac{b \cdot \frac{2}{\pi} \cdot A_{\%} + (d_y - b) \cdot 1}{d_y} = 1 - \frac{b}{d_y} \cdot \left(1 - \frac{2}{\pi} \cdot A_{\%}\right)$$
3.15

Für größere Perioden, Duty Cycle, Lochdurchmesser und – abstände verringert sich der Effekt.

3.3 Auswirkungen auf die Bildgebung

Brücken wirken sich nachteilig auf die Bildgebung aus: Sie reduzieren die Visibilität, da in Absorptionsgittern an diesen Stellen die Röntgenstrahlung nicht absorbiert wird. Brückenlayouts existierten während der Entwicklungsphase in zwei Varianten: Variante 2/20 (Brückenbreite 2 µm, Lamellenlänge 20 µm) und Variante 3/30. Unabhängig von der Periode nehmen die Resistbrücken 1/11 der Absorberfläche ein. Gemäß der Formel aus Kapitel 3.2 reduziert sich die Visibilität durch die Brücken auf $V = \frac{1-m}{1+m} = \frac{1-\frac{1}{11}}{1+\frac{1}{11}} = \frac{5}{6} = 83, \overline{3}$ % unter Annahme eines nichtgepixelten Detektors. Dies gilt unabhängig von der Anordnung der Brücken die über den relativen Versatz der

nung der Brücken, die über den relativen Versatz der Einheitszelle (Länge: Brückenlänge + Lamellenlänge, Breite: eine Periode) in Lamellenrichtung von Periode zu Periode definiert wird. Abbildung 3.10 zeigt in A die Variante mit 0 % Versatz und in C die mit 50 % Versatz.

Steigerung der Gitterqualität



Abbildung 3.10

A, C: Varianten des Brückenlayouts in Abhängigkeit des Versatzes einer Einheitszelle in Lamellenrichtung pro Periode. 0 % Versatz (A), 50 % Versatz (C). B: Einheitszellen eines Brückenlayouts ohne Versatz (links) und eines mit 50 % Versatz (rechts).

In gepixelten Detektoren ist die Visibilität von Pixel zu Pixel nicht konstant. Sie schwankt abhängig von der Pixelgröße, der Brückenlänge, der Lamellenlänge, dem Versatz sowie der Vergrößerung, weil eine unterschiedliche Anzahl Brücken auf benachbarte Pixel entfallen können.

Im Folgenden wird der Einfluss des Brückenlayouts der Absorptionsgitter auf die Extremwerte der Visibilität erläutert: Die Visibilität V hängt vom Füllfaktor m, dem relativen Anteil der Brücken an der Absorberfläche, ab:

$$m = \frac{n_x \cdot n_y \cdot b \cdot 0.5 \cdot p}{0.5 \cdot n_A \cdot p \cdot px} = \frac{n_x \cdot n_y \cdot b}{n_A \cdot px}$$

$$V = \frac{1 - m}{1 + m}$$
3.16

mit n_x : Anzahl Brücken quer zur Lamellenrich

tung

- n_{y} : Anzahl Brücken in Lamellenrichtung
- n_A : Anzahl absorbierender Lamellen auf

Pixel

- px: Pixelgröße / µm
- p: Gitterperiode / μm
- b: Brückenlänge / µm
- l: Lamellenlänge / μm

Wenn die Brücken regelmäßig angeordnet sind, kann für jedes Layout eine Einheitszelle definiert werden. In Abbildung 3.10 B ist links die Einheitszelle für das Layout mit 0 % Versatz (Breite: eine Periode), rechts die Einheitszelle mit 50 % Versatz (Breite: zwei Perioden) dargestellt.

Wird angenommen, dass die Gitterlamellen parallel zu den Kanten der Pixel ausgerichtet sind und die Pixelgröße kein 0,5-faches, ganzzahliges Vielfaches der Länge einer Einheitszelle ist, so gelten die in Abbildung 3.11 dargestellten Betrachtungen.

Steigerung der Gitterqualität



Abbildung 3.11

Günstigste und ungünstigste Pixellage für Brückenlayout ohne Versatz (links) und Brückenlayout mit 50 % Versatz (rechts).

- Im günstigsten Fall (grünes Pixel, best case) mit minimalem Brückenanteil fällt z. B. die rechte untere Ecke eines Absorbers mit der linken unteren Ecke eines Pixels zusammen.
- Im ungünstigsten Fall (rotes Pixel, worst case) mit maximalem Brückenanteil fällt z. B. die linke obere Ecke eines Absorbers mit der linken unteren Ecke eines Pixels zusammen.
- Für alle anderen Pixel wird das Gitter von Pixel zu Pixel relativ zum Pixel verschoben; in der Folge schwankt die Visibilität.

Der relative Anteil der Brücken an der Absorberfläche ist für das versatzlose Layout konstant, es gilt $n_x = n_A$. Die Visibilität hängt nur von der Brückenlänge, der Pixelgröße und der Anzahl der Brücken im Pixel in Lamellenrichtung ab:

$$V = \frac{px - n_y \cdot b}{px + n_y \cdot b}$$
 3.18

mit n_y : Anzahl Einheitszellen in Lamellenrichtung

px: Pixelgröße

b: Brückenlänge / µm

Die Anzahl der Brücken im betrachteten Pixel berechnet sich für das Layout mit 0 % Versatz in Anlehung an Abbildung 3.11 wie folgt²:

	Δ^3	ny	
t case	< b	$\left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor + \frac{px - \left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor \cdot (b+l)}{b}$	
Best	$\geq b$	$\left[\frac{px}{b+l}\right]$	
Worst case	< l	$\left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor$	
	$\geq l$	$\left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor + \frac{px - \left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor \cdot (b+l) - l}{b}$	
homogen	$<\frac{b}{2}$	$\left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor + \frac{px - \left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor \cdot (b+l)}{b}$	
	$\geq \frac{b}{2}$	$\left \frac{px}{b+l}\right + 0.5$	

³ Anteil der unvollständigen Einheitszelle in y: $\Delta = \frac{px}{b+l} - \left\lfloor \frac{px}{b+l} \right\rfloor$

² Das mathematische Symbol [] bedeutet Abrunden auf nächst kleinere, ganze Zahl. Analog dazu bedeutet [] Aufrunden auf nächst größere, ganze Zahl.

Auf ein Pixel fällt eine natürliche Zahl von Einheitszellen, außerdem eine unvollständige Einheitszelle, wenn die Pixelgröße kein Vielfaches der Einheitszelle misst. Die Größe dieser unvollständigen Einheitszelle beeinflusst die effektive Anzahl an Einheitszellen in Lamellenrichtung.

Die Konsequenz aus der Tabelle ist, dass die Visibilität quer zu den Lamellen homogen ist, während sie in Lamellenrichtung periodisch über die Anzahl Pixel p_V schwankt, dem Quotienten aus der Summe von Brücken- und Lamellenlänge und dem größten gemeinsamen Teiler dieser Summe und der Pixelgröße⁴:

$$p_V = \frac{b+l}{ggT(b+l,px)}$$
 3.19

Die Amplitude der Schwankung hängt vom Verhältnis der Pixelgröße zur Summe aus Brücken- und Lamellenlänge sowie von der relativen Position der Pixel zum Gitter ab:

• $px = k \cdot (b+l), k \in \mathbb{N}$

Ist die Pixelgröße ein ganzzahliges Vielfaches der Summe aus Brücken- und Lamellenlänge, so ist die Visibilität der Pixel in Lamellenrichtung unabhängig von der relativen Position Pixel – Gitter konstant. Für die beiden Layouts mit Füllfaktor $m = \frac{1}{11}$

beträgt in diesem Fall
$$V = \frac{1 - \frac{1}{11}}{1 + \frac{1}{11}} = \frac{5}{6} = 83, \overline{3}\%.$$

$$px = (k + (2 \cdot j + 1) \cdot 0, 25) \cdot (b + l), j, k \in \mathbb{N}$$

.

⁴ ggT steht für größter gemeinsamer Teiler

Für diesen Fall ist die Amplitude der Visibilitätsschwankung unabhängig von der relativen Position Pixel – Gitter konstant.

•
$$px = (k + 0.5) \cdot (b + l), k \in \mathbb{N}$$

Die relative Position Pixel – Gitter hat für diesen Fall den größten Einfluss auf die Amplitude der Schwankung. Fällt eine Brücke zu gleichen Teilen auf zwei Pixel, so ist die Visibilität konstant. Dagegen wird die Amplitude der Visibilitätsschwankung maximal, wenn der untere Rand einer Brücke mit dem eines Pixels zusammenfällt. Für den Fall px = 11, b = 2, l = 20 fällt im ersten Fall auf jedes Pixel eine halbe Brücke, die Visibilität ist konstant

 $V = \frac{1 - \frac{1}{11}}{1 + \frac{1}{11}} = \frac{5}{6} = 83, \overline{3} \%.$ Fällt dagegen abwechselnd eine oder keine Brücke auf ein Pixel, dann ist die Visibilität abwechselnd von Pixel zu Pixel $V = \frac{1 - \frac{2}{11}}{1 + \frac{2}{11}} = \frac{9}{13} = 69,2 \% \text{ und } V = 1.$

 Für alle übrigen Fälle schwankt die Visibilität, die Schwankungsamplitude hängt immer von der relativen Position Pixel – Gitter ab. Die kleinste Amplitude wird immer für den Fall erreicht, dass eine Brücke zu gleichen Teilen auf zwei Pixel in Lamellenrichtung fällt.

Die Überlegungen werden im Folgenden auf zwei konkrete Beispiele von im Experiment verwendeten Detektoren (ein Medipix und ein Pilatus) übertragen:

Die Pixelgröße des Medipix-Detektors beträgt 55 µm. Die Visibilität eines Gitters mit Brückenlayout 2/20 schwankt

Steigerung der Gitterqualität

gemäß obiger Formel für py periodisch über zwei Pixel, bei einem Brückenlayout 3/30 über drei Pixel. Da die Pixelgröße in Lamellenrichtung 2,5-fach so groß wie Variante 2/20 ist, hängt die Homogenität der Visibilität stark von der Position des Gitters auf dem Detektor ab: perfekte Homogenität ist erreichbar, wenn eine Brücke hälftig auf zwei Pixel in Lamellenrichtung fällt. Im folgenden Diagramm ist die Visibilität über 30 Pixel in Lamellenrichtung für die beiden Brückenlayouts 2/20 und 3/30 aufgetragen. Während die vollen Linien die homogenste Verteilung zeigen, stellen die gepunkteten Kurven die am stärksten schwankende dar. Die Standardabweichung beträgt für die homogene 3/30-Variante 2,1 %, für die inhomogene 4,4 %. Für 2/20 ist sie im inhomogenen Fall 3,4 %, für den homogenen Fall null, weil die Visibilität nicht schwankt. Lokal schwankt die Visibilität der Variante 3/30 maximal zwischen 80 % und 90 %, die der Variante 2/20 maximal zwischen 80 % und 86 %.



Abbildung 3.12

Visibilität in Lamellenrichtung unterschiedlicher Brückenlayouts bei 55 µm Pixelgröße (Medipix-Detektor). Für den PILATUS-Detektor mit 172 µm Pixelgröße zeigt sich ein anderes Bild: Perfekte Homogenität kann nicht erreicht werden, aber die Standardabweichung ist unabhängig von der Ausrichtung klein: Für 2/20 beträgt sie im homogenen Fall 0,63 %, im inhomogensten 0,76 %; für 3/30 – homogen 1,07 %, 3/30 – inhomogen 1,09 %. Die maximale Schwankungsbreite ist ebenfalls geringer: für 2/20 liegt sie zwischen 83 % und 85 %, für 3/30 zwischen 81 % und 84 %.



Abbildung 3.13

Visibilität in Lamellenrichtung unterschiedlicher Brückenlayouts bei 172 μm Pixelgröße (Pilatus-Detektor).

Fazit: Die Standardabweichung der Visibilität nimmt mit wachsender Pixelgröße ab, da der konstante Anteil in und quer zur Lamellenrichtung wächst, während der die Schwankung verursachende Anteil nur in einer Dimension größer wird.

Aufgrund der Projektionsvergrößerung, die von der relativen Position zwischen Quelle und Detektor abhängt,

ist der Einfluss der Brücken des Quellgitters auf die Visibilität am größten zu erwarten. Muss die Projektionsvergrößerung berücksichtigt werden, muss die Periode oder die Pixelgröße um den Vergrößerungsfaktor M korrigiert werden:

$$M = \frac{QD}{Q0}$$
 3.20

$$p_{eff} = M \cdot p = \frac{QD}{Q0} \cdot p \qquad \qquad 3.21$$

$$px_{eff} = \frac{px}{M} = \frac{Q0}{QD} \cdot px \qquad \qquad 3.22$$

mit M: Vergrößerungsfaktor Q0: Abstand Quelle – G0 / mm QD: Abstand Quelle – Detektor / mm p: Gitterperiode / μ m p_{eff} : effektive Gitterperiode / μ m px: Pixelgröße / μ m px_{eff} : effektive Pixelgröße / μ m

Ein symmetrisches Setup sollte die Projektionsvergrößerung am wenigsten stören, im Vergleich dazu ist sie für einen inversen Aufbau kritisch einzustufen.

3.4 Niedrig absorbierende Substrate

In der Röntgenphasenkontrastbildgebung werden die Röntgengitter in Transmission eingesetzt. Ideal wären freitragende Gitter – ohne Trägersubstrat –, da Absorption nur in den Gitterstegen der Absorptionsgitter erreicht werden soll. Jede zusätzliche Absorption von Photonen, z. B. in Trägersubstraten oder den Gitterstegen des Phasengitters reduziert generell die Anzahl detektierbarer Photonen, das Signal-zu-Rausch-Verhältnis nimmt ab. Sie wird im Rahmen dieser Arbeit unter dem Begriff parasitäre Absorption zusammengefasst. Tritt sie vor dem Untersuchungsobjekt auf, kann sie durch Erhöhung der Quellleistung ausgeglichen werden; bisweilen ist sie sogar für das Formen des Spektrums (engl. *Beam shaping*) durch Filter erwünscht, bei dem vorwiegend Photonen niedriger Energien herausgefiltert werden, die in medizinischen Anwendungen (z. B. Mammographie) maßgeblich zur Patientendosis beitragen. Parasitäre Absorption hinter dem Objekt sollte soweit wie möglich vermieden werden, da sie zur Erhöhung der Patientendosis beiträgt.

Vor allem aus Gründen der Stabilität und Handhabung während der Herstellung, aber auch bei Einbau in ein Setup, kann bislang bei Herstellung und Anwendung von Gittern auf ein Trägersubstrat, im Folgenden *Gitterträger* genannt, nicht verzichtet werden. Üblicherweise wird für Gitterträger ein 525 μ m dickes Siliziumsubstrat mit einem Durchmesser von vier Zoll (ca. 100 mm) eingesetzt. Dieses Substrat zeichnet sich durch seine Ebenheit sowie seine mechanische, chemische und Strahlenbeständigkeit aus. Seine gute Verfügbarkeit als ein Standardsubstrat der Chipfertigung ist ein weiteres gewichtiges Pro-Argument.

Als 14. Element im Periodensystem mit einer Dichte von 2,336 g/cm³ bei 20 °C absorbiert Silizium der Dicke 525 μ m im für die Mammographie interessanten Energiebereich 15 – 30 keV relativ viele Photonen. Für 25 keV beträgt die Absorption eines Gitterträgers ca. 23 %. Die für die Patientendosis relevante parasitäre Absorption in den Gitterträgern von G1 und G2 in einem typischerweise asymmetrischen Aufbau beträgt ca. 41 % bei dieser Energie. Um die Patientendosis zu reduzieren, ist es notwendig, die parasitäre Absorption zu minimieren.

Um tiefgreifende, aufwändige Eingriffe in den Herstellungsprozess zu vermeiden, wurde untersucht, inwieweit Silizium als dünneres Trägersubstrat zur Herstellung der Absorptionsgitter beibehalten werden kann. Dies setzt voraus, dass eine ausreichende mechanische Stabilität gewährleistet wird. Die Einhaltung der Patientendosis erfordert die Reduzierung der Dicke des Siliziumsubstrats auf <300 μ m; die nächstdünnere Substratstärke, in der Siliziumwafer kommerziell erworben werden können, ist 200 μ m. Diese Dicke ist mechanisch ausreichend stabil für die Handhabung in Herstellung und Einbau, während die patientenrelevante Absorption in G1 und G2 zusammen auf ca. 18 % zurückgeht.

Substrat- und Resistdicke sind bei diesen dünnen Substraten ziemlich ähnlich, so dass mechanische Spannungen durch Resistschwindung nach Post Exposure Bake sowie thermische Spannungen aufgrund unterschiedlicher Wäremeausdehungskoeffizienten zur Durchbiegung des Substrats führen können. Die Veränderung der Durchbiegung während des Prozesses wurde in einer Messreihe an vier Stellen des Gitterprozesses mit Hilfe eines Weißlichtabststandssensors untersucht (Abbildung 3.14). Dazu wurden vier 200 µm dicke 4"-Siliziumwafer (Startschicht: 2,5 µm oxidiertes Titan) mit 100 µm Resist mr-X50 belackt und anschließend am LIGA 2 – Strahlrohr flutbelichtet, Flutbelichtung wurde gewählt, um einerseits maximale Vernetzung und folglich maximale Spannungen und Durchbiegung zu erzeugen und andererseits, um Verfälschungen durch Bestrahlung unbelichteter Bereiche während der Messung zu verhindern. Die Substrate wurden vor Beginn des Prozesses, nach dem Softbake, nach dem Post Exposure Bake und nach der Entwicklung gemessen. Die stärkste Durchbiegung zeigt sich nach dem Post Exposure Bake, was auf die mit der Vernetzung eingehenden Resistschwindung zurückgeführt wird. Bemerkenswert war, dass sich die Richtung der Durchbiegung im Post Exposure Bake änderte: Während die belackte Seite vor der Bestrahlung auf dem Außenradius des Substrats war, zwang die Resistschwindung sie auf den Innenradius: nach der Entwicklung nahm die Durchbiegung ab, die Krümmungsrichtung blieb dabei gleich. Während die moderaten positiven Durchbiegungen annähernd sphärisch waren, führten die hohen Spannungen nach dem Post Exposure Bake zu großer Durchbiegung, die die Substrate in eine zylindrische Biegung zwangen. [105]

Der Durchbiegung kann auf unterschiedliche Weise begegnet werden, sofern sie nicht sogar von Vorteil bzgl. Vermeidung von Abschattungseffekten sein kann (Kapitel 4.3.4) und sicher ist, dass das Substrat dadurch nicht zerstört wird. Die Verwendung eines Trägersubstrats während der Herstellung stellt eine Möglichkeit dar, das Einspannen in einen Halterahmen für Einzelgitter nach Prozessabschluss eine zweite; beide Ansätze lassen sich kombinieren.



Abbildung 3.14

Krümmungsradius von vier $200\,\mu\text{m}$ 4"-Si-Wafern an verschiedenen Punkten im Herstellungsprozess. Die Substrate wurden flächig ohne Maske bestrahlt, um den Einfluss der maximalen Schwindung zu untersuchen.

Alternativ wurde getestet, ob partielles Dünnen von $525 \,\mu\text{m}$ dicken Siliziumsubstraten im Bereich des Strukturfelds nach Prozessende eine Option für Einzelgitter wie das Quellgitter ist, für das oft nur eine kleine Fläche benötigt wird. Der ungedünnte Rand wirkt als stabilisierender Rahmen. Getestet wurden nasschemisches Ätzen

mit KOH-Lösung und trockenchemisches Ätzen in der RIE / RIBE-Anlage der Fa. Oxford. Da die Bildgebung für gleichmäßigen Phasenschub und geringe Streuung homogene, ebene, glatte Substrate fordert, wurde die mittlere Rauheit R_a als Bewertungskriterium herangezogen. Die mittlere Rauheit der Oberfläche durch nasschemisches Ätzen (4,3 µm ± 1,4 µm) war etwa eine Größenordnung höher als durch trockenchemisches Ätzen (0,35 µm ± 0,01 µm). [106]

Die sehr unterschiedliche Oberflächenqualität warf die Frage nach den Auswirkungen auf die Bildgebung auf. Dazu wurde eine Untersuchung an der TU München mit diesen geätzten Siliziumsubstraten sowie mit weiteren evtl. in Frage kommenden Substraten durchgeführt (Abbildung 3.15). Parallel wurde diese Messreihe am Mammographie-Setup der Friedrich-Alexander Universität Erlangen wiederholt, um aufbauabhängige Einflüsse ausschließen zu können.

Substrate ohne Gitter wurden als Objekt an verschiedenen Positionen im Aufbau eingesetzt und jeweils die Visibilität bestimmt. Getestet wurden ein trockenchemisch und ein nasschemisch gedünnter Siliziumwafer sowie zusätzlich ein Graphitschaum aus der Batterieentwicklung und faserverstärkte Leiterplatten. Alle Substrate fielen in der Visibilität sehr stark nahe der Position des Phasengitters ab, was sich auf ihre starke Streukraft zurückführen lässt. Dagegen war der Einfluss auf die Visibilität nahe den Positionen der Absorptionsgitter gering. Dies deckt sich mit den theoretischen Überlegungen Yashiros, dass die Sensitivität eines Talbot-Lau-Interferometers nah am

Steigerung der Gitterqualität

Phasengitter am höchsten ist und zum Analysatorgitter hin auf Null abfällt. [107] Als Fazit dieses Versuch kann festgestellt werden, dass Phasengitter auf sehr homogenen, wenig streuenden Substraten aufgebaut werden müssen, für die sehr viel schwieriger herzustellenden Absorptionsgitter kann die Streuung als Kriterium bei der Auswahl eines Substrats zumindest für Energiebereiche ohne nennenswerte Compton-Streuung vernachlässigt werden.



Abbildung 3.15

Einfluss von Substratposition und -typ auf die Visibilität. Im Versuch am Drehanoden-Setup der TU München wurden Leiterplatten und ein Graphitschwamm an verschiedenen Positionen eingesetzt und die resultierende Visibilität gemessen. Die Visibilitätswerte sind normiert mit der mittleren Visibilität ohne Substrat (31 %).

4 Methoden zur Vergrößerung der Gitterfläche

Die Maskentechnik des LIGA-Verfahrens beschränkt derzeit die Fläche von Röntgengittern mit großem Aspektverhältnis wie sie routinemäßig hergestellt werden können, auf die Größenordnung 50 mm x 50 mm oder 70 mm im Durchmesser. Eine deutliche Vergrößerung der Maskenfläche ist derzeit technisch nicht machbar, weil die aktuell zur Auswahl stehenden Maskenmembranen mit wachsender Fläche zum Reißen und zu Verzügen neigen. Des Weiteren müssten die LIGA-Strahlrohre an ANKA für die Belichtung größerer Flächen umgebaut werden. Für die signifikante Vergrößerung der Gitterfläche wurden deshalb in dieser Arbeit mehrere alternative Ansätze analysiert.

4.1 Kacheln

Der Name der Methode deutet die Analogie zum "Fliesen legen" an: Aus einzelnen Kacheln kleiner Fläche entsteht eine große zusammenhängende Fläche. Allerdings sollten Röntgengitter möglichst ohne Fuge gekachelt werden, da eine Fuge zu einer Verringerung der Visibilität führt. Das Kacheln von Röntgengittern besteht aus den beiden Schritten *Trennen* und *Fügen*.

Standardfläche der Trägersubstrate ist ein Kreis mit 100 mm Durchmesser, die des Strukturfelds entweder ein Quadrat mit 50 mm Kantenlänge oder ein Kreis mit 70 mm Durchmesser. Zum Kacheln werden Quadrate verwendet, die aus dem Substrat herausgetrennt werden müssen.

Die einzelnen Kacheln werden auf einem großen Trägersubstrat zu einem Gitter großer Fläche zusammengesetzt. Die größte Herausforderung liegt in der präzisen relativen Positionierung der Kacheln, um sie lamellenparallel auszurichten und Fugen zu vermeiden.

Der prinzipielle Vorteil dieser Methode besteht darin, dass sie weitgehend unabhängig vom Fertigungsverfahren der Gitter ist. So können sowohl LIGA-gefertigte Röntgengitter als auch beispielsweise durch Siliziumätzen hergestellte Gitter gekachelt werden. Auch die Anpassung des Verfahrens auf die Kachelgröße ist ohne ernsthafte technische Schwierigkeiten möglich.

4.2 Waferstepping

Das *Waferstepping* ist eine Belichtungsmethode, bei der eine Maske kleiner Fläche relativ zum deutlich größeren Substrat verschoben wird. In der UV-Lithographie gehört das Verfahren zum Industriestandard; große Hersteller sind z. B. ASML, Ultratech, Nikon, Canon oder Intel. Die Röntgenscanner der LIGA-Strahlrohre sind allerdings in Bauraum und Bauart nicht für eine relative Bewegung zwischen Maske und Substrat ausgelegt, so dass diese Methode für die Herstellung von Gittern mit Aspektverhältnis >10 vorerst nicht in Frage kommt. Anders sieht es für Gitter mit niedrigerem Aspektverhältnis <5 – Phasengitter für Aufbauten mit niedrigen Energien – aus: Sie können mit UV-Lithographie gefertigt werden. Die Anforderungen an die Justiergenauigkeit entsprechen den theoretisch hergeleiteten für die Kachel-Methode in Kapitel 5. Im Unterschied zum Kacheln muss die gesamte Prozesskette auf großformatige Substrate ausgelegt sein.

4.3 Bonden LIGA-gefertigter Röntgengitter

Bei dieser Methode werden die Gitterstrukturen nach der Entwicklung von ihrem Trägersubstrat gelöst und mittels Bonding auf einem neuen Trägersubstrat zusammengesetzt. Das Umsetzen der Strukturen bedeutet ein hohes Risiko. Für unverstärkte Liniengitter eignet sich der Prozess nicht, die Lamellen werden durch laterale Kräfte deformiert. Vortests mit Brückengittern kleiner Fläche zeigten die prinzipielle Machbarkeit, allerdings wurde die Methode aufgrund von Unwägbarkeiten wie reproduzierbare Positionierung der Kacheln und der Limitierung auf verstärkte Gitterstrukturen nicht weiter verfolgt. Außerdem müsste die Prozesskette nach der Bestrahlung, d.h. insbesondere die Galvanik, auf die großflächigen Substrate umgestellt werden.

4.4 Weitere Alternativen

Wie erwähnt kommen für niedrige Aspektverhältnisse <5 weitere Herstellungsmethoden wie die UV-Lithographie in Frage. Neben der maskenbasierten Belichtung existieren serielle Belichtungsverfahren wie das *Direct Laser Writing*, im Folgenden verkürzt als *Laserschreiben* bezeichnet. Heutige Belichtungssysteme erlauben Flächen mit mehreren Hundert Millimetern Kantenlänge zu beschreiben. Der am IMT eingesetzte Laserschreiber der Fa. *Heidelberg Instruments* ist in der Lage, Flächen von 200 mm Kantenlänge zu belichten. Das Verhältnis zwischen Strahltaille und die Rayleighlänge des fokussierten Gaussstrahls begrenzt hierbei das Aspektverhältnis. [108] Zusätzlich ist eine sehr exakte Fokussierung zur Substratoberfläche erforderlich, um die Sollbreite der Strukturen einzuhalten.

4.5 Auswahl der Methode zur Flächenvergrößerung

Die folgende Tabelle führt die Bewertung der wichtigsten Kriterien für die Auswahl einer geigneten Methode für die Flächenvergrößerung auf.

Tabelle 4.1

Bewertung der wichtigsten Kriterien zur Auswahl einer geeigneten Methode zur Flächenvergrößerung.

	Kacheln	Wafer- stepping	Bonding
Standardprozess nutzbar	+	-	0
Standardbestrahlung	+	-	+
Mechanische / thermische Belastung	-	+	-
Positionierung / Positions- treue	0	+	0

Der entscheidende Vorteil des Kachelns gegenüber den beiden anderen Methoden besteht darin, dass der Standardprozess kleiner Gittersubstrate (Durchmesser 100 mm) beibehalten werden kann. Darüber hinaus ist das Kacheln gänzlich unabhängig von der Herstellungsme-

Methoden zur Vergrößerung der Gitterfläche

thode der Gitter. Während der Standardprozess beim Bonding immerhin bis einschließlich des Entwicklungsschritts erhalten werden kann, muss die Prozesskette des Wafersteppings von Anfang an auf großformatige Substrate ausgelegt werden.

Da Umbauten von Strahlrohren sehr kostspielig sind, kommt auch dem zweiten Kriterium "Standardbestrahlung" großes Gewicht zu. Mit der bisherigen Bestrahlungseinrichtung können Gitter für das Kacheln und Bonding hergestellt werden. Das Waferstepping würde größere Änderungen am Strahlrohr erfordern, insbesondere mit hoher Justiergenauigkeit zwischen Substrat und Maske.

Bei jeder Methode müssen kleine Flächen zueinander positioniert werden.

5 Theoretische Betrachtungen zur Positionierung

Bevor in Kapitel 6 der Prozess des Kachelns dargestellt wird, werden in diesem Abschnitt die theoretischen Erkenntnisse zur notwendigen Genauigkeit bei der Positionierung der Gitterkacheln ausgeführt. Diese beeinflussen die Randbedingungen des Fügens maßgeblich.

Beim Fügen einzelner Gitterkacheln zu einem großflächigen Gitter können sechs Freiheitsgrade in der Montage die Qualität des gesamten Gitters beeinflussen (Abbildung 5.1):

- Translation in x-Richtung (senkrecht zu den Gitterlinien)
- Translation in y-Richtung (parallel zu den Gitterlinien)
- Translation in z-Richtung (entlang des Röntgenstrahles)
- Rotation um die x-Achse (Änderung der Gitterperiode, lokal unterschiedliche Translation in z-Richtung)
- Rotation um die y-Achse (lokal unterschiedliche Translation in z-Richtung)
- Rotation um die z-Achse (Winkelverdrehung der Gitter zueinander und zum Phasengitter)



Abbildung 5.1

Kachelkoordinatensystem. x- und y-Achse spannen die Gitterebene auf. Die y-Achse verläuft in Lamellenrichtung.

Theoretische Betrachtungen zur Positionierung

Positionsungenauigkeiten aufgrund dieser Freiheitsgrade können einerseits die Bildqualität aller Pixel in einer gesamten Gitterkachel (im folgenden Kachelpixel genannt) und andererseits die Pixel im Bereich der Fuge zwischen den Kacheln (im folgenden Fugenpixel genannt) beeinflussen. Letztere werden nur teilweise, gar nicht oder von mehreren Kacheln bedeckt. Als Bewertungskriterium für den Einfluss der Positionierung auf die Bildqualität wird die theoretisch erreichbare Visibilität *V* herangezogen.

Sofern notwendig wurde der Einfluss der Positionsungenauigkeiten durch die jeweiligen Freiheitsgrade auf die Visibilität eines Detektorpixels in einem 2-Gitter-Aufbau mit monochromatischer, paralleler Beleuchtung analysiert. Die Gitter wurden als perfekte rechteckige (binäre) Liniengitter angenommen mit vollständiger Absorption in den Gitterstegen des Analysatorgitters. Für jede Veränderung eines Freiheitsgrades wurde die Visibilität auf Grundlage einer simulierten Steppingkurve berechnet.

5.1 Einfluss von Positionsfehlern auf Kachelpixel

Um eine einheitliche Bildqualität über das gesamte Bild gewährleisten zu können, ist es notwendig, die Visibilität der Kachelpixel zu optimieren. Dabei muss der Einfluss aller Freiheitsgrade analysiert werden.

5.1.1 Translationen

Eine **Translation in x-Richtung** hat aufgrund des *Steppings*, keinerlei Auswirkung auf die Visibilität verschiedener Kachelpixel. Es kommt lediglich zu einer "Phasenverschiebung" der Steppingkurve, die aber die Bestimmung der Visibilität nicht beeinflusst.

Auch die **Translation in y-Richtung** beeinflusst die Visibilität der Kachelpixel nicht. In diesem Fall ist noch nicht einmal eine Phasenverschiebung der Steppingkurve vorhanden.

Eine **Translation in z-Richtung** führt zu einer Fehlposition des Gitters in Strahlrichtung und damit einerseits zu einer der Gitterperiode nicht angepassten Vergrößerung des Talbotmusters im Falle nichtparalleler Strahlung, sowie andererseits zu einer Fehlposition des Gitters in Bezug auf den Talbotteppich. Beide Effekte können für die Positionierung vernachlässigt werden:

Vergrößerung. Der Einfluss der Vergrößerung auf die Visibilität hängt vom Verhältnis Pixelgröße zu Gitterperiode ab. Angenommen, die effektive Periode eines Phasengitters ist durch Vergrößerung so groß, dass auf ein Pixel (G2 unmittelbar davor) genau eine Periode mehr (oder ein Vielfaches einer Periode) projiziert wird als im Talbotabstand, dann werden alle Steppingpositionen gleichzeitig lokal verteilt auf dem Pixel abgebildet. Die Konsequenz ist, dass sich die Intensität während des Steppings nicht ändert und folglich die Visibilität null wird.

Theoretische Betrachtungen zur Positionierung

Abbildung 5.2 zeigt das Ergebnis einer Simulation: Das Diagramm veranschaulicht den Zusammenhang zwischen Periode und effektiver Pixelgröße, die hier als Produkt aus nomineller Pixelgröße und Vergrößung definiert wird.



Abbildung 5.2

Zusammenhang zwischen Periode und effektiver Pixelgröße (Pixelgröße*Vergrößerung).

Bis zum ersten Nullpunkt verläuft jede Kurve annähernd linear. Für die Visibilität in Abhängigkeit der Vergrößerung gilt deshalb im Bereich $M \in \left[1; 1 + \frac{p}{nx}\right]$ näherungsweise:

$$V = 1 - \frac{px}{p} \cdot (M - 1)$$

$$V = 1 - \frac{px}{p} \cdot \frac{\Delta z}{R}$$

5.1

mit

V: Visibilität px: Pixelgröße p: Gitterperiode M: Vergrößerung Δz: z-Translation R: Gitterabstand
Zur Abschätzung des Einflusses der Vergrößerung wird die kleinste relevante z-Translation aus der größten gängigen Pixelgröße (ca. 500 μ m), der kleinsten Periode (2,4 μ m) und dem kleinsten Gitterabstand (ca. 200 mm) bestimmt. Die Visibilität fällt um 10 % ab für

$$\Delta z = 0.1 \cdot \frac{p \cdot R}{px} = 0.1 \cdot \frac{2.4 \ \mu m}{500 \ \mu m} \cdot 200 \ mm = 96 \ \mu m$$

Dieser Wert stellt keine sehr hohen Anforderungen an die Positionierung. Für reale Setups ist die Situation noch deutlich entspannter: Das Drehanoden-Setup an der TU München würde nach obiger Rechnung eine Verschiebung von ca. 5,4 mm erlauben, bis die Visibilität durch die Vergrößerung um 10 % zurückgeht.

$$\Delta z = 0.1 \cdot \frac{5.4 \ \mu m}{172 \ \mu m} \cdot 1734 \ mm \approx 5.4 \ mm$$

Das Diagramm in Abbildung 5.3 zeigt, dass ein Visibilitätsabfall von 10 % eine Periodenänderung von ca. 1 % voraussetzt. Da die Verschiebung in z-Richtung durch den Fügeprozess maximal in der Größenordnung einiger 10 μ m liegt, dagegen der Abstand zur Quelle im Bereich mehrerer hundert Millimeter, ändert sich die effektive Periode mit dem Vergrößerungsfaktor M nur im Bereich unter 0,1 Promille. Damit ist der Einfluss der Vergrößerung vernachlässigbar.



Abbildung 5.3

Visibilität des Kachelpixels bei z-Translation. Die Vergrößerung ist als relative Periodenänderung ausgedrückt.

• **Position im Talbotteppich**. Für ein polychromatisches Spektrum befindet sich ein Gitter immer nur für eine Energie im fraktionalen Talbotabstand d_n , für andere Energien trifft das Gitter die Talbotabstände nicht. Die Abweichungen können mehrere Millimeter bis Zentimeter betragen. Der kürzeste Abstand zwischen Talbotabständen unterschiedlicher Energien ergibt sich für den ersten fraktionalen Talbotabstand mit π -Phasenschub unter Verwendung der derzeit kleinsten Gitterperiode 2,4 µm [17], [109]:

$$\Delta \lambda = \frac{h \cdot c}{\Delta \varepsilon} \cdot \frac{J}{10^3 eV} \cdot 10^{10} \frac{\text{\AA}}{m}$$
 5.2

$$\Delta d_{n,\pi} = \frac{n \cdot p^2}{8 \cdot \Delta \lambda} = \frac{n \cdot p^2}{8 \cdot 10^7 \cdot h \cdot c \cdot \frac{eV}{J}} \cdot \Delta \varepsilon$$

$$\Delta d_{1,\pi} \approx 0.58 \frac{mm}{keV}$$
5.3

Einfluss von Positionsfehlern auf Kachelpixel

mit h: Planck'sches Wirkungsquantum c: Lichtgeschwindigkeit $\Delta \varepsilon:$ Energieänderung / keV n: fraktionaler Talbotabstand p: Gitterperiode / m $\Delta \lambda:$ Wellenlängenänderung / m

Eine z-Translation von wenigen 10 Mikrometern entspricht einer Energieänderung in der Größenordnung von 0,1 keV. Mit der Annahme, dass die Bandbreite in der Energie bei Laborquellen im Bereich von >±3 keV liegt, ist der Effekt der z-Translation deshalb ebenfalls vernachlässigbar.

5.1.2 Rotationen

Die **Rotation um die x-Achse** lässt sich als in y-Richtung ortsabhängige z-Translation interpretieren. Da Unterschiede in z-Richtung pro Kachel deutlich kleiner als $100 \,\mu\text{m}$ erwartet werden, kann sie aus den gleichen Gründen wie bei der z-Translation als Einfluss auf die Bildqualität vernachlässigt werden.

Die **Rotation um die y-Achse** kann als Superposition von in x-Richtung ortsabhängiger z-Translation und über die Kachel konstanter rotationsabhängiger Änderung der effektiven Periode verstanden werden. Bei aktueller Kachellänge von 50 mm und einer überzogen angenommenen z-Translation von 1 mm ändert sich der konstante Anteil der effektiven Periode maximal um $1 - \cos\left(\frac{1}{50}\right) \approx$ 0,02 %. Die ortsabhängige z-Translation liegt im Bereich wie zuvor bei Rotation um die x-Achse oder bei z-Translation und ist damit ebenfalls vernachlässigbar.

Die **z-Rotation (Rotation in der Gitterebene)** hat großen Einfluss auf die Visibilität wie das Ergebnis einer Analyse zeigt, bei der der Winkel des Analysatorgitters in dieser Analyse in Schritten von 0,01 ° verändert wurde.



Abbildung 5.4

Qualitativer Visibilitätsverlauf bei z-Rotation.

Im Winkelbereich [0; Periode/Pixelgröße] besteht ein linearer Zusammenhang zwischen Visibilität und Drehwinkel, wie aus dem qualitativen Verlauf der Visibilität in Abbildung 5.4 zu sehen ist:

$$V = 1 - \frac{px}{p} \propto 5.4$$

mit \propto : Rotationswinkel / rad

Der nicht lineare Teil spielt derzeit für die Positioniergenauigkeit keine Rolle, da bei heute kleinster Periode von 2,4 µm und größter Pixelgröße von 500 µm das Ende des linearen Teils bei einem Winkel von mindestens 0,27 ° liegt. Zum Vergleich: Dieser Wert entspricht einer Verschiebung von >200 µm über eine Kantenlänge von 50 mm, ein für die Positionierung unkritischer Wert. Soll die Visibilität nicht mehr als Faktor k abfallen, so ergibt sich abhängig von Pixelgröße und Periode folgender Maximalwinkel für $k \in [0; 1]$:

$$\alpha = k \cdot \frac{p}{px}$$
 5.5

Soll der Visibilitätsabfall maximal 10 % (k=0,1) sein, so darf für die kleinste Periode p=2,4 μ m und die größte Pixelgröße px=500 μ m der Drehwinkel maximal α =0,027 ° betragen. Dies entspricht einer Abweichung der Position bei einer 50 mm langen Gitterkachel von 24 μ m. Für größere Perioden und kleinere Pixelgrößen können größere Winkelabweichungen toleriert werden.

5.2 Fugenpixel

Insbesondere medizinische Anwendungen erlauben, um feine Strukturdetails erfassen zu können, nur eine sehr geringe Zahl an Totpixeln. Eine Interpolation im größeren Maßstab in den Totpixeln scheidet damit aus. Im Folgenden wird der Einfluss der Freiheitsgrade der Gitterkacheln auf die Visibilität der Fugenpixel diskutiert.



Abbildung 5.5

Größte Herausforderungen bei der Positionierung der Gitterkacheln: Minimierung des Fugenabstands und Minimierung des Rotationswinkels in der Gitterebene.

In den Simulationen wurde ein **einzelnes Pixel** betrachtet, bei dem zwei Kacheln aneinander stoßen. Dabei wird angenommen, dass die linke Hälfte des Pixels von einer zum Phasengitter perfekt ausgerichteten Kachel des Absorptionsgitters bedeckt wird. Die rechte Pixelhälfte wird von einer zweiten Kachel bedeckt, die während der Simulation in einem Freiheitsgrad bewegt wird.

5.2.1 x-Translation

Der Einfluss der Fugenbreite kann durch die Ermittlung der Visibilität bei einer x-Translation ermittelt werden. Für die Darstellung in Abbildung 5.6 wurde eine Gitter-Pixel-Kombination gewählt, bei der auf ein Pixel 20 Gitterperioden fallen. Aufgetragen auf der x-Achse ist die Bewegung der rechten Gitterkachel. Bei px/2 = 10p hat sie das Pixel gerade verlassen, so dass das Pixel nur noch von der linken Kachel zur Hälfte bedeckt wird. Für diesen Fall "50 % perfekte Bedeckung" beträgt der Grenzwert der Visibilität $\frac{1}{3}$. Je nach Belegungsanteil der gut ausgerichteten Kachel ändert sich dieser Grenzwert.

Bei perfekter Ausrichtung der Kacheln zueinander ohne Fuge ist die Visibilität 1. Die Anzahl der Minima und Maxima verändert sich mit der Anzahl der Gitterperioden pro Pixel. Maxima in der Visibilität treten im Abstand von Vielfachen der Periode auf, Minima an ungeradzahligen Vielfachen der halben Periode. Minima und Maxima liegen auf Einhüllenden, die durch die wachsende Fuge bestimmt sind:

• **Obere Einhüllende** für $n \in \left[1; \frac{px}{2\cdot p}\right]$:

$$Max_n = 1$$

$$Min_n = \frac{n}{px/p} = \frac{n \cdot p}{px}$$
 5.6

$$V_{max,n} = \frac{1 - \frac{n \cdot p}{px}}{1 + \frac{n \cdot p}{px}}$$
 5.7

Untere Einhüllende für für
$$n \in \left[1; \frac{px}{2 \cdot p}\right]$$
:
 $Max_n = 0.5 \cdot \left(1 + \frac{n}{px/2 \cdot p}\right) = 0.5 + \frac{n \cdot p}{px}$ 5.8

$$Min_n = 0,5$$

$$V_{min,n} = \frac{\frac{n \cdot p}{px}}{1 + \frac{n \cdot p}{px}} = \frac{1}{1 + \frac{px}{n \cdot p}}$$
5.9



Abbildung 5.6

Qualitativer Visibilitätsverlauf bei x-Translation. Das betrachtete Pixel wird von zwei Kacheln belegt: Eine Hälfte wird von einer statischen Kachel bedeckt, während die zweite Kachel nach rechts aus dem Pixel bewegt wird.

Abbildung 5.6 zeigt, dass es wünschenswert wäre, die beiden Kacheln mit einem Abstand, der dem Vielfachen

der Gitterperiode entspricht, zu justieren. Dabei sind aber die Genauigkeiten im Bereich eines Zehntels einer Periode notwendig, wenn die maximale Visibilität erzielt werden soll. Da dies unter den heutigen Bedingungen als technisch zu aufwändig erscheint, erscheint es sinnvoll, bewusst einen größeren Abstand von mehreren Perioden zwischen den Kacheln einzustellen.

5.2.2 y-Translation

Die y-Translation bedeutet eine Veränderung des abgedeckten Anteils des Pixels durch ein perfekt ausgerichtetes Gitter.

Die Visibilität kann in Abhängigkeit des Füllfaktors m (unbedeckter Anteil des Pixels) berechnet werden. Es gilt:

$$Max = I_0 5.10$$

$$Min = m \cdot I_0$$
 5.11

$$V = \frac{Max - Min}{Max + Min} = \frac{1 - m}{1 + m}$$
 5.12



Abbildung 5.7

Visibilität bei y-Translation der Gitterkacheln. Als Füllfaktor wird der unbedeckte Anteil der Pixelfläche bezeichnet.

Bei einer festen Translation wird der Füllfaktor mit kleiner werdenden Pixeln immer größer. Insofern wird damit auch die Anforderung an die Kleinheit der Fuge immer größer. Bei den heute für kommerzielle Anwendungen angedachten Detektoren mit Pixelflächen größer 100 μ m x 100 μ m sind durchaus Translationen von einigen 10 μ m tolerierbar, ohne dass die Visibilität zu stark abfällt.

5.2.3 z-Translation

Die z-Translation bedeutet eine Veränderung der effektiven Periode und eine Verschiebung zum Talbotteppich. Dass die Translation durch Verändern der Position im Talbotteppich kaum Auswirkungen bei polychromatischen Quellen hat, wurde bereits in Kapitel 5.1.1 diskutiert. Die effektive Periode darf sich bis etwa maximal 0,5 % ändern, wenn die Visibilität um nicht mehr als 10 % abfallen darf, wie sich aus Abbildung 5.8 ablesen lässt. Bei üblichen Abständen des betrachteten Gitters zur Quelle von 500 mm und größer würde dies eine Positioniergenauigkeit von höchstens 2,5 mm bedeuten. Für die Montage ist dieser Wert unkritisch.



Abbildung 5.8

Visibilität bei z-Translation (Vergrößerung) der rechten Kachel. Die Vergrößerung ist als Abweichung von der optimalen Periode angegeben.

5.2.4 x-Rotation

Die x-Rotation bewirkt ähnlich wie die z-Translation eine Abweichung von der optimalen Periode, allerdings ortsabhängig in vertikaler Richtung.

$$\frac{p_{eff}(y)}{p} = \frac{d + y \cdot \sin \alpha}{d}$$
 5.13

mit y: Position auf der Gitterkachel in y-Richtung

mit $x \in [-l; l] * / mm$

l: Kachelbreite / mm

d: Abstand Quelle - Gitter / mm

 α : Drehwinkel um y-Achse / °

* abhängig vom Drehpunkt

Mit $\left|\frac{p_{eff}(y)-p}{p}\right| < 0,005$ (Forderung aus Diagramm für z-Translation) ergibt sich:

Da der Quellabstand in der Regel mindestens 500 mm beträgt, ergibt sich für eine Kachelgröße von 50 mm ein maximaler Rotationswinkel $\alpha = 2,87^{\circ}$. Je größer der Quellabstand, desto größer kann der Rotationswinkel sein. Größere Kacheln reduzieren den Winkel, auch bei

einer Kachelgröße von 100 mm ist noch ein Winkel von $\alpha = 1,43$ ° tolerierbar. Technisch sind ohne größeren Aufwand Winkel <1° realisierbar.

Da in der Regel die Pixelgröße sehr viel kleiner als die Kachelbreite ist, kann die Periode in Bezug auf die z-Translation und die damit verbundene Vergrößerung innerhalb eines Pixels als konstant angenommen werden.

5.2.5 y-Rotation

Die y-Rotation entspricht der Superposition einer über das Gitter konstanten Änderung der effektiven Gitterperiode und einer ortsabhängigen, graduellen Änderung der effektiven Gitterperiode aufgrund der Vergrößerung.

Für den konstanten Anteil gilt:

$$\cos \propto = \frac{p_{eff,konst}}{p}$$
 5.15

Für den ortsabhängigen Anteil gilt nach dem Strahlensatz:

$$\frac{p_{eff}(x)}{p_{eff,konst}} = \frac{d + x \cdot \sin \alpha}{d}$$
 5.16

mit x: Position auf der Gitterkachel in x-Richtung mit $x \in [0; l] / mm$ l: Kachelbreite / mm d: Abstand Quelle – Gitter / mm α : Drehwinkel um y-Achse / °

* abhängig vom Drehpunkt

Damit ergibt sich:

$$p_{eff}(x) = p \cdot \cos \propto \cdot \frac{d + x \cdot \sin \alpha}{d}$$
 5.17

100

Der kritischste Fall ergibt sich für x = l = 50 mm. Mit d = 500 mm (für größere d unkritischer) ergibt sich:

$$\frac{p_{eff}}{p} = \cos \propto \cdot \frac{d + x \cdot \sin \alpha}{d} = \cos \propto \cdot (1 + 0.1 \cdot \sin \alpha)$$
 5.18

Ausgehend vom Diagramm der z-Translation entspricht eine Änderung der effektiven Periode von 0,5 % einem maximal erlaubten Drehwinkel um die y-Achse von 5 ° (bei 0,05 % sind es 0,3 °), was bei einer Kachel von 50 mm Kantenlänge einem erlaubten Abstand der Kante von der optimalen Kachelebene von 4,4 mm (0,3 mm) bei Rotation um die Kachelmitte entspricht.

Für die Positionierung sind diese Werte vergleichsweise unkritisch.

Auch für diesen Freiheitsgrad kann die Vergrößerung vernachlässigt werden. In der Regel ist die Pixelgröße sehr viel kleiner als die Kachelbreite, so dass die Periode in einem Pixel in Bezug auf die Vergrößerung (z-Translation) als konstant angenommen werden kann.

5.2.6 z-Rotation

Die Simulation der z-Rotation um die linke untere Ecke der rechten Kachel für ein Fugenpixel zeigt einen ähnlich linearen Verlauf zu Beginn der Kurve wie bei der z-Rotation eines Kachelpixels. Im Unterschied zu letzterem kommen zwei Effekte hinzu, der Anteil der gut ausgerichteten linken Kachelhälfte sowie der Anteil der Fuge analog zur y-Translation.



Abbildung 5.9

Qualitativer Verlauf der Visibilität bei z-Rotation der rechten Kachel.

Neben der Betrachtung eines Einzelpixels muss der Einfluss der Freiheitsgrade auf eine Pixelreihe berücksichtigt werden: Die z-Rotation entspricht über die Fugenpixelreihe in y-Richtung betrachtet einer x-Translation, so dass die Visibilität von Pixel zu Pixel in der lamellenparallelen Fugenpixelreihe schwanken kann. Die z-Rotation führt zu einer Abtastung der x-Translationskurve mit der Schrittweite $px \cdot \tan \alpha$. Abbildung 5.10 zeigt einen exemplarischen Verlauf für den speziellen Fall mit Periode p=2,4 µm, einer Pixelgröße px=50 µm und einem Rotationswinkel um z von 0,01 °.



Abbildung 5.10

Exemplarischer Verlauf der Visibilität über eine vertikale Fugenpixelreihe einer Kachel mit 50 mm Kantenlänge. $p=2,4 \ \mu m; px=50 \ \mu m; Rotationswinkel um z=0,01 \ ^{\circ}.$

5.2.7 Superposition der wichtigsten Freiheitsgrade

Für die Kachelpixel, die den größten Teil der Pixel ausmachen, hat die z-Rotation den größten Einfluss auf die Visibilität, während sich bei den Fugenpixeln Translation und z-Rotation auf die Visibilität am stärksten auswirken. Reine x-Translation erfordert schon eine subperiodische Positioniergenauigkeit (Größenordnung 1/20 der Periode), um den Abfall der Visibilität auf max. 10 % zu begrenzen, allerdings werden die Anforderungen durch Überlagerung von x-Translation und z-Rotation noch höher: Das Diagramm in Abbildung 5.11 zeigt die Superposition von x-Translation und z-Rotation für ein Fugenpixel. Mit zunehmendem Kippwinkel der rechten Kachel nimmt die Amplitude der Visibilität ab und die Kurven "verrunden". Darüber hinaus sind die Kurven phasenverschoben, die Periode bleibt aber erhalten. Diese Phasenverschiebung erschwert die Positionierung zusätzlich, da nicht nur die relative Postion in x-Richtung, sondern auch der Rotationswinkel um die z-Achse sehr genau bekannt sein muss.

Das Einstellen der Visibilität im Fugenpixel kann nach dieser Betrachtung nur mit sehr hohem technischem Aufwand zuverlässig garantiert werden, so dass je nach Anwendungsfall eine wirtschaftlich-technische Abwägung zum Informationsverlust in den Fugenpixeln notwendig wird. Ein größerer Spalt kann technisch sinnvoll werden, um einerseits die maximale Schwankungsbreite der Visibilität zu begrenzen und andererseits zu verhindern, dass auf ein Pixel zwei Gitter fallen. Zwar wäre die Visibili-

tät in zwei Pixelreihen reduziert – Fall der y-Translation mit Füllfaktor –, allerdings deutlich weniger als beim einzelnen Fugenpixel.



Abbildung 5.11

Qualitativer Verlauf der Visibilität für kombinierte x-Translation und z-Rotation. Zunehmende z-Rotation bewirkt eine Verrundung der Kurven sowie eine Phasenverschiebung und eine Annäherung der Extrema.

6 Kachelprozess

Das Kacheln von Röntgengittern bedeutet, Gitter kleiner Fläche so zu einem Gitterverband zusammenzusetzen, dass der Eindruck *eines* großflächigen Gitters entsteht. Die Methode besteht aus den beiden Hauptschritten *Trennen* und *Fügen*. Trennen meint das Zuschneiden der einzelnen Gitter auf die gewünschte Kachelform. Diese zugeschnittenen Kacheln werden im zweiten Schritt auf einem Trägersubstrat gefügt. In diesem Abschnitt wird in diesem Unterkapitel zunächst auf die Auswahl der geeigneten Kachelform eingegangen, bevor sich die folgenden Unterkapitel mit dem Trennen und Fügen sowie der Notwendigkeit des Biegens großflächiger Gitter befassen.

6.1 Kachelform und Parkettierung

Der Begriff *Kachelung* oder *Parkettierung* bezeichnet in der Mathematik die "lückenlose und überlappungsfreie Überdeckung der Ebene mit Hilfe zueinander kongruenter, zusammenhängender Teilstücke" [110]. Parkettierungen werden nach Form und Zusammensetzung ihrer Teilflächen eingeteilt. Das folgende auf Basis verschiedener Quellen ([111], [112]) erarbeitete Flussdiagramm zeichnet die Stufen der Einteilung für Parkettierungen mit Ecke-Ecke- und Kante-Kante-Berührung nach (Abbildung 6.1A). Denkbar sind auch Parkettierungen mit Ecke-Kante-Berührung (Muster einer Ziegelsteinmauer) wie in Abbildung 6.1 B, auf die in der Diskussion geeigneter Parkettierungen eingegangen wird.





Abbildung 6.1

A,B: Parketteinteilung nach Berührung: Ecke-Ecke – Kante-Kante-Berührung (links), Ecke-Kante-Berührung (Ziegelsteinmauer) (rechts). C: Einteilung von Parkettierungen.

Kachelform und Parkettierung

Die oberste Einteilung in periodisch und aperiodisch bezieht sich auf die Symmetrie der Parkettierung: Wiederholt sich das Parkettmuster, zählt es zu den periodischen Parkettierungen. Es existieren 17 Arten periodischer Parkettierungen, die sogenannten ebenen kristallographischen Gruppen. auch Tapetenmustergruppen genannt. Bekanntes Beispiel aperiodischer Parkettierung sind die Penrose-Parkettierungen, die aus nur zwei verschiedenen großen Rauten aufgebaut sind. Auf der zweiten Ebene wird nach Form des Polygons unterschieden: Regelmäßige Polygone besitzen gleiche Seiten und gleiche Innenwinkel. Bei unregelmäßigen Polygonen sind Seiten und Innenwinkel unterschiedlich wie z. B. beim Cairo Tiling, einer Parkettierung mit einem Fünfeck mit der Seitenfolge a – a – a – b mit $\frac{b}{a} = \frac{\sqrt{3}-1}{1}$ und den Innenwinkeln 120° - 45° - 120° - 45° - 120° - 120°. Das Muster des Cairo Tilings ist als Beispiel für unregelmäßige Parkettierungen in der folgenden Abbildung aufgeführt.

Die nächste Unterteilungsebene bezieht sich auf die *Knoten*, die Punkte, an denen die Ecken zusammenstoßen. Treffen an jedem Knoten des Parketts die gleiche Anzahl Polygone zusammen, gehört es zur Gruppe der *homogenen Parkettierungen*; entsprechend zählen Muster mit unterschiedlicher Anzahl Knoten zur Gruppe der *inhomogenen Parkettierungen*. Homogene Parkettierungen mit nur einer Kachelform heißen *regelmäßig* oder *platonisch*. Es gibt nur drei Möglichkeiten: Quadrat, regelmäßiges Sechseck und regelmäßiges Dreieck wie in der Abbildung 6.2 gezeigt.

Sie grenzen sich gegen die übrigen homogenen Parkettierungen ab, die aus mehreren Polygonformen bestehen. Ist an allen Knoten die Reihenfolge der Polygone gleich – im und gegen den Uhrzeigersinn werden als gleich betrachtet –, gehört das Muster zu den *halbregelmäßigen* oder *archimedischen Parkettierungen*.



Abbildung 6.2

Regelmäßige (auch: platonische) Parkettierungen. Sie zeichnen sich dadurch aus, dass sie mit nur einer regelmäßigen Kachelform auskommen.

Aus Sicht von Fertigung und Anwendung ergibt sich eine Reihe von Anforderungen:

 Minimaler Verschnitt. Aus den Halbzeugen soll eine möglichst großflächige Kachel getrennt werden. Die Fläche eines Polygons wird maximal, wenn es regelmäßig ist (gleiche Seiten und gleiche Innenwinkel). Bei runder Gitterfläche der Halbzeuge steigt die Kachelfläche regelmäßiger Polygone mit

der Eckenzahl *n* gemäß $\frac{A_{n-Eck}}{A_{Kreis}} = \frac{n \cdot \sin(\frac{360^\circ}{n})}{2 \cdot \pi}.$



Kachelform und Parkettierung

Abbildung 6.3

Genutzter Flächenanteil (blau) an der Kreisfläche in Abhängigkeit der Eckenzahl regelmäßiger Polygone und dem Cairo-Fünfeck. In Frage kommende regelmäßige Parkettierungen sind Quadrat (64 % genutzte Fläche) und Sechseck (83 % genutzte Fläche).

- Minimale Anzahl Kachelformen. Je geringer die Zahl der Kachelformen, desto günstiger wird in der Regel die Fertigung. Deshalb bieten sich besonders platonische Parkettierungen an, die mit nur einer Polygonform auskommen. Darüber hinaus gibt es auch unregelmäßige Parkettierungen wie das Cairo Tiling, die nur ein Polygon für die Flächenbedeckung benötigen würden.
- **Detektorform.** Die Detektorform üblicherweise Rechteckform bestimmt die minimale Anzahl er-

forderlicher Kacheln. Es werden zur Belegung einer rechteckigen Detektorfläche eine Anzahl von⁵ o mindestens

$$n = \left\lfloor \frac{D_x}{x} \right\rfloor \cdot \left\lfloor \frac{D_y}{y} \right\rfloor + \left\lfloor \frac{D_x \cdot D_y}{A} - \left\lfloor \frac{D_x}{x} \right\rfloor \cdot \left\lfloor \frac{D_y}{y} \right\rfloor \right\rfloor$$
 6.1

 \circ und höchstens

$$n = \left[\frac{D_x + \Delta}{x}\right] \cdot \left[\frac{D_y}{y}\right]$$
 6.2

Kacheln benötigt, wobei D_x , D_y die Länge des Detektors in x- und y-Richtung bezeichnen, A, x, y die Fläche bzw. die Abmaße des Polygons in x- und y-Richtung und Δ die Verschiebung der ersten Einheitszelle in x-Richtung, so dass sie die linke untere Ecke des Detektors vollständig bedeckt. Der Wert *mindestens* kommt zustande, indem zunächst versucht wird, die Fläche mit vollständigen Polygonen auszulegen. Wird die Restfläche dann durch die Polygonfläche geteilt, erhält man die Anzahl zusätzlich benötigter Polygone, um die Fläche vollständig zu belegen. Der Wert *höchstens* steht für die maximal benötigte Anzahl Polygone, mit denen die Fläche bedeckt werden kann, ohne die Polygone zerteilen zu müssen.

⁵ [] steht für Abrunden auf nächstkleinere, ganze Zahl,

^[] steht für Aufrunden auf nächstgrößere, ganze Zahl

Als Beispiel soll ein Detektor mit $D_x = D_y = 200 mm$ bedeckt werden. Wenn das Halbzeug ein rundes Gitter mit Durchmesser $d_u = 71 mm$ ist, so werden je nach Polygonform folgende Kachelzahlen benötigt:

Tabelle 6.1

Zusammenhang zwischen Polygonform und Anzahl benötigter Kacheln zum Belegen einer rechteckförmigen Fläche.

Polygon	\mathbf{A} / d_u^2	Δ / d_u	\mathbf{x} / · d_u	y / ∙ d _u	Min / Max
Regelmäßiges Dreieck	$\frac{3\sqrt{3}}{16}$	$\frac{\sqrt{3}}{4}$	$\frac{\sqrt{3}}{4}$	$\frac{3}{4}$	25 / 32
Quadrat	$\frac{1}{2}$	0	$\frac{1}{\sqrt{2}}$	$\frac{1}{\sqrt{2}}$	16 / 16
Regelmäßiges Sechseck	$\frac{3\sqrt{3}}{8}$	$\frac{1}{4}$	$\frac{\sqrt{3}}{2}$	$\frac{3}{4}$	13 / 16

 Minimaler Einfluss auf die Bildgebung. Der Einfluss des Kachelns auf das Bild korreliert mit der Fugenfläche. Dass bei einer Polygonsorte die Fugenfläche mit wachsender Kachelgröße sinkt, ist trivial.

Die Fugenfläche quadratischer Kacheln ohne Außenrand lässt sich aus der Fugenbreite f und der Gesamtlänge der Fuge berechnen, die die Summe der vertikalen und horizontalen Fugen abzüglich der Kreuzungspunkte ist:

$$A_f = \left(\left\lfloor \frac{D_y}{s} \right\rfloor \cdot D_x + \left\lfloor \frac{D_x}{s} \right\rfloor \cdot D_y - \left\lfloor \frac{D_y}{s} \right\rfloor \cdot \left\lfloor \frac{D_x}{s} \right\rfloor \cdot f \right)$$

 $\cdot f$ 6.3

mit der Seitenlänge des Quadrats s.

$$U = 2 \cdot n \cdot r \cdot \sin\left(\frac{180^{\circ}}{n}\right)$$
 6.4

Es ist darauf zu achten, dass lange, gerade Fugen bei CTs nicht senkrecht zur Rotationsachse des Objekts verlaufen, sonst können keine Informationen dieser Schnittebene mit der Höhe der Fugenbreite an der engsten Stelle aufgenommen werden. Dieses Problem lässt sich aber durch leichte Verkippung der CT-Rotationsachse gegen die Fugenachse relativ einfach vermeiden.

Hinzu können Forderungen aus speziellen Randbedingungen kommen, wie beispielsweise:

• Gerade Kante für zylindrische Biegung. Für den Einsatz in einem Röntgenröhrenaufbau besteht mit einer geraden Kante die Möglichkeit, eine quasizylindrische Biegung durch einen Polygonzug zu realisieren.

Die ersten drei Bedingungen *Minimaler Verschnitt, Detektorform* und *minimaler Einfluss auf die Bildgebung* hängen miteinander zusammen. Am besten erfüllen regelmäßige Polygone mit möglichst vielen Ecken diese Bedingungen. Soll nur eine einzige Kachelform verwendet werden, beschränkt sich die Auswahl auf die drei platonischen Parkettierungen mit Dreieck, Quadrat und Sechseck. Demnach sollte das regelmäßige Sechseck mit der größten Eckenzahl die optimale Kachelform sein. Praktische Gründe wie die Verwendung einer quadratischen Gitterfläche der Halbzeuge führten dazu, dass für die Versuche dieser Arbeit ausschließlich quadratische Kacheln verwendet wurden. Die quadratische Form reduziert die Gefahr von Fertigungsproblemen, z. B. weniger Winkel, geringere Anzahl von Schnittkanten.

6.2 Trennen

Dieses Teilkapitel stellt zunächst die Anforderungen an das Trennverfahren vor, zeigt eine Einschätzung der Eignung ausgewählter Trennverfahren und schließt mit den Versuchsergebnissen des ausgewählten Verfahrens *Wafersäge.* Um die sprachliche Unterscheidung zwischen dem Gitter vor und nach dem Trennen zu erleichtern, werden die Gitter vor dem Trennen als *Halbzeuge* bezeichnet, die Gitter nach dem Trennen als *Kacheln.*

6.2.1 Anforderungen des Trennens

Die Halbzeuge bestehen aus einem Siliziumträgersubstrat, auf dem das Gitter, eine Gold-Polymer-Matrix, aufgebaut ist. Drei Hauptanforderungen leiten sich für das Trennen ab:

- Konstanter. definierter Winkel zwischen . Trennkante und Lamellen. Die Abweichung der Trennkante von ihrem idealen Verlauf beeinflusst maßgeblich die Fugengröße. Der Umstand, dass sich von nur einer Trennkante nicht auf die Fugenform und -größe schließen lässt - sie wird mindestens durch die zwei aneinanderliegenden Kanten bestimmt -, kann für das Positionieren der Kacheln berücksichtigt werden, wenn die realen Kantenprofile der zugeschnittenen Kacheln bekannt sind. Darf die Fuge höchstens 50 µm breit werden, darf der Winkel bei einer Kantenlänge *l* höchstens $\tan(\alpha_{max}) = \frac{50 \,\mu m}{2 \cdot l}$ betragen⁶, ohne die Rauheit der Kante durch das Trennen einzubeziehen. Für die verwendenten Kacheln von 50 mm Kantenlänge muss der Winkel <0,5 mrad (ca. 0,029 °) sein.
- Minimale Einflusszone. Das Trennen soll die Strukturen auf der Kachel so wenig wie möglich beschädigen. Besonders gefährdet sind die Ecken, die je nach Trenntechnik zwei Mal passiert werden und so zu Ausbrüchen und zum Verbiegen neigen.
- Geringe Temperaturschwankung. Um Gitterdeformationen aufgrund unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten von Substrat, Absorbermaterial und Resist zu vermeiden, soll die Tem-

⁶ Der Faktor 2 im Nenner: Es liegen zwei Kanten aneinander, die mit der gleichen Winkeltoleranz beaufschlagt werden.

peratur während des Trennens erfahrungsgemäß unter 60 °C bleiben.

Daneben wurden nachrangige Kriterien wie Substratvariabilität, Partikelentstehung, Durchsatz und Verfügbarkeit am IMT miteinbezogen.

6.2.2 Trennverfahren

Aus der Fülle von Trennverfahren ([113]) erschienen drei als am besten zur Erfüllung der Anforderungen geeignet: Wafersäge, Trennen mittels Laser und nasschemisches Ätzen. Im Gespräch mit Experten am Institut ergab sich eine Voreinschätzung (Tabelle 6.2).

Die wichtigste Anforderung, die Einhaltung des Winkels zwischen Trennkante und Gitterlamellen, sollten Wafersäge und Laser erfüllen, da sie im Gegensatz zum isotropen Siliziumätzen unabhängig von der Kristallorientierung des Trägersubstrats arbeiten. Der Winkel zwischen Kristallorientierung des Siliziumwafers und der Lamellenrichtung schwankt von Probe zu Probe und würde so beim Siliziumätzen zu einer Abweichung zwischen Trennkante und Lamellenrichtung führen. Die Größe der Einflusszone sollte in Bezug auf die Kanten für Säge und Laser ähnlich ausfallen, beim Siliziumätzen sollte sie sehr klein sein, wenn entlang der Kristallorientierung geätzt wird. An den Ecken wird für das Sägen das schlechteste Ergebnis erwartet, weil die Säge die Ecken zwei Mal passieren muss und damit das Risiko von Ausbrüchen steigt. Temperatureintrag beim Trennen lässt sich kaum vermeiden: Während die Wärme durch Reibung beim Sägen als vertretbar eingestuft wird und Flüssigkeitsküh-

Kachelprozess

lung möglich wäre, wird beim Laserschneiden ein höherer Wärmeeintrag erwartet. Das Siliziumätzen läuft zwar bei erhöhten Temperaturen zwischen 60 °C und 80 °C ab, die aber in der geforderten Schwankungsbreite liegen. Bisher wurden Gitter fast ausschließlich auf Siliziumwafern hergestellt. Forderungen nach röntgentransparenteren Gitterträgern können in Zukunft andere Substratmaterialien, insbesondere auf Polymer- oder Kohlenstoffbasis, erforderlich machen. Säge und Laser sollten mit angepassten Parametern auch für andere Materialien verwendbar sein. Das Siliziumätzen dagegen kann ausschließlich für die Siliziumwafer eingesetzt werden. Beim Trennen entstehende Partikel werden vorrangig bei Säge und Laser erwartet, beim Siliziumätzen sollte der Abtrag in Lösung gehen. Aufgrund der geforderten geringen Stückzahl spielt der Durchsatz eine untergeordnete Rolle. Die Ätzzeit kann abhängig von Ätzrate und Substratdicke im Bereich mehrerer Stunden liegen, während Säge und Laser im Sekunden- his Minutenbereich eine Kachel heraustrennen.

Im Ergebnis dieser Vorbetrachtung lagen Säge und Laser etwa gleich auf, Siliziumätzen schien vor allem wegen des Winkelfehlers zwischen Trennkante und Lamellenrichtung ungeeignet zu sein. Da eine Wafersäge im Gegensatz zu einem geeigneten Laser verfügbar war, wurden zunächst Versuche mit der Wafersäge durchgeführt.

Tabelle 6.2

Voreinschätzung dreier ausgewählter Trennverfahren

		Wafer- säge	Laser- schneiden	Silizium- ätzen
Einhaltung des Winkels Trennkante – Lamellen		+	+	0
Minimale Einflusszone	Kanten	0	0	+
	Ecken	-	0	+
Geringe Temperatur- schwankung		0	-	0
Substratvariabilität		+	+	-
Partikelentstehung		0	0	+
Durchsatz		+	0	0

6.2.3 Wafersäge

Die zum Einsatz kommende Wafersäge *DAD 3430 Disco* am IMT wurde zum Trennen der Gitter mit 45 μ m breiten diamantbeschichteten Sägeblättern (Korngröße 4-6 μ m) bestückt und mit einer Geschwindigkeit von 30.000 U/min und einem Vorschub von 0,8 mm/s betrieben. Zunächst wurden wegen des quadratischen Strukturfelds des verwendeten Gitterlayouts nur quadratische Kacheln mit 50 mm Kantenlänge aus den Halbzeugen getrennt. In neuere Layouts mit rundem Strukturfeld wurden Schneidmarken ergänzt, um auch sechseckige Kacheln trennen zu können. Um Fehler am Strukturfeldrand wie galvanische Randüberhöhung zu vermeiden, wurde 1 mm vom Rand entfernt im Strukturfeld getrennt.

Mit Hilfe eines Lichtmikroskops wurden automatisiert Bilder der Trennkante aufgenommen (Abbildung 6.4 A) und anschließend im Hinblick auf Winkelfehler zwischen Kante und Lamellen sowie der Größe der Einflusszone ausgewertet. Insgesamt wurden acht Substrate analysiert. Das exemplarische Tastprofil einer typischen Trennkante zeigt Abbildung 6.4 B als Abweichung der Kante von ihrer Mittellinie, Der Winkel zwischen der Profilmittellinie und der Lamellenrichtung wird als Winkelfehler zwischen Kanten- und Lamellenrichtung definiert. Das Histogramm (Abbildung 6.4 C) stellt die Trenntoleranz dar, abgeleitet vom Profil der Trennkante. Negative Werte der Trenntoleranz sind in erster Linie Ausbrüche und Kerben, positive Werte dagegen sind hauptsächlich auf Partikel und Ausfransungen zurückzuführen. Die Linksschiefheit des Histogramms deutet auf wenige starke Ausfransungen einerseits und unter Einbeziehung des Tastprofils auf die erhabenen Ecken andererseits. 90 % (95 %) der Beispielkante weichen höchstens 9,2 µm (13,1 µm) von ihrer Mittellinie ab. zwischen höchstem Berg und tiefstem Tal besteht eine Differenz von 42 µm.



Abbildung 6.4

Lichtmikroskopische Aufnahme eines Abschnitts einer parallelen Schnittkante eines Röntgengitters (A), das Tastprofil der Schnittkante (B) und das Histogramm der Trenntoleranz dieser Kante (C). 90 % (95 %) dieser Kante weichen höchstens 9,2 μ m (13,7 μ m) von der Mittellinie ab. [114]

Der Winkelfehler zwischen Kanten- und Lamellenrichtung war für alle 32 Schnittkanten <1 mrad, tendenziell um 0,5 mrad.

Im Folgenden werden die Trennkanten parallel zur Lamellenrichtung als *parallele Kanten* und entsprechend die Kanten senkrecht zur Lamellenrichtung als *vertikale Kanten* bezeichnet. Abbildung 6.5 fasst das Ergebnis der Kantenanalyse zusammen: Die Tiefe des Tastprofils (links) der parallelen Kanten (65 μ m) ist im Durchschnitt mehr als doppelt so groß wie das der vertikalen (32 μ m). Auch die Standardabweichung (rechts) der parallelen Kanten (7,9 μ m) ist höher als die der vertikalen (5,5 μ m). Dies lässt sich überwiegend auf ausgefranste, abstehenden Haaren ähnliche verbogene Lamellen an den parallelen Kanten zurückführen. Parallele Fugen werden daher im Durchschnitt größer erwartet als vertikale.

Außerdem waren Tiefe und Standardabweichung des Tastprofils der 200 μ m Si-Substrate im Mittel größer als die der 525 μ m Si-Substrate, was der höheren mechanischen Stabilität der dickeren Substrate zugeschrieben werden kann.

Unter Betrachtung des ungünstigsten Falls liegen ca. 99,7 % der Abweichungen von der Mittellinie einer parallellen Kante in einem etwa 48 μ m (ca. 6 σ) breiten Band unter der Annahme einer Normalverteilung. Ohne Berücksichtung eines Winkelfehlers erstreckt sich die Fuge über zwei solcher Kantenbänder (ca. 96 μ m). Ein Winkelfehler von 0,5 mrad pro Kante kann am Kachelende die Fuge um bis zu 50 μ m erweitern.



Abbildung 6.5

Ergebnis der Kantenanalyse des Trennens mit Wafersäge. Mittelwerte und Standardabweichungen des Tastprofils von acht quadratischen Gittern mit 50 mm Kantenlänge, vier auf 200 μ m Si-Wafern, vier auf 525 μ m Si. "Parallele Kante" meint, dass die Trennkante parallel zu den Gitterlamellen verläuft. Die parallelen Kanten haben im Durchschnitt eine größere Profiltiefe und Standardabweichung als die vertikalen, die Kanten der dünneren Substrate größere als die dickeren.

6.3 Positionieren

6.3.1 Auf Stoß

Die einfachste Variante des Kachelns wäre, die Trennkante als Anlagefläche zu benutzen und die Kacheln auf Stoß auszurichten. Dieser Ansatz ist nur bei sehr kleinen Winkelfehlern der Kacheln möglich, um hohe Visibilität in den Kachelpixeln zu garantieren. Es wird angenommen, dass beim Trennen jede Kante einzeln ausgerichtet wird. Im ungünstigsten Fall beträgt dann die Winkelabweichung zwischen zwei beliebigen Kanten einer Kachel das Doppelte des Winkelfehlers. Soll der Rotationswinkel zwischen den Lamellen zweier beliebiger Kacheln höchstens 0,029 ° betragen (vgl. Kapitel 6.2.1), so muss für den Winkelfehler Δ – der Rotationswinkel zwischen den Lamellen und einer Trennkante einer Kachel – aufgrund von Fehlerfortpflanzung gelten:

$$\Delta = \frac{0,029 \circ}{4 \cdot (Z - 1) + 2 \cdot (S - 1)}$$

$$Z \ge S$$

Z: Anzahl Zeilen des Gitters
S: Anzahl Spalten des Gitters
S: Anzahl Spalten des Gitters

Abbildung 6.6 veranschaulicht die Situation: Gezeigt wird ein Gitter mit fünf Zeilen und vier Spalten. Gekachelt wird von links nach rechts bzw. von oben nach unten. Wird jede Kante einzeln beim Trennen ausgerichtet, entspricht der maximale Rotationsfehler je Kante der Trenngenauigkeit. Die Zahlen in der Skizze bezeichnen akkumulierte Vielfache der Trenngenauigkeit für den ungünstigsten Fall, der den größten Rotationsfehler zwischen zwei

mit

Kacheln definiert. Die Zählrichtung ist im Uhrzeigersinn positiv gewählt, ausgehend von der Kachel links oben. Zwischen den Lamellen der linken unteren und der rechten unteren Kachel kann sich im schlechtesten Fall ein Winkelunterschied vom 22-fachen des Winkelfehlers einstellen. Demnach dürfte der Winkelfehler höchstens $\Delta = \frac{0.029^{\circ}}{22} = 0,0013^{\circ} \approx 23 \,\mu rad$ betragen, um die 0,029° - Forderung bei Fügen auf Stoß einhalten zu können.

Beginnt das Kacheln in der Mitte reduziert sich der Unterschied auf 14, der tolerierbare Winkelfehler erhöht sich auf ca. 36 µrad.

Um eine quadratische Detektorfläche mit 200 mm (400 mm) Kantenlänge mit quadratischen Kacheln mit 50 mm Kantenlänge zu bedecken, wären in jede Richtung vier (acht) Kacheln erforderlich. Der Winkelfehler dürfte demnach nicht größer als $\Delta = \frac{0.029^{\circ}}{14} = 0.0020^{\circ} \approx 36 \,\mu rad$ (0,0006 ° $\approx 11 \,\mu rad$) werden, damit die Visibilität zwischen zwei Kacheln sich aufgrund der Rotation nicht um mehr als 10 % unterscheidet.

	1	23	4 5	6
-1				7
-2				8
-3				9
-4				10
-5				11
-6				12
-7				13
-8				14

Abbildung 6.6

Schema eines 4x5-gekachelten Gitters, das ausgehend von der Kachel links oben zusammengesetzt wurde. Jede Zahl steht für die Summe aneinander liegender Kanten, ausgehend von der Kachel links oben und positiver Zählrichtung im Uhrzeigersinn. Da jede Kante einer Kachel mit der Trenngenauigkeit zugeschnitten ist, ist der größte Rotationsfehler gleich der Summe der aneinander liegenden Kanten, multipliziert mit der Trenngenauigkeit. Zwischen den Kacheln unten links und rechts summiert sich der maximale Fehler zum 22-fachen der Trenngenauigkeit.

Da diese Winkelforderung mit gängigen Trennverfahren nicht eingehalten werden kann, können die Kacheln nicht auf Stoß gefügt werden, sondern müssen zueinander unter Zuhilfenahme eines geeigneten Ausrichteverfahrens positioniert werden. Die verwendete Kontrolltechnik muss in der Lage sein, den Rotationswinkel der Gitterlamellen beliebiger Kacheln in der Gitterebene sowie den Spalt zwischen benachbarten Kacheln zu detektieren.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde für beide Anforderungen eine eigene Methode ausgewählt und entwickelt.
6.3.2 Lichtmikroskop und Bildverarbeitung

Bei der ersten Methode wird der Spalt unter einem Lichtmikroskop, unterstützt durch Bildverarbeitung, eingestellt. Das Vorhaben, auch die rotatorische Ausrichtung mit dem Lichtmikroskop zu kontrollieren, scheitert daran, dass sich diese geringen Winkelunterschiede damit nicht detektieren lassen wie folgende Abschätzung zeigt: Ein realistisches Maß für die Lokalisationsgenauigkeit einer Gitterlamelle mittels kamerabasiertem Mikroskop liegt im Bereich von einem Kamerapixel. Um einen Winkel von 0,029 ° sicher detektieren zu können, würde mit einem Sicherheitsfaktor von 10 ein Bildsensor mit $N = \frac{1 Pixel}{\tan(0,0029 °)} \approx 19757$ Pixeln benötigt; ein quadratischer Bildsensor müsste demnach ca. 390 MPixel besitzen.

6.3.3 Laserinterferometrie

Aus diesem Grund wird für die rotatorische Ausrichtung in der zweiten Methode die Oberfläche zweier Gitter mittels Laser beleuchtet und das reflektierte Interferenzmuster als Resultat der periodisch spiegelnden Oberfläche eines Röntgengitters genutzt. In Reflexion kann dann auf einem Detektor die Lage der Interferenzmuster der Gitter beobachtet werden. Wird ein Gitter in seiner Ebene rotiert, so ändert sich mit der Ausrichtung der Lamellen zum Laserstrahl der relative Gangunterschied, so dass die Interferenzmaxima in gleichem Maße um die nullte Ordnung rotieren, wie das Gitter in der Ebene (Abbildung 6.7) zeigt. [115], [116] Vorteil dieser Methode ist, dass für die Ausrichtung die Beobachtung von zwei Nebenmaxima pro Gitter genügt; der Detektor muss nicht das ganze Interferenzmuster abbilden können. Mit abnehmendem Winkelunterschied kann der Detektor zu Nebenmaxima höherer Ordnung verschoben werden, um die Nebenmaxima der beiden Gitter noch unterscheiden zu können. Der Abfall der Intensität der Nebenmaxima mit steigender Ordnung begrenzt die Methode.



Abbildung 6.7

Rotatorische Ausrichtung zweier Gitter in ihrer Ebene mit Hilfe eines optischen Lasers. [115]

6.4 Fügen

Zunächst werden die Anforderungen an die Fügemethode vorgestellt, bevor die Auswahl der Positionier- sowie Fügemethode diskutiert wird und Ergebnisse dargestellt werden.

Fügeverfahren werden nach ihrem Wirkprinzip eingeteilt [113], [117]:

- **Formschluss.** Elemente sind miteinander verbunden, weil sie durch ihre Form ineinander passen. Beispiele sind Stift- und Bolzenverbindungen, Verzahnungen und Keilwellen.
- **Kraftschluss.** Die Verbindung entsteht durch Reibungskräfte, die durch Zusammenpressen der Elemente entstehen. Beispiele sind Klemm- und Kegelverbindungen.
- **Kraft-Formschluss.** Häufig treten bei Verbindungsarten Kombinationen aus Form- und Kraftschluss auf. Beispiele sind Schrauben- und Nietverbindungen.
- **Stoffschluss.** Die Verbindung wird mit einem *arteigenen Zusatzstoff* – Schweißverbindungen – oder einem *artfremden Zusatzstoff* – Löt- und Klebeverbindungen – hergestellt.

6.4.1 Anforderungen an das Fügen

Das Fügeverfahren muss folgenden Anforderungen genügen:

- Fugenlos und überlappungsfrei. Die Kacheln sollen lückenlos verbunden werden, so dass der Eindruck eines Gitters aus einem Stück entsteht. Würden Kacheln überlappen, verdoppelte sich der Weg für Photonen durch das Gitter im Überlappungsbereich. Außerdem müssten Kacheln verschiedener Größe bereitgestellt werden, um in der Ebene überlappend zu kacheln. Der Versatz in Strahlrichtung, der in der Größenordnung 100 µm läge, könnte dagegen bei einem polychromatischen Spektrum vernachlässigt werden.
- Keine Beschädigung der Gitterstrukturen. Beschädigungen der Gitterstrukturen jeder Art – sei es mechanisch, thermisch oder chemisch – müssen vermieden werden. Beispielsweise sollte die Temperaturschwankung klein sein.
- Keine zusätzliche Absorption. Die Verbindung sollte nicht zu zusätzlicher Absorption führen. Dies gilt besonders für Gitter zwischen Patient und Detektor, bei denen parasitäre Absorption nur mit Dosiserhöhung kompensiert werden kann.
- Homogen. Für minimale parasitäre Streuung muss die Verbindung für Phasengitter möglichst homogen sein; für Absorptionsgitter spielt diese Forderung eine untergeordnete Rolle, wie das Ergebnis des Versuchs in Kapitel 3.4 zeigt.

- **Fest**. Die Kacheln sollen nach der Positionierung stets die gleiche Lage zueinander haben. Ausnahme können Gitter für experimentelle Aufbauten sein, bei denen der Quellabstand und damit der Biegeradius variiert. Die Verbindung muss mechanisch, thermisch und röntgenstrahlungsfest sein.
- Nicht lösbar. Die Verbindung der Kacheln sollte, muss aber nicht lösbar sein. Lösbare Verbindungen könnten in der Zukunft für das Wechseln einzelner Kacheln interessant werden, sofern mechanische, thermische oder strahlungsbedingte Beschädigungen relevant würden.
- Korrekturmöglichkeit während Positionierung. Während die Kacheln zueinander positioniert werden, sollte die Position korrigiert werden können.

6.4.2 Auswahl eines geeigneten Fügeverfahrens

Bereits die Forderungen *fugenlos* und *unbeschädigte Strukturen* aus dem obigen Anforderungskatalog im Kapitel 6.4.1 schränken die Auswahl stark ein: Form- und kraftschlüssige Verbindungen scheiden nahezu alle aus, da z. B. kleinteilige Verbindungselemente wie Stifte oder Schrauben lokale Beschädigungen notwendig machen würden.

Ein Sonderfall stellen eindimensional gekachelte Gitter in ein oder zwei Reihen oder Spalten dar, deren Kacheln an mindestens einer Kante ohne Nachbar sind. An dieser frei zugänglichen Kante kann ein überstehender Substratrand belassen werden, über den beispielsweise eine Klemmverbindung realisiert wird.

Als formschlüssige Verbindung für zweidimensional gekachelte Gitter wäre lediglich eine selbstjustierende, einrastende Verzahnung der Gitterstrukturen denkbar. Dieses Verfahren stellt sehr hohe Anforderungen an die Qualität der Trennkante. Im Rahmen dieser Arbeit wurde diese Variante nicht verfolgt.

Von den stoffschlüssigen Verbindungen eignen sich keine Schweißverfahren, vorwiegend wegen der derzeit standardmäßig verwendeten Siliziumsubstrate, aber auch wegen des hohen Wärmeeintrags. Sollten in Zukunft beispielsweise polymerbasierte Gittersubstrate mit vergleichsweise niedrigem Schmelzpunkt verwendet werden, könnte Schweißen wieder in Frage kommen. Somit beschränkt sich die Auswahl auf Klebeverbindungen. Drei theoretische Möglichkeiten sind gegeben:

- Kleben mit Überlappung. Es gäbe keine Fuge und die Klebefläche wäre ausreichend groß. Voraussetzung wären aber Kacheln unterschiedlicher Größe, um in zwei Raumrichtungen zu fügen. Im Überlappungsbereich wäre Gitter- und Trägerschicht doppelt so dick wie in der Umgebung, was zu Sprüngen im Photonenfluss führen und das Signal-zu-Rausch-Verhältnis beeinflussen würde.
- Kleben Kante an Kante. Zwar gäbe es keine zusätzliche Absorption, aber die Klebefläche entlang der Kante ist im Verhältnis zur Kachelfläche sehr klein (<5 %). Daher ist die mechanische Stabilität nicht gegeben. Außerdem kann die Forderung ohne Fugen zu kacheln nicht erfüllt werden.
- Kleben auf Trägersubstrat. Diese Variante erfüllt die Forderungen überlappungsfrei und homogen, die Forderung fugenlos abhängig von der Qualität der Trennkante ebenfalls. Die große Klebefläche garantiert außerdem eine sichere und feste Verbindung. Nachteil ist die zusätzliche parasitäre Absorption im Trägersubstrat. Dieser Aspekt ist zwar nicht zu vernachlässigen, wiegt aber nicht schwer: Einerseits kann ein schwach absorbierendes Material, z. B. ein Polymer, verwendet werden. Andererseits werden großvolumige Objekte, für die große Flächen vorrangig benötigt werden, bei höheren Energien untersucht, bei denen das Trägersubstrat kaum absorbiert. Die Randbedingungen für das Klemmen von Kacheln – maximal zwei Kacheln in

einer Spalte oder Reihe – erlauben das Kleben an der Außenkante, wodurch der Einfluss auf die Bildgebung, z. B. durch Blasenbildung in der Klebeschicht, vermieden wird. Ab drei Kacheln pro Reihe und Spalte muss flächig geklebt werden.

Aus diesen Überlegungen resultierte die Entscheidung, die Gitterkacheln auf einem Trägersubstrat aufzukleben.

Ein Grundgedanke für den Aufbau war hohe Flexibilität bei minimalen Kosten: Die Montage der Kacheln sollte damit seriell erfolgen, nicht parallel. *Seriell* bedeutet hier, dass eine Kachel erst dauerhaft auf dem Trägersubstrat fixiert wird, bevor die nächste Kachel mit der gleichen Positioniereinheit zu ihr ausgerichtet wird. *Parallel* hieße, für jede Kachel eine Positioniereinheit vorzusehen und erst nach Ausrichtung aller Kacheln diese mit dem Trägersubstrat zu verbinden. Beispielsweise wären für eine zu kachelnde Fläche von 400 mm x 400 mm bei Kacheln der Kantenlänge 50 mm x 50 mm 64 Positioniereinheiten vorzusehen.

Ausgehend von der Messtechnik wurde die Montagesequenz erarbeitet. Als Messtechnik für die Positionierung sind – wie oben beschrieben – eine Mikroskopoptik für die Spaltkontrolle und ein optischer Laser für die Rotationswinkelbestimmung in der Gitterebene in den Aufbau zu integrieren. Beiden Methoden muss ein Zugang auf die Gitteroberflächen möglich sein (siehe Kapitel 6.3). Da die Kacheln nach Positionierung sofort dauerhaft auf dem Träger fixiert werden sollten und die Kachelträger nicht zwingend optisch transparent sind, muss die Seite des Gitterträgers mit dem Kachelträger verbunden werden. Dem Grundsatz folgend, die kleinere Masse zu bewegen, wird die aufzuklebende Kachel aktiv bewegt, während das Trägersubstrat im Aufbau fixiert ist. Um auch beim Klebstoffauftrag von der zu kachelnden Fläche unabhängig zu sein, muss der Klebstoff auf die Gitterträger aufgetragen werden, nicht auf den Kachelträger. Aus diesen Überlegungen ergibt sich die aktuelle Montagesequenz:

- 1. Klebstoffauftrag auf Gitterträger
- 2. Positionierung auf Trägersubstrat
- 3. Permanente Fixierung der Kachel auf Trägersubstrat

Für die Auswahl einer geeigneten Träger-Klebstoff-Kombination spielen folgende der vorgenannten Anforderungen eine wichtige Rolle:

- Keine zusätzliche Absorption
- Mechanisch, chemisch und röntgenstabil
- Feste Verbindung
- Korrekturmöglichkeit während Positionierung
- Homogenität gegen zusätzliche Streuung

Niedrige Absorption wird erreicht, wenn das Material aus Elementen niedriger Kernladungszahl besteht und die Materialdicke und –dichte gering sind. Schwammähnliche Strukturen aus Materialien aus leichten Elementen würden sich aus Sicht minimaler Absorption anbieten, wären allerdings als Träger für Phasengitter wegen hoher parasitärer Streuung ungeeignet. Bei Raumtemperatur feste, homogene Materialien niedriger Kernladungszahl sind Beryllium, Bor, Kohlenstoff und die Gruppe der Polymere. Beryllium scheidet wegen gesundheitlicher Bedenken (karzinogen) aus. Bor kommt vorwiegend aufgrund seiner begrenzten Verfügbarkeit und seines hohen Preises nicht in Frage. Polymere sind wegen ihrer Vielfalt besonders interessant, um eine geeignete Träger-Klebstoff-Kombination zu finden. Die Alterung von Polymeren unter Röntgenstrahlung kann vernachlässigt werden, da die erwartete Dosis nur etwa 10 Gy beträgt [118], relevante Materialschädigungen allerdings erst bei Energiedosen >1 kGy erwartet werden [119], [120].

Der Klebstoff sollte in einer homogenen, dünnen Schicht aufgetragen werden können. Die Forderung, die Position vor der Fixierung korrigieren zu können, beeinflusst in Zusammenhang mit der Montagesequenz sowie dem Kachelträger die Wahl eines geeigneten Aushärtemechanismus. Beispielsweise lassen opake Kachelträger optische Aushärtung durch den Träger nicht zu; lediglich die Aushärtung von der Kachelkante her wäre mit kationischen Klebstoffen denkbar, bei denen eine partielle Belichtung eine chemische Reaktion in Gang setzt, die sich auch in den Dunkelbereich ähnlich dem Dominoeffekt ausbreitet.

6.5 Biegen

Die Tatsache, dass von einer konventionellen Röntgenröhre die Röngtenstrahlung in kugelförmigen Wellenfronten abgestrahlt wird, erfordert gebogene Gitter. Der Abschattungseffekt nimmt mit wachsendem Abstand des Röntgenstrahls vom Zentralstrahl stark zu. Entscheidend für die Fertigung ist die Frage, ob Gitter sphärisch gebogen werden müssen oder ob zylindrische Biegung, die auch noch nachträglich erfolgen kann, ausreicht.

Zur Klärung wurde am Drehanoden-Aufbau der TU München folgender Versuch zur Simulation eines ebenen, großflächigen Gitters durchgeführt: Mit einem ebenen Analysatorgitter mit 70 mm Durchmesser wurden Flatfield-Aufnahmen gemacht, wobei die Gitter und der Detektor einmal horizontal und einmal vertikal aus der Mittenposition heraus verschoben wurden. Am Ende wurden die Einzelaufnahmen zu einem Panoramabild zusammengesetzt. Dieses lieferte ein eindeutiges Ergebnis hinsichtlich der Abschattung: Während diese in horizontaler Richtung deutlich zunimmt, kann sie in vertikaler Richtung vernachlässigt werden, wie die folgenden beiden Abbildungen des zusammengesetzten Bildes für den Absorptionskontrast (Abbildung 6.8A) und die Visibilität (Abbildung 6.8B) unterstreichen. Zylindrisches Biegen reicht demnach aus, um Abschattung zu verhindern. [121]

Kachelprozess



Abbildung 6.8

Absorptionskontrast (A) / Visibilität (B) bei Verschieben des Gittersatzes mit Detektor in horizontaler sowie in vertikaler Richtung in einem Röntgenröhrenaufbau. Das Gesamtbild wurde aus Einzelaufnahmen zusammengesetzt. Links sind die Visibilitätsverläufe für eine vertikale Pixelreihe (blau) und eine horizontale Pixelreihe (rot) dargestellt: Während quer zur Lamellenrichtung (horizontal) die Transmission / Visibilität zum Rand hin stark abnimmt, ist die Transmission / Visibilität in Lamellenrichtung (vertikal) nahezu konstant. Zylindrisches Biegen kann unter Verwendung der Kachelmethode theoretisch auf vier Arten erfolgen wie die folgende Abbildung illustriert:

- Kontinuierlich gebogen. Eben hergestellte Gitterkacheln werden auf einem ebenen Trägersubstrat fixiert und der Verbund wird anschließend gebogen; alternativ können die ebenen Kacheln auf einem vorgebogenen Trägersubstrat aufgebracht werden.
- **Diskret gebogen (Polygonzug).** Ebene Gitterkacheln werden auf einem abschnittsweise geknickten Substrat eben fixiert.
- Eben kontinuierlich-gekippt. Die Biegung wird bei dieser Variante über kontinuierliche Kippung der Strukturen auf dem ebenen Gitterträger realisiert.
- Eben diskret-gekippt. Ebenfalls durch Kippung hier jedoch gleicher Winkel für alle Strukturen einer Kachel – wird in diesem Fall die Biegung simuliert.



Abbildung 6.9

Grundarten des Biegens gekachelter Substrate.

Insgesamt betrachtet stellt die kontinuierliche Biegung das Optimum dar: In der Fertigung können ebene, gleichartige Gitter hergestellt werden, die zu einem kontinuierlichen Gitter zusammengesetzt werden. Aus Sicht der Bildgebung treten theoretisch keine Sprünge im Fluss an den Fugen auf. Wird der Verbund erst nachträglich gebogen, kann die Prozesskette inklusive Kacheln wie oben beschrieben beibehalten werden.

Die drei anderen Methoden sind problematischer: Zwar ist der Polygonzug aus Fertigungssicht ähnlich einfach wie die kontinuierliche Biegung zu realisieren, aus Bildgebungssicht sind an den Fugen jedoch Artefakte zu erwarten. Ebene, kontinuierlich gekippte Strukturen stellen hohe Anforderungen an die Lithographie: Jede Kachel muss individuell auf einer Kreisbahn bewegt werden. Am IMT wurde der Machbarkeitsnachweis zwar bereits erbracht, allerdings ist die Fertigung bedeutend anspruchsvoller und aufwändiger als die der ebenen, ungekippten Gitter. Außerdem muss in diesem Fall bereits bei Herstellung klar sein, welchen Abstand die Gitter von der Quelle haben sollen. Die Anforderung an die Lithographie bei den diskret gekippten Gittern sind dagegen relativ gering: Jede Kachel muss in einem individuellen Kippwinkel bestrahlt werden, allerdings wie Standardsubstrate auf einer geraden Bahnkurve. Ähnlich wie beim diskret gebogenen Substrat sind an den Fugen Bildartefakte zu erwarten.

In diesem Kapitel werden die Auswirkungen der Flächenvergrößerung von Phasen- und Absorptionsgittern auf die Bildgebung vorgestellt. Im Vordergrund steht die Flächenvergrößerung der schwieriger herzustellenden Absorptionsgitter.

7.1 Gekachelte Absorptionsgitter

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Absorptionsgitter bestehend aus bis zu vier Kacheln hergestellt und an Röntgenröhrenaufbauten in München und Erlangen charakterisiert. Besonderes Augenmerk lag auf den Auswirkungen der Fuge sowie auf den Unterschieden in der mittleren Visibilität zwischen den einzelnen Kacheln.

Abbildung 7.1A zeigt das für die Messung verwendete Analysatorgitter, bestehend aus vier quadratischen Einzelgittern mit Kantenlänge von je 48 mm, Periode 5,4 μ m und einer mittleren Goldhöhe von 70 μ m. Abbildung 7.1B ist die zugehörige Visibilitätskarte, die Auskunft über die Bildqualität gibt, die das Gitter ermöglicht.



Abbildung 7.1

2x2 gekacheltes Analysatorgitter (A) und seine Visibilitätskarte (B) bei einer Designenergie von 27 keV und einer Beschleunigungsspanung von 40 kV. Die Fuge beeinträchtigt jeweils nur eine Pixelreihe.

7.1.1 Kachelmitte

Wie aus Abbildung 7.1B zu sehen, weisen drei der vier Kacheln eine ähnliche mittlere Visibilität zwischen 36,2 % und 40,0 % (vgl. Tabelle 7.1) auf, wobei die Standardabweichung zwischen 1,4 % und 1,7 % liegt. Die rechte untere Kachel zeigt gegenüber den drei anderen Kacheln eine geringere Visibilität; der Mittelwert liegt bei 29,4 %. Auch ihre Standardabweichung von 2,8 % liegt vergleichsweise deutlich über der drei anderen. Ursachen können niedrigere Gitterqualität, relative Rotation der Kacheln in der Gitterebene, aber auch geringere Goldhöhe der Absorber sein. Den niedrigeren Mittelwert würden alle Ursachen erklären, allerdings deutet die höhere Standardabweichung auf geringere Gitterqualität hin.

Gekachelte Absorptionsgitter



Abbildung 7.2

Falschfarbenbild der vertikalen Fuge inklusive Kreuzungsbereichs der vier Kacheln zur Messung der relativen Rotation in der Gitterebene aufgenommen mit einem Lichtmikroskop. Während die Lamellenrichtung der linken unteren Kachel positiv ist, sind die Lamellenrichtungen der drei anderen Kacheln negativ

Um festzustellen, ob die geringere Visibilität an einer Rotation des Gitters relativ zu den anderen liegt, wurde der Winkel zwischen den Kacheln anhand einer Aufnahme der lamellenparallelen Fuge mit Hilfe eines Lichtmikroskops bestimmt (Abbildung 7.2). Es fällt auf, dass nur die linke untere Kachel im Uhrzeigersinn gegen die Bildachse

verdreht ist. Der maximale Unterschied beträgt 0,05 °, der zwischen den beiden unteren Kacheln besteht.

Die relative Rotation scheidet als Hauptursache der Unterschiede aus, da die für die Erklärung des Visibilitätsabfalls notwendigen Winkel um eine Größenordnung größer sind als die tatsächlich gemessenen relativen Winkel zwischen den Kacheln.

Tabelle 7.1

Mittlere Visibilität und ihre Standardabweichung in den vier Kacheln des 2x2 gekachelten Analysatorgitters sowie in den Fugen bei einer Designenergie von 27 keV und einer Beschleunigungsspanung von 40 kV.

Gitterkachel	Mittlere	Standard-
	Visibilität	abweichung
Oben links	36,2 %	1,7 %
Oben rechts	38,0 %	1,4 %
Unten rechts	40,0 %	1,5 %
Unten links	29,4 %	2,8 %
Fuge vertikal	13,3 %	6,7 %
Fuge horizontal	15,4 %	4,1 %

Die detaillierte Analyse der Visibilitätskarte (Abbildung 7.1 B) führte zu weiteren Beobachtungen: Abbildung 7.3 zeigt zwei Diagramme, die den tendenziellen Verlauf für jede Kachel quer zur Lamellenrichtung (A) und in Lamellenrichtung (B) darstellen. Die Punkte der Kurve entsprechen den Mittelwerten der jeweiligen Zeile oder Spalte der Visibilitätskarte. Im linken Diagramm treten in horizontaler Richtung lokale Minima der Visibilität im mittleren Abstand von 11,6 Pixeln auf; bei einer Pixelgröße von 172 µm entspricht das Distanzen von ca. 2 mm auf dem Detektor. Bemerkenswert ist, dass die lokalen Minima in konstantem Abstand über das gesamte Bildfeld unabhängig von den Kacheln auftreten: der Abstand variiert auch über die vertikale Fuge hinweg nicht, zudem befinden sich die lokalen Minima in den gleichen Detektorspalten sowohl für die oberen als auch für die unteren Kacheln.



Abbildung 7.3

Visibilität entlang der Fuge und gemittelte Visibilität je Kachel in horizontaler Richtung (A) und vertikaler Richtung (B). Die Visibilität nimmt in den Kacheln in horizontaler Richtung zu den Gitterseiten hin ab, in vertikaler Richtung sind die Änderungen der Visibilität in drei von vier Kacheln um eine Größenordnung kleiner und zudem unspezifisch.

Diese Tatsache schließt das gekachelte Analysatorgitter als Ursache mit hoher Wahrscheinlichkeit aus, da minimale Fehlausrichtungen der Kacheln Einfluss auf die Position der Minima hätten. Infrage kommen deshalb Quellgitter,

Phasengitter und Detektor bzw. ein Zusammenwirken dieser Komponenten. Das Phasengitter wird um den Faktor von ca. 1,6 vergrößert auf dem Detektor abgebildet; demnach betrüge der Abstand zwischen den Fehlstellen auf dem Gitter ca. 1,2 mm – dies entspricht der Größe eines E-Beam main fields, deren Seitenkanten parallel zu den Lamellen verlaufen. E-Beam-Stitchingfehler sind Translationsfehler, die an der Nahtstelle der main fields zu lokal veränderter Steg- oder Lückenbreite und damit lokal veränderter Periode führen. Der Effekt ist der gleiche wie bei der x-Translation zweier Gitterkacheln, die auf ein Fugenpixel fallen: Die Verschiebung der Periode führt in diesem Pixel zu einer verringerten Visibilität. Auf die Visibilität wirken sich nur Translationen quer zur Lamellenrichtung aus, nicht in Lamellenrichtung; letztere beeinflussen nicht die Gitterperiode.

Aus dem relativen Abfall der Visibilität auf ein lokales Minimum lässt sich auf den mittleren Stitchingfehler schließen unter der Annahme, dass die Stitchinggrenze auf die Mitte der Pixel fällt und so die "beiden" Gitter auf dem Pixel gleich groß sind. Da über eine größere Anzahl von Minima gemittelt wird, ist die Annahme näherungsweise erfüllt. Der relative Abfall der Visibilität an den Minima gegenüber der Umgebung beträgt 0,75 %, dies entspräche einem Stitchingfehler von ca. 20 nm quer zur Lamellenrichtung.

Der gleiche Effekt beeinträchtigt auch lokal die Visibilität quer zur Lamellenrichtung: Sind zwei in Lamellenrichtung gestitchte E-Beam main fields quer zur Lamellenrichtung versetzt, ist die Visibilität über die Breite der main fields in den Pixeln der Nahtstelle im Vergleich zum Inneren der Felder reduziert.

7.1.2 Lamellenparallele Fuge

Die Fuge zwischen den Kacheln, die jeweils eine Pixelreihe in vertikaler und horizontaler Richtung beeinträchtigt, ist deutlich sichtbar. Abbildung 7.4 zeigt, dass die Visibilität im Spalt zwar deutlich reduziert, aber nicht null wird; die Visibilität in der horizontalen Fuge (orthogonal zu den Lamellen) beträgt im Mittel 15,4 %, in der vertikalen Fuge (parallel zu den Lamellen) 13,3 % (vgl. Tabelle 7.1).



Abbildung 7.4

Kreuzung der beiden Fugen. Die Fugen beeinträchtigen jeweils nur eine Pixelreihe. Die Visibilität in den Fugen fällt nicht auf null.

Die Theorie (vgl. Kap. 5.1) sagt für die lamellenparallele Fuge, hier die vertikale Fuge, einen periodischen Verlauf der Visibilität vorher, wenn auf die Fugenpixel zwei in der Gitterebene gegeneinander verdrehte Gitter fallen. Der Winkel zwischen den Gittern führt dazu, dass sich entlang der Fugenpixel der Abstand zwischen den Gittern kontinuierlich verändert: Die periodische Änderung der Visibilität lässt sich auf die x-Translation zurückführen. Die Periode der Visibilität hängt vom Rotationswinkel ab:

$$\tan \propto = \frac{M \cdot p}{n \cdot px}$$
 7.1

Bei einer Pixelgröße von 172 µm, einer Gitterperiode von 5,4 µm und einer Vergrößerung von ca. 1,02 sollte die Periode der Visibilität in der unteren vertikalen Fuge bei einem Winkel von 0,05 ° etwa 38 Pixel betragen. Dies deckt sich mit der realen Messung, wie die Kurve des unteren vertikalen Spalts in Abbildung 7.3 zeigt.

Die theoretisch erwartete Periode von 204 Pixeln bei einem Winkelunterschied von 0,009 ° für den oberen vertikalen Spalt kann wegen der nur 103 Pixel langen Pixelreihe nicht als Beweis angeführt werden, widerlegt die Theorie aber auch nicht.

7.1.3 Lamellenorthogonale Fuge

Der Verlauf der Visibilität in der lamellenorthogonalen Fuge, hier die horizontale, scheint zumindest für den linken Teil der Fuge auch einem periodischen Verlauf zu folgen. Im Gegensatz zur lamellenparallelen Fuge fällt der Effekt der x-Translation von Pixel zu Pixel aber sehr viel geringer aus: Die Rotation in der Gitterebene reduziert die effektive Periode dieses Gitters um den Faktor

$$\frac{p_{eff}}{p} = \cos \propto \qquad \qquad 7.2$$

Die resultierende x-Translation würde die Visibilität über n Pixel schwanken lassen:

$$(n+1) \cdot p_{eff} = n \cdot p$$
$$n = \frac{\cos \alpha}{1 - \cos \alpha}$$
7.3

Bei den gemessenen Winkelunterschieden von max. 0,05 ° betrüge die Periode der Visibilitätsschwankung mehr als 2,5 Mio. Pixel. Die Periode in der linken Fuge beträgt dagegen nur ca. 120 Pixel, dies entspräche dem unrealistischen Winkelunterschied zwischen den Kacheln von ca. 7,4 °. Die Rotation in der Gitterebene scheidet als Erklärung deshalb aus.

Maßgeblich beeinflusst die Form der Schnittkante den Verlauf der Visibilität: Im Gegensatz zur lamellenparallelen Kante kommt es an der orthogonalen Kante vermehrt zu Ausbrüchen. In der Folge schwankt der durch die Gitter bedeckte Anteil eines Pixels, im Idealfall gemäß der Formel im Teilkapitel "y-Translation".

Jedoch entscheidet die relative Position der beiden Gitter quer zu den Lamellen, ob eine größere Bedeckung des Pixels die Visibilität erhöht oder reduziert. Sind die Gitter phasengleich angeordnet, hängt die Visibilität nur vom bedeckten Anteil des Pixels ab. Sind die Gitter dagegen im ungünstigsten Fall um eine halbe Periode gegeneinander

verschoben, wird die Visibilität stärker reduziert, als wenn nur ein Gitter auf das Pixel fällt. Angenommen, die untere Kachel bedeckt das Pixel zur Hälfte und die obere Hälfte bleibt frei, so beträgt die Visibilität laut der Formel zur y-Translation 1/3. Bedeckt die obere Kachel dagegen die obere Hälfte und ist um eine halbe Periode phasenverschoben, so wird die Visibilität null. Bei phasengleicher Anordnung würde die Visibilität eins.

7.1.4 Untersuchung eines Frosches

Im Drehanoden-Setup konnte durch das große Analysatorgitter in der beschriebenen Konfiguration erstmals ein kompletter Frosch untersucht werden. Abbildung 7.5 zeigt die drei unkorrigierten Aufnahmen des Absorptions-, Phasen- und Dunkelfeldkontrasts. Die Fugen zwischen den Gitterkacheln treten am deutlichsten beim Dunkelfeldbild in Erscheinung, schwächer im Phasenbild und sind im Absorptionsbild fast nicht sichtbar. Wie auf der Visibilitätskarte bereits zu sehen, wird jeweils nur eine Pixelreihe durch die Fugen beeinträchtigt.

Gekachelte Absorptionsgitter



Abbildung 7.5

Projektionen eines Froschs unter Verwendung eines 2x2 gekachelten Analysatorgitters. Absorptionskontrast (oben), Phasenkontrast (Mitte) und Dunkelfeldkontrast (unten) zeigen geringe Auswirkungen durch das Kacheln. Die Bilddimensionen sind in Pixel angegeben (Pixelgröße 172 μm).

7.2 Großflächige Phasengitter

In einer ersten Messung am Drehanoden-Setup wurde ein 2x1-gekacheltes Phasengitter mit dem 2x2-gekachelten Analysatorgitter kombiniert. Abbildung 7.6 zeigt zwei Phasenbilder des Flatfields. Im linken Bild wurden die beiden Gitter so orientiert, dass die beiden vertikalen Fugen übereinander liegen. Beim rechten Bild waren die beiden gekachelten Gitter gegeneinander verschoben, so dass die Fugen versetzt waren. In beiden Abbildungen sind die Phasensprünge an den Kachelgrenzen deutlich erkennbar. Demnach reduziert sich durch Überlagern von Fugen die Anzahl der Phasensprünge. Die unterschiedlichen Formen und Orientierungen der Fringes, die von der Ausrichtung von Phasen- und Analysatorgitter abhängen, zeigen Abweichungen in der Positionierung der Kacheln zueinander an.



Abbildung 7.6

Phasenbilder des Flatfields mit gekacheltem Phasengitter und 2x2 gekacheltem Absorptionsgitter. Links wurden die vertikalen Fugen der beiden Gitter überlagert, rechts ein Abstand eingestellt, um den Einfluss der Kacheln auf die Phase zu sehen.

Großflächige Phasengitter

In Kapitel 4 wurden verschiedene Methoden zur Herstellung großflächiger Phasengitter vorgestellt. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei Methoden verglichen: die Fertigung mit Laserschreiber und das Kacheln. Für eine Vergleichsmessung am Drehanoden-Aufbau der TU München wurde je ein großflächiges Phasengitter der Periode 5,4 µm mit 5,2 µm hohen Goldlamellen auf einer Fläche von 96 mm x 96 mm hergestellt (Abbildung 7.7). Das gekachelte Gitter bestand aus vier Einzelgittern, die ohne weitere Ausrichtung auf Stoß auf einem 525 µm dicken 6"-Siliziumwafer gefügt wurden.



Abbildung 7.7

Die großen quadratischen Phasengitter mit 96 mm Kantenlänge im Vergleich: Links das gekachelte, rechts das lasergeschriebene.

Vergleichskriterien sind der Mittelwert der Visibilität und ihre Homogenität. Abbildung 7.8 zeigt die Visibilitätskarten im Vergleich: Die obere stammt von der Aufnahme mit

gekacheltem Phasengitter, die untere vom zusammenhängenden, lasergeschriebenen. Die Fugen in beiden Karten rühren von den Detektorfugen und dem verwendeten gekachelten G2 her. Die mittlere Visibilität für das lasergeschriebene Gitter war mit 22,3 % um 3,6 % - Punkte höher als für das gekachelte Phasengitter (18,7 %), auch die Homogenität war besser. Allerdings waren die Strukturen um den Kreuzungspunkt des gekachelten Phasengitters stark beschädigt, was im Quadrant [0-400;0-300] der oberen Karte deutlich wird.



Abbildung 7.8

Visibilitätskarten eines Talbot-Lau-Interferometers mit 2x2-gekacheltem G2 und großem G1. Das G1 der oberen Karte besteht aus 2x2 Kacheln, das der unteren Karte ist ein zusammenhängendes Gitter gleicher Größe, das mittels Laserschreiber hergestellt wurde. Sowohl die mittlere Visibilität als auch ihre Homogenität sind für das lasergeschriebene Gitter höher. Die zwölf quadratischen Kacheln in den Bildern sind die Detektorelemente.

Großflächige Phasengitter

Der gleiche Frosch wie beim oben beschriebenen Versuch mit kleinem Phasengitter diente der Aufnahme des unkorrigierten Phasenbilds in Abbildung 7.9. Um den Einfluss des Kachelns je nach Gitter beurteilen zu können, wurde für diese Aufnahme die Konfiguration mit versetzten, vertikalen Fugen gewählt, wie in Abbildung 7.6 rechts. Deutlich zu sehen ist die Fuge des Phasengitters, die zwei Pixelreihen beeinträchtigt. Die Fugen des Analysatorgitters beeinträchtigten wie vorher schon jeweils eine Pixelreihe. Das erhöhte Rauschen im Bild hängt mit dem niedrigeren Fluss zusammen. Im Vergleich zur Messung oben wird der Fluss durch den 525 μ m dicken Siliziumkachelträger des Phasengitters deutlich reduziert.



Abbildung 7.9

Phasenbild eines Frosches, aufgenommen mit einem 2x1 gekachelten Phasengitter und 2x2 gekacheltem Analysatorgitter. Die vertikalen Fugen der Gitter wurden bewusst nicht kongruent ausgerichtet, um die Auswirkungen jedes Spalts auf die Bildqualität beurteilen zu können. Die Fuge des Phasengitters beeinträchtigt aufgrund der zweifachen Vergrößerung zwei Pixelreihen, die Fuge des Absorptionsgitters dagegen nur eine.

8 Zusammenfassung und Ausblick

Die Röntgen-Phasenkontrastbildgebung ermöglicht einen deutlich höheren Gewinn an Bildinformation, insbesondere für Objekte, die aus ähnlich stark absorbierenden oder aus schwach absorbierenden Materialien bestehen. Die kommerziell vielversprechendste Methode, die auch bei konventionellen Röntgenquellen eingesetzt werden kann, ist die auf dem Talbot-Lau-Effekt basierende Gitterinterferometrie. Mit dieser Methode können drei Bildinformationen - Absorption, Phase und Streuung - aus einer Aufnahme extrahiert werden. Die entscheidenden Komponenten eines Talbot-Lau-Interferometers sind die Röntgengitter, die mit hoher Qualität, großem Aspektverhältnis und in großer Fläche hergestellt werden müssen. Dabei liegen die Gitterperioden in der Größenordnung weniger Mikrometer und die Höhe der Gitterstege für ausreichend hohe Absorption im Bereich einiger hundert Mikrometer. Mit den heute vorhandenen Fertigungsmethoden können bisher nur relativ kleine Flächen in der Größenordnung um 100 mm Durchmesser hergestellt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Untersuchungen durchgeführt, wie die Anforderungen bei der Gitterherstellung mit dem LIGA-Verfahren erfüllt werden können und wie insbesondere die Gitterfläche vergrößert werden kann. Unbedingte Voraussetzung für die Methode der Flächenvergrößerung ist die Herstellung von Gittern hoher Qualität. Qualität bedeutet in diesem Zusammenhang eine hohe

Zusammenfassung und Ausblick

mittlere Visibilität bei gleichzeitig hoher Homogenität. Beides wird im Wesentlichen von der Stabilität der Polvmerstrukturen bestimmt, die lithographisch erzeugt werden und als Form für die galvanische Abscheidung der metallischen Gitterlamellen dienen. In dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass die Qualität der Polymerstrukturen durch zwei Maßnahmen - das Gefriertrocknen für die Phasengitter und die Anwendung des sogenannten Sonnenstrahldesigns für die Absorptionsgitter - entscheidend verbessert werden kann. Die mittlere Visibilität konnte damit mehr als verdoppelt werden. Das Gefriertrocknen entwickelter Strukturen vermeidet im Gegensatz zum konventionellen Trocknen die durch Verdampfung auftretenden Kapillarkräfte. Die starke Deformation der Lamellen tritt nicht auf. Die Einführung des Gefriertrocknens erlaubt es erstmals, ideale Liniengitter mit ununterbrochenen Lamellen ohne Verstärkungsstrukturen auf einer Fläche von 50 mm x 50 mm mit Aspektverhältnissen bis zu 20 herzustellen. Im Vergleich dieser neuen idealen Phasengitter mit einem konventionell hergestellten Phasengitter im Brückendesign zeigte sich, dass sich die Qualität des Phasengitters entscheidend auf die mittlere Visibilität und ihre Standardabweichung auswirkt.

Für Absorptionsgitter sind Verstärkungsstrukturen nach heutigem Stand der Technik für hohe Strukturtreue zwar notwendig, müssen aber die Visibilität nicht negativ beeinflussen, wenn deren Anordnung entsprechend gewählt wird. Bei dem bisherigen Brückendesign kommt es zu einer Unterbrechung der Goldlamellen über der gesamten Strukturhöhe und damit zu einer vollständigen

Großflächige Phasengitter

Transmission der Strahlung. Je nach Verhältnis Lamellenlänge zu Brückenbreite hat dies eine systematische Reduzierung der Visibilität um bis zu 15 % bis 20 % zur Folge. Das neu eingeführte Sonnenstrahldesign stabilisiert die Lamellen – ähnlich einem Fachwerk – durch schräge Streben quer zu den Lamellen. Es kommt damit nicht zu einer Unterbrechung der Brücken über der ganzen Höhe, sondern nur zu einer Verringerung der effektiven Goldhöhe entsprechend der Strebenbreite. Sie kommen einem idealen Absorptionsgitter aus Sicht der Bildgebung sehr nahe. Die Sonnenstrahlanordnung hat je nach Goldhöhe eine Veränderung der Visibilität von unter 1 % zur Folge. Während dieser Arbeit wurde der vorhandene Ansatz produktionstauglich weiterentwickelt und auf große Flächen von 50 mm x 50 mm ausgedehnt. Durch den kombinierten Einsatz von gefriergetrockneten Phasengittern und Absorptionsgittern im Sonnenstrahldesign konnte für die Designenergie von 27 keV und 40 kV Beschleunigungsspannung die Visibilität von etwa 18 % auf ca. 45 % gesteigert werden, ein Ergebnis, das in großer Nähe zum dem theoretisch zu erwartenden Wert liegt.

Da aus heutiger Perspektive keine großen Fortschritte bei der Vergrößerung der Maskenfläche beim LIGA-Prozess zu erwarten sind – insbesondere wird es auch zukünftig nicht möglich sein, Gitterflächen von 200 mm x 200 mm oder gar 400 mm x 400 mm in einem Schritt herzustellen – wurde in der vorliegenden Arbeit eine vom Gitterherstellungsprozess unabhängige Methode zur Flächenvergrößerung erarbeitet. Durch Kacheln – das ebene Fügen von kleinen Einzelgittern zu einem zusammenhängenden Gitter großer Fläche auf einem Trägersubstrat – kann

Zusammenfassung und Ausblick

prinzipiell jede Gitterfläche realisiert werden. Durch eine theoretische Analyse der Toleranzen der einzelnen Freiheitsgrade während der Positionierung der Kacheln wurde gezeigt, dass sich die Bildqualität im gesamten Gitter im Vergleich zu einem Einzelgitter bei Einhaltung aus heutiger Sicht realisierbarer Toleranzen nicht wesentlich verschlechtert.

Für die Kachelpixel⁷ sind bis auf die Rotation in der Gitterebene alle Freiheitsgrade in der Positionierung unkritisch. Im Falle der Rotation können abhängig von den Setup Rotationsfehler bis 0,029 ° toleriert werden, wenn die Visibilität nicht um mehr als 10 % abfallen soll. Diese Genauigkeiten können mit einem interferometrischen Justierverfahren problemlos eingehalten werden, wie orientierende Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit zeigen.

Im Falle der Fugenpixel⁸ sind die kritischen Freiheitsgrade die Translation quer zur Lamellenrichtung und die Rotation in der Gitterebene. Die Rotation in der Ebene entspricht in lamellenparallelen Fugen von Pixel zu Pixel einer Translation quer zur Lamellenrichtung, so dass sich die Visibilität von Pixel zu Pixel in diesen Fugen abhängig vom Rotationswinkel ändern kann. Generell sollte in der Regel die Spaltgröße kleiner als die effektive Pixelgröße gewählt werden, damit nur eine Reihe Fugenpixel je

⁷ Pixel, die vollständig von einer Gitterkachel bedeckt sind

⁸ Pixel, die von keiner Kachel, einer Kachel teilweise oder mehreren Kacheln (teilweise) bedeckt werden

Großflächige Phasengitter

Richtung beeinflusst wird. Sofern die Forderung gestellt wird, dass die Visibilität in den Fugenpixeln nicht mehr als 10 % vom idealen Wert abweichen soll, müsste die Positioniergenauigkeit im Bereich weniger 10 nm liegen. Dies kann nur mit sehr hohem technischem Aufwand garantiert werden. Außerdem führen leichte Abweichungen im Bereich der Gitterperiode zu starken Schwankungen der Visibilität im jeweiligen Pixel. Wie die theoretische Analyse zeigt, ist es sinnvoller, zwischen den Gittern einen Spalt zu wählen, der im Bereich von einem Drittel bis zur Hälfte der Pixelbreite liegt. Dadurch fällt die Visibilität zwar nicht unter ein Drittel der maximal erreichbaren Visibilität ab, Abweichungen in der Positionierung wirken sich aber nur wenig auf die Visibilität aus. Dadurch wird sichergestellt, dass die Pixel nicht vollständig blind werden, mit der Folge, dass bei einer Interpolation zusätzliche Informationen zur Verfügung stehen. Eine weitere Optimierung könnte so aussehen, dass maximal ein Gitter auf ein Pixel fällt und der Spalt maximal die Hälfte der Pixelbreite beträgt. Zwar sinkt die Visibilität dann in zwei benachbarten Pixelreihen, allerdings in beiden nicht im selben Maße wie im Falle zweier Gitter auf einem Pixel. Bei den üblicherweise eingesetzten Detektoren mit Pixelgrößen von > 100 µm sind in beiden Fällen Positionstoleranzen im Bereich von einigen zehn Mikrometern möglich.

Das Kacheln von Gittern zu großen Flächen erfordert die Verwendung eines Trägersubstrates. Der Einsatz der heute verwendeten 525 µm starken Siliziumwafer ist zwar bei relativ hohen Energien grundsätzlich möglich, führt allerdings bei niederen und mittleren Energien zu

Zusammenfassung und Ausblick

einer zu hohen Absorption, die insbesondere in der medizinischen Anwendung nicht akzeptiert werden kann. Die Recherchen und Rechnungen, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, zeigen, dass röntgenstabile Polymere wie Polyimid als Kachelträger und darüber hinaus vermutlich auch als Gitterträger in Frage kommen. Sie können aufgrund schwacher Absorption in Stärken bis 1 mm verwendet werden [119]–[121] und versprechen damit eine deutlich höhere Stabilität und Prozesssicherheit im Vergleich zu in Frage kommenden 100 µm bis 200 µm dicken Siliziumsubstraten. Der Einsatz dieser Substrate wird sich auch als Vorteil erweisen, wenn man großflächige Gitter mit großem Aspektverhältnis dem konischen Strahlprofil einer Röntgenröhre anpassen will. Zur Lösung dieses Problems bietet sich das Biegen des Trägersubstrates mit den aufgeklebten Gittern an. Dies wird sich bei den dickeren Trägersubstraten aus Kunstsoff als wesentlich einfacher und robuster erweisen als bei dünnen, fragilen Siliziumsubstraten.

Mit dieser Arbeit wurden die Voraussetzungen geschaffen, größere Gitterflächen durch Kacheln herzustellen. Experimentell wurde dies durch die Röntgenaufnahme eines kleinen Frosches (ex vivo) mit einem 2x2-gekachelten Analysatorgitter nachgewiesen. Auf den Bildern war jeweils nur eine Pixelreihe je Fuge betroffen. Drei der vier Kacheln waren von ähnlich guter Qualität, lediglich eine Kachel fiel in der Visibilität etwas ab, was auf eine schlechtere Qualität des Gitters insgesamt zurückzuführen ist. Die Bildgebung wurde dadurch allerdings nicht wesentlich beeinflusst.
Großflächige Phasengitter

Um den Kachelprozess in Zukunft auch für Gitter mit einer Fläche von 200 mm x 200 mm bzw. 400 mm x 400 mm effizient zu gestalten, wird es trotz der Fortschritte, die in dieser Arbeit mit dem Kacheln erzielt wurden, unumgänglich sein, Gitter mit größeren Einzelflächen herzustellen. Gekachelt werden sollten vorrangig die schwieriger herzustellenden Absorptionsgitter mit hohem Aspektverhältnis. Die Bildgebung reagiert sehr sensitiv auf Ungleichmäßigkeiten der Phasengitter, wie Versuche mit gekacheltem und ungekacheltem Phasengitter zeigten. Deshalb sollten insbesondere die Phasengitter in möglichst großer Fläche gefertigt werden.

9 Literaturverzeichnis

- RÖNTGEN, W. C.: Ueber eine neue Art von Strahlen. In: Annalen der Physik 300 (1898), Nr. 1, S. 1–11.
- [2] HECHT, E.: Optik. 5. München: Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, 2009.
- [3] PETERSILKA, M.; BRUDER, H.; KRAUSS, B.; STIERSTORFER, K.; FLOHR, T. G.: Technical principles of dual source CT. In: *European Journal* of Radiology 68 (2008), Nr. 3, S. 362–368.
- [4] FLOHR, T. G.; MCCOLLOUGH, C. H.; BRUDER, H.; PETERSILKA, M.; GRUBER, K.; SÜSS, C.; GRASRUCK, M.; STIERSTORFER, K.; KRAUSS, B.; RAUPACH, R.; PRIMAK, A. N.; KÜTTNER, A.; ACHENBACH, S.; BECKER, C.; KOPP, A.; OHNESORGE, B. M.: First performance evaluation of a dual-source CT (DSCT) system. In: *European radiology* 16 (2006), Nr. 2, S. 256–68.
- [5] WANG, M.; QI, H.-T.; WANG, X.-M.; WANG, T.; CHEN, J.-H.; LIU, C.: Dose performance and image quality: dual source CT versus single source CT in cardiac CT angiography. In: *European journal of radiology* 72 (2009), Nr. 3, S. 396–400.
- [6] BONSE, U.; HART, M.: An X-ray interferometer. In: *Applied Physics Letters* 6 (1965), Nr. 8, S. 155.
- [7] BONSE, U.; HART, M.: An X-ray interferometer with long separated interfering beam paths. In: *Applied Physics Letters* 7 (1965), Nr. 4, S. 99–100.
- [8] ZERNIKE, F.: How I Discovered Phase Contrast. In: *Science* 121 (1955), Nr. 3141, S. 345–349.
- [9] WILKINS, S. W.; NESTERETS, Y. I.; GUREYEV, T. E.;

MAYO, S. C.; POGANY, A.; STEVENSON, A. W.: On the evolution and relative merits of hard X-ray phase-contrast imaging methods. In: *Philosophical transactions. Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences* 372 (2014), Nr. 2010, S. 20130021.1-19.

- [10] BRAVIN, A.; COAN, P.; SUORTTI, P.: X-ray phasecontrast imaging: from pre-clinical applications towards clinics. In: *Physics in medicine and biology* 58 (2013), Nr. 1, S. R1-35.
- [11] PFEIFFER, F.; HERZEN, J.; WILLNER, M. S.; CHABIOR, M.; AUWETER, S. D.; REISER, M. F.; BAMBERG, F.: Grating-based X-ray phase contrast for biomedical imaging applications. In: *Zeitschrift für medizinische Physik* 23 (2013), S. 176–85.
- [12] NUGENT, K. A.: Coherent methods in the X-ray sciences. In: Advances in Physics 59 (2010), Nr. 1, S. 1–99.
- [13] ZHOU, S.-A. A.; BRAHME, A.: Development of phase-contrast X-ray imaging techniques and potential medical applications. In: *Physica medica* : *PM* : an international journal devoted to the applications of physics to medicine and biology : official journal of the Italian Association of Biomedical Physics (AIFB) 24 (2008), Nr. 3, S. 129– 148.
- [14] MOMOSE, A.: Recent Advances in X-ray Phase Imaging. In: *Japanese Journal of Applied Physics* 44 (2005), S. 6355–6367.
- [15] FITZGERALD, R.: Phase-sensitive X-ray imaging. In: Phys. Today 53 (2000), Nr. 7, S. 23–26.
- [16] PFEIFFER, F.; WEITKAMP, T.; BUNK, O.; DAVID, C.:

Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance X-ray sources. In: *Nature Physics* 2 (2006), Nr. 4, S. 258–261.

- [17] ALS-NIELSEN, J.; MCMORROW, D.: Elements of Modern X-ray Physics. 2. Chichester: Wiley, 2011.
- [18] MOMOSE, A.: Phasenkontrast-Röntgenabbildungssystem. DE000069730550T2. 2005.
- [19] INGAL, V. N.; BELIAEVSKAYA, E. A.: X-ray planewave topography observation of the phase contrast from a non-crystalline object. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 28 (1995), Nr. 11, S. 2314–2317.
- [20] DAVIS, T. J.; GAO, D. C.; GUREYEV, T. E.; STEVENSON, A. W.; WILKINS, S. W.: Phase-contrast imaging of weakly absorbing materials using hard X-rays. In: *Nature* 373 (1995), Nr. 6515, S. 595– 598.
- [21] CHAPMAN, D.; THOMLINSON, W.; JOHNSTON, R.
 E.; WASHBURN, D.; PISANO, E. D.; GMUER, N.; ZHONG, Z.; MENK, R.; ARFELLI, F.; SAYERS, D.: Diffraction enhanced X-ray imaging. In: *Physics in Medicine and Biology* 42 (1997), Nr. 11, S. 2015– 2025.
- [22] SNIGIREV, A.; SNIGIREVA, I.; KOHN. V.: KUZNETSOV. S.: SCHELOKOV. I.: On the possibilities of X-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation. In: Review of Scientific Instruments 66 (1995), S. 5486-5492.
- [23] WILKINS, S. W.; GUREYEV, T. E.; GAO, D. C.; POGANY, A.; STEVENSON, A. W.: Phase-contrast

imaging using polychromatic hard X-rays. In: *Nature* 384 (1996), Nr. 6607, S. 335–338.

- [24] CLOETENS, P.; LUDWIG, W.; BARUCHEL, J.; VAN DYCK, D.; VAN LANDUYT, J.; GUIGAY, J. P.; SCHLENKER, M.: Holotomography: Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation x rays. In: *Applied Physics Letters* 75 (1999), Nr. 19, S. 2912– 2914.
- [25] NUGENT, K. A.; GUREYEV, T.; COOKSON, D.; PAGANIN, D. M.; BARNEA, Z.: Quantitative phase imaging using hard X-rays. In: *Physical Review Letters* 77 (1996), Nr. 14, S. 2961–2964.
- [26] MAYO, S. C.; DAVIS, T. J.; GUREYEV, T. E.; MILLER, P.; PAGANIN, D. M.; POGANY, A.; STEVENSON, A. W.; WILKINS, S. W.: X-ray phase-contrast microscopy and microtomography. In: Optics express 11 (2003), S. 2289–2302.
- [27] PEELE, A. G.; DE CARLO, F.; MCMAHON, P. J.; DHAL,
 B. B.; NUGENT, K. A.: X-ray phase contrast tomography with a bending magnet source. In: *Review of Scientific Instruments* 76 (2005), S. 1–5.
- [28] OLIVO, A.; SPELLER, R. D.: Modelling of a novel xray phase contrast imaging technique based on coded apertures. In: *Physics in medicine and biology* 52 (2007), Nr. 22, S. 6555–73.
- [29] OLIVO, A.; IGNATYEV, K.; MUNRO, P. R. T.; SPELLER, R. D.: A coded-aperture based method allowing non-interferometric phase contrast imaging with incoherent X-ray sources. In: Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment 648 (2011), S. S28–S31.

- [30] SZAFRANIEC, M. B.; MILLARD, T. P.; IGNATYEV, K.; SPELLER, R. D.; OLIVO, A.: Proof-of-concept demonstration of edge-illumination X-ray phase contrast imaging combined with tomosynthesis. In: *Physics in medicine and biology* 59 (2014), Nr. 5, S. N1-10.
- [31] MOMOSE, A.; TAKEDA, T.; ITAI, Y.; HIRANO, K.: Phase-contrast X-ray computed tomography for observing biological soft tissues. In: *Nature Medicine* 2 (1996), Nr. 4, S. 473–475.
- [32] MOMOSE, A.; KAWAMOTO, S.; KOYAMA, I.; HAMAISHI, Y.; TAKAI, K.; SUZUKI, Y.: Demonstration of X-Ray Talbot Interferometry. In: *Japanese Journal of Applied Physics* 42 (2003), S. L866–L868.
- [33] HEISMANN, B.; HEMPEL, E.; POPESCU, S.: Fokus-Detektor-System einer Röntgenapparatur zur Erzeugung von Phasenkontrastaufnahmen. DE102006015355A1.2006.
- [34] DAVID, C.; DONATH, T.; HEMPEL, E.; HOHEISEL, M.; PFEIFFER, F.; POPESCU, S.: Röntgen-System zur Röntgen-Phasenkontrast-Bildgebung. DE102009043067A1. 2009.
- [35] TALBOT, H. F.: Facts relating to Optical Science. In: The London and Edinburgh Philosophical Magazine and Journal of Science 9 (1836), Nr. 56, S. 401–407.
- [36] LAU, E.: Beugungserscheinungen an Doppelrastern. In: Annalen der Physik 437 (1948), Nr. 7–8, S. 417–423.
- [37] XIN, L.; JIN-CHUAN, G.; HAN-BEN, N.: A new method of detecting interferogram in differential phase-contrast imaging system based on special

structured X-ray scintillator screen. In: *Chinese Physics B* 19 (2010), Nr. 7, S. 70701.

- [38] LEI, Y.-H.; LIU, X.; GUO, J.-C.; ZHAO, Z.-G.; NIU, H.-B.: Development of X-ray scintillator functioning also as an analyser grating used in grating-based X-ray differential phase contrast imaging. In: *Chinese Physics B* 20 (2011), S. 42901.
- [39] DU, Y.; LIU, X.; LEI, Y.-H.; GUO, J.-C.; NIU, H.-B.: Nonabsorption grating approach for X-ray phase contrast imaging. In: *Optics express* 19 (2011), Nr. 23, S. 22669–74.
- [40] HEISMANN, B.; HEMPEL, E.; POPESCU, S.: Fokus-Detektor-System einer Röntgenapparatur zur Erzeugung von Phasenkontrastaufnahmen. DE102006017290A1. 2006.
- [41] HEISMANN, B.; HEMPEL, E.; POPESCU, S.: Fokus-Detektor-System einer Röntgenapparatur zur Erzeugung von Phasenkontrastaufnahmen. DE102006017291A1.2006.
- [42] PFEIFFER, F.; BECH, M.; BUNK, O.; KRAFT, P.; EIKENBERRY, E. F.; BROENNIMANN, C.; GRUENZWEIG, C.; DAVID, C.; BRÖNNIMANN, C.; GRÜNZWEIG, C.; DAVID, C.: Hard-X-ray dark-field imaging using a grating interferometer. In: *Nature materials* 7 (2008), Nr. 2, S. 134–137.
- [43] LOHMANN, A. W.; SILVA, D. E.: An interferometer based on the Talbot effect. In: *Optics Communications* 2 (1971), Nr. 9, S. 413–415.
- [44] ARISTOV, V. V.; ERKO, A. I.; MARTYNOV, V. V.: Projection image transmission of periodic structures in spatially incoherent radiation. In: Optics Communications 53 (1985), Nr. 3, S. 159-

163.

- [45] CLAUSER, J. F.; REINSCH, M. W.: New theoretical and experimental results in fresnel optics with applications to matter-wave and X-ray interferometry. In: *Applied Physics B Photophysics and Laser Chemistry* 54 (1992), Nr. 5, S. 380–395.
- [46] CLOETENS, P.; GUIGAY, J.-P.; DE MARTINO, C.; BARUCHEL, J.; SCHLENKER, M.: Fractional Talbot imaging of phase gratings with hard X-rays. In: Optics letters 22 (1997), S. 1059–1061.
- [47] DAVID, C.; NOEHAMMER, B.; SOLAK, H. H.; ZIEGLER, E.; NÖHAMMER, B.; SOLAK, H. H.; ZIEGLER, E.: Differential X-ray phase contrast imaging using a shearing interferometer. In: *Applied Physics Letters* 81 (2002), Nr. 17, S. 3287.1-3.
- [48] WEITKAMP, T.; DIAZ, A.; DAVID, C.; PFEIFFER, F.; STAMPANONI, M.; CLOETENS, P.; ZIEGLER, E.: Xray phase imaging with a grating interferometer. In: *Optics express* 13 (2005), Nr. 16, S. 6296–6304.
- [49] KRUG, K.; PORRA, L.; COAN, P.; WALLERT, A.; DIK, J.; COERDT, A.; BRAVIN, A.; ELYYAN, M.; REISCHIG, P.; HELFEN, L.; BAUMBACH, T.: Relics in medieval altarpieces? Combining X-ray tomographic, laminographic and phase-contrast imaging to visualize thin organic objects in paintings. In: *Journal of Synchrotron Radiation* 15 (2007), S. 55– 61.
- [50] WEN, H.; BENNETT, E.; HEGEDUS, M.; RAPACCHI, S.: Fourier X-ray Scattering Radiography Yields Bone Structural Information 1. In: *Radiology* 251 (2009), Nr. 3, S. 910–918.

- [51] HERZEN, J.; DONATH, T.; PFEIFFER, F.; BUNK, O.; PADESTE, C.; BECKMANN, F.; SCHREYER, A.; DAVID, C.: Quantitative phase-contrast tomography of a liquid phantom using a conventional x-ray tube source. In: *Optics express* 17 (2009), Nr. 12, S. 10010–10018.
- [52] QI, Z.; ZAMBELLI, J.; BEVINS, N.; CHEN, G.-H.: Quantitative imaging of electron density and effective atomic number using phase contrast CT. In: *Physics in medicine and biology* 55 (2010), S. 2669–2677.
- [53] JENSEN, T. H.; BECH, M.; BUNK, O.; DONATH, T.; DAVID, C.; FEIDENHANSL, R.; PFEIFFER, F.: Directional X-ray dark-field imaging. In: *Physics in medicine and biology* 55 (2010), S. 3317–3323.
- [54] BECH, M.; BUNK, O.; DONATH, T.; FEIDENHANSL, R.; DAVID, C.; PFEIFFER, F.: Quantitative X-ray dark-field computed tomography. In: *Physics in medicine and biology* 55 (2010), S. 5529–5539.
- [55] DONATH, T.; PFEIFFER, F.; BUNK, O.; GRUENZWEIG, C.; HEMPEL, E.; POPESCU, S.; VOCK, P.; DAVID, C.: Toward clinical X-ray phase-contrast CT: demonstration of enhanced soft-tissue contrast in human specimen. In: *Investigative radiology* 45 (2010), Nr. 7, S. 445–452.
- [56] ZHU, P.; ZHANG, K.; WANG, Z.; LIU, Y.; LIU, X.; WU, Z.; MCDONALD, S. A.; MARONE, F.; STAMPANONI, M.: Low-dose, simple, and fast grating-based X-ray phase-contrast imaging. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 107 (2010), S. 13576–13581.
- [57] MOMOSE, A.; YASHIRO, W.; HARASSE, S.; KUWABARA, H.: Four-dimensional X-ray phase

tomography with Talbot interferometry and white synchrotron radiation: dynamic observation of a living worm. In: *Optics express* 19 (2011), S. 8423–8432.

- [58] STAMPANONI, M.; WANG, Z. T.; THUERING, T.; DAVID, C.; ROESSL, E.; TRIPPEL, M.; KUBIK-HUCH, R. A.; SINGER, G.; HOHL, M. K.; HAUSER, N.: The First Analysis and Clinical Evaluation of Native Breast Tissue Using Differential Phase-Contrast Mammography. In: *Investigative radiology* 46 (2011), S. 801–806.
- [59] STUTMAN, D.; BECK, T. J.; CARRINO, J. A.; BINGHAM, C. O.: Talbot phase-contrast X-ray imaging for the small joints of the hand. In: *Phys Med Biol* 56 (2011), Nr. 17, S. 5697–5720.
- [60] THUERING, T.; MODREGGER, P.; GRUND, T.; KENNTNER, J.; DAVID, C.; STAMPANONI, M.: High resolution, large field of view x-ray differential phase contrast imaging on a compact setup. In: *Applied Physics Letters* 99 (2011), Nr. 4, S. 41111.
- [61] SZTROKAY-GAUL, A.; HERZEN, J.; AUWETER, S. D.; LIEBHARDT, S.; MAYR, D.; WILLNER, M. S.; HAHN, D.; ZANETTE, I.; WEITKAMP, T.; HELLERHOFF, K.; PFEIFFER, F.; REISER, M. F.; BAMBERG, F.: Assessment of grating-based X-ray phase-contrast CT for differentiation of invasive ductal carcinoma and ductal carcinoma in situ in an experimental ex vivo set-up. In: *European Radiology* 23 (2013), S. 381–387.
- [62] RUTISHAUSER, S.; SAMOYLOVA, L.; KRZYWINSKI, J.; BUNK, O.; GRÜNERT, J.; SINN, H.; CAMMARATA, M.; FRITZ, D. M.; DAVID, C.: Exploring the wavefront of hard X-ray free-electron laser

radiation. In: *Nature communications* 3 (2012), Nr. 947, S. 1–6.

- [63] TAPFER, A.; BECH, M.; VELROYEN, A.; MEISER, J.; MOHR, J.; WALTER, M.; SCHULZ, J.; PAUWELS, B.; BRUYNDONCKX, P.; LIU, X.; SASOV, A.; PFEIFFER, F.: Experimental results from a preclinical X-ray phase-contrast CT scanner. In: Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America 109 (2012), Nr. 39, S. 15691–15696.
- [64] MODREGGER, P.; SCATTARELLA, F.; PINZER, B. R.; DAVID, C.; BELLOTTI, R.; STAMPANONI, M.: Imaging the Ultrasmall-Angle X-Ray Scattering Distribution with Grating Interferometry. In: *Physical Review Letters* 108 (2012), S. 048101.1-4.
- [65] ZANETTE, I.; BECH, M.; RACK, A.; LE DUC, G.; TAFFOREAU, P.; DAVID, C.; MOHR, J.; PFEIFFER, F.; WEITKAMP, T.: Trimodal low-dose X-ray tomography. In: Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America 109 (2012), Nr. 26, S. 10199–204.
- [66] SCHLEEDE, S.; MEINEL, F. G.; BECH, M.; HERZEN, J.; ACHTERHOLD, K.; POTDEVIN, G.; MALECKI, A.; ADAM-NEUMAIR, S.; THIEME, S. F.; BAMBERG, F.; NIKOLAOU, K.; BOHLA, A.; YILDIRIM, A. O.; LOEWEN, R.; GIFFORD, M.; RUTH, R.; EICKELBERG, O.; REISER, M. F.; PFEIFFER, F.: Emphysema diagnosis using X-ray dark-field imaging at a laserdriven compact synchrotron light source. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences* 109 (2012), S. 17880–17885.
- [67] HETTERICH, H.; FILL, S.; HERZEN, J.; WILLNER, M. S.; ZANETTE, I.; WEITKAMP, T.; RACK, A.; SCHUELLER, U.; SADEGHI, M.; BRANDL, R.:

Grating-based X-ray phase-contrast tomography of atherosclerotic plaque at high photon energies. In: *Zeitschrift für medizinische Physik* 23 (2013), Nr. 3, S. 194–203.

- [68] ANTON, G.; BAYER, F.; BECKMANN, M. W.; DURST, J.; FASCHING, P. A.; HAAS, W.; HARTMANN, A.; MICHEL, T.; PELZER, G.; RADICKE, M.; RAUH, C.; RIEGER, J.; RITTER, A.; SCHULZ-WENDTLAND, R.; UDER, M.; WACHTER, D. L.; WEBER, T.; WENKEL, E.; WUCHERER, L.: Grating-based darkfield imaging of human breast tissue. In: *Zeitschrift für medizinische Physik* 23 (2013), Nr. 3, S. 228–235.
- [69] BECH, M.; TAPFER, A.; VELROYEN, A.; YAROSHENKO, A.; PAUWELS, B.; HOSTENS, J.; BRUYNDONCKX, P.; SASOV, A.; PFEIFFER, F.: Invivo dark-field and phase-contrast x-ray imaging. In: Scientific reports 3 (2013), S. 3209.
- [70] WILLNER, M. S.; BECH, M.; HERZEN, J.; ZANETTE, I.; HAHN, D.; KENNTNER, J.; MOHR, J.; RACK, A.; WEITKAMP, T.; PFEIFFER, F.: Quantitative X-ray phase-contrast computed tomography at 82 keV. In: Optics Express 21 (2013), Nr. 4, S. 4155–4166.
- [71] MALECKI, A.; POTDEVIN, G.; BIERNATH, T.; EGGL, E.; WILLER, K.; LASSER, T.; MAISENBACHER, J.; GIBMEIER, J.; WANNER, A.; PFEIFFER, F.: X-ray tensor tomography. In: *EPL (Europhysics Letters)* 105 (2014), Nr. 3, S. 38002.
- [72] HIPP, A.; WILLNER, M. S.; HERZEN, J.; AUWETER, S. D.; CHABIOR, M.; MEISER, J.; ACHTERHOLD, K.; MOHR, J.; PFEIFFER, F.: Energy-resolved visibility analysis of grating interferometers operated at polychromatic X-ray sources. In: *Optics Express* 22 (2014), Nr. 25, S. 30394–409.

- [73] PELZER, G.; ZANG, A.; ANTON, G.; BAYER, F.; HORN, F.; KRAUS, M.; RIEGER, J.; RITTER, A.; WANDNER, J.; WEBER, T.; FAULER, A.; FIEDERLE, M.; WONG, W. S.; CAMPBELL, M.; MEISER, J.; MEYER, P.; MOHR, J.; MICHEL, T.: Energy weighted X-ray dark-field imaging. In: *Optics Express* 22 (2014), Nr. 20, S. 24507–15.
- [74] THUERING, T.; ABIS, M.; WANG, Z. T.; DAVID, C.; STAMPANONI, M.: X-ray phase-contrast imaging at 100 keV on a conventional source. In: *Scientific reports* 4 (2014), S. 5198.1-4.
- [75] VELROYEN, A.; YAROSHENKO, A.; HAHN, D.; FEHRINGER, A.; TAPFER, A.; MÜLLER, M.; NOËL, P.
 B.; PAUWELS, B.; SASOV, A.; YILDIRIM, A.; EICKELBERG, O.; HELLBACH, K.; AUWETER, S. D.; MEINEL, F. G.; REISER, M. F.; BECH, M.; PFEIFFER, F.: Grating-based X-ray Dark-field Computed Tomography of Living Mice. In: *EBioMedicine* 2 (2015), Nr. 10, S. 1500–1506.
- [76] RUIZ-YANIZ, M.; KOCH, F.; ZANETTE, I.; RACK, A.; MEYER, P.; KUNKA, D.; HIPP, A.; MOHR, J.; PFEIFFER, F.: X-ray grating interferometry at photon energies over 180 keV. In: *Applied Physics Letters* 106 (2015), Nr. 15, S. 151105.
- [77] BRUKER MICROCT: Skyscan 1294. Erster kommerzieller Phasenkontrastscanner, http://www.brukermicroct.com/products/1294.htm, 2015. .
- [78] HOHEISEL, M.: Verfahren zur Herstellung eines Gitters und Phasenkontrast-Röntgensystems. DE102010027596A1. 2012.
- [79] KIM, H.; GE, J.; KIM, J.; CHOI, S.; LEE, H.; LEE, H.; PARK, W.; YIN, Y.; KWON, S.: Structural colour

printing using a magnetically tunable and lithographically fixable photonic crystal. In: *Nature Photonics* 3 (2009), Nr. 9, S. 534–540.

- [80] DAMBROWSKY, N.; SCHULZ, J.: Goldgalvanik in der Mikrosystemtechnik. Herausforderungen durch neue Anwendungen. In: Wissenschaftliche Berichte FZKA 7308 (2007), S. 1–112.
- [81] DAVID, С.; BRUDER, I.; ROHBECK, T.; GRUENZWEIG, C.; KOTTLER, C.; DIAZ, A.; BUNK, O.; PFEIFFER, F.; GRU, C.; GRUNZWEIG, C.; KOTTLER, C.; DIAZ, A.; BUNK, O.; PFEIFFER, F.; GRÜNZWEIG, C.; GRU, C.: Fabrication of diffraction gratings for hard X-rav phase contrast imaging. In: Microelectronic Engineering 84 (2007), S. 1172-1177.
- [82] DAVID, C.; NOEHAMMER, B.; ZIEGLER, E.: Wet etching of linear Fresnel zone plates for hard Xrays. In: *Microelectronic Engineering* 61–62 (2002), S. 987–992.
- [83] BABOROWSKI, J.; REVOL, V.; KOTTLER, C.; KAUFMANN, R.; NIEDERMANN, P.; CARDOT, F.; DOMMANN, A.; NEELS, A.; DESPONT, M.: High aspect ratio, Large area silicon-based gratings for X-ray phase contrast imaging, 2014, S. 490–493.
- [84] TSUJII, H.; SHIMADA, K.; TANAKA, M.; YASHIRO, W.; NODA, D.; HATTORI, T.: Fabrication of the X-Ray Mask using the Silicon Dry Etching. In: *Journal* of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing 2 (2008), Nr. 2, S. 246–251.
- [85] NODA, D.; TOKUOKA, A.; HATTORI, T.: Fabrication of Si Mold Using ICP Etching for X-Ray Diffraction Grating. In: *Key Engineering Materials* 523–524 (2012), S. 587–591.

- [86] YASHIRO, W.; NODA, D.; HATTORI, T.; HAYASHI, K.; MOMOSE, A.; KATO, H.: A metallic glass grating for X-ray grating interferometers fabricated by imprinting. In: *Applied Physics Express* 7 (2014), S. 032501.1-3.
- [87] LEI, Y.; DU, Y.; LI, J.; ZHAO, Z.; LIU, X.: Fabrication of x-ray absorption gratings via micro-casting for grating-based phase contrast imaging. In: *Journal* of Micromechanics and Microengineering 24 (2014), S. 015007.1-5.
- [88] LEHMANN, V.; FÖLL: Formation Mechanism and Properties of Electrochemically Etched Trenches in n-Type Silicon. In: *Journal of The Electrochemical Society* 137 (1990), Nr. 2, S. 653– 659.
- [89] LYNCH, S. K.; LIU, C.; MORGAN, N. Y.; XIAO, X.; GOMELLA, A. A.; MAZILU, D.; BENNETT, E. E.; ASSOUFID, L.; DE CARLO, F.; WEN, H.: Fabrication of 200 nm period centimeter area hard X-ray absorption gratings by multilayer deposition. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 22 (2012), Nr. 10, S. 105007.1-21.
- [90] WEN, H.; GOMELLA, A. A.; PATEL, A.; LYNCH, S. K.; MORGAN, N. Y.; ANDERSON, S. A.; BENNETT, E. E.; XIAO, X.; LIU, C.; WOLFE, D. E.: Subnanoradian Xray phase-contrast imaging using a far-field interferometer of nanometric phase gratings. In: *Nature communications* 4 (2013), S. 2659.1-9.
- [91] KANG, H. C.; YAN, H.; WINARSKI, R. P.; HOLT, M. V.; MASER, J.; LIU, C.; CONLEY, R.; VOGT, S.; MACRANDER, A. T.; STEPHENSON, G. B.: Focusing of hard x-rays to 16 nanometers with a multilayer Laue lens. In: *Applied Physics Letters* 92 (2008), Nr.

22, S. 221114.1-3.

- [92] VORONOV, D. L.; AHN, M.; ANDERSON, E. H.; CAMBIE, R.; CHANG, C.-H.; GULLIKSON, E. M.; HEILMANN, R. K.; SALMASSI, F.; SCHATTENBURG, M. L.; WARWICK, T.; YASHCHUK, V. V; ZIPP, L.; PADMORE, H. A.: High-efficiency 5000 lines/mm multilayer-coated blazed grating for extreme ultraviolet wavelengths. In: Optics letters 35 (2010), Nr. 15, S. 2615–2617.
- BECKER, E. W.; BIER, W.; EHRFELD, W.; KRIEG, G.: Verfahren zum Herstellen von Trenndüsenelementen. DE000002933570C3. 1979.
- [94] KENNTNER, J.: Herstellung von Gitterstrukturen Aspektverhältnis 100 für die mit Talbot-Phasenkontrastbildgebung in einem Interferometer. Karlsruher Institut für Technologie, Dissertation, 2012.
- [95] MATSUMOTO, M.; TAKIGUCHI, K.; TANAKA, M.; HUNABIKI, Y.; TAKEDA, H.; MOMOSE, A.; UTSUMI, Y.; HATTORI, T.: Fabrication of diffraction grating for X-ray Talbot interferometer. In: *Microsystem Technologies* 13 (2007), S. 543–546.
- [96] NODA, D.; TSUJII, H.; TAKAHASHI, N.; HATTORI, T.: Fabrication of X-Ray Gratings Using X-Ray Lithography Technique for X-Ray Talbot Interferometer. In: *Journal of The Electrochemical Society* 156 (2009), Nr. 5, S. H299-302.
- [97] NODA, D.; TANAKA, M.; SHIMADA, K.; YASHIRO, W.; MOMOSE, A.; HATTORI, T.: Fabrication of large area diffraction grating using LIGA process. In: *Microsystem Technologies* 14 (2008), S. 1311– 1315.

- [98] YOSHIHARA, H.; OZAWA, A.: X-ray lithography mask and method for fabricating the same. US000004515876A. 1985.
- [99] KOCH, F.; MARSCHALL, F.; MEISER, J.; MÁRKUS, O.; FAISAL, A.; SCHRÖTER, T.; MEYER, P.; KUNKA, D.; LAST, A.; MOHR, J.: Increasing the aperture of Xray mosaic lenses by freeze drying. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 25 (2015), Nr. 7, S. 075015.1-5.
- [100] YU, M.; ZHAO, S.; GAO, C.; GUO, X.; XU, X.; SHI, Y.; JING, Y.; CHEN, B.: A novel method to overcome photoresist collapse with high aspect ratio structures. In: *Microsystem Technologies* 20 (2013), Nr. 12, S. 2185–2189.
- [101] WAHLBRINK, T.; KUEPPER, D.; BOLTEN, J.; MOELLER, M.; LEMME, M. C.; KURZ, H.: Supercritical drying for high aspect-ratio HSQ nano-structures. In: *Microelectronic Engineering* 84 (2007), Nr. 5–8, S. 1045–1048.
- [102] MAPPES, T.; ACHENBACH, S.; MOHR, J.: Process conditions in X-ray lithography for the fabrication of devices with sub-micron feature sizes. In: *Microsystem Technologies* 13 (2006), Nr. 3–4, S. 355–360.
- [103] MARSCHALL, F.: Weiterentwicklung eines Gefriertrocknungsprozesses zur Herstellung von Mikro- und Nanostrukturen, Karlsruher Institut für Technologie, Diplomarbeit, 2010.
- [104] GRUND, T.; KENNTNER, J.; LAST, A.; MOHR, J. J.; SIMON, M.; NAZMOV, V.: Resiststruktur zur Herstellung einer röntgenoptischen Gitterstruktur. DE102010049994B3. 2010.

- [105] PATEL, H.: Development and construction of a positioning unit for the fabrication of large area diffraction gratings for X-ray phase contrast tomography, Karlsruher Institut für Technologie, Bericht, 2014.
- [106] KLAPPENECKER, A.: Entwicklung und Charakterisierung von Absorptionsund Beugungsgittern mit niedrig absorbierenden Röntgenphasenkontrast-Substraten für die Methode. Karlsruher Institut für Technologie. Bachelorarbeit, 2014.
- [107] DONATH, T.; CHABIOR, M.; PFEIFFER, F.; BUNK, O.; REZNIKOVA, E.; MOHR, J.; HEMPEL, E.; POPESCU, S.; HOHEISEL, M.; SCHUSTER, M.; BAUMANN, J.; DAVID, C.: Inverse geometry for grating-based xray phase-contrast imaging. In: *Journal of Applied Physics* 106 (2009), S. 054703.1-7.
- [108] RP PHOTONICS ENCYCLOPEDIA: Rayleigh-Länge, http://www.rpphotonics.com/rayleigh_length.html, 2015..
- [109] WEITKAMP, T.; DIAZ, A.; NOEHAMMER, B.; PFEIFFER, F.; STAMPANONI, M.; ZIEGLER, E.; DAVID, C.: Moire interferometry formulas for hard x-ray wavefront sensing. In: Optical Science and Technology, the SPIE 49th Annual Meeting (2004), S. 140–144.
- [110] F.A. BROCKHAUS GMBH: Der Brockhaus in Fünfzehn Bänden - Bd. 10. Leipzig: 1998.
- [111] HEESCH, H.; KIENZLE, O.: Flächenschluß. 6. 1. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1963.
- [112] BIGALKE, H.-G.; WIPPERMANN, H.: Reguläre

Parkettierungen. Mannheim: Bibliographisches Institut, 1994.

- [113] DILLINGER, J.; OTHERS: Fachkunde Metall. 55. Haan-Gruiten: Europa-Lehrmittel, 2007.
- [114] MEISER, J.; WILLNER, M. S.; SCHRÖTER, T.; HOFMANN, A.; RIEGER, J.; KOCH, F.; BIRNBACHER, L.; SCHÜTTLER, M.; KUNKA, D.; MEYER, P.; FAISAL, A.; AMBERGER, M.; DUTTENHOFER, T.; WEBER, T.; HIPP, A.; EHN, S.; WALTER, M.; HERZEN, J.; SCHULZ, J.; PFEIFFER, F.; MOHR, J.: Increasing the field of view in grating based X-ray phase contrast imaging using stitched gratings. In: *Journal of X-Ray Science and Technology* 24 (2016), Nr. 3.
- [115] VOLZ, T.: Entwicklung und Konstruktion einer Positioniereinheit für das Fügen von Röntgengittern, Karlsruher Institut für Technologie, Bachelorarbeit, 2014.
- [116] WALL, S.: Entwicklung und Konstruktion einer Positioniereinheit für die Herstellung großflächiger Beugungsgitter für die Röntgenphasenkontrasttomomgraphie, Karlsruher Institut für Technologie, Bachelorarbeit, 2013.
- [117] ALBERS, A.; DETERS, L.; FELDHUSEN, J.; LEIDICH, E.; LINKE, H.; POLL, G.; WALLASCHEK, J.; STEINHILPER, W.; SAUER, B.: Konstruktionselemente des Maschinenbaus 1: Grundlagen der Berechnung und Gestaltung von Maschinenelementen. 6. Vieweg: Springer-Verlag, 2006.
- [118] Anforderungen aus IRöBi-Projekt. p. , 2014.
- [119] NORDION: Gamma Compatible Materials, http://www.nordion.com/wp-

content/uploads/2014/10/GT_Gamma_Compatibl e_Materials1.pdf, 2011. .

- [120] STERIGENICS: Irradiation Processing, http://www.sterigenics.com/services/medical_ste rilization/contract_sterilization/material_consider ation_irradiation_processing.pdf, 2015. .
- [121] KOCH, F.; SCHRÖTER, T.; KUNKA, D.; MEYER, P.; MEISER, J.; FAISAL, A.; KHALIL, M.; BIRNBACHER, L.; VIERMETZ, M.; WALTER, M.; SCHULZ, J.; PFEIFFER, F.; MOHR, J.: Note: Gratings on low absorbing substrates for x-ray phase contrast imaging. In: *Review of Scientific Instruments* 86 (2015), Nr. 12, S. 126114.