

Untersuchungen zur Erhöhung der Bildqualität in der REM-basierten Nano-CT

Dissertation
zur Erlangung des Grades
des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität des Saarlandes



von

Jonas Fell

Saarbrücken, 2025

Tag des Kolloquiums: 07.07.2025

Dekan: Prof. Dr.-Ing. Dirk Bähre

Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Randolf Hanke
Prof. Dr.-Ing. Hans-Georg Herrmann

Akad. Mitglied: Dr.-Ing. Sebastián Suárez Vallejo

Vorsitz: Prof. Dr. mont. Christian Motz

Kurzfassung

Das Ziel dieser Arbeit ist es, die Leistungsfähigkeit der REM-basierten CT durch gezielte Systemoptimierung, insbesondere hinsichtlich der Röntgenquelle, zu steigern. Dies wurde unter anderem durch die Optimierung der Elektronenstrahl- und Detektorparameter, des geometrischen Setups und des Strahlengangs realisiert. Darüber hinaus wurden zur Verbesserung der Bildqualität Röntgentargets unterschiedlicher Geometrie und chemischer Zusammensetzungen entwickelt, die für verschiedene Anwendungen optimiert sind.

Zur Auswahl des idealen Targets für die jeweilige Messaufgabe können korrelativ die zur Verfügung stehenden Modalitäten der REM-basierten CT, wie Elektronenabbildung und Röntgenspektroskopie, zur Materialanalyse genutzt werden.

Um die Systemoptimierungen zu validieren bzw. unterschiedliche Nano-CTs miteinander zu vergleichen, wurde zudem ein Prüfkörper zur Bewertung der dreidimensionalen Bildqualität entwickelt und im Rahmen eines Ringversuchs getestet. Damit konnte erstmals gezeigt werden, dass die REM-basierte CT qualitativ gleichwertige Aufnahmen im Vergleich zu Synchrotrons liefert.

Zudem konnte die durch die vorangegangene Systemoptimierung gesteigerte Bildqualität erfolgreich mithilfe des Prüfkörpers nachgewiesen und dokumentiert werden.

Abschließend wurden einige erfolgreich durchgeführte Untersuchungen mittels REM-basierter CT dargestellt, die sowohl den korrelativen Charakter der Methode als auch die Vorteile der zerstörungsfreien dreidimensionalen Abbildung verdeutlichen.

Abstract

The aim of this work is to enhance the performance of SEM-based CT, particularly with regard to the X-ray source. This was achieved by optimizing the electron beam and detector parameters, the geometric setup, and the beam path. Furthermore, to improve image quality, X-ray targets with different geometries and chemical compositions were developed and optimized for various applications.

To select a suitable target for a specific measurement task, the available modalities of SEM-based CT, such as electron imaging and X-ray spectroscopy, can be used in a correlative manner for material analysis.

To validate the executed optimizations and compare different nano-CT systems, a phantom was developed to assess three-dimensional image quality and subsequently tested in a round-robin test. The results represent the first demonstration that SEM-based CT achieves images of comparable quality and spatial resolution to those obtained from synchrotrons.

Additionally, the improved image quality resulting from the previous system optimization was successfully verified and documented using the phantom.

Finally, several successfully performed investigations using SEM-based CT were presented, highlighting both the correlative nature of the method and the advantages of non-destructive three-dimensional imaging.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denjenigen bedanken, die mich während der Arbeit an dieser Dissertation unterstützt und begleitet haben.

Zunächst danke ich meinem Doktorvater, Prof. Dr. Randolph Hanke, für seine wissenschaftliche Betreuung, seine konstruktiven Anregungen und gezielten Hinweise. Die stets offenen Gespräche haben maßgeblich zur Weiterentwicklung meiner Arbeit beigetragen. Durch seine uneingeschränkte Unterstützung, hat er mir in besonderem Maße geholfen die schwierige Anfangsphase der Arbeit zu überwinden und das Projekt erfolgreich voranzutreiben.

Mein herzlicher Dank gilt auch Prof. Dr. Hans-Georg Herrmann, der mir mit wertvollen Ratschlägen zur Seite stand und mir wichtige Impulse für die Arbeit mitgegeben hat. Die stetige Unterstützung hat mir nicht nur geholfen, die wissenschaftlichen Herausforderungen zu meistern, sondern auch meine persönlichen Fähigkeiten weiterzuentwickeln.

Meinen tiefen Dank möchte ich auch Dr. Michael Maisl für das Einbringen seiner fachlichen Expertise aussprechen. Durch seine prägnanten Anmerkungen und seine kritischen Rückmeldungen, war es mir möglich, die richtigen Wege einzuschlagen und die Arbeit kontinuierlich zu verbessern.

Ich danke außerdem den Mitarbeitern des Lehrstuhls für Röntgenmikroskopie der Universität Würzburg, Dr. Fabian Lutter, Dr. Kilian Dremel und Prof. Dr. Simon Zabler für die methodische Einarbeitung und ihre wertvollen Anregungen und Ideen, sowie die zahlreichen gemeinsamen Stunden, die wir in die Systemoptimierung investiert haben.

Mein Dank geht auch an meine Kolleginnen und Kollegen für die außergewöhnlich produktive und offene Arbeitsatmosphäre und die gemeinsame Begeisterung für die Forschung. Die Zusammenarbeit in einem so engagierten und hilfsbereiten Umfeld hat mich stets motiviert und angetrieben. Besonders danken möchte ich Tobias, Hendrik, Michael, Jannik, Samuel, Alexander, Stephan und Steven, für die heiteren Gespräche, die sie mir während der gesamten Zeit geschenkt haben. Danke auch für die fachliche Unterstützung und die persönlichen Ratschläge, sowie die zahlreichen Diskussionen, die mir geholfen haben neue Perspektiven einzunehmen. Ebenfalls danken möchte ich Ramona, die mir kontinuierlich bei der Umsetzung meiner Vorhaben, sowie bei allen technischen Aspekten tatkräftig zur Seite stand. Mein Dank gilt auch Doris, für die Bewältigung sämtlicher organisatorischer Aufgaben und Verwaltungsangelegenheiten.

Ein besonderer Dank geht an meine Familie, die mir immer den Rücken gestärkt hat. Ihr Glaube an mich, ihre Geduld und ihre unaufhörliche Unterstützung in jeder Phase dieses Projekts haben mir geholfen meine Ziele zu erreichen. Insbesondere meiner Frau danke ich für das Verständnis und den Rückhalt, den sie mir während dieser herausfordernden Zeit geschenkt hat.

Abschließend möchte ich meinen Freunden danken, die mir mit ihren ermutigenden Worten und gelegentlichen Ablenkungen immer wieder neue Energie gaben.

Die Unterstützung all dieser Menschen hat wesentlich zum Gelingen meiner Arbeit beigetragen. Ihnen allen gilt mein aufrichtiger Dank!

Publikationen

- [1] Engstler, M., Fell, J., Maisl, M., Herrmann, H. G. & Mücklich, F. “Correlative Tomography-Combining X-ray Nanotomography and FIB/SEM Serial Sectioning to Analyze Al-Si Cast Alloys.“ *10th Conference on Industrial Computed Tomography, Wels, Austria (iCT)* (2020).
- [2] Lutter, F., Stahlhut, P., Dremel, K., Zabler, S., Fell, J., Herrmann, H. G. & Hanke, R. “Combining X-ray Nano Tomography with Focused Ion Beam Serial Section Imaging — Application of Correlative Tomography to Integrated Circuits.“ *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 500 (2021): 10-17.
- [3] Fernandes, H., Summa, J., Daudre, J., Rabe, U., Fell, J., Sfarra, S., Gargiulo, G. & Herrmann, H. G. “Characterization of Ancient Marquetry Using Different Non-Destructive Testing Techniques.“ *Applied Sciences*, 11.17 (2021): 7979.
- [4] Cressa, L., Fell, J., Pauly, C., Hoang, Q. H., Mücklich, F., Herrmann, H.-G., Wirtz, T. & Esvara, S. “A FIB-SEM Based Correlative Methodology for X-Ray Nanotomography and Secondary Ion Mass Spectrometry: An Application Example in Lithium Batteries Research.“ *Microscopy and Microanalysis* (2022), 1-6.
- [5] Straub, T., Fell, J., Zabler, S., Gustmann, T., Korn, H. & Fischer, S. C. “Characterization of Filigree Additively Manufactured NiTi Structures Using Micro Tomography and Micromechanical Testing for Metamaterial Material Models.“ *Materials* 16.2 (2023): 676.
- [6] Zeuner, A.T., Wanski, T., Schettler, S., Fell, J., Wetziger, A., Kühne, R., Fischer, S.C.I. & Zimmermann, M., “Influence of a Pronounced Pre-Deformation on the Attachment of Melt Droplets and the Fatigue Behavior of Laser-Cut AISI 304.“ *Metals* 13.2 (2023): 201.
- [7] Fell, J., Pauly, C., Maisl, M., Zabler, S., Mücklich, F. & Herrmann, H. G. “Three-dimensional imaging of microstructural evolution in SEM-based nano-CT.“ *Tomography of Materials and Structures* (2023), 100009.
- [8] Fell, J., Wetzler, F., Maisl, M. & Herrmann, H. G. “Target Design in SEM-Based Nano-CT and Its Influence on X-ray Imaging.“ *Journal of Imaging* (2023) 9(8), 157.
- [9] Fell, J., Lutter, F., Pauly, C., Engstler, M., Han, F., Costa, R., Zabler, S., Maisl, M., Mücklich, F., Hanke, R. & Herrmann, H. G. “Correlative microscopy using SEM based nano-CT.“ *X-Ray Nanoimaging: Instruments and Methods VI* (2023) Vol. 12698, pp. 20-29. SPIE.
- [10] Fang, S., Fell, J., Frank, A., Guo, Y., Herrmann, H. G. & Bähre, D. (2024). “Three-dimensional characterization of abrasive chips using micro-computed tomography.“ *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 1-12.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielsetzung	1
2	Physikalische Grundlagen	4
2.1	Elektronen	4
2.1.1	Wechselwirkungen von Elektronen mit Materie	4
2.1.2	Rückstreu- und Transmissionselektronen	7
2.2	Röntgenquanten	11
2.2.1	Emission von Röntgenquanten	11
2.2.2	Wechselwirkungen von Röntgenquanten mit Materie	14
2.2.3	Detektion von Röntgenquanten	17
2.3	Röntgenbildgebung	18
2.3.1	Direktvergrößerung	18
2.3.2	Linsenbasierte Systeme	20
2.3.3	Absorptions- und Phasenkontrast	21
3	Methodik	23
3.1	Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektroskopie	23
3.2	REM-basierte Nano-CT: das XRM-II nano-CT	25
3.3	Simulation von Elektronentrajektorien und deren Wechselwirkungsprodukte	28
3.3.1	CASINO	29
3.3.2	MC X-Ray	30
3.3.3	NIST DTSA-II	31
4	Stand der Wissenschaft	34
4.1	REM-basierte Nano-CT	34
4.2	Prüfkörper zur Bestimmung der Bildqualität in der Nano-CT	35
5	Das XRM-II nano-CT	37
5.1	Systemcharakterisierung	37
5.1.1	Elektronenstrahl	39
5.1.2	Targetgeometrie	45
5.1.3	Targetmaterial	46
5.1.4	Strahlengang der Photonen	49
5.1.5	Richtcharakteristik der Photonen	52
5.1.6	Röntgendetektion	55
5.1.7	Röntgenstreustrahlung	61
5.1.8	Drift	69
5.2	Targetentwicklung	71

5.2.1	Bulktarget	72
5.2.2	Folientarget	86
5.2.3	Nadeltarget	87
5.3	Systemoptimierung	90
5.3.1	Hardware- und Parameteroptimierung	90
5.3.2	Optimierte Targets für die REM-basierte CT	93
6	Entwicklung eines korrelativen Workflows zur Optimierung der Bildqualität in der REM-basierten Nano-CT	96
6.1	Probenmaterial	96
6.2	Probenpräparation	97
6.3	Elektronenabbildung und chemische Analyse	99
6.4	Targetauswahl	100
6.5	Nano-CT	103
7	Entwicklung eines Prüfkörpers zur Bestimmung der Bildqualität in der Nano-CT	105
7.1	Entwicklung des Prüfkörpers	105
7.2	Der Prüfkörper im Ringversuch: Anlagen und Beamlines	108
7.3	Ergebnisse des Ringversuchs	109
8	Korrelative Mikroskopie mittels REM-basierter Nano-CT	114
8.1	Korrelative Tomographie einer Aluminium-Silizium-Gusslegierung	114
8.2	Nachweis von Schädigungen in einer Lithiumbatterie	116
8.3	Multiskalen-Untersuchung einer Festoxidbrennstoffzelle	118
8.4	Dreidimensionale zeitaufgelöste Mikrostrukturentwicklung einer Al-Legierung .	120
9	Zusammenfassung und Ausblick	123
	Literatur	I
	Abbildungsverzeichnis	X
	Tabellenverzeichnis	XIII
	Anhang	XIV

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
γ	Photon
γ'	gestreutes Photon
3D	dreidimensional
AC	absorbierter Strom (engl. absorb current)
AE	Augerelektron
Al	Aluminium
Be	Beryllium
BSC	Rückstreukoeffizient (engl. backscatter coefficient)
C	Kohlenstoff
CCD	ladungsgekoppeltes Bauteil (engl. charge-coupled device)
CdTe	Cadmiumtellurid
Cr	Chrom
Cu	Kupfer
CuZn	Messing
CT	Computertomographie
DESY	Deutsches Elektronen-Synchrotron
DTSA	Simulationssoftware NIST DTSA-II
e^-	Elektron
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. energy dispersive X-ray spectroscopy)
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility
FC	Faraday-Cup
Fe	Eisen
FIB	Focused Ion Beam Mikroskopie
FAU	Friedrich-Alexander-Universität
FZP	Fresnel-Zonenplatte
JASRI	Japan Synchrotron Radiation Research Institute
JMU	Julius-Maximilians-Universität
LCO	$LiCoO_2$ Aktivmaterial
LLB	Lehrstuhl für Leichtbausysteme
LRM	Lehrstuhl für Röntgenmikroskopie
M&N	Lehrstuhl für Mikro- und Nanostrukturforschung
MC	Monte Carlo
Mo	Molybdän
NC	Streustrahlenblende (engl. noise canceler)
NCA	$LiNiCoAlO_2$ Aktivmaterial
NIST	National Institute of Standards and Technology
OLAP	Objektivblende (engl. objective lens aperture)

PCXD	photonenzählender Röntgendetektor (engl. photon counting X-ray detector)
Pt	Platin
PE	Primärelektron
RE	Rückstreuelektron
REM	Rasterelektronenmikroskop
ROI	relevanter Bildbereich (engl. region of interest)
SDD	Siliziumdriftdetektor
SE	Sekundärelektron
SNR	Signal-Rausch-Verhältnis (engl. signal-to-noise ratio)
TE	Transmissionselektron
TXM	Transmissionsröntgenmikroskop (engl. transmission X-ray microscope)
UdS	Universität des Saarlandes
W	Wolfram
WD	Arbeitsabstand (engl. working distance)
WWZ	Wechselwirkungszone
XRM	Röntgenmikroskop (engl. X-ray microscope)
XRM-II	XRM-II nano-CT der Firma ProCon X-ray GmbH
Y	Yttrium
Zn	Zink

Symbolverzeichnis

Formelzeichen	Bedeutung	Maßeinheiten
α	Targetkippwinkel	°
α_x	Öffnungswinkel in x-Richtung	°
α_z	Öffnungswinkel in z-Richtung	°
β	Detektorkippwinkel	°
δ	räumliche Auflösung	m
Δ	Differenz	/
η	Rückstreukoeffizient	/
θ_0	Schwellenwert des Streuwinkels	°
λ	Wellenlänge	m
$\lambda_{f,el}$	elastische mittlere freie Weglänge	m
μ	linearer Schwächungskoeffizient	1/cm
μ_m	Massenschwächungskoeffizient	cm ² /g
ν	Schwächung der Welle	1/cm
ξ	Phasenverschiebung der Welle	°
π	Kreiszahl	/
ρ	Dichte	g/cm ³
$\bar{\rho}$	mittlere Dichte	g/cm ³
ρ_i	Dichte des Elements i	g/cm ³
σ_{el}	elastischer Streuquerschnitt	m ²
σ_i	Schwächungsquerschnitt	m ²
σ_{PE}	Querschnitt des photoelektrischen Effekts	m ²
A	Atommasse	kg
A_K	Kreisfläche	m ²
A_O	Probenoberfläche	m ²
b_x	Strukturbreite	m
d	Dicke	m
d_e	Elektronenstrahldurchmesser	m
d_{ep}	Projektion des Elektronenstrahldurchmessers	m
d_p	Tiefe emittierter Photonen	m
d_{FD}	Quelle-Detektor-Abstand	m
d_{FO}	Quelle-Objekt-Abstand	m
d_z	äußere Zonenbreite der Fresnel-Zonenplatte	m
D_{eq}	oberflächenäquivalenter Kreisdurchmesser	m
E	Elektronenenergie	eV
E_0	Anregungsenergie/Primärenergie	eV
E_c	Ionisationsenergie einer Atomschale	eV
E_K	Bindungsenergie der K-Elektronenschale	eV
E_L	Bindungsenergie der L-Elektronenschale	eV

E_P	Photonenenergie	eV
f_{ed}	effektiver Röntgenbrennfleck berechnet aus der Emissionstiefe	m
f_{er}	effektiver Röntgenbrennfleck berechnet aus der radialen Emission	m
J	Ionisationspotential	/
i	Imaginäre Zahl	/
I	Intensität	cps
I_0	Ausgangsintensität	cps
$\overline{L_d}$	durchstrahlbare Länge	m
M	Vergrößerung	/
n	Beugungsordnung	/
n_i	Brechungsindex	/
N_A	Avogadro-Konstante	1/mol
N_{PE}	Anzahl Primärelektronen	/
N_{RE}	Anzahl Rückstreuelektronen	/
p_d	Pixelgröße des Detektors	m
r	Radius	m
r_{KO}	berechneter Kugelradius nach Kanaya und Okayama	m
r_p	Radius emittierter Photonen	m
s	Strecke	m
s_v	Voxelgröße oder Abtastrate (engl. sampling)	m
w	Massenanteil	%
w_i	Massenanteil des Elements i	%
x	Ortskoordinate	/
Z	Ordnungszahl	/
z_e	Emissionstiefe	m

1 Einleitung und Zielsetzung

Die Leistungsfähigkeit moderner Werkstoffe beruht auf der Ausbildung der Mikro- und Nanostruktur und wird unter anderem durch dessen Morphologie, Materialzusammensetzung und -verteilung bestimmt. Zur Optimierung des Materialgefüges und der daraus resultierenden verbesserten Eigenschaften sind hochauflösende bildgebende Verfahren unentbehrlich. Diese helfen Veränderungen im Gefüge sichtbar zu machen und deren Auswirkungen mit den Materialeigenschaften zu korrelieren. Bildgebende Methoden leisten damit einen essentiellen Beitrag zu neuen Entwicklungen in der Materialforschung.

Eine etablierte Technik stellt die Computertomographie (CT) dar, die als zerstörungsfreie Methode eine dreidimensionale (3D) Abbildung von Objekten ermöglicht. Hierbei wird ein Objekt aus verschiedenen Richtungen mit Röntgenstrahlung abgebildet, um anschließend aus den Aufnahmen mit Hilfe von mathematischen Rekonstruktionsmethoden ein 3D-Modell zu berechnen. Der Bildkontrast entsteht durch die Wechselwirkung der Röntgenstrahlen mit dem Probenmaterial und hängt von der Energie der Strahlung, der Dichte des Materials sowie dessen chemischer Zusammensetzung ab. Damit liefert die Methode entscheidende Informationen zur Strukturaufklärung und eignet sich darüber hinaus hervorragend zur Abbildung von Poren, Defekten und Rissen (Salvo et al., 2003).

Durch die fortschreitende Entwicklung erreichen konventionelle laborbasierte Röntgensysteme, welche mit Mikro- oder Nanofokusröhren ausgestattet sind, eine räumliche Auflösung von unter einem Mikrometer. Diese Systeme werden auch als Mikro-CT bezeichnet und arbeiten mit geometrischer Vergrößerung (Direktvergrößerung). Um eine höhere räumliche Auflösung bis ca. 50 nm zu erzielen, werden typischerweise linsenbasierte Systeme verwendet, die aufgrund der erreichbaren Auflösung unter den Begriff Nano-CT fallen (Withers, 2007; Withers et al., 2021).

Neben der Röntgentechnik existieren alternative Methoden zur 3D-Abbildung mit vergleichbarer Auflösung, wie die Focused Ion Beam Mikroskopie (FIB) oder die Ultramikrotomie im Rasterelektronenmikroskop (REM). Diese Verfahren erreichen zwar eine höhere Auflösung als die Nano-CT, erlauben jedoch keine zerstörungsfreien Untersuchungen. Die Nano-CT bietet hier als zerstörungsfreie Methode den entscheidenden Vorteil zeitliche Veränderungen der Mikrostruktur dreidimensional abzubilden (Volkert & Minor, 2007; Burnett et al., 2016; Hashimoto et al., 2016; Yu et al., 2022).

Eine spezielle Bauart der Nano-CT sind Anlagen, die auf einem REM basieren und zur Gruppe der sogenannten Röntgenmikroskope (engl. X-ray microscope (XRM)) gehören. Hierbei wird der fein fokussierte Elektronenstrahl des REMs auf ein Targetmaterial gelenkt, das als Röntgenquelle dient. Wird zusätzlich ein geeigneter Röntgendetektor im System integriert, sind mit dem rotierbaren Manipulator des REMs alle hardwaretechnischen Voraussetzungen

gegeben und erlauben die Durchführung einer REM-basierten CT (Mayo et al., 2012; Gomes Perini et al., 2017).

REM-basierte CT-Systeme bieten durch die Nutzung multimodaler Messsignale den Vorteil der korrelativen Mikroskopie innerhalb eines Systems. Neben der Elektronenabbildung können je nach Detektorkonfiguration zusätzliche Analysen wie die energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX)) durchgeführt werden. Dadurch können hochauflösende Abbildungen im Nanometerbereich mit der chemischen Zusammensetzung und der 3D Mikrostruktur verknüpft werden (Fell et al., 2023a).

Im Vergleich zu linsenbasierten Nano-CT-Systemen, die auf eine feste Röntgenenergie ausgelegt sind, zeichnet sich die REM-basierte CT durch eine einfache und flexibel austauschbare Hardware aus. Anpassungen am Röntgentarget sind problemlos möglich, und der offene Bauraum zwischen Röntgenquelle und Detektor erlaubt vielseitige Modifikationen. Diese Flexibilität eröffnet großes Potenzial für die Optimierung der Methode.

Die vorangegangenen Erläuterungen motivieren zu folgenden Forschungsfragen, die im Rahmen dieser Arbeit beantwortet werden:

1. Wie kann der Wirkungsgrad der REM-basierten CT gesteigert werden?
2. Welche Eigenschaften sollte ein Röntgentarget aufweisen, um die Bildqualität in der REM-basierten CT zu verbessern?
3. Können die unterschiedlichen Modalitäten des REMs zur Optimierung der Bildqualität der REM-basierten CT genutzt werden?
4. Wie kann ein kugelbasierter Prüfkörper zur Bestimmung der dreidimensionalen Bildqualität in der Nano-CT hergestellt werden?
5. Welche Einsatzmöglichkeiten bietet die REM-basierte CT?

In den ersten Kapiteln werden die physikalischen Grundlagen, die Methodik und der Stand der Wissenschaft beschrieben.

Der experimentelle Teil beginnt in Kapitel 5 mit einer umfassenden Charakterisierung der REM-basierten CT – von der Erzeugung des Röntgenstrahls bis hin zur Röntgendetektion. Darüber hinaus liegt der Fokus insbesondere auf Veränderungen des Röntgentargets hinsichtlich Geometrie, chemischer Zusammensetzung und Positionierung. Basierend auf den gewonnenen Erkenntnissen werden dann gezielte Systemoptimierungen abgeleitet, um den Wirkungsgrad der Röntgenquelle und des Systems zu erhöhen. Zusätzlich werden verschiedene Targets entwickelt, die für unterschiedliche Anwendungen optimiert sind.

Daran anschließend wird in Kapitel 6 ein korrelativer Workflow basierend auf den unterschiedlichen Modalitäten des REMs entwickelt, um gezielt ein Target in Abhängigkeit des Probenmaterials auszuwählen. Durch die spezifischen Eigenschaften des Targets und der daraus resultierenden Röntgenstrahlung kann die Bildqualität der REM-basierten Nano-CT verbessert werden.

Da bisher keine Normen oder Standards existieren, widmet sich Kapitel 7 der Entwicklung eines neuartigen Prüfkörpers zur objektiven Bewertung der dreidimensionalen Bildqualität in der Nano-CT. Zunächst wird die Herstellungsrouten des Prüfkörpers im Detail erläutert und daran anschließend Messungen an verschiedenen Laboranlagen und Synchrotron-Einrichtungen im Rahmen eines Ringversuchs durchgeführt und miteinander verglichen. Gleichzeitig dient der Prüfkörper zur Validierung der vorangegangenen Systemoptimierungen der REM-basierten CT.

Abschließend wird in Kapitel 8 der Einsatz der REM-basierten Nano-CT zur korrelativen Mikroskopie in der Materialwissenschaft anhand unterschiedlicher Anwendungen vorgestellt.

Diese Arbeit bietet damit einen umfassenden Einblick in die Entwicklungen, Optimierungen und Anwendungen im Zusammenhang mit der REM-basierten Nano-CT und trägt zur Weiterentwicklung dieser Technologie bei.

2 Physikalische Grundlagen

Das Kapitel physikalische Grundlagen legt die zum Verständnis dieser Arbeit notwendigen Details dar. Hierbei wird insbesondere auf die Eigenschaften von Elektronen und Photonen sowie deren Wechselwirkung mit Materie bzw. Targetmaterialien eingegangen, die die grundlegenden Prozesse der Röntgenquelle darstellen. Des Weiteren werden die Grundlagen der Röntgendetektion und Röntgenbildgebung erläutert.

2.1 Elektronen

Elektronen sind negativ geladene Elementarteilchen, die im gebundenen Zustand die Elektronenhülle eines Atoms oder Ions bilden. Unter anderem durch thermische Anregung oder hohe Feldstärken können Elektronen aus Materie austreten, im Vakuum beschleunigt werden und als Informationsträger zur Materialanalyse oder zur Anregung einer Röntgenquelle genutzt werden. Die folgenden Kapitel beschreiben die Wechselwirkung von Elektronen mit Materie und die dabei emittierten Teilchen. Weiterführende Literatur zu diesem Thema stellen die Arbeiten von Reimer (1998) und Williams & Carter (2009) dar.

2.1.1 Wechselwirkungen von Elektronen mit Materie

Treffen beschleunigte Elektronen auf Materie oder ein Röntgentarget, so kommt es zu einer Vielzahl von elastischen und inelastischen Streuprozessen, welche zur Richtungsänderung und zum Energieverlust der Elektronen führen und somit deren Eindringtiefe limitieren. In Abbildung 2.1 ist die sogenannte Wechselwirkungszone (WWZ) gezeigt, welche die räumliche Ausbreitung der Elektronen und die dabei entstehenden Teilchen, die aus verschiedenen Tiefen emittiert werden, repräsentiert. Bei den Streuprozessen innerhalb der WWZ wird zwischen elastischer und inelastischer Streuung unterschieden.

Als elastische Streuung wird die Ablenkung eines Elektrons im elektrisch positiven Feld eines Atomkerns bezeichnet und resultiert in einer Richtungsänderung des Elektrons. Als Maß dient der sogenannte Streuquerschnitt σ_{el} , der die Wechselwirkungswahrscheinlichkeit des einfallenden Elektrons mit dem Atomkern beschreibt. Die elastische Streuung wird maßgeblich von der Ordnungszahl Z und der Elektronenenergie E beeinflusst und wie folgt berechnet:

$$\sigma_{el(>\theta_0)} = 1,62 \cdot 10^{-20} (Z^2/E^2) \cot^2(\theta_0/2). \quad (1)$$

θ_0 beschreibt den Schwellenwert des elastischen Streuwinkels. Die mittlere Distanz zwischen zwei elastischen Streuprozessen wird durch die elastische mittlere freie Weglänge $\lambda_{f,el}$ beschrie-

ben und berechnet sich aus dem Streuquerschnitt, der Atommasse A , der Avogadro-Konstante N_A und der Dichte ρ :

$$\lambda_{f,el} = 10^7 A / (N_A \rho \sigma_{el(>\theta_0)}) . \quad (2)$$

Die elastische mittlere freie Weglänge eines 20 keV Elektrons liegt bei Materialien mit einer hohen Ordnungszahl im Bereich von wenigen Zehntel Nanometern und erreicht bis zu zehn Nanometer bei Materialien mit niedriger Ordnungszahl (Goldstein et al., 2017). Abbildung 2.2 stellt schematisch den Streuquerschnitt zweier elastischer Wechselwirkungen dar. Der Streuwinkel θ nimmt mit sinkender Ordnungszahl und steigender Elektronenenergie ab. Somit werden hochenergetische Elektronen mit hoher Wahrscheinlichkeit nur um wenige Grad gestreut, was aber eine Richtungsänderung um 180° nicht ausschließt. Erst durch den Energieverlust infolge von inelastischen Prozessen wird ein hoher Streuwinkel immer wahrscheinlicher.

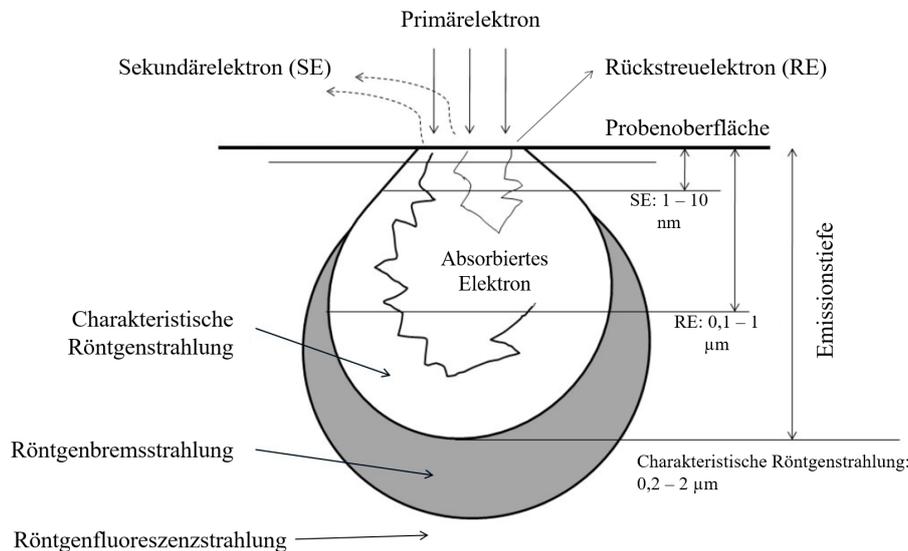


Abb. 2.1: Wechselwirkungszone von Elektronen und Materie und die dabei entstehenden Signale (Barron et al., 2012)

Zu den inelastischen Streuprozessen, bei denen das Elektron seine Bewegungsrichtung ändert und Energie abgibt, zählen die Emission von Sekundärelektronen, welche aus der Hülle eines Atoms herausgelöst werden, die Emission von Röntgenstrahlung (siehe Kapitel 2.2) sowie die Anregung von Wellen im freien Elektronengas (Plasmonen) und die Anregung von Wärme (Phononen). Letztere sind je nach Gegebenheiten für 40 - 80% des Energieverlustes der Primärelektronen verantwortlich. Da Streuprozesse durch die Wechselwirkung mit Hüllelektronen aus stark gebundenen Atomschalen hervorgerufen werden, steigt deren Wahrscheinlichkeit, wenn sich die Ordnungszahl und die Dichte eines Materials erhöhen, wodurch die Elektronen weniger weit ins Material eindringen können. Nach Bethe (1930) kann der

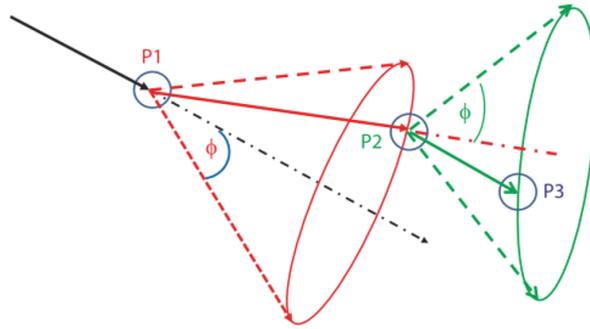


Abb. 2.2: Streuquerschnitt eines Elektrons: Die Interaktion des Elektrons mit dem elektrischen Feld des Atomkerns führt zur elastischen Streuung des Elektrons, deren Aufenthaltswahrscheinlichkeit mit dem sogenannten Streuquerschnitt beschrieben wird. Der Streuwinkel θ nimmt dabei mit steigender Elektronenenergie und sinkender Ordnungszahl ab (Goldstein et al., 2017).

Energieverlust der Elektronen (Inkrement dE) durch inelastische Streuung über eine Strecke s (Inkrement ds) wie folgt abgeschätzt werden:

$$dE/ds = -7,85(Z\rho/AE)\ln(1,166E/J) . \quad (3)$$

J beschreibt dabei das mittlere Ionisationspotential eines Materials und ist definiert als

$$J = (9,76Z + 58,5Z^{-0,19})10^{-3} . \quad (4)$$

Für verschiedene Materialien ergeben sich die in Abbildung 2.3 (a) dargestellten Graphen. Ein 30 kV Elektron verliert somit in Wolfram (W) im Mittel eine Energie von ca. 8 eV/nm und in Chrom (Cr) ca. 5 eV/nm. Mit niedrigeren Elektronenenergien nimmt der Energieverlust zu und erreicht bei 5 keV Werte zwischen 10 und 30 eV/nm.

Zusammenfassend führen inelastische Streuprozesse zum Energieverlust der Elektronen und beschränken somit deren Eindringtiefe in Materie und die geometrische Ausbildung der WWZ. Die Größe der Wechselwirkungszone ist gleichzeitig ein Maß für die Röntgenbrennfleckgröße in der Röntgenbildgebung und daher ein wichtiger Kennwert, der über die räumliche Auflösung der Radioskopie entscheidet.

Um die Größe der WWZ abschätzen zu können, wurde von Kanaya & Okayama (1972) eine Gleichung zur Berechnung des Radius einer Halbkugel r_{KO} mit dem Auftreffpunkt des Elektronenstrahls im Zentrum eingeführt, in dem sich mindestens 95 % der Elektronentrajektorien befinden. Die Berechnung des Radius lautet:

$$r_{KO} = 27,6(A/Z^{0,89}\rho)E^{1,67} . \quad (5)$$

Daraus erhält man die in Abbildung 2.3 (b) dargestellten Ausdehnungen der WWZ für verschiedene Materialien und Elektronenenergien. Bei 30 kV liegt die Größe der WWZ von Materialien mit niedriger Ordnungszahl wie Cr bei einem Radius von ca. 3,5 μm . Im Vergleich

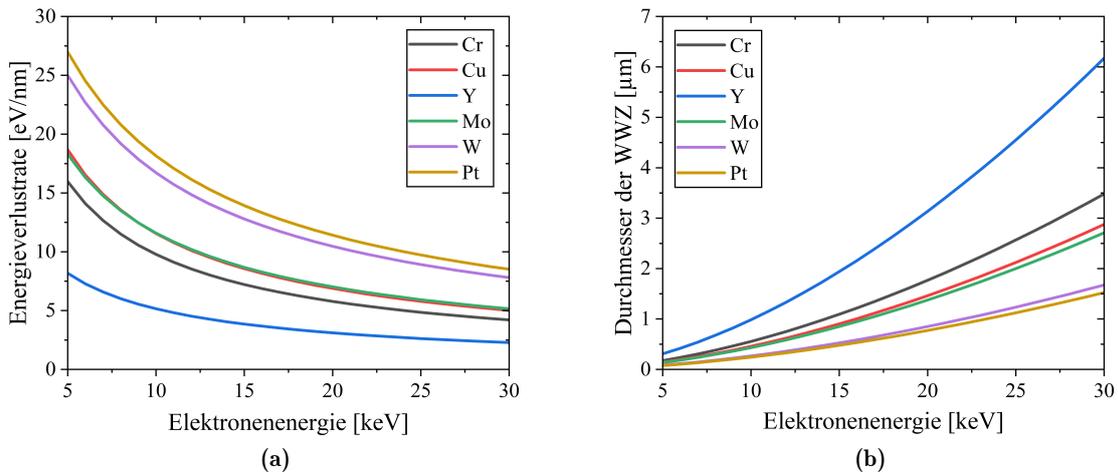


Abb. 2.3: (a) Die nach Bethe (1930) berechnete Approximation des Energieverlustes eines Elektrons durch inelastische Wechselwirkungen in Abhängigkeit der Elektronenenergie für verschiedene Elemente. (b) Abschätzung der WWZ nach Kanaya & Okayama (1972) für unterschiedliche Elemente in Abhängigkeit der Elektronenenergie.

dazu liegt bei W, als Vertreter eines Materials mit hoher Ordnungszahl, die Größe der WWZ bei einem Radius von $1,68 \mu\text{m}$ (Reimer, 1998; Barron et al., 2012; Goldstein et al., 2017).

2.1.2 Rückstreu- und Transmissionselektronen

Wie in Abbildung 2.1 zu sehen, wird ein Teil der einfallenden Primärelektronen (PE) im Targetmaterial absorbiert und ein anderer Teil kann durch Streuprozesse das Material verlassen. Betrachtet man das Energiespektrum der emittierten Elektronen (Abbildung 2.4), so kann dieses in mehrere Teilbereiche aufgeteilt werden, die als Sekundärelektronen (SE), Rückstreu-elektronen (RE) und Augerelektronen (AE) definiert und unterschiedlichen Ursprungs sind.

SE entstehen durch Stoßprozesse mit schwach gebundenen Hüllelektronen eines Atoms und weisen größtenteils eine Energie von 1-15 eV auf, wobei die Grenze zu RE per Definition bei 50 eV gezogen wird. SE werden entlang der gesamten Trajektorie der PE, sowie durch RE generiert, allerdings können nur oberflächennahe SE aufgrund deren geringer Energie das Material verlassen. RE liegen in einem Energiebereich von 50 eV bis zur Anregungsenergie des PE und verlassen meist nach einer Vielzahl von Streuprozessen das Targetmaterial.

Im Spektrum sind außerdem die Peaks der AE sichtbar, die als Folge eines strahlungslosen Übergangs nach der Ionisation eines Atoms emittiert werden. Dieser Prozess steht in Konkurrenz zur Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung. Wird die Leerstelle durch ein Elektron aus einer äußeren Schale aufgefüllt, wird die freiwerdende Energie nicht in Form eines Röntgenquants frei, sondern ein anderes Elektron verlässt den Atomverbund - das AE.

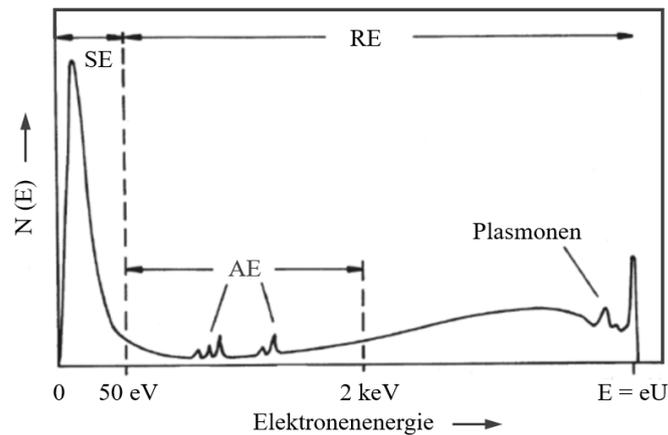


Abb. 2.4: Energiespektrum emittierter Elektronen nach Bestrahlung eines Targets mit Primärelektronen (adaptiert von Reimer (1998))

Die niederenergetischen SE und AE spielen im Hinblick auf die Röntgenbildgebung praktisch keine Rolle, sondern nur die hochenergetischen Rückstreuelektronen oder Transmissionselektronen (TE). Letztere können die Emission von sekundärer Röntgenstrahlung bzw. Streustrahlung (detektierte Röntgenquanten, die nicht zur Bildgebung beitragen) über dem Schwellenwert des Röntgendetektors von 5 keV anregen und dadurch das Rauschen der Röntgenaufnahme erhöhen.

Neben dem Schwellenwert von 50 eV sind RE über die Richtung definiert, in der sie das Targetmaterial verlassen. Ist die Bewegungsrichtung des einfallenden PE in positiver Richtung definiert, so handelt es sich bei Elektronen, die das Material verlassen und einen negativen Richtungsvektor aufweisen, um RE. Bei Elektronen, die das Material verlassen und einen positiven Richtungsvektor aufweisen, handelt es sich wiederum um TE. Bei der Verwendung von Targets, deren Schichtdicke die Eindringtiefe der Elektronen unterschreitet, ist die Betrachtung von TE notwendig, da diese unterhalb des Targets (bspw. am Probenhalter) Streustrahlung anregen können. Zusammen mit der Anzahl der RE kann außerdem die Umwandlungseffizienz der Röntgenquelle abgeschätzt werden. Als Maß für die RE dient der Rückstreukoeffizient η , welcher das Verhältnis aus der Anzahl von RE N_{RE} und der Anzahl von PE N_{PE} angibt (Reimer, 1998):

$$\eta = N_{RE}/N_{PE} . \quad (6)$$

Wie in Abbildung 2.5 zu sehen, steigt der Rückstreukoeffizient (engl. backscatter coefficient (BSC)) mit zunehmender Ordnungszahl, wie bereits von Bethe (1930) beschrieben, an. Ebenso erhöht sich der BSC mit steigendem Einfallswinkel des Elektronenstrahls, wobei 0° einem senkrechten Einfallswinkel gleichzusetzen ist (Drescher et al., 1970). Diese Abhängigkeit des BSC spielt im besonderen Maße im Hinblick auf das Targetmaterial und der Targetpositionierung im Sinne einer Verkippung eine große Rolle. Je nach Wahl der Parameter schwankt der

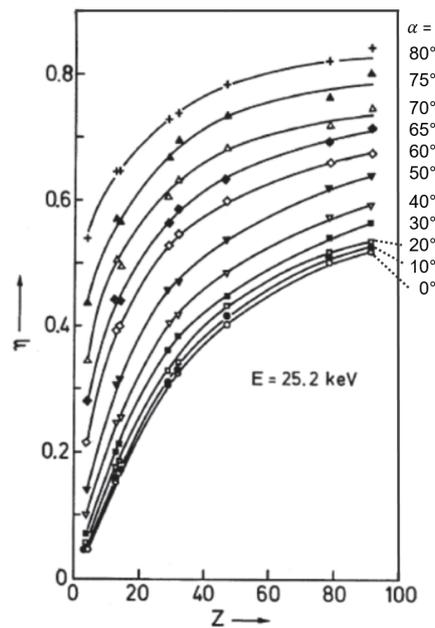


Abb. 2.5: Abhängigkeit des BSC η von Ordnungszahl Z und Kippwinkel α für Elektronen mit einer Energie von 25,2 keV. $\alpha = 0$ entspricht dem senkrechten Einfall des Elektronenstrahls (adaptiert von Drescher et al. (1970)).

Anteil der RE zwischen 10 % und 80 %, wodurch bei hohem BSC einerseits wenige Elektronen zur Anregung von Röntgenquanten bereitstehen und somit der Wirkungsgrad der Röntgenquelle sinkt. Andererseits können eine Vielzahl an Elektronen zur Streustrahlung beitragen und somit die Bildqualität verschlechtern.

Neben der Winkelabhängigkeit unterscheidet sich die Anzahl der rückgestreuten Elektronen auch vom Material, mit dem es interagiert. Allgemein kann gesagt werden, dass mit steigender Ordnungszahl des betrachteten Materials die Wahrscheinlichkeit für Wechselwirkungsprozesse steigt und sich somit die Anzahl gestreuter Elektronen erhöht. So liegt bei niedriger Ordnungszahl und senkrechtem Einfall der Elektronen der BSC unter 10 % und bei einer hohen Ordnungszahl bei ca. 50 % (siehe ebenso Abbildung 2.5).

Die Richtcharakteristik der RE hat ebenfalls einen Einfluss auf die Bildqualität in der Röntgenbildgebung. In Abbildung 2.6 ist die Richtcharakteristik der RE für die Kippwinkel 0° , 60° und 80° dargestellt.

Gezeigt ist die Winkelverteilung der RE bei einer Elektronenenergie von 102 keV (durchgezogene Linie) und 9,3 keV (gestrichelte Linie). Bei 0° ist die RE-Verteilung symmetrisch, wobei Materialien hoher Ordnungszahl einen höheren BSC aufweisen. Treffen die Elektronen unter einem flachen Winkel auf das Targetmaterial, was ebenso einer Verkippung des Targets entspricht, so werden diese unter einem ähnlichen Winkel zur Oberfläche vorwärtsgestreut (Kanter, 1957; Drescher et al., 1970; Darlinski, 1981; Reimer, 1998). Dieses Verhalten kann

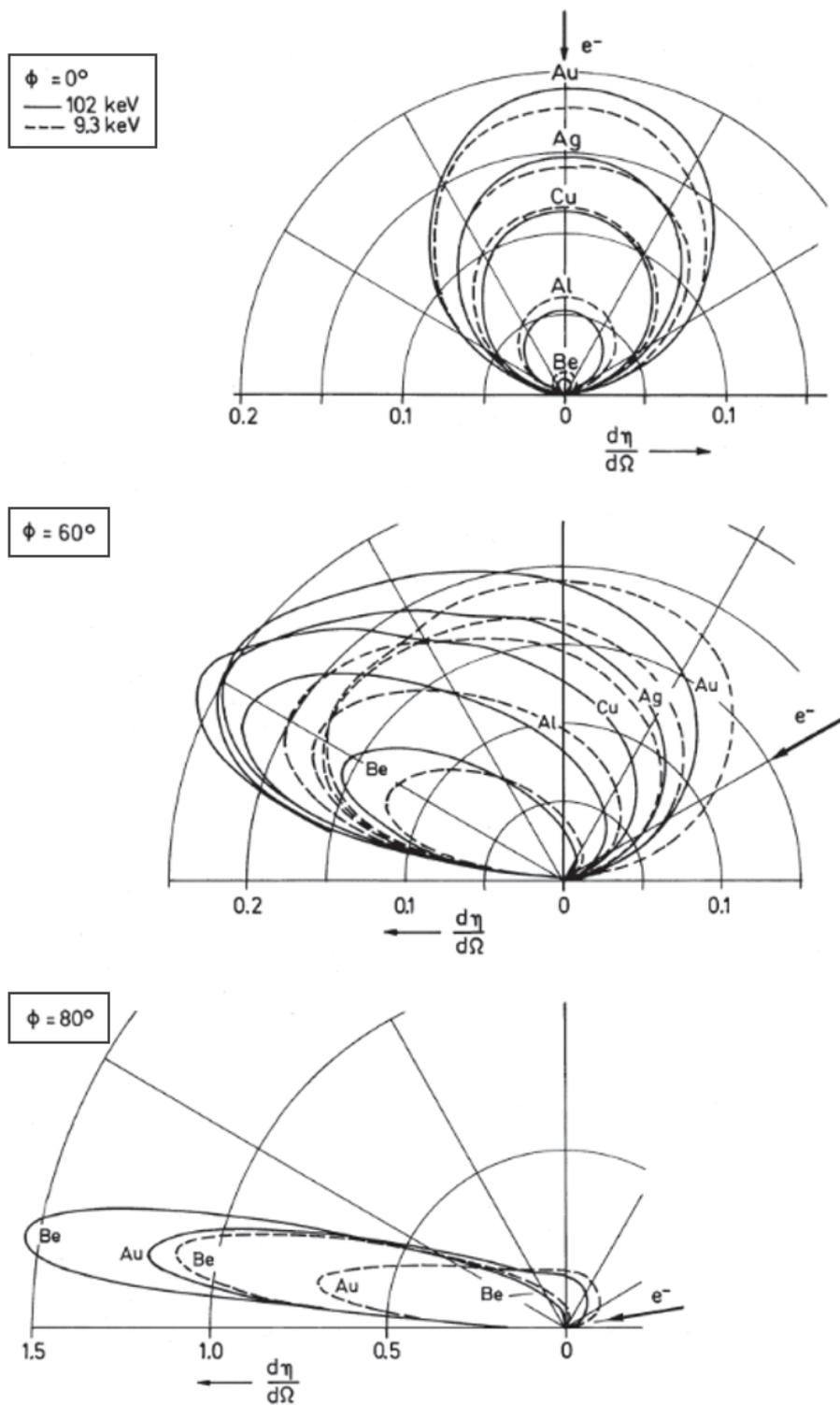


Abb. 2.6: Richtcharakteristik der RE: Polardiagramme für 0° , 60° und 80° Einfallswinkel des Elektronenstrahls (0° entspricht dem senkrechten Einfall) bei 100 keV (durchgezogene Linie) und 9,3 keV (gestrichelte Linie) (Reimer, 1998)

sich auf die Intensität der Streustrahlung auswirken und muss bei der Gestaltung des Setups zur Minimierung der Streustrahlung berücksichtigt werden.

2.2 Röntgenquanten

Im Sinne des Welle-Teilchen-Dualismus sind Röntgenquanten je nach Betrachtungsweise gleichermaßen Eigenschaften von Wellen und Teilchen zuzuschreiben. Bei Röntgenstrahlung handelt es sich daher um eine elektromagnetische Welle mit einer Wellenlänge kleiner 10 nm bzw. einer Energie oberhalb von 100 eV, sodass sie im elektromagnetischen Spektrum oberhalb des UV-Lichtes einzuordnen ist. Die Emission von Röntgenstrahlung und deren Wechselwirkung mit Materie wird in Kapitel 2.2.1 und 2.2.2 erklärt.

2.2.1 Emission von Röntgenquanten

Röntgenquanten können durch zwei unterschiedliche Phänomene emittiert werden. Zum einen durch das Abbremsen geladener Teilchen, die die sogenannte Bremsstrahlung hervorruft und zum anderen durch Ionisationsprozesse, welche die charakteristische Röntgenstrahlung zur Folge hat.

Die Anregung der Röntgenstrahlung kann dabei auf unterschiedliche Weise erfolgen. Die wichtigste Form der Anregung erfolgt bei Röntgenquellen im Labormaßstab infolge der Wechselwirkung durch Elektronen, die auf ein metallisches Röntgentarget beschleunigt werden. Der Vollständigkeit halber ist auch die Anregung durch Photonen selbst zu erwähnen, welche als Röntgenfluoreszenzstrahlung bezeichnet wird. In dieser Arbeit liegt der Fokus auf der Anregung von Röntgenstrahlung durch Elektronen, da die Röntgenfluoreszenzstrahlung praktisch keine Rolle spielt.

Neben der Anregung von Röntgenstrahlung im Labor ist die Synchrotronstrahlung zu nennen, die bei relativistischer Betrachtung auftritt und eine besondere Form der Bremsstrahlung darstellt. Zur Erzeugung werden Elektronen in ringförmigen Teilchenbeschleunigern, sogenannten Synchrotrons, nahe Lichtgeschwindigkeit beschleunigt. Durch Ablenkung in einem magnetischen Feld, kommt es zur Emission von elektromagnetischer Strahlung tangential zur Bewegungsrichtung der Teilchen, die Synchrotronstrahlung. Diese zeichnet sich durch eine besonders hohe Brillanz aus und eignet sich sehr gut zur Strukturaufklärung in vielfältigen Forschungsgebieten.

Betrachtet man die Entstehung von Bremsstrahlung im Labormaßstab, so werden Elektronen, die auf ein Atom des Targetmaterials treffen, im elektrischen Feld des Atomkerns abgelenkt (siehe Abbildung 2.7). Neben der häufiger auftretenden elastischen Wechselwirkung kann es mit geringer Wahrscheinlichkeit auch zur Emission eines Röntgenquants kommen. Bei diesem Prozess ändert das Elektron seine Bewegungsrichtung und verliert einen Teil seiner Energie. Die Energiedifferenz entspricht dabei der Energie des emittierten Photons. Je geringer der Abstand des Elektrons zum Atomkern ist, desto höher ist die auf das Elektron wirkende Coulomb-Kraft. Dementsprechend wird das Elektron stärker abgelenkt und verliert

einen Großteil seiner Energie. Die resultierende Energie des Röntgenquants ist folglich vergleichsweise hoch (Gottstein, 2007).

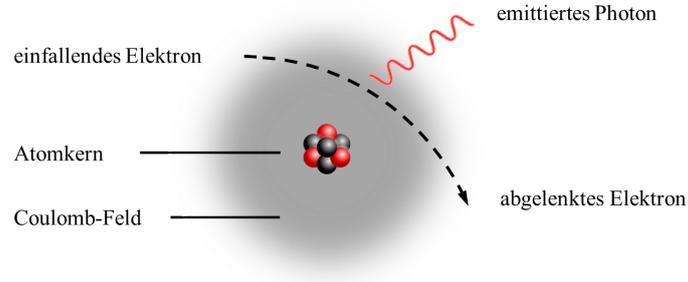


Abb. 2.7: Emission von Bremsstrahlung durch Ablenkung eines Elektrons im Coulomb-Feld eines Atomkerns.

Löst das einfallende Elektron ein Hüllenelektron aus dem Atomverbund, so wird das Atom ionisiert und es liegt eine Leerstelle vor. Diese Leerstelle kann von einem Elektron eines höheren Energieniveaus aufgefüllt werden, wobei die freiwerdende Energie in Form eines Photons abgegeben wird - die charakteristische Röntgenstrahlung (siehe Abbildung 2.8). Dieser Pro-

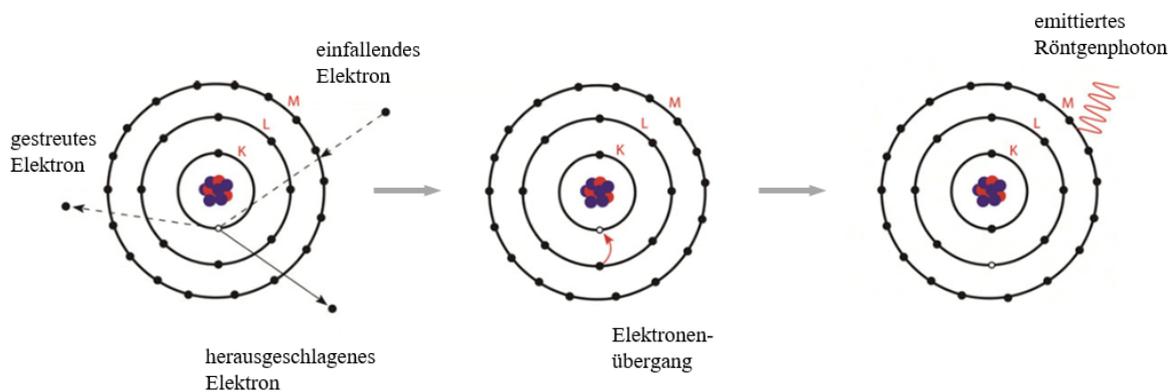


Abb. 2.8: Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung: Das einfallende Elektron löst ein Elektron aus dem Atomverbund (hier K-Schale) und hinterlässt eine Leerstelle, welche von einem Elektron eines höheren Energieniveaus (hier L-Schale) eingenommen wird. Die Energiedifferenz wird in Form eines Röntgenquants freigesetzt (Ul-Hamid, 2018).

zess, bei dem das ionisierte Atom in seinen Grundzustand übergeht, steht in Konkurrenz zur Emission eines Augerelektrons. Die Anregung charakteristischer Röntgenstrahlung ist nur dann möglich, wenn die einfallende Energie E_0 größer als die Ionisationsenergie der jeweiligen Atomschale E_c ist. Diese Anforderung wird auch als Überspannungsverhältnis U_0 bezeichnet (Gottstein, 2007) und folgendermaßen berechnet:

$$U_0 = E_0/E_c > 1. \quad (7)$$

Das Optimum des Überspannungsverhältnis liegt bei einem Wert von zwei bis drei. Die Energie des emittierten Röntgenphotons ergibt sich aus der Energiedifferenz der beiden am Prozess beteiligten Elektronenschalen. Nimmt bspw. ein Elektron der L-Schale den Platz eines Elektrons der K-Schale ein, berechnet sich die Energie des Photons E_P wie folgt:

$$E_P = E_L - E_K . \quad (8)$$

E_K bezeichnet dabei die Elektronenenergie der K-Schale und E_L die Elektronenenergie der L-Schale.

Die maximale Emissionstiefe z_e von charakteristischer Röntgenstrahlung mit der Energie E_c aus einem Vollmaterial kann mit Hilfe der Anregungsenergie E_0 wie folgt abgeschätzt werden (Castaing, 1960; Gaber & Fitting, 1985):

$$z_e = 0,033(E_0^{1,7} - E_c^{1,7}) \frac{A}{\rho Z} . \quad (9)$$

Die maximale Emissionstiefe hängt neben der Ordnungszahl Z von der Atommasse A und der Dichte ρ ab. Ab dieser Tiefe besitzen die Elektronen eine Energie von kleiner gleich E_c und können somit keine Röntgenquanten in Höhe der kritischen Energie anregen. Zur Abschätzung des Röntgenbrennflecks liefert die Emissionstiefe der Röntgenstrahlung einen genaueren Wert als die Größe der Wechselwirkungszone, da der Energieschwellenwert des verwendeten Detektors von 5 keV ebenfalls berücksichtigt werden kann. Elektronen mit einer Energie von 30 keV emittieren infolge der Wechselwirkung mit Wolfram Photonen mit einer Energie von 5 keV in einer maximalen Emissionstiefe von:

$$z_e = 0,033(30^{1,7} - 5^{1,7}) \frac{183,84}{19,25 \cdot 74} = 1,31 \mu m . \quad (10)$$

Dieser Wert liegt ca. 350 nm bzw. 20 % unterhalb der Größe der berechneten WWZ und spiegelt präziser die Realität wider.

Da sich die Energieniveaus der Atomschalen einzelner Elemente unterscheiden, besitzen die emittierten Röntgenquanten eine charakteristische Energie und sind daher als charakteristische Linien im Röntgenspektrum zu erkennen (siehe Abbildung 2.9). Die charakteristische Röntgenstrahlung kann daneben auch zur Materialidentifikation genutzt werden. Da die Bremsstrahlung alle Energien zwischen Null und der Anregungsenergie des Elektrons aufweisen kann, bildet die Bremsstrahlung ein kontinuierliches Energiespektrum aus. Gemeinsam ergeben Bremsstrahlung und charakteristische Röntgenstrahlung das emittierte Röntgenspektrum.

Die maximale Energie des Röntgenspektrums ist durch die Energie der anregenden Teilchen limitiert und wird nur mit geringer Wahrscheinlichkeit emittiert. Aufgrund der Streuprozesse stehen tendenziell mehr Teilchen mit geringerer Anregungsenergie zur Verfügung, weshalb die Intensität des Bremsspektrums hin zu niedrigeren Photonenenergien steigt. Nahe

Null nimmt die Intensität jedoch, aufgrund der Absorption durch das emittierende Material selbst (Eigenabsorption oder Selbstabsorption), steil ab (Reimer, 1998; Buzug, 2011).

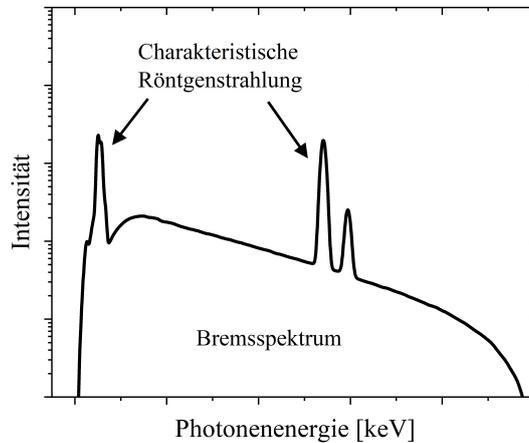


Abb. 2.9: Schematische Darstellung des Röntgenspektrums mit dem Anteil der Bremsstrahlung und charakteristischen Strahlung. Die charakteristischen Linien kommen aufgrund der spezifischen Elektronenübergänge zustande.

Eine weitere Eigenschaft, welche die Röntgenstrahlung beschreibt, ist die sogenannte räumliche und zeitliche Kohärenz. Die räumliche Kohärenz gibt die Übereinstimmung der Phasenbeziehung an verschiedenen Punkten im Raum an. Die zeitliche Kohärenz gibt die Konstanz der Phasenbeziehung einer Welle über die Zeit an. Als kohärent werden Wellen mit konstanter Phasenbeziehung bezeichnet, die folglich die Interferenz ermöglichen. Liegt keine konstante Phasenbeziehung vor, so sind die Wellen inkohärent.

Die Kohärenz ist ein Schlüsselparaxter für die Phasenkontrast-Bildgebung, wobei vor allem die räumliche Kohärenz essenziell ist und typischerweise durch eine kleine Quellengröße erreicht werden kann (Jacobsen, 2019).

2.2.2 Wechselwirkungen von Röntgenquanten mit Materie

Nach dem Lambert-Beerschen Gesetz wird die Ausgangsintensität der Röntgenstrahlung I_0 beim Durchstrahlen von Materie der Dicke d wie folgt geschwächt:

$$I = I_0 e^{-\mu d} . \quad (11)$$

Hierbei wird μ als linearer Schwächungskoeffizient beschrieben, welcher mittels der Dichte ρ in den Massenschwächungskoeffizient μ_m umgerechnet werden kann:

$$\mu = \rho \mu_m . \quad (12)$$

Die Berechnung der Schwächung entlang eines Weges ergibt sich für monochromatische Strahlung aus

$$I = I_0 e^{-\int \mu(x) dx} . \quad (13)$$

Die Ursache der Schwächung der Röntgenstrahlung beruht auf den folgenden Phänomenen:

- Rayleigh-Streuung
- Photoelektrischer Effekt
- Compton-Effekt
- Paarbildung

Der Einfluss durch die zuvor genannten Phänomene auf die Schwächung der Röntgenstrahlung wird im Massenschwächungskoeffizient zusammengefasst. Als Gleichung ausgedrückt ist der Massenschwächungskoeffizient proportional zur Summe der beschriebenen Effekte. Deren Einfluss auf die Schwächung wird mittels des Schwächungsquerschnitts σ_i beschrieben, der als Wechselwirkungswahrscheinlichkeit von einfallenden Wellen oder Teilchen mit den Teilchen des Targetmaterials verstanden werden kann.

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho} \propto \sum_i \sigma_i \quad (14)$$

Die Paarbildung, bei der infolge der Wechselwirkung von Photon und Atomkern ein Elektron-Positron-Paar erzeugt wird, tritt erst bei Energien größer 1 MeV auf und ist daher für die Nano-CT nicht relevant. Beim Compton-Effekt wird, wie in Abbildung 2.10 (a) dargestellt, das Photon an einem Elektron gestreut und löst dieses aus dem Atomverbund. Im Gegensatz dazu wird beim photoelektrischen Effekt, wie in Abbildung 2.10 (b) gezeigt,

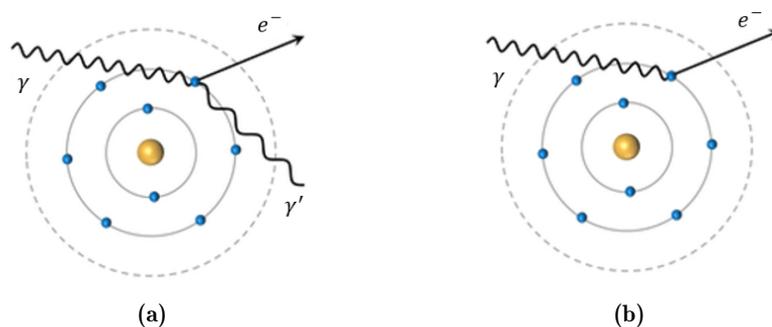


Abb. 2.10: Wechselwirkung von Photon und Materie: (a) Compton-Effekt und (b) photoelektrischer Effekt (Soliman, 2017)

die gesamte Energie des Photons nach dem Stoßprozess mit einem Elektron absorbiert, wodurch ebenfalls ein Elektron freigesetzt wird. Der Compton-Effekt und die elastische Rayleigh Streuung sind bei der Schwächung von niederenergetischer Röntgenstrahlung im betrachteten Bereich von 0-30 keV vernachlässigbar. Der dominierende Effekt zur Schwächung niederenergetischer Röntgenstrahlung stellt der photoelektrische Effekt dar, was auch im Schwächungs-

diagramm in Abbildung 2.11 (a) deutlich erkennbar ist (Reimer, 1998; Russo, 2017). Damit vereinfacht sich Gleichung 14 zu

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho} \propto \sigma_{PE} \quad (15)$$

und die Schwächung wird nur durch den Absorptionsquerschnitt des photoelektrischen Effekts σ_{PE} bestimmt.

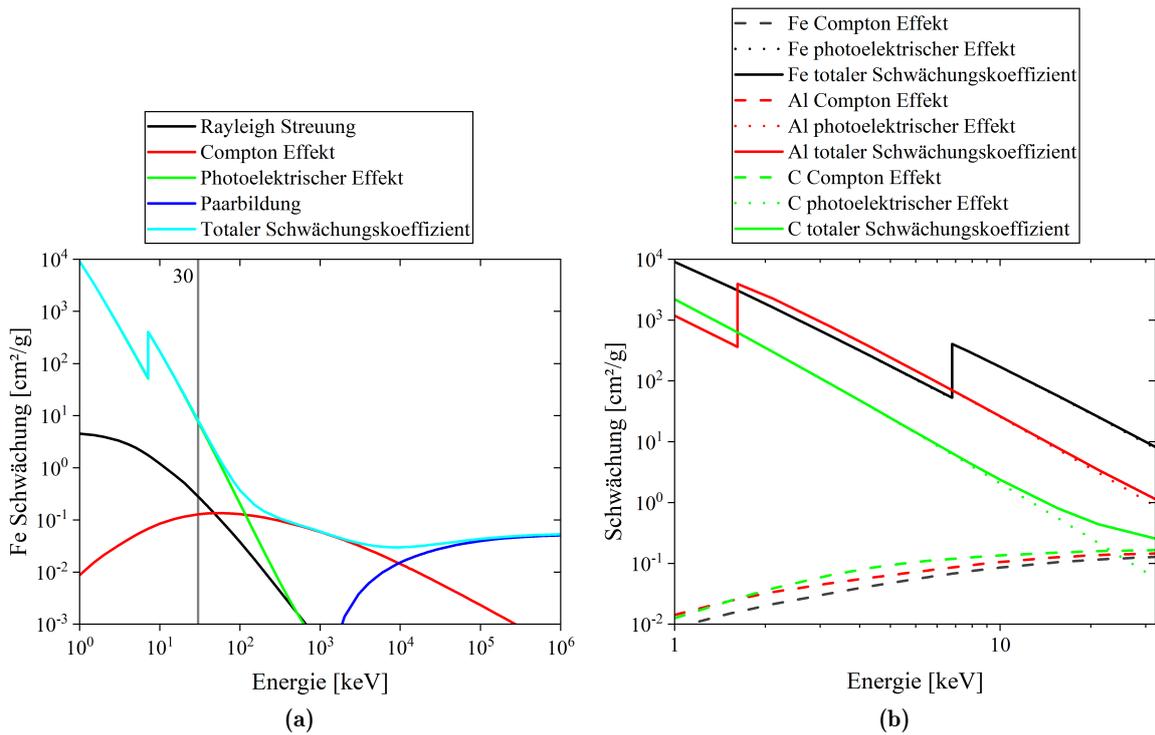


Abb. 2.11: (a) Schwächung von Röntgenstrahlung: Anteile der einzelnen Effekte (Rayleigh Streuung, Compton-Effekte, Photoelektrischer Effekt, Paarbildung) und Darstellung des totalen Schwächungskoeffizienten am Beispiel von Eisen. Die vertikale Linie entspricht der maximalen Energie von 30 keV, welche in dieser Arbeit verwendet wird. (b) Totaler Massenschwächungskoeffizient für Fe, Al und C im Energiebereich von 1-30 keV, der durch den photoelektrischen Effekt dominiert wird (teilweise von totalen Schwächungskoeffizienten überlagert). Deutlich sichtbar ist die Absorptionskante, die den Schwächungskoeffizienten stark verändert.

Für die Schwächung von Röntgenstrahlung in der REM-basierten CT gilt damit in vereinfachter Form:

$$\frac{\mu}{\rho} \propto \frac{Z^4}{A E^3} . \quad (16)$$

Es wird deutlich, dass bei konstanter Photonenenergie die Schwächung der Röntgenstrahlung neben der Dichte und Atommasse maßgeblich durch die Ordnungszahl bestimmt wird (Reimer, 1998; Russo, 2017).

Abbildung 2.11 (b) zeigt die Schwächung durch den Compton-Effekt, den photoelektrischen Effekt und totalen Massenschwächungskoeffizienten am Beispiel von Eisen (Fe), Aluminium (Al) und Kohlenstoff (C) für den Energiebereich zwischen 1 und 30 keV. Unabhängig von schwach oder stark absorbierenden Materialien dominiert der photoelektrische Effekt die Schwächung der Röntgenstrahlung. Mit steigender Photonenenergie nimmt die Schwächung durch den photoelektrischen Effekt im Allgemeinen ab, da die Ionisationswahrscheinlichkeit sinkt.

Auffallend ist die sogenannte Absorptionskante, die am Beispiel von Eisen bei ca. 7 keV sichtbar ist und auf die unterschiedlichen Bindungsenergien der Elektronenschalen zurückzuführen ist. Wird die Energie eines einfallenden Teilchens kontinuierlich erhöht, so überschreitet dieses bei einer kritischen Energie die Bindungsenergie einer nächst höheren Elektronenschale, sodass die Energie des einfallenden Teilchens ausreicht, auch diese Elektronen aus dem Atom herauszulösen. Folglich steigt die Anzahl der möglichen Wechselwirkungen und der Schwächungskoeffizient nimmt sprunghaft zu. Für Energien größer 7 keV zeigt sich das zu erwartende Verhalten, dass Fe stärker als Al und Al stärker als C die Röntgenstrahlung schwächt. Unterhalb dieser Energie verändert sich das Verhalten aufgrund der Absorptionskante und das vermeintlich stärker absorbierende Fe weist eine geringere Schwächung als Al auf. Erst unterhalb der Absorptionskante von Al unterscheidet sich der Schwächungskoeffizient wieder signifikant gegenüber Fe (Reimer, 1998; Buzug, 2011). Weiterführende Literatur zum Thema Röntgenquanten und deren Interaktion mit Teilchen findet sich unter anderem in Reimer (1998) oder Russo (2017).

2.2.3 Detektion von Röntgenquanten

Zur bildgebenden Detektion von Röntgenstrahlung werden Detektoren verwendet, die aufgrund ihrer Funktionsweise in zwei Gruppen unterteilt werden können: indirekt und direkt konvertierenden Röntgendetektoren.

Bei indirekt konvertierenden Detektoren werden Szintillatoren (z.B. Caesiumiodid) verwendet, die die auftreffende Röntgenstrahlung in Lichtimpulse umwandeln. Die Helligkeit der Lichtimpulse ist proportional zur Energie und Intensität der absorbierten Strahlung. Eine Kamera oder Photodiode erfasst wiederum das Licht und wandelt es in Grauwerte um (Jacobsen, 2019).

In einem direkt konvertierenden Detektor, wie er auch in dieser Arbeit verwendet wurde, erzeugen die auftreffenden Photonen in einer Halbleiterschicht Elektron-Loch Paare, deren Anzahl proportional zur Energie der absorbierten Photonen ist. Als Halbleiter- bzw. Sensor-material wird hauptsächlich Silizium, Cadmiumtellurid oder Galliumarsenid verwendet. Darunter befindet sich die Auslese-Elektronik, welche die Pixelgröße des Detektors vorgibt. Jeder einzelne Pixel ist über eine Lotperle (engl. bump-bonding) mit der Sensorschicht verbunden, sodass durch Anlegen einer Spannung die erzeugten Ladungsträger abgegriffen und ausgelesen

werden können. Diese Technologie ermöglicht die Detektion einzelner Photonen, weshalb man auch von photonenzählenden Detektoren spricht (Schumacher et al., 2016; Fuchs & Hanke, 2018). Ausführliche Erläuterungen zur Röntgendetektion und photonenzählenden Detektoren stellen beispielsweise die Publikationen von Lowe & Sareen (2014) und Russo (2017) dar.

2.3 Röntgenbildung

Bei der zerstörungsfreien Abbildung von Werkstoffen mittels Röntgenstrahlung wird zwischen der zweidimensionalen und dreidimensionalen Untersuchungsmethode unterschieden. Bei der digitalen Radioskopie wird das Untersuchungsobjekt zwischen der Röntgenquelle und dem Röntgendetektor positioniert, wodurch eine zweidimensionale Projektion des Objekts erzeugt werden kann. Die daraus resultierende Röntgen- bzw. Durchstrahlungsaufnahme wird auch Radiographie genannt.

Für eine dreidimensionale Darstellung, wie sie in der Computertomographie (CT) realisiert wird, werden mehrere Radiographien aus verschiedenen Winkeln über einen Rotationsbereich von mindestens 180° aufgenommen. Mithilfe geeigneter Rekonstruktionsverfahren lässt sich aus diesen Aufnahmen ein dreidimensionales Volumenmodell des Objekts berechnen.

Allgemein kann die Bildgebung mittels Röntgenquanten im Bereich der laborbasierten Nano-CT auf unterschiedliche Weise realisiert werden (siehe Abbildung 2.12): basierend auf geometrischer Vergrößerung, welche auch als Direktvergrößerung bezeichnet wird, oder mit Hilfe von Röntgenlinsen. Die Funktionsweise und die daraus resultierenden Abbildungseigenschaften beider Varianten werden in den folgenden Kapiteln 2.3.1 und 2.3.2 erläutert.

2.3.1 Direktvergrößerung

Wie in Abbildung 2.12 (a) zu sehen, ist die Abbildungsgeometrie in der Direktvergrößerung im Vergleich zum Linsensystem unkompliziert und die Hardwarekomponenten beschränken sich auf eine Röntgenquelle, einen Probenmanipulator und einen Röntgendetektor. In der digitalen Radioskopie wird ein kegelförmiger Teil der emittierten Röntgenstrahlung (engl. cone-beam CT) genutzt, um das Objekt mittels geometrischer Vergrößerung auf dem Detektor abzubilden. Die Bildentstehung ist in Abbildung 2.13 schematisch für den zweidimensionalen Fall dargestellt. Die von der Quelle emittierte Röntgenstrahlung wird vom Objekt geschwächt und trifft danach auf einen Detektorpixel mit der Koordinate x . Ein Datenpunkt im dreidimensionalen Raum entspricht dabei einem Voxel. Die Vergrößerung des Objekts M kann aus dem Abstand zwischen Quelle und Detektor d_{FD} und dem Abstand von Quelle und Objekt d_{FO} wie folgt berechnet werden:

$$M = \frac{d_{FD}}{d_{FO}}. \quad (17)$$

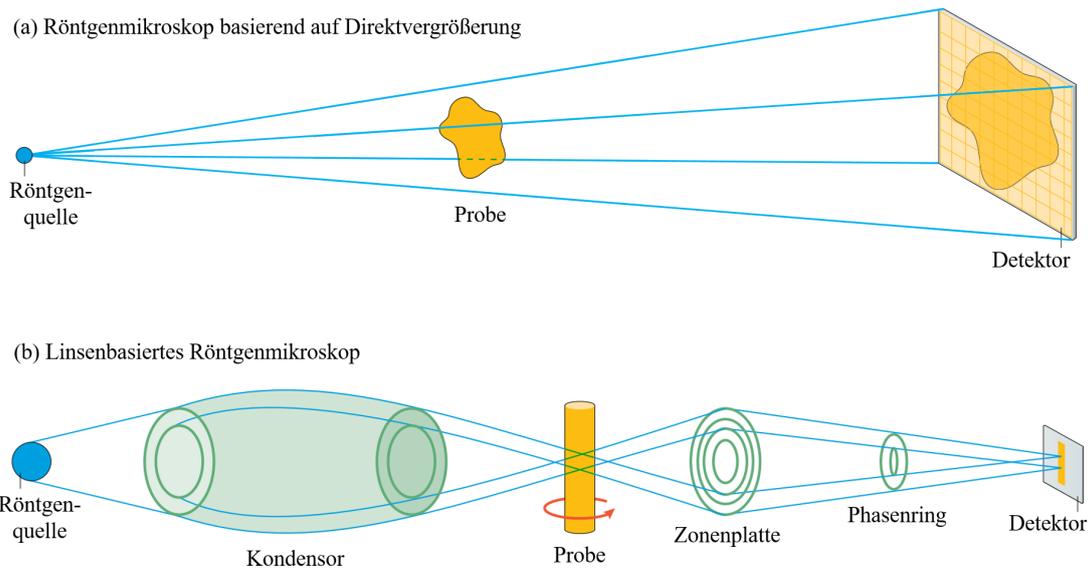


Abb. 2.12: (a) Setup eines Röntgenmikroskops mit geometrischer Direktvergrößerung (b) Setup eines linsenbasierten Röntgenmikroskops, bei dem die Röntgenstrahlung mittels Röntgenoptik fokussiert und die Abbildung auf dem Röntgendetektor durch ein weiteres optisches System vergrößert wird (Phasenring ermöglicht Zernike-Phasenkontrast). (Adaptiert von Withers et al. (2021).)

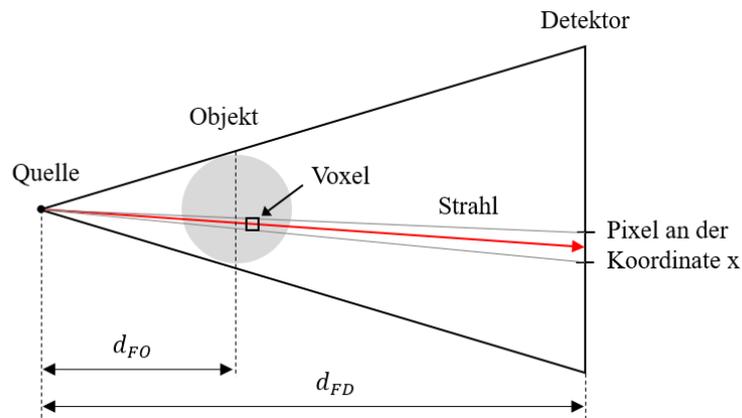


Abb. 2.13: Bildentstehung in der Radiographie mit Kegelstrahlgeometrie (Ansicht von oben): Ein exemplarischer Röntgenstrahl (roter Strahl) wird beim Passieren eines Objekts geschwächt und danach in der Detektorebene detektiert.

Die daraus resultierende Voxelgröße s_v ergibt sich aus der Pixelgröße des Detektors p_d und der Vergrößerung zu

$$s_v = \frac{p_d}{M}. \quad (18)$$

Um räumlich hochauflösende Aufnahmen mittels Direktvergrößerung zu erreichen, ist ein möglichst kleiner Röntgenbrennfleck notwendig, der wiederum zu einer niedrigen geometrischen Unschärfe führt. Wird zur angestrebten Minimierung der Röntgenbrennfleck geome-

trisch beschränkt, verringert sich bei gleichbleibenden Elektronenstrahlparametern die Zahl der emittierten Röntgenquanten. Gleichzeitig wird gegenüber linsenbasierten Systemen das gesamte Röntgenspektrum (Bremsstrahlung und charakteristische Röntgenstrahlung) zur Bildgebung genutzt. Um eine ausreichend hohe geometrische Vergrößerung zu erzielen, ist ein gewisser Abstand zwischen Quelle und Detektor notwendig, woraus sich ein sehr kleiner Öffnungswinkel der bildgebenden Strahlen ergibt. (Die Abbildungseigenschaften des in dieser Arbeit verwendeten Systems werden in Kapitel 3.2 beschrieben.)

2.3.2 Linsenbasierte Systeme

Aufgrund des Durchstrahlungsprinzips und der Analogie zur Transmissionselektronenmikroskopie werden die linsenbasierten Systeme auch als Transmissionströntgenmikroskope (engl. transmission X-ray microscope (TXM)) bezeichnet (Jacobsen, 2019). Abbildung 2.12 (b) zeigt den schematischen Aufbau eines linsenbasierten Röntgenmikroskops. Die Funktionsweise des linsenbasierten Systems liegt darin, mit geeigneter Röntgenoptik die Röntgenstrahlung zu fokussieren und ein vergrößertes Bild eines Objekts auf dem Detektor abzubilden.

Die am weitesten verbreitete Lösung ist die Verwendung eines Kapillar-Kondensors in Kombination mit einer Fresnel-Zonenplatte (FZP). Durch Totalreflexion fokussiert der Kondensator die Röntgenstrahlung auf die Probe und die FZP dient als Objektivlinse und vergrößert das Objekt auf den Detektor. Die FZP ist aus abwechselnd für Röntgenstrahlung transparenten und absorbierenden konzentrischen Ringen aufgebaut, deren Zonenbreite sich mit steigendem Radius verringert. Sie bestehen aus einer nahezu röntgentransparenten Membran, auf die die stark absorbierenden Ringe aufgebracht sind. Durchläuft Röntgenstrahlung zwei benachbarte Zonen, werden beide Wellen an den konzentrischen Ringen gebeugt, sodass sie bei einer Weglängendifferenz von $n\lambda$ (Beugungsordnung n mit $n = 0, 1, 2, \dots$) konstruktiv im Fokuspunkt interferieren. Bei Abweichungen von $n\lambda$ werden die Wellen von den stark absorbierenden Ringen geblockt. Die durch die Beugung limitierte räumliche Auflösung δ wird durch die äußere Zonenbreite d_z bestimmt und kann mathematisch mit

$$\delta = 1,22 \frac{d_z}{n} \quad (19)$$

beschrieben werden.

Linsenbasierte Systeme arbeiten mit nahezu monochromatischer Strahlung, da die Optiken auf genau eine Wellenlänge ausgerichtet sind. Zur Nutzung unterschiedlicher Röntgenenergien sind daher verschiedene Linsensysteme bzw. Kalibrierungen notwendig. Aufgrund der fokussierenden Optik spielt die Größe des Röntgenbrennflecks eine untergeordnete Rolle, sodass als Röntgenquelle üblicherweise Drehanoden genutzt werden, die einen hohen Photonenfluss erzielen. Der hohe Photonenfluss ist zwingend notwendig, da die Optiken einen niedrigen Wirkungsgrad haben und einen Großteil der Photonen absorbieren. Wird ein Phasenring im

Strahlengang platziert, kann neben dem Absorptionskontrast auch Phasenkontrast zur Bildgebung genutzt werden (Jacobsen, 2019; Withers, 2007; Withers et al., 2021).

2.3.3 Absorptions- und Phasenkontrast

Passiert Röntgenstrahlung oder eine elektromagnetische Welle ein Objekt, so verändert sich sowohl die Intensität als auch die Phase der Welle in Abhängigkeit des Brechungsindex n_i . Dies kann mathematisch mit

$$n_i = 1 - \xi + i\nu \quad (20)$$

ausgedrückt werden, wobei der Imaginärteil ν die Schwächung im Sinne des Absorptionskontrastes und der Realteil ξ die Phasenverschiebung beschreibt. Die Schwächung der Röntgenstrahlung wird, wie in Kapitel 2.2.2 und Gleichung 13 gezeigt, als Linienintegral entlang eines Strahls durch das Objekt berechnet, wobei die Intensität nach dem Lambert-Beerschen Gesetz abfällt.

Der Absorptionskontrast liefert kontrastreiche Bilder, wenn Objekte mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung oder Dichte abgebildet werden und stößt an seine Grenzen, sobald Materialien mit ähnlichem Schwächungsverhalten untersucht werden (Withers et al., 2021).

Um dennoch kontrastreiche Aufnahmen zu erhalten, bietet es sich an, die Phasenverschiebung der geschwächten Wellenfront abzubilden. Der Phasenkontrast kann auf verschiedene Arten detektiert werden und wird dementsprechend begrifflich getrennt. Am weitesten verbreitet sind:

- propagationsbasierter Phasenkontrast (engl. propagation-based phase contrast, auch engl. in-line phase contrast genannt)
- Zernike-Phasenkontrast mit Hilfe eines Phasenrings
- gitterbasierter Phasenkontrast (engl. grating-based phase contrast)

Letzterer wird in der laborbasierten Nano-CT aufgrund des Wirkungsgrades nicht genutzt und ist daher nur in der Mikro-CT verbreitet.

Die Bedingung für den propagationsbasierten Phasenkontrast ist eine hohe räumliche Kohärenz, die einerseits durch große Entfernungen des Detektors oder andererseits durch einen sehr feinen Brennfleck zustande kommt. Nachdem die Röntgenstrahlung ein Objekt passiert hat, wird die Wellenfront, wie in Abbildung 2.14, verzerrt, sodass sich die Ausbreitungsrichtung der Wellen an Objekt- und Phasengrenzen kreuzt. Dies führt zu konstruktiver Interferenz und der Ausbildung von Fresnel-Beugung. Damit können schon kleine Änderungen der Wellenfront zu einem Kontrastsprung auf dem Detektor führen (engl. fringes). Da keine hohen Anforderungen an die zeitliche Kohärenz gegeben ist, ist der propagationsbasierte Phasenkontrast auch mit polychromatischer Strahlung möglich (Mayo et al., 2012). Da die REM-basierte

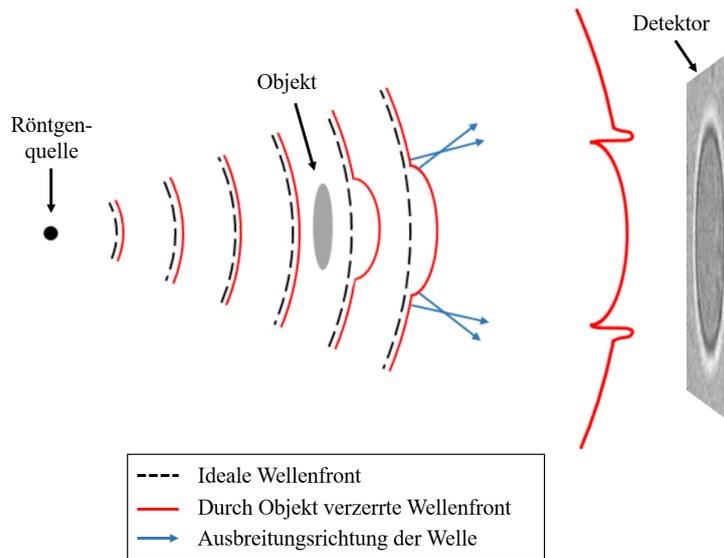


Abb. 2.14: Propagation-basierter Phasenkontrast: Die Wellenfront wird verzerrt und es kommt zur Interferenz an Objekt- und Phasengrenzen (adaptiert von Mayo et al. (2012)).

Nano-CT die zuvor beschriebenen Bedingungen erfüllt, ist auch in dem hier verwendeten System der propagation-basierte Phasenkontrast zu beobachten.

Für linsenbasierte Systeme wird häufig der von Fritz Zernike (1935) entwickelte Zernike-Phasenkontrast angewandt, bei dem ein sogenannter Phasenring, wie er in Abbildung 2.12 dargestellt ist, im Strahlengang positioniert wird. Dadurch wird die Phase der ungebeugten Strahlung um $\pi/2$ bzw. $3\pi/2$ gegenüber der gebeugten Strahlung verschoben, sodass die durch das Objekt verursachte Phasenverschiebung eine starke Kontrasterhöhung liefert (Jacobsen, 2019; Withers et al., 2021; Kumar et al., 2015).

3 Methodik

Eine Möglichkeit um in der Nano-CT eine möglichst hohe räumliche Auflösung zu erzielen, besteht darin, einen möglichst kleinen Röntgenbrennfleck auf dem Target zu erzeugen, was wiederum in einer geringen geometrischen Unschärfe resultiert. Notwendig ist dazu ein besonders fein fokussierter Elektronenstrahl, wie man ihn in der Rasterelektronenmikroskopie findet.

Aus dieser Idee entwickelte sich die REM-basierte Nano-CT, welche Gegenstand dieser Arbeit ist. Da sich die Parametereinstellungen des REMs wesentlich auf die Röntgenbildgebung auswirken, wird der Aufbau und die Funktionsweise im Folgenden erläutert.

3.1 Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektroskopie

Die Basis der REM-basierten Nano-CT bildet das Rasterelektronenmikroskop, dessen Strahlengang schematisch in Abbildung 3.1 dargestellt ist.

Als Informationsträger wird in der Elektronenmikroskopie ein fein fokussierter Elektronenstrahl, der punktförmig über die Probe gerastert wird, genutzt. Die bei der Wechselwirkung mit dem Probenmaterial entstehenden Produkte werden anschließend mit geeigneten Detektorsystemen analysiert. Je nach System kann dadurch nicht nur die Topographie der Probe, sondern bspw. auch die chemische Zusammensetzung oder die Kristallorientierung orts aufgelöst abgebildet werden.

Der Aufbau eines REMs besteht im Grunde aus zwei Teilen: Eine Elektronensäule, in der die Elektronen emittiert und fokussiert werden, und einer Experimentierkammer, in der das Probenmaterial platziert und die Wechselwirkungsprodukte von Elektron und Materie von geeigneten Detektoren charakterisiert werden. Daneben sorgen Vakuumpumpen für das im Betrieb notwendige Ultrahochvakuum. Besondere Relevanz für diese Arbeit haben Kenntnisse über den Aufbau der Elektronensäule, welche folgend im Detail erklärt werden.

In der als Tubus aufgebauten Elektronensäule befindet sich am oberen Ende der Elektronenemitter, welcher als Elektronenquelle dient. Zur Emission von Elektronen werden zwei physikalische Effekte ausgenutzt: die thermische Emission und die Feldemission. Weit verbreitet sind sogenannte Schottky-Feldemitter, die beide Effekte vereinen und somit das Optimum aus hohen Strahlströmen bei gleichzeitig hoher Auflösung und Lebensdauer bilden. Durch das Anlegen eines elektrischen Feldes an eine Wolframkathode mit einem Spitzenradius von ca. 100 nm entsteht eine besonders hohe Feldstärke, die die Potentialbarriere und somit die Austrittsarbeit für Elektronen verringert. Dadurch überwinden Elektronen bereits bei geringen Heizströmen bzw. niedrigen Temperaturen durch ihre thermische Energie die Austrittsarbeit der Kathode.

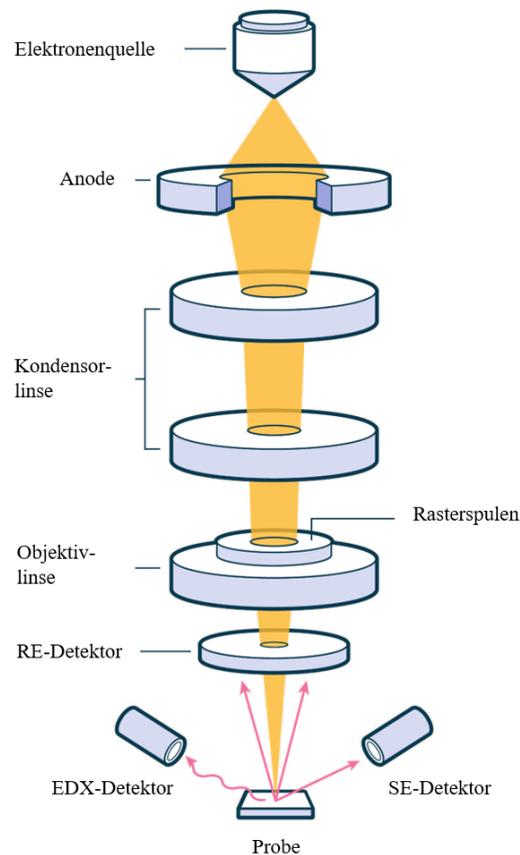


Abb. 3.1: Schematischer Aufbau eines REMs: Der emittierte Elektronenstrahl wird in der Elektronensäule durch das Linsensystem fokussiert und mit Hilfe der eingebauten Rasterspulen über die Probe gerastert. In der Probenkammer befindet sich der Probenstisch, auf dem das Probenmaterial platziert wird, sowie verschiedene Detektorsysteme zur Analyse der Signale, die aus der Wechselwirkung der Elektronen mit Materie resultieren (Technology Networks, 2024).

Mithilfe einer zusätzlichen Extraktionsspannung von wenigen Kilovolt werden die Elektronen emittiert und durch eine weitere Elektrode mit negativer Biasspannung (Wehnelt-Zylinder) fokussiert. Aus diesem Fokuspunkt werden die Elektronen durch eine angelegte Beschleunigungsspannung von typischerweise 5-30 kV beschleunigt, um so einen monoenergetischen Elektronenstrahl zu erzeugen.

Um Kollisionen von Elektronen mit anderen Atomen und Molekülen zu vermeiden, ist ein Ultrahochvakuum (ca. $10^{-8} Pa$) in der Elektronensäule notwendig. Gleichzeitig wird damit der Oxidation des Filaments und dadurch der Verringerung der Lebensdauer entgegengewirkt.

Bei dem in dieser Arbeit verwendeten REM der Firma Jeol mit der Bezeichnung JSM-7900F befindet sich zunächst ein sogenannter Noise Canceler (NC) im Strahlengang. Dabei handelt es sich um eine Lochblende von ca. 2 mm im Durchmesser, die in den Strahlengang hineingefahren werden kann, um gestreute Elektronen zu reduzieren. Nach dem Passieren der

Optiken und Kondensatoren trifft der Elektronenstrahl auf die Objektivblende (engl. objective lense aperture (OLAP)). Hierbei lassen sich fünf verschiedene mechanisch justierbare Blenden mit einem Durchmesser zwischen 30 μm und 1000 μm auswählen, die den Strahldurchmesser und damit auch den Strahlstrom regulieren.

Zur Bestimmung des resultierenden Strahlstroms befindet sich direkt unterhalb der Objektivblende ein Faraday-Cup (FC), welcher pneumatisch in den Strahlengang gebracht werden kann. Am Ausgang der Elektronensäule sind Raster- und Vergrößerungsspulen zur Strahlpositionierung verbaut. Um den vom Probenmaterial absorbierten Elektronenstrom in der Experimentierkammer zu messen, ist der Probentisch zusätzlich mit einem Picoamperemeter versehen.

Zur Durchführung der energiedispersiven Röntgenspektroskopie zur chemischen Analyse im REM, werden Röntgenquanten, die infolge der Wechselwirkung zwischen Elektronen und Probenmaterial emittiert werden (siehe Kapitel 2.2.1), von einem geeigneten Detektorsystem erfasst. Zum Einsatz kommt häufig ein Silizium-Drift-Detektor (SDD), bei dem es sich um einen energiedispersiven Halbleiterdetektor handelt. Die auf das Halbleitermaterial auftreffenden Photonen erzeugen Elektronen-Loch Paare, deren Anzahl proportional zur Energie der Photonen ist. Aus der abgegriffenen Spannung wird somit eindeutig die Energie des detektierten Photons bestimmt. Aus der Analyse einer Vielzahl von Photonen resultiert ein Röntgenspektrum, in dem wiederum die charakteristischen elementspezifischen Energien identifiziert und den chemischen Elementen zugewiesen werden.

Wird die Probe Punkt für Punkt abgerastert, erhält man eine orts aufgelöste Verteilung der im Material vorhandenen chemischen Elemente. Der EDX-Detektor ist im verwendeten System auf einen festen Arbeitsabstand von 10 mm fokussiert. Weitere Information zum REM und EDX können unter anderem Reimer (1998) und Goldstein et al. (2017) entnommen werden.

3.2 REM-basierte Nano-CT: das XRM-II nano-CT

Das verwendete XRM-II nano-CT (im Folgenden nur noch XRM-II genannt) der Firma Procon X-ray ist ein REM-basiertes Nano-CT, welches auf dem zuvor beschriebenen JEOL JSM-7900F aufgebaut ist. Eine Möglichkeit eine hochauflösende Nano-CT zu konzipieren, besteht in der Erzeugung eines möglichst kleinen Röntgenbrennflecks (weitere Informationen in Kapitel 2.3.1). Für dieses Ziel bietet das REM die idealen Voraussetzungen, da es einen fein fokussierten Elektronenstrahl bis zu einem Strahldurchmesser von wenigen Nanometer bereit stellen kann. In Kombination mit einem kleinen Röntgentarget im Bereich weniger Mikrometer bis Nanometer kann so ein sehr kleiner Röntgenbrennfleck erzeugt werden, um eine hohe räumliche Auflösung in der Röntgenbildgebung zu erzielen.

Wie im schematischen Aufbau in Abbildung 3.2(a) und dem Foto in Abbildung 3.2(b) zu sehen, sind als zusätzliche Hardwarekomponenten ein dreiachsiger Manipulator mit Rönt-

gentarget in die Kammer des REMs eingebaut, der sich gegenüber eines photonenzählenden Röntgendetektors (engl. photon counting X-ray detector (PCXD)) befindet. Der Targetmanipulator besitzt vier Hülsen zum Aufnehmen verschiedener Röntgentargets (Abbildung 3.2 (a) zeigt nur eine Hülse mit einem Nadeltarget), sodass gleichzeitig Targets verschiedener Geometrie und chemischer Zusammensetzung eingebaut werden können.

Als PCXD ist ein WidePIX2(1)X5-MPX3 der Firma ADVACAM mit Cadmiumtellurid (CdTe) als Detektormaterial verbaut. Die gesamte Sensorfläche besteht aus zwei Reihen mit jeweils fünf Medipix3 Detektorchips mit einer Größe von 256×256 Pixel (Astromskas et al., 2016; Ballabriga et al., 2007, 2011). Eine zusätzliche Pixelreihe dient zum Verbinden der Chips, wodurch sich insgesamt 1290×516 Pixel ergeben. Mit einer Pixelgröße von $55 \mu\text{m}$ liegt damit die sensitive Detektorfläche bei $70,95 \text{ mm} \times 28,38 \text{ mm}$. Die Detektionsempfindlichkeit des Detektors liegt über einem energetischen Schwellenwert von 5 keV , da bei niedrigeren Energien das Rauschen dominiert.

Die Steuerung von REM, Target und Röntgendetektor, sowie der Messablauf erfolgt über eine eigens entwickelte Messdatenerfassungssoftware. Neben dem CT-Modus können sämtliche Betriebsmodi des REMs genutzt werden, was das XRM-II zu einer korrelativen Messtechnik in einem geschlossenen Workflow macht.

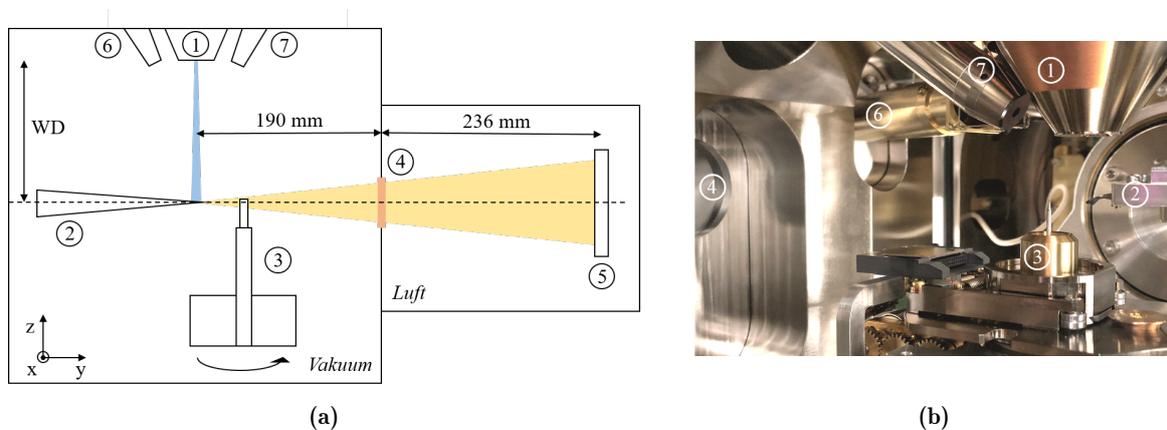


Abb. 3.2: Setup des XRM-II: (a) Schematische Darstellung (Fell et al., 2023c) und (b) Foto der Probenkammer (Fell et al., 2023b). Der in der Elektronensäule (1) generierte Elektronenstrahl (blau) wird auf das nadelförmige Röntgentarget (2) fokussiert und führt zur Emission von Röntgenstrahlung (gelb). Die Röntgenstrahlung wird durch das Probenmaterial, welches in einem Probenhalter platziert ist (3), geschwächt. Nachdem die Röntgenquanten das Vakuum durch das Be-Fenster (4) verlassen, treffen diese nach einigen Zentimetern auf den photonenzählenden Röntgendetektor (5). Der Elektronendetektor (6) und EDX-Detektor (7) können zur korrelativen Mikroskopie eingesetzt werden.

Die optische Achse von Detektor, Probe und Quelle liegt beim CT-Modus bei einem Arbeitsabstand (engl. working distance (WD)) von 18 mm . Daher wird zuerst das Röntgentarget in diese Ebene verfahren und der Elektronenstrahl auf das Target fokussiert. Im Fall des dargestellten Setups in Abbildung 3.2 (a) und 3.3 wird der Elektronenstrahl auf ein nadelförmiges Röntgentarget von ca. 100 nm Durchmesser fokussiert. Durch Umschalten vom Rastermodus

in den Spotmodus wird der Elektronenstrahl in einem Punkt auf dem Target fokussiert und es entsteht ein feiner Röntgenbrennfleck. Zur Bildgebung wird das gesamte Röntgenspektrum aus Bremsstrahlung und charakteristischer Strahlung genutzt, welches über die maximale Anregungsenergie von 30 keV (entspricht maximaler Beschleunigungsspannung im REM) und dem Energieschwellenwert des Detektors von 5 keV eingeschränkt wird.

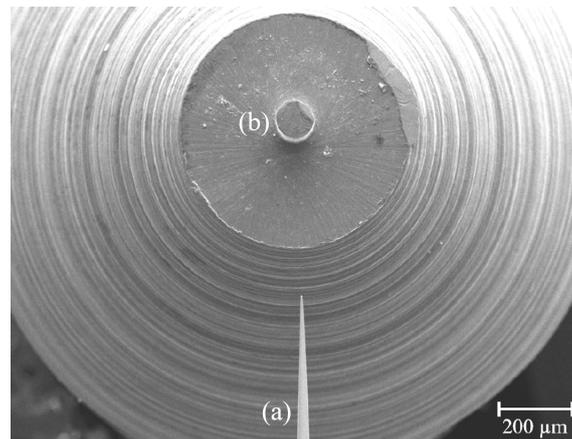


Abb. 3.3: Anordnung von Röntgentarget und Probe im XRM-II: Zur Aufnahme einer Projektion wird der Elektronenstrahl auf die Spitze des Nadeltargets (a) fokussiert. Das zu untersuchende Probenmaterial ist ein Zylinder mit einem Durchmesser von ca. 100 μm (b) (Engstler et al., 2020).

Wird eine Probe zwischen Quelle und Detektor platziert, werden die Photonen beim Passieren der Probe geschwächt und treffen danach auf den Detektor. Da sich der Detektor außerhalb der Vakuumkammer befindet, müssen die Photonen ein 250 μm dickes Beryllium (Be)-Fenster und ca. 22,6 cm Luft passieren. Die geometrische Vergrößerung und die daraus resultierende Pixelgröße einer Radiographie wird durch den Quelle-Objekt-Abstand und den Quelle-Detektor-Abstand definiert und kann wenige Nanometer betragen (siehe Kapitel 2.3.1). Da der Quelle-Detektor-Abstand im XRM-II ca. 42 cm beträgt, liegt der Öffnungswinkel der bildgebenden Strahlung in Z-Richtung α_z und in X-Richtung α_x bei:

$$\alpha_z = 2 \cdot \arctan\left(\frac{14,19}{420}\right) = 3,87^\circ \quad (21)$$

$$\alpha_x = 2 \cdot \arctan\left(\frac{35,48}{420}\right) = 9,66^\circ \quad (22)$$

Um den für die CT notwendigen hohen Anforderungen an die Rotationsgenauigkeit gerecht zu werden, ist das System zusätzlich mit der Rotationseinheit *Nanolathe* der Firma Kleindiek ausgestattet, die eine Konzentrität von wenigen 100 nm aufweist. Die mit einem Stick-Slip-System ausgestattete Rotationsachse kann jede beliebige Region of Interest (ROI) in das Rotationszentrum der Drehachse manövrieren und macht damit die normalerweise notwendige euzentrische Drehung überflüssig. Als Konsequenz verringert sich besonders bei CTs mit vielen Projektionen die Messzeit deutlich.

Zum Vergleich sitzt bei einem konventionellen Aufbau die Rotationsachse auf zwei Linearachsen (X- und Y-Richtung), wodurch nur um den Rotationsmittelpunkt der Rotationsachse gedreht werden kann und nicht um eine beliebige ROI. Dadurch muss nach jeder Drehung die Objektposition mittels X- und Y-Achse korrigiert werden.

Neben der experimentellen Charakterisierung im XRM-II werden zur Optimierung des Systems verschiedene Simulationsprogramme genutzt, die im Folgenden beschrieben werden.

3.3 Simulation von Elektronentrajektorien und deren Wechselwirkungsprodukte

Der Weg eines Elektrons ergibt sich aus einer Vielzahl elastischer und inelastischer Streuungen, bei denen das Elektron in unterschiedlichen Winkeln abgelenkt wird. Da dieser komplexe Prozess nicht algebraisch beschrieben werden kann, wird zur Simulation von Elektronentrajektorien die sogenannte Monte Carlo (MC) Methode verwendet. Der Name Monte Carlo leitet sich dabei von der zufälligen Auswahl von Zahlen ab, welche die Streuung der Elektronen in Materie beschreiben. Obwohl keine simulierte Trajektorie einer realen Trajektorie entspricht, bildet der statistische Mittelwert aus einer Großzahl an simulierten Trajektorien die Realität ab (Reimer, 1998; Goldstein et al., 2017). Für die Simulation der Röntgenquelle im XRM-II werden drei frei zugängliche Simulationsprogramme genutzt.

- Die Software *CASINO* wurde für die Simulation von Elektronentrajektorien im REM entwickelt, um die Wechselwirkung von niederenergetischen Elektronen (0,1 - 30 keV) mit Materie und die dabei entstehenden Signale auszuwerten.
- Die Software *MC X-ray* stellt eine Erweiterung der beiden Programme Win X-ray und CASINO dar. Mit MC X-ray ist es möglich umfangreichere Auswertungen zu Elektronenstatistiken und Röntgenspektren durchzuführen.
- Eine weitere Möglichkeit bietet die Software *NIST DTSA-II*, die speziell für die Simulation und Quantifizierung von Röntgenspektren im Rahmen der EDX-Analyse programmiert wurde.

Alle Programme erlauben es das Setup aus Elektronenquelle und Detektor an die Gegebenheiten des XRM-II anzupassen. Außerdem können sowohl die chemische Zusammensetzung als auch die Geometrie und Orientierung des Targets angepasst werden und damit zur Optimierung des Röntgentargets, der Röntgendetektion sowie der Beurteilung von Röntgenstreuungstrahlung beitragen.

3.3.1 CASINO

Die Simulationssoftware CASINO, dessen Akronym für 'monte CARlo SIMulation of electroN trajectory in sOLids' steht, wurde federführend von Pierre Hovington und Dominique Drouin unter der Leitung von Prof. Raynald Gauvin der Université de Sherbrooke (Sherbrooke und Longueuil, Kanada) entwickelt (Hovington et al., 1997a; Drouin et al., 1997; Hovington et al., 1997b). Die in dieser Arbeit genutzte Version CASINO v2.51 wird eingesetzt, um unter anderem die Wechselwirkungszone von Elektronen und Target zu visualisieren, den Rückstreukoeffizienten zu bestimmen und die Größe des Brennflecks abzuschätzen (Drouin et al., 2007).

Die Berechnung der Elektronentrajektorie beginnt mit dem einfallenden Elektronenstrahl, deren Form eine Gauß-Verteilung beschreibt. Der Abstand zwischen zwei Streuevents wird anhand des Mott-Modells (Czyżewski et al., 1990) beschrieben und der Energieverlust eines Elektrons als kontinuierliche Energieverlust-Funktion nach Joy & Luo (1989) berechnet. Der Streuwinkel wird durch berechnete Werte des elastischen Streuquerschnitts und zufälligen Zahlen bestimmt (Drouin et al., 1997). Diese Schritte werden so lange wiederholt, bis das Elektron einen eingestellten Energieschwellenwert unterschritten hat, oder die Probe als BSE Elektron verlässt. Mit CASINO können dadurch unter anderem die maximale Eindringtiefe, die Energieverteilung der BSE und transmittierten Elektronen, sowie die räumliche Verteilung der RE bestimmt werden. Außerdem besteht die Möglichkeit den Emissionsort der charakteristischen Röntgenstrahlung in Abhängigkeit der Tiefe und der radialen Verteilung um den Primärelektronenstrahl auszuwerten.

Eine kurze Beschreibung zum Durchführen von Simulationen, sowie die verwendeten Simulationsparameter sind in Kapitel A.1 dargestellt.

Um bei den Simulationsergebnissen verlässliche Werte zu erzielen, wird zunächst ein identisches Szenario mit einer unterschiedlichen Anzahl an Primärelektronen simuliert und die Standardabweichung der Simulationsergebnisse berechnet. Als valides Ergebnis wird eine Standardabweichung von ca. 0,5% angestrebt. In Abbildung 3.4 (a) sind die Ergebnisse dargestellt, bei denen sich die Simulationszeit wie auch im Folgenden auf einen konventionellen Arbeitslaptop (Prozessor: Intel(R) Core(TM) i5-8250U CPU @ 1.60GHz, RAM: 16 GB) bezieht und mit geeigneter Hardware deutlich reduziert werden kann. Wie zu erwarten, sinkt die Standardabweichung mit zunehmender Simulationszeit. Mit einer Anzahl von 400.000 PE wird eine Standardabweichung von 0,38 % erreicht und entspricht somit den gewünschten Anforderungen. 400.000 PE werden somit für die folgenden Simulationen als Standardparameter gewählt. Natürlich hängt die Standardabweichung von dem simulierten Szenario ab, weshalb in besonderen Fällen die Anzahl an PE erhöht wird.

Zur physikalischen Validierung der Simulationsergebnisse wird der experimentell bestimmte Rückstreukoeffizient mit den Ergebnissen der Simulation verglichen (siehe Abbildung 3.4 (b)). Zur experimentellen Bestimmung wird der absorbierte Strom auf dem Targetmaterial gemessen. Die Differenz aus absorbiertem Strom und Sondenstrom liefert den Strom der Rückstreu-elektronen. Die Experimente und Simulationen zeigen eine gute Übereinstimmung und un-

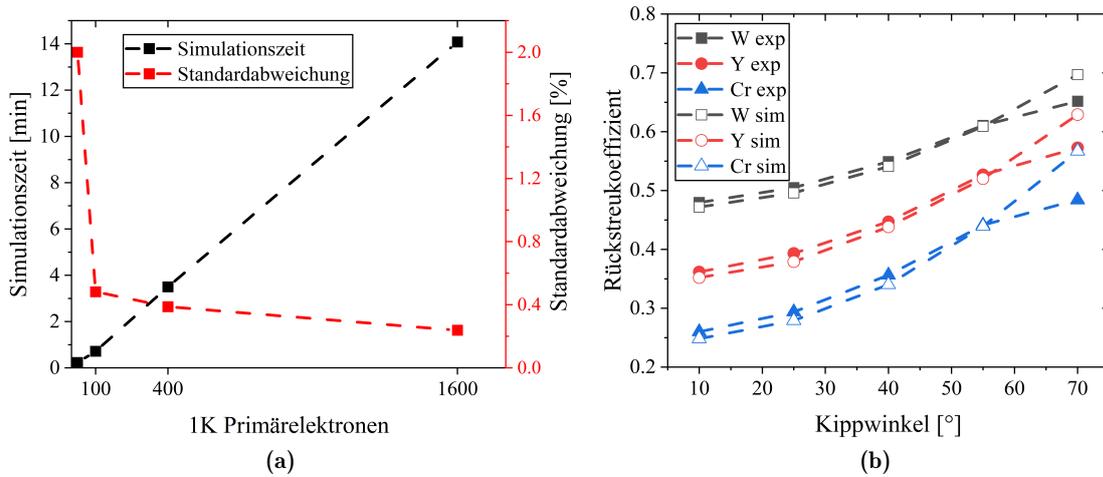


Abb. 3.4: (a) Schwankung der Simulationsergebnisse in CASINO: Dargestellt ist die Abnahme der Streuung durch Erhöhung der simulierten PE bei gleichzeitigem linearem Anstieg der Rechenzeit. Die Simulation mit 400000 PE und einer daraus resultierenden Standardabweichung von ca. 0,38 % wird als valide betrachtet und als standardmäßiger Parameter für die Simulationen in CASINO genutzt. (b) Experimentelle Validierung der Simulationen mit CASINO: Rückstreukoeffizient in Abhängigkeit des Targetkippwinkels.

terscheiden sich nur bei hohen Kippwinkeln von 70° , bei denen die experimentell bestimmten Werte zu gering sind. Dies liegt darin begründet, dass bei hohen Kippwinkeln aufgrund des geringen Streuwinkels ein Teil der rückgestreuten Elektronen auf den unterhalb der Probe liegenden Tisch auftreffen und somit als absorbiertes Strom gemessen werden. Folglich fällt der absorbierte Strom zu hoch aus und die daraus berechneten Rückstreuelektronen werden unterschätzt.

3.3.2 MC X-Ray

Die Software MC X-ray wurde von Raynald Gauvin, Pierre Michaud und Hendrix Demers an der McGill Universität (Montreal, Kanada) entwickelt und basiert auf Win X-ray (Gauvin et al., 2003; Gauvin & Michaud, 2009), einer Weiterentwicklung von CASINO. MC X-ray erweitert die quantitative Auswertung von Elektronenstatistiken inklusive transmittierter Elektronen und legt den Fokus auf die Simulation von Röntgenspektren. In dieser Arbeit wurde Version MC X-ray v1.7 verwendet.

Da MC X-ray auf CASINO basiert, ist auch die Physik dahinter identisch. Zusätzlich wird neben der charakteristischen Röntgenenergie auch die Bremsstrahlung simuliert, wodurch das gesamte Röntgenspektrum analysiert werden kann. Als Grundlage zur Simulation der Bremsstrahlung dient das Modell von Kirkpatrick & Wiedmann (1945) und zur Simulation der charakteristischen Röntgenstrahlung das Modell von Bote & Salvat (2008) (Gauvin et al., 2006).

Eine kurze Beschreibung der Simulationssoftware sowie die verwendeten Simulationsparameter sind in Kapitel A.2 beschrieben.

Zur Bestimmung der Streubreite wird auch in MC X-ray ein Event mit verschiedener Anzahl an Primärelektronen simuliert. Die Ergebnisse in Abbildung 3.5 (a) zeigen, dass mit 32.000 Elektronen eine Streuung der Simulationsergebnisse von ca. 0,56 % vorliegt und somit valide Ergebnisse liefert. Mit MC X-ray wurde ebenfalls der Rückstreukoeffizient für Wolfram und Chrom simuliert und Abbildung 3.5 (b) zeigt, dass Experiment und Simulation (bis auf den Kippwinkel von 70°), wie für den Fall von CASINO, übereinstimmen.

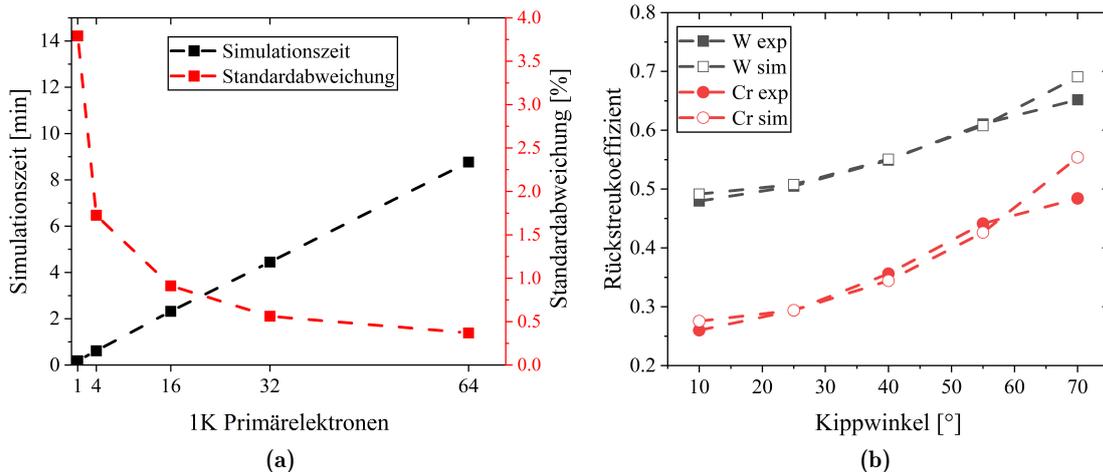


Abb. 3.5: (a) Schwankung der Simulationsergebnisse in Win X-ray: Dargestellt ist die Abnahme der Streuung durch Erhöhung der simulierten Elektronen bei gleichzeitigem linearem Anstieg der Rechenzeit. Die Simulation mit 32000 Elektronen und einer daraus resultierenden Standardabweichung von ca. 0,5 % wird als valide betrachtet und als standardmäßiger Parameter für die Simulationen in Win X-ray genutzt. (b) Experimentelle Validierung der Simulationen mit Win X-ray: Rückstreukoeffizient in Abhängigkeit des Targetkippwinkels.

3.3.3 NIST DTSA-II

NIST DTSA-II ist eine Software zum Quantifizieren und Simulieren von EDX-Messungen, die am National Institute of Standards and Technology (NIST) in Gaithersburg (Maryland, USA) von Nicholas Ritchie entwickelt wurde. In dieser Arbeit wurde die Softwareversion NIST DTSA-II 18.05.2020 (wird im Folgenden mit DTSA abgekürzt) genutzt, um unter anderem die emittierten Röntgenspektren in Abhängigkeit der Targeteigenschaften zu simulieren.

DTSA bietet die Möglichkeit der MC Simulation, bei der die Elektronentrajektorien in einem dreidimensionalen Körper mit variabler chemischer Zusammensetzung berechnet werden. Die Simulation der elastischen Wechselwirkung zwischen Elektron und Materie basiert auf dem elastischen Streuquerschnitt nach dem Modell von Rutherford (Huttel et al., 1985) oder dem Mott-Modell (Czyżewski et al., 1990). Für die inelastische Streuung wird die Joy-Luo Variante (Joy & Luo, 1989) des Energieverlustes nach Bethe (siehe Gleichung 3) verwendet. Für jede Strecke zwischen zwei elastischen Streuevents wird zunächst die Wahrscheinlichkeit der Ionisation eines Atoms nach dem Model von Bote & Salvat (2008) berechnet. Bei der anschließenden Relaxation eines ionisierten Atoms werden die Mechanismen des Auger-Effekts (inkl. Coster-

Kronig Übergang) und der Röntgenemission als konkurrierende Effekte betrachtet. Mit Hilfe der Röntgenemissionsrate und dem damit verbundenen Energieverlust des Elektrons wird die Intensität der emittierten Röntgenstrahlung für die betrachtete Weglänge bestimmt. Der Ort der Emission wird zufällig in dem Streckensegment zwischen zwei Streuevents gewählt und das Röntgenquant wird bis zum Auftreffen auf den Detektor verfolgt (Ritchie, 2010). Dabei wird die Selbstabsorption des Materials nach dem Lambert-Beerschen Gesetz (siehe Gleichung 11) berücksichtigt, weshalb nur der nicht-absorbierte Teil der Röntgenstrahlung detektiert wird. Bei der Wechselwirkung von Photonen mit Materie werden die Phänomene der Photoabsorption, der Compton-Streuung und der Rayleigh-Streuung betrachtet (Ritchie, 2009). Eine ausführliche Erläuterung der mathematischen Grundlagen sowie der implementierten Funktionen und Algorithmen können unter Newbury & Myklebust (2005) und Ritchie (2009) nachgeschlagen werden.

Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Elektron entlang seiner Trajektorie ein neutrales Atom ionisiert, ist kleiner ein Prozent. Ein reales Experiment mit 10^{11} oder mehr Elektronentrajektorien würde daher zu einer enormen Rechenzeit führen. Zur Berechnung der charakteristischen Röntgenstrahlung wird in DTSA statt der Betrachtung jeder einzelnen Elektronentrajektorie die Wahrscheinlichkeit der Röntgenemission akkumuliert. Dazu wird die Wahrscheinlichkeit für die Ionisation aller möglichen Elektronenschalen akkumuliert und mit dem Verhältnis aus Probendosis zu Anzahl simulierter Elektronen skaliert, um so einen gemittelten Wert der emittierten Röntgenquanten zu erhalten, was eine enorme Verringerung der Rechenzeit zur Folge hat. Zur Modellierung der Bremsstrahlung wird der Ansatz von Seltzer & Berger (1986) verwendet. Für jedes Streckensegment und für jedes Material in diesem Element wird die Wahrscheinlichkeit der Bremsstrahlung für jede Energie berechnet. Die Emission der Bremsstrahlung ist richtungsabhängig und wird von der Richtung des einfallenden Elektrons sowie deren Energie bestimmt. Diese Berechnung ist sehr zeitintensiv und die Auswirkungen auf die Röntgenintensität minimal. Daher wird bei der Berechnung der Bremsstrahlung standardmäßig eine isotrope Verteilung angenommen (Acosta (Linear)). Dadurch lässt sich bei gleichen Simulationsparameter die Rechenzeit um mehr als 60 % verringern. Auch in DTSA lässt sich das Setup an die Gegebenheiten des XRM-II anpassen und ist zusammen mit den verwendeten Simulationsparametern in Kapitel A.3 beschrieben.

Die Anzahl der simulierten Trajektorien steht standardmäßig auf 1000 Trajektorien (x1) und kann mit den Werten x4, x16, x64, x265 erhöht werden.

In dieser Arbeit wird nur die primäre charakteristische Röntgenstrahlung und Bremsstrahlung simuliert, da sich die Rechenzeit bei der Simulation der sekundären Röntgenstrahlung deutlich erhöht und diese nur einen geringen Einfluss auf die Gesamtintensität des Spektrums hat. Gegenüber dem realen Setup muss die Detektorgröße softwarebedingt verringert werden, weshalb ein quadratischer Abschnitt von 512 x 512 Pixel simuliert wird. Eine Einführung zur Vorgehensweise und Beschreibung der Simulationsparameter wird ebenfalls in Ritchie (2011) und Goldstein et al. (2017) in Kapitel 17 dargestellt.

Als Simulationsergebnis erhält man das im Vakuum emittierte Röntgenspektrum. Falls die detektierte Intensität bestimmt werden soll, wird das Spektrum mit der Detektionseffizienz des Systems (siehe Abbildung 5.8) multipliziert und anschließend die counts zur Gesamtintensität aufsummiert. Um die Röntgenintensität pro Detektorpixel pro Minute zu erhalten wird außerdem die Gesamtintensität mit dem verwendeten Elektronenstrahlstrom im XRM-II multipliziert und durch (512 x 512) Pixel dividiert.

Um die Zuverlässigkeit der Simulationsergebnisse zu überprüfen wird die Schwankungsbreite für eine unterschiedliche Anzahl an simulierter Trajektorien bestimmt. In Abbildung 3.6 (a) ist die Standardabweichung in Prozent angegeben und zeigt deren Abfall bei gleichzeitiger Zunahme der Simulationszeit infolge der Erhöhung der simulierten Trajektorien. Als Kompromiss aus Rechenzeit und Genauigkeit werden DTSA Simulationen in dieser Arbeit für einen Strahlstrom von 60 nAs und 16000 Trajektorien durchgeführt.

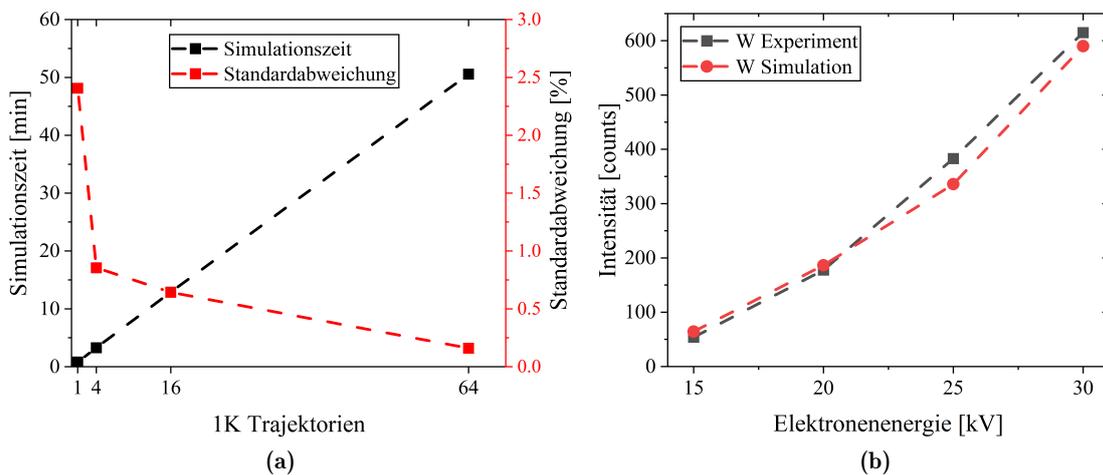


Abb. 3.6: (a) Schwankung der Simulationsergebnisse in DTSA: Dargestellt ist die Abnahme der Streuung durch Erhöhung der simulierten Trajektorien bei gleichzeitigem linearem Anstieg der Rechenzeit. Die Simulation mit 16000 Trajektorien und einer daraus resultierenden Standardabweichung von ca. 0,64 % wird als valide betrachtet und als standardmäßiger Parameter für die Simulationen in DTSA genutzt.

(b) Experimentelle Validierung der Simulationen mit DTSA: Röntgenintensität in Abhängigkeit der Elektronenenergie.

Zur physikalischen Validierung wird die Röntgenintensität in Abhängigkeit der Beschleunigungsspannung im Experiment und mittels Simulation bestimmt. Dazu wird ein um 55° geneigtes Bulktarget aus Wolfram verwendet und die Beschleunigungsspannung zwischen 15 kV und 30 kV variiert. Die Ergebnisse in Abbildung 3.6 (b) zeigen, dass eine gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation vorherrscht.

4 Stand der Wissenschaft

4.1 REM-basierte Nano-CT

Der Ursprung des Röntgen-Schattenmikroskops unter Verwendung eines fokussierten Elektronenstrahls liegt in den 1930er Jahren und geht zurück auf die Arbeiten von Sievert (1936), Malsch (1939) und Ardenne (1939). Der von ihnen eingesetzte experimentelle Aufbau ähnelt modernen Mikrofokusröhren mit Transmission- oder Reflexionstargets, jedoch stand einer breiten Anwendung die damals sehr geringe Röntgenintensität im Weg.

Einen ersten praktischen Durchbruch erzielten Cosslett & Nixon (1951), die durch den Einsatz einer dünnen Transmissionsfolie eine Auflösung im Submikrometer-Bereich in der Radioskopie erreichten, allerdings bei Belichtungszeiten von etwa 10 Minuten (Cosslett & Nixon, 1953).

Neben der fortschreitenden Entwicklung der Röntgenröhren kam in den 1970er Jahren die Idee auf ein für die Rasterelektronenmikroskopie bestimmtes System, als Elektronenquelle zur Röntgenbildgebung, zu nutzen (Horn & Waltinger, 1973; Neumann & Reimer, 1976; Horn & Waltinger, 1978; Sasov, 1985). Zu diesem Zeitpunkt war die Methode jedoch weiterhin durch den geringen Photonenfluss und die geringe Sensitivität der Röntgenfilme stark limitiert, da deren Einsatz hohe Strahlungsintensitäten erforderte.

Erst die Weiterentwicklungen in der Detektortechnologie, insbesondere die Einführung von ladungsgekoppelten Detektoren (CCD), erhöhten die Sensitivität zur Detektion von Röntgenstrahlung und verbesserte die Bildqualität der REM-basierten Tomographie deutlich. Mit diesen Systemen konnte schließlich eine CT mit einer räumlichen Auflösung von etwa 10 μm realisiert werden (Cheng et al. (1992); de Paiva et al. (1996)). Die Grenzen bildeten der Kompromiss aus Strahlstrom und -durchmesser, der sich auf Intensität und Auflösung auswirkt, sowie Einschränkungen bei den Rekonstruktionsalgorithmen bzw. der Rechenleistung.

In den 2000er Jahren wurden besonders durch Fortschritte in der Elektronenmikroskopie und der Nutzung des Phasenkontrastes weitere Verbesserungen erreicht, sodass eine dreidimensionale räumliche Auflösung im Submikrometer-Bereich erzielt wurde (Mayo et al., 2002, 2007, 2012).

Ein wesentlicher limitierender Faktor für die räumliche Auflösung ist die Größe des Röntgenbrennflecks, der näherungsweise der Wechselwirkungszone zwischen Elektronenstrahl und Targetmaterial entspricht. Sasov et al. (2011) präsentierte die Idee einer zylindrischen Targetgeometrie, die den Brennfleck räumlich beschränkt und eine räumliche zweidimensionale Auflösung von unter 100 nm in der Radioskopie ermöglichte.

Durch die Nutzung neuerer REMs und Röntgendetektoren sowie Fortschritten in den Rekonstruktionsalgorithmen, konnte die Performance immer weiter gesteigert werden (Laloum et al., 2014; Vonlanthen et al., 2015; Stahlhut et al., 2014; Lutter et al., 2019). Der Fokus der Arbeiten in den letzten Jahre lag hauptsächlich auf der Automatisierung der Methode, sowie

auf der Charakterisierung des räumlichen Auflösungsvermögens. Tiefer gehende Charakterisierungen wurden zu dem Zeitpunkt noch nicht durchgeführt.

Bedingt durch die physikalischen Gegebenheiten kann nur durch eine systematische Charakterisierung der REM-basierten CT, insbesondere der Röntgenquelle, Optimierungspotenzial aufgezeigt und umgesetzt werden. Ein entscheidender Vorteil der REM-basierten CT gegenüber linsenbasierten Röntgensystemen liegt in der flexiblen Gestaltung der Röntgenquelle, da das Target in der Experimentierkammer frei zugänglich ist. Während linsenbasierte Systeme auf eine spezifische Photonenenergie und damit auf ein festgelegtes Targetmaterial abgestimmt sind, wird in der REM-basierten CT das gesamte Röntgenspektrum genutzt. Diese Flexibilität ermöglicht es, durch Anpassungen des Targetmaterials, der Targetgeometrie und der Targetpositionierung die Röntgenintensität, die räumliche Auflösung und den Bildkontrast zu optimieren. Diese Möglichkeiten wurden bisher nicht systematisch untersucht und bergen großes Potenzial zur Verbesserung der Methode.

Erste Ansätze wurden durch einfache Simulationen der WWZ zur Bestimmung der Eindringtiefe der Elektronen in CASINO durchgeführt. Weiter wurde gezeigt, dass sich mit Vergrößerung der WWZ die Anzahl emittierter Photonen, wie zu erwarten, erhöht (Gomes Perini et al., 2017; Lutter, 2023).

4.2 Prüfkörper zur Bestimmung der Bildqualität in der Nano-CT

Es gibt zahlreiche Bildgüteparameter, die die Performance spezifischer Aspekte eines bildgebenden Systems beschreiben, darunter das Signal-Rausch-Verhältnis (SNR), das Kontrast-Rausch-Verhältnis, die Modulationstransferfunktion (engl. modulation transfer function) oder der Quantenwirkungsgrad (engl. detective quantum efficiency) (Siewerdsen et al. (1998); Zabler et al. (2020)).

Das SNR-Spektrum bietet gegenüber anderen Bildgüteparametern den Vorteil, dass Bildrauschen und Signalstärke (Phase und Absorption) sowie Artefakte in einer Messgröße zusammenfließen. Obwohl das SNR-Spektrum eine relative Größe ist, eignet es sich ideal für den Vergleich unterschiedlicher Systeme oder die Optimierung einer einzelnen Anlage (Ullherr, 2019).

Um das SNR-Spektrum aus den Messdaten eines Scans zu bestimmen, ist es notwendig, die Größe der Strukturen und Merkmale des Prüfobjekts genau zu kennen. Diese Anforderung lässt sich besonders gut mit einem zylindrischen Körper umsetzen, der Kugeln bekannter Größe enthält. Die zylindrische Form bietet den Vorteil, dass sich die durchstrahlbare Länge unabhängig vom Durchstrahlungswinkel nicht verändert und wiederholende Messungen vergleichbar macht (Ullherr, 2019, 2021).

Auf der Makroebene (Systeme mit einer Auflösung von einigen Hundert Mikrometern) ist die Bestimmung der Bildgüte durch diverser Normen standardisiert. In der Radiographie (Durchstrahlungsaufnahme) wird die Bildgüte typischerweise anhand von Prüfkörpern mit Löchern, Drähten, Kanten oder Stufen bestimmt und ist in Normen wie ASTM E2002-15 oder DIN EN ISO 19232 festgehalten. Für die Bewertung der Bildqualität einer CT (dreidimensionaler Fall) wird in der Norm ein homogener Zylinder eines Materials verwendet (ASTM E1441:2019, ASTM E1695-20).

Auf der Mikro- (Systeme mit einer Auflösung von wenigen Mikrometern) und Nanoebene (Systeme mit einer Auflösung von unter 100 nm) sind dahingegen keine Standards definiert. Es werden vor allem Prüfkörper mit Linienpaaren oder der in den 1930er Jahren von der heutigen Siemens AG entwickelte Siemensstern eingesetzt, um die zweidimensionale räumliche Auflösung zu bestimmen. Diese werden durch Ätzen hergestellt und weisen eine definierte Strukturgröße im zu erwartenden Auflösungsbereich auf. Aufgrund dieser Tatsache basiert die Bildqualität von Mikro-CTs und Nano-CTs meist nur auf der erreichbaren zweidimensionalen räumlichen Auflösung, obwohl gerade in diesem Skalenbereich Effekte, wie Positionierungsgenauigkeiten oder Drift, großen Einfluss auf das Messergebnis haben.

Der Mangel an Prüfkörpern motiviert daher zu einer neuen Entwicklung, die es ermöglicht, die dreidimensionale Bildqualität von Nano-CTs zu bestimmen und zu vergleichen.

Von Zabler et al. (2020) wurden Prüfkörper mit makroskopischen Kugeln, zur Bestimmung der Bildqualität in der Mikro-CT hergestellt. Für die Nano-CT existieren jedoch bisher keine kommerziell erhältliche kugelbasierte Prüfkörper, die für die Bestimmung des SNR-Spektrums geeignet sind. Diese Lücke stellt eine Herausforderung dar, die im Rahmen dieser Arbeit geschlossen werden soll.

5 Das XRM-II nano-CT

5.1 Systemcharakterisierung

Der Vorgang der Röntgenstrahlerzeugung ist in der REM-basierten CT ein komplexer Prozess, welcher in dieser Arbeit im Detail untersucht wird, um das Verhalten und dessen Einfluss auf die Röntgenbildgebung genauer zu verstehen. Abbildung 5.1 zeigt schematisch die für die Strahlerzeugung und Bildgebung relevanten Parameter und wie diese gemessen werden können.

Die Elektronenstrahleigenschaften werden durch die gewählte Beschleunigungsspannung und die Auswahl der Elektronenblende bestimmt, wobei der Strahlstrom durch einen eingebauten Faraday-Cup (FC) gemessen werden kann. Informationen über den Strahldurchmesser bzw. die Elektronendichte und somit die Anzahl an Elektronen pro Fläche, die die Röntgenintensität bestimmt, sind nicht bekannt. Nach dem Verlassen der Elektronensäule interagiert der Primärelektronenstrahl mit dem Targetmaterial und es kommt zur Emission von Röntgenstrahlung, wovon ein kleiner kegelförmiger Bereich mit einem Öffnungswinkel von ca. 3° zur Bildgebung genutzt wird. Der wesentlich größere Anteil, der über einen Raumwinkel von 360° emittierten Röntgenquanten, kann wiederum zu Wechselwirkungen mit dem Probenhalter und der Kammer führen, welche sekundäre Strahlung bzw. Röntgenstreustrahlung hervorrufen. Infolge der Interaktion der Primärelektronen und des Targetmaterials wird ein Teil der Elektronen absorbiert und kann als Targetstrom gemessen werden, und ein anderer Teil wird transmittiert, zurückgestreut oder verfehlt das Target. Die gestreuten Elektronen können wiederum Röntgenstrahlung erzeugen, die als Streustrahlung die Bildgebung beeinflussen.

Da der Röntgendetektor nicht hochvakuumtauglich ist, muss dieser außerhalb der Vakuumkammer platziert werden, sodass ein schwach absorbierendes Fenster aus Beryllium notwendig ist, um das Vakuum vom Umgebungsdruck zu separieren. Die Röntgenquanten, die zur Bildgebung beitragen, werden daher sowohl durch das Be-Fenster, als auch durch die danach zu passierende Luft geschwächt, bevor sie vom Röntgendetektor erfasst werden. Somit unterscheidet sich das emittierte und detektierte Röntgenspektrum hinsichtlich Energieverteilung und Intensität wesentlich.

Zur einfacheren Betrachtung kann die Röntgenquelle in drei Komponenten und deren Einflussparameter zerlegt werden:

- Elektronenstrahl: Elektronenenergie, Elektronenstrahlstrom, Elektronenstrahldurchmesser
- Targetmaterial: Wärmeleitfähigkeit, Schmelztemperatur, Eindringtiefe der Elektronen und Geometrie der Wechselwirkungszone, Röntgenbrennfleckgröße, Elektronenrückstreuoeffizient, emittiertes Röntgenspektrum (Energie und Intensität)
- Targetgeometrie: Wärmeabfuhr, Geometrie der Wechselwirkungszone, Röntgenbrennfleckgröße, Elektronentransmission

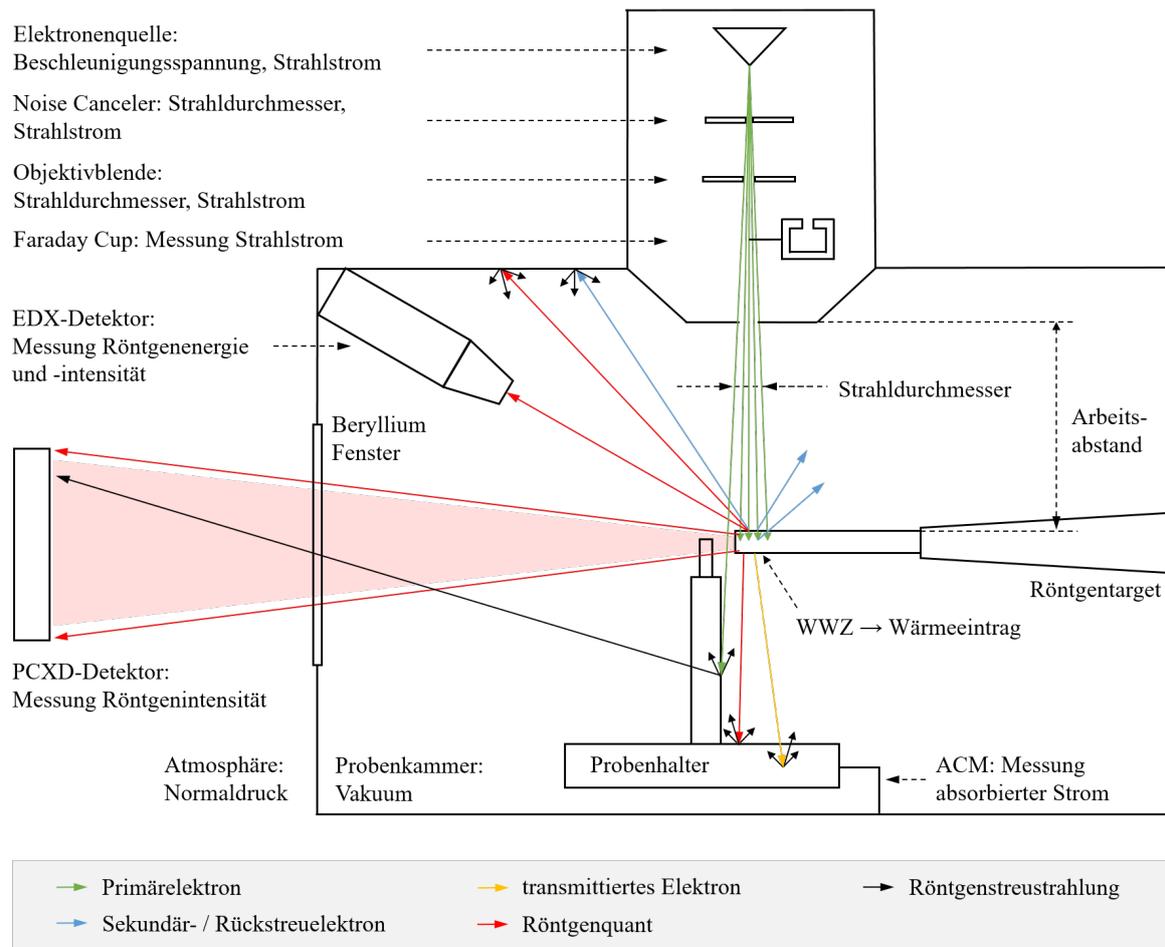


Abb. 5.1: Schematische Darstellung der Röntgenquelle und des Strahlengangs in der REM-basierten Nano-CT: Gezeigt ist die Wechselwirkung von Elektronen und Target sowie die gestreuten Elektronen und emittierte Röntgenstrahlung. Des Weiteren sind die Messsignale und die dazugehörigen Detektionssysteme dargestellt.

Teilweise können die Einflussfaktoren dieser Prozesse, wie mit Hilfe des erwähnten Faraday-Cups, direkt gemessen werden. Andere Einflussfaktoren müssen experimentell z.B. mit Hilfe des PCXD und des EDX-Detektors bestimmt werden und wieder andere können nur anhand der zuvor gewonnenen Daten mittels Simulation ermittelt werden. Nach diesem Vorbild werden in Kapitel 5.1.1 die Parameter des Elektronenstrahls diskutiert und dessen Eigenschaften ermittelt. Anhand dieser Basis folgt in Kapitel 5.1.2 und 5.1.3, die Auswirkung von Targetgeometrie und -material auf die Röntgenbildgebung. In Kapitel 5.1.4 und 5.1.5 werden die Photonentrajektorien genauer betrachtet. Zum einen wird die Richtcharakteristik der Photonen untersucht und zum anderen der Einfluss des Strahlengangs auf die Röntgenquanten analysiert. In Kapitel 5.1.6 wird das Verhalten des Detektors kurz erläutert und Kapitel 5.1.7 befasst sich mit dem Einfluss von Röntgenstreustrahlung auf die Bildgebung. Abschließend wird in Kapitel 5.1.8 der Drift des Gesamtsystems und dessen Einfluss auf die Versuchsdurchführung betrachtet.

Die in diesem Kapitel 5.1 beschriebenen Untersuchungen zur Systemcharakterisierung bilden das Fundament der Arbeit und ermöglichen es Parameter- und Hardwareoptimierungen abzuleiten. Gleichzeitig eröffnet der neu gewonnene Kenntnisstand die gezielte Entwicklung unterschiedlicher Targets, deren Auswirkungen auf die Bildqualität der Röntgenbildgebung in Kapitel 5.2 untersucht werden. Die Hardware- und Parameteroptimierungen, sowie die Eigenschaften der entwickelten Targets, sind in Kapitel 5.3 zusammengefasst. Teile der Ergebnisse aus Kapitel 5 wurden bereits in Fell et al. (2023c) publiziert.

5.1.1 Elektronenstrahl

Die Charakterisierung des Elektronenstrahls ist die Grundlage, um den Prozess der Röntgenstrahlentstehung in der REM-basierten Nano-CT zu quantifizieren und optimieren. Die Eigenschaften des Elektronenstrahls können durch folgende Parameter beeinflusst und beschrieben werden:

- Optische Blenden
- Elektronenstrom
- Beschleunigungsspannung
- Arbeitsabstand
- Elektronenstrahldurchmesser
- Elektronendichte
- Operator/in

Wie in Tabelle 1 aufgelistet, kann bei den Objektivblenden (engl. objective lens aperture (OLAP)) der Elektronenquelle zwischen vier Blendendurchmessern von 30 μm bis 110 μm (Arbeitsblenden), sowie einer Justageblende von 1000 μm gewählt werden, welche direkten Einfluss auf den Strahlstrom haben, da der Durchmesser des Elektronenstrahls räumlich beschränkt wird. Zusätzlich befindet sich im JEOL 7900F der sogenannte Noise Canceller (NC), welcher manuell aus dem Strahlengang herausgefahren werden kann. Diese Blende mit einem Durchmesser von ca. 2 mm befindet sich unterhalb des Elektronenemitters und eliminiert achsferne Elektronen und reduziert damit die Streuung in der Elektronensäule.

Der Strom des Elektronenstrahls kann neben der Wahl der Blenden stufenweise zwischen Werten von 1-18 elektronisch reguliert und der resultierende Strahlstrom (PC) über den in der Elektronensäule eingebauten FC direkt gemessen werden. Zur Messung des Strahlstroms ist ein FC notwendig, sodass auch rückgestreute Elektronen (je nach Setup mehr als 50 %) detektiert werden können. Dieser sitzt unterhalb der Objektivlinsen und ermöglicht es somit den Einfluss der Blenden, der Stromstufen (1-18) und der Beschleunigungsspannung auf den Strahlstrom zu messen. Der resultierende Strahlstrom in Abhängigkeit der Stromstufen ist in Abbildung 5.2 (a) für alle Blendendurchmesser gezeigt. Um zu bestätigen, dass der gemessene

Tabelle 1: Durchmesser der Blenden im XRM-II

Blende/OLAP	Durchmesser [μm]
Noise Canceller	2000
0 (Justageblende)	1000
1	110
2	70
3	50
4	30

Strahlstrom direkt unterhalb der Objektivlinse auch dem in der Kammer auftreffendem Strom entspricht, wird zusätzlich der absorbierte Strom (AC) auf dem Probenhalter gemessen. Dazu wird der Elektronenstrahl mit einer Energie von 30 keV in einen FC mit einer Öffnung von 50 μm fokussiert.

Durch Anheben der Stromstufen und durch Vergrößern der Blendendurchmesser nimmt der Strahlstrom zu. Wie zu erwarten entspricht bei Verwendung der unterschiedlichen Arbeitsblenden der in der Säule gemessene Strahlstrom dem Strahlstrom, welcher auf dem Probenhalter gemessen wird. Für die Justageblende (OLAP0) gilt dies nicht, weshalb in Abbildung 5.2 (a) sowohl die PC als auch AC-

Werte aufgetragen sind. Hier liegt eine deutliche Diskrepanz bei mittleren Stromstufen vor. Es ist naheliegend, dass bei dieser Blende deutlich mehr achsferne Elektronen den Strahlengang passieren und deren Energie vergleichsweise stark von der gewählten Beschleunigungsspannung abweicht. Dadurch werden die Elektronen von den Linsen unterschiedlich stark abgelenkt und es kommt zu Streueffekten. Des Weiteren sind vermutlich die an den Linsen angelegten Fokussierströme nicht hinreichend genau für die Justageblende (OLAP0) bzw. die hohen Strahlströme hinterlegt. Hier ist zu erwähnen, dass das auf Hochauflösung optimierte REM mit der Entfernung des NC außerhalb üblicher Betriebsparameter genutzt wird. Den NC bei Verwendung von OLAP1-4 zu entfernen hat keine Auswirkungen auf den Sondenstrom, da der Strahl durch die Blenden beschränkt wird. In den abgebildeten Kurven ist außerdem sichtbar, dass die Verwendung von OLAP2-4 nicht zielführend ist, da der resultierende Sondenstrom deutlich unter 100 nA liegt und somit einen sehr niedrigen Photonenfluss und extrem lange Messzeiten zur Folge hätte. Interessant für die Röntgenbildgebung ist die Verwendung von OLAP1, bei der ein maximaler Strom von ca. 330 nA erreicht werden kann, sowie die Verwendung von OLAP0. Befindet sich der NC im Strahlengang, wird damit ein maximaler Strom von ca. 410 nA und ohne NC ein maximaler Strom von etwas mehr als 1 μA erreicht.

Die Beschleunigungsspannung des Elektronenmikroskops kann durch die Operatorin bzw. den Operator zwischen 5 keV und 30 kV gewählt werden und resultiert in einer nahezu monoenergetischen Energieverteilung der Elektronen entsprechend der gewählten Beschleunigungsspannung. Der Einfluss der Beschleunigungsspannung auf den maximalen Strahlstrom wird in Abbildung 5.2 (b) gezeigt und stellt einen linearen Verlauf dar. Für den Strom wur-

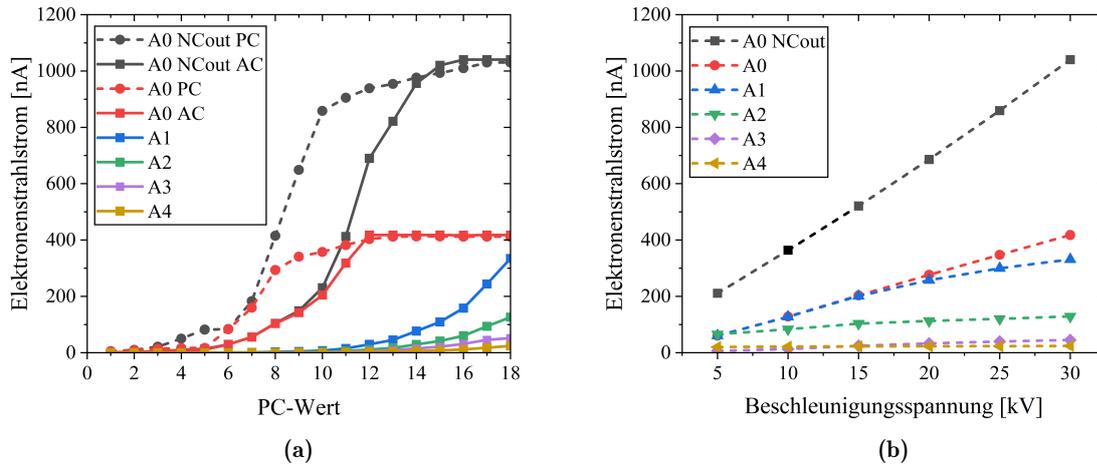


Abb. 5.2: (a) In der Elektronensäule gemessener Sondenstrom (PC) und in der Kammer gemessener absorbiertes Strom (AC) in Abhängigkeit der einstellbaren Stromstufen (1-18) bei 30 kV und WD10. Für OLAP1-4 (abgekürzt als A1-4) entspricht der Sondenstrom dem absorbierten Strom. Abweichungen gibt es bei OLAP0 (abgekürzt als A0). (b) In der Elektronensäule gemessener Sondenstrom in Abhängigkeit der Beschleunigungsspannung für alle Blenden bei maximalem Elektronenstrom (PC18) (Fell et al., 2023c).

de dabei die Stufe 18 gewählt, da ein maximaler Strom auch die größtmögliche Anzahl an emittierten Röntgenquanten bedeutet und daher für die CT die naheliegende Wahl darstellt. Wie im Diagramm zu sehen, führt eine Erhöhung der Beschleunigungsspannung gleichzeitig zur Erhöhung des Strahlstroms, wobei dessen Niveau und Steigung mit größerem Blendendurchmesser steigt. Dies ist ein zusätzliches Argument, eine Beschleunigungsspannung von 30 kV für die Röntgenbildgebung zu wählen. Dadurch stehen nicht nur die maximale Anregungsenergie zur Emission von Röntgenquanten und somit eine hohe Röntgenenergie zur Verfügung, sondern gleichzeitig auch ein erhöhter Elektronenstrahlstrom und damit eine erhöhte Röntgenintensität.

Ausschlaggebend für die Intensität der emittierten Röntgenquanten pro Volumeneinheit ist die Elektronendichte, die die Anzahl an Elektronen, welche pro Flächeneinheit auf das Target treffen, beschreibt. Dies ist besonders relevant, wenn die Targetgeometrie kleiner als der Elektronenstrahldurchmesser ist. Somit ist neben der Kenntnis des Elektronenstroms, welcher direkt messbar ist, die quantitative Bestimmung des Elektronenstrahldurchmessers notwendig.

Da die Elektronenquelle ein Flächenstrahler und keine ideal punktförmige Quelle ist, kommt es zwangsläufig zur Divergenz des Strahls. Außerdem wird die Divergenz durch die elektromagnetischen Wechselwirkungen zwischen den Teilchen des Teilchenstrahls verstärkt. Daher wird sich mit zunehmendem Arbeitsabstand der Elektronenstrahldurchmesser vergrößern.

Von Zhao et al. (2016) wurden einige Varianten zur direkten Messung des Strahldurchmessers veröffentlicht, bei dem der Elektronenstrahl linienförmig über die Kante eines Objekts rastert, welches sich über einem FC befindet. Mit einem Oszilloskop erhält man als Messsignal

den absorbierten Strom des FC über die Zeit. Mit Hilfe des zurückgelegten Weges kann so auf den Strahldurchmesser zurückgerechnet werden. Als reproduzierbarste Methode hat sich das Rastern über eine möglichst scharfe Kante des Objekts erwiesen. Um die Methode an das vorhandene Messequipment anzupassen, wird das Setup, wie in Abbildung 5.3, eingerichtet.

Dazu wird eine Wolframspitze auf einem Probenstisch aus Messing platziert, welcher mit einem Amperemeter verbunden ist. Wird nun der Elektronenstrahl punktförmig fokussiert (Spot Mode), so kann dieser über die Ablenkspulen pixelweise über eine feste Breite der Nadel b_x verfahren werden und der absorbierte Strom am Amperemeter abgelesen werden.

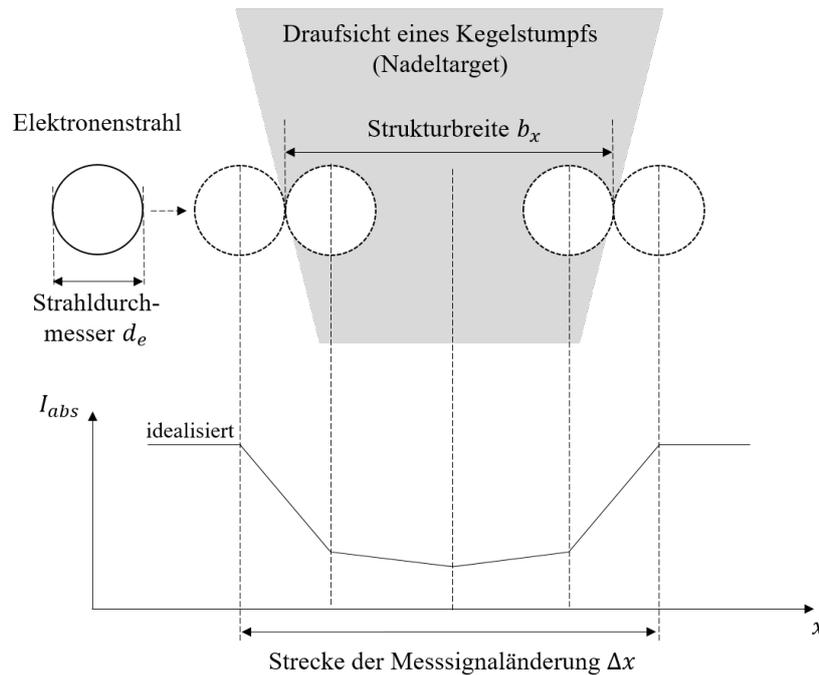


Abb. 5.3: Schematische Darstellung zur Messung des Elektronenstrahldurchmessers: Sobald der Elektronenstrahl das Objekt trifft, ändert sich das Messsignal. Durch Subtraktion der Strecke innerhalb der sich das Messsignal ändert und der Strukturbreite des Objekts, kann der Strahldurchmesser bestimmt werden (Fell et al., 2023c).

Befindet sich der Strahl neben dem Objekt, so wird der absorbierte Strom auf dem Probensteller gemessen. Trifft ein Teil des Elektronenstrahls auf die Wolframspitze, so wird aufgrund des wesentlich höheren BSC eine Veränderung des Messsignals hervorgerufen und der gemessene Strom auf dem Probensteller verringert sich. Dieser fällt entsprechend des Elektronenstrahldurchmessers stark ab und sinkt danach weiterhin leicht, bis der Strahl in der Symmetrieachse der Nadel steht. Der leichte Abfall des Messsignals ist auf die Verringerung der transmittierten Elektronen zurückzuführen. Aufgrund der runden Spitzengeometrie ist in der Symmetrieachse der Anteil an transmittierter Strahlung am geringsten und nimmt in Richtung Rand der Nadel zu, was wieder zu einem leichten Anstieg des Messsignals führt. Da zur Auswertung nur die Strecke von Interesse ist, in der es zu einer Signaländerung Δ_x

kommt, ist diese Methode objektunabhängig. Der Strahldurchmesser d_e lässt sich dann wie folgt berechnen:

$$d_e = \Delta x - b_x \quad (23)$$

Dabei ist zu berücksichtigen, dass bei der Berechnung des Strahldurchmessers das Strahlprofil, also die erwartete Gauß-Verteilung, unberücksichtigt bleibt. Das Ergebnis repräsentiert daher den maximalen Strahldurchmesser, obwohl Elektronen aus den Randbereichen des Profils kaum zur Röntgenbildung beitragen.

Bei den Messungen ist besonders darauf zu achten, mechanische und thermische Schwingungen sowie Drift so gering wie möglich zu halten. Gleichzeitig muss der Elektronenstrahl präzise fokussiert und der Astigmatismus minimiert werden. Dennoch verursachen genau diese Faktoren Unsicherheiten und Streuungen in den Messungen, reflektieren dabei jedoch auch die realen Bedingungen des Messbetriebs mit unterschiedlichen Operatorinnen und Operatoren. Weitere Einzelheiten zum Vorgehen sind in der Arbeit von Wetzler (2021) ausführlich beschrieben.

Zunächst ist in Abbildung 5.4 (a) die Abhängigkeit des Strahldurchmessers von der Elektronenenergie gezeigt. Es gilt zu beachten, dass die dazu notwendigen Messungen im Vergleich zu üblichen REM Untersuchungen bei sehr hohen Arbeitsströmen (PC18, OLAP 1, WD18) durchgeführt wurden. Der Elektronenstrahldurchmesser nimmt mit steigender Energie von ca. 1500 nm bei 20 kV auf 1000 nm bei 30 kV ab. Bei niedrigen Energien kommt es zur erhöhten Streuung aufgrund der steigenden Wahrscheinlichkeit der Elektron-Elektron Wechselwirkung.

Wie zu erwarten, steigt mit größerem Blendendurchmesser der Elektronenstrahldurchmesser an. Quantitativ vergrößert sich dieser von 150 nm bei einem Blendendurchmesser von 30 μm (OLAP4) auf 900 nm bei einem Blendendurchmesser von 110 μm (OLAP1) bzw. 1100 nm bei einem Blendendurchmesser von 1000 μm (OLAP0) (Abbildung 5.4 (b) gemessen bei PC18, WD18 und 30 kV).

Die Messung des Strahldurchmessers in Abhängigkeit des Arbeitsabstandes zeigt einen Anstieg mit größerer Distanz zur Elektronensäule aufgrund der Strahldivergenz (siehe Abbildung 5.5). Wegen der geometrischen Einschränkungen des Setups zur Messung des Strahlstroms und zur Vermeidung einer Kollision mit der Elektronensäule ist der Arbeitsabstand auf minimal 6 mm begrenzt. Für OLAP0 NCin und OLAP1 (Abbildung 5.5 (a)) ergibt sich ein minimaler Strahldurchmesser von ca. 400 nm, der für OLAP1 auf ca. 1000 nm und OLAP0 auf ca. 1500 nm ansteigt. Wird der NC bei OLAP0 entfernt (Abbildung 5.5 (b)), gibt es einen starken Anstieg des Elektronenstrahldurchmessers um ca. 2 μm von 2,5 μm bei einem Arbeitsabstand von 9 mm auf ca. 4,5 μm bei einem Arbeitsabstand von 22 mm.

Basierend auf den gewonnenen Erkenntnissen sollte der Arbeitsabstand so gering wie möglich gewählt werden, um die maximale Elektronendichte zu erreichen. Außerdem hat die Wahl eines geringen Arbeitsabstandes keine negativen Auswirkungen auf die Röntgenbildung. Wird der Arbeitsabstand zum Target von 18 mm verringert, so muss auch die Lage des PCXD angepasst werden, sodass die optische Achse der Röntgenbildung auf einer Ebene liegt. Der

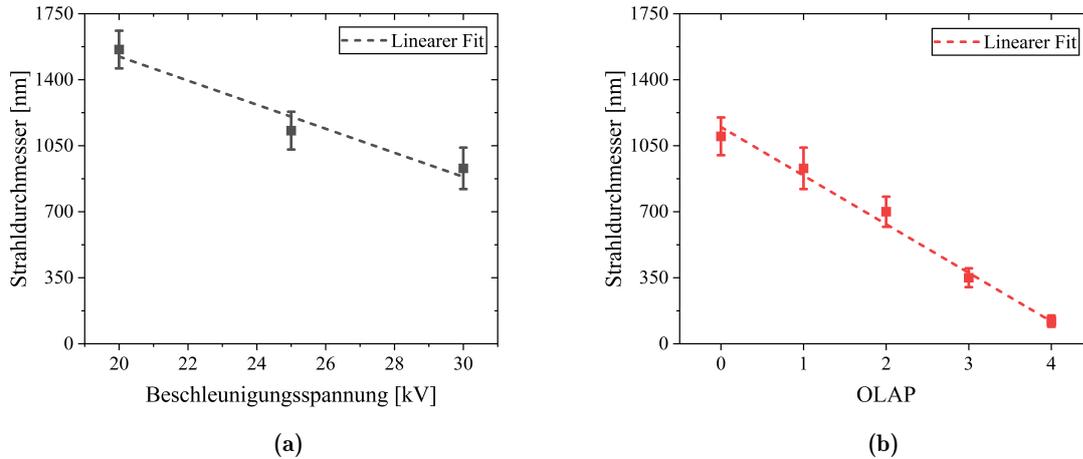


Abb. 5.4: (a) Elektronenstrahldurchmesser in Abhängigkeit der Elektronenenergie: Mit sinkender Energie steigt der Durchmesser an, da die Elektron-Elektron Wechselwirkung zunimmt und somit auch die Streuung. (b) Elektronenstrahldurchmesser in Abhängigkeit der Blenden: Ein größerer Blendendurchmesser führt zu einem größeren Strahldurchmesser

minimal erreichbare Arbeitsabstand liegt baulich bedingt bei ca. 13 mm, da es ansonsten Abschattungen durch den Flansch des Be-Fensters gibt. Bei WD13 ergibt sich ein interpolierter Strahldurchmesser von ca. 600 nm (PC18, OLAP1, 30 kV). Dieser wird für die folgenden Simulationen als Input gewählt.

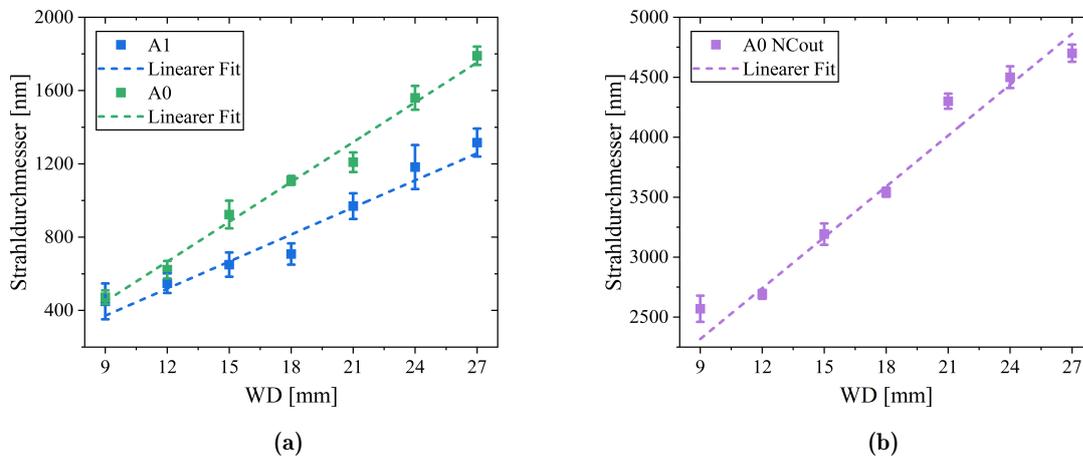


Abb. 5.5: Elektronenstrahldurchmesser in Abhängigkeit des Arbeitsabstandes für (a) OLAP1 (A1) und OLAP0 (A0) NCin und (b) OLAP0 NCout. Bei größerem Blendendurchmesser und ohne NC steigt der Strahldurchmesser. Ebenso mit zunehmendem Arbeitsabstand (Fell et al., 2023c).

Die maximale Röntgenintensität wird durch einen maximalen Elektronenstrom (PC18) unter Verwendung von einer Beschleunigungsspannung von 30 kV, OLAP0 und der Entfernung des NC aus dem Strahlengang mit ca. 1 μ A erzielt. Gleichzeitig führt dies aber zu einem relativ großen Elektronenstrahldurchmesser von mehr als 2 μ m, welcher je nach verwendeter Targetgeometrie die räumliche Auflösung der Röntgenbildgebung deutlich verschlechtert. Daher kann es durchaus sinnvoll sein den Elektronenstrahldurchmesser mit Hilfe der Blenden zu

verringern und somit einen Anstieg der Messzeit in Kauf zu nehmen. Die Beschleunigungsspannung bzw. die daraus resultierende Elektronenenergie sollte in Bezug auf den Elektronenstahl auf 30 kV eingestellt sein. Dies verringert zum einen den Strahldurchmesser und erhöht zum anderen den Strahlstrom. Gleichzeitig wird die Anregungsenergie zur Röntgenemission erhöht.

Der Vollständigkeit halber ist auch die Operatorin bzw. der Operator als Einflussfaktor zu nennen, da dieser maßgeblich die Elektronenstrahlgeometrie und den Elektronenstrahlfokus durch manuelle Einstellung beeinflusst. Beide Faktoren können zu einer Elektronenstrahlverbreiterung führen, wodurch der Röntgenbrennfleck vergrößert und schlussendlich die räumliche Auflösung der Röntgenbildgebung verringert wird. Die aus diesem und den folgenden Kapiteln gewonnenen optimierten Parameter sind in Kapitel 5.3.1 zusammengefasst.

In Abhängigkeit der Targetgeometrie und des Targetmaterials wirken sich die genannten Elektronenstrahleigenschaften unterschiedlich auf die Röntgenbildgebung aus. Dieser Aspekt wird in den folgenden Kapiteln genau untersucht, sodass die optimierten REM-Parameter (30kV, PC 18, OLAP1, OLAP0 (NCout), WD13) in direkten Zusammenhang mit der Röntgenbildgebung gebracht werden können.

5.1.2 Targetgeometrie

Wie zuvor beschrieben, wirkt sich auch die Targetgeometrie entscheidend auf die Röntgenbildgebung aus. Daher wird zwischen drei Targetgeometrien, wie sie in Abbildung 5.6 schematisch dargestellt sind, unterschieden. In Gelb ist der einfallende Elektronenstrahl abgebildet, in Grün die Trajektorien innerhalb des Objekts und in Schwarz die Trajektorien außerhalb des Objekts.

- **Bulktarget:** Dies beschreibt ein Röntgentarget, dessen räumliche Ausbreitung größer als die zu erwartende Wechselwirkungszone (WWZ) zwischen Elektron und Target ist. Der Anteil der transmittierten Elektronen ist dementsprechend gleich null. Die Ausdehnung der WWZ liegt je nach Targetmaterial zwischen 1 - 10 μm . Für die experimentelle Umsetzung wird typischerweise eine Targetdicke von 500 μm bis 2 mm gewählt.
- **Folientarget:** Dies beschreibt ein Röntgentarget, welches in einer Raumrichtung die Größe der zu erwartenden WWZ unterschreitet. Die Schichtdicke liegt dabei meist unter 2 μm .
- **Nadeltarget:** Dies beschreibt ein Röntgentarget in Form einer Nadel bzw. eines Kegels, welches in zwei Raumrichtungen die Größe der zu erwartenden WWZ unterschreitet. Der Durchmesser der Nadelspitze liegt typischerweise unter 1 μm .

Bei Verwendung eines Bulktargets dringen Elektronen so weit in das Material hinein, bis sie ihre Energie vollständig abgegeben haben und ihre maximale Eindringtiefe erreichen. Die Größe der WWZ kann als Näherung des Röntgenbrennflecks angesehen werden und bestimmt daher die räumliche Auflösung der Röntgenbildgebung.

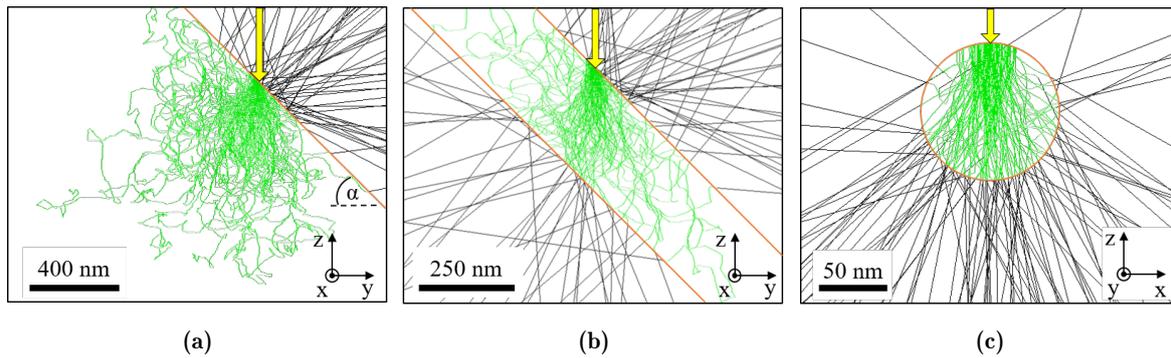


Abb. 5.6: Die mit DTSA simulierte WWZ von (a) Bulktarget unter 45° (Seitenansicht), (b) Folientarget unter 45° (Seitenansicht) und (c) Nadeltarget (Frontansicht). Die Grenzflächen des Targets sind in Rot und die Trajektorien der Elektronen innerhalb des Targets in Grün dargestellt. Die reflektierten bzw. transmittierten Elektronen sind in Schwarz sichtbar (Fell et al., 2023c).

Bei Folien- und Nadeltarget wird die Größe der WWZ durch die Größe des Targets geometrisch limitiert und der Röntgenbrennfleck fällt geringer aus. Als Konsequenz verbessert sich die räumliche Auflösung, aber gleichzeitig wird nur ein Teil der Elektronenenergie zur Ionisation und somit zur Anregung von Röntgenstrahlung genutzt, wodurch sich die Röntgenintensität verringert.

5.1.3 Targetmaterial

Die Wahl potentieller Targetmaterialien wurde auf der Basis von Materialdatenbanken anhand der Eigenschaften Schmelzpunkt und charakteristische Röntgenenergie getroffen. Ein möglichst hoher Schmelzpunkt und eine gute Wärmeleitfähigkeit des Targetmaterials sind aufgrund der hohen Leistungsdichte des Elektronenstrahls und dem damit verbundenen Energieeintrag für eine gute thermische Stabilität des Targets notwendig. Je kleiner das Targetvolumen gewählt wird, desto bedeutender wird die Rolle dieser Eigenschaften, da die Wärme aufgrund der immer kleiner ausfallenden Wärmebrücke weniger gut abtransportiert werden kann (Widder, 1976). Daneben ist die Energieverteilung der charakteristischen Röntgenlinien essentiell für ein geeignetes Targetmaterial, da diese den Kontrast der Röntgenbildgebung bestimmt. Außerdem kann die Intensität der charakteristischen Röntgenstrahlung großen Einfluss auf die Gesamtintensität der emittierten Röntgenstrahlung nehmen und dadurch den Photonenfluss deutlich erhöhen.

Nimmt man das Periodensystem der Elemente zur Hand beginnt der Bereich potentieller Targetmaterialien bei Elementen, deren charakteristische Röntgenenergie über dem Energieschwellenwert des PCXD von 5 keV liegt. Chrom mit der Ordnungszahl 24 weist mit einer K_α -Strahlung von ca. 5,4 keV eine charakteristische Röntgenenergie auf (siehe Tabelle 2), die knapp oberhalb des Schwellenwerts liegt und stellt somit das erste potentielle Targetmaterial im Periodensystem dar. Mit seinem niederenergetischen Röntgenspektrum ist Chrom

besonders geeignet, um schwach absorbierende Materialien zu kontrastieren, da die Röntgenstrahlung gegenüber einem hochenergetischen Spektrum hinreichend stark geschwächt wird.

Auch die Elemente Mangan, Eisen, Cobalt, Nickel, Kupfer und Zink eignen sich als Targetmaterial, wobei hier die Wahl auf Fe und Cu fällt, deren Schmelzpunkte hinreichend hoch sind und eine charakteristische K_{α} -Strahlung von ca. 6,4 keV und 8 keV aufweisen. Die folgenden Materialien mit einer Ordnungszahl von 31 - 37 kommen nicht als Targetmaterialien in Frage, da deren Schmelzpunkt nahe bei Raumtemperatur liegt und daher dem hohen Energieeintrag des Elektronenstrahls nicht standhalten würden.

Interessant sind die Elemente Strontium, Yttrium, Zirkon, Niob und Molybdän, da deren Schmelzpunkte bei ca. 800 °C bis 2600 °C und die charakteristische Röntgenenergie zwischen 14 keV und 17,5 keV (K_{α} -Strahlung) liegen. Diese Elemente stehen als Target mit hochenergetischem Röntgenspektrum und damit zur Untersuchung stark absorbierender Materialien oder großer Objekte zur Verfügung. Aus dieser Gruppe an Elementen fällt die Wahl auf Yttrium mit einer Schmelztemperatur von ca. 1500 °C, um eine ausreichende thermische Stabilität zu erreichen und auf Molybdän, um somit zwei Elemente mit unterschiedlicher charakteristische Röntgenenergie von ca. 15 keV und 17,5 keV vorliegen zu haben.

Die Elemente mit einer Ordnungszahl von 43 - 57 weisen eine K_{α} -Strahlung von mehr als 18 keV und eine L_{α} -Strahlung von weniger als 5 keV auf. Aufgrund des Überspannungsverhältnisses (siehe Kapitel 2.2.1) können diese Elemente mit einem 30 keV Elektron nur schwach zur Emission von Röntgenstrahlung angeregt werden, wodurch ein enormer Intensitätsverlust in Kauf genommen werden muss, da praktisch nur Bremsstrahlung zum Röntgenspektrum beiträgt. Aus diesem Grund sind die genannten Elemente als Target für das XRM-II nicht geeignet.

Als potentielle Elemente kommen nur noch Hafnium, Tantal, Wolfram, Rhenium, Osmium, Iridium, Platin und Gold in Frage. Alle weiteren Elemente mit einer höheren Ordnungszahl (> 79) sind aufgrund ihres Schmelzpunktes oder aufgrund von Radioaktivität ausgeschlossen. Von den zuletzt genannten Elementen fällt die Wahl auf Wolfram aufgrund des besonders hohen Schmelzpunktes von ca. 3500 °C und auf Platin mit einer relativ hohen charakteristischen Röntgenenergie von 9,4 keV (L_{α} -Strahlung). Zusammenfassend sind die potentiellen Targetmaterialien Chrom (Cr), Eisen (Fe), Kupfer (Cu), Yttrium (Y), Molybdän (Mo), Wolfram (W) und Platin (Pt) in Tabelle 2 mit ihrem Schmelzpunkt und der relevanten charakteristischen Röntgenenergie aufgelistet. Hierbei ist zu erwähnen, dass Materialien mit geringem Schmelzpunkt nur als Bulk- oder Folientargets geeignet sind.

Mit den ausgewählten Materialien stehen Targets mit charakteristischen Röntgenenergien zwischen ca. 5,5 keV und 17,5 keV zur Verfügung. Betrachtet man nun die mit DTSA simulierten Röntgenspektren der ausgewählten Targetmaterialien in Abbildung 5.7, so wird die genaue Energie- und Intensitätsverteilung sichtbar.

Deutlich sind die immensen Intensitätsunterschiede, die auf das Überspannungsverhältnis bzw. die Kombination von Anregungsenergie und charakteristische Röntgenenergie zurückzuführen. Mit einer Primärenergie von 30 keV stehen viele Elektronen auch nach mehreren

Tabelle 2: Auswahl relevanter Targetmaterialien für die REM-basierte Nano-CT sowie deren Eigenschaften Schmelzpunkt (Weast et al., 1984) und charakteristische Röntgenenergie (Intensitätsmaximum zwischen 5 - 30 keV). Daneben ist der Anteil der charakteristischen Röntgenstrahlung am Gesamtspektrum sowie die normierte emittierte Röntgenintensität für den Energiebereich zwischen 5 - 30 keV angegeben (Fell et al., 2023c).

Material	Schmelzpunkt [°C]	Charakteristische Röntgenenergie [keV]	Anteil char. Photonen am Spektrum [%]	Normierte emittierte Röntgenintensität
Cr	1857	$K_\alpha = 5,4$	79	1,00
Fe	1538	$K_\alpha = 6,4$	73	0,87
Cu	1083	$K_\alpha = 8,0$	62	0,70
Y	1523	$K_\alpha = 14,9$	18	0,40
Mo	2617	$K_\alpha = 17,4$	9	0,37
W	3410	$L_\alpha = 8,34$	35	0,78
Pt	1772	$L_\alpha = 9,4$	31	0,73

Wechselwirkungen zur Verfügung, um niederenergetische charakteristische Röntgenstrahlung anzuregen. Für höherenergetische Röntgenstrahlung sinkt die Anregungswahrscheinlichkeit und die charakteristische Röntgenintensität fällt deutlich geringer aus.

In Tabelle 2 sind die emittierten Röntgenintensitäten der verschiedenen Targetmaterialien im Energiebereich von 5 - 30 keV auf die Intensität von Cr normiert, wobei sich quantitative Unterschiede von mehr als 60 % ergeben. Die Intensitätsunterschiede sind auch im Anteil der charakteristischen Röntgenstrahlung (Tabelle 2) am Gesamtspektrum ersichtlich. Für Cr liegt bspw. der Anteil der charakteristischen Röntgenstrahlung am Gesamtspektrum bei knapp 80 % und für Mo bei knapp 10 %.

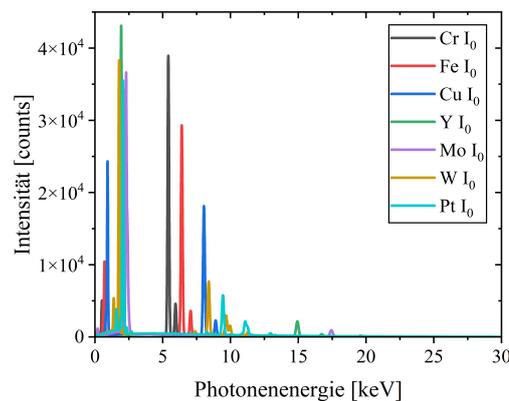


Abb. 5.7: Emittierte Röntgenspektren der Targetmaterialien Cr, Fe, Cu, Y, Mo, W, und Pt (Fell et al., 2023c).

Als weiterer Einflussfaktor auf die Röntgenbildgebung ist die Ordnungszahl zu erwähnen. Je höher die Ordnungszahl desto geringer die Eindringtiefe der Elektronen und desto mehr Wechselwirkungen pro Weglänge finden statt (siehe Abbildung 2.3). Dadurch erzielen Targetmaterialien mit hoher Ordnungszahl eine höhere räumliche Auflösung, so lange das Wechselwirkungsvolumen nicht eingeschränkt wird. Außerdem entsteht mehr Röntgenstrahlung pro Targetvolumen, was besonders im Falle des Nadeltargets relevant ist.

Neben der emittierten Röntgenstrahlung ist die detektierte Röntgenstrahlung ausschlaggebend für die Röntgenbildgebung. Daher wird im nächsten Kapitel der Einfluss des Strahlengangs des XRM-II auf die Röntgenstrahlung untersucht.

5.1.4 Strahlengang der Photonen

Aufgrund des Setups des XRM-II wird die emittierte Röntgenstrahlung durch mehrere Faktoren geschwächt. Da der Detektor außerhalb der Vakuumkammer liegt, müssen die Röntgenquanten zunächst ein 250 μm dickes Be-Fenster durchdringen und nach Verlassen des Vakuums ca. 23,6 cm Luft passieren. Bevor sie vom PCXD-Detektor erfasst werden, müssen sie zusätzlich ein 50 μm Kapton-Fenster sowie eine 90 nm Pt-Schicht auf dem Sensormaterial durchdringen.

Die energieabhängige Höhe der Transmission der Einzelkomponenten kann mit Hilfe des Lambert-Beerschen Gesetzes berechnet werden und ergibt zusammen mit der Absorptionseffizienz des Detektors die Detektionseffizienz. Die Sensorschicht des verwendeten Röntgendetektors ist aus 1000 μm CdTe aufgebaut, die im gesamten Detektionsbereich von 0 - 30 keV eine Absorption von über 99,95 % aufweist. Daher kann die Absorption des Sensormaterials bei der Berechnung der Detektionseffizienz vernachlässigt werden. Für die Materialeigenschaften der anderen Komponenten wird das Tool XCOM vom National Institute of Standards and Technology verwendet (Berger et al., 1999). Die Luft ist dabei als Verbindung mit 78 % Stickstoff, 21 % O und 1 % Argon definiert. Kapton ist als chemische Verbindung mit der Strukturformel $C_{22}H_{10}N_2O_5$ definiert.

Wie in Abbildung 5.8 sichtbar, wird die Transmission maßgeblich durch die Absorption in Luft und nur kaum vom Be- und Kapton-Fenster oder der Pt-Beschichtung beeinflusst. Betrachtet man Energien knapp über dem Schwellenwert des PCXD von 5 keV, so liegt die Transmission bei nur 18 %. Mit höherer Energie steigt die Transmission an und erreicht bei 10 keV knapp 80 % und bei 15 keV 90 %.

Verrechnet man das emittierte Röntgenspektrum aus Abbildung 5.9 (a) mit der Detektionseffizienz, so erhält man das detektierte Röntgenspektrum in Abbildung 5.9 (b). All die Photonen, die unter 5 keV nicht schon ohnehin absorbiert werden, werden durch den Detektorschwellenwert eliminiert.

Wie schon zuvor erwähnt, liegt die mit Abstand höchste Ausgangsintensität für das Element Cr vor. Da aber die Schwächung durch das Setup im niederenergetischen Bereich besonders stark zum Tragen kommt, ist Cr auch das Element, welches den höchsten Intensitäts-

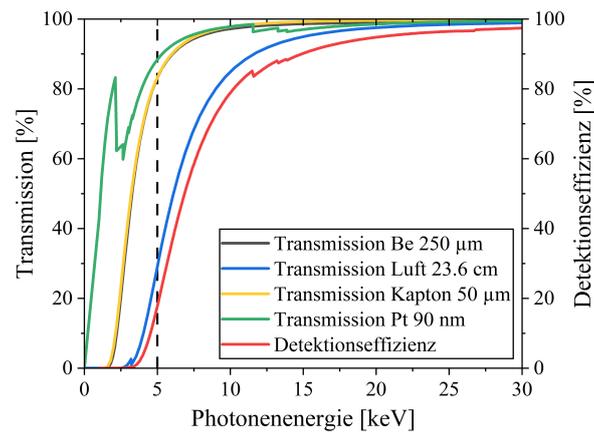


Abb. 5.8: Berechnete Detektionseffizienz in Abhängigkeit der Photonenergie ermittelt aus der Transmission von Be, Luft, Kapton und Pt sowie der Absorption von CdTe (Fell et al., 2023c).

verlust aufweist. Höherenergetische Strahlung wie die charakteristische Strahlung von W, Pt, Y oder Mo wird wesentlich geringer geschwächt als die niederenergetische charakteristische Röntgenstrahlung von Cr oder Fe.

Eine quantitative Berechnung der detektierten Spektren (Energiebereich von 5 - 30 keV) ist in Tabelle 3 für die betrachteten Targetmaterialien zusammengefasst. Aufgrund des Setups liegt die Transmission für Cr bei 41 %, für Fe bei 57 % und für die restlichen Materialien zwischen 70 - 80 %. Durch die energieabhängige Schwächung der Röntgenstrahlung weisen die Elemente W und Pt nach dem Passieren des Strahlengangs die höchste detektierte Intensität auf (ca. 60 % gegenüber der emittierten Intensität von Cr). Die detektierte Intensität von Cr ist ca. 35 % geringer und die von Y und Mo ca. 50 % geringer.

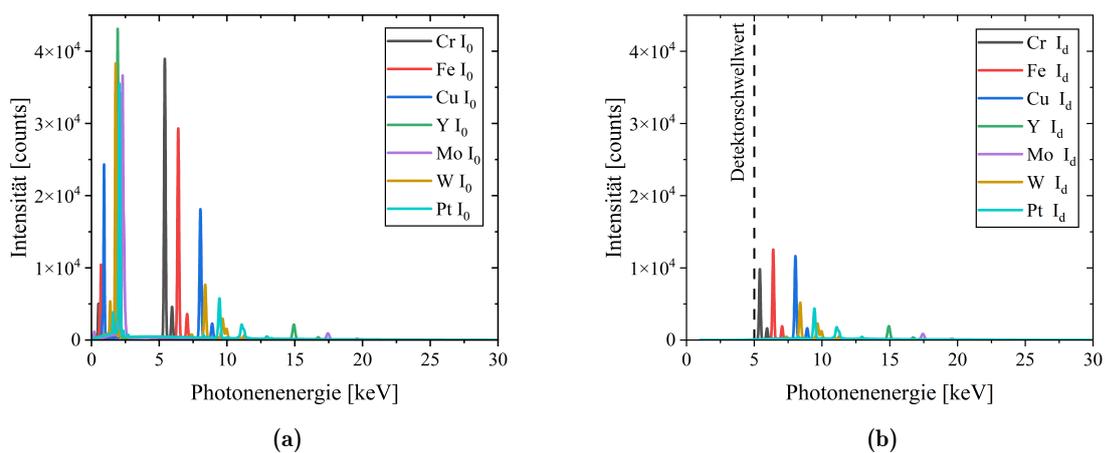


Abb. 5.9: Schwächung der Röntgenintensität durch den Einfluss des Strahlengangs: (a) Simulation des emittierten Röntgenspektrums und (b) Berechnung des detektierten Röntgenspektrums (Fell et al., 2023c).

Für die angestrebten Targetdesigns sind unterschiedliche Röntgenenergien entscheidend, um Kontrastunterschiede in der Bildgebung zu erzeugen. Zur weiteren Quantifizierung wird

Tabelle 3: Auswirkungen der durch das Setup bedingten Transmission auf das emittierte Spektrum und der daraus resultierenden detektierten Röntgenintensität und Röntgenenergie. Zur besseren Vergleichbarkeit wurde die normierte emittierte Intensität aus Tabelle 2 aufgegriffen. Alle Werte beziehen sich auf den Energiebereich zwischen 5 - 30 keV. Die Intensitäten sind auf die emittierte Intensität von Cr normiert (Fell et al., 2023c).

Material	Normierte emit. Röntgenintensität	Transmission des Setups [%]	Normierte detek. Röntgenintensität	Median der detek. Röntgenenergie [keV]
Cr	1,00	36,5	0,37	5,5
Fe	0,87	52,5	0,46	6,5
Cu	0,70	69,0	0,48	6,8
Y	0,40	77,0	0,30	14,0
Mo	0,37	76,0	0,28	12,7
W	0,78	74,5	0,58	9,7
Pt	0,73	77,5	0,57	11,0

daher der Median der spektralen Röntgenenergie für den detektierten Energiebereich von 5 keV bis 30 keV berechnet.

Wie in Tabelle 3 aufgelistet, liegt der Median des detektierten Röntgenspektrums von Cr und Fe bei ca. 5,5 keV und 6,5 keV, wodurch sich diese Materialien besonders zur Abbildung schwach absorbierender Materialien eignen. Im Gegensatz dazu sind die Materialien Y und Mo mit einem Median von ca. 13,5 keV für die Bildgebung stark absorbierender Materialien prädestiniert. Der Median des detektierten Spektrums der restlichen untersuchten Materialien liegt in einem Bereich von etwa 7 bis 11 keV.

Die hohe Absorption durch Luft zeigt, welches Potential in der Optimierung des Strahlengangs liegt. Da der Röntgendetektor nicht vakuumtauglich ist, entfällt die Möglichkeit den Detektor in die Vakuumkammer zu integrieren. Eine Alternative zur Evakuierung des Strahlengangs, stellt das Fluten mit Helium dar. Nimmt man an, dass mit Hilfe einer 20 μm dicken Polyethylenfolie 20 cm des Strahlengangs mit He geflutet werden kann, so ergibt sich eine deutliche Verbesserung der Detektionseffizienz, wie sie in Abbildung 5.10 dargestellt ist.

Wird Letztere mit der emittierten Röntgenstrahlung verrechnet, erhöht sich insbesondere die Intensität der niederenergetischen Röntgenstrahlung. Für die Verwendung von Cr als Targetmaterial würde dies bedeuten, dass die Intensität um ca. 80 % erhöht werden kann. Auch für Targetmaterialien mit einer höheren mittleren Photonenenergie wie W oder Y würde sich die Intensität um 20 % bzw. 17 % erhöhen. Eine experimentelle Umsetzung und quantitative Betrachtung wird bei der Entwicklung des Bulktargets in Kapitel 5.2.1 betrachtet.

Um die Rechenzeit der in dieser Arbeit durchgeführten Simulationen gering zu halten, wird die Schwächung durch das Setup nicht simuliert, sondern stattdessen im Nachgang rechnerisch anhand des lambert-beerschen Gesetzes und der errechneten Detektionseffizienz korrigiert.

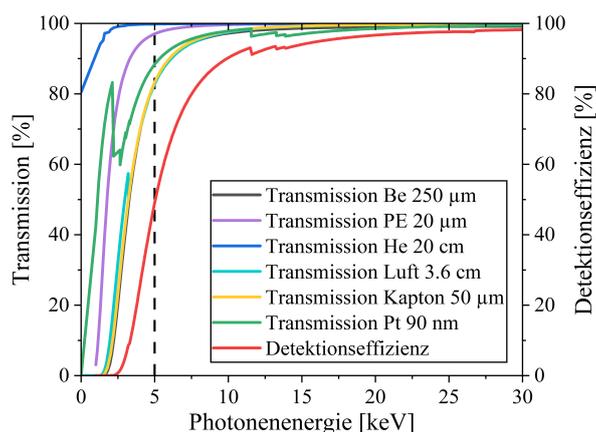


Abb. 5.10: Berechnete Detektionseffizienz in Abhängigkeit der Photonenergie ermittelt aus der Transmission von Be, Luft, Kapton und Pt sowie der Absorption von CdTe. Mit Hilfe eines Polyethylenbeutels mit einer Wandstärke von $10\ \mu\text{m}$ wird $20\ \text{cm}$ des Strahlengangs mit He geflutet und führt damit zu einer verbesserten Detektionseffizienz.

5.1.5 Richtcharakteristik der Photonen

Um richtungsabhängige Intensitätsunterschiede der emittierten Röntgenstrahlung - die Richtcharakteristik - zu ermitteln, werden mithilfe von DTSA Röntgenspektren über einen Winkelbereich von 90° simuliert. Dazu wird der Detektor, welcher auf den Fokuspunkt des Elektronenstrahls gerichtet ist, schrittweise um 5° aus der Horizontalen in die Vertikale auf 90° gekippt. Der Detektorkippwinkel ist, wie in Abbildung 5.11 schematisch dargestellt, als Winkel β definiert. Der PCXD-Detektor ist standardmäßig senkrecht relativ zum einfallenden Elektronenstrahl positioniert. Die horizontale Ausrichtung entspricht der 0° Position. Ebenso ist die horizontale Ausrichtung des Targets als 0° definiert und eine positive Änderung des Targetkippwinkels α als Verkippung in Richtung des PCXD zu verstehen.

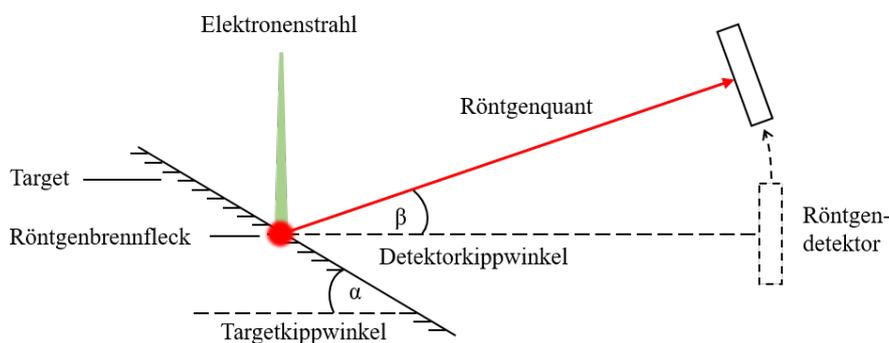


Abb. 5.11: Definition des Targetkippwinkels α und des Detektorkippwinkels β . Die horizontale Ausrichtung entspricht jeweils 0° .

Die mittels DTSA simulierte Richtcharakteristik der emittierten Photonen, unter senkrechtem Einfall des Elektronenstrahls gegenüber dem Detektor, ist für die Targetkippwinkel

5°, 25°, 45°, 65°, 85° exemplarisch für das Targetmaterial W in Abbildung 5.12 (a) dargestellt. Gezeigt ist die emittierte Röntgenintensität von Photonen mit einer Energie zwischen 0 keV und 30 keV, welche die Probe verlassen und sich in Richtung Detektor bewegen. Die absoluten Intensitäten variieren bei unterschiedlichen Targetkippwinkeln deutlich und lassen sich durch zwei Hauptfaktoren erklären: zum einen durch die Rückstreuung der Primärelektronen infolge ihrer Wechselwirkung mit dem Target, die zu einer verminderten Emission von Röntgenquanten führt, und zum anderen durch die Selbstabsorption der emittierten Röntgenquanten innerhalb des Targetmaterials.

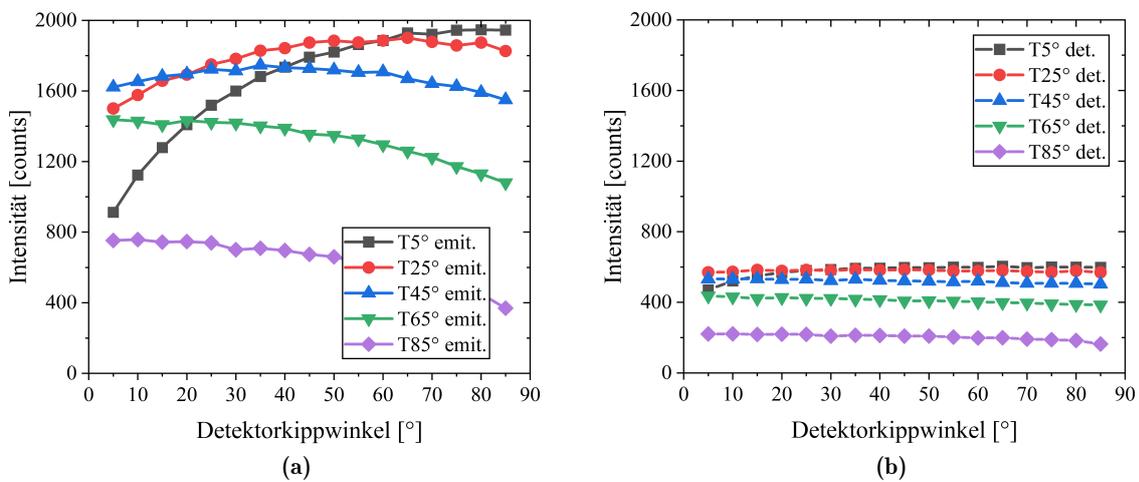


Abb. 5.12: Richtcharakteristik der Röntgenquanten infolge des Elektronenbeschusses eines Bulktargets: (a) emittierte Röntgenintensität im Energiebereich von 0 - 30 keV und (b) detektierte Röntgenintensität im Energiebereich von 5 - 30 keV für die Targetkippwinkel 5°, 25°, 45°, 65° und 85° am Beispiel von W.

Bei einem Targetkippwinkel von 5° (schwarze Kurve in Abbildung 5.12 (a)) und einem geringen Detektorkippwinkel ergibt sich eine nahezu horizontale Ausrichtung von Target und Detektor. In diesem Fall müssen die Photonen eine weite Wegstrecke im Targetmaterial zurücklegen, sodass es zu einer ausgeprägten Selbstabsorption kommt und die Intensität zunächst sehr gering ausfällt. Mit zunehmendem Detektorkippwinkel verringert sich aufgrund der veränderten geometrischen Anordnung zwischen Target und Detektor die zurückgelegte Wegstrecke der Photonen im Target. Dadurch nimmt die Selbstabsorption ab, und die Röntgenintensität steigt kontinuierlich an.

Bei sehr steilen Targetkippwinkeln von 85° (lilafarbene Kurve in Abbildung 5.12 (a)) liegt eine deutlich niedrigere Gesamtintensität vor, die auf den hohen BSC zurückzuführen ist. Dieser nimmt mit steigendem Targetkippwinkel von ca. 50 % bei 5° Neigung auf 85 % bei 85° Neigung zu (siehe Abbildung 2.5). Dadurch stehen weniger Elektronen für die Anregung von Röntgenstrahlung zur Verfügung, sodass die Intensität geringer ausfällt. Für den Kurvenverlauf ist auch hier die zurückgelegte Wegstrecke im Targetmaterial ausschlaggebend. Bei hohen Detektorkippwinkeln fällt diese sehr groß aus, wodurch die Selbstabsorption steigt und weniger Photonen detektiert werden. Infolgedessen werden beim um 85° gekippten Target die

meisten Photonen bei einem Detektorkippwinkel von 0° detektiert, während ihre Anzahl mit steigendem Detektorkippwinkel kontinuierlich abnimmt.

Betrachtet man die Richtcharakteristik bei einem Targetkipswinkel von 45° , so zeigt sich eine nahezu symmetrische Kurve mit einem Maximum bei einem Detektorkippwinkel von ebenfalls 45° . Dies entspricht einer senkrechten Ausrichtung des Detektors relativ zum Target, wodurch Photonen, die in Richtung des Detektors emittiert werden, die kürzeste mittlere Weglänge im Target zurücklegen. Mit zunehmender Abweichung des Detektorkippwinkels von der 45° -Position nimmt die Selbstabsorption im Target zu, was zu einer Verringerung der detektierten Röntgenintensität führt.

Abbildung 5.12 (b) zeigt die detektierte Röntgenintensität nach Passieren des Strahlengangs mit einer Energie zwischen 5 keV und 30 keV und weist eine wesentlich niedrigere Gesamtintensität auf. Die detektierte Röntgenintensität verhält sich im Gegensatz zur emittierten Intensität nahezu unabhängig vom Detektorkippwinkel, was auf die Absorption bzw. fehlende Detektion niederenergetischer Röntgenstrahlung zurückzuführen ist. Zum einen liegt dies im Energieschwellenwert des Detektors begründet, der dafür sorgt, dass sämtliche Photonen bis 5 keV eliminiert werden. Zum anderen wird die niederenergetische Strahlung zusätzlich durch das Be-Fenster, die zurückgelegte Weglänge in Luft, das Kapton-Fenster und die Pt-Schicht geschwächt. Zusammen führt dies zur Strahlaufhärtung und die mittlere Energie des Spektrums erhöht sich (vergleiche Detektionseffizienz in Abbildung 5.8 sowie die Energieverteilung der emittierten und detektierten Spektren in Abbildung 5.9 (a) und 5.9 (b), sowie Tabelle 3). Ausnahmen im Kurvenverlauf sind bei 5° Targetkipswinkel in Kombination mit niedrigem Detektorkippwinkel und 85° Targetkipswinkel in Kombination mit hohem Detektorkippwinkel sichtbar. Beide Fälle haben gemeinsam, dass die Photonen, die sich in Richtung Detektor bewegen eine sehr weite Wegstrecke im Targetmaterial zurücklegen müssen, und daher die Röntgenintensität abnimmt.

Wählt man statt des kartesischen Koordinatensystems ein Polarkoordinatensystem, so erhält man die in Abbildung 5.13 (a) und 5.13 (b) gezeigten Graphen. Man kann sich die Darstellung so vorstellen, als läge das Target immer horizontal ausgerichtet im Zentrum des Polarkoordinatensystems und der einfallende Elektronenstrahl verändert sich wie dargestellt. 0° auf dem Polarkoordinatensystem bedeuten bspw., dass Target und Detektor in einer Ebene parallel ausgerichtet sind.

Vorteil des Polarkoordinatensystems ist, dass die Symmetrie der emittierten Röntgenstrahlung und die Asymmetrie der detektierten Röntgenstrahlung direkt sichtbar ist. Die Intensität der emittierten Photonen weist ihr Maximum bei einer Detektorposition von 90° gegenüber dem Target auf, da in diesem Fall die Weglänge der Photonen im Targetmaterial und somit die Selbstabsorption ihr Minimum erreicht. Mit anderen Worten werden Photonen in alle Raumrichtungen gleichermaßen emittiert und die Richtcharakteristik nur durch die Selbstabsorption beeinflusst. Wird nun der Einfluss des Detektorschwellenwertes und des Strahlengangs berücksichtigt, verschiebt sich das Intensitätsmaximum der detektierten Pho-

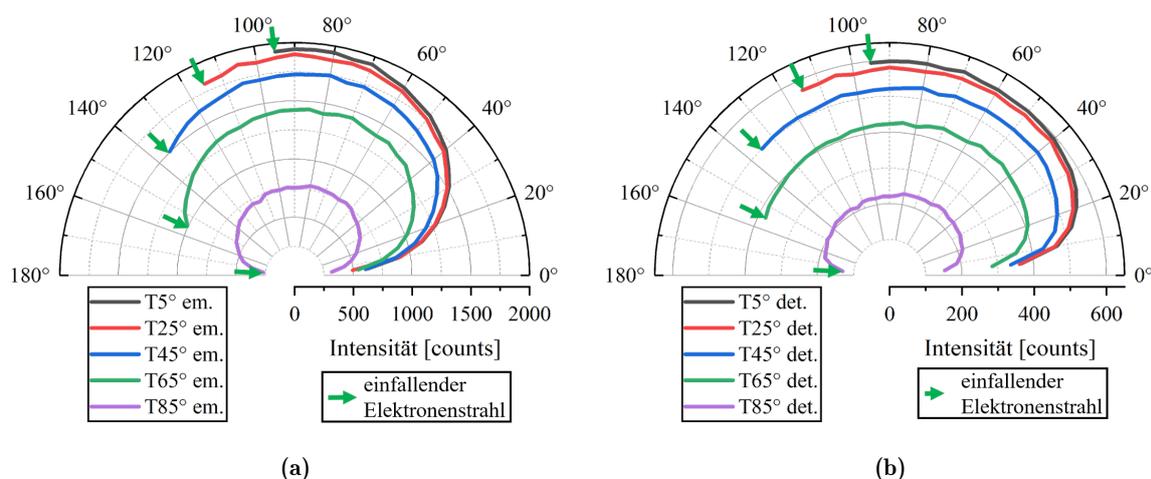


Abb. 5.13: Polardarstellung der Richtcharakteristik der Röntgenquanten infolge des Elektronenbeschusses eines Bulktargets: (a) emittierte Röntgenintensität im Energiebereich von 0 - 30 keV und (b) detektierte Röntgenintensität im Energiebereich von 5 - 30 keV für die Targetkippwinkel 5°, 25°, 45°, 65° und 85° am Beispiel von W. Softwarebedingt können nicht alle Raumrichtungen simuliert werden. Die grünen Pfeile zeigen den einfallenden Elektronenstrahl. Das Target befindet sich in der Horizontalen.

tonen zu einer Detektorposition von ca. 60° gegenüber dem Target. Betrachtet man einen bestimmten Targetkippwinkel, so sieht man gleichzeitig, dass sich die Intensität des detektierten Spektrums im Winkelbereich von 20° - 90° gegenüber dem Target kaum verändert.

Der Intensitätsunterschied für verschiedene Detektorkippwinkel ist im Vergleich zum Intensitätsunterschied aufgrund der unterschiedlichen Targetkippwinkel gering und nur schwer realisierbar und daher eher eine akademische Betrachtung. Die Variation des Targetkippwinkels, welche im Kapitel 5.2 untersucht wird, ist experimentell wesentlich einfacher umzusetzen und der Variation des Detektorkippwinkels vorzuziehen.

5.1.6 Röntgendetektion

Das im Detektor verbaute Sensormaterial CdTe weist im Energiebereich von 0 keV bis 30 keV eine Absorption von nahezu 100 % und somit auch eine hohe Detektionseffizienz auf. Nachteilig sind die ausgeprägten Inhomogenitäten der Detektionsempfindlichkeit, die die Bildqualität verschlechtern. Diese sind bei Betrachtung der Aufnahme in Abbildung 5.14 deutlich sichtbar und äußern sich in unterschiedlicher Form.

Wie bereits von Aamir et al. (2011b, 2012) oder Delogu et al. (2017) für andere direkt konvertierende CdTe-Detektoren berichtet, werden auch in der REM-basierten Radioskopie (30 keV) Bereiche mit hoher und niedriger Empfindlichkeit beobachtet. Besonders auffallend sind große Bereiche von einigen zehn Pixel mit niedrigem Signal, welches bei weniger als 10 % des mittleren Signals liegt (siehe Abbildung 5.14 (b)). Dieses Phänomen kann sowohl innerhalb der Detektorkacheln als auch am Rand bzw. zwischen den einzelnen Kacheln nachgewiesen

werden. Eine mögliche Ursache ist das sogenannte *Charge Trapping*, welches besonders bei Sensormaterialien mit hoher Ordnungszahl, wie es für CdTe der Fall ist, zum Tragen kommt. Der Effekt führt zu einer Reduktion des Signals, da Elektronen und im besonderen Maße Löcher in großflächigen Materialdefekten gefangen werden (Ballabriga et al., 2016). Nach längerer Belichtungsdauer sind die Bereiche mit niedrigem Signal teilweise von einem Ring mit hohem Signal umgeben, da negative Ladungsträger zu den Bereichen mit niedrigem Signal driften. Darüber hinaus ist die gemessene Intensität am Rand der Detektorkacheln erhöht.

Neben großen Bereichen sind auch einzelne Pixel mit geringem Signal (engl. cold spots) und hohem Signal (engl. hot spots) sichtbar. Ausgewertet für den gesamten Detektorbereich in Abbildung 5.14 liegt die Anzahl der cold spots mit einer Intensität unter 10 % der mittleren Pixelintensität bei 477 Pixel (0,073 % der gesamten Pixelanzahl) und die der hot spots mit einer Intensität von mehr als 200 % der mittleren Pixelintensität bei 273 Pixel (0,037 % der gesamten Pixelanzahl).

Weitere Inhomogenitäten zeigen sich als Schlieren auf dem Röntgenbild, deren Ursprung ebenfalls auf Trapping-Effekte bspw. an Korngrenzen oder Versetzungsanhäufungen zurückzuführen ist (Aamir et al., 2011a). Die dadurch hervorgerufenen Abweichungen der Sensitivität können durch hinreichende Detektorkühlung stark minimiert werden, sodass dieser Effekt kaum Auswirkungen auf die Bildqualität hat.

Einfluss auf die Sensitivität hat unter anderem die Kühltemperatur, der Photonenfluss, die Belichtungszeit, der Energieschwellenwert des Detektors, welcher über die angelegte Biasspannung geregelt wird und der Sensor Refresh, bei dem durch Anlegen einer Spannung Restladungsträger abgeleitet werden. Letzterer wird standardmäßig vor jeder Projektion durchgeführt. Außerdem wird von Seiten des Herstellers vor jeder Messung ein Warm-up von mindestens 30 min empfohlen, um das thermische Gleichgewicht des Detektors zu erreichen.

Um das Detektionsverhalten des Detektors abzubilden, wird eine Serienaufnahme von 2000 Radiographien mit einer Belichtungszeit von einer Minute durchgeführt. Dazu werden mit der Software PIXet von ADVACAM unter Verwendung eines Pt-Bulktargets mit einer Elektronenenergie von 30 keV bei einem Strahlstrom von 349 μA aufgenommen. Ausgewertet wird jeweils das mittlere Signal und dessen Standardabweichung für den in Abbildung 5.14 (a) und (b) gezeigten homogenen und inhomogenen Detektorbereich.

Die Auswertung des homogenen Detektorbereiches, der in den Graphen in Abbildung 5.15 (a) und 5.15 (b) dargestellt ist, weist darauf hin, dass die Schwankung des mittleren Signals zwischen einzelnen Aufnahmen mit ca. 2 % relativ gering ist und über die gesamte Messdauer von mehr als 30 h nahezu konstant bleibt. Der leichte Abfall im Signal über die Gesamtzeit ist auf die sogenannte Sensorpolarisation zurückzuführen, die durch *Trapping* und *Detrapping* von Ladungsträgern und der damit einhergehenden Veränderung des elektrischen Feldes im Detektor verursacht wird (Astromskas et al., 2016; Ballabriga et al., 2016). Die drei Ausreißer der insgesamt 2000 Bilder gehen auf Kommunikationsfehler des Detektors zurück.

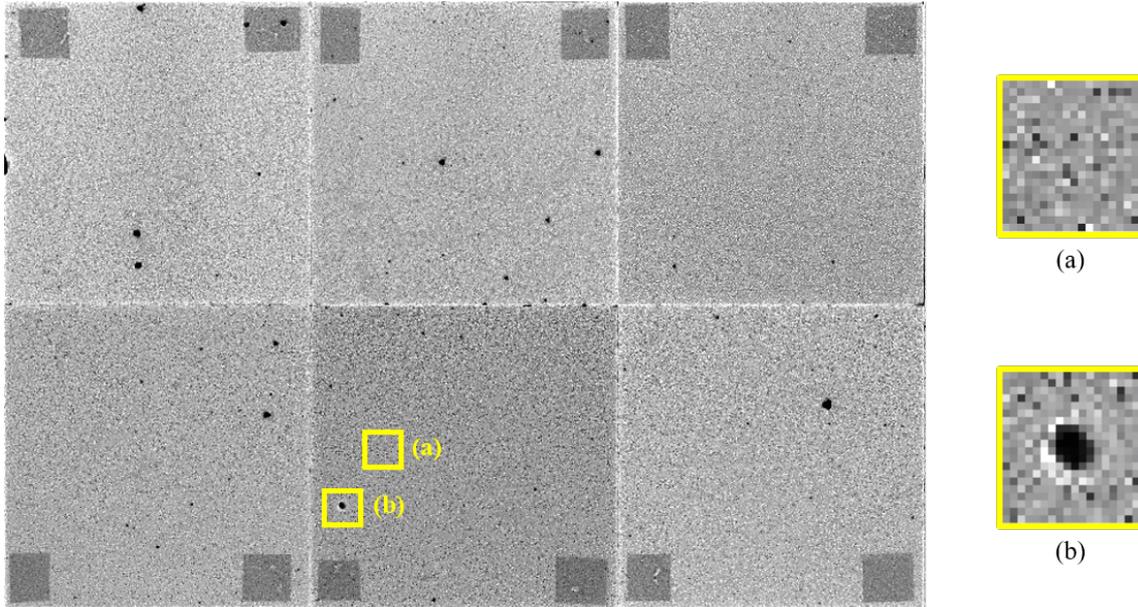


Abb. 5.14: Inhomogenitäten des CdTe Detektors: Neben homogenen Detektorbereichen (a) sind große Bereiche mit extrem niedriger Empfindlichkeit (b) sowohl innerhalb als auch am Rand der Detektorkacheln deutlich erkennbar. Außerdem sind einzelne cold spots und hot spots sichtbar und die Empfindlichkeit ist am Rand der Detektorkacheln erhöht. (Gezeigt sind sechs der zehn Detektorkacheln mit jeweils zwei rechteckigen dunkleren Bereichen, welche durch die Elektroden des Detektors hervorgerufen werden.)

Zusätzlich ist zu erwähnen, dass die mittlere Standardabweichung mit ca. 220 counts pro Pixel und Minute bei einer mittleren Intensität von ca. 750 counts pro Pixel und Minute bei ca. 30 % liegt und damit sehr hoch ausfällt. Folglich ist die Signalschwankung der einzelnen Pixel innerhalb einer Aufnahme vergleichsweise groß.

Betrachtet man die Auswertung des inhomogenen Detektorbereiches in Abbildung 5.15 (c) und 5.15 (d), so sind die zufällig verteilten extrem hohen Werte auffallend. Diese Werte werden durch die Erhöhung des Messsignals bis um den Faktor 1000 in der direkten Umgebung des zuvor beschriebenen Detektorbereiches mit charge trapping von Löchern hervorgerufen. Dies führt bei einzelnen Pixeln zu einer Signalstärke von bis zu 750000 counts und resultiert im betrachteten Detektorbereich in einer mittleren Signalstärke von einigen Tausend counts. Gleichzeitig sorgt das Cluster an Pixeln mit extrem niedrigem Signal (vgl. 5.14 (b)) zu einer allgemeinen Verringerung des mittleren Signals (Median im homogenen Detektorbereich bei 750 counts/pixel/min vs. Median im inhomogenen Detektorbereich bei 730 counts/pixel/min). Die hohe Signalstärke einzelner Pixel in einer Aufnahme sorgen für eine hohe Standardabweichung.

Um den Einfluss der Belichtungsdauer pro Integration auf die Bildqualität zu analysieren, wird nach einem Warm-up von 30 min jeweils eine Bilderserie von 50 Radiographien mit den in Tabelle 4 aufgelisteten Detektorparameter aufgenommen. Dazu wird ein Pt-Bulktargets verwendet und eine Elektronenenergie von 30 keV bei einem Strahlstrom von 338 μA eingestellt.

Die Radiographien werden als unkorrigierte Rohbilder in der Software PIXet von ADVACAM aufgenommen und abgespeichert.

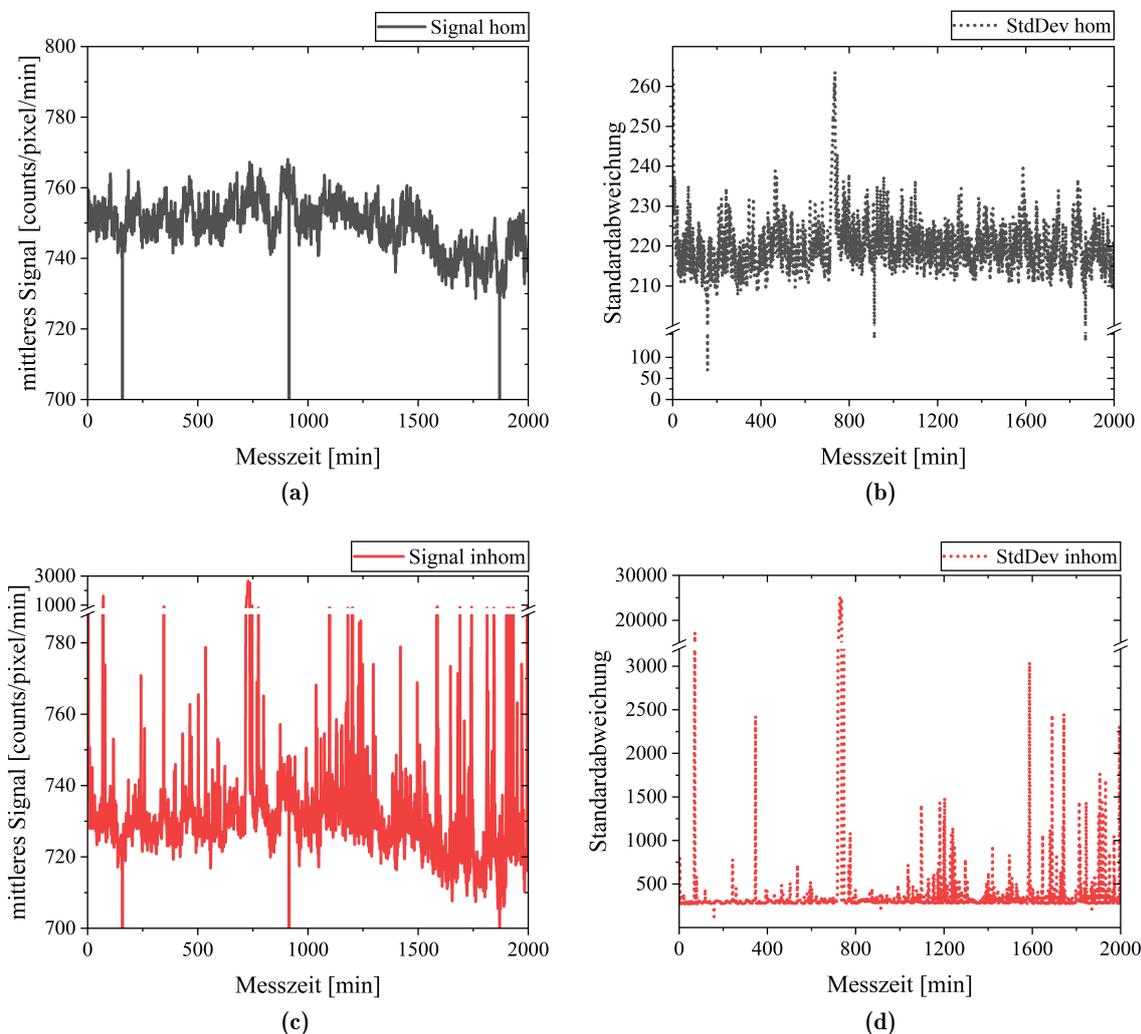


Abb. 5.15: in Abhängigkeit der Messzeit: Auswertung von Signal (a) und der Standardabweichung (b) im homogenen Detektorbereich sowie Auswertung des Signals (c) und der Standardabweichung (d) im inhomogenen Detektorbereich.

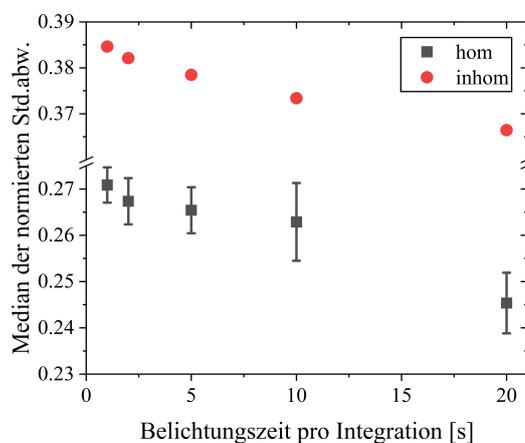
Da die Signalstärke zwischen den einzelnen Messungen variiert, wird zunächst für jede Aufnahme die Standardabweichung des Signals auf die Signalstärke normiert. Anschließend wird der Median dieser Werte gebildet und liefert die Ergebnisse in Abbildung 5.16. Der Graph zeigt folglich den Median der Signalschwankungen der unterschiedlichen Pixel innerhalb einer einzelnen Aufnahme. Hier ist klar zu erkennen, dass sowohl für den homogenen als auch den inhomogenen Detektorbereich mit höherer Belichtungszeit pro Integration der Median sinkt. Dies bedeutet, dass bei höherer Belichtungszeit pro Integration eine homogene Sensitivität der Detektorpixel vorliegt und sich damit positiv auf die Bildqualität auswirkt.

Tabelle 4: Gewählte Detektorparameter zur Analyse der Bildqualität

Parameter	Detektorparameter				
Belichtungsdauer [s]	1	2	5	10	20
Integrationen	60	30	12	6	3

Basierend auf den durchgeführten Versuchen und den gezeigten Ergebnissen ist eine längere Belichtungsdauer pro Integration von Vorteil, da bei diesen Parametern ein homogeneres Detektionsverhalten vorliegt. In Bereichen ohne große Detektorfehler (siehe 5.14 (a)) lassen sich die Signalschwankungen der einzelnen Pixel innerhalb einer Aufnahme gut durch eine Hellbildkorrektur eliminieren. Aufgrund der zeitabhängigen Veränderung, welche wegen der langen Messzeiten in der REM-basierten CT besonders zum Tragen kommt, wird die Aufnahme eines Hellbildes vor und nach der CT empfohlen. Durch Interpolation lässt sich damit der Einfluss zeitabhängiger Veränderungen minimieren.

Hinsichtlich der großen Bereiche von mehreren zehn Pixeln mit niedriger Sensitivität, umgeben von Pixeln hoher Sensitivität ist eine Hellbildkorrektur nur teilweise erfolgreich. Daher ist zum Beseitigen dieser Inhomogenität in den einzelnen Radiographien eine Bad Pixel Map notwendig.

**Abb. 5.16:** Einfluss der Belichtungszeit auf das Detektionsverhalten

Zur Untersuchung der Detektionseffizienz wird das Detektionssignal in Abhängigkeit des Energieschwellenwertes des Detektors ausgewertet. Dazu wird der Energieschwellenwert des Detektors auf 1 keV gestellt, eine Aufnahme mit einer Belichtungszeit von 5 s aufgenommen und die mittlere Pixelintensität bestimmt. Danach und für alle folgenden Aufnahmen wird der Energieschwellenwert des Detektors jeweils um 0,2 keV erhöht und eine weitere Messung durchgeführt.

Wird dieses Verfahren bei ausgeschalteter Röntgenquelle durchgeführt, erhält man ein Maß für das Detektorrauschen, welches in Abbildung 5.17 (a) als schwarzer Graph gezeigt ist. Bei ca. 4 keV nimmt das Rauschen deutlich ab, sodass bei einer Energie von 5 keV und einer Belichtungszeit von 5 s gemittelt nur 0,2 counts pro Pixel gemessen werden. Damit ist die Wahl des Energieschwellenwertes von 5 keV zur Aufnahme von Radiographien gerechtfertigt.

Trotzdem ist zu erwähnen, dass die 0,2 counts pro Pixel, abgesehen von der kosmischen Strahlung, auf ca. 180 Pixel zurückzuführen sind, wovon wiederum ca. 20 mehr als 1000 und 7 mehr als 150000 counts aufweisen. Die Pixel, die auch ohne eingeschaltete Röntgenquelle ein Signal aufweisen, sind konstant, aber die Signalstärke variiert zeitlich.

Im gezeigten Graph ist außerdem bei ca. 10 keV ein Peak im Signal zu erkennen, der auf Elektronikrauschen des Detektors zurückzuführen sein muss.

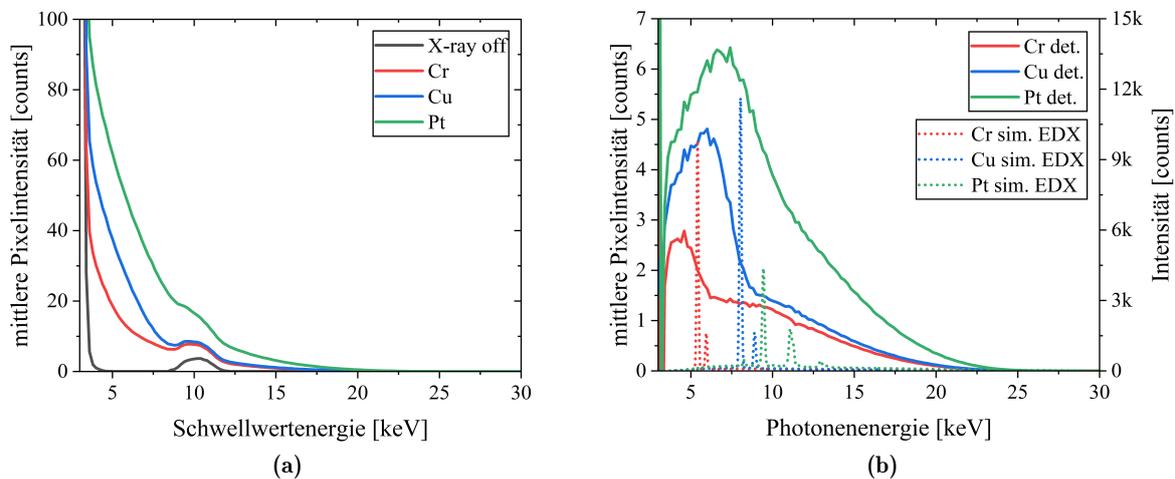


Abb. 5.17: (a) Messung des Dunkelstromsignals in Abhängigkeit des Energieschwellenwertes des Detektors mit ausgeschalteter Röntgenquelle (dark image) sowie mittlere Intensität mit eingeschalteter Röntgenquelle und Verwendung der Targetmaterialien Cr, Cu und Pt. (b) Entfaltetes und mittels dark image korrigiertes Spektrum der unterschiedlichen Targetmaterialien im Vergleich zu den simulierten Spektren.

Wird das Verfahren bei eingeschalteter Röntgenquelle durchgeführt, kann damit die Energieauflösung des Detektors abgeschätzt werden. Dazu werden die Messungen für das Targetmaterial Cr, Cu und Pt durchgeführt (siehe Abbildung 5.17 (a)) und mit dem Referenzscan (X-ray off) verrechnet. Um ein Spektrum in Abhängigkeit der Photonenergie zu erhalten, werden die Daten in der Aufnahmesoftware automatisch entfaltet (siehe PIXet Software von ADVACAM).

Abbildung 5.17 (b) zeigt die Ergebnisse anhand derer zu erkennen ist, dass Pt die höchste Intensität aufweist, gefolgt von Cu und Cr. Dieser Verlauf der Intensität ist genau entgegengesetzt zu den Intensitäten der simulierten Spektren, welche als gepunktete Graphen für den Energiebereich zwischen 5 keV und 30 keV dargestellt bzw. in Tabelle 3 aufgelistet sind. Außerdem ist im Vergleich zu den simulierten Spektren die gemessene Intensität nahe des Energieschwellenwertes von 5 keV deutlich geringer als zu erwarten und charakteristische

Peaks sind nicht zu erkennen. Dies bedeutet im besonderen Maße für das Targetmaterial Cr, dass seine intensive charakteristische Röntgenlinie bei 5,4 keV kaum detektiert wird und die Röntgenintensität deutlich geringer ausfällt. Da im konventionellen Betrieb ein Energieschwellenwert des Detektors von 8 - 10 keV empfohlen wird, scheint die Schwellenwertgenauigkeit und Energieauflösung unterhalb 10 keV unscharf zu sein. Außerdem nimmt im niederenergetischen Bereich kleiner 10 keV die Detektorsensitivität ab, sodass Photonen nahe des Detektorschwellenwertes kaum detektiert werden.

Die Untersuchungen und Beobachtungen deuten auf den Effekt des *Charge Sharings* hin, der insbesondere bei Cadmiumtellurid als Sensormaterial und niedrigen Energieschwellenwerten ausgeprägt ist. Trifft ein Röntgenquant auf das Detektormaterial, so erzeugt es Ladungsträger innerhalb eines Detektorpixels. Durch Streuprozesse und Energieverluste können sich diese Ladungsträger auf benachbarte Pixel verteilen, wodurch die ursprüngliche Ladung eines einzelnen Photons auf mehrere Pixel aufgespalten wird. Dieses als *Charge Sharing* bezeichnete Phänomen führt sowohl zu einer Verringerung der räumlichen Auflösung als auch zu einer Beeinträchtigung der Energieauflösung des Detektors, da ein hochenergetisches Photon fälschlicherweise als mehrere Photonen mit geringerer Energie registriert werden kann. Der Effekt des Charge Sharings ist daher mit sinkendem Energieschwellenwert des Detektors stärker sichtbar (Maiorino et al., 2006; Zeller et al., 2009; Cassol Brunner et al., 2011; Veale et al., 2014).

Der Effekt des *Charge Sharings* kann dazu führen, dass niederenergetische Photonen, deren Energie nur geringfügig über dem Energieschwellenwert des Detektors liegt, auf mehrere Pixel verteilt werden. Dadurch kann das Signal unterhalb des Schwellenwertes fallen, sodass diese Photonen nicht mehr erfasst werden. Zusätzlich können Streuprozesse und Rekombination die Energie der niederenergetischen Ladungsträger reduzieren oder zu deren vollständigem Verlust führen. Zusammengenommen führen diese Effekte zu einer deutlichen Reduktion des Signals und einer verringerten detektierten Röntgenintensität.

Zusammenfassend ist die Energieauflösung im betrachteten Energiebereich unter 30 keV nicht nachweisbar und somit Anwendungen wie dual energy scans nicht möglich. Weitere Erläuterungen und Auswirkungen dieses Verhaltens sind in Kapitel 5.2.1 aufgezeigt.

5.1.7 Röntgenstreustrahlung

Bei Röntgenstreustrahlung oder sekundärer Röntgenstrahlung handelt es sich um Photonen, die nicht zur Bildgebung beitragen, jedoch vom Detektor detektiert werden und dadurch das SNR verringern. Der Ursprung der Streustrahlung ist vielfältig und kann entweder vom untersuchten Objekt selbst oder von jeglichen Bauteilen in der Experimentierkammer emittiert werden.

Die Anregung der Streustrahlung kann durch Primärelektronen, am Target gestreute Elektronen oder Röntgenquanten (Röntgenfluoreszenz) hervorgerufen werden. Um das SNR und

die Bildqualität des Systems zu verbessern, ist das Ziel die Streustrahlung auf ein Minimum zu reduzieren.

Im Allgemeinen können in der REM-basierten CT die durch das Objekt emittierte Röntgenstreustrahlung vernachlässigt werden. Die vom Target emittierten Röntgenquanten entsprechen nur ca. 1 % der Energie der Primärelektronen, die wiederum nur einen Bruchteil ihrer Energie in Röntgenstreustrahlung umwandeln können. Hinzu kommt, dass der vom Detektor abgedeckte Raumwinkel bei nur 0,36 % liegt und die Selbstabsorption im Objekt den Anteil weiter enorm verringert. Die durch Röntgenquanten zur Verfügung stehende Energie zur Emission von Streustrahlung im Objekt ist daher im Vergleich zur durch PE, RE, TE und Photonen zur Verfügung stehenden Energie zur Emission von Streustrahlung am Setup vernachlässigbar klein. Basierend auf diesen Erläuterungen wird nur die am Setup emittierte Streustrahlung betrachtet.

Um die Streustrahlung zu quantifizieren, muss zwischen den Targetgeometrien, wie sie in Kapitel 5.1.2 vorgestellt wurden, differenziert werden. In Abbildung 5.18 ist dargestellt, wie sich die zur Streustrahlung anregenden Teilchen je nach Targetgeometrie unterscheiden. Betrachtet man ein Bulktarget, so wird im Vergleich zu anderen Targetgeometrien, Röntgenstreustrahlung ausschließlich durch die am Target rückgestreuten Elektronen und am Target emittierten Photonen erzeugt. Kommt ein Folientarget zum Einsatz wird ein Teil der Elektronen transmittiert und trifft unterhalb des Targets auf den Probenstisch. Dadurch führen beim Folientarget neben den rückgestreuten Elektronen und emittierten Photonen auch transmittierte Elektronen zur Streustrahlung. Im Falle des Nadeltargets müssen zusätzlich die Primärelektronen betrachtet werden, die die Spitze der Nadel verfehlen und ohne Energieverlust auf den Probenstisch auftreffen. Je geringer der Energieeintrag ins Target ist, desto mehr Energie steht zur Anregung von Streustrahlung zur Verfügung, was in einer erhöhten Streustrahlenintensität resultiert. Aufgrund dieser Betrachtung ist zu erwarten, dass die Streustrahlung im Falle des Nadeltargets am höchsten und im Falle des Bulktargets am niedrigsten ausfällt.

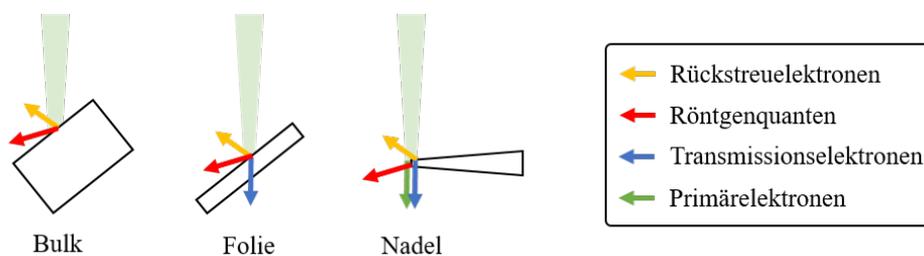


Abb. 5.18: Teilchenart, welche in Abhängigkeit der Targetgeometrie zur Anregung von Röntgenstreustrahlung beitragen kann.

Um die Emission von Streustrahlung gegebenenfalls örtlich einschränken zu können, wird zunächst das Sichtfeld des Detektors bestimmt, indem das bestrahlte Röntgentarget parallel zur Detektorebene bis zu den negativen und positiven Achsenlimits verfahren wird. Die Messungen zeigen, dass das Sichtfeld des PCXD's in der Ebene des Röntgentargets von der Elektronensäule (Arbeitsabstand von 0 mm) bis zu einem Arbeitsabstand von über 40 mm (maximaler Verfahrensweg der z-Achse) reicht. Nahe den Achsenlimits kommt es teilweise zur Abschattung durch den Flansch des Be-Fensters. Folglich kann die gesamte Probenstange, die Elektronensäule und der Targetmanipulator zur Streustrahlung beitragen.

Da die Streustrahlung aufgrund der PE und der Richtcharakteristik der rückgestreuten Elektronen hauptsächlich von der Probenstange emittiert wird, besteht der größte Erfolg zur Streustrahlenminimierung durch deren Anpassung. Hinzu kommt, dass eine Anpassung der Elektronensäule ausgeschlossen ist und auch eine Anpassung des Targetmanipulators nur sehr eingeschränkt durchführbar ist. In Abbildung 5.19 ist schematisch der Aufbau der Probenstange skizziert.

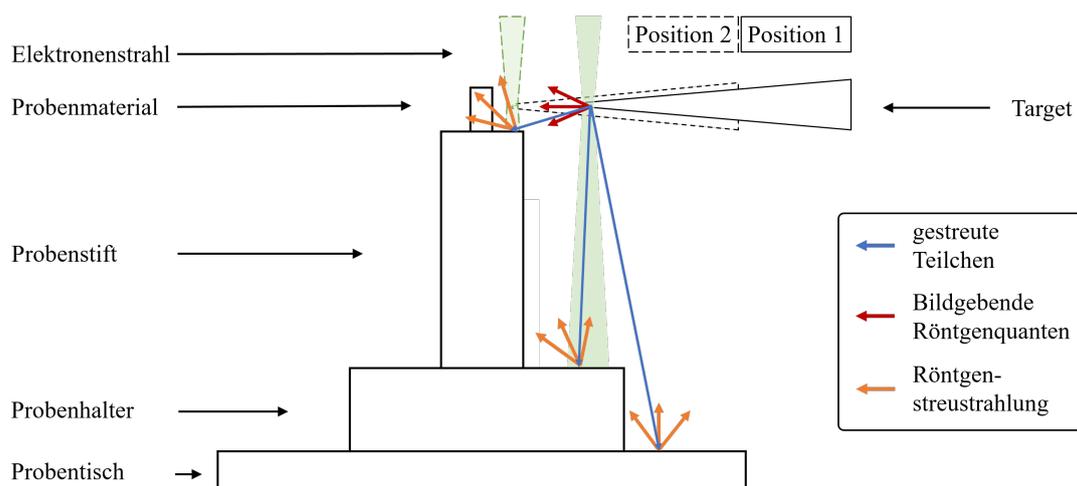


Abb. 5.19: Röntgenstreustrahlung im XRM-II kann bei Verwendung eines Nadeltargets sowohl durch ungebremste PE, TE, RE und Röntgenquanten angeregt und an verschiedenen Orten der Probenstange emittiert werden. Es wird zwischen Targetposition 1 (über dem Probenhalter) und Targetposition 2 (über dem Probenstift) unterschieden, welche sich aus der gewählten Vergrößerung der Radioskopie ergeben.

Der Probentisch ist aus Aluminium gefertigt, auf dem ein Probenhalter aus Cu platziert ist (flacher Zylinder mit 4 mm Durchmesser). Dieser besitzt eine Bohrung, um einen Probenstift mit einem Durchmesser von 2 mm (Höhe üblicherweise 10 mm) aufzunehmen, welcher standardmäßig aus Messing (CuZn) gefertigt ist. Auf dem Probenstift selbst wird wiederum das Probenmaterial mit Hilfe von Kohlenstoffkleber aufgebracht.

Für das Nadeltarget wird zwischen Position 1 und Position 2 unterschieden. Je höher die gewünschte Vergrößerung in der Radioskopie gewählt wird, desto geringer ist der Abstand zwischen Targetspitze (Röntgenquelle) und dem Objekt (Fokus-Objekt-Abstand), sodass sich

der Ursprung der Röntgenstreustrahlung unterscheidet. Die schematische Skizze zeigt, dass in Position 1 sowohl PE, RE, TE und Röntgenquanten in allen Teilen der Probenstage Streustrahlung emittieren können. Befindet sich das Target in Position 2, so wird hauptsächlich Streustrahlung aus dem Probenstift emittiert.

Um die Anregungsenergie der Teilchen abschätzen zu können, wird mittels CASINO die Energieverteilung der RE und TE für ein Bulktarget, ein 200 nm dickes Folientarget und 100 nm dickes Nadeltarget aus Wolfram simuliert. Aus den Simulationsergebnissen, welche in Abbildung 5.20 (a) dargestellt sind, wird ersichtlich, dass das Energiespektrum der RE im Falle des Bulktargets über den gesamten Energiebereich verteilt ist.

Die Energiespektren der RE und TE beim Beschuss eines 200 nm dicken Wolframtargets weisen hingegen ein deutliches Maximum bei einer Energie von ca. 28 keV auf. Für den Fall des Nadeltargets, steigt der Anteil und die Energie der transmittierten Elektronen aufgrund der geringen Schichtdicke deutlich an (siehe Abbildung 5.18).

Mittels MC X-ray ist es weiter möglich den Anteil von RE und TE sowie den Energieeintrag zu simulieren, was in Abbildung 5.20 (b) beispielhaft für W in Abhängigkeit der Targetdicke dargestellt ist. Für ein Bulktarget liegen der Energieeintrag und der Anteil an RE bei ca. 50%. Somit können ca. 50 % der Primärelektronen welche, die in Abbildung 5.20 (a) gezeigte Energieverteilung aufweisen, Streustrahlung anregen.

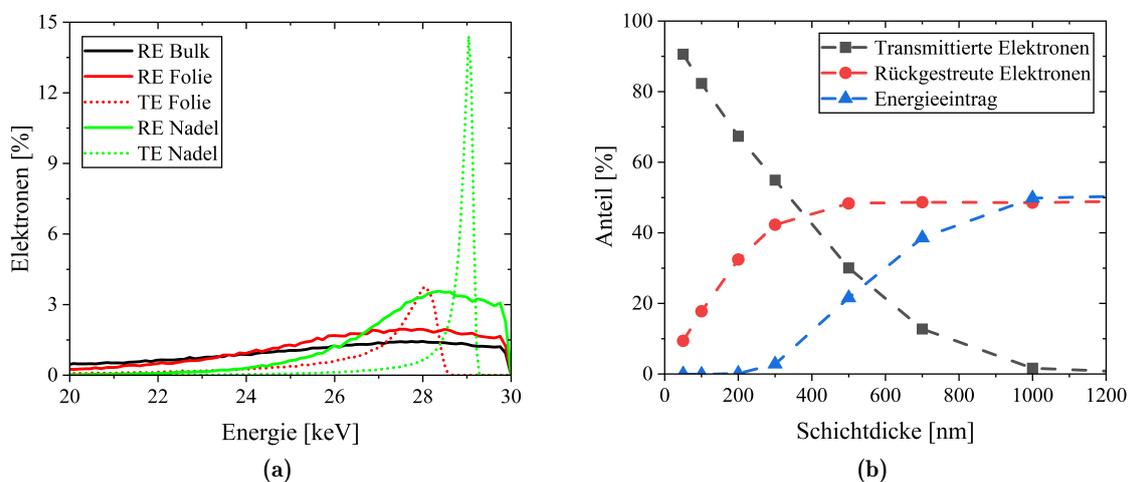


Abb. 5.20: (a) Energieverteilung der rückgestreuten (RE) und transmittierten (TE) Elektronen für Wolframtargets mit verschiedenen Targetgeometrien. (Bulk- und Folientarget sind um 30° geneigt. Das Bulktarget weist eine Dicke von $5 \mu\text{m}$, das Folientarget von 200 nm und das Nadeltarget von 100 nm auf.) (b) Anteil transmittierter und rückgestreuter Elektronen sowie der Energieeintrag der Primärelektronen infolge der Wechselwirkung mit einem Wolframtarget in Abhängigkeit der Schichtdicke.

Betrachtet man ein Nadeltarget, so verfehlen ca. $2/3$ der PE das Target (siehe Kapitel 5.2.3), sodass ein enormer Anteil der Primärelektronen mit einer Energie von 30 keV auf dem darunterliegenden Probenhalter bzw. Probenstift Streustrahlung anregen können und

zur Ausbildung eines sekundären Brennflecks führen. Hinzu kommt, dass Elektronen welche mit dem Target wechselwirken zu knapp 20% rückgestreut und zu knapp 80% transmittiert werden. Dies hat zur Folge, dass insgesamt weniger als 1% der Elektronen ihre gesamte Energie ins Target eintragen. Die Energieverteilung der rückgestreuten und transmittierten Elektronen weisen wiederum ein Maximum bei über 28 kV auf, d.h. ein großer Teil dieser Elektronen gibt kaum Energie an das Target ab und hat somit eine hohe Energie zur Anregung von Streustrahlung zur Verfügung.

Zusammenfassend zeigen die Simulationsergebnisse, dass im Falle des Nadeltargets sowohl die Anzahl als auch die Energie der Elektronen, welche Streustrahlung emittieren können, sehr hoch ausfällt.

Die Energieverteilung der Röntgenstreustrahlung wird durch die chemische Zusammensetzung der Komponenten der Probenstage bestimmt. Dabei handelt es sich um Aluminium (Al), Kupfer (Cu) und Zink (Zn) dessen Röntgenspektren, aufgenommen mit Hilfe des EDX-Detektors bei einer Anregungsenergie von 30 keV, in Abbildung 5.21 (a) gezeigt sind. Da die Streustrahlung hardwarebedingt durch den Energieschwellenwert des PCXD's von 5 keV limitiert wird, kann die Streustrahlung auf einen Energiebereich von 5 - 30 keV eingeschränkt werden. Über 5 keV zeigen die Materialien Cu und Zn aufgrund der charakteristischen Röntgenlinien eine hohe Röntgenintensität zwischen 8 und 10 keV. Folglich ist zur Verringerung der Streustrahlung die Energie der charakteristischen Röntgenstrahlung entscheidend. Diese kann wiederum durch eine geschickte Materialauswahl der Probenstage beeinflusst werden, sodass deren charakteristische Röntgenenergie unterhalb des Energieschwellenwertes des Detektors liegt. Ein dafür im besonderen Maße geeignetes Material stellt Kohlenstoff dar, dessen charakteristische Röntgenenergie bei ca. 0,28 keV liegt.

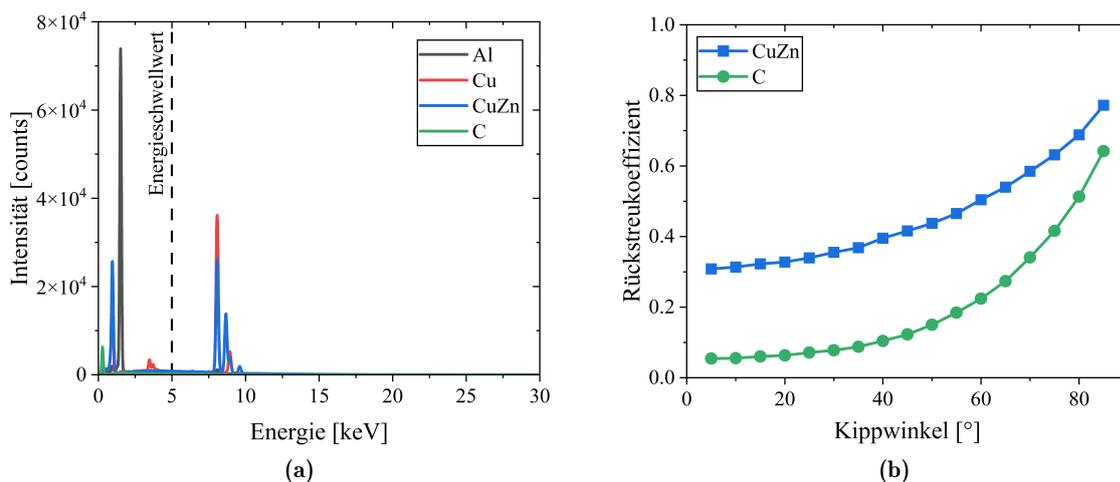


Abb. 5.21: (a) EDX-Spektren der Materialien der Probenstage, welche Streustrahlung emittieren im Vergleich zu C. Oberhalb des Energieschwellenwertes des Detektors sorgt vor allem Cu und Zn für intensive Strahlung. (b) Vergleich des Rückstreuoeffizienten von CuZn und C.

Wertet man die emittierten Röntgenintensitäten bei identischer Anregung (Elektronenenergie, -strom, Messdauer) in einem Energiebereich von 5 - 30 keV aus, so führt Kohlenstoff zu einer um 95% geringeren Intensität gegenüber CuZn. Ein ähnliches Verhältnis konnte auch mit Hilfe des PCXD nachgewiesen werden: C führt infolge der Wechselwirkung mit 30 keV Elektronen zu 36,7 counts/Minute/Pixel und CuZn dahingegen zu einer Intensität von 431,4 counts/Minute/Pixel. Somit ist die mittels PCXD gemessene Intensität von C 91% geringer als die von CuZn. Ein weiterer Vorteil von C gegenüber CuZn ist der geringere BSC von unter 10% bis zu einem Kippwinkel von 40° (siehe Abbildung 5.21 (b)), sodass weitere Streuung weitestgehend vermieden wird und weniger an der Probenstange rückgestreute Elektronen zusätzliche Streustrahlung anregen können.

Standardmäßig wird zur Minimierung der Streustrahlung ein doppelseitig klebendes Kohlenstoff-Pad, wie es auch zur Fixierung üblicher REM Proben genutzt wird, auf den Probenhalter aufgeklebt. Dadurch erhält man eine Kohlenstoffschicht aus einigen 100 µm. Da für den CT-Modus gegenüber konventionellem REM Betrieb hohe Ströme (bis 1 µA) und Spannungen (30kV) genutzt werden und das C-Pad direkt bestrahlt wird, kommt es zu zwei negativen Effekten: Einerseits kommt es zu Aufladungseffekten, wie es in Abbildung 5.22 (a) sichtbar ist. Diese können zur Ablenkung des Elektronenstrahls führen oder den Messablauf der CT unterbrechen, da infolge der Kontrastveränderung der Refokussierungsalgorithmus versagen kann, was einen Abriss des Photonенfluss nach sich zieht. Andererseits kommt es wegen des hohen Energieeintrages des Elektronenstrahls und der damit einhergehenden Wärmeentwicklung zur Schädigung der C-Pads, welche sich auf unterschiedliche Art und Weise äußert. Wie in Abbildung 5.22 (b) und 5.22 (c) zu sehen, führt die Schädigung zur Blasenbildung bzw. starken Veränderungen der Oberfläche. Beides hat zur Folge, dass die C-Pads, die je nach Hersteller Polymere wie Polycarbonat, Acryl oder andere Klebstoffe mit Zersetzungstemperaturen von ca. 250 °C beinhalten, zerfallen. Die Zersetzungsprodukte lagern sich anschließend in der Kammer ab, verschmutzen die Elektronensäule und verschlechtern damit die Performance des Systems.

Deutlich sichtbar wird dieser Effekt bei der Betrachtung des Nadeltargets in Abbildung 5.22 (d), welches nach einer CT aufgrund von Verunreinigungen in der Vakuumkammer mit einer dicken Schicht aus C belegt ist. Durch den dauerhaften Elektronenbeschuss wurde die Schicht an der Spitze zum Teil wieder abgetragen.

Aufgrund der Aufladungseffekte und der thermischen Zersetzung sind die klebenden C-Pads nicht für den CT-Betrieb geeignet. Eine Alternative bieten Graphitscheiben mit einer Höhe von ca. 2 mm, die aufgrund ihres Schmelzpunktes von ca. 3700 °C und ihrer hohen elektrischen Leitfähigkeit infolge des Elektronenbeschusses keinerlei Veränderungen zeigen und praktisch eine nahezu unendliche Lebensdauer haben.

Im Folgenden wird der Einfluss der Materialwahl der Probenstange (CuZn und Graphit) auf die Streustrahlung untersucht. Dazu werden zwei Targetpositionen (Position 1 und Position 2 in Abbildung 5.19) und zwei Setups der Probenstange (Materialwahl CuZn und Graphit)

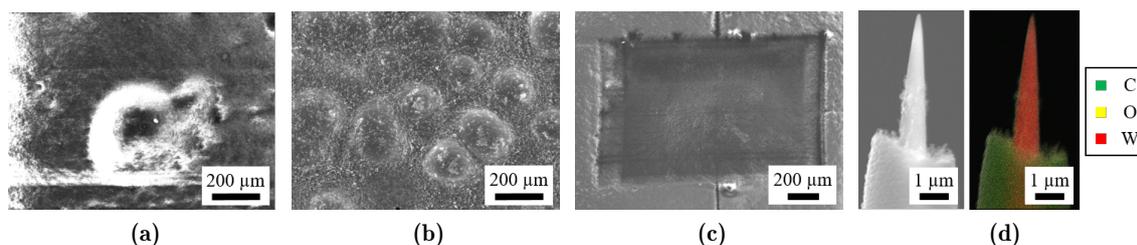


Abb. 5.22: REM-Aufnahmen zeigen die Auswirkungen des Elektronenbeschusses von Kohlenstoff-Klebe pads bei Verwendung hoher Elektronenenergien und -stromstärken: (a) Aufladungseffekte, welche zur Ablenkung des Elektronenstrahls führen können (b) Blasenbildung an der Oberfläche und (c) vollständige Zersetzung. (d) Targetkontamination eines Wolframnadeltargetes infolge von Verunreinigungen in der Vakuumkammer: EDX-Map zeigt Kohlenstoff in Grün, Sauerstoff in Gelb und Wolfram in Rot.

unterschieden. Position 1 entspricht einer niedrigen Vergrößerung in der Radioskopie, bei der sich das Target über dem Probenhalter befindet. In Position 2 befindet sich das Target über dem Probenstift, wie es bei einer Aufnahme mit hoher Vergrößerung und im Regelfall notwendig ist. Daraus ergeben sich vier Szenarien, die sowohl für die Verwendung eines Bulktargets, eines Nadeltargets und ohne Target quantifiziert werden:

- Target in Position 1, Probenstift und -halter aus CuZn
- Target in Position 2, Probenstift und -halter aus CuZn
- Target in Position 1, Probenstift und -halter aus Graphit
- Target in Position 2, Probenstift und -halter aus Graphit

Für alle Fälle wird die emittierte Röntgenintensität gemessen, wobei sich kein Objekt im Strahlengang befindet, sodass die Streustrahlung unabhängig von der am Objekt emittierten Streustrahlung ausgewertet werden kann. Erhöht bzw. verringert sich bei gleichbleibenden Messparametern die Gesamtintensität für das Setup aus Graphit im Vergleich zu CuZn, so muss dieser Anteil auf Streustrahlung zurückzuführen sein. Die Messungen werden mit einem um 25° gekippten Pt-Bulktarget und mit einem W-Nadeltarget durchgeführt.

Auswertung Bulktarget

Die Ergebnisse in Tabelle 5 zeigen, dass sich für das Bulktarget die Gesamtintensität sowohl für die unterschiedlichen Targetpositionen, als auch bei Verwendung von Graphit nur marginal verändert bzw. innerhalb der Standardabweichung liegt und damit kaum Streustrahlung vom Probenstisch ausgeht. Wie zuvor erläutert, können im Falle des Bulktargets nur RE zur signifikanten Emission von Streustrahlung führen. Wie in Abbildung 2.6 dargestellt, werden RE vorzugsweise in einem dem Einfallswinkel entsprechenden Winkel gegenüber dem Lot des Targets zurückgestreut und treffen damit nur selten auf den Probenstift oder -halter. Folglich wird durch die RE kaum Röntgenstreustrahlung auf der Probenstage emittiert, sondern eher im Bereich der Elektronensäule.

Wird im Falle des Bulktargets ein Objekt im Strahlengang platziert, welches die Röntgenstrahlung, die vom Target ausgeht, vollständig absorbiert, so kann nur die Röntgenstreu-

strahlung zu einem Signal führen. Dadurch kann nachgewiesen werden, dass bei Verwendung eines Bulktargets 22 von 746 counts/min/Pixel, also ca. 3 % des Signals der im Bereich der Elektronensäule emittierten Streustrahlung entsprechen.

Tabelle 5: Quantifizierung der Streustrahlung: Vergleich der Gesamtintensität für ein Bulk- und ein Nadeltarget positioniert über dem Probenhalter (Position 1) und dem Probenstift (Position 2). Außerdem die gemessene Intensität ohne Target im Strahlengang des Elektronenstrahls.

Target	Material Probenhalter/-stift	Röntgenintensität bei Targetposition 1 [counts/min/Pixel]	Röntgenintensität bei Targetposition 2 [counts/min/Pixel]
Pt Bulktarget	CuZn	746,5	747,5
	C	745,5	745,5
W Nadeltarget	CuZn	134	241
	C	129,5	149,5
ohne Target	CuZn	1	112
	C	22	33

Auswertung Nadeltarget

Für den Fall des Nadeltargets liegt im Allgemeinen eine deutlich höhere Streustrahlung vor, die besonders durch hochenergetische transmittierte Elektronen und ungebremste PE mit einer Energie von 30 keV, direkt unter dem Target erzeugt wird. Bei Positionierung des Targets über dem Probenhalter (Position 1) zeigt die Verwendung von Graphit gegenüber Messing eine Verringerung der Gesamtintensität um ca. 3 % und bei Positionierung über dem Probenstift (Position 2) um ca. 38 %.

Auswertung ohne Target

Um dieses Verhalten besser zu verstehen, werden die Messungen ohne Target wiederholt und der Elektronenstrahl auf einen Arbeitsabstand von 13 mm fokussiert (Setup wie in Abbildung 5.19, nur ohne Target). Dadurch entfällt die primäre Röntgenstrahlung, sodass nur auf dem Probenhalter bzw. -stift Röntgenstreustrahlung angeregt wird. In Position 2, was den Normalfall darstellt, sorgt Graphit aufgrund der Energieverteilung seines Röntgenspektrums für eine wesentlich geringere Intensität der Röntgenstreustrahlung (siehe Abbildung 5.21 (a)). Der Beschuss des Probenstiftes ohne Target bestätigt, dass die von CuZn emittierte Streustrahlung mit 112 counts/min/Pixel wesentlich intensiver ist, als die von Graphit mit 33 counts/min/Pixel (siehe Tabelle 5). Daher ist auch die Streustrahlung bei Verwendung von Messing wesentlich höher. Dies spricht für eine klare Empfehlung, die Oberfläche des Probenstiftes mit einer Graphitschicht zu versehen.

In der zweiten Betrachtung befindet sich kein Target im Strahlengang und der Elektronenstrahl ist über dem Probenhalter fokussiert (Position 1). Für den Fall, dass Probenhalter und -stift aus CuZn gefertigt sind, wird einerseits Streustrahlung mit hoher Intensität am Probenhalter emittiert (siehe Abbildung 5.21 (a)), andererseits wird diese auch gleichzeitig durch den Probenstift mit 2 mm Durchmesser vollständig absorbiert. Selbst für Photonen mit einer Energie von 30 keV liegt die Absorption von 1 mm CuZn bereits bei 99,99 %. Dadurch liegt die gemessene Intensität bei 1 count/min/pixel.

Für den Fall, dass Probenhalter und -stift aus C gefertigt sind, wird im Gegensatz dazu kaum Röntgenstreustrahlung emittiert (siehe Abbildung 5.21 (a)), aber gleichzeitig werden Photonen mit einer Energie von 30 keV durch den Probenstift aus Graphit mit einem Durchmesser von 2 mm nur zu ca. 8% absorbiert. Dadurch wird ohne Target eine Intensität von 22 counts/min/pixel gemessen.

Aufgrund dieses Verhaltens von CuZn und Graphit ist für Targetposition 1 die Gesamtintensität bei Verwendung von Graphit nur unwesentlich geringer als für Targetposition 2. Es wird daher empfohlen einen Probenhalter aus Graphit zu verwenden, um die emittierte Streustrahlung zu verringern und einen Probenstift aus CuZn, um die emittierte Streustrahlung effektiv zu absorbieren. Gleichzeitig sollte die Oberfläche des Probenstiftes mit Graphit bedeckt sein.

Zusammenfassend haben die Untersuchungen ergeben, dass Röntgenstreustrahlung in der REM-basierten CT hauptsächlich durch die Probenstage erzeugt wird. Dabei unterscheidet sich die Anregung je nach Targetgeometrie und kann im Wesentlichen durch PE, RE und TE erfolgen.

Im Falle des Bulktargets liegt der Anteil an RE zwar bei ca. 50 %, aber ein Großteil dieser wird aufgrund ihrer Richtcharakteristik in die Kammer gestreut und dadurch wird kaum Röntgenstreustrahlung an der Probenstage emittiert. Insgesamt sind bei Verwendung eines Bulktargets nur ca. 3 % der detektierten Photonen der Röntgenstreustrahlung zuzuordnen.

Im Falle des Nadeltargets liegen neben RE auch hochenergetische TE und ungebremste PE mit einer hohen Intensität vor, die sowohl am Probenhalter als auch am Probenstift Streustrahlung emittieren können. Die durchgeführten Experimente zeigen, dass die Oberfläche von Probenhalter und -stift aus Graphit gefertigt sein sollten, um die Emission von Streustrahlung zu minimieren. Gleichzeitig sollte für den Probenstift selbst ein stark absorbierendes Material wie CuZn gewählt werden, um die vom Probenhalter emittierte Streustrahlung vollständig zu absorbieren. Wird die Oberfläche des CuZn-Stiftes zusätzlich mit Graphit beschichtet, kann im Falle der Radioskopie mit hoher Vergrößerung (das Nadeltarget steht über dem Probenstift) die Streustrahlung um ca. 38 % verringert werden.

5.1.8 Drift

Ein weitreichender Einflussfaktor auf das Messergebnis der CT ist der elektrische und mechanische Drift des Systems, wobei folgende Komponenten zu nennen sind:

- Elektronenstrahl: Fokus (Z-Richtung) sowie X- und Y-Position
- Positioniersystem: JEOL Stage (X-, Y- und Z-Achse)
- Röntgendetektor: Detektionsverhalten des ADVACAM Widepix

Ein Aspekt ist der Elektronenstrahldrift in X- und Y-Richtung sowie der Drift des Fokuspunktes in Z-Richtung. Sobald der Elektronenstrahl durch das Linsensystem fokussiert wird, erwärmen sich die Spulen und die Elektronensäule, welche gleichzeitig mit einer Wasserkühlung ausgestattet ist. Dieser thermische Einfluss führt zum Drift des Elektronenstrahls, bis das thermische Gleichgewicht erreicht ist. Dies hat zur Folge, dass eine Veränderung der Strahlposition in X- und Y-Richtung und eine Veränderung des Fokuspunktes in Z-Richtung beobachtet werden kann. Letztere führt zu einer Verbreiterung des Elektronenstrahldurchmessers und somit zur Verringerung der räumlichen Auflösung der Röntgenbildgebung, da eine größere Fläche auf dem Target bestrahlt wird. Darüber hinaus ist die Langzeitstabilität des Elektronenstrahls zu erwähnen, da die CT-Messungen bis zu 48 h in Anspruch nehmen können.

Wird ein Bulktarget verwendet, so führt der X-/Y-Drift zur Verschiebung des Röntgenbrennflecks auf dem Target und die geometrische Anordnung der CT verändert sich. Kleine Bewegungen können durch den Rekonstruktionsalgorithmus ausgeglichen werden, aber zu große Abweichungen führen zur Verschlechterung des Rekonstruktionsergebnisses.

Wird ein Nadeltarget verwendet, so führt der X-/Y-Drift zum Abriss des Photonenflusses, da der Elektronenstrahl die Nadel nicht mehr trifft. Als Konsequenz wird eine unbrauchbare Projektion aufgenommen, die bei der späteren Rekonstruktion verworfen wird. Vor der Aufnahme der nächsten Projektion wird eine Refokussierung durchgeführt und der Elektronenstrahl wieder im Zentrum des Nadeltargets fokussiert, sodass der Photonenfluss wieder hergestellt ist (siehe Kapitel 3.2). Erfahrungen zeigen, dass der Elektronenstrahldrift nach ca. 30 min nicht mehr nachzuweisen ist.

Für das Targetpositioniersystem der Firma Klocke und die Rotationsachse der Firma Kleindiek konnte kein Drift nachgewiesen werden.

Der Vollständigkeit halber ist im Falle des Nadeltargets zu erwähnen, dass es beim erstmaligen Elektronenbeschuss durch den Wärmeeintrag zu einem Verzug des Targets kommen kann. Bei Verwendung eines Bulktarget spielt der Wärmeeintrag kaum eine Rolle.

Der größte Einflussfaktor ist der Drift der mechanischen Achsen der JEOL-Stage. Zur Quantifizierung wird ein Objekt bei hoher Vergrößerung (Pixelgröße von ca. 100 nm) und Verwendung eines Bulktargets im Strahlengang platziert und eine Bilderserie aufgenommen, ohne eine Objektbewegung durchzuführen. Anschließend wird ein Merkmal in den Aufnahmen verfolgt und deren Koordinaten als Drift in X-Richtung (Querachse) und Z-Richtung (Höhenachse) ausgewertet (siehe Koordinatensystem Abbildung 3.2 (a)). Der Drift in Y-Richtung (Vergrößerungsachse) spielt kaum eine Rolle, da erst sehr große Verschiebungen in der Radiographie sichtbar werden.

Die in Abbildung 5.23 dargestellten Ergebnisse zeigen den mittleren kumulierten Drift des Systems. Innerhalb der ersten 150 min kommt es zu einem deutlichen Drift der Achsen, wobei die Höhenachse eine wesentlich höhere Verschiebung aufweist. Die hohe Streuung hinsichtlich des Drifts der Höhenachse ist auf Fertigungstoleranzen zurückzuführen, da es sich um ein mechanisches Zahnrad handelt. Bei einer standardmäßigen CT mit einer Abtastrate von 100 nm bedeutet dieser immense Drift, dass sich das Objekt um bis zu 150 Pixel absenkt (bei insgesamt 514 vertikalen Detektorpixel).

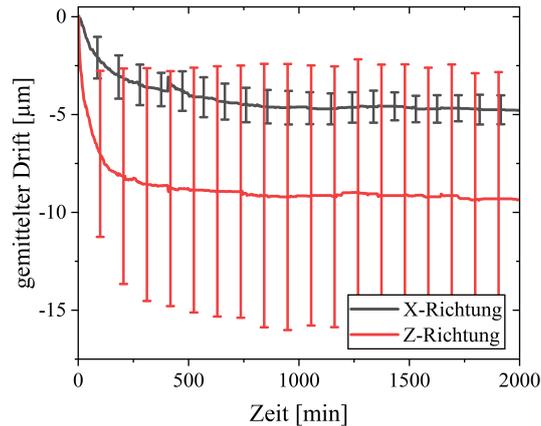


Abb. 5.23: Kumulierter Drift des Systems in X- und Z-Richtung

Teilweise kommt es auch zu Sprüngen in der Radioskopie, wie es in X-Richtung nach 400 min zu sehen ist. Nach ca. 16 h ist nur noch ein Drift von ca. 30 nm pro Stunde nachzuweisen. Diese Abweichungen sind hinnehmbar, da der Rekonstruktionsalgorithmus diese Verschiebung bei der Volumenrekonstruktion ausgleichen kann.

In Summe wird deutlich, dass ein Warm-up des Systems notwendig ist, um den Drift der einzelnen Komponenten zu minimieren und das Messergebnis zu verbessern. Basierend auf den hier gezeigten Erkenntnissen wird empfohlen, nach der Einrichtung der Messanordnung (Positionierung von Target und Objekt) und vor dem Start der Messung dem System idealerweise über Nacht (ca. 16 h) Zeit zu geben, damit sich der Drift auf ein Minimum reduziert und ein Gleichgewicht einstellt. Danach sollte das Sichtfeld nur noch mithilfe der Targetposition korrigiert werden, da für den Targetmanipulator kein Drift nachgewiesen wurde.

5.2 Targetentwicklung

Die Targetentwicklung hat zum Ziel, die Performance der Röntgenquelle in der REM-basierten Nano-CT weiter zu steigern. Als Maß für die Performance dienen dafür hauptsächlich drei Parameter:

- Röntgenbrennfleckgröße: Die Größe des Brennflecks bestimmt maßgeblich die räumliche Auflösung des Systems, welche mit Hilfe eines Siemenssterns im zweidimensionalen Fall quantifiziert werden kann.
- Röntgenintensität: Sie gibt die Anzahl der Photonen pro Zeit an und entscheidet damit über die Messzeit. Außerdem kann großer Einfluss auf das SNR genommen werden, da der Photonenfluss in der REM-basierten CT im Allgemeinen sehr gering ist und die Messzeit nicht beliebig erhöht werden kann.
- Röntgenenergie: Da die Schwächung der Röntgenstrahlung energieabhängig ist, nimmt die Röntgenenergie Einfluss auf den Bildkontrast.

Anhand dieser drei Parameter werden mit Hilfe der Erkenntnisse der Systemcharakterisierung aus dem vorangegangenen Kapitel die drei vorgestellten Targetgeometrien Bulktarget, Folientarget und Nadeltarget untersucht. Basierend auf den Ergebnissen sollen danach Targetdesigns für die folgenden unterschiedlichen Anwendungen selektiert werden.

- Ein Target mit hohem Photonenfluss, welches die Bildgebung mit möglichst geringer Messzeit erlaubt.
- Ein Target mit niederenergetischem Röntgenspektrum zum Kontrastieren schwach absorbierender Materialien.
- Ein Target mit höchster räumlicher Auflösung zur Abbildung möglichst kleiner Details.

5.2.1 Bulktarget

Im Hinblick auf die Entwicklung eines Targets mit besonders hohem Photonenfluss, zur Aufnahme von Radiographien mit geringer Messzeit bei gleichbleibendem SNR, stellt das Bulktarget die ideale Geometrie dar (siehe 5.1.2). Da im Falle des Bulktargets die WWZ nicht durch die Geometrie des Targets beschränkt wird, können Elektronen ihre Energie vollständig an das Targetmaterial abgeben. Pro Primärelektron finden somit auch mehr Wechselwirkungsprozesse statt und die Emission von Röntgenstrahlung erreicht ihr Maximum. Der Schmelzpunkt spielt hierbei nur eine nebensächliche Rolle, da der Wärmeeintrag aufgrund der Geometrie effizient abgeleitet wird. Falls es zu sichtbaren Veränderungen der Targetoberfläche kommt, kann der Elektronenstrahl auf einen anderen Bereich auf dem Target fokussiert werden.

Der größte Einflussfaktor auf die Intensität des Bulktargets nimmt der Targetkippwinkel ein, der mittels Simulationen in DTSA untersucht wird. Zur Bestimmung des Optimums wird für Simulationen der aktuell im XRM-II verwendete Detektorkippwinkel von 0° angenommen und das Target schrittweise um 5° gekippt (siehe Winkeldefinition in Abbildung 5.11). Für jeden Targetkippwinkel wird das Röntgenspektrum nach Anregung mit einem 30 keV Elektronenstrahl ausgewertet. (Alle weiteren Simulationsparameter sind in A.3 aufgeführt.) Im Anschluss wird das Spektrum mit der Detektionseffizienz multipliziert, auf einen Detektorpixel und den experimentellen Strahlstrom normiert und die Intensität im betrachteten Energiebereich aufsummiert.

In Abbildung 5.24 (a) ist die Röntgenintensität für ein W-Bulktarget in Abhängigkeit des Targetkippwinkels dargestellt. Gezeigt sind drei Kurvenverläufe, welche die Intensität der folgenden Spektren beschreiben:

- (i) Intensität des emittierten Röntgenspektrums für einen Energiebereich von 0-30 keV
- (ii) Intensität des emittierten Röntgenspektrums für einen Energiebereich von 5-30 keV (Detektionsbereich des PCXD)
- (iii) Intensität des detektierten Röntgenspektrums nach dem Passieren des Strahlengangs für einen Energiebereich von 5-30 keV

Betrachtet man die emittierte Röntgenintensität (i) in Abhängigkeit des Targetkippwinkels, so ist ein nahezu symmetrischer Kurvenverlauf sichtbar. Dieser wird einerseits durch die Absorption der Röntgenquanten durch das Target selbst (Selbstabsorption) und andererseits durch den Rückstreuoeffizienten der Elektronen bestimmt.

Die Selbstabsorption nimmt mit sinkendem Targetkippwinkel zu, da sich die zurückgelegte Weglänge des Photons im Targetmaterial erhöht und dadurch die Röntgenintensität verringert (siehe Abbildung 5.24 (d)). Dies betrifft speziell die niederenergetischen Photonen und ist ebenso in der mittleren spektralen Röntgenenergie zu sehen, die bei niedrigen Targetkippwinkeln von ca. 5,5 keV auf 9,5 keV bei hohen Targetkippwinkeln ansteigt.

Bei hohen Targetkippwinkeln spielt die Selbstabsorption zwar kaum eine Rolle, aber die Röntgenintensität verringert sich aufgrund des steigenden BSC, wodurch weniger Elektronen zur Anregung von Photonen zur Verfügung stehen (siehe Abbildung 5.24 (b)). Dadurch wird das Maximum der emittierten Röntgenintensität des gesamten Spektrums (schwarzer Kurvenverlauf) als Resultat von Selbstabsorption und BSC bei Winkeln nahe 45° erreicht.

Vergleicht man in Abbildung 5.24 (a) die emittierte Intensitätsverteilung für den Energiebereich von 0-30 keV (i) und 5-30 keV (ii), so kommt es zu einer allgemeinen Intensitätsverringern, da weniger niederenergetische Photonen ausgewertet werden. Dies hat gleichzeitig zur Folge, dass es zur Strahlaufhärtung kommt und der Median der Röntgenenergie bei ca. 10 keV liegt. Außerdem ist zu beobachten, dass sich das Intensitätsmaximum von einem Targetkippwinkel von 45° auf 25° verschiebt. Die Ursache liegt darin, dass bei höheren Targetkippwinkeln eine hohe Anzahl niederenergetischer Photonen das Target verlassen können, welche aber aufgrund des Energieschwellenwertes von 5 keV nicht mehr detektiert bzw. betrachtet werden. Dies führt in den beiden Graphen (ii) und (iii) zu einer starken Reduktion der Photonenzahl bei hohen Targetkippwinkeln.

Verringert man den Targetkippwinkel, so muss die Energie der Photonen ansteigen, um die höhere Weglänge im Target zurücklegen und dieses verlassen zu können. Dies wird ebenfalls am leicht ansteigenden Median der Röntgenenergie in Abbildung 5.24 (b) deutlich. Vergleicht man in Graph (i) und (ii) sehr niedrige Targetkippwinkel, so besteht kein großer Unterschied in der Röntgenintensität. Dies liegt darin begründet, dass die durch den Energieschwellenwert von 5 keV unbetrachteten Photonen ohnehin das Target aufgrund der Selbstabsorption nicht verlassen können.

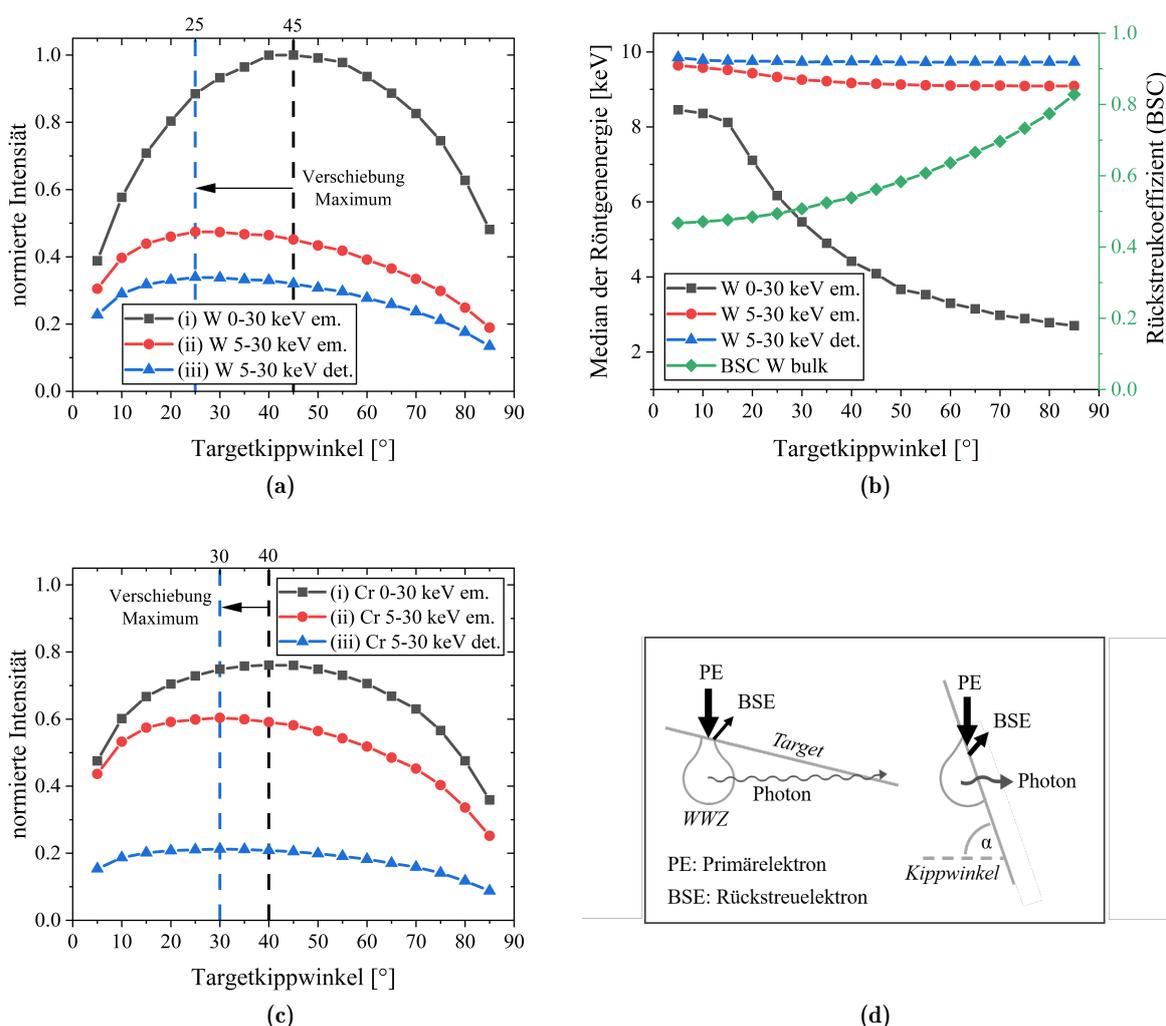


Abb. 5.24: (a) Mittels DTSA simulierte Röntgenintensität eines W-Bulktargets in Abhängigkeit des Targetkipwinkels (Die simulierten Spektren sind auf die emittierte Intensität eines um 45° geneigten W-Targets normiert. Der Detektor ist senkrecht zum Elektronenstrahl ausgerichtet. Ein Targetkipwinkel von 0° ist senkrecht zum Elektronenstrahl definiert): Auswertung der (i) emittierten Röntgenintensität im Energiebereich von 0-30 keV, der (ii) emittierten Röntgenintensität im Energiebereich von 5-30 keV und der (iii) detektierten Röntgenintensität nach dem Passieren des Strahlengangs im Energiebereich von 5-30 keV zeigt die Verschiebung des Intensitätsmaximums. (b) BSC und Median der spektralen Röntgenenergie in Abhängigkeit des Targetkipwinkels. Deutlich sichtbar ist die Strahlaufhärtung infolge des Setups. (c) Mittels DTSA simulierte Röntgenintensität eines Cr-Bulktargets in Abhängigkeit des Targetkipwinkels: gleiche Auswertung wie in (a). (d) Visualisierung der Wechselwirkungsprodukte für niedrige und hohe Targetkipwinkel (Linienstärke der Pfeile spiegeln Intensität wider.). (Fell et al., 2023c)

Wie in Graph (iii) sichtbar, wird durch den Strahlengang des XRM-II die Röntgenintensität zusätzlich geschwächt, sodass sich das Intensitätsmaximum des W-Bulktargets bei einem Targetkipwinkel von 25° um ca. 20% verringert und es zu weiterer Strahlaufhärtung kommt (siehe auch Tabelle 3).

Vergleicht man die ausgewerteten Intensitäten des Targetmaterials W in Abbildung 5.24 (a) mit dem Targetmaterial Cr in Abbildung 5.24 (c) so erkennt man, dass W wesentlich mehr

Röntgenstrahlung emittiert, aber ein Großteil der Strahlung durch den Energieschwellenwert von 5 keV nicht detektiert wird (Reduktion der normierten Intensität von 1,0 auf ca. 0,4). Dieser Einfluss hat auf Cr keine so großen Auswirkungen, da sich die sehr intensive charakteristische Röntgenlinie direkt über dem Schwellenwert befindet (Reduktion von 0,75 auf 0,55). Erst die durch den Strahlengang verursachte Absorption führt zu einem massiven Intensitätsverlust, da die niederenergetische Strahlung stark geschwächt wird (Reduktion von 0,55 auf 0,2). Im Gegensatz dazu sind die Auswirkungen des Strahlengangs auf das W-Spektrum weniger weitreichend, da dessen mittlere Energie wesentlich höher ist und somit die Schwächung geringer ausfällt (Reduktion von 0,4 auf 0,3).

In Abbildung 5.25 (a) ist die simulierte emittierte Intensität in Abhängigkeit des Kippwinkels der Targetmaterialien W, Cr, Cu, Pt und Y für einen Energiebereich von 0-30 keV zusammengefasst. Die Intensitätsunterschiede der einzelnen Materialien werden hauptsächlich durch die Ordnungszahl, Dichte und Energie der charakteristischen Röntgenstrahlung bestimmt und zeigen ihr Intensitätsmaximum bei ca. 45° (siehe Kapitel 5.1.3). Nur bei Cr verschiebt sich das Maximum zu kleineren Winkeln aufgrund der zuvor beschriebenen Effekte. Betrachtet man in Abbildung 5.25 (b) die detektierte Intensität in einem Energiebereich von 5-30 keV, so kommt es zur Verschiebung des Intensitätsmaximums zu kleineren Targetkippwinkeln von ca. 25°-30° aufgrund des Energieschwellenwertes und den Effekten von Selbstabsorption und BSC. Die detektierte Gesamtintensität der einzelnen Targetmaterialien wurde bereits in Kapitel 5.1.4 (siehe Abbildung 5.7 und Tabelle 3) ausführlich erläutert.

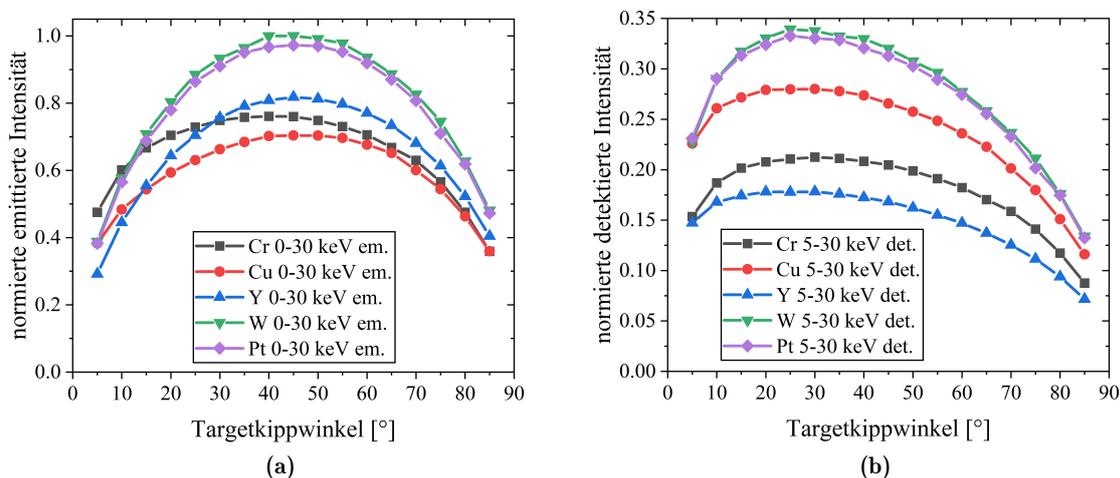


Abb. 5.25: (a) Simulierte emittierte und (b) detektierte Röntgenintensität in Abhängigkeit des Targetkippwinkels für weitere Materialien. (Die simulierten Spektren sind auf die emittierte Intensität eines um 45° geneigten W-Targets normiert.)

Um die Intensität der simulierten Spektren experimentell zu validieren, wurden ca. 1 mm dünne Plättchen der verschiedenen Targetmaterialien auf einen kippbaren Probenhalter ge-

klebt und, infolge des Elektronenbeschusses mit einer Energie von 30 keV, die am PCXD detektierte Röntgenintensität pro Minute und Pixel aufgenommen.

Die Ergebnisse in Abbildung 5.26 (a) zeigen, dass der Verlauf der Intensität in Abhängigkeit des Targetkippwinkels und ebenso das Intensitätsmaximum bei ca. 25° mit den Simulationen übereinstimmen. Ebenso zeigen Pt und W mit Abstand die höchste Röntgenintensität. Jedoch gibt es Diskrepanzen bei der absoluten Intensität zwischen Experiment und der in Abbildung 5.25 (b) gezeigten Simulation, die besonders bei Betrachtung von Cr und Cu ins Auge fallen und somit niederenergetische Photonen betreffen.

Korreliert man diese Messergebnisse mit den in Abbildung 5.17 in Kapitel 5.1.6 gezeigten Limitierung der Röntgendetektion im niederenergetischen Bereich, so lässt sich die Intensitätsverringerung erklären. Die Ursache liegt in der geringen Detektorempfindlichkeit im niederenergetischen Bereich, die dazu führt, dass die charakteristischen Röntgenlinien von Cr und Cu (siehe Abbildung 5.7), welche nahe am Energieschwellenwert (5 keV) des Röntgendecktors liegen, kaum messbare Intensität liefern. Dies hat zur Folge, dass bei Verwendung der Targetmaterialien Cr und Cu experimentell eine geringe Gesamtintensität gemessen wird.

Um die Diskrepanz zwischen Experiment und Simulation näher zu untersuchen, werden die simulierten Spektren aus Abbildung 5.25 (b) basierend auf den gewonnenen Erkenntnissen auch mit höherem Energieschwellenwert ausgewertet. Dazu wird ein Schwellenwert von 8,05 keV gewählt, sodass die charakteristischen Peaks von Cr (5,4 keV) und Cu (8,04 keV) außerhalb des Auswertebereiches liegen.

Vergleicht man nun die Ergebnisse in Abbildung 5.26 (b) mit den experimentell ermittelten Intensitäten in Abbildung 5.26 (a), so wird deutlich, dass Simulation und Experiment sehr gut übereinstimmen. Gleichzeitig ist dies eine Bestätigung, dass der Detektor ein geringes Detektionsvermögen im niederenergetischen Bereich aufweist.

Wird der Strahlengang, wie in Kapitel 5.1.4 empfohlen, mit He geflutet, so ergibt sich rechnerisch basierend auf der Detektionseffizienz aus Abbildung 5.10 und bei einem Energieschwellenwert von 8,05 keV je nach Targetmaterial eine Intensitätserhöhung zwischen 5 % und 15 %. Zur Validierung wurde dazu ein Polymerbeutel mit He (99,996 % Reinheit) gefüllt und zwischen Detektor und Be-Fenster platziert und die Röntgenintensität für ein um 25° geneigtes Pt und Cr Target detektiert. Aus den Ergebnissen resultiert, dass die Intensität von Pt um 9 % und die von Cr um 16 % erhöht werden kann. Weitere bzw. ähnliche Verbesserungen könnten durch eine Reduktion des Luftdrucks auf ca. 100 mBar im Strahlengang zwischen dem Be-Fenster und dem Detektor erzielt werden. Zur Umsetzung dieses Vorhabens ist der aktuelle Aufbau jedoch nicht ausgelegt.

Wie zunächst anhand von Simulationen in Abbildung 5.9 (b) und Tabelle 3 gezeigt, erreichen die Targetmaterialien W und Pt die höchste Röntgenintensität im Energiebereich von 5-30 keV und stellen damit die potentiellen Targetmaterialien für ein Target mit hohem Photonenfluss dar. Die experimentellen Ergebnisse zeigen, dass die detektierte Intensität von Pt

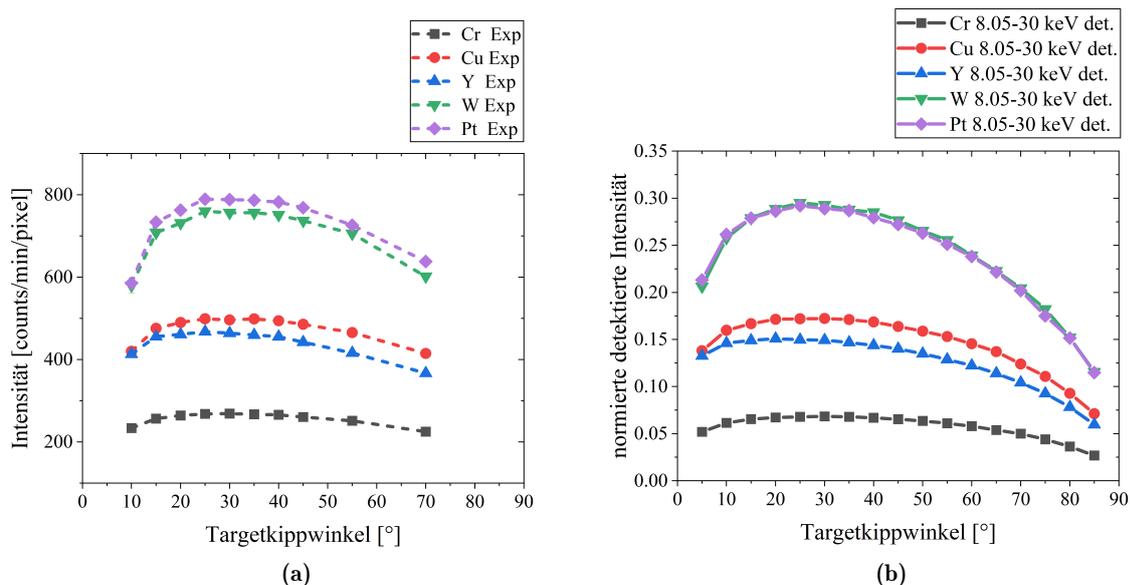


Abb. 5.26: (a) Experimentell bestimmte detektierte Intensität im Energiebereich von 5-30 keV in Abhängigkeit des Targetkipwinkels. (b) Die Auswertung der Simulationen im Energiebereich von 8,05-30 keV zeigt einen Kurvenverlauf, der mit den Experimenten übereinstimmt. (Die simulierten Spektren sind auf die emittierte Intensität eines um 45° geneigten W-Targets normiert.)

im Vergleich zu W ca. 5 % höher ist, obwohl die Simulationen ein entgegengesetztes Verhalten vorhersagen. Daraus lässt sich ableiten, dass die Sensitivität des Detektors auch nahe der charakteristischen W K_{α} -Strahlung geringer ausfällt. Folglich wird das Pt-Bulktarget als Target empfohlen, um einen maximalen Photonfluss zu erreichen.

Für den Fall, dass eine Verringerung der räumlichen Auflösung in Kauf genommen werden kann, kann die Röntgenintensität durch die Wahl der Objektivblende, wie in Tabelle 6 aufgelistet, zusätzlich erhöht werden.

Tabelle 6: Intensitätserhöhung durch Verwendung unterschiedlicher Blenden (In Klammern ist der jeweilige Elektronenstrahlstrom angegeben.)

Material	Röntgenintensität [counts/min/pixel]		
	Blende 1 (350 nA)	Blende 0 (427 nA)	Blende 0 ohne NC (1260 nA)
W	739 ± 7	961 ± 17	2274 ± 13
Pt	774 ± 5	989 ± 2	2405 ± 13

Neben der Intensität des Röntgentargets spielt der effektive Röntgenbrennfleck eine essentielle Rolle für die Bildqualität der Röntgenbildgebung und kann zur Abschätzung der räumlichen Auflösung herangezogen werden.

Die Brennfleckgröße wird durch die Größe des Volumens bestimmt, in dem Elektronen Röntgenstrahlung anregen und entspricht somit in erster Näherung der Größe der WWZ. Die einfachste Abschätzung liefert die Berechnung der WWZ nach Kanaya und Okayama (siehe

Gleichung 5 und Abbildung 2.3 (b)), die einer Halbkugel entspricht, in der sich 95 % aller Elektronen befinden. Da der Energieschwellenwert des PCXD bei 5 keV liegt und damit nur Elektronen mit einer Energie über 5 keV detektierbare Röntgenstrahlung anregen können, ist die Berechnung der WWZ nach Kanaya und Okayama eine Überschätzung des effektiven Brennflecks.

Eine höhere Genauigkeit liefert die Berechnung der maximalen Emissionstiefe eines Röntgenquants mit einer Energie von 5 keV (siehe Gleichung 9 und 10). In Abbildung 5.27 ist die maximale Emissionstiefe für verschiedene Targetmaterialien in Abhängigkeit der Anregungsenergie gezeigt.

Materialien mit hoher Ordnungszahl und Dichte weisen eine hohe Wahrscheinlichkeit für die Wechselwirkungen von Elektronen mit den Hüllelektronen des Targetmaterials auf, wodurch deren Eindringtiefe geringer ausfällt (siehe Kapitel 2.2.2). Dies ist für den Fall von Pt und W gegeben, sodass bei Anregung mit einem 30 keV Elektron die maximale Emissionstiefe eines Röntgenquants mit einer Energie von 5 keV bei ca. 1,2 μm liegt. Dagegen liegt die maximale Emissionstiefe eines Röntgenquants mit einer Energie von 5 keV von Elementen mit niedriger Ordnungszahl oder Dichte, wie beispielsweise bei Cr und Y, bei ca. 3 μm bzw. 5 μm .

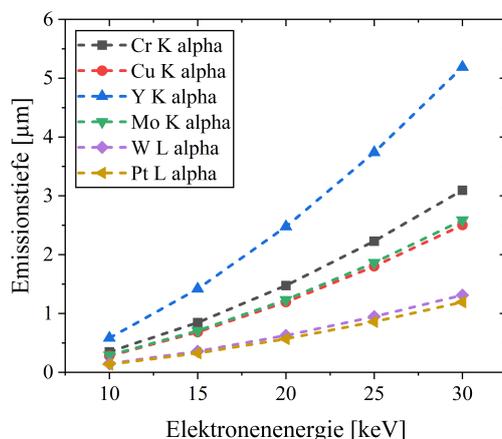


Abb. 5.27: Maximale berechnete Emissionstiefe eines Röntgenquants mit einer Energie von 5 keV in Abhängigkeit der Anregungsenergie für verschiedene Targetmaterialien

Neben der Eindringtiefe ist, wie in Abbildung 5.28 zu sehen, die Geometrie der WWZ materialabhängig und kann nur vereinfacht als Kreis angenommen werden. Außerdem verändert sich die Form der WWZ mit dem Winkel des einfallenden Elektronenstrahls und dadurch auch der Röntgenbrennfleck. Beispielfhaft ist für Cr und W, welche Materialien mit niedriger und hoher Ordnungszahl widerspiegeln, die WWZ für einen Targetkipwinkel von 5° , 45° und 85° gezeigt. Der grüne Pfeil stellt den einfallenden Elektronenstrahl dar, die blauen Trajektorien visualisieren Elektronen, die im Material absorbiert werden und die roten Trajektorien visualisieren Elektronen, die das Material verlassen können (Rückstreuelektronen).

Hochenergetische Elektronen werden beim Eindringen in Materialien mit geringer Ordnungszahl und Dichte nur schwach gestreut und können somit verhältnismäßig tief in das Material eindringen, bevor sich große Streuwinkel ergeben. Dies hat zum Resultat, dass sich die WWZ in Form eines Tropfens oder einer Kugel ausbildet.

Daneben ist bei Materialien mit hoher Ordnungszahl und Dichte der Streufaktor wesentlich höher, sodass auch hochenergetische Elektronen beim Auftreffen auf Materie bereits stark gestreut werden und die WWZ eher die Form einer Halbkugel annimmt. Dieses Phänomen ist bei kleinen Targetkippwinkeln anhand der simulierten Trajektorien für W gut zu erkennen und prägt sich mit steigender Elektronenenergie weiter aus. Bei hohen Targetkippwinkeln (bzw. spitzem Einfallswinkel des Elektronenstrahls) kommt die Erhöhung des BSC zum Tragen und die WWZ fällt kleiner aus. Außerdem wird die Geometrie der WWZ in Einfallrichtung der Elektronen gestreckt.

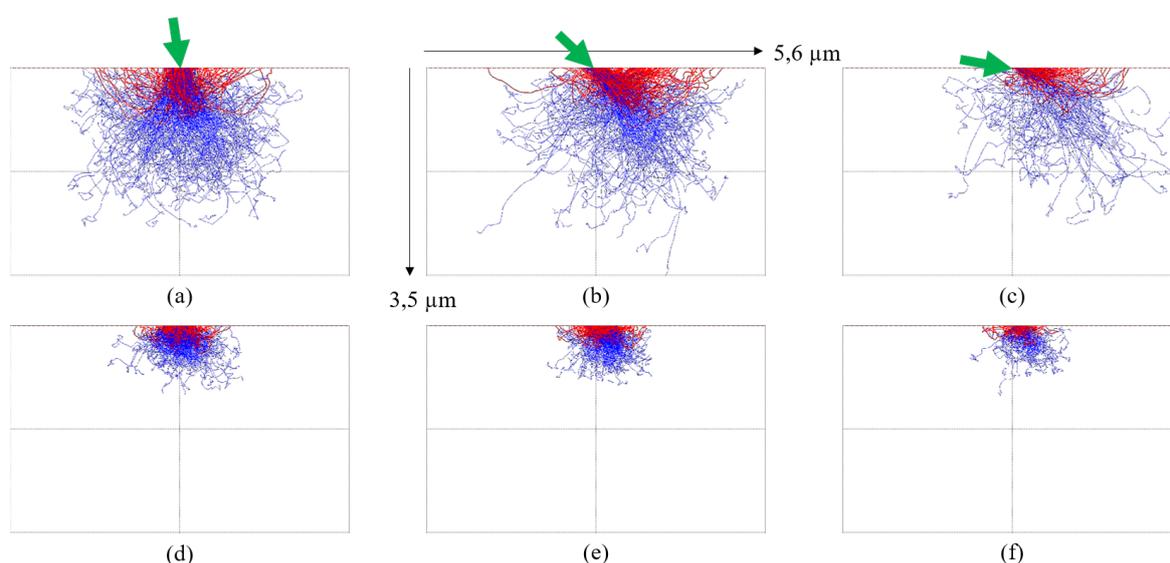


Abb. 5.28: Ausbildung der Geometrie der WWZ für Cr und W in Abhängigkeit des Targetkippwinkels: (a) Cr 5°, (b) Cr 45°, (c) Cr 85°, (d) W 5°, (e) W 45°, (f) W 85° (Der einfallende Elektronenstrahl ist in Grün eingezeichnet. Blaue Trajektorien visualisieren absorbierte Elektronen und rote Trajektorien visualisieren Rückstreuелеktronen. Die Skalierung ist jeweils identisch.)

CASINO bietet die Möglichkeit die Häufigkeit der Emissionsorte der charakteristischen Röntgenstrahlung in Abhängigkeit der Tiefe und in radialer Verteilung zu simulieren. Hierbei muss berücksichtigt werden, dass es sich ausschließlich um die charakteristische Röntgenstrahlung handelt und die Bremsstrahlung nicht betrachtet wird. Trotz dieser Einschränkung und der Tatsache, dass das Röntgenspektrum maßgeblich durch die charakteristische Röntgenstrahlung bestimmt wird, bieten die Simulationen die Möglichkeit die Kenntnis über die Ausbildung des Röntgenbrennflecks zu erweitern. Hinsichtlich der Simulationsparameter ist zu beachten, dass für jeden Kippwinkel auch die Detektorposition angepasst werden muss, da diese relativ zur Targetoberfläche definiert ist. Des Weiteren muss zur Abschätzung des effektiven Brennflecks zwischen vertikaler und horizontaler Ausdehnung unterschieden werden. Da

in CASINO der Elektronenstrahldurchmesser als Fläche auf dem Target definiert ist, muss für die Simulation des vertikalen Brennflecks der Elektronenstrahldurchmesser d_e von 600 nm in Abhängigkeit des Kippwinkels α mittels

$$d_{e_p} = \frac{d_e}{\cos(\alpha)} \quad (24)$$

geometrisch korrigiert werden. Daraus ergibt sich die Projektion des Elektronenstrahls auf dem Target d_{e_p} , welche in Tabelle 7 in Abhängigkeit des Targetkippwinkels aufgelistet ist.

Tabelle 7: Die durch die Projektion auf die Targetoberfläche bedingte Vergrößerung des Elektronenstrahls bei einem Elektronenstrahldurchmesser von 600 nm.

Neigungswinkel [°]	5	15	25	35	45	55	65	75	85
Proj. Strahldurchmesser [nm]	602	621	662	733	849	1046	1420	2318	6884

Da die Tiefeninformation senkrecht zur Targetoberfläche zu verstehen ist und die radiale Verteilung als Ringe um den Auftreffpunkt des Elektronenstrahls definiert ist, beschreiben die Simulationen nicht die effektive Röntgenbrennfleckgröße. Wie in Abbildung 5.29 dargestellt, muss zur Bestimmung des effektiven Röntgenbrennflecks in vertikaler Ausdehnung der Brennfleck auf die parallel zum Elektronenstrahl ausgerichtete Detektorebene des PCXD projiziert werden. Dies hat zur Folge, dass die Brennfleckgröße bei kleinen Targetkippwinkeln durch die Eindringtiefe bestimmt wird und bei hohen Targetkippwinkeln, aufgrund des schräg einfallenden Elektronenstrahls und der daraus resultierenden enormen Verbreiterung, durch den Elektronenstrahldurchmesser bestimmt wird. Die Richtcharakteristik der Elektronen in Strahlrichtung führt bei hohen Targetkippwinkeln zu einer zusätzlichen Verbreiterung.

Aus diesem Grund werden die emittierten Photonen über die Tiefe d_p und die emittierten Photonen in radialem Abstand r_p auf die Detektorebene projiziert, woraus sich die vertikale Ausdehnung des Brennflecks basierend auf der Eindringtiefe f_{e_d} und der radialen Verteilung f_{e_r} ergibt. Diese lassen sich wie folgt berechnen:

$$f_{e_d} = d_p \cos(\alpha) \quad (25)$$

und

$$f_{e_r} = r_p \sin(\alpha) . \quad (26)$$

Die vertikale Ausdehnung des effektiven Brennflecks ergibt sich aus dem jeweils größeren Wert der beiden Kurven (basierend auf der Eindringtiefe und der radialen Verteilung).

Die horizontale Ausdehnung des Röntgenbrennflecks wird im Grunde hauptsächlich durch den Strahldurchmesser und nur untergeordnet durch die Streuung im Material beeinflusst. Da das Target nur in Richtung PCXD gekippt wird und sich der Elektronenstrahldurchmesser auf

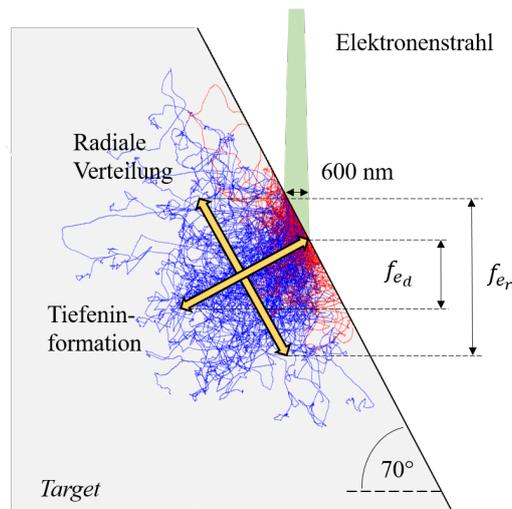


Abb. 5.29: Visualisierung der WWZ von Elektronenstrahl (grün) und Target (grau) zeigt absorbierte Elektronentrajektorien in Blau und die Trajektorien von Rückstreuelektronen in Rot. Die eingezeichneten Pfeile stellen die von CASINO berechnete Tiefeninformation und radiale Verteilung dar, aus denen die Anteile des vertikalen effektiven Brennflecks berechnet werden können.

dem Target in horizontaler Ausdehnung nicht ändert, ist folglich die horizontale Ausdehnung des Brennflecks nahezu unabhängig von der Neigung des Targets. In CASINO wird daher zur Simulation der horizontalen Ausdehnung des Röntgenbrennflecks der Elektronenstrahldurchmesser unabhängig vom Targetkippwinkel konstant gehalten.

Als Simulationsergebnis liefert CASINO zwei Graphen und unterscheidet zwischen emittierten Photonen und denen, welche die Probe verlassen können. Letztere werden zur Simulation des Brennflecks ausgewertet.

Abbildung 5.30 zeigt die Ergebnisse der Simulation für Cr und Pt in Abhängigkeit des Targetkippwinkels bei einem Elektronenstrahldurchmesser von 600 nm. Für beide Materialien wird jeweils zwischen der vertikalen und horizontalen Ausbreitung des Brennflecks unterschieden, wobei sich der vertikale Brennfleck aus dem Beitrag der Tiefeninformation und der radialen Information zusammensetzt. Da die Intensitäten in CASINO materialabhängig normiert werden, können die Intensitäten von Cr und Pt nicht verglichen werden, wohl aber die Intensitäten in Abhängigkeit der Eindringtiefe oder des radialen Abstands.

Vergleicht man in Abbildung 5.30 (a) und 5.30 (b) die horizontale Ausbreitung der Emissionorte der Photonen, so ist diese sowohl für Cr als auch für Pt unabhängig des Kippwinkels nahezu konstant. Nur die Intensität nimmt mit steigendem Kippwinkel aufgrund des höheren BSC ab.

Betrachtet man den vertikalen Anteil der radialen Verteilung in Abbildung 5.30 (c) und 5.30 (d), so sieht das Verhalten deutlich anders aus. Beim Auftreffen der Elektronen auf die Oberfläche des Targetmaterials folgen diese einer Richtcharakteristik in Einfallsrichtung des

Primärelektronenstrahls. Die Richtcharakteristik wird umso länger aufrechterhalten, je höher die Energie der Elektronen und damit die mittlere freie Weglänge ist, welche von der Ordnungszahl und Dichte eines Materials bestimmt wird. Folglich werden Elektronen in Pt stärker gestreut und der Rückstreukoeffizient fällt höher aus. Dadurch werden bei geringen Neigungswinkeln des Targets in Pt, im Vergleich zu Cr, die meisten Photonen in geringer radialer Distanz um den Auftreffpunkt des Primärelektronenstrahls emittiert (schwarze Graphen). Je höher der Neigungswinkel des Targets gewählt wird, desto größer wird der Einfluss des Elektronenstrahldurchmessers, da sich dieser aufgrund der Projektion auf die geneigte Ebene enorm vergrößert.

Aufgrund der starken Streuung der Elektronen in Pt, ist auch die Eindringtiefe der Elektronen und somit die Emissionstiefe der Röntgenquanten stark limitiert. Betrachtet man die Verteilung der emittierten Photonen über die Tiefe in Abbildung 5.30 (e) und 5.30 (f), so befindet sich das Maximum nicht direkt an der Targetoberfläche, sondern z. B. bei Cr in einer Tiefe von 400 nm (niedrige Targetkippwinkel). Das Intensitätsmaximum kommt dadurch zustande, dass in tieferen Schichten die Richtcharakteristik der Elektronen abnimmt, die Elektronen stark gestreut werden und damit pro Schichtdicke gegenüber der Oberfläche einen wesentlich weiteren Weg zurücklegen (eher horizontale Bewegung im Target) und somit mehr charakteristische Röntgenstrahlung anregen. Betrachtet man zusätzlich den Targetkippwinkel, so zeigt sich, dass bei niedrigen Targetkippwinkeln die Eindringtiefe wesentlich höher als bei hohen Targetkippwinkeln ausfällt, da der BSC mit steigendem Kippwinkel zunimmt. Dies ist sowohl für Cr als auch für Pt anhand der breiten Verteilung der Intensität bei kleinen Kippwinkeln und der scharfen Verteilung bei hohen Kippwinkeln deutlich zu erkennen.

Zur Bildentstehung tragen hauptsächlich Röntgenquanten aus dem Bereich hoher Photonenemissionsdichte und kaum Röntgenquanten aus maximaler Emissionstiefe bei. Aus diesem Grund wird nur die Intensität im Bereich der Maxima ($3/2$ Halbwertsbreite) ausgewertet. In Abbildung 5.31 (a) und 5.31 (b) sind diese in Abhängigkeit des Targetkippwinkels für Cr und Pt dargestellt. Der berechnete effektive Brennfleck in vertikaler Ausdehnung ist in Schwarz und in horizontaler Ausdehnung in Rot dargestellt und dient zur Abschätzung der räumlichen Auflösung.

Vergleicht man die Graphen, so fällt sofort auf, dass der Brennfleck von Cr aufgrund der hohen Eindringtiefe der Elektronen eine höhere vertikale als horizontale Ausdehnung besitzt und sich daher als Ellipsoid ausbildet. Gleichzeitig ist die vertikale Ausdehnung des Brennflecks von Cr auch wesentlich höher als die von Pt. Im Vergleich dazu ist die Geometrie des Röntgenbrennflecks in Pt nahezu sphärisch (außer bei hohen Targetkippwinkeln). Bei der horizontalen Ausdehnung des Brennflecks unterscheiden sich beide Materialien nur wenig, da diese hauptsächlich durch den Elektronenstrahldurchmesser bestimmt wird.

Um die Simulationen zu validieren werden Aufnahmen eines Siemenssterns bei einem Targetkippwinkel von ca. 28° aufgenommen, welche in Abbildung 5.31 (a) und 5.31 (b) gezeigt sind. Die gelben Linien geben die Strukturbreite des Siemenssterns an dieser Stelle an.

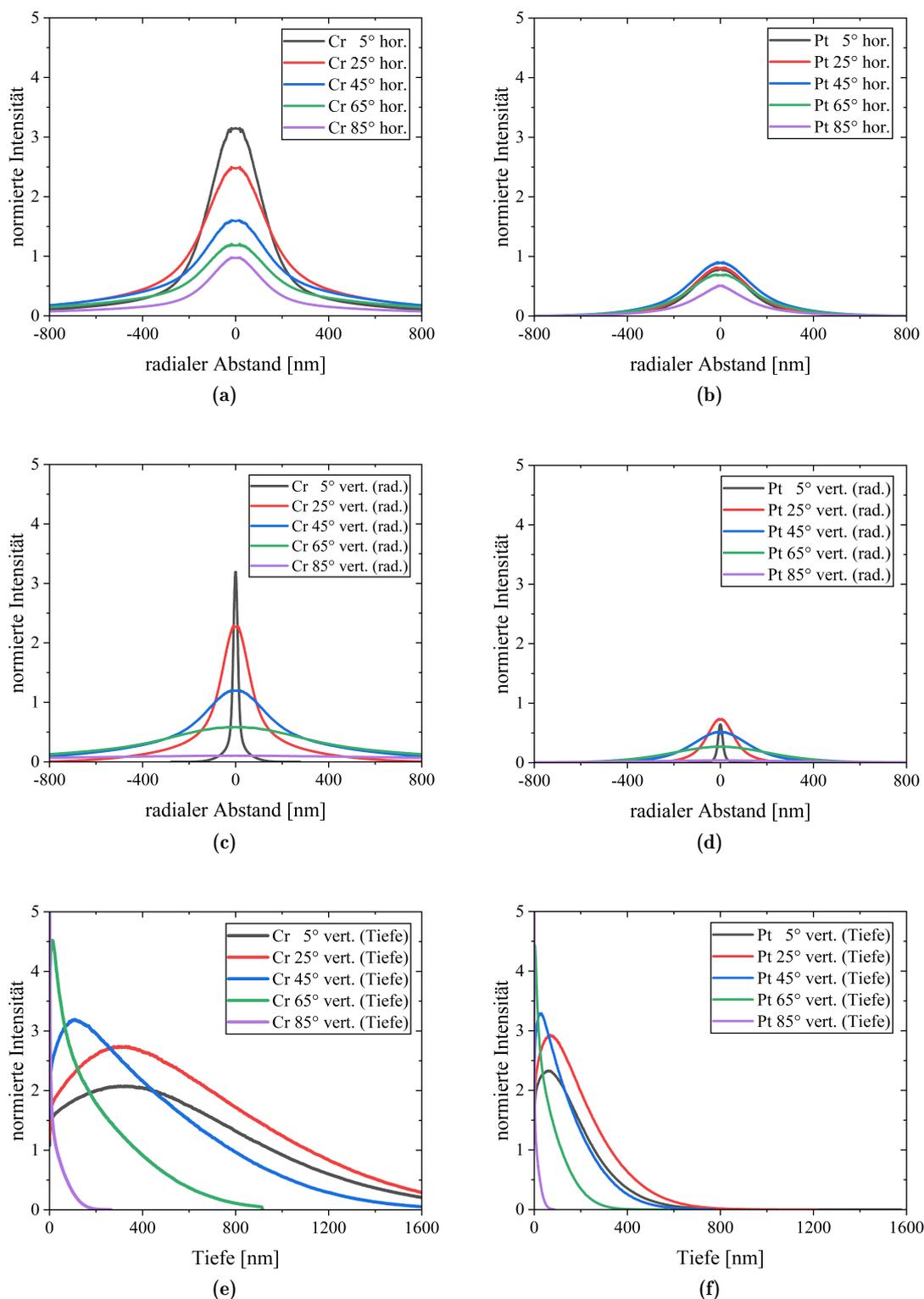


Abb. 5.30: Simulierte Emissionsorte der charakteristischen Röntgenstrahlung von Cr K_{α} -Strahlung und W L_{α} -Strahlung für verschiedene Targetkipwinkel unter Bestrahlung mit einem 30 keV Elektronenstrahl mit einem Durchmesser von 600 nm: Intensität in horizontaler Ausbreitung zum Detektor für (a) Cr und (b) Pt. Intensität in vertikaler Ausbreitung zum Detektor (basierend auf der Eindringtiefe der Elektronen) für (c) Cr und (d) Pt. Intensität in vertikaler Ausbreitung zum Detektor (basierend auf der radialen Ausbreitung der Elektronen) für (e) Cr und (f) Pt.

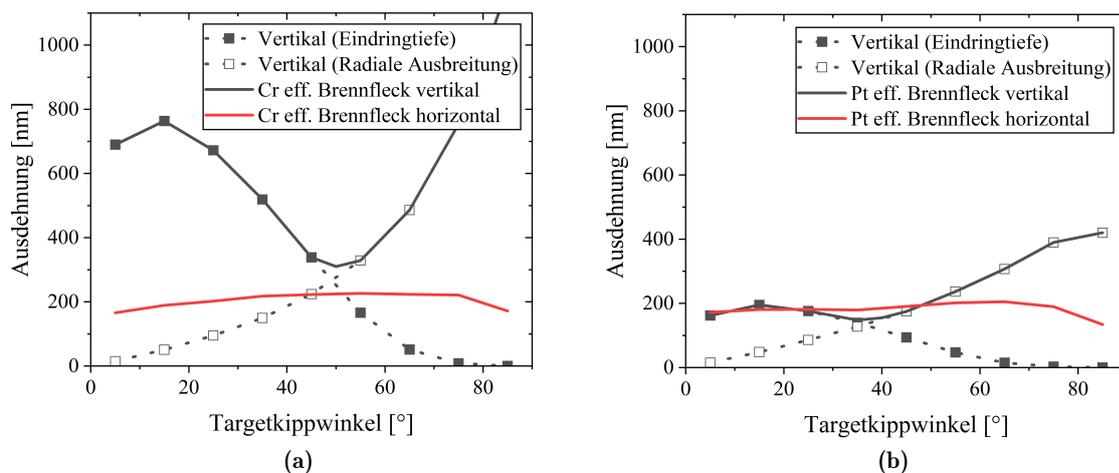


Abb. 5.31: Anhand der Simulationen berechnete Ausdehnung des Röntgenbrennflecks in vertikaler und horizontaler Ausdehnung für (a) Cr und (b) Pt.

Die mithilfe des Cr-Targets aufgenommene Abbildung, zeigt eine deutliche Anisotropie der Auflösung, wie es aus den Simulationen zu erwarten war. Die geringere horizontale Ausdehnung des Brennflecks führt zu einer erreichbaren horizontalen Auflösung von ca. 250 nm, wohingegen mit der maximalen Strukturgröße des Siemenssterns von 610 nm gerade noch die erreichbare vertikale Auflösung abgebildet werden kann.

Im Falle von Pt ist bei einem Neigungswinkel von 28° keine Anisotropie der Auflösung sichtbar und entspricht somit auch den Simulationen. Die erreichbare Auflösung liegt bei ca. 150 nm und kommt den Simulationsergebnissen ebenfalls nahe und zeigt, dass mit Hilfe von CASINO die Auflösung eines Bulktargets abgeschätzt werden kann.

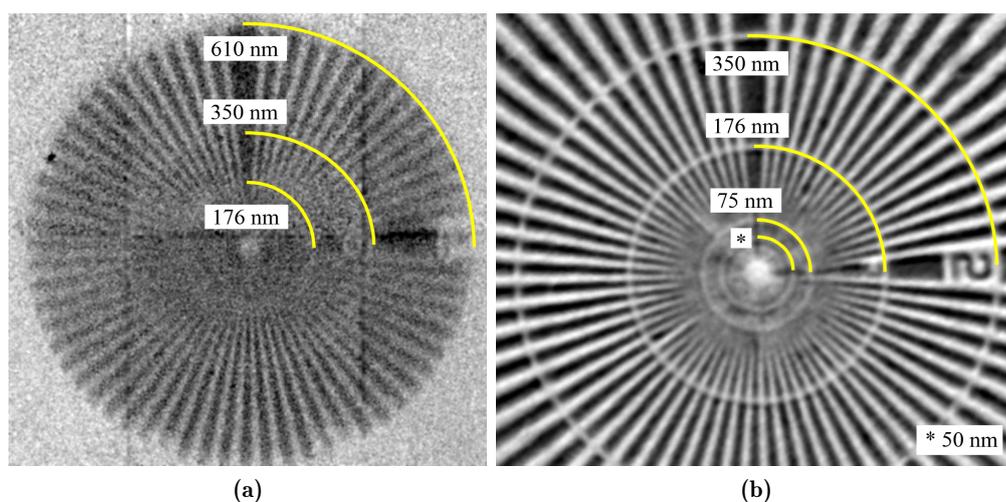


Abb. 5.32: Aufnahmen eines Siemenssterns zum Nachweis der erreichbaren räumlichen Auflösung abgebildet mit einem um ca. 28° geneigten Bulktarget aus (a) Cr und (b) Pt aufgenommen mit einer Belichtungszeit von 30 min (Fell et al., 2023c).

Die vorangegangenen Untersuchungen haben ergeben, dass kurze Messzeiten in der REM-basierten CT mit Hilfe eines Bulktargets aus Wolfram oder Platin erzielt werden. Die Targetgeometrie führt zu keinerlei Limitierung der WWZ, sodass die vorhandenen Elektronen vollständig zur Emission von Röntgenquanten genutzt werden können und damit der Photonenfluss sein Maximum erreicht. Der ideale Kippwinkel des Targets liegt bei ca. 25° und ergibt sich aus dem Energieschwellenwert des Detektors und den Effekten von Elektronenrückstreuung und Selbstabsorption der Photonen im Target. Vergleiche von Simulation und Experiment zeigen, dass bei einem Energieschwellenwert von 5 keV Photonen ab ca. 8 keV zuverlässig detektiert werden. Durch den Strahlengang und das Be-Fenster werden Photonen mit einer Energie unterhalb 10 keV deutlich geschwächt, wobei durch den Einsatz von Helium im Strahlengang außerhalb der Vakuumkammer bei Normaldruck die Intensität um ca. 10 % erhöht werden kann.

Der Vorteil von Pt gegenüber W liegt darin, dass die Röntgenintensität etwa 4 % höher ausfällt und gleichzeitig der Median der spektralen Röntgenenergie um 1,3 keV erhöht ist. Außerdem ist die Eindringtiefe der Elektronen in Pt geringer als in W, weshalb auch die räumliche Auflösung verbessert ist. Hinsichtlich der räumlichen Auflösung liegt der Targetkippwinkel von 25° nahe am Optimum, da bei diesem Winkel die Eindringtiefe durch den schrägen Einfall limitiert wird und gleichzeitig der Elektronenstrahl durch die Projektion auf die Targetoberfläche kaum verbreitert wird. Experimentell konnte unter Verwendung eines Targets aus Pt bei einer Belichtungszeit von 30 min eine räumliche Auflösung von ca. 125 nm in 2D nachgewiesen werden.

Das Vollmaterial mit guten Wärmetransporteigenschaften führt kaum zur Schädigung durch die eingebrachte Energie des Elektronenstrahls und ermöglicht daher den Elektronenstrom und somit auch die Zahl der Photonen zu maximieren. Wird der Noise Cancellor entfernt, kann der Elektronenstrahlstrom von ca. 330 nA auf 1 μ A gesteigert werden, um so bei einer Elektronenenergie von 30 keV den Photonenfluss bei Verwendung eines Pt Bulktargets auf 2400 counts/min/Pixel zu verdreifachen.

Zum Abbilden schwach absorbierender Proben eignet sich ein Target, dessen Röntgenspektrum möglichst intensive niederenergetische charakteristische Röntgenstrahlung aufweist, um einen möglichst hohen Kontrast zu erzeugen. Aufgrund des recht hohen Detektorschwellenwertes von 5 keV fällt die Wahl auf Cr mit seiner charakteristischen K_α -Linie bei 5,4 keV. Anhand der Abbildung einer Graphitprobe zeigt sich, dass bei Verwendung eines Cr Targets der Kontrast um ca. 50 % gegenüber Pt erhöht werden kann (Fell et al., 2023c). Wie zuvor erläutert, führen die Detektoreigenschaften zu einem immensen Intensitätsverlust, der bei Verwendung des Cr Targets in Kauf genommen werden muss. Auch die räumliche Auflösung liegt aufgrund der hohen Eindringtiefe der Elektronen und damit der großen Ausdehnung des Röntgenbrennflecks deutlich unter der von Pt bei ca. 650 nm.

Die Untersuchungsergebnisse des Bulktargets sowie die folgenden des Folien- und Nadeltargets sind in Kapitel 5.3 zusammengefasst.

5.2.2 Folientarget

Durch Verringerung einer der Dimensionen eines Bulktargets kann ein Folientarget hergestellt werden, dessen Schichtdicke die Größe der WWZ von Elektron und Target unterschreitet. Dadurch wird die Röntgenintensität verringert, wobei gleichzeitig die räumliche Auflösung der Röntgenbildgebung verbessert werden kann, da der Röntgenbrennfleck verkleinert wird. Daneben bleibt durch die Geometrie eine effiziente Wärmesenke erhalten, sodass sich das Targetmaterial nicht bis zum Schmelzpunkt erhitzt. Ausschlaggebend für die Röntgenintensität und die Auflösung ist die Schichtdicke des Targets und deren Kippwinkel gegenüber dem Elektronenstrahl. Dieses Verhalten wird mittels DTSA simuliert und ist in Abbildung 5.33 (a) für das Targetmaterial Cr gezeigt.

Das Verhalten des Folientargets kann anhand des Reflexions- und Transmissionsverhaltens der Elektronen, sowie der Ausbildung der WWZ erläutert werden. Dazu ist in Abbildung 5.33 (b) der Anteil der reflektierten Elektronen, der Anteil der transmittierten Elektronen sowie der Energieeintrag in Abhängigkeit der Targetschichtdicke aufgetragen. Unterschreitet die Schichtdicke des Targets die Größe der WWZ bzw. die Eindringtiefe der Elektronen, so kommt es zur Transmission von Elektronen, deren Anteil mit Verringerung der Schichtdicke konstant zunimmt. Der BSC verringert sich dadurch zwangsläufig bei kleinen Schichtdicken, wobei eine Reduktion des BSC für Cr ab einer Schichtdicke von ca. 1500 nm auftritt, welches in etwa der halben Eindringtiefe der Elektronen und somit der maximalen Austrittstiefe der RE gleichkommt. Je geringer die Schichtdicke, desto höher wird der Anteil der TE und desto geringer der Anteil der RE. Erst bei einer Schichtdicke von ca. 3000 nm ist der Anteil transmittierter Elektronen nahe null und der Energieeintrag maximal.

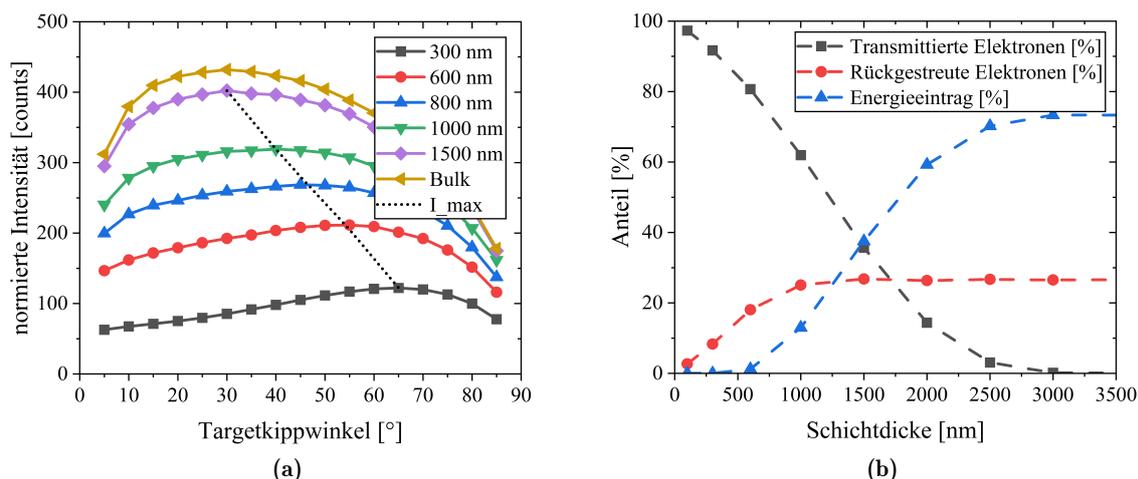


Abb. 5.33: Entwicklung der Röntgenintensität in Abhängigkeit des Targetkippwinkels für verschiedene Targetschichtdicken aus Cr. Das Intensitätsmaximum verschiebt sich von hohen Kippwinkeln bei kleinen Schichtdicken zu niedrigen Kippwinkeln bei hohen Schichtdicken. (b) Mithilfe von Win X-ray simuliertes Rückstreu- und Transmissionsverhalten der Elektronen in Abhängigkeit der Schichtdicke eines Folientargets aus Cr.

Die in Abbildung 5.33 (a) simulierten Intensitäten entsprechen der detektierten Röntgenintensität pro Minute und Pixel in einem Energiebereich zwischen 5 und 30 keV und einem Elektronenstrahlstrom von 338 nA.

Schichtdicken, die in etwa der Größe der WWZ entsprechen (> 1500 nm), zeigen ein Verhalten, das dem des Bulktargets ähnelt. Wird die Schichtdicke verringert, so nimmt die Röntgenintensität einerseits aufgrund des erhöhten Anteils an TE und andererseits aufgrund des kleineren WWZ und der geringeren Anzahl an Wechselwirkungen zwischen Elektron und Materie, ab.

Weiterhin kann eine kontinuierliche Verschiebung des Intensitätsmaximums von geringen Kippwinkeln bei hohen Schichtdicken (entsprechend des Bulktargets) zu größeren Winkeln bei kleinen Schichtdicken beobachtet werden (gestrichelte schwarze Kurve). Die Lage des Intensitätsmaximums bei hohen Schichtdicken wurde bereits in Kapitel 5.2.1 erläutert und ist auf den Energiebereich der Photonen sowie die Selbstabsorption und den Rückstreukoeffizienten zurückzuführen. Je kleiner die Schichtdicke gewählt wird, desto geringer ist der Einfluss der Selbstabsorption und auch niederenergetische Photonen können das Target verlassen. Gleichzeitig wird bei hohen Kippwinkeln das Wechselwirkungsvolumen durch den schrägen Einfall der Elektronen und die höhere zurückgelegte Weglänge im Target die Anzahl der Wechselwirkungsprozesse und somit die Photonenemission erhöht. Dies führt zu einer Verschiebung des Intensitätsmaximums zu höheren Kippwinkeln bei kleinen Targetschichtdicken.

Dieses Verhalten ist für das Material Cr mit einer niedrigen mittleren Röntgenintensität stark ausgeprägt und führt zu einer Verschiebung des Intensitätsmaximums von einem Kippwinkel von 30° (1500 nm Schichtdicke) auf 65° (300 nm Schichtdicke).

Eine Verringerung der Schichtdicke stellt eine Möglichkeit dar, die räumliche Auflösung gegenüber einem Bulktarget durch geometrische Limitierung der WWZ zu verbessern. Gleichzeitig muss aber ein Intensitätsverlust in Kauf genommen werden. Durch die Verringerung der Schichtdicke des Folientargets ist außerdem mit einem Anstieg der Streustrahlung zu rechnen, da neben den rückgestreuten Elektronen zusätzlich transmittierte Elektronen mit dem Setup wechselwirken können und somit Röntgenstrahlung emittieren.

5.2.3 Nadeltarget

Die Größe des Röntgenbrennflecks, welcher näherungsweise durch die Größe der WWZ von Elektronen und Targetmaterial beschrieben werden kann, bestimmt bei Systemen basierend auf geometrischer Vergrößerung maßgeblich die räumliche Auflösung. Die typische Größe der WWZ von 30 keV Elektronen im Festkörper liegt bei 1-10 μm in vertikaler und horizontaler Ausdehnung.

Wie auch das Folientarget zielt ein Nadeltarget darauf ab, den Röntgenbrennfleck aufgrund seiner Geometrie räumlich zu limitieren, um somit eine möglichst hohe räumliche Auflösung in der Röntgenbildgebung zu erreichen. Mit der Nadelgeometrie ist es möglich den

Röntgenbrennfleck in zwei Dimensionen, sowohl vertikal als auch horizontal zu beschränken, wenn der Spitzenradius geringer als die zu erwartende Größe der WWZ gewählt wird und die Nadel auf den PCXD ausgerichtet ist. In dieser Arbeit werden kommerzielle Wolframnadeln, bestimmt für Nanoprobieren, mit einem Spitzenradius von ca. 100 nm verwendet (siehe Abbildung 5.34 (a)).

Aufgrund der kleinen Dimension ist W mit einem Schmelzpunkt von über 3400 °C das einzige Material, welches bis zu einem Strahlstrom von 440 nA eine hinreichend hohe Stabilität aufweist. Materialien mit geringerem Schmelzpunkt verändern infolge des Wärmeeintrages ihre Geometrie und die Nadelspitze vergrößert sich, wie in Abbildung 5.34 (b) und 5.34 (c) zu sehen. Dadurch erfüllt das Target, welches eine geringe Röntgenbrennfleckgröße erzeugen soll, seine Funktion nicht mehr. Weitere Ursachen für das Aufschmelzen können daneben auch ein zu geringer Öffnungswinkel der kegelförmigen Nadel oder ein zu hoher Wärmeeintrag (Strahlstrom von 1 μ A) sein.

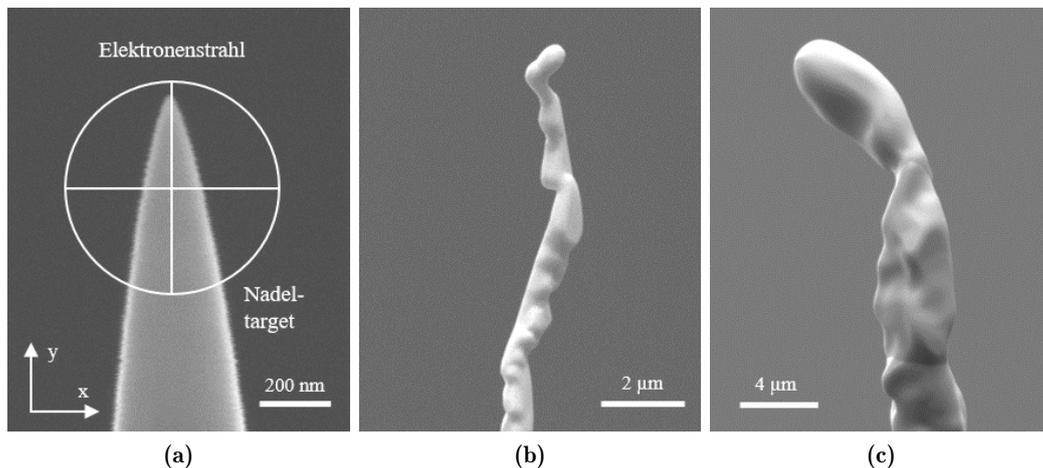


Abb. 5.34: (a) Visualisierung eines Elektronenstrahls von 600 nm Durchmesser, der auf ein Nadeltarget trifft (Fell et al., 2023c). (b) und (c) zeigen aufgeschmolzene und wieder erstarrte Targets.

Zur Charakterisierung wird die Röntgenintensität in Abhängigkeit der Elektronenstrahlposition auf dem Nadeltarget gemessen. Dazu wird der Elektronenstrahl auf die Nadelspitze fokussiert und entlang der Mittelachse bewegt. Die Messung der Intensität erfolgt an dem Punkt, an dem ein definierter Nadeldurchmesser entsprechend des Graphen erreicht wird (siehe Abbildung 5.35 (a)). Zusätzlich werden mit Hilfe eines Faraday-Cups, welcher direkt unter dem Nadeltarget platziert ist, Elektronen detektiert. Die detektierten Elektronen bilden die Summe aus Primärelektronen, die mit dem Target interagieren und transmittiert werden, sowie Primärelektronen, die das Target verfehlen.

Die Messungen zeigen, dass die Röntgenintensität mit steigendem Nadeldurchmesser wie zu erwarten steigt, da die Größe der WWZ zunimmt. Dadurch kommt es zu mehr Wechselwirkungen und einer steigenden Anzahl an emittierten Photonen. Da die Elektronen mehr Energie abgeben bzw. im Material absorbiert werden, sinkt gleichzeitig der Anteil an trans-

mittierten Elektronen. Wie im Graph zu sehen, steigt die Röntgenintensität so lange an, bis sich die Anzahl an transmittierten Elektronen kaum mehr verringert.

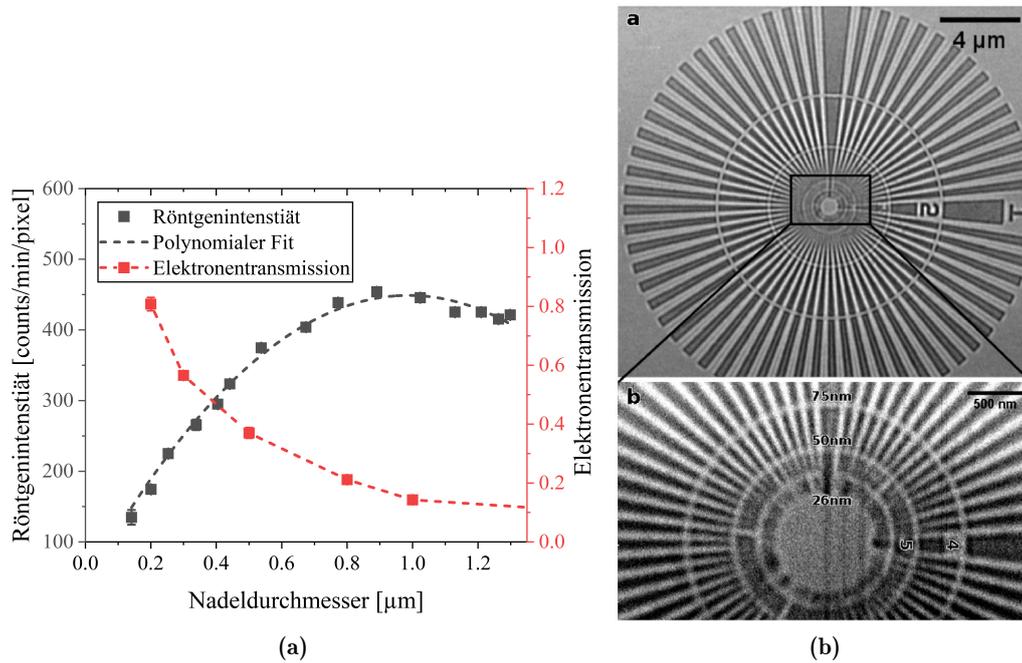


Abb. 5.35: (a) Röntgenintensität und Anteil transmittierter Elektronen in Abhängigkeit der Elektronenstrahlposition auf einem Nadeltarget (Fell et al., 2023c). (b) Abbildung eines Siemenssternes zeigt die Auflösung von Details mit einer Größe von 50 nm (Lutter et al., 2021).

Die Größe der WWZ entspricht nun näherungsweise der Größe im Bulkmaterial. Wird der Elektronenstrahl zu weit von der Nadelspitze entfernt platziert, kommt es zum Abfall an Röntgenintensität, da die Nadelspitze selbst einen Teil der emittierten Röntgenstrahlung auf dem Weg zum Detektor absorbiert. Das Nadeltarget bietet damit die Möglichkeit über die Positionierung des Elektronenstrahls sowohl die räumliche Auflösung als auch die Röntgenintensität zu variieren. Im Vergleich zum Bulktarget aus W liegt die Intensität des Nadeltargets aufgrund der Geometrie nur bei ca. 24 %.

Wie in Abbildung 5.34 (a) deutlich zu sehen, verfehlt ein großer Teil der Primärelektronen das Target. Eine einfache geometrische Betrachtung ergibt, dass nur ca. 1/3 der Elektronen das Target treffen, wenn der Elektronenstrahl auf eine Targetbreite von ca. 100-200 nm fokussiert ist. Dieser Zustand unterstreicht die Wichtigkeit, die Elektronendichte durch einen möglichst geringen Arbeitsabstand (wie in Kapitel 5.1.1 ermittelt) zu erhöhen, um somit die Photonenausbeute zu steigern. Gleichzeitig wird sich die räumliche Auflösung leicht verbessern, da weniger Elektronen weit entfernt von der Nadelspitze auf das Target treffen. Weitere Folge für den hohen Anteil transmittierter Elektronen und Primärelektronen ist, dass der Anteil an Röntgenstreustrahlung zunimmt und die Bildqualität dadurch verringert wird.

Hinsichtlich räumlicher Auflösung des W-Nadeltargets wurde in der gemeinsamen Publikation von Lutter et al. (2021) die Aufnahme eines Siemenssterns veröffentlicht, in der Details von 50 nm in 2D abgebildet werden können (siehe Abbildung 5.35 (b)). Die räumliche 3D Auflösung liegt bei ca. 150 nm.

Zusammenfassend erzielt ein Nadeltarget, durch die Limitierung des Röntgenbrennflecks, die höchste räumliche Auflösung, wobei gleichzeitig der Photonenfluss relativ gering ist. Die Wahl des Targetmaterials fällt auf Wolfram, welches als einziges Element eine hinreichend hohe thermische Stabilität aufweist. Durch gezielte Positionierung des Elektronenstrahls kann sowohl die Röntgenintensität als auch die räumliche Auflösung gesteuert werden. Da bei Verwendung des Nadeltargets ca. 2/3 der Elektronen erst gar nicht mit dem Target interagieren und zusätzlich ein hoher Anteil transmittierter Photonen vorliegt, kann vergleichsweise viel Streustrahlung emittiert werden.

5.3 Systemoptimierung

5.3.1 Hardware- und Parameteroptimierung

Die in den vorangegangenen Kapiteln gewonnenen Informationen und die daraus abgeleiteten Optimierungen werden in diesem Kapitel zusammengefasst.

Die Performance der Röntgenquelle wird in der REM-basierten Nano-CT durch die Eigenschaften des Elektronenstrahls und des Röntgentargets bestimmt. Die Eigenschaften des Elektronenstrahls können mit Hilfe der Energie, des Stroms und des Strahldurchmessers beschrieben und durch verschiedene Parameter beeinflusst werden.

Die maximale Beschleunigungsspannung der Elektronen von 30 kV ist auch gleichzeitig die empfohlene Spannung, da eine hohe Elektronenenergie die Wahrscheinlichkeit zur Anregung hochenergetischer Röntgenstrahlung steigert und somit die Röntgenintensität erhöht. Dies ist besonders wichtig, da in der REM-basierten CT vergleichsweise wenige Photonen (ca. 150 Photonen/Pixel/Minute) zur Bildentstehung beitragen.

Eine Verringerung der Beschleunigungsspannung, mit dem Hintergrundgedanken die räumliche Auflösung durch eine kleinere WWZ zu erhöhen, führt zu mehreren negativen Effekten und ist daher wenig zielführend. Die niedrige Beschleunigungsspannung sorgt dafür, dass weniger Energie zur Photonenanregung vorhanden ist und die Röntgenintensität sinkt. Gleichzeitig verringert sich der Elektronenstrahlstrom und der Elektronenstrahldurchmesser erhöht sich, was dem gewünschten Ziel entgegenwirkt. Eine Verkleinerung der WWZ kann auch ohne die zuvor genannten negativen Effekte durch die Verringerung des Targetvolumens (Folie bzw. Nadel) realisiert werden.

Neben der Beschleunigungsspannung kann die Röntgenintensität durch die elektronisch wählbaren Stromstufen (PC-Wert) oder unterschiedlich große Blendendurchmesser beeinflusst

werden. Einzig sinnvoll ist eine maximale Stromstufe von 18, die in Kombination mit OLAP1 oder OLAP0 (ggfl. ohne NC) einen Strom von ca. 330-1000 nA liefert. Geringere Stromstufen oder Blendendurchmesser führen zu extrem geringem Photonenfluss und langen Messzeiten und sind damit nicht wirtschaftlich. Eine Erhöhung der Stromstufe und des Blendendurchmessers führt zwangsläufig auch zur Erhöhung des Strahldurchmessers und somit zu einer Verschlechterung der räumlichen Auflösung in der Röntgenbildgebung. Hinsichtlich der Blenden wird in Kombination mit einem Nadeltarget idealerweise OLAP1 oder OLAP0 verwendet und dadurch ein resultierender Elektronenstrahlstrom von 330 nA bzw. 440 nA erzielt. Wird der NC aus dem Strahlengang entfernt, ist der Energieeintrag zu hoch und führt zum Aufschmelzen des Targets. Ohne NC kann nur mit einem Bulktarget gearbeitet werden, womit sich der Strahlstrom auf ca. 1 μ A erhöhen lässt.

Da sich der Elektronenstrahldurchmesser mit höherem Arbeitsabstand vergrößert, ist ein möglichst kleiner Arbeitsabstand zu realisieren. Dadurch lässt sich bei Bulk- und Folientarget je nach verwendetem Targetmaterial die Größe der WWZ verringern und die Auflösung erhöhen. Da sich durch den kleineren Strahldurchmesser auch die Elektronendichte erhöht und somit mehr Elektronen auf die gleiche Fläche treffen, wird bei Verwendung eines Nadeltargets die Röntgenintensität erhöht.

Im Falle des XRM-II wurde die optische Achse des Systems von einem Arbeitsabstand (Abstand Elektronenaustrittsfenster zu Röntgenbrennfleck) von 18 mm auf 13 mm verringert, indem der Detektor und der Targethalter nach oben verschoben wurden. Eine weitere Verringerung des Arbeitsabstandes ist baulich nicht möglich, da es sonst zu Abschattungen und vollständiger Absorption durch den Flansch des Be-Fensters kommt. Durch die Verringerung des Arbeitsabstandes konnte der Strahldurchmesser für OLAP1 um 200 nm auf ca. 600 nm verringert werden und liegt ohne NC bei ca. 2,5 μ m.

Die zwei wichtigsten Parameter des Targets sind deren Geometrie und chemische Zusammensetzung. Mit den vorgestellten Targetgeometrien Bulk-, Folien- und Nadeltarget kann die räumliche Auflösung und die Röntgenintensität beeinflusst werden. Bei Verwendung eines Bulktargets kommt es zur maximalen Ausdehnung des Röntgenbrennflecks, wodurch der Photonenfluss maximiert, aber die räumliche Auflösung verringert wird. Durch ein Nadeltarget wird der Brennfleck in zwei Dimensionen limitiert und die räumliche Auflösung enorm verbessert, wobei es gleichzeitig zur Verringerung der Röntgenintensität kommt. Das Folientarget stellt durch seine Limitierung in einer Dimension einen Kompromiss aus Auflösung und Röntgenintensität dar.

Mit der Wahl des Targetmaterials kann durch die Energieverteilung des Röntgenspektrums Einfluss auf den Bildkontrast und auch Einfluss auf die Röntgenintensität genommen werden. Hinsichtlich des Targetmaterials beschränkt einerseits der Energieschwellenwert des Röntgendetektors von 5 keV und andererseits die maximale Anregungsenergie von 30 keV die Materialauswahl. Folglich sollte aufgrund des Überspannungsverhältnisses die charakteristische Röntgenenergie des Targetmaterials für eine hinreichende Röntgenintensität ungefähr

zwischen 5 keV und 15 keV liegen. Für ein 30 keV Elektron liegt die Anzahl an Wechselwirkungsprozessen zur Anregung niederenergetischer charakteristischer Röntgenstrahlung (ca. 5 keV) wesentlich höher als zur Anregung höherenergetischer Röntgenstrahlung (ca. 15 keV). Daher übersteigt die Intensität niederenergetischer Röntgenstrahlung die höherenergetische bei Weitem.

Ein weiterer Faktor ist der Schmelzpunkt des Materials, welcher hinreichend hoch gewählt werden muss, um dem thermischen Energieeintrag standzuhalten. In Summe führen die beschriebenen Faktoren zur Auswahl der Targetmaterialien Cr, Cu, Y, W und Pt, welche unterschiedliche Strahleigenschaften aufweisen.

Des Weiteren ist zu erwähnen, dass die Ordnungszahl die Eindringtiefe der Elektronen und die Anzahl an Wechselwirkungen pro Weglänge bestimmt. Dadurch liefern Targetmaterialien mit hoher Ordnungszahl eine höhere räumliche Auflösung in der Röntgenbildgebung und mehr Röntgenintensität pro Targetvolumen. Letzteres ist vor allem bei Verwendung des Nadeltargets ein maßgeblicher Parameter für die Röntgenintensität.

Aufgrund des Setups des XRM-II unterscheidet sich die Röntgenintensität von emittiertem und detektiertem Spektrum enorm. Folgt man dem Strahlengang der Photonen, so müssen die Photonen bei Verlassen der Vakuumkammer ein Be-Fenster von 250 μm Dicke durchringen und anschließend 26 cm Luft passieren. Am Röntgendetektor angekommen, folgt dann ein Kapton-Fenster von 50 μm Dicke sowie eine 90 nm dicke Pt-Schicht bevor sie auf das Sensormaterial treffen. Zusätzlich zur Schwächung im Strahlengang werden Photonen mit einer Energie von weniger als 5 keV aufgrund des Energieschwellenwertes des Detektors nicht detektiert und Photonen mit einer Energie kleiner 10 keV aufgrund der abnehmenden Detektorsensitivität nur teilweise detektiert.

Die durch das Setup bedingte Röntgenabsorption im Energiebereich von 5-30 keV liegt daher je nach Targetmaterial zwischen ca. 65 % (Cr) und 20 % (Pt). Ein Austausch der Luft durch He führt je nach verwendetem Target zu einer Erhöhung der Röntgenintensität von 5-15 % und kann dadurch die Messzeit verringern.

Die Richtcharakteristik der Röntgenquanten wird im Falle des XRM-II durch die Selbstabsorption des Targetmaterials, den Energieschwellenwert des Detektors und die Röntgen-schwächung aufgrund des Strahlengangs beeinflusst, sodass die Röntgenintensität bei einem Neigungswinkel des Detektors von 60° gegenüber dem Target ihr Maximum erreicht. Gleichwohl sind die Intensitätsunterschiede in einem Winkelbereich von ca. 20° - 90° gegenüber den Intensitätsunterschieden, die durch die Neigung des Targets erzielt werden können, marginal und können daher vernachlässigt werden.

Basierend auf der Charakterisierung des Detektionsverhaltens des Röntgendetektors wird eine Belichtungsdauer von ca. 20-30 s pro Integration empfohlen, sodass ein homogeneres Detektionsverhalten vorliegt und die Bildqualität verbessert wird. Vor jeder Messung sollte ein Warm-up von mindestens 30 min durchgeführt werden, sodass der Detektor sein thermisches

Gleichgewicht erreicht und die zeitliche Veränderung des Messsignals minimiert wird. Außerdem ist es von Vorteil Hellbilder zumindest vor und nach einer CT (ggfls. auch während der CT) aufzunehmen und zur Bildkorrektur zu verwenden. Große Bereiche niedriger bzw. hoher Sensitivität können nur durch eine Bad Pixel Map korrigiert werden.

Simulationen und Experimente zeigen zudem, dass die gemessene Röntgenintensität aufgrund des *Charge Sharings* deutlich geringer als zu erwarten ausfällt, je näher die Photonenenergie dem Energieschwellenwert des Detektors kommt. Darüber hinaus ist eine Energieauflösung im Bereich von 5 bis 15 keV nicht realisierbar, was die Anwendung von Spektral-CT (engl. dual-energy CT) ausschließt.

Röntgenstreustrahlung wird in der REM-basierten CT hauptsächlich an der Probenstange durch RE, TE und ungebremste PE erzeugt.

Bei Verwendung eines Bulktargets wird Röntgenstreustrahlung durch RE angeregt, welche je nach Targetmaterial und -neigungswinkel einen Anteil von ca. 50 % der Primärelektronen aufweisen. Aufgrund deren Richtcharakteristik wird aber kaum Streustrahlung auf der Probenstange emittiert, da die RE in die Kammer gestreut werden. Daher liegt bei Verwendung eines Pt-Bulktargets der Anteil der Streustrahlung bei nur 3 % der Gesamtintensität.

Bei Verwendung eines Nadeltargets wird die Streustrahlung hauptsächlich durch hochenergetische transmittierte Elektronen und PE auf dem Probenhalter und Probenstift emittiert. Daher wird empfohlen, die Fläche unterhalb des Targets mit Graphit zu versehen, um so die Emission von Streustrahlung zu minimieren. Gleichzeitig sollte der Probenstift aus einem stark absorbierenden Material gefertigt sein, sodass am Probenhalter emittierte Streustrahlung vollständig absorbiert werden kann. Je nach Setup kann dadurch die Streustrahlung um ca. 38 % verringert werden, wodurch die Bildqualität deutlich verbessert wird. Graphit bietet den Vorteil, dass es sich unter Einwirkung des Elektronenstrahls nicht verändert oder elektrisch auflädt.

Der Drift des Gesamtsystems wird hauptsächlich durch die Probenstange und daneben durch den Elektronenstrahl verursacht und kann zu einer deutlichen Verschlechterung des Rekonstruktionsergebnisses führen. Zur Minimierung des Drifts wird vor jeder Messung ein Warm-up von 16 h (über Nacht) empfohlen, sodass sich ein Gleichgewicht einstellen kann. Der verbleibende Drift liegt bei ca. 30 nm pro Stunde und kann durch den Rekonstruktionsalgorithmus einfach ausgeglichen werden.

Zusammenfassend sind die für die REM-basierte CT empfohlenen Anlagenparameter in Tabelle 8 aufgelistet.

5.3.2 Optimierte Targets für die REM-basierte CT

Je nach Probenmaterial, welches in der REM-basierten CT untersucht werden soll, ergeben sich unterschiedliche Anforderungen an die Eigenschaften der Röntgenstrahlung und somit an

Tabelle 8: Empfohlene Anlagenparameter

Parameter	Empfehlung
Beschleunigungsspannung	30 kV (Maximum)
Elektronenstromstufe	18 (Maximum)
OLAP	0, 1, ohne NC
Strahlstrom	330 nA, 440 nA, 1000 nA
Arbeitsabstand	13 mm (bauliches Minimum)
Targetgeometrie	Bulk, Folie, Nadel
Targetmaterial	Cr, Cu, Y, W, Pt
Strahlengang	Helium geflutet*
Probentisch	Kombination aus Graphit und stark absorbierendem Material (bspw. CuZn)
Warm-up	16 h (über Nacht)
Belichtungszeit pro Integration	20-30 s

*außerhalb der Vakuumkammer

das Röntgentarget. Aufgrund der einfachen Zugänglichkeit und Adaptierfähigkeit bietet die REM-basierte CT den großen Vorteil das Röntgentarget ohne viel Aufwand an die vorliegenden Bedarfe anzupassen, wobei dessen Eigenschaften hauptsächlich durch deren Geometrie und chemische Zusammensetzung bestimmt werden. Je nach räumlicher Ausdehnung werden die Geometrien als Bulktarget, Folientarget und Nadeltarget definiert (siehe Kapite 5.1.2).

Das Bulktarget, dessen Ausdehnung wesentlich größer als die zu erwartenden WWZ von Elektron und Target ist, liefert den höchsten Photonenfluss der vorgestellten Geometrien, da die Elektronen ihre gesamte Energie an das Target abgeben können und keinerlei Elektronen transmittiert werden. Der Schmelzpunkt des Targetmaterials ist dabei weniger wichtig, da die Wärme effizient abtransportiert werden kann.

Experimente zeigen, dass das Targetmaterial Pt aufgrund seiner Ordnungszahl und Dichte, sowie der Detektionseigenschaften des Röntgendetektors, die höchste Röntgenintensität aller untersuchten Materialien liefert. Dabei ist zu erwähnen, dass Photonen mit einer Energie unter 5 keV gar nicht und Photonen mit einer Energie unter 10 keV nur teilweise detektiert werden. Neben der Wahl des Targetmaterials lässt sich über den Neigungswinkel des Targets gegenüber dem Elektronenstrahl die Röntgenintensität des Bulktargets am stärksten beeinflussen. Aufgrund der Selbstabsorption bei flachen Neigungswinkeln und der hohen Rückstreuung der Elektronen bei hohen Neigungswinkeln ergibt sich in Kombination mit dem Energieschwellenwert des Detektors das Intensitätsmaximum bei einem Kippwinkel von ca. 25°. Hinsichtlich der erreichbaren räumlichen Auflösung bedeuten geringe Neigungswinkel, dass die Röntgenbrennfleckgröße in vertikaler Richtung durch die Eindringtiefe der Elektronen bestimmt wird und damit von Ordnungszahl, Atommasse und Dichte des Targets abhängt. Je höher der Neigungswinkel gewählt wird, desto größer wird der Einfluss der Elektronenstrahlverbreiterung aufgrund der Projektion auf die Targetoberfläche und die vertikale Brennfleckgröße nimmt enorm zu. Die horizontale Brennfleckgröße wird maßgeblich durch den Elektronenstrahldurch-

messer bestimmt und ist nahezu unabhängig vom Targetkippwinkel. Mittels Siemensstern wurde außerdem gezeigt, dass mit diesem Target eine räumliche 2D-Auflösung von ca. 125 nm bei einem Photonenfluss von ca. 750 counts pro Minute und Pixel erreicht werden kann.

Basierend auf diesen Erkenntnissen wird ein Pt-Bulktarget mit einem Neigungswinkel von ca. 25° als Standardtarget empfohlen. Es bietet die perfekte Kombination aus hohem Photonenfluss und SNR bei gleichzeitiger hoher räumlicher Auflösung. Zusätzlich liefert das Spektrum eine hohe Intensität der charakteristischen Röntgenstrahlung bei 9,4 keV und kann damit auch stärker absorbierende Materialien und große Volumina abbilden.

Zur Abbildung schwach absorbierender Materialien wie Polymeren wird ein Target mit einer charakteristischen Röntgenenergie knapp oberhalb des Energieschwellenwertes des Detektors empfohlen. Damit wird ein niederenergetisches Röntgenspektrum emittiert, welches nach der Wechselwirkung mit Polymeren zu einem höheren Kontrast führt. Da der Energieschwellenwert des Röntgendetektors bei 5 keV liegt, fällt für das XRM-II die Wahl auf Cr, da Cr eine charakteristische Röntgenenergie von 5,4 keV aufweist. Aufgrund der geringen Sensitivität des Detektors unterhalb von 8 keV ist aber die Röntgenintensität des Cr-Targets relativ gering. Gleichzeitig ist die Eindringtiefe der Elektronen vergleichsweise hoch und damit die räumliche Auflösung der Röntgenbildgebung gering.

Für das Cr-Bulktarget liegt die maximale Röntgenintensität bei einem Targetkippwinkel von 30° bei ca. 230 counts pro Minute und Pixel, wobei eine räumliche Auflösung von ca. 600 nm (in horizontaler Richtung ca. 200 nm) erreicht werden kann. Wird die Geometrie des Bulktarget in einer Dimension verringert, so kann mit einem Folientarget die räumliche Auflösung verbessert werden, allerdings ist gleichzeitig mit einem Intensitätsverlust zu rechnen.

Zur höchstauflösenden Abbildung in der REM-basierten CT muss die WWZ von Elektron und Target auf ein Minimum beschränkt werden. Dies wird durch eine Nadelgeometrie mit einem Spitzenradius von nur 100 nm erreicht, bei der die Spitze senkrecht zum Röntgendetektor ausgerichtet ist. Als Material eignet sich aufgrund des hohen Wärmeeintrags, bei gleichzeitig geringem Volumen, nur Wolfram mit seinem Schmelzpunkt von ca. 3400 °C. Je nach Positionierung des Elektronenstrahls auf dem Nadeltarget kann der Photonenfluss zwischen 100 und 400 counts pro Minute und Pixel reguliert werden und damit auch die erreichbare räumliche Auflösung bis zu einem Minimum von ca. 50 nm eingestellt werden.

Da der Targetmanipulator des XRM-II mit drei Targethaltern versehen ist, kann in Sekundenschnelle zwischen einzelnen Targets getauscht und das Strahlprofil angepasst werden.

6 Entwicklung eines korrelativen Workflows zur Optimierung der Bildqualität in der REM-basierten Nano-CT

Das XRM-II bietet als REM-basiertes System mit Verwendung der Elektronenbildgebung, EDX-Analyse und Nano-CT die Möglichkeit der korrelativen Mikroskopie und somit eine umfangreiche multimodale Materialcharakterisierung. Mit den vorhandenen Methoden kann die Probenoberfläche abgebildet werden, eine chemische Analyse durchgeführt werden und die Mikrostruktur dreidimensional visualisiert werden. Zusätzliche Detektoren für die Elektronenmikroskopie können das Spektrum weiter ausbauen.

Die multimodalen Signale des XRM-II können neben der Materialcharakterisierung auch als Informationsgrundlage zur gezielten Targetauswahl für die Nano-CT genutzt werden, um die Bildqualität zu verbessern.

Die Entwicklung des gesamten Workflows zur Untersuchung von Materialien in der REM-basierten CT, beginnend von der Probenauswahl und -präparation, über die Multimodalanalyse bis hin zur Nano-CT wird in den folgenden Kapiteln erläutert.

6.1 Probenmaterial

In der REM-basierten CT können vielfältige Materialien untersucht werden, allerdings sind folgende Anforderungen zu erfüllen:

- Vakuumtauglichkeit,
- elektrische Leitfähigkeit,
- hinreichende Röntgentransmission.

Die notwendige Vakuumtauglichkeit ist für die meisten technischen Materialien gegeben und schränkt daher die Methode kaum ein.

Die Anforderung der elektrischen Leitfähigkeit, wie sie für die REM-Untersuchung im Allgemeinen notwendig ist, besteht ebenfalls für die CT-Messung. Zwar trifft der Elektronenstrahl nicht direkt das Probenmaterial, aber am Target rückgestreute Elektronen sorgen ebenfalls zur Aufladung von nicht-leitfähigem Probenmaterial. Dadurch kommt es zum Drift des Elektronenstrahls infolge elektrostatischer Abstoßung. Gleichzeitig kann es im Falle von weichem Probenmaterial zu Formänderungen bzw. Bewegungen kommen.

Aufgrund der limitierten Anregungsenergie von 30 keV schränkt die Schwächung der Röntgenstrahlung in Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung des Probenmaterials die durchstrahlbare Länge ein. Daher sind besonders Leichtmetalle, Keramiken und Mineralien sowie Verbundmaterialien und mehrphasige Werkstoffe zur Untersuchung in der REM-basierten CT geeignet. Typische Probengrößen dieser Materialien liegen zwischen 50 μm und 250 μm .

Die Probengröße von Schwermetallen muss aufgrund der hohen Absorption auf eine durchstrahlbare Länge von ca. 10 μm reduziert werden, wodurch das Probenvolumen stark eingeschränkt wird. Die Schwierigkeit bei der Untersuchung besonders schwach absorbierender Materialien liegt im geringen Bildkontrast, der allerdings durch eine metallische Beschichtung deutlich erhöht werden kann, sodass erfolgreiche Messungen möglich sind.

6.2 Probenpräparation

Bei der Probenpräparation wird zwischen der Herstellung einer Probe aus Vollmaterial und kleineren Fragmenten unterschieden. Diese beiden Probenarten treffen auf nahezu alle Materialien zu, die im XRM-II untersucht werden können.

Liegt Vollmaterial in ausreichender Größe vor, kann je nach Material der Weg der mechanischen Präparation gewählt werden. Dazu wird ein Zylinder von ca. 2 mm gefräst oder mittels Drahterosion hergestellt. Anschließend besteht die Möglichkeit mit einer Mikrofräse, je nach Härte des Materials, eine zylinderförmige ROI bis zu einem Durchmesser von 100 μm mechanisch zu präparieren. Je nach Anforderung an das Probenmaterial kann damit bereits die Zielgröße erreicht sein.

Der Übergang zwischen ROI und Zylinderdurchmesser des Stäbchens sollte konisch zulaufen. Einerseits wird so die Streustrahlung in Richtung Detektor minimiert und andererseits ist dies für einen reibungslosen Ablauf der automatischen Refokussierung des Elektronenstrahls bei der Verwendung eines Nadeltargets notwendig. Während der Refokussierung wird zur Korrelation von Ist- und Sollzustand des Nadeltargets eine automatische Kontrastierung und Segmentierung durchgeführt. Damit dieser Prozess zuverlässig abläuft, muss ein homogener Kontrastunterschied zwischen Nadeltarget und Untergrund vorliegen. Dies ist besonders dann gegeben, wenn sich darunter eine Schräge über den gesamten Winkelbereich von 360° befindet, wie es bei einem Konus der Fall ist. Ändert sich während der Rotation der Kontrast deutlich, so ist ein Versagen des Refokussierprozesses möglich.

Falls die konische Form nicht realisierbar ist, kann es hilfreich sein, Kohlenstoffkleber aufzutragen oder Kohlenstoff auf die Probe zu sputtern, um einen homogenen Kontrastunterschied zum W-Nadeltarget zu erzeugen. Abbildung 6.1 (a) zeigt beispielhaft die ideale mechanisch hergestellte Probengeometrie einer Aluminiumlegierung aus Vollmaterial. Bei Verwendung eines Bulktargets ist die konische Form des Probenmaterials nicht notwendig.

Wird bei der Präparation des Probenmaterials ein Durchmesser von weniger als 100 μm angestrebt, folgt eine Bearbeitung im FIB. Dabei wird aufgrund der höheren Abtragsrate bevorzugt ein Plasma-FIB eingesetzt. Als alternative Präparationsroute ist der Vollständigkeit halber die Formgebung mittels Laserablation zu erwähnen. Weitere Informationen dazu finden sich beispielsweise unter Bailey et al. (2017) oder Krause et al. (2023).

Liegen Materialien kleinerer Dimension vor, so können daraus kleine, spitz zulaufende Fragmente durch Schleifen, Schneiden oder mittels Diamantdrahtsäge hergestellt werden. Diese können mit Hilfe von elektrisch leitfähigem Kohlenstoffkleber auf einen Probenhalter aufgebracht werden. Kohlenstoffkleber bietet mit seiner sehr geringen Absorption der Röntgenstrahlung den Vorteil, die Röntgenbildgebung unwesentlich zu beeinflussen. Ein Beispiel einer präparierten Probe ist in Abbildung 6.1 (b) zu sehen. Auch hier kann, wenn notwendig, eine FIB Präparation folgen.

Als Probenhalter werden zur Minimierung der Streustrahlung graphitbeschichtete Halter aus Messing mit einem Durchmesser von 1 - 2 mm verwendet, deren Höhe so angepasst ist, dass die ROI ca. 10 mm über der Probenstange liegt. Die gewählte Höhe ermöglicht sowohl ein einfacheres Handling der Probe, als auch eine einfache Positionierung des Targets, ohne dass die Gefahr besteht mit dem Probenstisch zu kollidieren. Gleichzeitig sorgt die Dicke von 1 - 2 mm zur Absorption von Röntgenstreustrahlung, die durch die im Target transmittierten Elektronen angeregt werden kann.

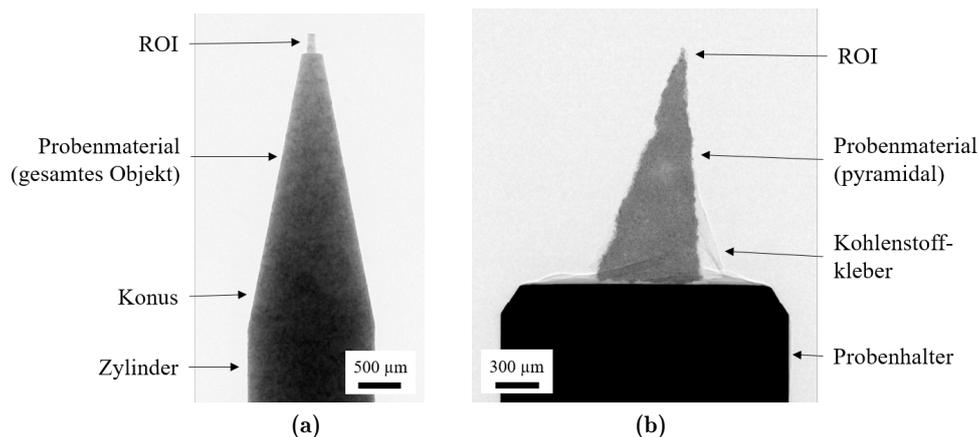


Abb. 6.1: Radioskopie von präparierten Proben für die REM-basierte CT: (a) Präparation aus dem Vollmaterial; (b) Präparation eines Fragmentes

Materialien mit geringer elektrischer Leitfähigkeit müssen zum Schluss der Präparation beschichtet werden. Diese kann händisch mit dem Auftrag von einigen 10 bis 100 µm Kohlenstoffkleber erfolgen oder mithilfe eines Sputter Coaters. Als Material zur Beschichtung kann entweder Kohlenstoff oder ein Metall, wie Gold, Chrom oder Wolfram gewählt werden.

Kohlenstoff bietet den Vorteil die Röntgentransmission kaum zu verringern und keinen Einfluss auf die Bildgebung zu nehmen. Durch die Beschichtung mit stark absorbierenden Metallen, kann wiederum die Röntgenschwächung erhöht werden, sodass bei der Untersuchung schwach absorbierender Proben der Bildkontrast gesteigert wird. Dies ist hilfreich bzw. notwendig für eine erfolgreiche Geometriekorrektur und einen stabilen Rekonstruktionsprozess.

6.3 Elektronenabbildung und chemische Analyse

Mit dem XRM-II kann die Probenoberfläche mit Hilfe von Sekundärelektronen mit einer Auflösung von wenigen Nanometern abgebildet werden. Dadurch können neben der Topologie auch Informationen über die Mikrostruktur des Probenmaterials gesammelt werden. Damit lässt sich die mittels CT abzubildende Strukturgröße und somit auch die notwendige Auflösung der CT abschätzen.

Falls nicht bereits aus der Probenpräparation bekannt, kann zusätzlich das Volumen und die durchstrahlbare Länge vermessen werden. Dies ist in Abbildung 6.2 (a) und 6.2 (b) für eine AlCu-Legierung, die im FIB präpariert wurde, gezeigt. Falls die Probenoberfläche der ROI mit dem Elektronenstrahl nicht eindeutig abzubilden ist, können auch einige wenige Radiographien bei unterschiedlichen Durchstrahlungswinkeln helfen, das Probenvolumen abzuschätzen.

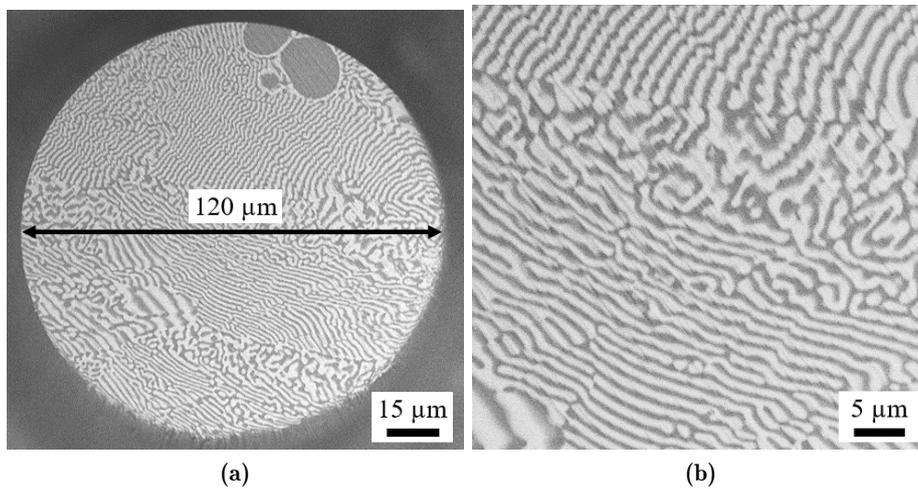


Abb. 6.2: REM-Aufnahme der Probenoberfläche einer AlCu-Legierung: Bestimmung der (a) zu durchstrahlenden Länge und (b) Strukturgröße der Mikrostruktur.

Zur Vorhersage der Röntgentransmission des Probenmaterials ist nach dem Lambert-Beerschen Gesetz unter anderem die chemische Zusammensetzung notwendig. Mit Hilfe des eingebauten EDX-Detektors kann eine chemische Analyse in Form einer Spot-Messung, eines Linien-Scans oder eines Mappings durchgeführt werden, um die chemische Zusammensetzung zu ermitteln. Beispielhaft ist in Abbildung 6.3 das Ergebnis des EDX-Mappings dargestellt und zeigt eine SE-Aufnahme der Probenoberfläche sowie die nachgewiesenen Elemente Al und Cu. Die Massenanteile w basieren auf dem Mapping der gesamten in Abbildung 6.2 (a) gezeigten Probenoberfläche und sind in Tabelle 9 aufgelistet.

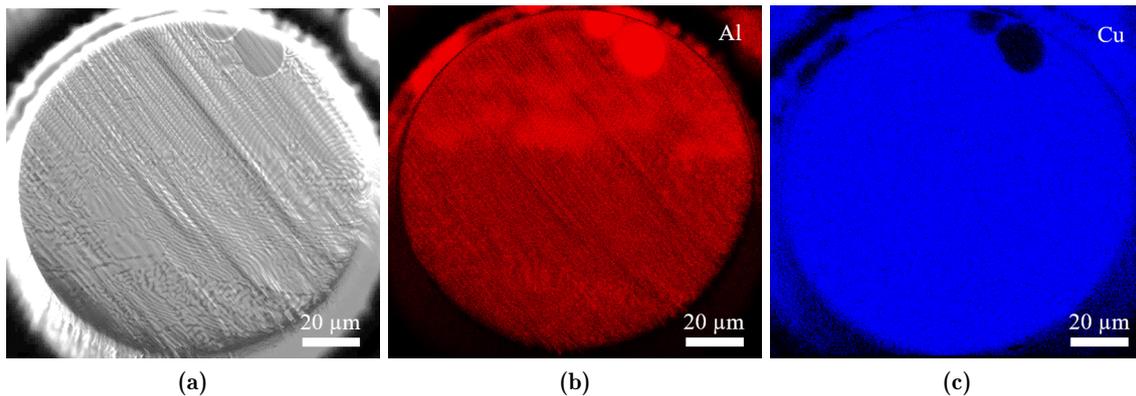


Abb. 6.3: Chemische Analyse des Probenmaterials mittels EDX-Mapping: (a) SE-Aufnahme, (b) Al rot eingefärbt und (c) Cu blau eingefärbt

Tabelle 9: Chemische Analyse der AlCu-Legierung

Element	Al	Cu
Gew.-%	66,7	33,3
Dichte [g/cm ³]	2,7	8,96

6.4 Targetauswahl

Wie in dem Flussdiagramm in Abbildung 6.4 schematisch gezeigt, werden die Informationen aus den REM-Aufnahmen und der EDX-Analyse zur gezielten Targetauswahl genutzt.

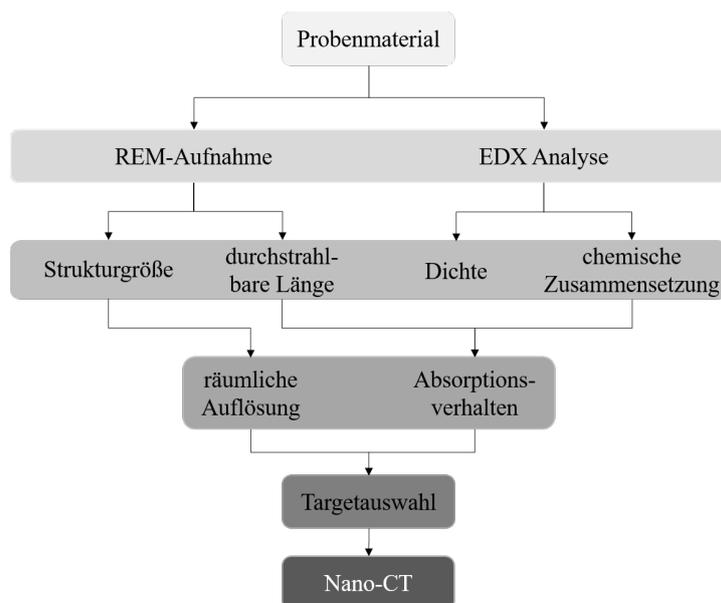


Abb. 6.4: Flussdiagramm zur Auswahl eines geeigneten Targets für die REM-basierte Nano-CT

Zunächst wird aus der REM-Aufnahme neben der durchstrahlbaren Probenlänge die Strukturgröße des Materials und die notwendige Auflösung für die CT abgeleitet. Abbildung 6.2 (a) zeigt, dass die maximale durchstrahlbare Länge ca. 120 μm beträgt.

Falls das Objekt nicht wie in diesem Fall einen nahezu idealen Zylinder darstellt, kann auch die mittlere durchstrahlbare Länge mit Hilfe der Probenoberfläche bestimmt werden. Um die mittlere durchstrahlbare Länge $\overline{L_d}$ des Objekts zu erhalten, kann der oberflächenäquivalente Kreisdurchmesser D_{eq} aus der Probenoberfläche A_O des Objekts bestimmt werden. Letztere wird anhand der SE-Aufnahme der Probenoberfläche bspw. mit der frei verfügbaren Software Fiji/ImageJ ausgewertet. Die mittlere durchstrahlbare Länge berechnet sich dann wie folgt:

$$A_K = \pi r^2 \Leftrightarrow A_O = \pi \left(\frac{D_{eq}}{2} \right)^2 \Leftrightarrow \overline{L_d} = D_{eq} = \sqrt{\frac{4A_O}{\pi}} \quad (27)$$

Falls die Probe eine Porosität aufweist, kann diese ebenfalls mittels Segmentierung bestimmt werden und mit der durchstrahlbaren Länge verrechnet werden.

In Abbildung 6.2 (b) ist außerdem ersichtlich, dass die Mikrostruktur eine Strukturgröße von ca. 1 μm aufweist. Hinsichtlich der Targetgeometrie kann somit auch ein Bulktarget verwendet werden, welches eine hinreichende räumliche Auflösung liefert und gleichzeitig einen wesentlich höheren Photonfluss.

Anhand der EDX-Analyse kann die chemische Zusammensetzung und die mittlere Dichte $\bar{\rho}$ bestimmt werden. Letztere kann mit Hilfe der Massenanteile w_i und Dichten ρ_i der chemischen Elemente aus Tabelle 9 wie folgt berechnet werden:

$$\bar{\rho} = \sum_{i=1}^n \rho_i w_i = 0,67 \cdot 2,7 \text{ g/cm}^3 + 0,33 \cdot 8,96 \text{ g/cm}^3 = 4,77 \text{ g/cm}^3 \quad (28)$$

Der letzte fehlende Parameter zur Bestimmung der Röntgentransmission ist der Schwächungskoeffizient, der mit Hilfe des Tools XCOM vom NIST (Berger et al., 1999) für ein beliebiges Element oder eine chemische Verbindung berechnet und exportiert werden kann. Abbildung 6.5 (a) zeigt den totalen Schwächungskoeffizienten der AlCu-Legierung basierend auf der mittels EDX bestimmten chemischen Zusammensetzung aus Tabelle 9. Außerdem zeigt die Abbildung die ungeschwächten Röntgenspektren von W und Pt. Aufgrund der Lage der Absorptionskante bei ca. 9 keV ist zu erwarten, dass Röntgenquanten mit einer Energie direkt oberhalb der Kante stark geschwächt werden.

In Kombination aus der mittleren durchstrahlbaren Länge, der mittleren Dichte und dem Schwächungskoeffizienten des Probenmaterials in Abbildung 6.5 (a) (grüne Kurve) wird mithilfe des Lambert-Beerschen Gesetzes (Gleichung 11) die energieabhängige Transmission berechnet, welche in Abbildung 6.5 (b) als grüne Kurve für die AlCu-Probe dargestellt ist. Multipliziert man die energieabhängige Transmission mit den gezeigten Röntgenspektren aus Abbildung 6.5 (a) (rote und blaue Kurve), so erhält man das detektierte Röntgenspektrum nach

Transmission durch die AlCu Probe, welche in Abbildung 6.5 (b) (rote und blaue Kurve) dargestellt ist.

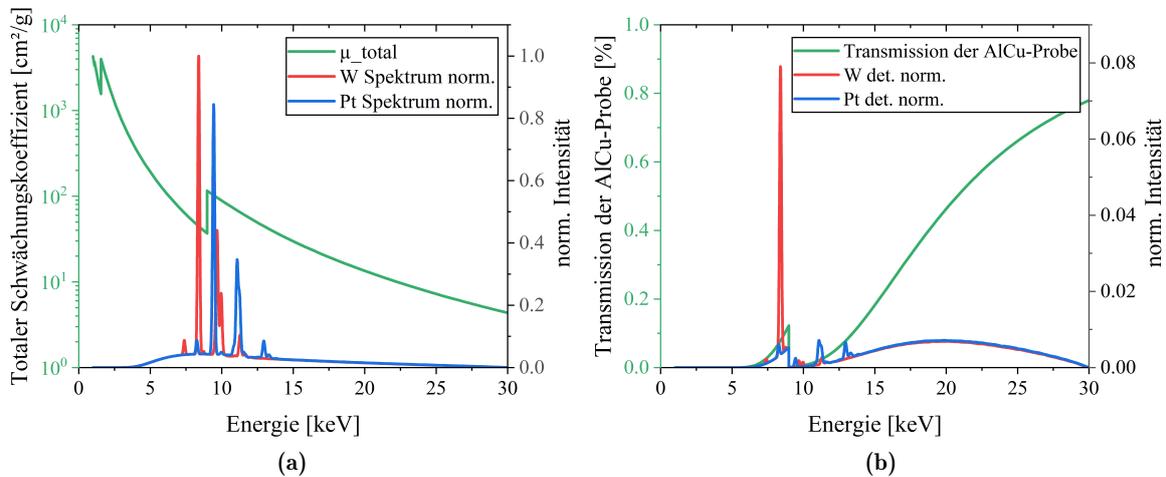


Abb. 6.5: (a) Gezeigt sind die ungeschwächten W- und Pt-Spektren, sowie der totale Schwächungskoeffizient der AlCu-Legierung. (b) Transmission der AlCu-Legierung mit einem Probendurchmesser von 120 μm und die daraus resultierenden geschwächten Spektren von W und Pt.

Hier wird deutlich sichtbar, dass in dem Energiebereich direkt oberhalb der Absorptionskante (ca. 9 keV) praktisch keine Röntgenquanten zur Bildgebung beitragen und daher das Pt-Spektrum enorm geschwächt wird. Im Vergleich dazu wird der W-Peak bei 8.4 keV deutlich weniger geschwächt. Trotzdem entspricht dies rechnerisch nach Transmission durch die AlCu Probe nur einer um 6 % höheren Intensität gegenüber Pt. Wie bereits in Kapitel 5.1.6 und 5.2.1 erläutert, ist bekannt, dass das Detektionsverhalten unterhalb 15 keV deutlich nachlässt. Auch in diesem Fall konnte das Verhalten experimentell nachgewiesen werden, da die Röntgenintensität nach Transmission durch die AlCu-Probe bei Verwendung eines W-Targets aufgrund der abnehmenden Sensitivität ca. 3 % geringer ist, als bei Verwendung eines Pt-Targets. Folglich wird zur Durchführung der Nano-CT ein Pt-Bulktarget vorgezogen.

Die Ergebnisse des beschriebenen Vorgehens leiden stark unter dem Detektionsverhalten des hier verwendeten Detektors. Dennoch wird das Vorgehen bei Verwendung anderer Detektoren zur Optimierung der Targetauswahl beitragen.

Es gilt zu beachten, dass die Informationen zur Berechnung der Röntgenschwächung auf den Eigenschaften der Probenoberfläche basieren. Dies betrifft die chemische Analyse und eine etwaige Bestimmung des Porenvolumens. Um mit den EDX-Messungen die größtmögliche Informationstiefe zu erhalten, wird zur chemischen Analyse die maximale Elektronenenergie von 30 keV empfohlen. Des Weiteren ist zu beachten, dass die Methode der energiedispersiven Röntgenspektroskopie auf Elemente mit einer Ordnungszahl größer fünf limitiert ist.

6.5 Nano-CT

Zur Durchführung der Nano-CT wird zunächst die ROI, in diesem Fall das Zentrum des AlCu-Zylinders, durch Verkipfung und Rotation in das Rotationszentrum der Nanolathe gebracht. Dadurch ist mit der Nanolathe eine Drehung um die ROI möglich. Danach wird die ROI auf der optischen Achse des CT-Modus (WD 13 mm) im Sichtfeld des Detektors positioniert. Um für die spätere Volumenrekonstruktion die richtige Messgeometrie zu erhalten, wird außerdem das Zentrum der ROI in der Messsoftware hinterlegt.

Basierend auf den gewonnenen Erkenntnissen zum Thema Detektionsverhalten und Drift aus Kapitel 5.1.6 und 5.1.8 sollte dem Messaufbau genug Zeit gegeben werden (ca. 16 h, idealerweise über Nacht), sodass der mechanische Drift der Probenstage möglichst gering ist. Vor Beginn der Messung sollte zusätzlich ein Warm-up von ca. 30 min durchgeführt werden, sodass der Elektronenstrahldrift minimiert wird und der Röntgendetektor ein möglichst homogenes Detektionsverhalten aufweist.

Da Messungen mit sehr langen Messzeiten von bis zu 24 Stunden durchgeführt werden, verändert sich das Detektionsverhalten des Sensormaterials mit der Zeit dennoch, weshalb zur Bildkorrektur die Aufnahme eines Hellbildes vor und nach dem Scan empfohlen wird. Damit kann ein zeitabhängiges interpoliertes Korrekturbild erstellt werden und mit den aufgenommenen Projektionen verrechnet werden.

Basierend auf den Ergebnissen aus Kapitel 5.1.6 wird standardmäßig eine Belichtungsdauer von 30 s und zwei Integrationen gewählt und ca. 1000 - 2000 Projektionen in einem Winkelbereich zwischen 180° und 360° aufgenommen. Hierbei ist zu erwähnen, dass eine hohe Anzahl an Projektionen nicht zwangsläufig zu einem besseren Messergebnis führt. Grund dafür ist die steigende Messzeit, die dazu führt, dass der Einfluss von mechanischem und elektrischen Drift sowie Positionierungsungenauigkeiten stärker zum Tragen kommt und sich negativ auf das spätere Rekonstruktionsergebnis auswirkt. Ebenso kann mit einer Rotation um nur 180° und dem damit einhergehenden geringeren Verfahrensweg das Messergebnis verbessert werden.

Zur Vollständigkeit des Workflows sind in Abbildung 6.6 beispielhaft die Ergebnisse der Untersuchung der AlCu-Legierung gezeigt. In Abbildung 6.6 (a) ist eine der 1200 Radiographien dargestellt, die als Input für die nachfolgende mathematische Volumenrekonstruktion genutzt wird. Ein Schnittbild des rekonstruierten Volumens stellt Abbildung 6.6 (b) dar und zeigt die Mikrostruktur der AlCu-Legierung. Eine 3D-Visualisierung der Al-Phase des gesamten Volumens ist in Abbildung 6.6 (c) dargestellt. Die Datensätze sind in Fell (2025c) publiziert und im Sinne der FAIR-Prinzipien zugänglich gemacht.

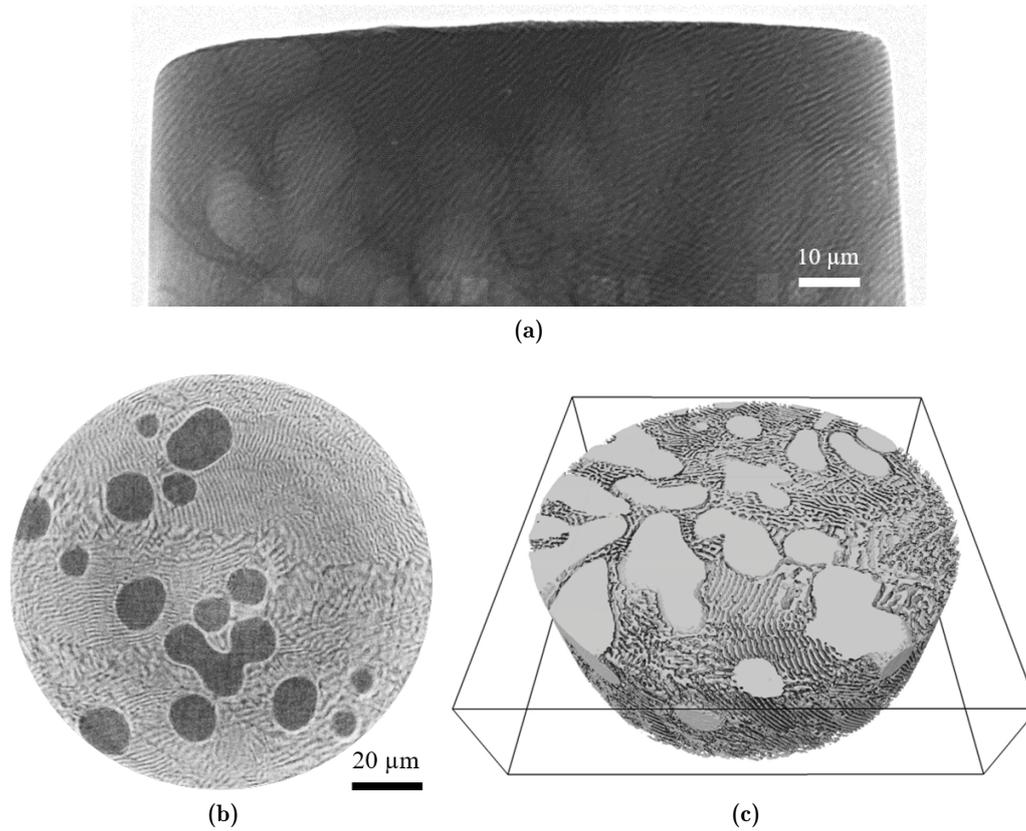


Abb. 6.6: Untersuchung der AlCu-Legierung mittels CT: (a) In der Radiographie sind bereits die Cu-armen Bereiche mit globularer Form sichtbar. (b) Die rekonstruierte X/Y-Schnittebene zeigt Al in dunkel und Cu in hell. (c) Visualisierung von Al im 3D-Modell.

7 Entwicklung eines Prüfkörpers zur Bestimmung der Bildqualität in der Nano-CT

In Kapitel 4.2 wurde der Stand der Technik hinsichtlich der Bestimmung der Bildqualität von Nano-CT Anlagen und der daraus resultierende Handlungsbedarf beschrieben. Essentiell ist die Entwicklung eines Prüfkörpers, welcher den Anforderungen und dem räumlichen Auflösungsbereich der Nano-CT gerecht wird. Die erarbeitete Herstellungs- und Präparationsroute wird in Kapitel 7.1 beschrieben. Anschließend wird mit dem entwickelten Prüfkörper ein Ringversuch mit laborbasierten Nano-CTs und Synchrotroneinrichtungen durchgeführt, deren Ergebnisse in Kapitel 7.3 gezeigt werden.

7.1 Entwicklung des Prüfkörpers

Die Anforderungen an einen Prüfkörper für die Nano-CT fordern eine dreidimensionale Struktur im zu erwartenden Auflösungsbereich der Anlagen, deren Maße für die spätere Auswertung bekannt sein müssen. Gegenüber der Matrix sollen diese Strukturen einen möglichst großen Unterschied in der Röntgenabsorption aufweisen und somit auch im Absorptionskontrast einen starken Kontrast liefern.

Mögliche Strukturen sind Linienpaare mit einer definierten Breite und ausreichender Tiefe oder Kugeln mit definiertem Radius. Die Strukturgröße der Linienpaare oder Kugeln muss im Bereich von 200 - 1000 nm liegen, um den Auflösungsbereich der Nano-CT abzudecken. Als mögliche Herstellungsrouten von Linienpaaren ist eine Präparation mittels FIB denkbar, allerdings können hier aufgrund des Ionenstrahlprofils keine parallelen Flanken hergestellt werden, sodass diese Methode entfällt. Weitere Möglichkeiten stellt die Fotolithographie oder Elektronenstrahlolithographie dar, die aber beide vergleichsweise kostenintensiv sind und daher nicht in Frage kommen. Kostengünstiger und einfacher ist die Beschaffung und Bearbeitung von geeigneten Kugeln.

An die Entwicklung des Prüfkörpers für Nano-CT Anlagen ergeben sich damit folgende Anforderungen:

1. Probengeometrie: Ein Zylinder von ca. 10-50 μm Durchmesser und einer ähnlichen Höhe, welcher um 360° durchstrahlbar ist und auf einen Probenhalter platziert werden kann.
2. Objektstruktur: Der Zylinder soll lose mit stark absorbierenden Kugeln gefüllt sein, welche eine ideal sphärische Geometrie mit einem Radius zwischen 200 nm und 1000 nm aufweisen. Die Kugeln sollen mindestens in bimodaler Verteilung vorliegen, um keine Fernordnung zu erzeugen, die die Auswertung beeinflussen könnte.
3. Stabilität: Der Prüfkörper soll eine gewisse mechanische Stabilität aufweisen, um einen Transport unbeschadet zu überstehen. Die aus der losen Packungsdichte resultierenden Hohlräume sollen, falls notwendig, mit einer schwach absorbierenden Matrix gefüllt sein.

Auf der Mikroskala ist die Fertigung eines solchen Prüfkörpers unter diesen Bedingungen trivial und kann mit Metallkugeln eingefüllt in eine Polymerhülse einfach realisiert werden. Auf der Nanoskala liegt die erste Schwierigkeit in der Wahl der Kugeln. Ideal sphärische Metallkugeln werden zurzeit nur bis Größen von ca. 2 μm Durchmesser kommerziell vertrieben und sind daher ungeeignet. Alle kleineren metallischen Partikel weisen eine formlose Geometrie auf oder werden als nahe sphärisch beschrieben.

Im Bereich kleiner 2 μm bleiben ideal sphärische Kugeln aus Polymeren oder basierend auf Silizium. Polymerkugeln werden üblicherweise aus Polystyren gefertigt und können Durchmesser deutlich kleiner 100 nm erreichen. Diese sind aber ungeeignet, da sie Röntgenstrahlung kaum schwächen und nur sehr wenig Signal im Absorptionskontrast liefern.

Somit bleiben für die Herstellung des Prüfkörpers nur Kugeln aus SiO_2 , welche bis zu einem Durchmesser von ca. 10 nm erhältlich sind. Auf dieser Basis wird die Herstellungs- und Präparationsroute des Prüfkörpers entwickelt.

Die Rohlinge für den Prüfkörper wurden in Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer-Institut für keramische Technologien und Systeme (IKTS) in Dresden von Frau Stefanie Hildebrandt hergestellt. Als Ausgangsmaterial für den Herstellungsprozess des Prüfkörpers wird eine Suspension mit SiO_2 -Kugeln mit einem Durchmesser von 500 nm und 1000 nm (Firma EPRUI Biotech, China) gewählt. Jeweils 20 g der Lösungen wird mit Polyvinylalkohol als Bindemittel, sowie destilliertem Wasser vermischt und unter ständigem Rühren aufbewahrt, um Sedimentation zu vermeiden. Mittels Druckfiltration und der Verwendung einer Polycarbonat-Membran mit einer Porengröße von 0,4 μm werden die Kugeln in Form einer Tablette von ca. 10 mm Durchmesser und 1-2 mm Höhe gebracht. Nach ca. 3-5 min werden die Proben entformt und anschließend einige Tage an Luft getrocknet. Anschließend wird das Bindemittel bei 800°C entfernt und erste Sinterprozesse in Gang gebracht, sodass sich eine hinreichende Stabilität des Probenmaterials ausbildet.

Die Präparationsroute des Prüfkörpers teilt sich in mehrere Prozessschritte auf, die in Abbildung 7.1 dargestellt sind und an deren Beginn der Rohling in Tablettenform steht:

1. Zerkleinern: Der Rohling wird in feine Bruchstücke zerkleinert.
2. Positionieren und Kleben: Ein Bruchstück wird mit leitfähigem Kohlenstoffkleber auf einem zylindrischen Probenhalter mit Kegelspitze fixiert. Die Größe der Bruchstücke sollte möglichst klein gewählt werden (ca. 100 μm Ausdehnung), um die anschließende Präparationszeit im FIB zu verringern.
3. Beschichten: Mittels Sputter Coater werden die SiO_2 -Kugeln mit ca. 10 - 30 nm Kohlenstoff beschichtet. Der Kohlenstoff sorgt für elektrische Leitfähigkeit, welche für die anschließende FIB-Präparation notwendig ist. Gleichzeitig ist Kohlenstoff aufgrund der geringen Absorption nahezu transparent in der Röntgenbildgebung und hat somit kaum Auswirkungen auf das Rekonstruktionsergebnis.

4. FIB-Präparation: Mit beschleunigten Ionen wird aus dem Bruchstück ein Zylinder mit einem Durchmesser zwischen 10 und 30 μm und einer Höhe von 30 - 60 μm heraus präpariert. Zusätzlich wird sichergestellt, dass die ROI über einen Raumwinkel von 360° durchstrahlt werden kann.
5. Nachbearbeitung: Gegebenenfalls wird die fertige Probe mit einem Marker versehen. Zur Untersuchung im XRM-II muss die präparierte ROI nochmals mit Kohlenstoff beschichtet werden, um eine elektrisch leitfähige Schicht zu erzeugen.

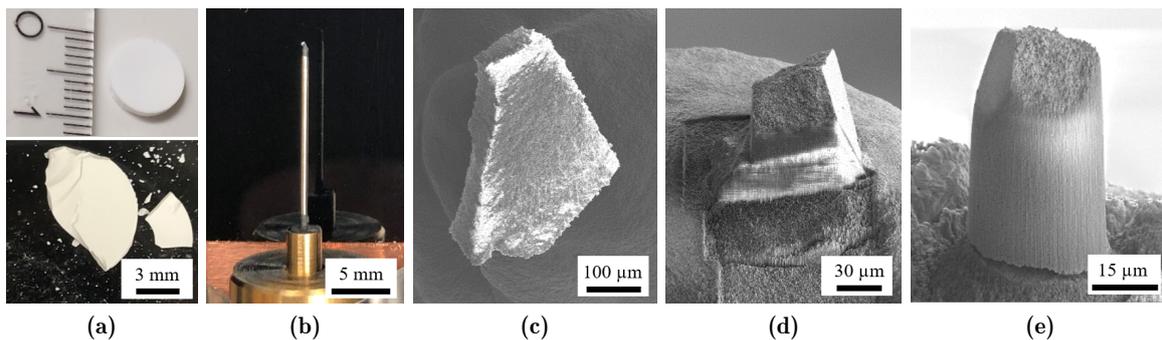


Abb. 7.1: Präparationsroute des Prüfkörpers: (a) Endprodukt der Druckfiltration in Form einer Tablette von ca. 10 mm zerteilt in kleine Bruchstücke. (b) Aufkleben eines Fragmentes auf einen Probenhalter. (c) Beschichtung des Fragmentes mit Kohlenstoff. (d) FIB-Präparation. (e) Zugesechnittene ROI.

Das Mischungsverhältnis der Kugeln, sowie deren Größenverteilung ist in Abbildung 7.2 dargestellt. In der REM-Aufnahme ist die nahezu ideal-sphärische Geometrie der Kugeln deutlich zu erkennen. Die Maßhaltigkeit der 1 μm Kugeln ist sehr hoch, allerdings weisen die kleineren Kugeln einen Durchmesser von 350 nm, 400 nm oder 500 nm auf. Vereinzelt kann es vorkommen, dass zwei Kugeln, wie es links unten zu sehen ist, während des Herstellungsprozesses zu einem Objekt gesintert werden.

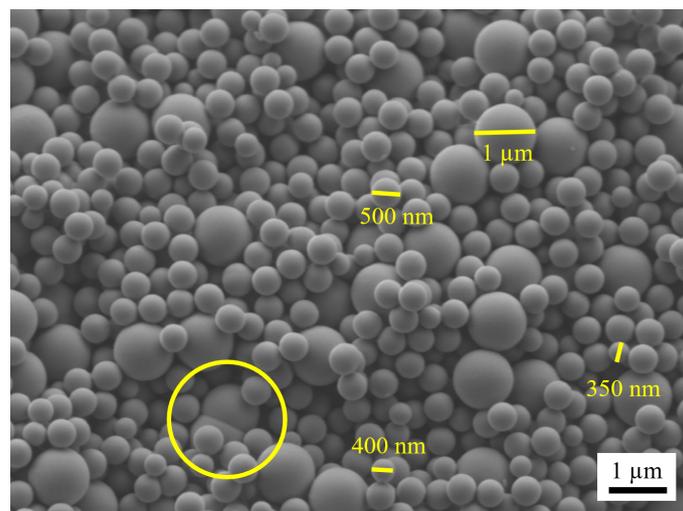


Abb. 7.2: REM-Aufnahme der sphärischen SiO_2 -Kugeln mit Durchmessern von 350 nm, 400 nm, 500 nm und 1000 nm.

Mithilfe der beschriebenen Methode können Prüfkörper in nahezu beliebiger Anzahl hergestellt werden und gleichzeitig an die Probenhalter der am Ringversuch teilnehmenden unterschiedlichen Anlagen angepasst werden.

7.2 Der Prüfkörper im Ringversuch: Anlagen und Beamlines

Am Ringversuch sind sowohl laborbasierte Anlagen als auch Synchrotroneinrichtungen beteiligt. Zu den laborbasierten Anlagen zählen das Zeiss Xradia 810 Ultra (Zeiss, 2024) und das XRM-II nano-CT. Bei der Anlage der Firma Zeiss handelt es sich um ein linsenbasiertes System und bei dem XRM-II um ein System, das mit Direktvergrößerung arbeitet.

Zu den teilnehmenden Synchrotroneinrichtungen gehört das Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI) mit der Beamline BL20XU (Takeuchi et al., 2015, 2023) und BL47XU SPring-8 (Uesugi et al., 2017, 2023) in Hyōgo (Japan), das Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY) mit der Beamline P05 PETRA III in Hamburg (Flenner et al., 2020) und die European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) mit der Beamline ID16B in Grenoble (Frankreich) (Martínez-Criado et al., 2016; Segura-Ruiz et al., 2019). Eine Übersicht der teilnehmenden Anlagen ist in Tabelle 10 aufgelistet.

Tabelle 10: Teilnehmende Anlagen des Ringversuchs (Abkürzungen: Lehrstuhl für Mikro- und Nanostrukturforschung (M&N), Friedrich-Alexander-Universität (FAU), Lehrstuhl für Röntgenmikroskopie (LRM), Julius-Maximilians-Universität (JMU), Lehrstuhl für Leichtbausysteme (LLB), Universität des Saarlandes (UdS))

Anlage/Beamline	Anlagentyp	Einrichtung & Standort
Zeiss Xradia 810 Ultra	linsenbasiert	M&N, FAU, Erlangen
XRM-II nano-CT	quellenbasiert	LRM, JMU, Würzburg
XRM-II nano-CT	quellenbasiert	LLB, UdS, Saarbrücken
SPring-8 BL20XU	Synchrotron	JASRI, Hyōgo, Japan
SPring-8 BL47XU	Synchrotron	JASRI, Hyōgo, Japan
ID16B	Synchrotron	ESRF, Grenoble, Frankreich
P05 PETRA III	Synchrotron	DESY, Hamburg

Ziel der Messungen ist eine CT des Prüfkörpers mit möglichst bester Bildqualität zu erhalten, bei der die Wahl der Messparameter auf der Expertise der Operatorinnen und Operatoren basiert.

7.3 Ergebnisse des Ringversuchs

Die Handhabung der Prüfkörper, ihr Transport sowie der Versand nach Japan zur Synchrotroneinrichtung SPring-8 erfolgten ohne Verluste und zeigen, dass die geklebten Kugelfragmente eine ausreichende Stabilität aufweisen.

Das verwendete Equipment der Anlagen und Beamlines sowie die Messparameter sind in Tabelle 11 aufgelistet. Die Messungen an den Anlagen wurden von folgenden Personen durchgeführt: Silvan Englisch am Zeiss Xradia; Fabian Lutter am XRM-II nano-CT am Lehrstuhl für Röntgenmikroskopie; Jonas Fell am XRM-II nano-CT am Lehrstuhl für Leichtbausysteme; Kentaro Uesugi am SPring-8; Jonas Fell, Nazila Saeidnezhad, Simon Zabler, Simon Wittl, Julie Villanova und Pierre Lhuissier an der ID16B; Silja Flenner und Imke Greving an der P05 PETRA III. Die Messdaten stehen unter dem Link im Verweis¹ zum Download zur Verfügung.

Vergleichend sind in Abbildung 7.3 Aufnahmen des Prüfkörpers aus den verschiedenen Anlagen gezeigt, in denen deutliche Unterschiede der Bildqualität sichtbar sind. Darüber hinaus sind die Ergebnisse der laborbasierten Röntgenanlage durchaus gleichwertig und teilweise von höherer Qualität als am Synchrotron. Da aber die Photonintensität im Labor um ein Vielfaches geringer ist als am Synchrotron, unterscheiden sich die Messzeiten enorm. Die Messzeit der laborbasierten Anlagen liegt bei 1 - 2 Tagen, wohingegen die Messzeit am Synchrotron bei 5 - 30 Minuten liegt. Des Weiteren lässt sich sagen, dass der Phasenkontrast dem Absorptionskontrast überlegen ist, was sich anhand der Messungen an der Beamline SPring-8 BL47XU direkt vergleichen lässt. Ebenso wurden am Zeiss sowohl Messungen im Absorptions- als auch Phasenkontrast durchgeführt, allerdings zeigt auch hier der Phasenkontrast deutlich bessere Ergebnisse. Eine Aufnahme des Zeiss im Absorptionskontrast ist hier aufgrund der geringen Bildqualität nicht gezeigt. Der Phasenkontrast liefert sowohl eine höhere Detailerkennbarkeit, als auch einen höheren Bildkontrast.

Beim Vergleich der beiden laborbasierten Anlagen ist der Phasenkontrast des Zeiss dem XRM überlegen und liefert rauschärmere Aufnahmen mit einer deutlich höheren Detailerkennbarkeit. Die Ergebnisse am DESY zeigen eine eher geringe Detailerkennbarkeit. Die am SPring-8 und ESRF aufgenommenen Daten zeigen jeweils einen hohen Bildkontrast und eine hohe Detailerkennbarkeit, allerdings sind die SPring-8-Ergebnisse verrauschter und die ESRF-Ergebnisse leiden teilweise unter starken Ringartefakten.

Eine quantitative Auswertung der Messergebnisse ist in Bearbeitung, aber nicht Teil dieser Arbeit. Die Ergebnisse werden ebenfalls unter dem Link im Verweis¹ zur Verfügung gestellt.

¹<https://mygit.th-deg.de/robect-public/sphereevaluation>

Tabelle 11: Equipment und Messparameter der Anlagen und Beamlines

Bezeichnung Scan	Anlage/Beamline	Methode	Strahlparameter	Detektorparameter
Zeiss	Zeiss Xradia 810 Ultra	Zernike- Phasenkontrast	5.4 keV Cr K_{alpha} , Phasenring	Szintillator 1024 x 1024, t_{exp} : 200 s, Projektionen: 901, Voxelgröße: 16,06 nm
XRM LRM W-NT	XRM-II nano-CT LRM	Transmissions- röntgenmikroskopie	Wolfram-Nadeltarget, 30 keV W-Spektrum	Pixirad Si 60 μ m, t_{exp} : 60 s, Projektionen: 900, Voxelgröße: 52 nm
XRM LLB Pt-BT	XRM-II nano-CT LLB	Transmissions- röntgenmikroskopie	Platin-Bulktarget, 30 keV Pt-Spektrum, 330 nA	ADVACAM WidePIX MPX3 CdTe 55 μ m, t_{exp} : 90 s, Projektionen: 2161, Voxelgröße: 30 nm
XRM LLB W-NT	XRM-II nano-CT LLB	Transmissions- röntgenmikroskopie	Wolfram-Nadeltarget, 30 keV W-Spektrum, 330 nA	ADVACAM WidePIX MPX3 CdTe 55 μ m, t_{exp} : 90 s, Projektionen: 2161, Voxelgröße: 20 nm
SPring-8 micro	SPring-8 BL20XU	Zernike- Phasenkontrast	30 keV, Phasenring	Hamamatsu Orca-Flash 4.0 CMOS camera 6,5 μ m, t_{exp} : 500 ms, Projektionen: 1800, Voxelgröße: 38 nm
SPring-8 nano abs	SPring-8 BL47XU	Absorptionskontrast	8 keV	Hamamatsu Orca-Flash 4.0 CMOS camera 6,5 μ m, BM2 (f = 20 mm, LuAG 200 μ m), t_{exp} : 200 ms, Projektionen: 5000, Voxelgröße: 52 nm
SPring-8 nano phase	SPring-8 BL47XU	Zernike- Phasenkontrast	8 keV, Phasenring	Hamamatsu Orca-Flash 4.0 CMOS camera 6,5 μ m, BM3 (obj. lens x10, LuAG 100 μ m), t_{exp} : 1000 ms, Projektionen: 1800, Voxelgröße: 18,45 nm
ESRF 25 nm	ESRF ID16B	Holotomographie	17,5 keV	pco.edge 4.2 sCMOS 6,5 μ m, Olympus obj. lens x10, LSO:Tb 30 μ m t_{exp} : 10 ms, Projektionen: 2298, Voxelgröße: 25 nm
ESRF 15 nm	ESRF ID16B	Holotomographie	29,6 keV	pco.edge 4.2 sCMOS 6,5 μ m, Olympus obj. lens x10, LSO:Tb 30 μ m t_{exp} : 10 ms, Projektionen: 2298, Voxelgröße: 15 nm
DESY	DESY PETRA III P05	Holotomographie	11 keV, Phasenring	Hamamatsu C12849-101U 6.5 μ m, t_{exp} : 500 ms, Projektionen: 718, Voxelgröße: 56,2 nm

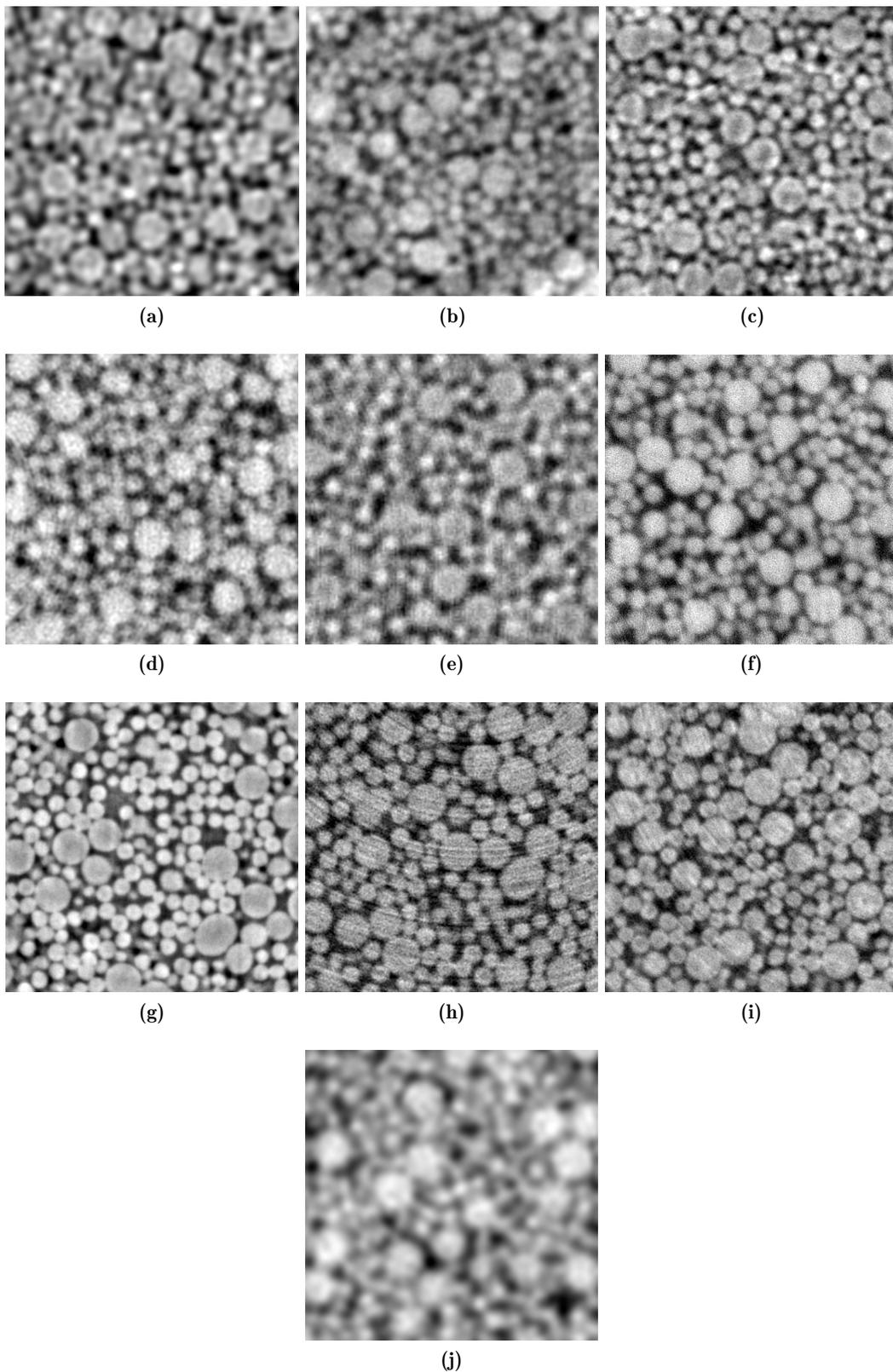


Abb. 7.3: Rekonstruierte Schnittbilder des Prüfkörpers: (a) XRM LRM W-NT, (b) XRM LLB Pt-BT, (c) XRM LLB W-NT, (d) SPring-8 micro, (e) SPring-8 nano abs, (f) SPring-8 nano phase, (g) Zeiss, (h) ESRF 25 nm, (i) ESRF 15 nm, (j) DESY. Die Kantenlänge aller Aufnahmen beträgt $8\ \mu\text{m}$ und die Scanparameter entsprechen denen in Tabelle 11.

Betrachtet man die am XRM gewonnenen Aufnahmen im Detail, so wird die Leistungssteigerung des Systems, welche durch die in dieser Arbeit durchgeführten Entwicklungen und Optimierungen (siehe Kapitel 5.3) erzielt wurden, anhand der steigenden Bildqualität deutlich sichtbar.

Den Ausgangspunkt stellen die Messungen am Lehrstuhl für Röntgenmikroskopie in Abbildung 7.3 (a) dar, welche mit einem Nadeltarget aus Wolfram aufgenommen wurden. (Im Folgenden *alter Scan* genannt.) Die Kugeln sind zwar sichtbar, aber die Detailerkennbarkeit ist relativ niedrig und es gibt gewisse Abweichungen in der Sphärizität. Die Messungen, die nach den in dieser Arbeit durchgeführten Optimierungen aufgenommen wurden, sind in Abbildung 7.3 (b) und 7.3 (c) visualisiert und mit einem Platin Bulktarget bzw. einem Wolfram Nadeltarget aufgenommen.

Obwohl die Verwendung eines Bulktargets aufgrund des größeren Röntgenbrennflecks eine niedrigere räumliche Auflösung erwarten lässt, übertrifft die Aufnahme die räumliche Auflösung des *alten Scans* aus Abbildung 7.3 (a). Die Daten gewinnen durch den höheren Photonenfluss während der Messung deutlich an Qualität, sodass sich besonders die kleinen Kugeln in Abbildung 7.3 (b) bedeutend einfacher erkennen lassen. Darüber hinaus nehmen die Geometriefehler ersichtlich ab, allerdings ergeben sich durch Ringartefakte radiale Schwankungen in den Grauwerten (unterer Bildrand), welche auf Probleme in der Rekonstruktionssoftware zurückzuführen sind. Zusammenfassend lassen sich folglich mit einem Bulktarget qualitativ bessere Aufnahmen erzielen, wie noch zuvor mit einem Nadeltarget.

Nach den Optimierungen wurde gleichermaßen eine Messung mit einem Wolfram Nadeltarget durchgeführt, deren Ergebnis in Abbildung 7.3 (c) dargestellt ist. Die Aufnahme zeigt im Vergleich zum *alten Scan*, dass die durchgeführten Optimierungen die erreichbare räumliche Auflösung des Nadeltargets ebenso deutlich verbessert haben. Auch gegenüber dem Scan mit Bulktarget fällt die räumliche Auflösung aufgrund des kleineren Röntgenbrennflecks besser aus.

Basierend auf den dargestellten Aufnahmen zeigt sich, dass der entwickelte Prüfkörper sehr gut zur Bestimmung der Bildqualität in der Nano-CT geeignet ist. Die SiO_2 -Kugeln können auf jeden beliebigen Halter aufgebracht werden und das kurzzeitige Sintern ist ausreichend, um genug Stabilität für eine sichere Handhabung und einen sicheren Transport zu erzeugen, ohne deren Geometrie zu beeinflussen. Die nahezu ideal-sphärischen Kugeln liefern ausreichend Kontrast und auch die Kugelgrößen zwischen 350 nm und 1000 nm liegen gerade im Bereich der Auflösungsgrenze. Da die Kugeln nur von Luft umgeben sind, gibt es keinen negativen Einfluss durch eine Matrix.

Die Messergebnisse des Ringversuches machen deutlich, dass die laborbasierten Röntgenanlagen gleichwertige Aufnahmen zum Synchrotron liefern können. Dies wurde erstmals auch für die REM-basierte CT bewiesen und dokumentiert. Allerdings unterliegen die laborbasier-

ten Anlagen hinsichtlich des Photonенflusses dem Synchrotron bei Weitem, sodass Messzeiten von 24 - 48 h, gegenüber weniger Sekunden bis Minuten am Synchrotron, notwendig sind.

Die am Lehrstuhl für Leichtbausysteme durchgeführten Messungen am XRM zeigen, dass die Entwicklungen und Optimierungen im Rahmen dieser Arbeit die Bildqualität des Systems deutlich verbessert haben.

8 Korrelative Mikroskopie mittels REM-basierter Nano-CT

Die REM-basierte CT erweitert die Möglichkeit der korrelativen Charakterisierung im REM durch die zweidimensionale und dreidimensionale Bildgebung mittels Röntgenstrahlung.

Die CT gehört zu den wenigen Verfahren, die eine zerstörungsfreie 3D-Abbildung ermöglichen, was ihr einen erheblichen Vorteil gegenüber anderen Methoden verschafft. Nur dadurch ist es möglich 4D-Experimente durchzuführen, bei denen zeitliche Veränderungen, wie der Einfluss von Temperatur oder mechanischer Kräfte auf das Probenmaterial untersucht werden können.

In den folgenden Kapiteln werden Anwendungsbeispiele des XRM-II vorgestellt, bei denen die multimodalen Signale zur korrelativen Materialcharakterisierung genutzt werden.

8.1 Korrelative Tomographie einer Aluminium-Silizium-Gusslegierung

Aluminium-Silizium-Gusslegierungen sind in der Automobilindustrie und im Maschinenbau als Gussmaterial weit verbreitet. Die Mikrostruktur der hier untersuchten AlSi12Cu4Ni2Mg-Legierung besteht hauptsächlich aus einer Aluminium-Phase, einer Silizium-Phase und unterschiedlichen intermetallischen Phasen. Letztere, die vorwiegend Kupfer, Nickel, Magnesium und Eisen enthalten, tragen wesentlich zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften der Legierung bei. Da die Materialeigenschaften stark von der Größe, Form und Konnektivität der ausgebildeten Phasen abhängen, ist die dreidimensionale Abbildung mittels hochauflösender bildgebender Verfahren von großem Interesse, um ein tieferes Verständnis der Mikrostruktur und ihrer Auswirkung auf die Leistung der Legierung zu gewinnen.

Besonders herausfordernd ist in der REM-basierten CT die Unterscheidung zwischen der Aluminium-Phase und Silizium-Phase aufgrund des sehr ähnlichen Absorptionsverhaltens, welches durch die Ordnungszahl und Dichte des Materials bestimmt wird. Aluminium besitzt die Ordnungszahl 13 bei einer Dichte von $2,7 \text{ g/cm}^3$ und Silizium die Ordnungszahl 12 bei einer Dichte von $2,3 \text{ g/cm}^3$.

Für die Untersuchung im XRM-II wird ein zylindrisches Probenstück mit einem Durchmesser von 2 mm aus Vollmaterial erodiert. Anschließend wird mechanisch eine konische Verjüngung bis auf einen Durchmesser von $150 \mu\text{m}$ präpariert, an deren Ende ein Zylinder mit einer Höhe von etwa $200 \mu\text{m}$ verbleibt. Um den Durchmesser des Zylinders von $150 \mu\text{m}$ auf etwa $60 \mu\text{m}$ weiter zu reduzieren, wird das Material in einem FIB ringförmig abgetragen.

Für die Messung im XRM wird ein Bulktarget verwendet, sodass ein möglichst hohes Signal erzeugt wird und Bildinformationen nicht aufgrund des geringen SNR im Rauschen

untergehen. Die Vergrößerung wird so gewählt, dass die resultierende Voxelgröße 100 nm beträgt. Für die Durchführung der CT werden 2161 Projektionen mit einer Belichtungszeit von 60 s aufgenommen und daraus anschließend ein dreidimensionales Modell rekonstruiert.

Mit Fokus auf die Aluminium- und Silizium-Phase ist in Abbildung 8.1 (a) eine ausgewählte rekonstruierte Schnittebene als Ergebnis der CT im XRM-II gezeigt. Trotz der geringen Unterschiede im Absorptionsverhalten ist die visuelle Identifizierung des in dunkelgrau dargestellten Siliziums möglich und vom Aluminium in grau zu unterscheiden. Eine automatische Segmentierung mittels Schwellenwert ist jedoch ausgeschlossen, weshalb Abbildung 8.1 (b) die händische Segmentierung des Siliziums zeigt. Es ist sichtbar, dass die Bildmerkmale des Siliziums gerade noch über dem Rauschpegel liegen, sodass Artefakte die Identifizierung teilweise erschweren. Hier sind vor allem Ringartefakte und Artefakte aufgrund der Interpolation zwischen den Detektorkacheln zu erwähnen, welche in einzelnen Schnittebenen die Identifizierung des Siliziums als unmöglich gestalten.

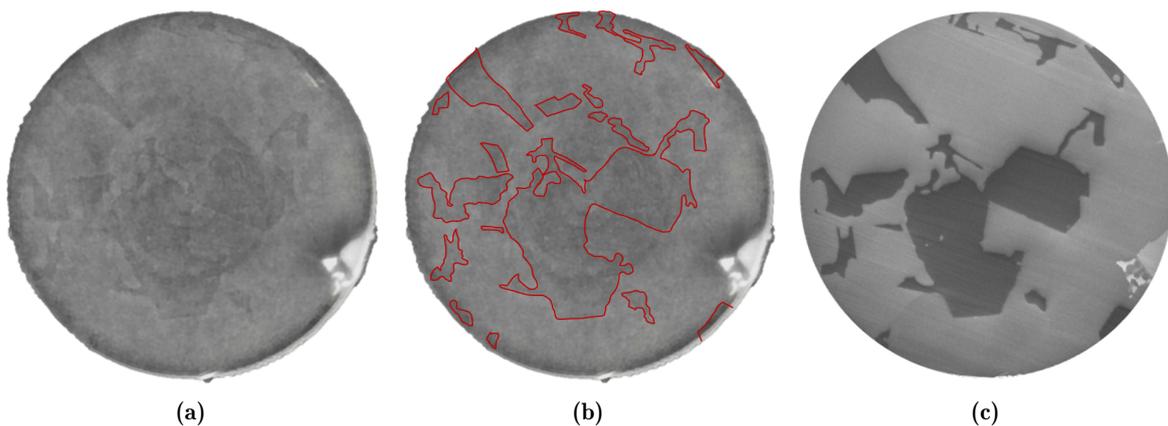


Abb. 8.1: (a) Ergebnis der Untersuchung im XRM-II zeigt in hellgrau die intermetallischen Phasen, in grau die Aluminium-Phase und in dunkelgrau die Silizium-Phase. (b) Rot umrandete händisch segmentierte Silizium-Phase. (c) SE-Aufnahme der identischen Schnittebene als Ergebnis einer FIB/REM-Tomographie bestätigt die Ergebnisse aus dem XRM-II.

Zur Validierung der im XRM-II gewonnenen Ergebnisse wird nach der zerstörungsfreien Untersuchung eine zerstörende FIB/REM-Tomographie durchgeführt. Hierfür wird ein Schnittabstand von 100 nm gewählt, sodass das resultierende Volumen die gleiche Dimension und Voxelgröße aufweist, wie das im XRM-II generierte Volumen. Nach jedem Schnitt wird eine Abbildung mit Hilfe des Sekundärelektronendetektors aufgenommen.

Die Schnittebene der FIB/REM-Tomographie, welche der in Abbildung 8.1 (a) gezeigten Ebene entspricht, ist in Abbildung 8.1 (c) dargestellt. Mit den Ergebnissen lassen sich die im XRM-II identifizierten Bereiche des Siliziums bestätigen und zeigen, dass eine Unterscheidung von Aluminium und Silizium in der REM-basierten CT möglich ist. Um jedoch eine automa-

tische Segmentierung zu realisieren, müssen künftig Methoden zur Rauschminimierung und Reduktion der Bildartefakte implementiert werden.

Die dreidimensionale Visualisierung des rekonstruierten Volumens der CT-Untersuchung ist in Abbildung 8.2 dargestellt. Abbildung 8.2 (a) zeigt das gesamte Probenvolumen mit den intermetallischen Phasen aus vorwiegend Kupfer, Magnesium, Nickel und Eisen in Rot und Grün und Aluminium und Silizium in Blau. Letztere ist zur besseren Sichtbarkeit der intermetallischen Phasen in Abbildung 8.2 (b) ausgeblendet. Der hohe Kontrast der intermetallischen Phasen gegenüber der Aluminium-Phase und Silizium-Phase erlaubt eine automatische Segmentierung. Dadurch können dreidimensionale Gefügeparameter quantitativ bestimmt werden und zum Verständnis der Gefügeentwicklung und Materialoptimierung beitragen. Die Datensätze sind in Fell (2025d) publiziert und im Sinne der FAIR-Prinzipien zugänglich gemacht.

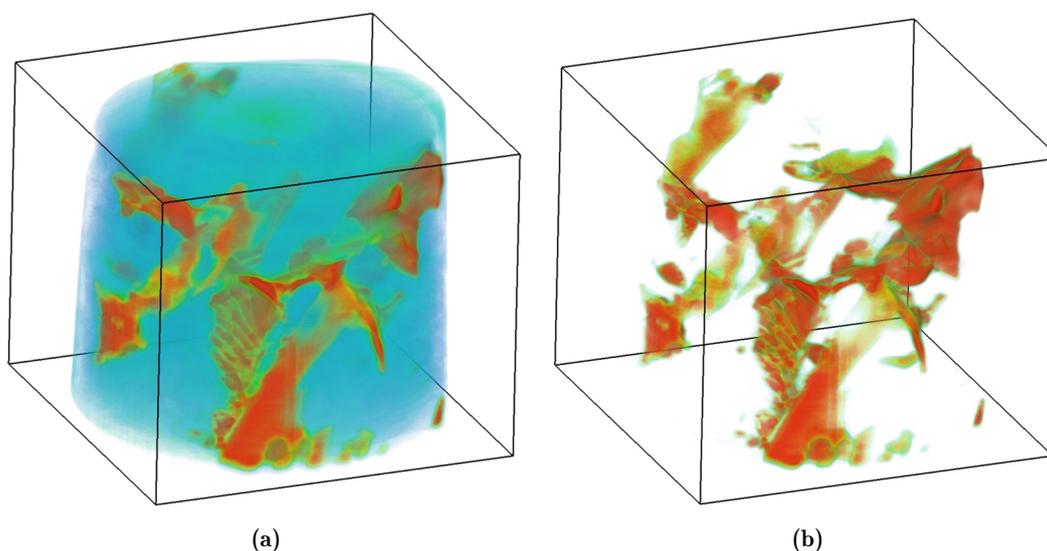


Abb. 8.2: 3D Visualisierung des rekonstruierten Volumens der CT-Untersuchung zeigt die AlSi-Legierung: (a) intermetallische Phasen in Rot und Grün, sowie Aluminium und Silizium in Blau; (b) identisches Volumen ohne Aluminium und Silizium

8.2 Nachweis von Schädigungen in einer Lithiumbatterie

Die zerstörungsfreie Nano-CT ist prädestiniert um Schädigungen im Material abzubilden, da der Kontrastunterschied zwischen Luft bzw. Vakuum und Material hoch ist. Ein exemplarischer Anwendungsfall ist die Untersuchung einer konventionellen Lithiumionenbatterie der Firma Kokam, welche aus den beiden Aktivmaterialien $LiCoO_2$ (LCO) und $LiNiCoAlO_2$ (NCA) besteht.

Das Probenmaterial wird mittels FIB zu einem Zylinder von ca. 50 nm Durchmesser präpariert und anschließend im XRM-II untersucht. Erste Informationen über das Material werden

durch eine Oberflächenabbildung mittels Sekundärelektronen gewonnen. Die Elektronenaufnahme in Abbildung 8.3 (a) zeigt zwei unterschiedliche Phasen, welche sich in ihrer Morphologie unterscheiden: eine Phase besitzt eine sphärische Geometrie und die andere Phase weist eine unregelmäßige, asymmetrische Form auf.

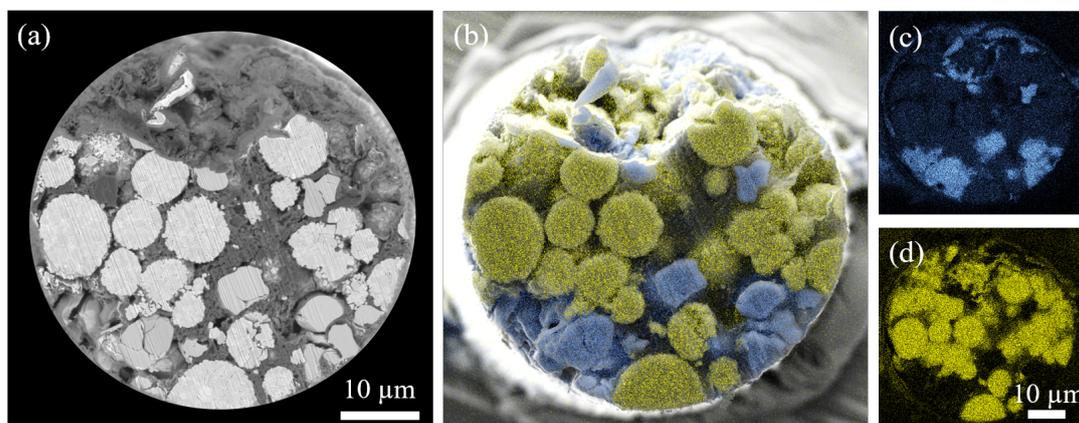


Abb. 8.3: (a) Elektronenabbildung der Probenoberfläche, (b) Überlagerung der SE-Abbildung mit den Elementmaps für (c) Nickel und (d) Cobalt (Cressa et al. (2022)).

Weiterführende Untersuchungen mithilfe des eingebauten EDX-Detektors ermöglichen die chemische Analyse der Probenoberfläche. Das EDX-Mapping offenbart die lokale chemische Elementanordnung und erlaubt den beiden Phasen eine Zuordnung der Aktivmaterialien. In Abbildung 8.3 ist Nickel in Gelb und Cobalt in Blau dargestellt und in Abbildung 8.3 (b) gemeinsam mit der SE-Aufnahme überlagert. Da Nickel nur in der sphärischen Phase nachgewiesen werden kann, handelt es sich dabei um das Aktivmaterial NCA und dementsprechend bei der unregelmäßigen Phase, in der hauptsächlich Cobalt nachgewiesen werden kann, um das Aktivmaterial LCO.

Aufgrund der stark absorbierenden Elemente des Probenmaterials, wie Nickel oder Cobalt, wird für die folgende Nano-CT ein Bulktarget verwendet. Dies liefert ein hochenergetisches Röntgenspektrum in Kombination mit hoher Photonenintensität.

Die Ergebnisse in Abbildung 8.4 liefern einen guten dreidimensionalen Überblick über den Aufbau und die Morphologie der Batteriematerialien sowie die Verteilung der beiden Aktivmaterialien. Außerdem lassen sich damit Auffälligkeiten und Schädigungen, wie Risse und Poren, leicht identifizieren (weiße und rote Pfeile). Diese Informationen werden als Grundlage für eine anschließende Untersuchung mittels Sekundärionen-Massenspektroskopie verwendet.

Eine detaillierte Beschreibung dieser Arbeiten und die Untersuchung der Lithiumbatterie mittels Sekundärionen-Massenspektroskopie kann in Cressa et al. (2022) nachgelesen werden. Die Datensätze sind in Fell (2025b) publiziert und im Sinne der FAIR-Prinzipien zugänglich gemacht.

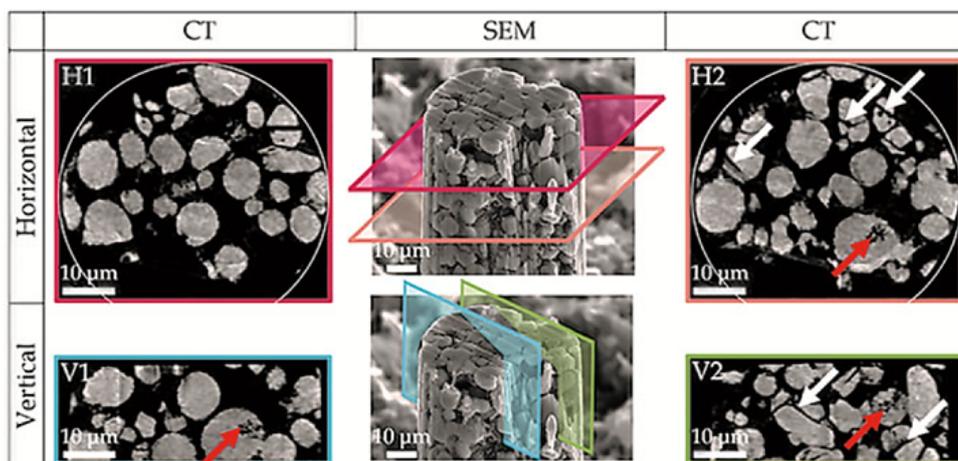


Abb. 8.4: Vertikale und horizontale Schnittebenen des rekonstruierten Volumens (links und rechts) sowie deren Lage im Probenvolumen, dargestellt anhand einer REM-Aufnahme (Mitte). Rote Pfeile indizieren Poren und weiße Pfeile indizieren Risse (Cressa et al., 2022).

8.3 Multiskalen-Untersuchung einer Festoxidbrennstoffzelle

Elektrochemische Zellen zur Energiespeicherung sind eine Schlüsseltechnologie für eine nachhaltige Energieversorgung und die Reduktion von Treibhausgasen. Bildgebende Verfahren wie die CT liefern aufschlussreiche Einblicke in die Mikrostruktur und ermöglichen durch den Erkenntnisgewinn deren Performance zu steigern. In diesem Anwendungsbeispiel wird eine Multiskalen-Untersuchung einer NiCrAl (NCA) Metallschaum-Festoxidbrennstoffzelle (engl. solide oxide cell (SOC)) durchgeführt, um das Gefüge über mehrere Größenskalen abzubilden. (Mehr Informationen über das Probenmaterial finden sich in der Publikation Costa et al. (2018).)

Für einen ersten Eindruck der Mikrostruktur wird ein schmaler Streifen von ca. $20 \times 2 \times 1$ mm zugeschnitten und ein Volumen von ca. $4 \times 2 \times 1$ mm in einer Mikro-CT untersucht. Ein 3D-Modell des rekonstruierten Volumens ist in Abbildung 8.5 (a) in Falschfarben dargestellt und zeigt das Substrat aus Metallschaum mit einer dünnen Schicht an der Oberfläche - die SOC. In Abbildung 8.5 (b) ist ein rekonstruiertes Volumenschnittbild zu sehen, dessen Detailausschnitt in Abbildung 8.5 (c) vergrößert dargestellt ist. Die mit der Mikro-CT gewonnenen Daten ermöglichen eine klare Identifikation und Segmentierung des zweiphasigen Metallschaums sowie des Porennetzwerks und bieten eine solide Grundlage für weiterführende Analysen. Daneben können zwei unterschiedliche Schichten der SOC identifiziert und deren Schichtdicke bestimmt werden.

Da die räumliche Auflösung der Mikro-CT für weitergehende Analysen nicht ausreicht, wurde die Probe im XRM-II untersucht. Der rote Kreis in Abbildung 8.5 (c) kennzeichnet die Größe des Volumens, das im XRM-II untersucht werden kann, wodurch eine zusätzliche

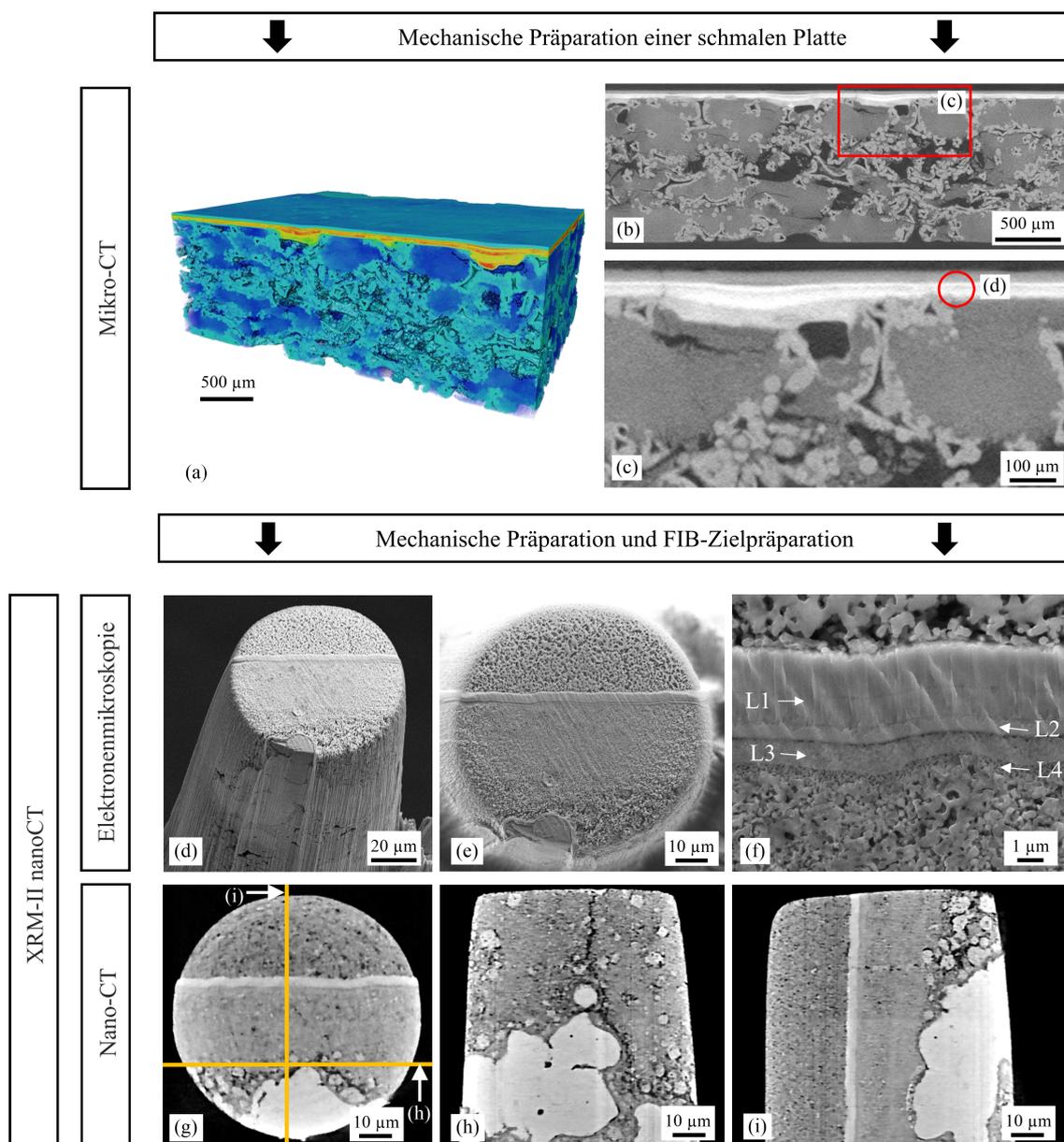


Abb. 8.5: Untersuchung einer NCA-Metallschaum SOC: (a) 3D-Modell des Probenmaterials basierend auf dem rekonstruierten Volumen des Mikro-CT Scans; (b) Rekonstruierte Schnittebene und (c) vergrößerter Teilausschnitt; Elektronenabbildung im XRM-II zeigt (d) das untersuchte Probenvolumen, (e) die Probenoberfläche und (f) die funktionalen Schichten des Elektrolyts; (g) - (i) Rekonstruierte Schnittebenen als Ergebnis des Nano-CT Scans im XRM-II (Fell et al., 2023a).

Präparation erforderlich wird. Letztere wird mechanisch und mittels FIB realisiert, wodurch ein Zylinder mit einem Durchmesser von 60 μm erzeugt wird.

Abbildung 8.5 (d) zeigt eine Elektronenaufnahme des präparierten Zylinders im XRM-II. Die Oberfläche der Probe, dargestellt in Abbildung 8.5 (e), offenbart die poröse Struktur der Anode und Kathode, den Elektrolyten in der Probenmitte und einen Teil des Substrates am unteren Rand. Mithilfe des Elektronenmikroskops, welches eine räumliche Auflösung von

wenigen Nanometern erreicht, können außerdem die unterschiedlichen funktionalen Schichten des Elektrolyts (L1-L4) abgebildet werden (siehe Abbildung 8.5 (f)).

Um 3D-Informationen des Gefüges auf dieser Größenskala zu erhalten, wird eine Nano-CT mit einem Pt-Bulktarget und einer resultierenden Voxelgröße von 200 nm durchgeführt. Die Abbildungen 8.5 (g) - (i) zeigen das Ergebnis anhand von drei rekonstruierten Schnittebenen der SOC. Die beiden Elektroden, der dazwischenliegende Elektrolyt sowie das Metallsubstrat sind klar erkennbar, und die Porosität der Elektroden kann zumindest teilweise aufgelöst werden. Der dreidimensionale Datensatz erlaubt darüber hinaus die Schichtdicke des Elektrolyts über das gesamte Probenvolumen zu validieren. Daneben lässt sich ein Riss, welcher besonders gut in Abbildung 8.5 (h) zu erkennen ist, entlang der Grenzfläche von Substrat und Elektrode identifizieren (Fell et al., 2023a).

8.4 Dreidimensionale zeitaufgelöste Mikrostrukturentwicklung einer Al-Legierung

Der Einfluss von Wärme und die damit verbundene Veränderung der Mikrostruktur sind essentiell für die Eigenschaften von Materialien und daher von großem Interesse. Am Beispiel einer AlGe-Legierung wird die Mikrostrukturentwicklung als Folge einer Wärmebehandlung dreidimensional abgebildet.

Aufgrund der teilweise groben Mikrostruktur ist es notwendig eine bestimmte ROI mit feinen Ge-Lamellen im Material auszuwählen und dieses Volumen mithilfe einer Zielpräparation im FIB frei zu schneiden. Dazu wird zunächst von einem großen Probenvolumen (siehe Abbildung 8.6 (a)) mittels Nano-CT ein Übersichtsscan mit geringer Vergrößerung durchgeführt. Da vergleichsweise geringe Anforderungen an die Auflösung gegeben sind, wird zur Messung ein Pt-Bulktarget ausgewählt, um den Vorteil des höheren Photonennflusses auszunutzen. Dadurch erhält man in geringerer Messzeit ein Ergebnis mit besserem SNR.

Anhand des rekonstruierten Volumens bzw. den rekonstruierten Schnittbildern, welche in Abbildung 8.6 (b) - (d) dargestellt sind, wird eine geeignete ROI (rote Markierung) ausgewählt. Bei der folgenden FIB-Zielpräparation (siehe Abbildung 8.6 (e) - (f)) wird der rekonstruierte Volumendatensatz zur Navigation und zur Überwachung des Materialabtrags im FIB genutzt. Dadurch kann sichergestellt werden, dass die Lage der ROI den Vorgaben exakt entspricht. An dem daraus resultierenden Zylinder wird anschließend eine CT mit hoher Vergrößerung durchgeführt, um feine Details im Gefüge aufzulösen (siehe Abbildung 8.6 (g) - (i)). Bei dieser und den folgenden Messungen steht eine möglichst hohe Auflösung im Vordergrund, weshalb ein W-Nadeltarget verwendet wird.

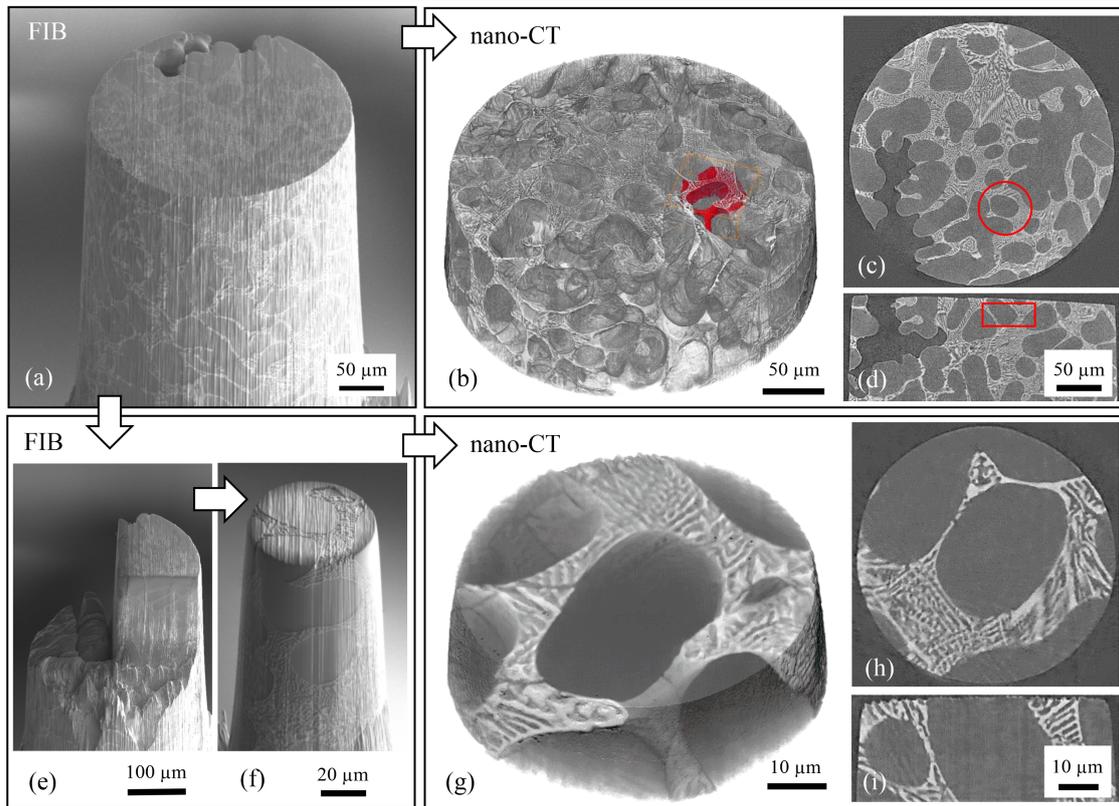


Abb. 8.6: Workflow zur Identifikation einer ROI in der REM-basierter CT (Ge in Weiß und Al in Grau): (a) Mittels FIB hergestellter Probenzylinder mit einem Durchmesser von 300 μm . (b) Ergebnis des Übersichtsscans zeigt das 3D-Modell der Probe sowie zwei rekonstruierte Schnittbilder ((c) und (d)). In Rot ist die identifizierte ROI im Probeninneren dargestellt. Abbildung (e) und (f) veranschaulichen die FIB-Zielpräparation, an deren Ende ein Zylinder mit 60 μm Durchmesser vorliegt. Abbildung (g) - (i) zeigen das 3D-Modell und zwei rekonstruierte Schnittbilder des hochauflösenden CT-Scans der ROI (Fell et al., 2023b).

Zur Abbildung der Mikrostrukturentwicklung wird die Probe schrittweise in einem Vakuumofen bei 375 $^{\circ}\text{C}$ für eine bestimmte Dauer wärmebehandelt und nach jedem Schritt ein CT-Scan durchgeführt.

Die Ergebnisse der CT sind in Abbildung 8.7 in jeweils zwei rekonstruierten Schnittebenen nach einer Wärmebehandlungsdauer von 15 min, 105 min, 195 min und 315 min dargestellt, in denen das Wachstum der Ge-Phase deutlich zu erkennen ist. Zu Beginn liegt ein Gefüge mit feinen Ge-Lamellen vor, welches sich getrieben durch die Grenzflächenminimierung im Laufe der Wärmebehandlung zu einem groben globularen Gefüge entwickelt. Das Wachstum ist nach ca. 195 min nahezu abgeschlossen und gleichzeitig können ab diesem Zeitpunkt feine Ge-Ausscheidungen nachgewiesen werden.

Abbildung 8.8 zeigt die Mikrostrukturentwicklung im 3D-Modell, wodurch sowohl das Gefügewachstum als auch die Ausscheidungen, die bis zu einer Größe von 300 nm nachgewiesen werden können, sichtbar sind. Basierend auf der quantitativen Auswertung verringert sich im

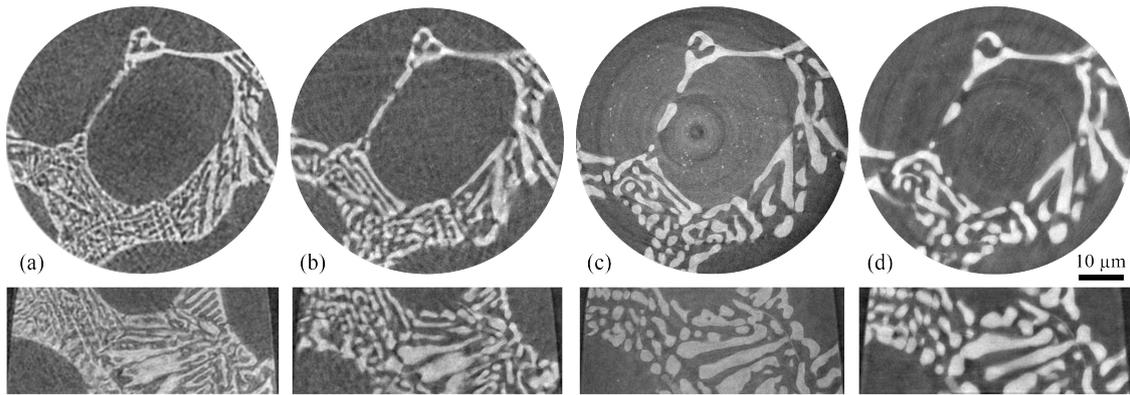


Abb. 8.7: Rekonstruierte Schnittebenen aus zwei Raumrichtungen zeigen den identischen Probenbereich nach (a) 15 min , (b) 105 min, (c) 195 min und (d) 315 min (Fell et al., 2023b).

Laufe der Wärmebehandlung die Anzahl der Ausscheidungen von ca. 1900 auf 1500 im Zuge der Ostwaldreifung. Gleichzeitig erhöht sich der mittlere Durchmesser von 630 ± 190 nm auf 710 ± 250 nm (Fell et al., 2023b). Die Datensätze sind in Fell (2025a) publiziert und im Sinne der FAIR-Prinzipien zugänglich gemacht.

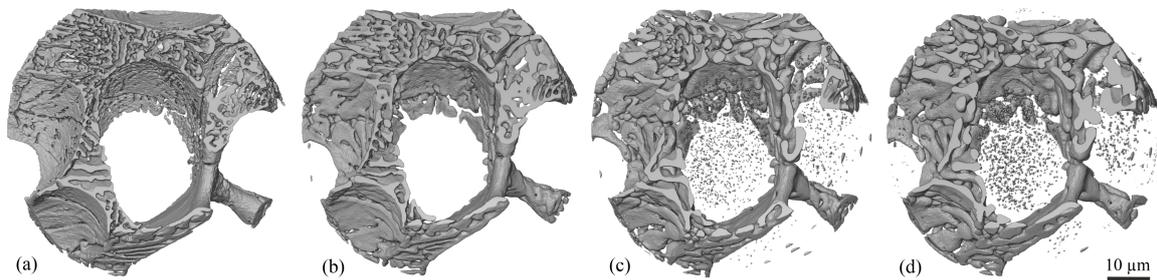


Abb. 8.8: 3D-Mikrostrukturentwicklung der Ge-Phase (a) 15 min , (b) 105 min, (c) 195 min und (d) 315 min zeigt die Kornvergrößerung und Ausscheidungsbildung (Fell et al., 2023b).

9 Zusammenfassung und Ausblick

Die in dieser Arbeit durchgeführte detaillierte Charakterisierung des XRM-II eröffnet eine Vielzahl von Möglichkeiten zur Parameter- und Systemoptimierung, infolgedessen der Wirkungsgrad der REM-basierten CT gesteigert werden kann. Diese sind zusammenfassend im Folgenden erläutert.

Allgemein wird aufgrund des vergleichsweise geringen Photonенflusses in der REM-basierten CT empfohlen, die Elektronenenergie und den Elektronenstrahlstrom, unter anderem mit Hilfe einer großen Objektivblende, zu maximieren. Durch den höheren Elektronenstrahlstrom bzw. die höhere Elektronenenergie steigt die Anzahl an Elektronen und die Anregungswahrscheinlichkeit für charakteristische Röntgenstrahlung. Beides führt zu einer höheren Photonintensität, wodurch rauschärmere Aufnahmen bzw. geringere Messzeiten möglich sind.

Des Weiteren soll die optische Achse der Röntgenbildgebung möglichst nahe an der Elektronensäule liegen, sodass die Elektronenstrahldivergenz und der Elektronstrahldurchmesser gering ist. Dies führt bei der Verwendung eines Bulktargets zu einer höheren räumlichen Auflösung durch die Verringerung des Röntgenbrennflecks und bei Verwendung eines Nadeltargets zu einem höheren Photonенfluss durch die Steigerung der Elektronendichte. Im Falle des XRM-II erreicht die optische Achse bei einem Arbeitsabstand von 13 mm ihr bauliches Minimum, da es bei geringeren Abständen zu Abschattungen durch den Flansch des Be-Fensters kommt. Infolgedessen verringert sich der Elektronenstrahldurchmesser bei Verwendung einer Objektivblende mit einem Durchmesser von 110 μm , einer Elektronenenergie von 30 keV und maximalem Probenstrom auf 600 nm.

Aufgrund der maximalen Anregungsenergie von 30 kV ist die Röntgenenergie in der REM-basierten CT vergleichsweise gering, sodass der Strahlengang eine deutliche Schwächung der Röntgenstrahlung verursacht. Da der Röntgendetektor nicht ultrahochvakuumtauglich ist, muss dieser außerhalb der Vakuumkammer des REMs platziert werden, sodass ein Be-Fenster notwendig ist, um Vakuum und Atomsphäre voneinander zu trennen. Dementsprechend müssen die Röntgenquanten das 250 μm dicke Be-Fenster, ca. 26 cm Luft, ein 50 μm dickes Kaptonfenster und eine 90 nm Pt-Schicht passieren, bevor sie auf das Sensormaterial des Detektors treffen.

Darüber hinaus haben Experimente und Simulationen gezeigt, dass die Detektorsensitivität unterhalb von 10 keV aufgrund des *Charge Sharings* deutlich nachlässt und für eine zusätzliche Reduktion des Signals verantwortlich ist. Dieses Verhalten, der Strahlengang sowie der Energieschwellenwert des Detektors verringern die Detektionseffizienz des Systems, sodass selbst bei Betrachtung des Energiebereiches von 5-30 keV je nach Targetmaterial die Transmission bei nur ca. 35 % für Cr oder 80 % für Pt liegt.

Aufgrund der niedrigen Sensitivität und Energieauflösung im niederenergetischen Bereich ist mit dem verwendeten Detektor keine Spektral-CT möglich.

Das Sensormaterial aus CdTe zeigt große Inhomogenitäten sowohl mit niedriger als auch hoher Sensitivität sowie zeitliche Veränderungen der Sensitivität. Um Letztere zu minimieren, sollte vor jeder Messung ein Warm-up von mindestens 30 min durchgeführt werden. Zusätzlich ist es sinnvoll zu Beginn und am Ende einer Messreihe Hellbilder aufzunehmen, um eine zeitabhängige Bildkorrektur durchzuführen. Große Bereiche niedriger Sensitivität können nur mit Hilfe einer Bad Pixel Map korrigiert werden. Für eine Belichtungsdauer von 20 s pro Integration konnte gegenüber geringerer Belichtungsdauer beobachtet werden, dass sich die Streuung des Messsignals reduziert.

Hinsichtlich des Röntgentargets sind die beiden wichtigsten Eigenschaften die Targetgeometrie und die chemische Zusammensetzung.

Je nach Geometrie werden die Targets als Bulk-, Folien- und Nadeltarget definiert und unterscheiden sich in der räumlichen Ausdehnung. Im Bulktarget kommt es zur vollständigen Ausbildung der Wechselwirkungszone, sodass die gesamte Elektronenenergie zur Anregung von Röntgenstrahlung genutzt werden kann und der Photonenfluss ein Maximum erreicht. Gleichzeitig wird auch der Röntgenbrennfleck aufgrund der hohen Eindringtiefe der Elektronen maximiert, sodass die räumliche Auflösung verringert wird. Beim Nadeltarget ist die räumliche Ausbreitung des Targets in zwei Raumrichtungen beschränkt und unterschreitet in seiner Dimension die Wechselwirkungszone von Elektron und Target. Dadurch kann der Röntgenbrennfleck geometrisch beschränkt werden, sodass sich die räumliche Auflösung der Röntgenbildgebung verbessert. Folglich muss eine Verringerung des Photonenflusses hingenommen werden. Das Folientarget stellt einen Kompromiss zwischen dem hohen Photonenfluss des Bulktargets und der hohen räumlichen Auflösung des Nadeltargets dar.

Die Wahl des Targetmaterials nimmt Einfluss auf das emittierte Röntgenspektrum und damit auf die detektierbare Intensität und den Bildkontrast. Dabei ist das notwendige Überspannungsverhältnis zur Anregung der charakteristischen Röntgenstrahlung, der Energieschwellenwert des Röntgendetektors von 5 keV, die Absorption durch den Strahlengang sowie der Schmelzpunkt des Materials zu beachten. Anhand dieser Faktoren sind Targets basierend auf Cr, Cu, Y, W, und Pt besonders für das XRM-II geeignet und ermöglichen es aufgrund der unterschiedlichen Energieverteilungen der Röntgenspektren den Bildkontrast in der Radioskopie zu beeinflussen. Außerdem ist zu erwähnen, dass mit steigender Ordnungszahl und Dichte des Targetmaterials die mittlere freie Weglänge der Elektronen sinkt und somit die emittierte Photonendichte und die räumliche Auflösung steigt.

Aufgrund des vielfältigen Probenmaterials ergeben sich zur Optimierung der Bildqualität in der Röntgenbildgebung unterschiedliche Anforderungen an das Target. Zur Quantifizierung sind Vorkenntnisse des Probenmaterials notwendig, welche mit Hilfe der korrelativen Charakterisierungsmöglichkeiten des XRM-II ermittelt werden können.

Mit Hilfe der Elektronenabbildung kann die Oberfläche des Probenmaterials mit einer räumlichen Auflösung von wenigen Nanometern abgebildet werden. Dadurch können nicht nur Informationen über die Strukturgröße des Gefüges gesammelt werden, sondern auch die

durchstrahlbare Länge für die Röntgenbildgebung gemessen werden. Darüber hinaus kann mittels EDX die chemische Zusammensetzung des Objekts analysiert werden. Basierend auf den gewonnenen Daten kann das Röntgenabsorptionsverhalten des Objekts abgeschätzt werden und gezielt ein Target mit bestimmten Eigenschaften ausgewählt werden. Mithilfe des korrelativen Workflows kann dadurch die Bildqualität der Röntgenbildgebung verbessert werden.

Um die daraus resultierenden Bedarfe zu decken, werden drei unterschiedliche Targets zur Materialcharakterisierung empfohlen. Da der Targetmanipulator mit drei Targethaltern ausgestattet ist, können diese standardmäßig im System eingebaut bleiben, sodass während des Messbetriebs in Sekundenschnelle zwischen den Targets gewechselt werden kann.

Ein Bulktarget liefert den maximalen Photonenfluss in der REM-basierten CT, da die gesamte Energie der Elektronen zur Anregung von Röntgenstrahlung genutzt werden kann. Bei der Wahl des Targetmaterials ist der Schmelzpunkt weniger wichtig, da die eingebrachte Wärme gut abtransportiert werden kann. Experimente zeigen, dass Platin (dicht gefolgt von Wolfram) aufgrund seiner Eigenschaften und der Detektionseigenschaften des Röntgendetektors, die höchste Röntgenintensität in diesem System liefert. Die charakteristische Röntgenenergie von 9,4 keV ist gerade niedrig genug, um von 30 keV Elektronen stark genug angeregt zu werden und gerade hoch genug, um nicht durch die geringe Detektionsempfindlichkeit herausgefiltert zu werden.

Ein großer Einflussfaktor auf die Röntgenintensität nimmt der Neigungswinkel des Röntgentargets gegenüber dem Elektronenstrahl ein. Aufgrund des Detektionsverhaltens des Detektors, der Absorption durch den Strahlengang, dem winkelabhängigen Rückstreuoeffizienten und der Selbstabsorption des Targets, verschiebt sich das Intensitätsmaximum von emittierter und detektierter Röntgenstrahlung zu geringeren Neigungswinkeln. Simulationen und Experimente haben gezeigt, dass die emittierte Röntgenstrahlung von Wolfram ihr Intensitätsmaximum bei einem Neigungswinkel von 45° aufweist und die detektierte Röntgenstrahlung ihr Intensitätsmaximum bei einem Neigungswinkel von 25° erreicht.

Hinsichtlich des Röntgenbrennflecks wird die horizontale Ausbreitung maßgeblich durch den Elektronenstrahldurchmesser bestimmt und die vertikale Ausbreitung bei kleinen Neigungswinkeln des Targets durch die Eindringtiefe der Elektronen. Wird der Neigungswinkel deutlich erhöht, kommt es zu einer enormen Verbreiterung des Elektronenstrahls durch die Projektion auf die Targetoberfläche, sodass die räumliche Auflösung der Radioskopie in vertikaler Richtung merklich abnimmt.

Mittels Siemensstern konnte für das um 25° geneigte Pt-Bulktarget eine räumliche 2D-Auflösung von ca. 125 nm bei einem Photonenfluss von ca. 750 counts pro Minute und Pixel nachgewiesen werden. Damit bietet das Target die ideale Kombination aus hohem Signal und hoher räumlicher Auflösung. Durch die hohe mittlere Energie des emittierten Röntgenspektrums ist das Target außerdem gut geeignet stark absorbierende Materialien abzubilden.

Zur Abbildung schwach absorbierender Materialien wird ein Target mit einer charakteristischen Röntgenenergie direkt oberhalb des Energieschwellenwertes des Detektors empfohlen. Infolgedessen ist die mittlere Energie des emittierten Röntgenspektrums gering und der Bildkontrast kann erhöht werden. Im Falle des XRM fällt daher die Wahl des Targetmaterials auf Cr mit einer charakteristischen Röntgenenergie von 5,4 keV. Resultierend aus der geringen Detektionsempfindlichkeit im Energiebereich zwischen 5 keV und 10 keV ist die detektierte Röntgenintensität, umgekehrt zu emittierten Intensität, deutlich geringer als die von Pt.

Daneben ist aufgrund der geringen Ordnungszahl und Dichte von Cr die Eindringtiefe der Elektronen vergleichsweise hoch, sodass sich ein Röntgenbrennfleck mit ellipsoider Form ausbildet und die räumliche Auflösung in vertikaler Richtung gering ausfällt.

Für ein um 30° geneigtes Cr-Bulktarget kann bei 230 counts pro Minute und Pixel eine räumliche 2D-Auflösung von ca. 600 nm erreicht werden. Hierbei liegt die horizontale Auflösung bei ca. 200 nm. Soll die vertikale Auflösung verbessert werden, ist ein Folientarget zu empfehlen, allerdings ist dadurch mit einem Intensitätsverlust zu rechnen.

Um eine höchstauflösende Abbildung in der REM-basierten CT zu erzielen, muss die Wechselwirkungszone von Elektron und Target geometrisch beschränkt werden. Realisiert wird dies durch eine Nadelgeometrie mit einem Spitzenradius von ca. 100 nm. Aufgrund des geringen Targetvolumens und dem hohen Wärmeeintrag eignet sich ausschließlich Wolfram mit einem Schmelzpunkt von ca. 3400°C als Targetmaterial. Je nach Abstand des Elektronenstrahls zur Targetspitze kann der Photonenfluss zwischen 100 und 400 counts pro Minute und Pixel variiert werden und eine räumliche 2D-Auflösung von ca. 50 nm erreicht werden.

Bei der Verwendung eines Nadeltargets ist im besonderen Maße die Röntgenstreustrahlung zu beachten, da in diesem Fall ein hoher Anteil von Primärelektronen und Transmissionselektronen das Target passiert. Infolgedessen können diese Teilchen Röntgenstreustrahlung unterhalb des Targets an verschiedenen Komponenten der Probenstage anregen. Um die Anregung der Streustrahlung zu minimieren, sollten die Oberflächen der Stage aus Graphit gefertigt oder mit Graphit beschichtet sein. Graphit hat einerseits einen geringen Rückstreuoeffizient und andererseits eine niederenergetische charakteristische Röntgenstrahlung, welche von dem verwendeten Röntgendetektor nicht detektiert werden kann. Zusätzlich sollte der zwischen Quelle und Detektor befindliche Probenstift aus einem stark absorbierenden Material gefertigt sein (Oberfläche ebenfalls aus Graphit), sodass unterhalb des Röntgentargets emittierte Streustrahlung erfolgreich absorbiert wird.

Um in der Methode der Nano-CT die Bildqualität und räumliche Auflösung im Bereich von einigen zehn bis 100 nm zu bestimmen, wurde ein Prüfkörper basierend auf SiO_2 -Kugeln entwickelt. Dieser kann auf jeden beliebigen Probenhalter aufgebracht werden und mit Hilfe eines FIBs in die gewünschte Geometrie gebracht werden. Im Rahmen eines Ringversuches von bildgebenden hochauflösenden Systemen konnte gezeigt werden, dass die laborbasierten Nano-CTs qualitativ gleichwertige Aufnahmen gegenüber den Synchrotron-Einrichtungen erzielen können.

Der Prüfkörper wurde außerdem dazu genutzt, die in dieser Arbeit durchgeführten Systemoptimierungen sichtbar zu machen. Die Ergebnisse zeigen, dass die Bildqualität und räumliche Auflösung des XRM deutlich verbessert werden konnten.

Die REM-basierte CT erlaubt die korrelative Mikroskopie mittels Elektronenabbildungen, EDX-Analyse und Nano-CT in einem Gerät und bietet damit die Möglichkeit einer umfassenden Materialcharakterisierung. Die Methode kann unter anderem zur Metrologie, zur Abbildung des Materialgefüges oder zum Nachweis von Bauteilschädigungen in Form von Rissen oder Poren eingesetzt werden. Die erreichbare räumliche 3D-Auflösung liegt dabei bei ca. 150 nm. Anwendungsbeispiele zur Abbildung von Schädigungen stellen die Untersuchung von Energiematerialien wie einer Lithiumbatterie oder einer Festoxidbrennstoffzelle dar.

Mit Bulkargets können große Volumina untersucht werden und gezielt Materialbereiche zur hochauflösenden Abbildung identifiziert werden. Für hochauflösende Scans ist ein Nadeltarget aus Wolfram notwendig. Aufgrund des zerstörungsfreien Charakters der REM-basierten CT lassen sich auch zeitabhängige Prozesse untersuchen, wie beispielsweise die vorgestellte Mikrostrukturentwicklung einer Al-Legierung unter Wärmeeinfluss. Die Messergebnisse zeigen, dass nicht nur die Änderung der Morphologie von einer lamellaren zu einer globularen Struktur abgebildet, sondern auch die Bildung von Ausscheidungen von ca. 200 nm nachgewiesen werden kann.

Hinsichtlich künftiger Entwicklungen gibt es einige Potenziale auszuschöpfen, die die Systemperformance weiter verbessern würden.

Wird das XRM-II mit weiteren Detektorsystemen ausgestattet, können die korrelativen Charakterisierungsmöglichkeiten des Systems erweitert werden. Ein Beispiel würde die Methode der Elektronenrückstreubeugung darstellen, mit der die Kristallorientierung eines Materials bestimmt werden kann. Die Integration in ein FIB/SEM-System würde einen weiteren Fortschritt bedeuten, sodass nicht nur die Probenpräparation im selben Gerät durchgeführt, sondern auch korrelative Tomographien umgesetzt werden könnten.

Eine große Performancesteigerung birgt die grundlegende Neukonzeptionierung der Röntgenquelle: Das Anlegen eines positiven elektrischen Potentials an das Nadeltarget würde extrem hohe Feldstärken an der Nadelspitze des Röntgentargets hervorrufen. Dies hätte eine Fokussierung des Elektronenstrahls auf die Nadelspitze zur Folge, wodurch sich eine deutliche Effizienzsteigerung der Röntgenquelle ergeben würde. Da aktuell bei Verwendung eines Nadeltargets nur ca. 1/3 der Elektronen die Targetoberfläche treffen, würde sich die Anzahl der Elektronen, die mit dem Target interagieren, deutlich erhöhen und die Röntgenintensität enorm steigern. Hierbei sind der Wärmeeintrag und die Formstabilität des Nadeltargets zu beachten.

Da infolge des positiven Potentials die Anzahl an Elektronen, die die Röntgenstreustrahlung unterhalb des Targets auf dem Probentisch anregen könnten, gleichermaßen minimiert werden, würde sich folglich das Rauschen verringern und das SNR erhöhen. Zusätzlich bestün-

de der Vorteil, dass elektrische Felder in der Experimentierkammer beim Drehen der Probe den Elektronenstrahl nicht ablenken würden und somit ein Abbruch des Photonenflusses vermieden würde. Die Refokussierung des Elektronenstrahls auf das Röntgentarget würde damit entfallen. In Summe würde sich durch die erhöhte Röntgenintensität und den effizienteren Messablauf die Messzeit reduzieren. Des Weiteren würde mit einer Erhöhung des positiven Potenzials auch eine Erhöhung der Röntgenenergie möglich sein und die Untersuchung großer und stark absorbierender Volumina ermöglichen.

Ein weiterer wichtiger Aspekt zur Effizienzsteigerung ist die Vermeidung von Luft im Strahlengang, da diese eine vergleichsweise hohe Absorption niederenergetischer Röntgenstrahlung verursacht und somit die Röntgenintensität sowie den Kontrast insbesondere bei der Abbildung schwach absorbierender Materialien reduziert.

Potenzielle Lösungsansätze stellen eine Überführung des Detektors ins Vakuum oder eine Erweiterung der Vakuumkammer dar, um den Anteil des Strahlengangs innerhalb des Ultrahochvakuums zu erhöhen und den Anteil in Luft zu verringern. Ein weiterer Ansatz bietet der Austausch von Luft durch Helium, um die Röntgenabsorption zu verringern.

Hinsichtlich des Sensormaterials des Röntgendetektors gilt es zu prüfen, ob die Vorteile von Silizium gegenüber dem aktuell verwendeten Cadmiumtellurid für die Anwendung in der REM-basierten CT überwiegen. Die Wahl von Silizium bietet den produktionsbedingten Vorteil eine gleichmäßigere Sensorschicht mit weniger Kristallfehlern zu erzeugen, um somit eine homogenere Sensitivität und bessere Bildqualität zu erreichen. Gleichzeitig zeichnet sich Silizium im Vergleich zu Cadmiumtellurid durch ein geringeres Charge Sharing im niederenergetischen Bereich aus, sodass ein niedrigerer Energieschwellenwert für die Detektion der Röntgenquanten gewählt werden kann und somit mehr Photonen zur Bildgebung beitragen. Die Abnahme der Detektionseffizienz von Silizium oberhalb von 15 keV (bei einer Schichtdicke von 500 nm), ist weniger von Nachteil, da in der REM-basierten CT hauptsächlich Röntgenquanten mit einer Energie unterhalb dieses Wertes angeregt werden und zur Bildgebung beitragen.

Eine weitere Stellschraube zur Systemoptimierung liegt in der Verbesserung der Bildkorrektur zur Beseitigung von Inhomogenitäten und zur Interpolation der Verbindungsstelle zwischen den Detektorelementen. Zusätzlich bieten optimierte Rekonstruktionsalgorithmen insbesondere mit KI-Ansätzen die Möglichkeit Rekonstruktionsartefakte wie Ringartefakte oder das durch den vergleichsweise geringen Photonenfluss hervorgerufene Bildrauschen zu minimieren. Ebenso könnten damit Bewegungsartefakte, welche in der Nano-CT durch Quelle und Objekt relativ stark zum Tragen kommen, verringert werden.

Auch der Algorithmus zur Refokussierung des Elektronenstrahls auf das Nadeltarget kann noch bedeutend verbessert werden, sodass dieser weniger anfällig gegenüber Kontrastschwankungen unterhalb des Targets ist.

Zusätzlich sollte bei der Auswahl des Targetmanipulators und der Probenstage auf den mechanischen Drift geachtet werden, da diese aufgrund der langen Messzeiten das Messergebnis verschlechtern können. Bei der Weiterentwicklung nachfolgender REM-basierter Systeme ist außerdem eine Verringerung des Arbeitsabstandes von Vorteil, um die Elektronendichte zu erhöhen und den Wirkungsgrad der Röntgenquelle zu steigern.

Mit dieser Arbeit wurde ein wichtiger Beitrag zum Verständnis der REM-basierten CT und insbesondere zur Optimierung der Röntgenquelle geleistet. Darüber hinaus wurden unterschiedliche Anwendungsfälle zur korrelativen Mikroskopie dargestellt, um die vielfältigen Charakterisierungsmöglichkeiten der Methoden aufzuzeigen und zugleich neue Perspektiven für weitere Forschungsansätze zu eröffnen.

Literatur

- Aamir, R., Anderson, N., Butler, A., Butler, P., Lansley, S., Doesburg, R., Walsh, M., & Mohr, J. (2011a). Characterization of si and cdte sensor layers in medipix assemblies using a microfocus x-ray source. In *2011 IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record* (pp. 4766–4769).: IEEE.
- Aamir, R., Lansley, S., Zainon, R., Fiederle, M., Fauler, A., Greiffenberg, D., Butler, P., & Butler, A. (2011b). Pixel sensitivity variations in a cdte-medipix2 detector using poly-energetic x-rays. *Journal of Instrumentation*, 6(01), C01059.
- Aamir, R., Walsh, M. F., Lansley, S. P., Doesburg, R. M., Zainon, R., De Ruiter, N., Butler, P. H., & Butler, A. P. (2012). Characterization of cdte x-ray sensor layer on medipix detector chips. In *Materials Science Forum*, volume 700 (pp. 170–173).: Trans Tech Publ.
- Ardenne, M. (1939). Zur Leistungsfähigkeit des Elektronen-Schattenmikroskops und über ein Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop. *Naturwiss.*, 27, 485–486.
- Astromskas, V., Gimenez, E. N., Lohstroh, A., & Tartoni, N. (2016). Evaluation of Polarization Effects of e- Collection Schottky CdTe Medipix3RX Hybrid Pixel Detector. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 63(1), 252–258.
- Bailey, J., Heenan, T., Finegan, D., Lu, X., Daemi, S., Iacoviello, F., Backeberg, N., Taiwo, O., Brett, D., Atkinson, A., et al. (2017). Laser-preparation of geometrically optimised samples for X-ray nano-CT. *Journal of Microscopy*, 267(3), 384–396.
- Ballabriga, R., Alozy, J., Campbell, M., Frojdh, E., Heijne, E., Koenig, T., Llopart, X., Marchal, J., Pennicard, D., Poikela, T., et al. (2016). Review of hybrid pixel detector readout ASICs for spectroscopic X-ray imaging. *Journal of Instrumentation*, 11(01), P01007.
- Ballabriga, R., Campbell, M., Heijne, E., Llopart, X., & Tlustos, L. (2007). The medipix3 prototype, a pixel readout chip working in single photon counting mode with improved spectrometric performance. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 54(5), 1824–1829.
- Ballabriga, R., Campbell, M., Heijne, E., Llopart, X., Tlustos, L., & Wong, W. (2011). Medipix3: A 64 k pixel detector readout chip working in single photon counting mode with improved spectrometric performance. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 633, S15–S18.
- Barron, A. R., Allen, J., Bott, S., Jebb, M., Jiang, C., & Kienast, W. (2012). Physical methods in chemistry and nano science. *CONNEXIONS Rice University: Houston, TX, USA*.
- Berger, M., Hubbell, J., Seltzer, S., Coursey, J., & Zucker, D. (1999). XCOM: Photon Cross Section Database (version 1.2).

- Bethe, H. (1930). Theory of the transmission of corpuscular radiation through matter. *Ann Phys Leipzig*, 5, 325.
- Bote, D. & Salvat, F. (2008). Calculations of inner-shell ionization by electron impact with the distorted-wave and plane-wave born approximations. *Physical Review A*, 77(4), 042701.
- Burnett, T., Kelley, R., Winiarski, B., Contreras, L., Daly, M., Gholinia, A., Burke, M., & Withers, P. (2016). Large volume serial section tomography by Xe Plasma FIB dual beam microscopy. *Ultramicroscopy*, 161, 119–129.
- Buzug, T. M. (2011). Computed tomography. In *Springer Handbook of Medical Technology* (pp. 311–342). Springer.
- Cassol Brunner, F., Benoit, D., Bézar, J.-F., Clémens, J.-C., & Morel, C. (2011). Study of the charge sharing effect in the photon-counting pixel detector XPAD3-S. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 633, S111–S113. 11th International Workshop on Radiation Imaging Detectors (IWORID).
- Castaing, R. (1960). Electron probe microanalysis. In *Advances in electronics and electron physics*, volume 13 (pp. 317–386). Elsevier.
- Cheng, P., Shinozaki, D., Lin, T., Newberry, S., Sridhar, R., Tarng, W., Chen, M., & Chen, L. (1992). X-ray shadow projection microscopy and microtomography. In *X-Ray Microscopy III, Springer Series in Optical Sciences, vol 67* (pp. 184–189). Springer, Berlin, Heidelberg.
- Cosslett, V. & Nixon, W. (1951). Improved resolution with the X-ray projection microscope. *Nature*, 168, 24–25.
- Cosslett, V. & Nixon, W. (1953). The X-ray shadow microscope. *Journal of Applied Physics*, 24(5), 616–623.
- Costa, R., Han, F., Szabo, P., Yurkiv, V., Semerad, R., Cheah, S., & Dessemond, L. (2018). Performances and limitations of metal supported cells with strontium titanate based fuel electrode. *Fuel Cells*, 18(3), 251–259.
- Cressa, L., Fell, J., Pauly, C., Hoang, Q. H., Mücklich, F., Herrmann, H.-G., Wirtz, T., & Eswara, S. (2022). A FIB-SEM Based Correlative Methodology for X-Ray Nanotomography and Secondary Ion Mass Spectrometry: An Application Example in Lithium Batteries Research. *Microscopy and Microanalysis*, (pp. 1–6).
- Czyżewski, Z., MacCallum, D. O., Romig, A., & Joy, D. C. (1990). Calculations of mott scattering cross section. *Journal of Applied Physics*, 68(7), 3066–3072.
- Darlinski, A. (1981). Measurements of angular distribution of the backscattered electrons in the energy range of 5 to 30 keV. *Physica Status Solidi. A, Applied Research*, 63(2), 663–668.

- de Paiva, R. F., Bisiaux, M., Lynch, J., & Rosenberg, E. (1996). High resolution X-ray tomography in an electron microprobe. *Review of scientific instruments*, 67(6), 2251–2256.
- Delogu, P., Brombal, L., Di Trapani, V., Donato, S., Bottigli, U., Dreossi, D., Golosio, B., Oliva, P., Rigon, L., & Longo, R. (2017). Optimization of the equalization procedure for a single-photon counting CdTe detector used for CT. *Journal of Instrumentation*, 12(11), C11014.
- Drescher, H., Reimer, L., & Seidel, H. (1970). Backscattering and secondary electron emission of 10-100 keV electrons in scanning electron microscopy. *Zeitschrift für angewandte Physik*, 29(6), 331–336.
- Drouin, D., Couture, A. R., Joly, D., Tastet, X., Aimez, V., & Gauvin, R. (2007). CASINO V2.42—a fast and easy-to-use modeling tool for scanning electron microscopy and microanalysis users. *Scanning: The Journal of Scanning Microscopies*, 29(3), 92–101.
- Drouin, D., Hovington, P., & Gauvin, R. (1997). CASINO: A new monte carlo code in C language for electron beam interactions—part II: Tabulated values of the mott cross section. *Scanning*, 19(1), 20–28.
- Engstler, M., Fell, J., Lutter, F., Maisl, M., Herrmann, H.-G., & Mücklich, F. (2020). Correlative Tomography - Combining X-ray Nanotomography and FIB/SEM Serial Sectioning to analyze Al-Si cast alloys. *ndt.net*.
- Fell, J. (2025a). *Dataset: X-ray computed tomography dataset: 3D microstructural evolution of an annealed Al alloy imaged using SEM-based nano-CT*. Zenodo. <https://doi.org/10.5281/zenodo.14923133>.
- Fell, J. (2025b). *Dataset: X-ray computed tomography dataset of a cathode using SEM-based nano-CT*. Zenodo. <https://doi.org/10.5281/zenodo.14922646>.
- Fell, J. (2025c). *Dataset: X-ray computed tomography dataset of an AlCu-alloy using SEM-based nano-CT*. Zenodo. <https://doi.org/10.5281/zenodo.14710945>.
- Fell, J. (2025d). *Dataset: X-ray computed tomography dataset of an AlSi-alloy using SEM-based nano-CT*. Zenodo. <https://doi.org/10.5281/zenodo.14699090>.
- Fell, J., Lutter, F., Pauly, C., Engstler, M., Han, F., Costa, R., Zabler, S., Maisl, M., Mücklich, F., Hanke, R., et al. (2023a). Correlative microscopy using SEM based nano-CT. In *X-Ray Nanoimaging: Instruments and Methods VI*, volume 12698 (pp. 20–29).: SPIE.
- Fell, J., Pauly, C., Maisl, M., Zabler, S., Mücklich, F., & Herrmann, H.-G. (2023b). Three-dimensional imaging of microstructural evolution in SEM-based nano-CT. *Tomography of Materials and Structures*, (pp. 100009).
- Fell, J., Wetzler, F., Maisl, M., & Herrmann, H.-G. (2023c). Target Design in SEM-based Nano-CT and its Influence on X-ray Imaging. *Journal of Imaging*, 9(8), 157.

- Flenner, S., Storm, M., Kubec, A., Longo, E., Döring, F., Pelt, D. M., David, C., Müller, M., & Greving, I. (2020). Pushing the temporal resolution in absorption and zernike phase contrast nanotomography: enabling fast in situ experiments. *Journal of synchrotron radiation*, 27(5), 1339–1346.
- Fuchs, T. O. J. & Hanke, R. (2018). 3D X-ray Tomography - Basics and Latest Developments. In *Ida N., Meyendorf N. (eds) Handbook of Advanced Non-Destructive Evaluation* (pp. 1–14). Springer, Cham.
- Gaber, M. & Fitting, H.-J. (1985). Maximum depth of characteristic X-ray generation. *physica status solidi (a)*, 90(2), 669–674.
- Gauvin, R., Lifshin, E., Demers, H., Horny, P., & Campbell, H. (2003). Win X-ray, The Monte Carlo program for X-ray microanalysis in the scanning electron microscope. *Microscopy and Microanalysis*, 9(S02), 32–33.
- Gauvin, R., Lifshin, E., Demers, H., Horny, P., & Campbell, H. (2006). Win X-ray: A new Monte Carlo program that computes X-ray spectra obtained with a scanning electron microscope. *Microscopy and Microanalysis*, 12(1), 49–64.
- Gauvin, R. & Michaud, P. (2009). MC X-ray, a new Monte Carlo program for quantitative X-ray microanalysis of real materials. *Microscopy and Microanalysis*, 15(S2), 488–489.
- Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. (2017). *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. Springer.
- Gomes Perini, L., Bleuet, P., Filevich, J., Parker, W., Buijsse, B., & Kwakman, L. T. (2017). Developments on a SEM-based X-ray tomography system: Stabilization scheme and performance evaluation. *Review of Scientific Instruments*, 88(6), 063706.
- Gottstein, G. (2007). *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag.
- Hashimoto, T., Thompson, G. E., Zhou, X., & Withers, P. J. (2016). 3D imaging by serial block face scanning electron microscopy for materials science using ultramicrotomy. *Ultramicroscopy*, 163, 6–18.
- Horn, H. & Waltinger, H. (1973). Röntgenmikrographie und Röntgenabsorptionsanalyse im Rasterelektronenmikroskop. *Beiträge zur elektronenmikroskopischen Direktabbildung von Oberflächen*, 6, 163–168.
- Horn, H. & Waltinger, H. (1978). How to obtain and use X-Ray projection microscopy in the SEM. *Scanning*, 1(2), 100–108.
- Hovington, P., Drouin, D., & Gauvin, R. (1997a). CASINO: A new Monte Carlo code in C language for electron beam interaction—Part I: Description of the program. *Scanning*, 19(1), 1–14.

- Hovington, P., Drouin, D., Gauvin, R., Joy, D. C., & Evans, N. (1997b). CASINO: a new Monte Carlo code in C language for electron beam interactions—part III: stopping power at low energies. *Scanning*, 19(1), 29–35.
- Huttel, E., Arnold, W., Baumgart, H., & Clausnitzer, G. (1985). Screening corrections to the rutherford cross section. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 12(2), 193–199.
- Jacobsen, C. (2019). *X-ray Microscopy*. Cambridge University Press.
- Joy, D. & Luo, S. (1989). An empirical stopping power relationship for low-energy electrons. *Scanning*, 11(4), 176–180.
- Kanaya, K. & Okayama, S. (1972). Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 5(1), 43.
- Kanter, H. (1957). Zur Rückstreuung von Elektronen im Energiebereich von 10 bis 100 keV. *Annalen der Physik*, 455(1-6), 144–166.
- Kirkpatrick, P. & Wiedmann, L. (1945). Theoretical continuous X-ray energy and polarization. *Physical Review*, 67(11-12), 321.
- Krause, M., Thieme, C., Schusser, G., & Höche, T. (2023). Laser-based sample preparation for high-resolution X-ray-computed tomography of glasses and glass ceramics. *Journal of Microscopy*, 289(1), 20–31.
- Kumar, A. S., Mandal, P., Zhang, Y., & Litster, S. (2015). Image segmentation of nanoscale Zernike phase contrast X-ray computed tomography images. *Journal of Applied Physics*, 117(18), 183102.
- Laloum, D., Printemps, T., Sanchez, D., Lorut, F., Audoit, G., & Bleuet, P. (2014). Reduction of the scanning time by total variation minimization reconstruction for X-ray tomography in a SEM. *Journal of Microscopy*, 256(2), 90–99.
- Lowe, B. G. & Sareen, R. A. (2014). *Semiconductor X-ray detectors*. CRC Press Boca Raton.
- Lutter, F. (2023). *Elementsensitive Bildgebung - Einsatz chromatischer Pixelarrays in Röntgen nano-CT*. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg.
- Lutter, F., Dremel, K., Engel, J., Althoff, D., Zabler, S., Westphal, N., & Hanke, R. (2019). XRM-II nanoCT - SEM based computed tomography. *Digital Industrial Radiology and Computed Tomography*.
- Lutter, F., Stahlhut, P., Dremel, K., Zabler, S., Fell, J., Herrmann, H.-G., & Hanke, R. (2021). Combining X-ray nano tomography with focused ion beam serial section imaging — Application of correlative tomography to integrated circuits. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 500, 10–17.

- Maiorino, M., Pellegrini, G., Blanchot, G., Chmeissani, M., Garcia, J., Martinez, R., Lozano, M., Puigdengoles, C., & Ullan, M. (2006). Charge-sharing observations with a CdTe pixel detector irradiated with a ^{57}Co source. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 563(1), 177–181. Proceedings of the 7th International Workshop on Radiation Imaging Detectors.
- Malsch, F. (1939). Erzeugung stark vergrößerter Röntgen-Schattenbilder. *Naturwissenschaften*, 27(51), 854–855.
- Martínez-Criado, G., Villanova, J., Tucoulou, R., Salomon, D., Suuronen, J.-P., Labouré, S., Guilloud, C., Valls, V., Barrett, R., Gagliardini, E., et al. (2016). ID16B: a hard X-ray nanoprobe beamline at the ESRF for nano-analysis. *Journal of synchrotron radiation*, 23(1), 344–352.
- Mayo, S., Miller, P., Gao, D., & Sheffield-Parker, J. (2007). Software image alignment for X-ray microtomography with submicrometre resolution using a SEM-based X-ray microscope. *Journal of Microscopy*, 228(3), 257–263.
- Mayo, S., Miller, P., Wilkins, S., Davis, T., Gao, D., Gureyev, T., Paganin, D., Parry, D., Pogany, A., Robb, T., et al. (2002). Phase-contrast X-ray projection microscopy for materials characterisation. In *Mater. Forum*, volume 26 (pp. 15–19).
- Mayo, S. C., Stevenson, A. W., & Wilkins, S. W. (2012). In-line phase-contrast X-ray imaging and tomography for materials science. *Materials*, 5(5), 937–965.
- Neumann, B. & Reimer, L. (1976). Versuche zur Röntgenprojektionsmikroskopie im Rasterelektronenmikroskop. *Beiträge zur elektronenmikroskopischen Direktabbildung von Oberflächen*, 9, 147.
- Newbury, D. E. & Myklebust, R. L. (2005). Simulation of electron-excited X-ray spectra with NIST–NIH Desktop Spectrum Analyzer (DTSA). *Surface and Interface Analysis: An International Journal devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films*, 37(11), 1045–1053.
- Reimer, L. (1998). *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*, volume 45. Springer Berlin.
- Ritchie, N. W. (2009). Spectrum simulation in DTSA-II. *Microscopy and Microanalysis*, 15(5), 454–468.
- Ritchie, N. W. (2010). Using DTSA-II to simulate and interpret energy dispersive spectra from particles. *Microscopy and Microanalysis*, 16(3), 248–258.
- Ritchie, N. W. (2011). Getting started with NIST DTSA-II. *Microscopy Today*, 19(1), 26–31.
- Russo, P. (2017). *Handbook of X-ray imaging: physics and technology*. CRC press.

- Salvo, L., Cloetens, P., Maire, E., Zabler, S., Blandin, J. J., Buffiere, J.-Y., Ludwig, W., Boller, E., Bellet, D., & Jossierond, C. (2003). X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science. *Nuclear instruments and methods in physics research section B: Beam interactions with materials and atoms*, 200, 273–286.
- Sasov, A., Pauwels, B., Bruyndonckx, P., & Liu, X. (2011). New lens-free X-ray source for Laboratory Nano-CT with 50-nm Spatial Resolution. In *AIP Conference Proceedings*, volume 1365 (pp. 140–143): American Institute of Physics.
- Sasov, A. Y. (1985). Computerized Microtomography in Scanning Electron Microscopy. *Scanning Electron Microscopy*, 1985(3), 21.
- Schumacher, D., Zscherpel, U., & Ewert, U. (2016). Photon counting and energy discriminating X-ray detectors-benefits and applications. In *19th World Conference on Non-Destructive Testing, 2016, Proceedings*, volume 2016 (pp. Tu-2).
- Segura-Ruiz, J., Tucoulou, R., Villanova, J., Salomon, D., Eymery, J., & Martinez-Criado, G. (2019). ID16B Beamline at the ESRF: a Nanoprobe for the Characterization of Nanomaterials and Nanodevices. In *Proceedings of the 5th World Congress on New Technologies*.
- Seltzer, S. M. & Berger, M. J. (1986). Bremsstrahlung energy spectra from electrons with kinetic energy 1 keV – 10 GeV incident on screened nuclei and orbital electrons of neutral atoms with $Z = 1-100$. *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 35(3), 345–418.
- Sievert, R. M. (1936). Two Methods of Roentgen Micro-Photography: Preliminary report. *Acta Radiologica*, 3, 299–309.
- Siewerdsen, J., Antonuk, L., El-Mohri, Y., Yorkston, J., Huang, W., & Cunningham, I. (1998). Signal, noise power spectrum, and detective quantum efficiency of indirect-detection flat-panel imagers for diagnostic radiology. *Medical physics*, 25(5), 614–628.
- Soliman, D. M. (2017). *Augmented microscopy: Development and application of high-resolution optoacoustic and multimodal imaging techniques for label-free biological observation*. Dissertation, Technische Universität München.
- Stahlhut, P., Ebensperger, T., Zabler, S., & Hanke, R. (2014). A laboratory X-ray microscopy setup using a field emission electron source and micro-structured reflection targets. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 324, 4–10.
- Takeuchi, A., Suzuki, Y., & Uesugi, K. (2015). Differential-phase-contrast knife-edge scan method for precise evaluation of X-ray nanobeam. *Japanese Journal of Applied Physics*, 54.
- Takeuchi, A., Uesugi, M., Uesugi, K., & Tsuritani, H. (2023). High-energy X-ray nanotomography at SPring-8. In *AIP Conference Proceedings*, volume 2990: AIP Publishing.

- Technology Networks (2024). *SEM vs TEM*. <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262> [aufgerufen: 30.10.2024].
- Uesugi, K., Hoshino, M., & Takeuchi, A. (2017). Introducing high efficiency image detector to X-ray imaging tomography. In *Journal of Physics: Conference Series*, volume 849: IOP Publishing.
- Uesugi, K., Yasutake, M., & Takeuchi, A. (2023). Development of multiscale X-ray tomography at SPring-8 BL47XU. In *AIP Conference Proceedings*, volume 2990: AIP Publishing.
- Ul-Hamid, A. (2018). *A beginners' guide to scanning electron microscopy*, volume 1. Springer.
- Ullherr, M. (2021). *Optimization of Image Quality in High-Resolution X-Ray Imaging*. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg.
- Ullherr, Maximilian; Zabler, S. (2019). SNR spectra as a quantitative model for image quality in polychromatic X-ray imaging. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 943, 162385.
- Veale, M., Bell, S., Duarte, D., Schneider, A., Seller, P., Wilson, M., & Iniewski, K. (2014). Measurements of charge sharing in small pixel CdTe detectors. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 767, 218–226.
- Volkert, C. A. & Minor, A. M. (2007). Focused ion beam microscopy and micromachining. *MRS bulletin*, 32(5), 389–399.
- Vonlanthen, P., Rausch, J., Ketcham, R. A., Putlitz, B., Baumgartner, L. P., & Grobéty, B. (2015). High-resolution 3D analyses of the shape and internal constituents of small volcanic ash particles: the contribution of SEM micro-computed tomography (SEM micro-CT). *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 293, 1–12.
- Weast, R., Astle, M., & Beyer, W. (1984). CRC Handbook of Chemistry and Physics. *CRC Press, Boca Raton*.
- Wetzler, F. (2021). *Charakterisierung und Optimierung der Röntgenquelle in der REM-basierten NanoCT*. Masterarbeit, Universität des Saarlandes.
- Widder, D. V. (1976). *The heat equation*, volume 67. Academic Press.
- Williams, D. B. & Carter, C. B. (2009). *Transmission electron microscopy*, volume 2. Springer.
- Withers, P. J. (2007). X-ray nanotomography. *Materials today*, 10(12), 26–34.
- Withers, P. J., Bouman, C., Carmignato, S., Cnudde, V., Grimaldi, D., Hagen, C. K., Maire, E., Manley, M., Du Plessis, A., & Stock, S. R. (2021). X-ray computed tomography. *Nature Reviews Methods Primers*, 1(1), 1–21.

- Yu, J., Hashimoto, T., Li, H., Wanderka, N., Zhang, Z., Cai, C., Zhong, X., Qin, J., Dong, Q., Nagaumi, H., et al. (2022). Formation of intermetallic phases in unrefined and refined AA6082 Al alloys investigated by using SEM-based ultramicrotomy tomography. *Journal of Materials Science & Technology*, 120, 118–128.
- Zabler, S., Ullherr, M., Fella, C., Schielein, R., Focke, O., Zeller-Plumhoff, B., Lhuissier, P., DeBoever, W., & Hanke, R. (2020). Comparing image quality in phase contrast sub μ X-ray tomography—A round-robin study. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 951, 162992.
- Zeiss (2024). *ZEISS Xradia Ultra*. Carl Zeiss Microscopy Deutschland GmbH. <https://www.zeiss.com/microscopy/de/produkte/roentgenmikroskopie/xradia-ultra.html> [aufgerufen: 02.02.2024].
- Zeller, H., Dufreneix, S., Clark, M., Butler, P., Butler, A., Cook, N., & Tlustos, L. (2009). Charge sharing between pixels in the spectral Medipix2 X-ray detector. In *2009 24th International Conference Image and Vision Computing New Zealand* (pp. 363–366).: IEEE.
- Zernike, F. (1935). Phase contrast. *Z. Tech. Physik.*, 16, 454.
- Zhao, W., Liu, J., Niu, G., Ma, Y., & Han, L. (2016). Research on the electron beam spot detection methods based on SEM. In *8th International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies: Subnanometer Accuracy Measurement for Synchrotron Optics and X-Ray Optics*, volume 9687 (pp. 96870C).: International Society for Optics and Photonics.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Wechselwirkungszone von Elektronen und Materie	5
2.2	Streuquerschnitt eines Elektrons	6
2.3	Energieverlust und Ausbreitung von Elektronen in Materie	7
2.4	Energiespektrum nach Wechselwirkung emittierter Elektronen	8
2.5	Verhalten des Rückstreukoeffizienten	9
2.6	Richtcharakteristik von Rückstreuelektronen	10
2.7	Emission von Bremsstrahlung	12
2.8	Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung	12
2.9	Das Röntgenspektrum	14
2.10	Wechselwirkung von Photon und Materie	15
2.11	Schwächung von Röntgenstrahlung	16
2.12	Setup linsenbasierter Röntgenmikroskope und Röntgenmikroskope mit geometrischer Direktvergrößerung	19
2.13	Bildentstehung in der Radiographie mit Kegelstrahlgeometrie	19
2.14	Propagationsbasierter Phasenkontrast	22
3.1	Schematischer Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops	24
3.2	Setup des XRM-II nano-CT	26
3.3	Anordnung von Röntgentarget und Probe im XRM-II nano-CT	27
3.4	Validierung der Simulationsergebnisse in CASINO	30
3.5	Validierung der Simulationsergebnisse in Win X-ray	31
3.6	Validierung der Simulationsergebnisse in DTSA	33
5.1	Schematische Darstellung der Röntgenquelle und des Strahlengangs in der REM-basierten Nano-CT	38
5.2	Verhalten des Elektronenstrahlstroms	41
5.3	Schematische Darstellung zur Messung des Elektronenstrahldurchmessers	42
5.4	Elektronenstrahldurchmesser in Abhängigkeit der Elektronenenergie	44
5.5	Elektronenstrahldurchmesser in Abhängigkeit des Arbeitsabstandes	44
5.6	Ausbildung der Wechselwirkungszone im Röntgentarget	46
5.7	Emittierte Röntgenspektren	48
5.8	Berechnete Detektionseffizienz in Abhängigkeit der Photonenenergie	50
5.9	Schwächung der Röntgenintensität durch den Einfluss des Strahlengangs	50
5.10	Berechnete Detektionseffizienz bei Verwendung eines He-gefluteten Strahlengangs	52
5.11	Definition von Target- und Detektorkippwinkel	52
5.12	Richtcharakteristik der Röntgenquanten im kartesischen Koordinatensystem	53
5.13	Richtcharakteristik der Röntgenquanten in Polarkoordinaten	55
5.14	Inhomogenitäten des CdTe Detektors	57
5.15	Detektionsverhalten in Abhängigkeit der Messzeit	58
5.16	Einfluss der Belichtungszeit auf das Detektionsverhalten	59
5.17	Röntgenintensität in Abhängigkeit des Energieschwellenwertes des Detektors	60

5.18	Teilchenarten, die zur Anregung von Röntgenstreustrahlung beitragen	62
5.19	Schematische Darstellung von Röntgenstreustrahlung im XRM-II	63
5.20	Eigenschaften der Elektronen infolge der Wechselwirkung mit dem Target	64
5.21	Eigenschaften der in der Vakuumkammer befindlichen Materialien hinsichtlich Röntgenstreustrahlung	65
5.22	Folgen des Elektronenbeschusses von C-Pads	67
5.23	Kumulierter Drift des Systems	71
5.24	Verhalten der Röntgenintensität eines Bulktargets am Beispiel der Targetma- terialien Wolfram und Chrom	74
5.25	Röntgenintensität verschiedener Targetmaterialien in Abhängigkeit des Target- kippwinkels	75
5.26	Vgl. von Simulation und Experiment: Röntgenintensität verschiedener Target- materialien in Abhängigkeit des Targetkippwinkels	77
5.27	Maximale Emissionstiefe eines Röntgenquants mit einer Energie von 5 keV	78
5.28	Geometrie der WWZ von Elektron und Materie am Beispiel von Chrom und Wolfram	79
5.29	Visualisierung der in CASINO ausgewerteten Wechselwirkungszone	81
5.30	Simulierte Emissionsorte charakteristischer Röntgenstrahlung am Beispiel der Targetmaterialien Chrom und Platin	83
5.31	Simulierter Röntgenbrennfleck	84
5.32	Abbildung eines Siemenssterns zum Nachweis der erreichbaren räumlichen Auf- lösung	84
5.33	Entwicklung der Röntgenintensität in Abhängigkeit des Targetkippwinkels für verschiedene Targetschichtdicken am Beispiel des Targetmaterials Chrom	86
5.34	Das Nadeltarget	88
5.35	Röntgenintensität und Auflösungsvermögen des Nadeltargets	89
6.1	Probengeometrie zur Untersuchung in der REM-basierten CT	98
6.2	REM-Aufnahme der Probenoberfläche einer AlCu-Legierung	99
6.3	Chemische Analyse einer AlCu-Legierung mittels EDX-Mapping	100
6.4	Flussdiagramm zur Auswahl eines geeigneten Targets für die REM-basierte Nano-CT	100
6.5	Schwächung der Röntgenstrahlung durch die AlCu-Legierung für verschiedene Targetmaterialien	102
6.6	Untersuchung der AlCu-Legierung mittels CT	104
7.1	Präparationsroute des Prüfkörpers	107
7.2	REM-Aufnahme der sphärischen SiO_2 Kugeln	107
7.3	Ringversuch: Rekonstruierte Schnittbilder des Prüfkörpers	111
8.2	3D-Visualisierung des rekonstruierten Volumens der CT-Untersuchung zeigt die AlSi-Legierung	116
8.3	EDX-Mapping einer Lithiumbatterie	117
8.4	Nano-CT einer Lithiumbatterie	118

8.5	Untersuchung einer NCA-Metallschaum SOC	119
8.6	Workflow zur Identifikation der ROI in der REM-basierten CT	121
8.7	Rekonstruierte Schnittebenen eines identischen Probenbereiches nach unterschiedlicher Wärmebehandlungsdauer	122
8.8	3D-Mikrostrukturentwicklung der Ge-Phase	122

Tabellenverzeichnis

1	Durchmesser der Blenden im XRM-II	40
2	Eigenschaften relevanter Targetmaterialien für die REM-basierte Nano-CT	48
3	Auswirkungen des Setups auf die Eigenschaften der Röntgenstrahlung .	51
4	Gewählte Detektorparameter zur Analyse der Bildqualität	59
5	Quantifizierung der Streustrahlung in der REM-basierten CT	68
6	Röntgenintensität in Abhängigkeit der Blenden	77
7	Projizierter Elektronenstrahldurchmesser in Abhängigkeit des Targetneigungswinkels	80
8	Empfohlene Anlagenparameter	94
9	Chemische Analyse der AlCu-Legierung	100
10	Teilnehmende Anlagen des Ringversuchs	108
11	Equipment und Messparameter der Anlagen und Beamlines	110

Anhang

A.1 Simulationsparameter: CASINO

Über den Menüpunkt *New*, wird man automatisch durch die Simulationsparameter, welche dem Menüpunkt *Settings* entspricht, geleitet. Zunächst wird die Probe bzw. das Röntgentarget durch das Hinzufügen einer neuen Schicht anhand der Schichtdicke, des Elements und der Dichte definiert. Im Folgenden wird die Energie und der Radius des Elektronenstrahls, die Zahl der simulierten Elektronen und der Kippwinkel des Objekts festgelegt. Im Menü *Distributions* kann die Simulation verschiedener Parameter wie Eindringtiefe oder BSE ausgewählt werden. In dieser Arbeit werden alle Parameter deaktiviert und nur *Generate X-ray* aktiviert und die Anzahl der Kanäle auf 5000 gestellt, sodass sich die Rechenzeit der Simulation verringert. Im nachfolgenden Menü kann die Anzahl an dargestellter Trajektorien im Anschluss an die Simulation eingestellt werden. Standardmäßig wird in dieser Arbeit unter *Conserve Electron Trajectory* *None* gewählt und damit keine Trajektorien dargestellt. Dies vermeidet den Rechenaufwand zur Visualisierung der WWZ im Anschluss an die Simulation. Soll die WWZ ausgewertet werden, sind 400 Trajektorien ein guter Richtwert. Zusätzlich wird im Menü die minimale Elektronenenergie auf 5 keV gestellt, was dem Energieschwellenwert des PCXD entspricht und somit nochmals die Rechenzeit verringert. Im letzten Menüpunkt können die verwendeten physikalischen Modelle ausgewählt werden, bei denen die Standardeinstellungen beibehalten werden. Bevor die Simulation gestartet wird, muss unter *X-ray* der Detektorkippwinkel festgelegt werden. Da dieser relativ zur Probe angegeben wird, muss dieser dem Wert des Targetkipwinkels entsprechen, wenn der Detektor senkrecht zum Elektronenstrahl positioniert sein soll. Zusammengefasst werden in dieser Arbeit folgende Simulationsparameter gewählt:

- X-ray
 - X-ray Detector Properties: TOA 0° (entsprechend Tilt of Specimen), Phi 0°
- Settings
 - Sample Definition (entspricht Röntgentarget): no substrate, added layer: Element, Density, Thickness
 - Microscope and Simulation Properties: Start 30 keV, Number of electrons to simulate 400000, Tilt of Specimen 0°, Beam radius 300 nm
 - Distributions: alle deaktiviert bis auf *Generate X-ray* mit 5000 Kanälen
 - Options: Minimum Electron Energy 5 keV
 - Physical Model (default): Mott by Interpolation (Total Cross Section), Mott by Interpolation (Partial Cross Section), Casnati (Effective Section Ionisation), Joy and Luo (Ionisation Potential), Press et al. (Random Number Generator), Drouin (Directing Cosin), Joy and Luo (dE/dS Calculation)

- Anmerkung
 - Es wird nur charakteristische Röntgenstrahlung und keine Bremsstrahlung simuliert.
 - Der Detektorkippwinkel (TOA) wird relativ zur Probe angegeben und muss identisch zum Targetkipwinkel gewählt werden, sodass der Detektor senkrecht zum Elektronenstrahl steht.

CASINO steht unter dem Link im Verweis² zum kostenlosen Download zur Verfügung.

A.2 Simulationsparameter: MC X-ray

Um mittels MC X-ray Elektronenstatistiken zu simulieren, wird die Funktion *Run Spectrum Simulation* genutzt. Anschließend wird man automatisch zu den Simulationsparametern geleitet, wobei zunächst die chemische Zusammensetzung des Materials bzw. Targets definiert wird. Dabei können einzelne Materialien bzw. Kombinationen aus mehreren Materialien (sogenannte *Regions*) mit unterschiedlicher chemischen Zusammensetzung, Geometrie und Positionierung erstellt werden. Im nächsten Menüpunkt werden die Parameter des Mikroskops inklusive der Elektronenstrahl- und Detektoreigenschaften festgelegt. Bei den physikalischen Modellen werden die standardmäßig ausgewählten Modelle beibehalten. Zuletzt wird die Anzahl an Primärelektronen, für die die Simulation durchgeführt werden soll, definiert. Für die Simulation des XRM-II notwendige Parameter sind:

- Specimen: Elements, Position
- Microscope:
 - Electron beam: Energy 30 keV, Current 60 nA, Diameter 600 nm, Acquisiton time 1s, Angle tilt
 - Detector: Crystal, Position, Angle tilt
- Physical Model: default
- Simulation: Electron number 32.000

MC X-ray steht unter dem Link im Verweis³ zum kostenlosen Download zur Verfügung.

A.3 Simulationsparameter: DTSA

Beim Erstellen einer Simulation in DTSA können die Parameter von Quelle, Target und Detektor an die realen Gegebenheiten des XRM-II angepasst werden. Zunächst werden unter

²<https://www.usherbrooke.ca/genie-electrique-informatique/recherche-et-innovation/application-casino>

³<https://montecarlomodeling.mcgill.ca/software/mcxray/contacts.html>

Preferences die verwendeten Algorithmen und die Eigenschaften des Detektors festgelegt. Bei den Algorithmen werden die Standardeinstellung beibehalten und die Algorithmen *XPP* als *Correction Algorithm*, *NIST-Chantler 2015* als *Mass Absorption Coefficient*, *Acosta 2002 (Linear)* als *Bremstrahlung angular distribution* und *Bote/Salvat-2008* als *Ionization cross section* verwendet. Hinsichtlich der Detektion lassen sich in DTSA zwar absolute Intensitäten eines Experiments simulieren, jedoch unterscheidet sich im Falle des XRM-II der verwendete PCXD mit CdTe als Sensorschicht von den möglichen Detektorsystemen in DTSA. Hier besteht nur die Möglichkeit klassische EDX-Detektoren, wie Si(Li)-Detektoren oder SDD mit Sensorschichten aus Si zu implementieren. Dies führt zu Diskrepanzen in der Detektionseffizienz in Abhängigkeit der Röntgenenergie, die bei der Auswertung der absoluten Intensitäten beachtet werden müssen (Ritchie, 2009). Als Detektor wird ein Si(Li)-Detektor ohne Fenster ausgewählt, der im Abstand von 420 mm zum Auftreffpunkt des Elektronenstrahls auf dem Target positioniert ist. Der Detektorkippwinkel, sowie der Azimut (beschreibt die Rotation des Detektors um die Elektronensäule) wird auf 0° gesetzt. Als Detektorfläche wird ein Bereich aus 512×512 Pixeln gewählt, welcher bei einer Pixelbreite von $55 \mu\text{m}$ einer Fläche von $792,99 \text{ mm}^2$ entspricht. Die reale Detektorgröße kann nicht gewählt werden, da die Größe durch die Software limitiert wird. Dieser Umstand, sowie das Be-Fenster und die 20 cm Weglänge durch Luft (siehe Kapitel 3.2), die jedes Photon zurücklegen muss, wird im Anschluss an die Simulation rechnerisch korrigiert. Der Energieschwellenwert des Detektors wird auf 5 keV und die Energie pro Kanal auf 10 eV festgelegt. Mit 2501 Kanälen wird somit der Energiebereich von 5 - 30 keV abgedeckt.

Mit dem Tool *Simulation alien* können MC-Simulationen unter Betrachtung verschiedener Geometrien durchgeführt werden. Um die Form der unterschiedlichen Targets zu simulieren wird *bulk* für die Simulation eines Bulktargets, *film on bulk* für die Simulation eines Folientargets verwendet. Daneben wird die chemische Zusammensetzung des Targets über eine Datenbank festgelegt, bei der außerdem die Dichte des Materials angegeben werden muss. Zur Beschreibung des Elektronenstrahls wird standardmäßig eine Energie von 30 keV gewählt und der Strahlstrom (*probe dose*) auf 1 nA gesetzt. Die senkrecht einfallenden Elektronen treffen auf das Target, welches unter 0° horizontal im Raum ausgerichtet ist. Über die Funktion *Incident Angle* kann beim Eintrag von positiven Werten, das Target in Richtung des Röntgendetektors gekippt werden.

Zusammengefasst werden folgende Simulationsparameter unter den jeweiligen Einstellungen in der Software verwendet:

- Preferences
 - Quantitative algorithms: *XPP*, *NIST-Chantler 2015*, *Acosta 2002 (Linear)*, *Bote/Salvat-2008*
 - Detector: Si(Li)
 - Window: no window

- Position: Elevation angle 0° (entspricht dem Detektorkippwinkel), Azimuthal angle 0° , optimal working distance 20 mm, Sample-to-detector distance 420 mm
- Crystal parameter: Detector area 655.36 mm^2 , Gold layer 8 nm, Aluminum layer 0 nm, Nickel layer 0 nm, Dead layer $0,085 \text{ }\mu\text{m}$, Thickness 5 mm
- Configuration: Number of channels 2501, Zero strobe discriminator 0 eV
- Base Performance: Energy scale 10 eV/channel , Zero offset 5000 eV, Resolution 132 eV FWHM at Mangan $K\alpha$

- Simulation alien
 - Simulation Mode: Monte Carlo model of a bulk, Monte Carlo model of a film on bulk
 - Configure sample (entspricht dem Röntgentarget): Element, Density, Quantity
 - Instrument configuration: Beam Energy 30 keV, Probe Dose 60 nAs, Incident angle 0° (entspricht dem Targetkipwinkel)
 - Other options: no noise, run 16x as many electron trajectories (entspricht 16000 Trajektorien), characteristic primary, Bremsstrahlung primary
 - Configure VP: none

DTSA steht unter dem Link im Verweis⁴ zum kostenlosen Download zur Verfügung.

⁴<https://www.cstl.nist.gov/div837/837.02/epq/dtsa2/index.html>