



(10) **DE 10 2010 027 596 B4** 2015.04.23

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2010 027 596.4**
(22) Anmeldetag: **19.07.2010**
(43) Offenlegungstag: **19.01.2012**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **23.04.2015**

(51) Int Cl.: **G03F 7/20 (2006.01)**
B81B 1/00 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)
G21K 1/06 (2006.01)

Innerhalb von neun 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:
Siemens Aktiengesellschaft, 80333 München, DE

(72) Erfinder:
Hoheisel, Martin, Dr., 91056 Erlangen, DE

(56) Ermittelter Stand der Technik:

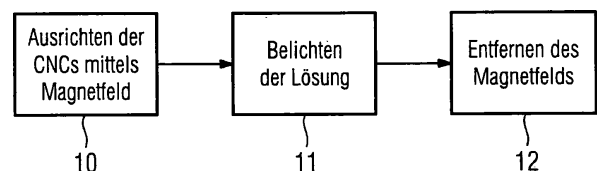
US 2005 / 0 142 385 A1
US 3 927 930 A

Kim, H. et al.: "Structural color printing using a magnetically tunable and lithographically fixable photonic crystal", Nature Photonics Vol. 3, SA. 534-549, 2009

(54) Bezeichnung: **Verwendung eines Gitters in einem Phasenkontrast-Röntgensystem und Phasenkontrast-Röntgensystem**

(57) Hauptanspruch: Verwendung eines Gitters mit einer Gitterkonstante von weniger als 100 µm in einem Phasenkontrast-Röntgensystem mit einer Röntgenquelle, einem Röntgendetektor, einem Phasengitter und einem Amplitudengitter, wobei das Gitter durch ein Herstellungsverfahren mittels einer Lösung aus superparamagnetischen kolloidalen Nanokristall-Clustern (CNCs; 13), einer Lösemittelflüssigkeit und einem belichtungs-aushärtbarem Harz mit folgenden Schritten hergestellt wird:

– Ausrichten der CNCs in der Lösung mittels eines externen Magnetfeldes (Schritt 10),
– Belichten der Lösung mittels einer Belichtungsanordnung (Schritt 11), so dass das Harz aushärtet und dass Gitterstrukturen einer vorgesehenen Gitterkonstante erzeugt werden, und
– Entfernen des Magnetfeldes (Schritt 12), wobei das Gitter als Phasengitter oder Amplitudengitter verwendet wird.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Verwendung eines Gitters mit einer Gitterkonstante von weniger als 100 μm in einem Phasenkontrast-Röntgensystem gemäß dem Patentanspruch 1 sowie ein Phasenkontrast-Röntgensystem gemäß dem Patentanspruch 8.

[0002] Eine vielversprechende neue Methode zur Phasenkontrast-Bildgebung beruht auf dem Talbot-Verfahren. Dabei ist kein aufwändiges Synchrotron wie bei älteren bekannten Methoden erforderlich, sondern es kann eine herkömmliche Röntgenröhre verwendet werden. Eine Beschreibung des Verfahrens findet sich beispielsweise in der Schrift US 7,564,941 B2. Bei dem Verfahren werden verschiedene Gitter in den Strahlengang eingefügt, die einen sehr kleinen Abstand der einzelnen Lamellen von nur wenigen Mikrometern und außerdem ein hohes Aspekt-Verhältnis benötigen. Die Herstellung derartiger Gitter stellt eine große Herausforderung dar, für die es noch keine nachteilsfreien Lösungen gibt. Eine bekannte untersuchte Technik gründet sich auf das LIGA-Verfahren, wobei das Akronym LIGA für die Schritte Lithographie, Galvanik und Abformung steht. Dieses Verfahren, das in der Schrift DE 41 07 662 A1 beschrieben ist, ist allerdings sehr aufwändig. Eine alternative Methode beruht auf dem Ätzen von porösem Silizium. Dieses Verfahren ist beispielsweise in der Schrift DE 100 47 664 A1 beschrieben, befindet sich allerdings noch in der Erprobungsphase.

[0003] Aus der US 2005/0142385 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung eines Speichermediums mit einer regelmäßigen Struktur bekannt, welches Verfahren superparamagnetische Partikel in einem wärmeaushärtbaren Harz mittels eines Magnetfeldes ausrichtet und durch Zufuhr von Wärme aushärtet. Aus der US 3,927,930 A sind Vorrichtungen zur Polarisierung von Licht bekannt, bei welchen Ferritpartikel in einer Lösung mittels eines Magnetfeldes ausgerichtet werden.

[0004] Es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein mittels eines Verfahrens, welches eine einfache und praktikable Möglichkeit zur Herstellung eines Gitters mit sehr geringer Gitterkonstante und von hoher Qualität bietet, hergestelltes Gitter in einem Phasenkontrast-Röntgensystem zu verwenden. Des Weiteren ist es Aufgabe der Erfindung, ein für die Verwendung eines solchen Gitters geeignetes Röntgengerät bereitzustellen.

[0005] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch eine Verwendung eines Gitters mit einer Gitterkonstante von weniger als 100 μm in einem Phasenkontrast-Röntgensystem gemäß dem Patentanspruch 1 und von einer Vorrichtung gemäß dem Patentanspruch 8. Vorteilhafte Ausgestaltungen der Er-

findung sind jeweils Gegenstand der zugehörigen Unteransprüche.

[0006] Erfindungsgemäß wird ein Gitter mit einer Gitterkonstante von weniger als 100 μm in einem Phasenkontrast-Röntgensystem mit einer Röntgenquelle, einem Röntgendetektor, einem Phasengitter und einem Amplitudengitter verwendet, wobei das Gitter durch ein Herstellungsverfahren mittels einer Lösung aus superparamagnetischen kolloidalen Nanokristall-Clustern (CNCs), einer Lösemittelflüssigkeit und einem belichtungs-aushärtbarem Harz mit den folgenden Schritten hergestellt wird:

- Ausrichten der CNCs in der Lösung mittels eines externen Magnetfelds,
- Belichten der Lösung mittels einer Belichtungs-vorrichtung, so dass das Harz aushärtet und dass Gitterstrukturen einer vorgesehenen Gitterkonstante erzeugt werden, und
- Entfernen des Magnetfeldes,

wobei das Gitter als Phasengitter oder Amplitudengitter verwendet wird.

[0007] Mittels des Verfahrens lassen sich mit geringem Aufwand und auf einfache Weise mittels der CNCs sehr feine Gitterstrukturen herstellen. Neben den Materialien sind lediglich das Anlegen eines externen Magnetfeldes sowie eine Belichtung zur Aushärtung des Harzes erforderlich. Die Einstellung von Gitterabständen kann dabei in vorteilhafter Weise durch die Belichtung durchgeführt werden, zum Beispiel durch das Anlegen eines strukturierten Lichtstrahlenmusters, welches von der Belichtungs-vorrichtung erzeugt wird. Insbesondere kann mittels des Verfahrens ein Absorptionsgitter wie zum Beispiel ein Amplitudengitter für ein Phasenkontrast-Röntgensystem hergestellt werden.

[0008] Ein Verfahren zur Herstellung von strukturellen Farben ist aus der Schrift "Structural color printing using a magnetically tunable and lithographically fixable photonic crystal" von Hyoki Kim, Jianping Ge, Junhoi Kim, Sung-eun Choi, Hosuk Lee, Howon Lee, Wook Park, Yadong Yin und Sunghoon Kwon, Nature Photonics Vol. 3, September 2009, Seiten 534 bis 540, bekannt. Die Erfindung nutzt insbesondere eine Lösung aus CNCs, einem Lösungsmittel und einem belichtungs-aushärtbarem Harz.

[0009] Nach einer Ausgestaltung der Erfindung werden die CNCs von einem Cluster von Einzeldomänen-Nanokristallen aus Magnetit (Fe_3O_4) gebildet. Diese können z. B. jeweils von einer Siliziumdioxid-Hülle umhüllt sein. Superparamagnetisches Magnetit lässt sich besonders einfach und mittels eines Magnetfeldes beeinflussen.

[0010] In vorteilhafter Weise für eine besonders gute Haltbarkeit, Löslichkeit und leichte Ausrichtbarkeit

der CNCs werden polare Lösemittelflüssigkeiten verwendet, zum Beispiel Ethanol, Methanol oder Wasser.

[0011] Zweckmäßigerweise wird der belichtungsaushärtbare Harz von Polyethylenglycol-Diacrylate, insbesondere mit 15 wt% Photoinitiator, gebildet. Es können auch alternative belichtungsaushärtbare Harze verwendet werden.

[0012] Eine besonders vorteilhafte Belichtungsvorrichtung wird von einem digitalen Mikrospiegel-Array (DMD) gebildet. Ein solches DMD bildet bei Bedarf verschiedene strukturierte Lichtstrahlenmuster mit Hilfe von verstellbaren Mikrospiegeln. Die Lichtstrahlenmuster können hier sehr fein strukturiert sein, also auch deutlich unter 100 μm . Es kann zum Beispiel sichtbares oder UV-Licht zur Belichtung verwendet werden. Die Belichtung kann schrittweise erfolgen oder von einer großflächigen Belichtungsvorrichtung durch gleichzeitige Belichtung großer Bereiche der Lösung mit den ausgerichteten CNCs durchgeführt werden.

[0013] Nach einer Ausgestaltung der Erfindung wird eine Magnetfeldstärke des Magnetfeldes zwischen 1 G und 1000 G verwendet.

[0014] Es wird außerdem ein Phasenkontrast-Röntgensystem, aufweisend eine Röntgenquelle, einen Röntgendetektor, ein Phasengitter und ein Amplitudengitter, wobei zumindest ein Phasengitter und/oder ein Amplitudengitter nach dem beschriebenen Verfahren hergestellt sind, beansprucht. Phasenkontrast-Röntgensysteme sind auf besonders hochwertige, besonders feine Gitter angewiesen, um Röntgenbilder hoher Bildqualität zu erzeugen.

[0015] Die Erfindung sowie weitere vorteilhafte Ausgestaltungen gemäß den Merkmalen der Unteransprüche werden im Folgenden anhand schematisch dargestellter Ausführungsbeispiele in der Zeichnung näher erläutert, ohne dass dadurch eine Beschränkung der Erfindung auf diese Ausführungsbeispiele erfolgt. Es zeigen:

[0016] Fig. 1 eine Abfolge des Verfahrens,

[0017] Fig. 2 eine Ansicht eines superparamagnetischen CNCs in Lösung,

[0018] Fig. 3 eine Ansicht der Ausrichtung der CNCs mittels eines externen Magnetfeldes,

[0019] Fig. 4 eine Ansicht einer Belichtungsvorrichtung zur Durchführung des Verfahrens, und

[0020] Fig. 5 eine Ansicht eines Phasenkontrast-Röntgensystems mit einem Amplitudengitter.

[0021] In der Fig. 2 ist ein Gemisch aus einem kolloidalen Nanokristall-Cluster (CNC) **13**, einer Lösemittelflüssigkeit wie Ethanol und einem Harz gezeigt. Der CNC **13** weist eine Vielzahl von Einzelkristallen aus Magnetit (Fe_3O_4) auf und kann zusätzlich eine dünne SiO_2 -Schicht **14** aufweisen. In dem Gemisch bildet sich um den CNC **13** eine Ethanol-schicht **15** herum. In einer Lösung aus CNCs, Lösemittelflüssigkeit und Harz sind die umhüllten CNCs in dem Harz **16** willkürlich verteilt.

[0022] In der Fig. 1 ist eine Abfolge des erfindungsgemäßen Verfahrens gezeigt. Als Substanz für die Herstellung des Gitters wird zunächst eine Lösung bestehend aus kolloidalen Nanokristall-Clustern aus Magnetit, Ethanol und einem belichtungsaushärtbarem Harz verwendet. Die Nanokristall-Cluster **13** sind zunächst in der Lösung willkürlich verteilt. Um die Nanokristall-Cluster auszurichten, wird in einem ersten Schritt **10** an die Lösung ein externes Magnetfeld B_{ext} angelegt. Durch das externe Magnetfeld richten sich die Nanokristall-Cluster in der Richtung der Magnetfeldlinien des Magnetfeldes aus und bilden kettenartige Strukturen. Dies ist zum Beispiel in der Fig. 3 gezeigt. Auf dem linken Bild der Fig. 3 ist kein externes Magnetfeld angelegt und die Nanokristall-Cluster **13** sind in dem Harz **16** willkürlich verteilt. Durch das Anlegen des Magnetfeldes B_{ext} werden die CNCs **13** entlang der Magnetfeldlinien **17** ausgerichtet und bilden Ketten von CNCs **13**. Die Ausrichtung und der Abstand der einzelnen CNCs kommen durch einen Ausgleich zwischen den anziehenden magnetischen Kräften auf der Basis des superparamagnetischen CNCs und den abstoßenden elektrostatischen bzw. Lösungs-Kräften zustande. Die Stärke des externen Magnetfeldes kann dabei z. B. dazu verwendet werden, die Abstände zwischen den CNCs zu verändern.

[0023] Anschließend an die Ausrichtung der CNCs **13** wird die Lösung mittels einer Belichtungsvorrichtung **26** in einem zweiten Schritt **11** belichtet. Die Gitterkonstante und die Breite der Lamellen des zu erstellenden Gitters werden hierbei durch die belichtete Form und Fläche bestimmt. So können eine Vielzahl von Belichtungsstrahlen genau so ausgebildet und ausgerichtet sein wie die geplanten Strukturen des Gitters, zum Beispiel in Form einer Matrix oder einer Linienstruktur mit festgelegter Gitterkonstante. So können große Bereiche des Gitters gleichzeitig erstellt werden. Als Belichtungsvorrichtung kann hier zum Beispiel ein digitales Mikroarray (DMD) verwendet werden, welches mittels Mikrospiegeln ein beliebiges Muster von Belichtungsstrahlen erzeugen kann. Es kann auch ein Belichtungsstrahl oder können einige wenige Belichtungsstrahlen verwendet werden, welche nacheinander wiederholt zur Belichtung verwendet und dabei jeweils um bestimmte Abstände verschoben werden. Auf diese Weise kann ebenfalls eine Gitterstruktur einer gewünschten Gitterkonstante erstellt werden.

[0024] An allen belichteten Stellen der Lösung härtet das Harz aus und bildet damit zusammen mit den nun festen CNCs Lamellen eines Gitters aus. In einem dritten Schritt **12** wird das externe Magnetfeld B_{ext} entfernt, so dass die Ausrichtung der CNCs an den nicht belichteten Stellen der Lösung beendet ist. Anschließend kann zum Beispiel die noch flüssige Lösung durch Spülen entfernt werden. Übrig bleiben damit die ausgehärteten Lamellen, die ein Gitter bilden.

[0025] In der **Fig. 4** ist eine Belichtungsanordnung **26** gezeigt, die mittels eines Belichtungsstrahles **27** die Lösung **24** mit den durch das externe Magnetfeld B_{ext} ausgerichteten CNCs belichtet und dadurch das Harz an den gewünschten Stellen zur Erzeugung eines Gitters erhärtet. Das Gitter kann dabei zum Beispiel zur Stabilisierung auf einem Substrat **28** aufgewachsen werden. Die Lösung **24** und das Substrat **28** können zum Beispiel in einem lichtdurchlässigen Behälter **25** angeordnet sein.

[0026] In der **Fig. 5** ist ein Phasenkontrast-Röntgensystem gezeigt, welches zumindest ein nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erzeugtes Gitter, nämlich ein Amplitudengitter **21**, aufweist. Das Phasenkontrast-Röntgensystem weist einen C-Bogen **22** auf, welcher eine Röntgenquelle **18** und einen Röntgendetektor **19** haltet. Dem Röntgendetektor **19** sind ein Phasengitter **20** und ein Amplitudengitter **21** vorgeschaltet. Die Komponenten des Phasenkontrast-Röntgensystems werden von einer Systemsteuerung **23** angesteuert. Die Röntgenquelle **18** sendet quasi-kohärente Röntgenstrahlung aus bzw. die nicht-kohärente Röntgenstrahlung wird durch eine Vorrichtung in quasi-kohärente Röntgenstrahlung umgewandelt. Die grundsätzliche Idee der Phasenkontrast-Bildgebung liegt darin, die genauen Positionen von mittels des Phasengitters aus quasi-kohärenter, ein Untersuchungsobjekt durchstrahlender Röntgenstrahlung erzeugten Interferenzlinien zu finden und von diesen aus die Phasenverschiebung durch das Untersuchungsobjekt zu bestimmen. Da jedoch die Abstände der Interferenzlinien im Mikrometerbereich sind, hat ein normaler Röntgendetektor nicht ausreichend Auflösung, die Interferenzlinien oder deren Maxima abzubilden. Aus diesem Grund wird das Amplitudengitter mit geringer Röntgentransparenz und möglichst derselben Periodizität und Orientierung wie die Interferenzlinien direkt vor dem Röntgendetektor angeordnet und mit diesem die Interferenzlinien abgetastet.

[0027] Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht mit Hilfe von CNCs auch sehr feine Gitterstrukturen herzustellen und dabei durch Änderung der aufprojizierten Streifen- oder Matrixstruktur auf einfache Weise die Gitterabstände einzustellen.

[0028] Die Erfindung lässt sich in folgender Weise kurz zusammenfassen: Es wird ein Verfahren zur Herstellung eines Gitters, insbesondere eines Absorptionsgitters, mit einer Gitterkonstante von weniger als 100 μm , unter Verwendung einer Lösung aus superparamagnetischen kolloidalen Nanokristall-Clustern (CNCs), einer Lösemittelflüssigkeit und einem belichtungs-aushärtbarem Harz, mit folgenden Schritten:

- Ausrichten der CNCs in der Lösung mittels eines externen Magnetfeldes,
- Belichten der Lösung, so dass das Harz aushärtet und dass Gitterstrukturen einer vorgesehenen Gitterkonstante entstehen, und
- Entfernen des Magnetfeldes,

beschrieben.

Patentansprüche

1. Verwendung eines Gitters mit einer Gitterkonstante von weniger als 100 μm in einem Phasenkontrast-Röntgensystem mit einer Röntgenquelle, einem Röntgendetektor, einem Phasengitter und einem Amplitudengitter, wobei das Gitter durch ein Herstellungsverfahren mittels einer Lösung aus superparamagnetischen kolloidalen Nanokristall-Clustern (CNCs; **13**), einer Lösemittelflüssigkeit und einem belichtungs-aushärtbarem Harz mit folgenden Schritten hergestellt wird:

- Ausrichten der CNCs in der Lösung mittels eines externen Magnetfeldes (Schritt **10**),
- Belichten der Lösung mittels einer Belichtungsanordnung (Schritt **11**), so dass das Harz aushärtet und dass Gitterstrukturen einer vorgesehenen Gitterkonstante erzeugt werden, und
- Entfernen des Magnetfeldes (Schritt **12**), wobei das Gitter als Phasengitter oder Amplitudengitter verwendet wird.

2. Verwendung nach Anspruch 1, wobei das Herstellungsverfahren derart ausgebildet ist dass die CNCs von Clustern von Einzeldomänen-Nanokristallen aus Magnetit (Fe_3O_4) gebildet werden.

3. Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Herstellungsverfahren derart ausgebildet ist dass die Lösemittelflüssigkeit polar ist und insbesondere von Ethanol gebildet wird.

4. Verwendung nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das Herstellungsverfahren derart ausgebildet ist dass das belichtungs-aushärtbare Harz von Polyethylenglycol-Diacrylate gebildet wird.

5. Verwendung nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das Herstellungsverfahren derart ausgebildet ist dass als Belichtungsanordnung ein digitales Mikrospiegel-Array (DMD) verwendet wird.

6. Verwendung nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das Herstellungsverfahren derart ausgebildet ist dass eine Magnetfeldstärke des Magnetfeldes zwischen 1 G und 1000 G verwendet wird.

7. Verwendung nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das Herstellungsverfahren derart ausgebildet ist dass die Belichtungsvorrichtung ein strukturiertes Lichtstrahlenmuster erzeugt.

8. Phasenkontrast-Röntgensystem, aufweisend eine Röntgenquelle, einen Röntgendetektor, ein Phasengitter und ein Amplitudengitter, wobei zumindest ein Gitter aus der Menge Phasengitter und Amplitudengitter nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestellt ist und in dem Phasenkontrast-Röntgensystem verwendet wird.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

FIG 1

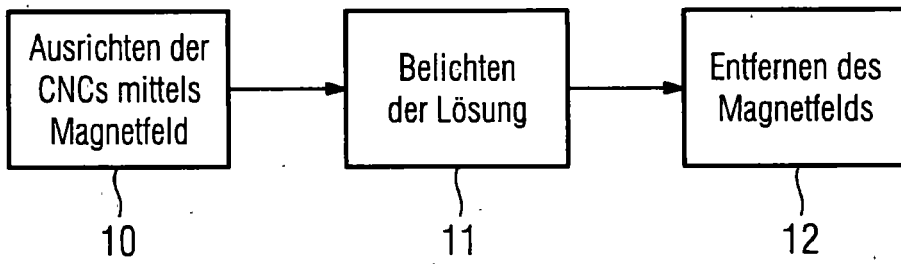


FIG 2

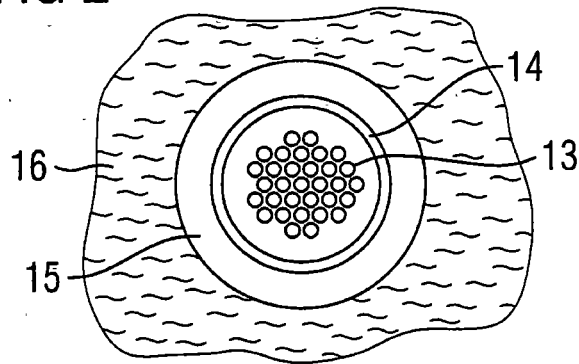


FIG 3

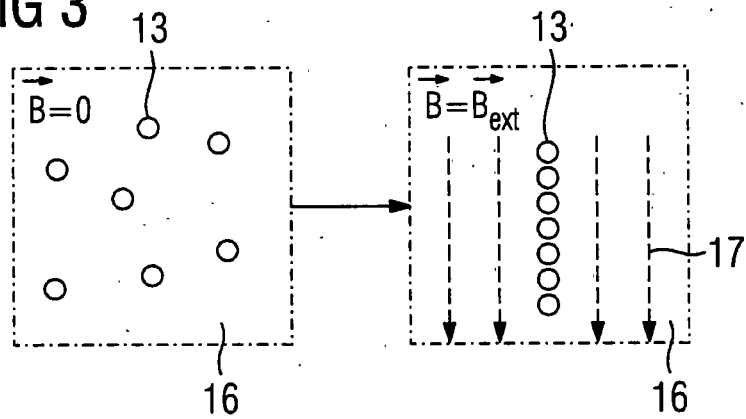


FIG 4

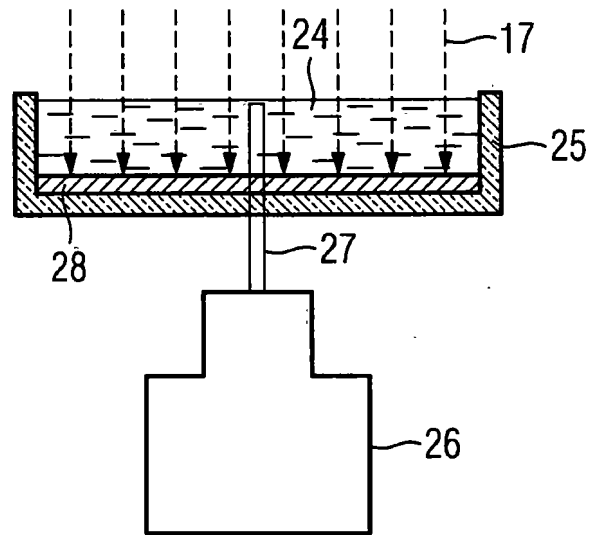


FIG 5

