(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2005 056 404 B4** 2013.04.25

(12) **Patentschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2005 056 404.6**
(22) Anmeldetag: **23.11.2005**
(43) Offenlegungstag: **24.05.2007**
(45) Veröffentlichungstag der Patenterteilung: **25.04.2013**

(51) Int Cl.: ***G21K 7/00*** (2006.01)
G21K 1/06 (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten(§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, 14109, Berlin, DE

(72) Erfinder:
Schneider, Gerd, Dr., 31167, Bockenem, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE	**40 27 285**	**A1**
DE	**44 32 811**	**A1**
DE	**197 00 615**	**A1**
US	**2004 / 0 125 442**	**A1**

F. Adams et al.: "Microscopic X-ray fluorescence analysis and related methods with laboratory and synchrotron radiation sources". Journal of Analytical Atomic Spectrometry 13, pp. 319-331 (1998)

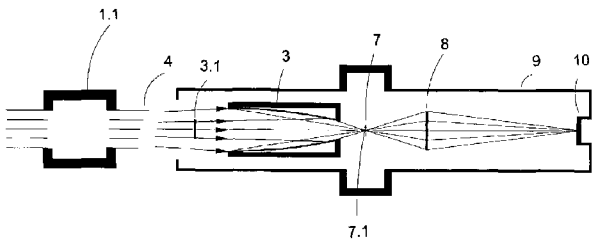
G. Falkenberg et al.: "Upgrade of the x-ray fluorescence beamline at HASYLAB/DESY". X-Ray Spectrometry 30, pp. 170-173 (2001)

I. Snigireva and A. Snigirev: "X-Ray microanalytical techniques based on synchrotron radiation". Journal of Environmental Monitoring 8, pp. 33-42 (published on the web 30th Nov. 2005)

S. Ohzawa et al.: "High intensity monocapillary X-ray guide tube with 10 micrometer spatial resolution for analytical X-ray microscope". Spectrochimica Acta Part B 59, pp. 1295-1299 (2004)

(54) Bezeichnung: **Röntgenmikroskop mit Kondensor-Monochromator-Anordnung hoher spektraler Auflösung**

(57) Hauptanspruch: Röntgenmikroskop mit Kondensor-Monochromator-Anordnung hoher spektraler Auflösung zur abbildenden Röntgenmikroskopie unter Verwendung eines Monochromators, bei dem als Kondensor eine Kapillaroptik verwendet wird, dadurch gekennzeichnet, dass ein monochromatisches Strahlenbündel (4), das mittels eines durchstimmbaren Monochromators in der Wellenlänge bei einer Bandbreite von 1 bis 0,1 Promille durchstimmbar ist, durch die Kapillaroptik mit ringförmiger Apertur (3) auf einen, unabhängig von der Wellenlänge, nahezu raumfest positionierten Fokusfleck (7.1) in einer Entfernung von einigen Millimetern hinter der Kapillaroptik (3) auf einen Durchmesser von typisch kleiner 0,1 mm bündelbar ist und das zu untersuchende Objekt (7) in der Ebene des Fokusflecks (7.1) angeordnet ist.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Röntgenmikroskop mit einer Kondensor-Monochromator-Anordnung mit besonders hoher spektraler Auflösung, das im Amplitudenkontrast und Phasenkontrast bei Wellenlängen unter 20 nm betrieben wird, das reelle Bilder liefert und für die Untersuchung von Mikro- und Nanometerstrukturen und deren Computertomographie genutzt werden kann.

[0002] In solchen Röntgenmikroskopen werden zwei optische Systeme benötigt: eine Kondensoroptik, die die einfallende Röntgenstrahlung auf das zu untersuchende Objekt fokussiert und ein Röntgenobjektiv, das die Röntgenstrahlung auffängt, die das Objekt durchdrungen hat und die das reelle Bild des Objektes auf einem ortsauflösenden Detektor erzeugt.

[0003] Es sind verschiedenartige Röntgenmikroskope bekannt, die sich in ihrem optischen Aufbau hinsichtlich der benutzten Strahlquelle, der Verwendung eines Monochromators, der Kondensoroptik und des Röntgenobjektivs mehr oder weniger stark unterscheiden.

[0004] So sind beispielsweise Röntgenmikroskope beschrieben worden, in denen als Spiegeloptik für die Abbildung des Objekts auf den Detektor eine Optik benutzt wird, die das Objekt unter streifendem Einfall der Röntgenstrahlung abbildet. Die Qualität des mit solchen Mikroskopen erzeugten mikroskopischen Bildes ist jedoch nicht sonderlich gut, da die Spiegeloptiken zum Teil mit erheblichen Bildfehlern behaftet sind. Diese Bildfehler – bei Spiegeloptiken, die unter streifendem Einfall arbeiten, ist das beispielsweise der so genannte Winkeltangentenfehler – begrenzen die von der Apertur der Optik vorgegebene, prinzipiell mögliche Auflösung, die sich mit dem Mikroskop erzielen lässt.

[0005] Es sind auch Röntgenmikroskope beschrieben, in denen sowohl für den Kondensor, der die Röntgenstrahlung auf das Objekt fokussiert, als auch zur Abbildung des Objekts auf den Detektor so genannte Zonenplatten Verwendung finden. Diese Zonenplatten ermöglichen ähnlich sehr dünnen Linsen eine weitgehend bildfehlerfreie und damit hochaufgelöste Abbildung des Objekts. Sie haben jedoch einen bedeutend schlechteren Wirkungsgrad als Spiegeloptiken. Er liegt im Röntgenwellenbereich des Wasserfensters in der Praxis zwischen 5% und 15%, d. h. es werden dann nur maximal 15% der auf die Zonenplatte auftreffenden Röntgenstrahlung für die Abbildung benutzt.

[0006] Solche Röntgenmikroskope sind wegen der Verwendung von Zonenplatten mit dem genannten niedrigen Wirkungsgrad relativ lichtschwach, so dass sich verlängerte Belichtungszeiten ergeben, was z. B. bei Belichtungen im Sekundenbereich zu Unschärfen in den Bildern wegen immer vorhandener Driftbewegungen der Objektbühne führen kann. Man ist deshalb auf möglichst intensive Röntgenstrahlquellen angewiesen.

[0007] Für die Röntgenmikroskopie wird deshalb fast ausschließlich Synchrotronstrahlung von Elektronenspeicherringen verwendet. In den letzten Jahren wurden erhebliche Fortschritte in der Röntgenmikroskopie im Wellenlängenbereich von etwa 0,1–5 nm gemacht. Es wurden Röntgenmikroskope entwickelt, die an brillanten Röntgenpulsquellen betrieben werden. Zu diesen Röntgenpulsquellen zählen Elektronenspeicherringe, deren Ablenkmagneten und Undulatoren Quellorte intensiver, mehr oder weniger breitbandiger Röntgenstrahlung sind; andere Röntgenquellen vergleichbarer Brillanz gibt es bislang nicht.

[0008] Als hochauflösende Röntgenobjektive in Röntgenmikroskopen kommen heutzutage nur Mikrozonenplatten zum Einsatz. Mikrozonenplatten sind rotationssymmetrische Transmissionskreisgitter mit nach außen hin abnehmender Gitterkonstanten, haben üblicherweise bis zu 0,1 mm Durchmesser und einige hundert Zonen. Allerdings müssen diese mit monochromatischer Strahlung betrieben werden, da Zonenplatten als Beugungsoptiken starke chromatische Aberration zeigen, d. h. es ist bei Betrieb an polychromatischen Röntgenquellen nötig, die Strahlung mit einem Monochromator zu monochromatisieren.

[0009] Die numerische Apertur einer Zonenplatte ist ganz allgemein durch den Beugungswinkel bestimmt, unter dem die äußeren und damit feinsten Zonen senkrecht einfallende Röntgenstrahlen beugen. Die erzielbare räumliche Auflösung einer Zonenplatte ist durch ihre numerische Apertur bestimmt. Die numerische Apertur der benutzten Röntgenobjektive konnte in den letzten Jahren wesentlich erhöht werden, so dass sich deren Auflösung verbesserte. Dieser Trend zu höherer Auflösung wird sich fortsetzen.

[0010] Aus der Theorie der Mikroskopie ist bekannt, dass die numerische Apertur des beleuchtenden Kondensors eines Durchlichtmikroskopes stets in etwa angepasst sein sollte an die numerische Apertur des Mikroskopobjektives, um von inkohärent strahlenden Lichtquellen auch eine inkohärente Objektbeleuchtung und damit eine nahezu lineare Beziehung zwischen Objektintensität und Bildintensität zu erhalten. Ist die Apertur des Kondensors dagegen geringer als die des Mikroskopobjektivs, so liegt eine teilkohärente Abbildung vor und die lineare Transformation zwischen Objektintensität und Bildintensität geht für die wichtigen, die Auflösung des Mikroskops bestimmenden hohen Raumfrequenzen verloren.

[0011] Als Kondensoren für Röntgenmikroskope an Elektronenspeicherringen werden bislang aus-

schließlich Zonenplatten benutzt. Eine solche „Kondensorzonenplatte" ist in ihrer Größe angepasst an den Strahldurchmesser, der am Ende des Strahlrohres eines Ablenkmagneten eines Elektronenspeicherrings typisch bis zu 1 cm beträgt. Da die Brennweite einer Zonenplatte reziprok zur benutzten Wellenlänge ist, wirkt eine solche Kondensorzonenplatte zusammen mit einer kleinen so genannten Monochromatorlochblende, die in der Objektebene um das Objekt angeordnet ist, gleichzeitig als Linearmonochromator. Nur ein enger Spektralbereich der einfallenden polychromatischen Strahlung eines Elektronenspeicherrings wird in die Lochblende fokussiert und zur Beleuchtung des Objektes genutzt, so dass dieses dann ohne chromatische Aberration mit einer Mikrozonenplatte vergrößert abgebildet werden kann.

[0012] Die Strahlung aus Undulatoren an Elektronenstrahlspeicheringen ist quasimonochromatisch (Lambda/delta Lambda typisch = 100) und damit direkt geeignet für Röntgenmikroskope mit Röntgenobjektiv-Zonenplatten sehr niedriger Zonenzahlen (typisch 100 Zonen). Bei Verwendung von Röntgenobjektiv-Zonenplatten höherer Zonenzahlen kommt ohne zusätzliche Monochromatisierung nur ein freier Elektronenlaser (FEL) als Strahlungsquelle in Frage. Sind Wiggler oder Ablenkmagneten – sie emittieren immer breitbandige Strahlung – die Strahlungsquelle, muss die Röntgenstrahlung auf jeden Fall, wie zuvor erwähnt, zusätzlich monochromatisiert werden.

[0013] Kondensorzonenplatten mit angepasster numerischer Apertur weisen Zonenbreiten von nur noch 19 nm auf, was wegen des notwendigerweise großen Durchmessers zu typischerweise mehreren 10.000 Zonen führen würde. Derartige Zonenplatten lassen sich wirtschaftlich nicht mehr herstellen.

[0014] Generell wird für Röntgenmikroskope, die Zonenplatten als Röntgenobjektive benutzen, eine hohlkegelförmige Objektbeleuchtung benötigt. Andernfalls würde sich dem Bild auch in seinem Zentrum die Strahlung aus der 0. und der 1. Beugungsordnung der Mikrozonenplatte überlagern. Das liegt daran, dass der überwiegende Anteil der Strahlung, die parallel oder fast parallel zur optischen Achse auf das Objekt fällt, dieses und die folgende Mikrozonenplatte (das Röntgenobjektiv, eine Beugungsoptik) ungebeugt durchdringt und sich als allgemeiner diffuser Untergrund in Geradeausrichtung – also im Zentrum des Bildfeldes – bemerkbar macht. Aus diesem Grunde benutzen Transmissions-Röntgenmikroskope mit Zonenplattenobjektiven ausschließlich Kondensoren, die das Objekt hohlkegelförmig beleuchten, so dass der nutzbare, nicht diffus überstrahlte Bereich des Bildfeldes um so größer wird, desto größer der innere strahlungsfreie Raumwinkelbereich des Kondensors ist. Wird ein solches abbildendes Mikroskop mit Zonenplattenobjektiv im Phasenkontrast betrieben, so muss, wie in der Literatur beschrieben, eine Phasenplatte in der hinteren Fokalebene des Röntgen-Objektivs angeordnet werden. Für ein abbildendes Röntgenmikroskop mit Zonenplattenobjektiv ist diese Phasenplatte dann zwangsläufig ringförmig ausgebildet, also als Phasenring, da bei hohlkegelförmiger Objektbeleuchtung die Strahlung der Objektraumfrequenz Null in der hinteren Fokalebene, der Fourierebene, auf einer Ringfläche liegt.

[0015] In der US 2004/0125442 A1 ist ein Phasenkonstrast-Röntgenmikroskop beschrieben, das im Wesentlichen aus einem Kondensor (Spiegel, Spiegel in Wolter-Anordnung, Kapillare oder Zonenplatte) und einem Objektiv hinter der Probe besteht, wobei das Objektiv eine Zonenplatte ist.

[0016] In der DE 197 00 615 A1 ist eine Kondensor-Monochromator-Anordnung für ein Röntgenmikroskop beschrieben, bei dem eine Off-Axis Zonenplatte und ein Planspiegel um die optische Achse gedreht werden. Der Planspiegel steht unter streifendem Einfall und fokussiert die Röntgenstrahlung in die Monochromatorlochblende, die sich in der Ebene des zu untersuchenden Objekts befindet. Diese Anordnung hat den Nachteil, dass sich bei Wellenlängenänderungen der Abstand zwischen Off-Axis Zonenplatte und Monochromatorblende ändert, so dass sehr präzise mechanische Bewegungsführungen nötig sind, um die Justierung der Elemente zueinander nicht zu verlieren.

[0017] Ein anderer typischer Kondensor für ein Röntgenmikroskop ist in der DE 44 32 811 A1 vorgestellt, bei dem der Kondensor als ein ringförmiger Spiegel ausgebildet ist, der die Röntgenstrahlung auf das zu untersuchende Objekt fokussiert. Die Abbildungsebene befindet sich unmittelbar hinter der Objektebene. Dieser Kondensor ist konzipiert für eine Laborröntgenquelle mit intensiver Linienstrahlung, deren Bandbreite typisch besser als ein Prozent ist. Das Mikroskop ist daher in der Wellenlänge nicht durchstimmbar.

[0018] Die Herstellung des erwähnten ringförmigen Spiegels stellt extreme Anforderungen an die Formgenauigkeit und an die Rauhigkeit der Oberfläche, die durch Schleif- und Polierprozesse erreicht werden muss. Der Nachteil solcher Optiken besteht darin, dass entweder die Oberflächenform die erforderliche Genauigkeit aufweist, aber die Oberflächenrauhigkeit zu groß ist, um eine hohe Reflektivität für Röntgenstrahlung zu verwirklichen – oder aber die Oberfläche besitzt durch gutes Polieren eine entsprechend geringe Rauhigkeit, aber die Formgenauigkeit geht dabei verloren, wodurch die Aberrationen auftreten. Insbesondere besitzen die durch solche Schleif- und Polierprozesse herstellbaren Optiken stets relativ lange Brennweiten im Bereich von 1 bis zu mehreren 10 cm.

[0019] Ein Spiegelkondensor mit elliptischer Oberfläche wird in der DE 40 27 285 A1 zusammen mit einer Zonenplatte zur Bildung eines Röntgenmikroskops eingesetzt.

[0020] Soll ein Beleuchtungsfleck mit einem Durchmesser von 10–20 µm erreicht werden, sind extreme, kaum zu realisierende Anforderungen an die Qualität der reflektierenden Oberfläche und die Justierung der Optik im Strahl zu stellen.

[0021] Wird ein Röntgenmikroskop an einem Undulator betrieben, so ist dessen Schwerpunktwellenlänge durchstimmbar. Könnte die Monochromasie der Strahlung mittels eines Monochromators in den Sub-Promillebereich verbessert werden, wäre es möglich, nacheinander Bilder bei sehr geringfügig unterschiedlichen Wellenlängen in der Nähe der Absorptionskante eines in der Probe enthaltenen Elementes aufzunehmen. Dabei kann dessen Absorptionskante durch die Art der chemischen Bindung mit anderen Elementen geringfügig verschoben sein. Eine solche Kantenverschiebung würde sich in einem als Funktion der Wellenlänge geänderten Bildkontrast sichtbar machen lassen. Solche spektral hochaufgelösten Bilder aus abbildenden Transmissions-Röntgenmikroskopen gibt es bislang nicht. Es wäre aber wünschenswert, Röntgenmikroskope mit abstimmbarer Strahlung, deren Monochromasie jeweils besser als ist als 1000 zu betreiben, damit spektroskopische Untersuchungen ermöglicht werden, die ortsaufgelöste Information über den Bindungszustand bestimmter interessierender Elemente liefern.

[0022] Für Monochromatoren in Transmissions-Röntgenmikroskopen kamen bislang in Betracht:

a) Zonenplattenkondensoren in Verbindung mit einer Monochromatorlochblende unmittelbar vor dem Fokus einer gewünschten Wellenlänge,

b) eine Kombination von Beugungsgitter mit Kondensorzonenplatte,

c) Kondensorzonenplatten oder Off-Axis Kondensorzonenplatten, verbunden mit durch Schleifen und Polieren hergestellten Spiegeloptiken mit einfacher oder zweifacher Reflexion der Strahlen.

[0023] Der Nachteil dieser Lösungen mit durchstimmbaren Kondensoren besteht darin, dass mit ihnen bislang keine Bandbreite besser als 1 Promille (entspricht einer Monochromasie von 1000) erreicht wurde und dass sie nur speziell für die Röntgenmikroskopie entwickelte Monochromatoren benutzen, die bislang nicht ausentwickelt erhältlich sind. Besonders nachteilig sind außerdem an diesen Lösungen die folgenden drei Merkmale:

- Eine Änderung der Wellenlänge wegen der Wellenlängenabhängigkeit der Brennweite der darin verwendeten Beugungsoptiken (wie z. B. einer Kondensorzonenplatte) ist nur durch Fahren dieser Zonenplatte entlang der optischen Achse des Mikroskops möglich, was eine in der Praxis extreme Genauigkeit der Parallelität zwischen Fahrbahn und optischer Achse im µrad Bereich erfordert, da sich der Fokus beim Fahren nicht seitlich aus dem zu beleuchtenden Objektbereich verschieben darf.
- Das zu untersuchende Objekt befindet sich direkt in der Ebene der Monochromatorlochblende oder in deren unmittelbarer Nähe. Dadurch ist es nicht möglich das Objekt auf einem beweglichen Halter anzuordnen, um das Objekt in verschiedenen Ebenen und aus unterschiedlichen Richtungen darzustellen, wie es für CT-Aufnahmen erforderlich ist.
- Bei Verwendung von Kondensorzonenplatten oder Off-Axis Kondensorzonenplatten in Verbindung mit Spiegeloptiken wird zwar keine Monochromatorblende benötigt, da die Beleuchtung der Objektebene mit einem streifenförmigen Spektrum erfolgt, das in eine Richtung Dispersion zeigt. Dies hat aber den Nachteil, dass dadurch das Objekt großflächig, streifenförmig und hierin mit nahezu konstanter Intensität auch mit Strahlung anderer Wellenlängen bestrahlt wird, die aber nicht zur Abbildung genutzt wird, die die Temperatur des Objektes erhöht und an diesem Strahlenschäden entstehen.

[0024] Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Röntgenmikroskop mit einer Kondensor-Monochromator-Anordnung anzugeben, das in der Wellenlänge bei einer Bandbreite von 1 bis 0,1 Promille durchstimmbar ist, bei dem die Röntgenstrahlung auf ein Gebiet von wenigen µm Durchmesser im Objektbereich des Röntgenmikroskops fokussiert wird, ohne dass der Beleuchtungsfleck in seitlicher und/oder in Längsrichtung bei Wellenlängenänderungen nachjustiert werden muss und bei dem sich keine Monochromatorlochblende in der Nähe der Objektebene befindet.

[0025] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch eine Anordnung mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst, indem das von einem in der Synchrotronstrahlungsforschung üblichen durchstimmbaren Monochromator ausgehende monochromatische Strahlenbündel mittels einer Kapillaroptik auf einen nahezu raumfest positionierten Fokusfleck im Röntgenmikroskop gebündelt wird. Dieser Fokusfleck liegt in einer Entfernung von einigen Millimetern hinter der Kapillaroptik und weist einen Durchmesser von typisch kleiner 0,1 mm auf. Da die Strahlung durch Spiegelung in der Kapillaroptik gebündelt wird, wird der Fokusfleck unabhängig von der Wellenlänge stets an derselben Position gebildet. Der verwendete Monochromator liefert ein nahezu paralleles stabiles Strahlenbündel mit einem Durchmesser von nur wenigen Millimetern, so dass eine Kapillaroptik mit einem Eingangsdurchmesser von ca. 2 mm verwendet wird, die die Röntgenstrahlen hohlkegelförmig auf

das zu untersuchende Objekt lenkt und eine Fläche mit einem Durchmesser von weniger als einem Millimeter beleuchtet. Der Fokusfleck befindet sich ca. 2 mm hinter dem Strahlenausgang der Kapillaroptik.

[0026] Vorzugsweise wird zur Erzeugung des monochromatischen Strahlenbündels ein durchstimmbarer Plangitter-Monochromator verwendet.

[0027] Das parallele monochromatische Strahlenbündel kann aber auch mittels eines freien Elektronenlasers (FEL) gewonnen werden oder aus einem gebräuchlichen Kristallmonochromator.

[0028] Wird aus einem Plangittermonochromator oder Kristallmonochromator oder FEL ein nahezu paralleles monochromatisches Strahlenbündel gewonnen, das direkt von der Kapillaroptik aufgenommen wird, so wird zur Erzeugung des Fokusflecks eine Kapillaroptik verwendet, deren Reflexionsfläche die Form eines Rotationsparaboloids aufweist.

[0029] Es ist auch möglich, eine Kapillare zu nutzen, die intern zwei verschiedene Reflexionsflächen besitzt, z. B. eine parabolische gekoppelt mit einer sich anschließenden hyperbolischen. Werden die einfallenden parallelen Strahlen jeweils an beiden Flächen reflektiert, so ergeben sich besonders vorteilhafte Abbildungseigenschaften des aus der Röntgenastronomie bekannten „Wolterteleskops". Der Durchmesser und die Form des erzeugten Lichtflecks sind dann wesentlich unempfindlicher gegenüber einer Verkippung der Richtung der einfallenden Strahlung.

[0030] Ist dagegen zwischen dem Monochromator und der Kapillaroptik ein Refokussierspiegel angeordnet, der die Strahlung zur Konvergenz bringt – in einen Brennpunkt mit üblicherweise größerem Durchmesser –, so wird eine Kapillaroptik mit einer rotationsellipsoidalen Reflexionsfläche verwendet, deren einer Brennpunkt im genannten Konvergenzpunkt des Monochromators positioniert wird. Alternativ kann auch eine Kapillare genutzt werden, die intern zwei rotationssymmetrische Reflexionsflächen besitzt, die in diesem Fall bei leicht divergenter Strahlung ellipsoidal und hyperbolisch sind. Dieses gilt auch bei Verwendung anderer Monochromatoren, deren Strahlungsquellpunkte im Endlichen liegen, so dass die Strahlung beim Auftreffen auf die Kapillare eine merkliche Divergenz besitzt.

[0031] Es ist aber auch möglich, das monochromatische Strahlenbündel mittels eines üblichen Zonenplattenmonochromators, bestehend aus einer Kondensorzonenplatte, einer strahlungsundurchlässigen Blende und einer Monochromatorlochblende, zu erzeugen. Da auch in diesem Fall kein paralleles monochromatisches Strahlenbündel auf die Kapillaroptik trifft, sondern Strahlung, die einen Konvergenzpunkt besitzt, weist die Reflexionsfläche der Kapillaroptik ebenfalls die Form eines Rotationsellipsoids auf.

[0032] Die Kapillaroptik ist als solche in der Röntgenoptik bekannt und besteht aus einem dünnen Glasrohr, dessen Innendurchmesser die Form eines Rotationsellipsoids besitzt. Diese Fläche wird mit einem Ziehverfahren eines bis zum Erweichen erhitzten Glasrohres durch Variation der Ziehgeschwindigkeit erzeugt. Eine Kapillaroptik weist üblicherweise einen Innendurchmesser von ca. 2 mm auf, so dass aus dem Strahlenbündel ein Durchmesserbereich von einigen Millimetern aufgefangen wird.

[0033] In dem Übersichtsartikel (Aufsatz 1) von F. Adams et al. (Microscopic X-ray fluorescence analysis and related methods with laboratory and synchrotron radiation sources, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, Vol. 13, 1998 S. 319–331) und dem Übersichtsartikel (Aufsatz 2) von I. Snigireva (X-ray microanalytical techniques based on synchrotron radiation, Journal of Environmental Monitoring, 8, 2006 S. 33–42) werden verschiedene Röntgenoptiken zur Mikrofokussierung und in dem Aufsatz 1 von F. Adams ausführlich auch verschiedene Kapillaroptiken besprochen.

[0034] In dem Aufsatz 3 von S. Ohzawa et al. (High intensity monocapillary X-ray guide tube with 10 micrometer spatial resolution for analytical X-ray microscope, Spectrochimica Acta Part B, 59, 2004 S. 1295–1299) sind die Eigenschaften von Monokapillaren und Polykapillaren für den Einsatz in Röntgenmikroskopen gegenübergestellt. Im Aufsatz 4 von G. Falkenberg et al. (Upgrade of the x-ray fluorescence beamline at HASYLAB/DESY, X-Ray Spectrometry, 30, 2001 S. 170–173) sind die Eigenschaften der Mikrofokussierung von elliptischen und konischen Monokapillaren beschrieben.

[0035] In weiterer Ausgestaltung der Erfindung wird zentral vor der Kapillaroptik eine abschattende Kreisscheibenblende angeordnet, die etwas größer ist als der freie Durchmesser der Kapillare an ihrem Strahlaustrittsende. Die Blende kann mit der Kapillaroptik verbunden sein, damit sie sich bei Rasterbewegungen der Kapillare mitbewegt. Die Blende verhindert, dass direktes Licht in Geradeausrichtung auf der optischen Achse – d. h. ohne Reflexion – die Kapillare durchdringen kann. Dies ist notwendig, wenn die Beleuchtung der Kapillare nicht ringförmig oder hohlkegelförmig ist. Dieses direkte Licht würde sich sonst störend in der Bildmitte des Röntgenmikroskops als kleiner sehr heller Lichtpunkt bemerkbar machen, der wenige Prozent der Bildfläche ausmacht, aber die Funktion des Mikroskops als solches nicht beeinträchtigen würde.

[0036] Damit auch Objekte untersucht werden können, die größere Abmessungen als der Fokusfleck

haben, kann die Kapillaroptik mit Hilfe eines mechanischen, z. B. piezoelektrischen Antriebs in Höhe und Seite rasterförmig parallel verschoben werden, um ein größeres Feld des Objektbereichs auszuleuchten. Somit kann der Fokusfleck rasterförmig über die Probe geführt und nacheinander verschiedene Positionen der Probe untersucht werden.

[0037] Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung können den Unteransprüchen entnommen werden.

[0038] Das erfindungsgemäße Röntgenmikroskop mit Kondensor-Monochromator-Anordnung weist gegenüber dem bekannten Stand der Technik drei wesentliche Vorteile auf:

Die Kapillaroptik erzeugt einen nahezu raumfest positionierten Fokusfleck in einer Entfernung von einigen Millimetern hinter der Kapillaroptik, ohne dass der Fokusfleck in seitlicher und/oder in Längsrichtung nachjustiert werden muss. Da ein Plangittermonochromator (PGM) einen monochromatischen Strahl liefert, dessen Divergenz sich, auch bei Änderung der Wellenlänge, (fast) nicht ändert, bildet die Kapillaroptik den Fokusfleck stets an derselben Stelle ab. Wird dagegen ein Zonenplattenmonochromator verwendet, ändert sich bei Wellenlängenänderungen die Divergenz der Strahlung und damit die Brennweite der Zonenplatte. Das bedeutet auch eine Änderung der Position der Monochromatorlochblende und damit auch zwangsläufig eine Änderung der Position der Kapillaroptik. Um aber die Kapillaroptik und damit den Fokusfleck hinter der Kapillaroptik raumfest zu lassen, kann man den Zonenplattenmonochromator entlang der optischen Achse verschieben, bis die raumfeste Kapillaroptik hinter der Monochromatorlochblende wieder optimal beleuchtet ist.

[0039] Der andere wesentliche Vorteil besteht darin, dass sich bei dem erfindungsgemäßen Röntgenmikroskop mit Kondensor-Monochromator-Anordnung in unmittelbarer Nähe der Objektebene keine Monochromatorlochblende und keine anderen Bauelemente befinden, so dass das zu untersuchende Objekt, das auf einem entsprechenden Halter befestigt ist, in seiner Position/Ausrichtung zum Strahlengang relativ frei bewegbar ist. Somit lassen sich nacheinander Aufnahmen aus verschiedenen Blickrichtungen, eine Computer-Tomographie, erstellen.

[0040] Der dritte Vorteil ist, dass mit einem Plangittermonochromator oder einem Kristallmonochromator zuverlässige, kommerziell erhältlich Monochromatoren benutzt werden können, die eine spektrale Auflösung im Subpromille Bereich besitzen und die damit eine bislang nicht erreichte spektral hochaufgelöste abbildende Röntgenmikroskopie ermöglichen.

[0041] Die Verwendung einer Kapillaroptik ist außerdem kostengünstig, da sie durch ein preisgünstiges Schmelz- und Ziehverfahren hergestellt wird und nicht durch teure Schleif- und Polierverfahren. Durch das zu ihrer Herstellung verwendete Schmelz- und Ziehverfahren lassen sich vorteilhafterweise Kapillaroptiken mit einem sonst nicht zu verwirklichenden geringen Durchmesser erzeugen, wodurch Brennweiten von wenigen Millimetern verwirklicht werden können. Entsprechend schrumpft auch die Größe des Beleuchtungsflecks und der Aberrationen, hervorgerufen durch etwaige Ungenauigkeiten der Form der reflektierenden Oberfläche, sind in ihren absoluten Dimensionen entsprechend geringer.

[0042] Das erfindungsgemäße Röntgenmikroskop mit einer Kondensor-Monochromator-Anordnung hoher spektraler Auflösung wird an Hand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. Die zugehörigen Zeichnungen stellen dar:

[0043] Fig. 1: Schematische Darstellung eines Röntgenmikroskops mit einem Zonenplattenmonochromator und Monochromatorlochblende (Stand der Technik)

[0044] Fig. 2: Schematische Darstellung eines Röntgenmikroskops unter Verwendung einer Kapillaroptik mit einem durchstimmbaren Plangitter-Monochromator und Refokussierspiegel

[0045] Fig. 3: Schematische Darstellung eines Röntgenmikroskops unter Verwendung einer Kapillaroptik mit einem durchstimmbaren Plangitter-Monochromator

[0046] Fig. 4: Schematische Darstellung eines Röntgenmikroskops unter Verwendung einer Kapillaroptik mit einem Zonenplattenmonochromator und einer Monochromatorlochblende

[0047] In der Fig. 1 ist ein bekanntes Röntgenmikroskop unter Verwendung eines Zonenplattenmonochromators **1.2** und einer Monochromatorlochblende **12** dargestellt. Die einfallende Röntgenstrahlung **4**, die von einem Elektronenstrahl-Speicherring erzeugt wird, trifft auf den ringförmigen Zonenplattenkondensor **5**. Mittels dieses Zonenplattenkondensor **5** wird die Strahlung **4** auf das zu untersuchende Objekt **7** fokussiert. Direkt hinter dem Zonenplattenkondensor **5** ist eine Blende **6** angeordnet, die die zentrale Strahlung ausgeblendet. Damit die gewünschte Monochromasie erreicht wird und der bestrahlte Bereich auf die Größe des nutzbaren Bildfeldes von typisch von 20 µm begrenzt wird, um eine übermäßige unnötige Energiezufuhr in das Objekt zu vermeiden, ist direkt vor dem Objekt eine Monochromatorlochblende **12** angeordnet. In entsprechender Entfernung hinter dem Objekt **7** ist das Röntgenobjektiv **8** angeordnet, welches das Strahlenbündel, das das Objekt **7** durchdrungen

hat, auffängt. Das Röntgenobjektiv **8** erzeugt ein reelles Bild des Objektes **7** auf einer ortsauflösenden Detektoreinrichtung **10**, die nach einer Bildintegrationszeit ein Bildsignal an einen Monitor ausgibt. Die Detektoreinrichtung **10** ist üblicherweise eine CCD-Kamera, die das Bild aufzeichnet. Das gesamte Röntgenmikroskop ist in einem Vakuumkessel **9** untergebracht.

[0048] In der Fig. 2 ist eine erste Ausführungsform des erfindungsgemäßen Röntgenmikroskops mit Kondensor-Monochromator-Anordnung dargestellt, wobei die einfallende Röntgenstrahlung **4**, die von einem Elektronenstrahl-Speicherring erzeugt wird, mittels eines durchstimmbaren Plangitter-Monochromators **1.1** in einen monochromatisierten Strahl gewandelt wird. Dieser monochromatisierte Strahl trifft auf einen Refokussierspiegel **2** und konvergiert im Brennpunkt **11**, der im Durchmesser typisch kleiner als 100 µm ist. Der Strahl breitet sich anschließend wieder aus bis er durch die nachgeordnete Kapillaroptik **3** aufgefangen wird. Symmetrisch zur optischen Achse und vor der Kapillaroptik **3** ist eine kleine strahlungsundurchlässige Blende **3.1** angeordnet, die verhindert, dass zentrale Röntgenstrahlen in Geradeausrichtung die Kapillaroptik **3** ohne Reflexion durchdringen können.

[0049] Die Eintrittsöffnung der Kapillaroptik **3** beträgt ca. 2 mm, was dem Ausschnitt der genutzten Strahlung entspricht. Durch die Kapillaroptik **3**, deren Reflexionsfläche die Form eines Rotationsellipsoids aufweist, wird der monochromatisierte Strahl mit steilerem Winkel reflektiert und hohlkegelförmig auf das Objekt **7**, das in der Ebene des Fokusflecks **7.1** angeordnet ist, fokussiert. Im weiteren Verlauf trifft der Strahl, der das Objekt **7** durchdrungen hat auf das Röntgenobjektiv **8**, welches ein reelles Bild des Objektes **7** erzeugt und auf einer ortsauflösenden Detektoreinrichtung **10** abbildet, die wiederum nach einer Bildintegrationszeit ein Bildsignal an einen Monitor ausgibt und das Bild aufzeichnet. Da im gewählten Beispiel ein monochromatisierter Röntgenstrahl durch den Refokussierspiegel **2** gebündelt wird, trifft dieser mit einer bestimmten Divergenz auf die Reflexionsfläche der Kapillaroptik, so dass der monochromatisierte Röntgenstrahl in einer Entfernung von ca. 2 mm hinter der Kapillaroptik **3** einen Fokusfleck **7.1** mit einem Durchmesser von weniger als 0,1 mm erzeugt. Es ist also keine Monochromatorlochblende mehr erforderlich, die sonst üblicherweise in unmittelbarer Nähe des zu untersuchenden Objekts **7** notwendig ist.

[0050] In der Fig. 3 ist eine zweite Ausführungsform des erfindungsgemäßen Röntgenmikroskops mit Kondensor-Monochromator-Anordnung dargestellt, bei der die einfallende Röntgenstrahlung **4** ebenfalls mittels eines durchstimmbaren Plangitter-Monochromators **1.1** in einen monochromatisierten Strahl gewandelt wird. Allerdings wird bei dieser Ausführung kein Refokussierspiegel **2** verwendet, so dass die nahezu parallele Röntgenstrahlung **4** direkt in die Kapillaroptik **3** eingestrahlt wird. Damit auch in diesem Fall die Röntgenstrahlung **4** in einem Fokusfleck **7.1** mit einem Durchmesser von weniger als 0, 1 mm in einer Entfernung von ca. 2 mm hinter der Kapillaroptik **3** hohlkegelförmig auf das Objekt **7** fokussiert wird, besitzt die Oberfläche der Kapillaroptik **3** die Form eines Rotationsparaboloids. Alle weiteren Elemente entsprechen der Ausführung gem. Fig. 2.

[0051] In der Fig. 4 ist eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Röntgenmikroskops mit Kondensor-Monochromator-Anordnung dargestellt, bei der die einfallende Röntgenstrahlung **4** mit Hilfe eines Zonenplattenmonochromators **1.2**, bestehend aus einem Zonenplattenkondensor **5**, einer strahlungsundurchlässigen Blende **6** sowie einer Monochromatorlochblende **12**, fokussiert wird, wobei im Brennpunkt **13** des Zonenplattenkondensors **5** die Aperturanpassung gelingt. Die in der Ebene des Brennpunkts **13** angeordnete Monochromatorlochblende **12** dient als virtuelle Quelle, die mit Hilfe der Kapillaroptik **3** verkleinert und wieder in einem Fokusfleck **7.1** mit einem Durchmesser von weniger als 0,1 mm in einer Entfernung von ca. 2 mm hinter der Kapillaroptik **3** die Röntgenstrahlung hohlkegelförmig auf das Objekt **7** fokussiert. Da auch bei dieser Ausführung ein Röntgenstrahl in die Kapillaroptik **3** eintritt, der eine gewisse Divergenz hat, weist die Reflexionsfläche der Kapillaroptik **3** die Form eines Rotationsellipsoids auf. Eine Blende unmittelbar vor dem Objekt ist auch bei dieser Ausführung nicht erforderlich. Alle weiteren Elemente des Röntgenmikroskops entsprechen auch bei diesem Beispiel der Ausführung gem. Fig. 2.

Bezugszeichenliste

1.1	Plangittermonochromator
1.2	Zonenplattenmonochromator
2	Refokussierspiegel
3	Kapillaroptik
3.1	Blende der Kapillaroptik
4	einfallende Röntgenstrahlung
5	Zonenplattenkondensor
6	strahlungsundurchlässige Blende
7	zu untersuchendes Objekt
7.1	Fokusfleck der Kapillaroptik
8	Röntgenobjektiv
9	Vakuumkessel
10	Detektoreinrichtung (CCD-Kamera)
11	Brennpunkt des Refokussierspiegels
12	Monochromatorlochblende
13	Brennpunkt des Zonenplattenkondensors

Patentansprüche

1. Röntgenmikroskop mit Kondensor-Monochromator-Anordnung hoher spektraler Auflösung zur abbildenden Röntgenmikroskopie unter Verwendung eines Monochromators, bei dem als Kondensor eine Kapillaroptik verwendet wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein monochromatisches Strahlenbündel (**4**), das mittels eines durchstimmbaren Monochromators in der Wellenlänge bei einer Bandbreite von 1 bis 0,1 Promille durchstimmbar ist, durch die Kapillaroptik mit ringförmiger Apertur (**3**) auf einen, unabhängig von der Wellenlänge, nahezu raumfest positionierten Fokusfleck (**7.1**) in einer Entfernung von einigen Millimetern hinter der Kapillaroptik (**3**) auf einen Durchmesser von typisch kleiner 0,1 mm bündelbar ist und das zu untersuchende Objekt (**7**) in der Ebene des Fokusflecks (**7.1**) angeordnet ist.

2. Röntgenmikroskop nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das monochromatische Strahlenbündel (**4**) mittels eines durchstimmbaren Plangitter-Monochromators (**1.1**) erzeugbar ist.

3. Röntgenmikroskop nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das monochromatische Strahlenbündel (**4**) mittels eines monochromatischen und nahezu parallelen Strahls eines freien Elektronenlasers (FEL) erzeugbar ist.

4. Röntgenmikroskop nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das monochromatische Strahlenbündel (**4**) mittels eines Kristallmonochromators erzeugbar ist.

5. Röntgenmikroskop nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Kapillaroptik (**3**) eine Reflexionsfläche in Form eines Rotationsparaboloids aufweist.

6. Röntgenmikroskop nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Kapillaroptik (**3**) zwei hintereinanderliegende rotationssymmetrische Reflexionsflächen zur zweifachen Reflexion der Strahlung aufweist.

7. Röntgenmikroskop nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen dem Plangitter-Monochromator und der Kapillaroptik (**3**) ein Refokussierspiegel (**2**) angeordnet ist.

8. Röntgenmikroskop nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das monochromatische Strahlenbündel (**4**) mittels eines Zonenplattenmonochromators (**1.2**), bestehend aus Kondensorzonenplatte (**5**), strahlungsundurchlässiger Blende (**6**) und Monochromatorblende (**12**), erzeugbar ist.

9. Röntgenmikroskop nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Kapillaroptik (**3**) eine Reflexionsfläche in Form eines Rotationsellipsoids aufweist.

10. Röntgenmikroskop nach den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Kapillaroptik (**3**) Strahlung aus dem Strahlenbündel (**4**) mit einem Durchmesserbereich von einigen Millimetern auffängt.

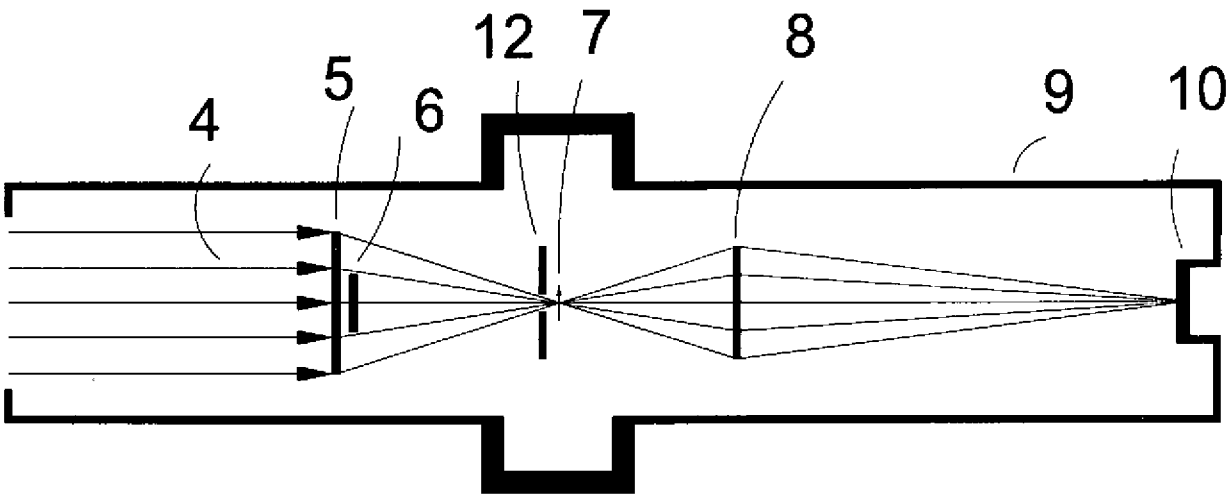
11. Röntgenmikroskop nach den Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Kapillaroptik (**3**) an einem Rastermechanismus befestigt ist, mit der der Fokusfleck (**7.1**) über das Objekt (**7**) rasterbar ist.

12. Röntgenmikroskop nach den Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass vor der Kapillaroptik (**3**) eine kreisscheibenförmige röntgenstrahlungsundurchlässige Blende (**3.1**) angeordnet ist, deren Durchmesser etwas größer ist als der Innendurchmesser der Kapillaroptik (**3**).

13. Röntgenmikroskop nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Blende (**3.1**) direkt mit der Kapillaroptik (**3**) verbunden ist.

Es folgen 4 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen



Stand der Technik

Fig. 1

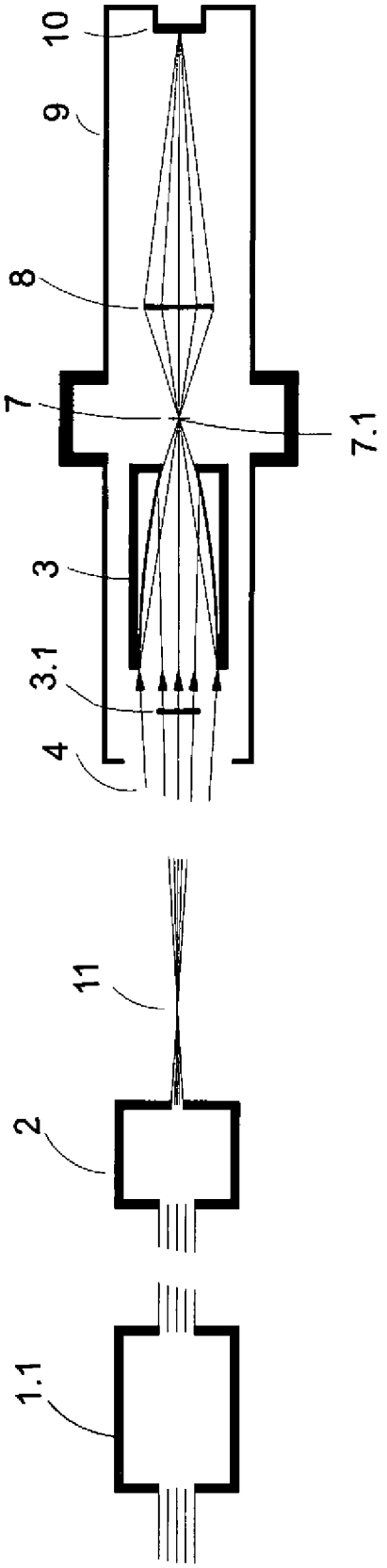


Fig. 2

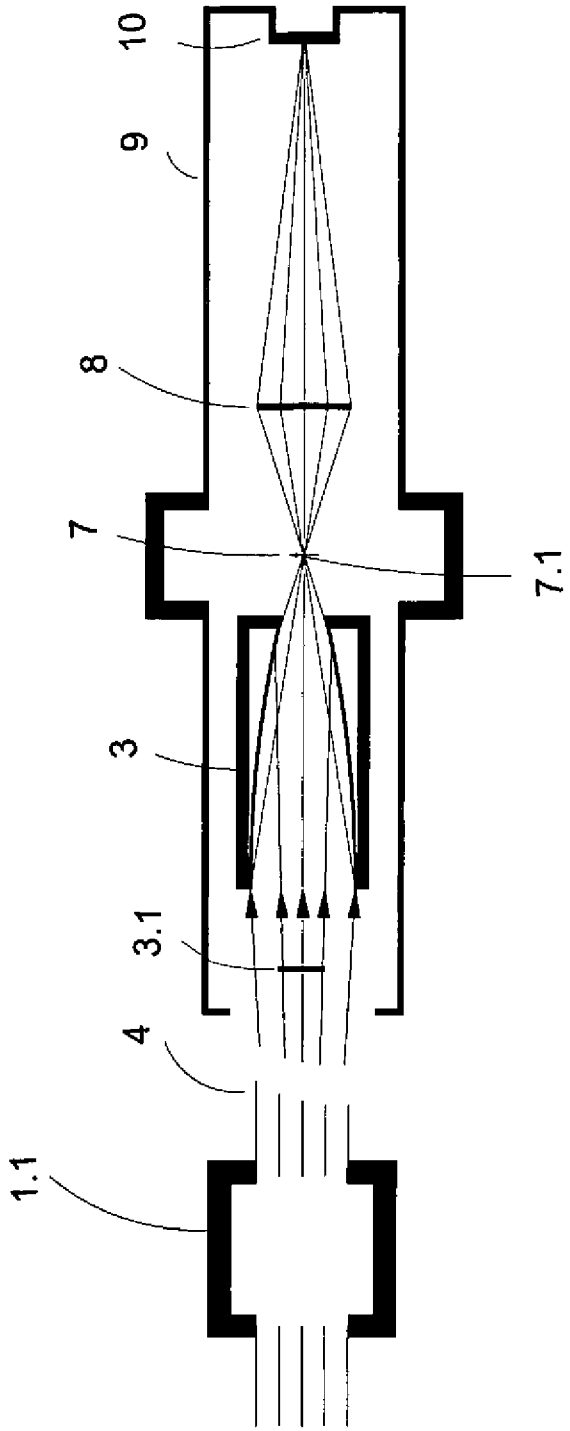


Fig. 3

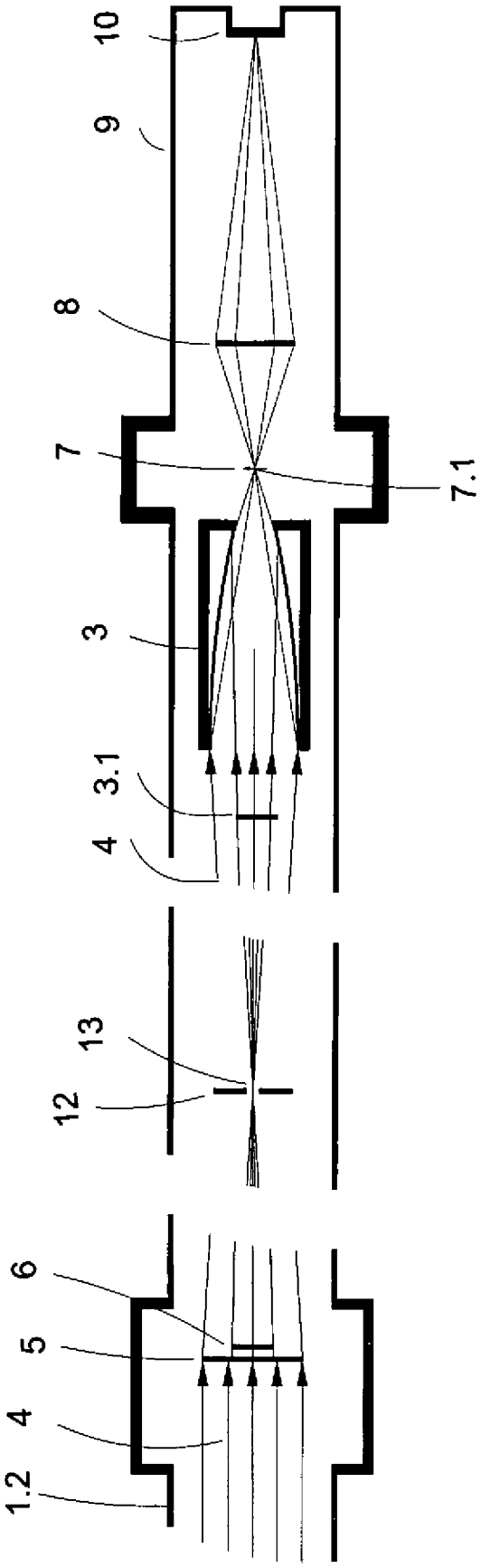


Fig. 4