
DER EINFLUSS DES MESSUNTERGRUNDES
AUF DIE PSYCHOGRAPHISCHE
BILDGEBUNG

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

Doctor rerum naturalium

(Dr. rer. nat.)

vorgelegt der

Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften

Fachbereich Physik
der Universität Hamburg

von

Diplom-Physiker Susanne Klare (geborene Hönig)

geboren am 08.11.1985

in Dresden

Hamburg

2017

Gutachter: Professor Dr. Christian G. Schroer
Professor Dr. Tim Salditt

Vorsitzende der Prüfungskommission: Professor Dr. Daniela Pfannkuche

Datum der Disputation: 02.05.2017

Kurzfassung

Die Ptychographie ist ein neues und in vielfältiger Weise genutztes bildgebendes Verfahren der Röntgenmikroskopie. Bei diesem kohärenten Scanverfahren wird im Fernfeld an jedem Scanpunkt einer Probe ein Beugungsbild aufgenommen. Aus diesen Beugungsbildern werden iterativ sowohl Amplituden- als auch Phaseninformation der Probe und der Beleuchtung gewonnen. Ein wichtiges Ziel bei diesem Verfahren ist eine hohe räumliche Auflösung der Rekonstruktion. Die Auflösung ist beeinflusst durch die Streueigenschaften der Probe, also das Probensignal und durch den Messuntergrund, der nicht von der Probe herrührt. In dieser Arbeit wird der Einfluss des Messuntergrundes auf die Ptychographie untersucht und quantifiziert. Dazu wird das Signal-zu-Rausch-Verhältnis eingeführt. Es werden Messungen des Untergrundes mit Hilfe von Strahlabsorbern und Lochblenden durchgeführt. Diese werden ergänzend modelliert, um die Streuung in Luft und Detektormaterial zu quantifizieren. Zusätzlich werden Messungen an verschiedenen stark streuenden Proben vorgestellt und verglichen.

Abstract

Ptychographical imaging is a new and powerful tool for x-ray microscopy. In this coherent scanning microscopy, a series of diffraction patterns is taken from a sample in the far field regime. The diffraction patterns are used to reconstruct computationally the amplitude as well as the phase information of both the probe and illumination function. An important parameter for this method is the possible spatial resolution. The spatial resolution is limited by the scattering of the sample and by the background signal, which is not caused by the sample. In this work, the influence of the ptychographic reconstruction's background is evaluated and quantified. For this purpose, a signal-to-noise ratio is defined and used. The background is measured with pinholes and beamstops, and the scattering in the air and detector material is modeled. Measurements at different samples with different scattering properties complete the investigations.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	7
2	Modellierung der physikalischen Prozesse	9
2.1	Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie	9
2.2	Wellenoptik	10
2.2.1	Fraunhofer-Beugung	12
2.2.2	Fresnel-Beugung	13
2.2.3	Streuung an einem Elektron	13
2.2.4	Streuung am Atom	15
2.2.5	Streuung an 2-atomigen Molekülen	18
2.2.6	Streuung an kugelförmigen Partikeln	18
2.2.7	Beugung	19
2.2.8	Komplexer Brechungsindex	19
2.3	Synchrotronstrahlungsquellen	22
2.3.1	Eigenschaften	22
2.3.2	Aufbau	22
2.3.3	Optiken	24
2.3.4	Kohärenz	26
2.4	Ptychographie	27
2.4.1	Bildgebung mit kohärenter Röntgenstrahlung	28
2.4.2	Ptychographischer Algorithmus	28
2.4.3	Amplitudenaktualisierung	31
2.5	Auflösung	32
2.5.1	Bestimmung von Auflösung in Bildern	32
2.5.2	Experimentelle Geometrie	33
2.5.3	Dosis	34
2.5.4	Schwache Streuer im Sinne der Ptychographie	35
2.6	Signal-zu-Rausch-Verhältnis	38
2.6.1	Rauschen	38
2.6.2	Berechnung des SNR	38
2.6.3	Verbesserung des SNR	42
2.6.4	Verfälschung des SNR	42

2.7	Proben	42
2.7.1	Knochenprobe	43
2.7.2	Goldkugeln	43
2.7.3	Testobjekt	44
3	Modellierung	47
3.1	Modellierung der Luftstreuung	47
3.1.1	Lochblende	50
3.1.2	Absorber	51
3.1.3	Streuung im Detektormaterial	52
3.2	Ptychographie bei verschiedenen Absorbergrößen	56
4	Untergrundquantifizierung	59
4.1	Versuchsaufbau	59
4.1.1	Detektoren	61
4.2	Messungen des Untergrundes	62
4.2.1	Leerbilder	62
4.2.2	Messungen mit Strahlabsorber	63
4.2.3	Messungen mit Blende im Strahlengang	66
4.2.4	Messungen mit semitransparentem Strahlabsorber	68
5	Vergleich verschiedener Streuer	75
5.1	Messparameter der Proben	75
5.1.1	Siemensstern	75
5.1.2	Goldsternprobe	76
5.1.3	Knochenprobe	76
5.2	SNR und Ptychogramme	77
5.2.1	Siemensstern	77
5.2.2	Goldsternprobe	78
5.2.3	Untergrundkorrektur	85
5.2.4	Knochenprobe	85
5.3	Auflösungsvermögen	87
5.3.1	Erreichte Auflösung bei der Goldsternprobe	87
6	Zusammenfassung	91
7	Ausblick	93
8	Verwendete Formelzeichen	95

Kapitel 1

Einleitung

In dieser Arbeit soll ein röntgenmikroskopisches Verfahren und sein räumliches Auflösungsvermögen in Abhängigkeit von Störquellen betrachtet werden. Röntgenmikroskopie ermöglicht mit Hilfe von modernsten Röntgenstrahlungsquellen Auflösungen im Nanometerbereich. Ein relativ neues Verfahren der Röntgenmikroskopie ist die Ptychographie. Erstmals Erwähnung gefunden hat das Verfahren 1970 in der Elektronenmikroskopie [HH70]. Im Laufe der letzten Jahre gab es eine rasante Entwicklung der ptychographischen Bildgebung. Seit der ersten Anwendung in der Röntgenmikroskopie im Jahr 2007 [RHC⁺07] gab es eine Vielzahl von Veröffentlichungen zu dieser Methode. Ptychographie ist ein rasterndes Verfahren mit kohärenter Röntgenstrahlung und ermöglicht die iterative Rekonstruktion des komplexen Wellenfeldes der Beleuchtung und der komplexen Transmissionsfunktion des Objektes [TDM⁺08, TDB⁺09] mit hoher räumlicher Auflösung [SHP⁺12]. Die Ptychographie findet Anwendung in Bereichen, in denen man relativ dicke Objekte [SHG⁺11] zerstörungsfrei und hochauflösend untersuchen möchte. Sie ist kombinierbar zur Ptychotomographie [Ste12, DBD⁺12], um dreidimensionale Abbilder der Probe zu erhalten. Sie kann in Kombination mit Fluoreszenzmessungen zur Erhöhung der räumlichen Auflösung von Röntgenfluoreszenzmessungen [Bau14] verwendet werden. Außerdem wird Ptychographie für die Strahlcharakterisierung von Synchrotronstrahlungsquellen [HHP⁺11a, SBF⁺10b], freien Elektronenlasern [SHM⁺13] und verschiedenen Röntgenoptiken [VCSGS14, KBN⁺14, SSP⁺14a] genutzt. Des Weiteren liefert sie die Phaseninformation der Transmissionsfunktion des Objektes, was in der herkömmlichen und in der XANES-Ptychographie [BSG⁺11, HRH⁺13] genutzt wird.

Bei der Datenaufnahme der Ptychogramme wird kohärente Röntgenstrahlung an der Probe gestreut und erzeugt ein Beugungsbild auf einem Detektor. Bei stark streuenden Proben wird auch bei hohen Beugungswinkeln noch ein signifikantes Signal detektiert. Die erreichbare Auflösung ist direkt proportional zu dem Beugungswinkel, in dem noch ein signifikantes Streusignal der Probe gemessen werden kann. Bei schwach streuenden Proben dominiert bei hohen Beugungswinkeln der Streuuntergrund das Signal. Dieser Untergrund wird vor allem durch Streuung auf der Strecke zwischen Proben- und Detektionsort erzeugt.

Dazu zählen Luftstreuung und Streuung im Detektormaterial. Diese Arbeit beschäftigt sich mit dem Signal-zu-Rausch-Verhältnis als Maß für die Signalqualität. Es werden verschiedene Methoden zur Berechnung des Signal-zu-Rausch-Verhältnis vorgestellt. Der Streuuntergrund soll mit Hilfe von streureduzierter Umgebung, Lochblenden und Absorbermessungen quantifiziert werden. Dabei geht es vor allem um die Streuung in Luft und Detektormaterial. Es werden Betrachtungen angestellt, wie dieser Streuuntergrund sowohl experimentell, als auch bei der Datenauswertung reduziert werden kann. Daraus soll eine Abschätzung über das zu erreichende Auflösungsvermögen in der Ptychographie gegeben werden.

Diese Arbeit gliedert sich wie folgt: In Kapitel 2 werden die theoretischen Grundlagen für die nachfolgenden Simulationen und Experimente und deren Auswertung dargestellt. Dabei liegt besonderer Fokus auf der Streutheorie und der ptychographischen Rekonstruktion. Darauf aufbauend soll in Kapitel 3 die Streuung von Röntgenstrahlung in Luft und im Detektormaterial simuliert werden. Kapitel 4 beschreibt den experimentellen Aufbau, die Experimente zur Luft- und Detektorstreuung sowie die Minimierung des Streuuntergrundes. In Kapitel 5 werden ptychographische Messungen von verschieden stark streuenden Proben ausgewertet und auch in Hinblick auf ihr Signal-zu-Rausch-Verhältnis verglichen. In Kapitel 6 werden die wichtigsten Ergebnisse der Arbeit zusammengefasst und in Kapitel 7 ein Ausblick auf wünschenswerte Entwicklungen hin zu einer Reduktion des Untergrundes und einer verbesserten ptychographischen Auflösung gegeben.

Kapitel 2

Modellierung der physikalischen Prozesse

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen behandelt, die zum Verständnis der Thematik notwendig sind. Zuerst werden mit Hilfe der Maxwellgleichungen die Eigenschaften von Röntgenstrahlung und ihre Wechselwirkung mit Materie betrachtet. Die Wirkungsquerschnitte für elastische und inelastische Streuprozesse werden bestimmt. Des Weiteren wird auf die Ausbreitung von Röntgenstrahlung eingegangen.

Es werden Röntgenquellen hoher Brillanz, sogenannte Synchrotronstrahlungsquellen beschrieben. Zum besseren Verständnis der an Synchrotronstrahlungsquellen durchgeführten Experimente wird dann der Einfluss von Probe und Röntgenoptiken im Strahlengang diskutiert. Der Begriff des schwachen Streuers wird untersucht und erörtert. Es wird eine Definition für das Signal-zu-Rausch-Verhältnis eingeführt. Außerdem wird ein rasterndes Verfahren der Beugung mit kohärenter Röntgenstrahlung vorgestellt, die Ptychographie. Die Darstellung orientiert sich zum Teil an [HR11].

2.1 Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie

Röntgenstrahlung gehört zum elektromagnetischen Spektrum mit einer Wellenlänge von 50 nm bis 1 pm. Es gibt verschiedene Modelle zur Beschreibung der Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie. Dazu gehören die klassische Elektrodynamik, das semiklassische Modell und die Quantenelektrodynamik (QED). Im semiklassischen Modell werden die Teilchen quantenmechanisch behandelt und die Felder klassisch. Die exakteste und mathematisch komplizierteste Methode ist die QED, die Partikel und Felder quantisiert behandelt. Im Folgenden werden je nach zu untersuchender Fragestellung passende Modelle zu Betrachtung gewählt.

Maxwell Gleichungen

Die klassische Elektrodynamik beschreibt das elektromagnetische Spektrum mit den Maxwellgleichungen. Mit diesen können Phänomene wie Propagation von elektromagnetischen Wellen, Interferenz und Beugung beschrieben werden. Die makroskopischen Maxwellgleichungen in Materie lauten:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = \rho_0, \quad (2.1)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0, \quad (2.2)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad \text{und} \quad (2.3)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{j}_0 + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}. \quad (2.4)$$

Dabei ist \vec{D} die elektrische Flussdichte, \vec{B} die magnetische Flussdichte, \vec{E} die elektrische Feldstärke, \vec{H} die magnetische Feldstärke, ρ_0 die freie elektrische Ladung, \vec{j}_0 die Stromdichte und t die Zeit. In Materie treten makroskopische, gemittelte Effekte der Polarisation \vec{P} und der Magnetisierung \vec{M} auf. Dadurch müssen das magnetische und elektrische Feld durch zusätzliche Felder ergänzt werden. Die elektrische Flussdichte ergibt sich aus der Polarisation des Materials \vec{P} und dem extern auf das Material wirkenden elektrischen Feld \vec{E} :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P} \quad (2.5)$$

ϵ_0 ist die Permittivität im Vakuum. Die magnetische Feldstärke \vec{H} ergibt sich aus der Magnetisierung des Materials \vec{M} und der extern auf das Material wirkenden magnetischen Flussdichte \vec{B} :

$$\vec{H} = \frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{M} \quad (2.6)$$

μ_0 ist die Permeabilität im Vakuum.

2.2 Wellenoptik

Die Ausbreitung elektromagnetischer Wellen ergibt sich im ladungs- und stromfreien Vakuum, also unter der Annahme dass $\rho_0 = 0$, $\vec{j}_0 = 0$ und $\vec{P} = 0$, $\vec{M} = 0$, aus den Maxwellgleichungen. Daraus folgen homogene Wellengleichung für \vec{E} und \vec{B} :

$$\left(\Delta - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right) \vec{E}(\vec{r}, t) = 0 \quad (2.7)$$

$$\left(\Delta - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right) \vec{B}(\vec{r}, t) = 0 \quad (2.8)$$

Die Verknüpfung mit der Lichtgeschwindigkeit im Vakuum ist $c = \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \epsilon_0}}$. Diese Wellengleichungen können mit harmonischen Wellen der Form

$$\vec{E}(\vec{r}, t) = \vec{E}_0 \cdot e^{i(\vec{k}\vec{r} - \omega t)} \quad \text{und} \quad (2.9)$$

$$\vec{B}(\vec{r}, t) = \vec{B}_0 \cdot e^{i(\vec{k}\vec{r} - \omega t)} \quad (2.10)$$

gelöst werden. Hier bezeichnen \vec{k} den Wellenvektor in Ausbreitungsrichtung und $\omega = kc$ die Dispersionrelation. Aus den Maxwellgleichungen folgt, dass Wellenvektor und elektrisches und magnetisches Feld paarweise senkrecht zueinander stehen $\vec{E} \perp \vec{B} \perp \vec{k}$ und $\vec{E} \perp \vec{k}$ (siehe Abbildung 2.1). Im jetzt betrachteten Fall der paraxialen Wellenausbreitung können

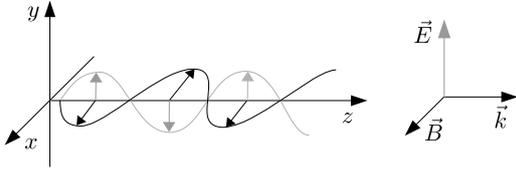


Abbildung 2.1: schematische Darstellung einer elektromagnetischen Welle mit elektrischem Feld \vec{E} und magnetischer Flussdichte \vec{B} und Wellenvektor \vec{k} in z -Richtung zum Zeitpunkt t . Es gilt: $\vec{E} \perp \vec{B} \perp \vec{k} \perp \vec{E}$.

Polarisationseffekte vernachlässigt werden. Dadurch können die Felder $\vec{E}(\vec{r}, t)$ und $\vec{B}(\vec{r}, t)$ durch eine skalare Wellenfunktion $\psi(\vec{r}, t)$ beschrieben werden. Die orts- und zeitabhängige Wellenfunktion $\psi(\vec{r}, t)$ kann durch spektrale Zerlegung in eine orts- und zeitabhängige Komponente separiert werden.

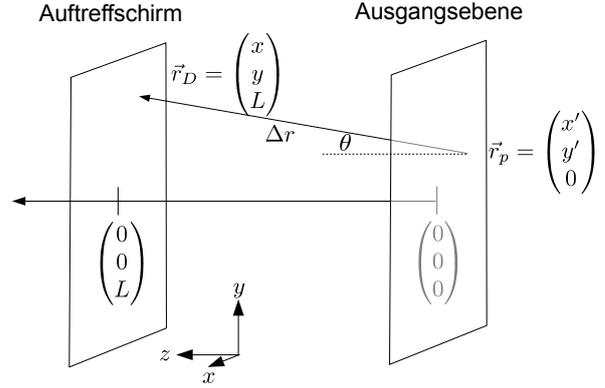
$$\psi(\vec{r}, t) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_0^\infty \Psi(\vec{r}, \omega) \cdot e^{-i\omega t} d\omega \quad (2.11)$$

Für die folgenden Betrachtungen soll nur eine Feldamplitude Ψ betrachtet werden. Die freie Propagation der Wellenfunktion wird durch die Helmholtz-Gleichung $(\vec{\nabla}^2 + k^2)\Psi(\vec{r}, \omega) = 0$ beschrieben. Wird eine Wellenfunktion von einer Ausgangsebene $(x, y, 0)$ zur Beobachtungsebene (x, y, L) propagiert, lässt sich das mit dem Fresnel-Kirchhoffschen Beugungsintegral darstellen.

$$\Psi_L(\vec{r}_D, \omega) = \iint \Psi_0(\vec{r}_P, \omega) \frac{e^{ik\Delta r}}{\Delta r} \Lambda(\vec{r}_D, \vec{r}_P) dA \quad (2.12)$$

Die Wellenfunktion am Auftreffpunkt $\Psi_L(\vec{r}_D, \omega)$ ergibt sich aus der geometrischen Anordnung und der Ausgangswellenfunktion $\Psi_0(\vec{r}_P, \omega)$. Es sei Δr die Distanz die eine Welle von der Ausgangsebene $\vec{r}_P = (x', y', 0)$ zum Auftreffpunkt $\vec{r}_D = (x, y, L)$ in der Beobachtungsebene zurücklegt. Es wird über die die Fläche der Ausgangsebene A integriert und $\Lambda = \frac{-i \cos \Theta}{2\lambda}$ ist der Inklinationsfaktor. Eine schematische Darstellung der Bezeichnungen ist in Abbildung 2.2 gezeigt.

Abbildung 2.2: Schematische Zeichnung zum Beugungsintegral. Eine Wellenfunktion wird von einer Ausgangsebene bei $z = 0$ zur Beobachtungsebene bei $z = L$ propagiert. Es sei $\Delta\vec{r}$ der Lichtweg den eine Welle vom Ausgangspunkt $\vec{r}_P = (x', y', 0)$ zum Auftreffpunkt $\vec{r}_D = (x, y, L)$ zurücklegt.



2.2.1 Fraunhofer-Beugung

Unter der Annahme, dass $L = \Delta z = |z' - z|$ sehr groß ist, kann Δr durch eine Taylorreihe angenähert werden:

$\Delta r = \sqrt{(x - x')^2 + (y - y')^2 + L^2} \approx L + \frac{(x-x')^2}{2L} + \frac{(y-y')^2}{2L}$. In der Fernfeld-Näherung wird davon ausgegangen, dass die paraxiale Näherung erfüllt ist, also der Strahlengang nahezu parallel zur optischen Achse verläuft. Damit ist $\Theta \approx 0$ und der Inklinationsfaktor $\Lambda \approx -\frac{i}{2\lambda}$. In der Fraunhofer-Näherung wird zur Berechnung des Abstandes Δr in eine Taylorreihe entwickelt. Dabei werden nur lineare Terme in x und y betrachtet:

$\Delta r \approx L + \frac{(x-x')^2}{2L} + \frac{(y-y')^2}{2L} = L + \frac{x^2+y^2+x'^2+y'^2-2xx'-2yy'}{2L} \approx L + \frac{x^2+y^2-2xx'-2yy'}{2L} \approx L + \frac{-xx'-yy'}{L}$.
Damit ergibt sich für die Wellenfunktion:

$$\Psi_L(\vec{r}_D, \omega) = -\frac{ik}{4\pi} \frac{e^{ikL}}{L} \iint \Psi_0(\vec{r}_P, \omega) \cdot e^{-ik\frac{xx'+yy'}{L}} dx' dy'. \quad (2.13)$$

Mit dem $\vec{\xi} = \frac{k\vec{r}_{D,L}}{L}$ und $\vec{r}_{D,L} = (x, y)$ und $\vec{r}_{P,0} = (x', y')$ ergibt sich:

$$\Psi_L(\vec{r}_D, \omega) = -\frac{ik}{4\pi} \frac{e^{ikL}}{L} \iint \Psi_0(\vec{r}_P, \omega) \cdot e^{i\vec{\xi}\vec{r}_{P,0}} dx' dy' \quad (2.14)$$

Bei der späteren experimentellen Datenaufnahme wird nur die Intensität der Beugungsbilder und nicht die Phase bestimmt. Deshalb kann der Phasenfaktor vor dem Integral zur Darstellung der propagierten Wellenfunktion Ψ'_L weggelassen werden. Das kann auch geschrieben werden als die zweidimensionale Fouriertransformation¹ der Ausgangswellenfunktion:

$$\Psi'_L = \mathcal{F}(\Psi_0) . \quad (2.15)$$

¹Fouriertransformation

$$\mathcal{F}[f(\vec{r})](\vec{k}) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(\vec{r}) e^{-i\vec{r}\cdot\vec{k}} d^2r$$

Für große Abstände² ist dies eine schnelle numerische Methode für die Propagation von Röntgenstrahlung. Das kann auch geschrieben werden als Faltung zwischen dem Propagationskernel $K(x, y) = -\frac{ik}{4\pi} \frac{e^{ikL}}{L} e^{ik \frac{xx'+yy'}{L}}$ und der Elementarwelle $\Psi(\vec{r}_P, \omega)$:

$$\Psi_L(\vec{r}_D, \omega) = \int \int \Psi_0(\vec{r}_P, \omega) K(x, y) dx' dy' \quad (2.16)$$

Diese Schreibweise kann durch den Operator $\hat{K}(x, y)$ abgekürzt werden:

$$\Psi_L(\vec{r}_D, \omega) = \hat{K}(x, y) \Psi_0(\vec{r}_P, \omega) \quad (2.17)$$

2.2.2 Fresnel-Beugung

Die Fresnel-Beugung ist eine weniger starke Näherung. Hier werden auch quadratische Terme zur Näherung des Lichtweges berücksichtigt. Es ergibt sich ein komplizierteres Beugungsintegral, das in den meisten Fällen nur numerisch gelöst werden kann.

$$\Psi_L(\vec{r}_D, \omega) = -\frac{ik}{4\pi} \frac{e^{ikL}}{L} \int \int \Psi_0(\vec{r}_P, \omega) \cdot e^{ik \frac{(x-x')^2 + (y-y')^2}{2L}} dx' dy'. \quad (2.18)$$

Das kann auch geschrieben werden als Faltung zwischen dem Propagationskernel $K(x, y) = -\frac{ik}{4\pi} \frac{e^{ikL}}{L} e^{ik \frac{(x)^2 + (y)^2}{2L}}$ und der Elementarwelle $\psi(\vec{r}_P, \omega)$:

$$\Psi_L(\vec{r}_D, \omega) = \int \int \Psi_0(\vec{r}_P, \omega) \cdot K(x - x', y - y') dx' dy' \quad (2.19)$$

2.2.3 Streuung an einem Elektron

Für die nachfolgenden Experimente spielt die Streuung eine entscheidende Rolle. Es soll die Streuwinkelverteilung von an ruhenden ungebundenen Elektronen gestreuten Photonen betrachtet werden. Dazu wird der Klein-Nishina-Wirkungsquerschnitt betrachtet, die relativistische quantenmechanische Beschreibung dieses Streuprozesses. Die Argumentation folgt dabei [Hei54, Han86].

Zuerst soll die Comptonstreuung betrachtet werden [Com23]. Ein einfallendes Photon des Impulses $\hbar \vec{k}_0$ wechselwirkt mit einem quasifreien Elektron des Impulses $\vec{p}_{e0} = 0$ und der Energie $E_{e0} = m_e c^2$. Das ausfallende Photon habe den Impuls $\hbar \vec{k}_1$, der Impuls des Elektrons sei nach dem Stoß \vec{p}_{e1} . In Abb. 2.3 ist eine schematische Zeichnung dazu zu sehen. Mit Energie $E_{e1} + k_1 \hbar c = k_0 \hbar c + E_{e0}$ und Impulserhaltung $\vec{p}_{e1} = \vec{k}_0 \hbar - \vec{k}_1 \hbar$ und der relativistischen Energie-Impulsbeziehung $p_{e1}^2 c^2 = E_{e1}^2 - m_e^2 c^4$ ergibt sich:

$$m_e c^2 + \hbar c k_0 = \sqrt{m_e^2 c^4 + p_{e1}^2 c^2} + \hbar c k_1 \quad (2.20)$$

²Für Proben der Ausdehnung 100 nm und bei einer Energie von 15 keV kann man bei einigen Millimetern Abstand schon von Fraunhofer-Näherung ausgehen.

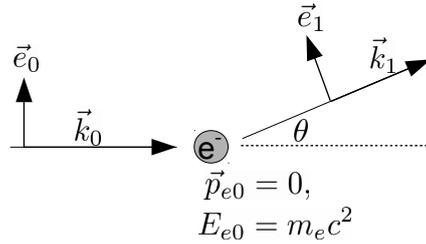


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Streuung eines Photons mit \vec{k}_0 an einem ruhenden ungebundenen Elektron.

Daraus ergibt sich das Verhältnis der Ausgangsenergie des Photons $\hbar ck_0$ zur Energie des gestreuten Photons $E_1 = \hbar ck_1$:

$$P(E, \theta) = \frac{\hbar ck_0}{E_1} = \frac{1}{1 + \frac{E_1}{m_e c^2} (1 - \cos \theta)} \tag{2.21}$$

Dabei ist θ der Streuwinkel zwischen \vec{k}_0 und \vec{k}_1 .

Ein Maß für die Streuwahrscheinlichkeit ist der differentielle Wirkungsquerschnitt. Der differentielle Wirkungsquerschnitt $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ gibt an, mit welcher Wahrscheinlichkeit Teilchen infolge einer Wechselwirkung mit einem Stoßpartner in der Fläche $d\sigma$ um den Winkel (ϕ, θ) gegen die ursprüngliche Bewegungsrichtung abgelenkt werden und im Raumwinkelement $d\Omega$ auftreten (siehe Abbildung 2.4). Der differentielle Streuquerschnitt $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ für die Comp-

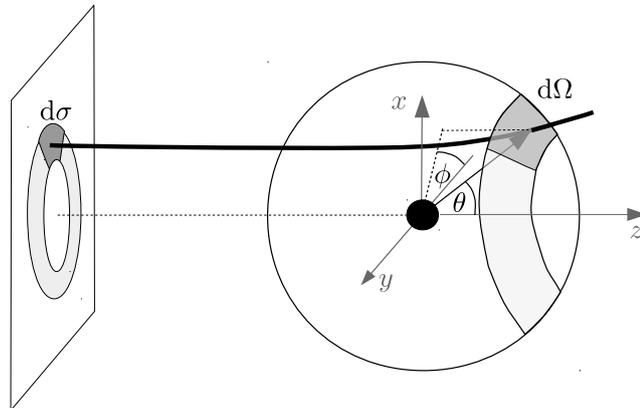


Abbildung 2.4: Schematische Zeichnung zum Wirkungsquerschnitt. Ein Teilchen, das auf die Fläche $d\sigma$ trifft, wird in das Raumwinkelement $d\Omega$ abgelenkt, indem es um Winkel ϕ, θ gestreut wird.

tonstreuung wurde von Klein und Nishina aus der Dirac-Gleichung hergeleitet [KN29]. Der Wirkungsquerschnitt bestimmt sich aus den zulässigen quantenmechanischen Übergängen. Es sind dabei zwei Prozesse erster Ordnung möglich [Hei54]:

- \vec{k}_0 wird erst absorbiert
- \vec{k}_1 wird erst emittiert

Das Übergangsmatrixelement enthält dann 4 mögliche Übergangszustände (wegen Spin). In der Auswertung ergibt sich für die Berechnung des differentiellen Wirkungsquerschnittes folgende Formel:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{1}{4} r_e^2 P^2(E, \theta) \left(\frac{1}{P(E, \theta)} + P(E, \theta) - 2 + 4 \cos^2 \Theta \right) \quad (2.22)$$

Dabei ist $\cos \Theta = (\vec{e}_0, \vec{e}_1)$ der Winkel zwischen den Richtungen der Polarisation \vec{e}_0 und \vec{e}_1 und r_e ist der klassische Elektronenradius³. Die gestreute Strahlung kann in die Komponenten zerlegt werden, die senkrecht und parallel zur einfallenden Polarisationsrichtung polarisiert sind:

$$(\perp) \vec{e}_1 \text{ ist senkrecht zu } \vec{e}_0 \quad \cos \Theta = 0 \quad (2.24)$$

$$(\parallel) \vec{e}_1 \text{ ist parallel zu } \vec{e}_0 \quad \cos^2 \Theta = 1 - \sin^2 \theta \cos^2 \phi \quad (2.25)$$

Dabei ist ϕ der Winkel zwischen der (\vec{k}_0, \vec{k}_1) -Ebene und der (\vec{k}_0, \vec{e}_0) -Ebene. θ ist der Streuwinkel (\vec{k}_0, \vec{k}_1) , θ' ist das Komplement des Streuwinkels. Für die Polarisation der Synchrotronstrahlungsquelle ergibt sich der Klein-Nishina Wirkungsquerschnitt für die inkohärente Streuung von Photonen an Elektronen zu:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{\text{KN}} = \frac{1}{4} r_e^2 P^2(E, \theta) \left(\frac{1}{P(E, \theta)} + P(E, \theta) + 2 - 4 \sin^2 \theta' \cos^2 \phi \right) \quad (2.26)$$

Für kleine Photonenenergien gegen die Ruheenergie des Elektrons, also $P(E, \theta) \rightarrow 1$, ergibt sich die kohärente Thomson Streuung:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{\text{Th}} = r_e^2 (1 - \sin^2 \theta' \cos^2 \phi) \quad (2.27)$$

Sowohl bei der Klein-Nishina, also auch bei der Thomson Streuung ist in der Polarisatonebene, also bei $\phi = 0^\circ$, die Streuung unterdrückt.

2.2.4 Streuung am Atom

Nun soll ein weiterer Effekt in der Betrachtung der Streuung berücksichtigt werden. Die Streuung an einem Atom. Die Argumentation folgt [Sch07]. Ein Photon mit \vec{k}_0 propagiere vom Quellort zum Atom und wird dort gestreut, danach propagiere es mit \vec{k}_1 weiter bis zum Detektionsort. Unter der Annahme von Einfachstreuung zwischen Photon und Atom

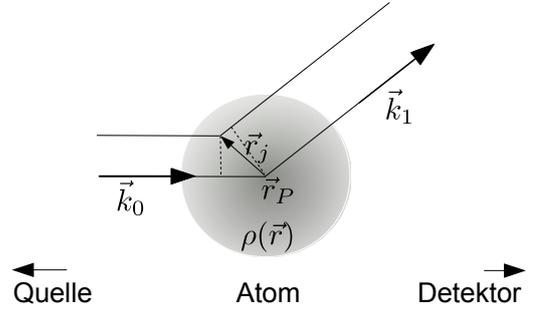
³Der klassischer Elektronenradius ist definiert als:

$$r_e = \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 m_e c^2} = 2,8179403267 \cdot 10^{-15} \text{ m} \quad (2.23)$$

Dabei ist: e die Elementarladung, π die Kreiszahl, ϵ_0 die elektrische Feldkonstante, m_e die Elektronenmasse und c die Lichtgeschwindigkeit.

gilt die 1. Bornsche Näherung. Die Streuung sei elastisch mit $|\vec{k}_0| = |\vec{k}_1|$. Das Photon wird am Ort \vec{r}_j gestreut. Die Entfernungen zwischen Quelle - Atom und Atom - Detektor seien so groß, dass von Fraunhofernäherung ausgegangen werden kann. In Abbildung 2.5 ist die schematische Darstellung der Bezeichnungen zu sehen. Die Kernstreuung ist dabei vernachlässigbar, da der Wirkungsquerschnitt für Kernstreuung $\frac{d\sigma}{d\Omega} \sim r_p^2 \sim \frac{1}{m_p^2}$, mit m_p der Protonenmasse, um einen Faktor 10^{-6} kleiner als die Streuung an einem Elektron ist. Da die Kernstreuung vernachlässigbar ist, sollen nur die Elektronen berücksichtigt werden. Dabei wird von folgender Modellannahme ausgegangen: Das Atom bestehe aus einem festen Kern mit freien Elektronen, einer Elektronendichte von $\rho(\vec{r})$. Dann ergibt sich die Kernladungszahl: $\int_{\text{Atom}} \rho(\vec{r}) d^3r = Z$ aus der Elektronendichteverteilung. Der resultierende

Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Streuung am Atom. Das Atom habe eine Elektronendichte von $\rho(\vec{r})$. Eine Wellenfunktion des Impulses \vec{k}_0 vom Quellort \vec{r}_Q propagiert zum Atom \vec{r}_P und propagiert weiter mit dem Impuls \vec{k}_1 zum Detektor \vec{r}_D . Findet die Streuung in der Nähe des Atomzentrums \vec{r}_P statt, so kann der Wechselwirkungsort mit $\vec{r}_P + \vec{r}_j$ beschrieben werden.



Streuvektor einer Wellenfunktion $\psi(\vec{r}_Q)$ die vom Quellort \vec{r}_Q zum Atom \vec{r}_P und weiter zum Detektor \vec{r}_D propagiert, kann folgendermaßen beschrieben werden: $\vec{q} = \vec{k}_1 - \vec{k}_0$. Ein Photon wird dann mit der Wahrscheinlichkeit $\psi_0(\vec{r}_D)$ an einem Elektron gestreut und in der Detektorebene detektiert. Die Gesamtwahrscheinlichkeit dafür, dass ein Photon mit \vec{k}_0 an der Elektronendichteverteilung $\rho(\vec{r})$ in den Zustand \vec{k}_1 gestreut wird, ergibt sich nach der Pfadintegralmethode als Summation über alle möglichen Pfade $\psi(\vec{r}_D) = \sum_j \psi_j(\vec{r}_D)$, also das Integral über die Elektronendichte $\rho(\vec{r}_j)$

$$\psi(\vec{r}_D) = \psi_0(\vec{r}_D) \underbrace{\int_{\text{Atom}} \rho(\vec{r}_j) \cdot e^{-i\vec{q}\vec{r}_j} d\vec{r}_j}_{:=f_0(\vec{q})} \quad (2.28)$$

Dabei wird die Fouriertransformierte der Elektronendichteverteilung Atomformfaktor:

$$f_0(\vec{q}) = \int_{\text{Atom}} \rho(\vec{r}_j) \cdot e^{-i\vec{q}\vec{r}_j} d\vec{r}_j$$

genannt. Der Atomformfaktor ist die Summation über alle möglichen Streuamplituden der verschiedenen Pfade, die im Atom zur Streuung beitragen können. Im Atom sind die Elektronen in Schalen gebunden. Dadurch ergeben sich für den Atomformfaktor noch

Korrekturterme, die Resonanzen und Absorptionen berücksichtigen. Der Atomformfaktor setzt sich aus folgenden Termen zusammen:

$$f(\vec{q}, \omega) = f_0(\vec{q}) + f'(\omega) - if''(\omega) \quad (2.29)$$

Die Korrekturterme f' und if'' sind nahezu winkelunabhängig und hängen von der Energie $\hbar\omega$ ab. if'' beschreibt die Absorption. Damit ergibt sich für den kohärenten differentiellen Wirkungsquerschnitt:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{\text{Ray}} = |f(\vec{q}, \omega)|^2 \left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{\text{Th}} \quad (2.30)$$

Kohärente Streuung an gebundenen Elektronen oder ganzen Atomen nennt man Rayleigh-Streuung.

Inkohärente Streuung an Atomen oder gebundenen Elektronen wird atomische Compton-Streuung genannt. Für den inkohärenten Wirkungsquerschnitt der atomischen Compton-Streuung $\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{\text{aC}}$ wird der Klein-Nishina-Wirkungsquerschnitt mit dem inkohärenten Streufaktor $S(q, Z)$ multipliziert:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{\text{aC}} = S(q, Z) \left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{\text{KN}} \quad (2.31)$$

In Abbildung 2.6 sind $S(q, Z)$ und $f(q, Z)$ für verschiedene Materialien, Energien und Streuwinkeln aufgetragen [WSSS93]⁴. Für kleine Streuwinkel geht $f(q, Z)$ gegen Z und

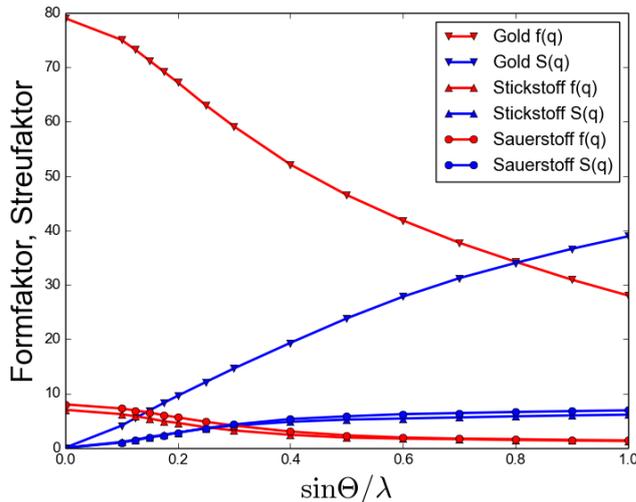


Abbildung 2.6: Darstellung der inkohärenten Streufaktoren $S(q, Z)$ und kohärenten Formfaktoren $f(q, Z)$ in Abhängigkeit von dem Material, der Energie und dem Streuwinkel θ . Die Daten sind entnommen aus [WSSS93].

$S(q, Z)$ gegen Null. Deshalb ist der kohärente Streuanteil in Vorwärtsrichtung so hoch und

⁴Die Arbeit von [WSSS93] errechnet die Form- und Streufaktoren nichtrelativistisch. In [Hub00] findet sich eine Zusammenfassung über die Validität der Streufaktoren.

der inkohärente unterdrückt. Für höhere Streuwinkel steigt der Anteil der inkohärenten Streuung und der der kohärenten Streuung sinkt. Für Elemente mit hohem Z sind $f(q, Z)$ und $S(q, Z)$ höher, als für Elemente mit niedrigem Z .

Für das später beschriebene Verfahren der Ptychographie wird vor allem Streuung von der Probe in Vorwärtsrichtung betrachtet. Deshalb ist die inkohärente Probenstreuung dabei, im Vergleich zur kohärenten Streuung, unterdrückt.

2.2.5 Streuung an 2-atomigen Molekülen

Für die Streuung an 2-atomigen Molekülen, wie sie in der Luft durch Sauerstoff- und Stickstoffbindung vorkommen, muss das Modell der Streuung am Atom erweitert werden. Es ergibt sich ein gesamter Formfaktor F_{mol}^2 für das Molekül. Nach der Argumentation von [ANM11] gilt für 2-atomige Moleküle mit den Ordnungszahlen Z_1 und Z_2 und den Formfaktoren $f(q, Z_1)$ und $f(q, Z_2)$.

$$F_{\text{mol}}^2 = \langle \left| \sum_i f_j \cdot e^{i\vec{q}\vec{r}_j} \right|^2 \rangle_{\text{gemittelt}} \quad (2.32)$$

$$= |f(\vec{q}, Z_1)|^2 + |f(\vec{q}, Z_2)|^2 + 2f(\vec{q}, Z_1)f(\vec{q}, Z_2) \frac{\sin qr_{12}}{qr_{12}} \quad (2.33)$$

Dabei wurde über alle Orientierungen der Moleküle im Raum gemittelt, r_{12} ist der Abstand zwischen den Atomen und $q = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda}$.

Bei dem inkohärenten Streuanteil bei 2-atomigen Molekülen mit $Z_1 = Z_2$ verdoppelt sich die Anzahl der Elektronen, die zur Streuung beitragen. Es kann mit der doppelten Anzahl von Elektronen in Gleichung 2.26 gerechnet werden.

2.2.6 Streuung an kugelförmigen Partikeln

Die kohärente Streuung an einem kugelförmigen Volumen des Radius R , das sich aus einzelnen, streuenden Atomen zusammensetzt, ergibt sich nach [KJH95] zu:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{\text{kA}} = |F(q, Z)|^2 \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{\text{Th}} \quad (2.34)$$

Dabei ist $F(q, Z)$ der Streufaktor des gesamten Volumens R^3 .

$$F(q, Z) = f(q) \cdot 4 \cdot \pi \cdot R^3 \cdot n_0 \left(\frac{\sin u - u \cos u}{u^3} \right) \quad (2.35)$$

Es ist $u = q \cdot R$, der Impulsübertrag $q = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda}$ und $\frac{4\pi}{3} \cdot R^3 \cdot n_0$ die Anzahl der Teilchen im Volumen.

2.2.7 Beugung

Streuung an periodischen Strukturen wird Beugung genannt, wenn die Streuung kohärent ist. Periodische Strukturen können dabei Kristallgitter sein. Bei der kohärenten Überlagerung der gestreuten Amplituden kommt es zu Interferenzeffekten und damit zu Verstärkung und Auslöschung. Das so entstehende Beugungsbild lässt Rückschlüsse auf die Struktur zu.

2.2.8 Komplexer Brechungsindex

Die Wechselwirkung von elektromagnetischen Wellen mit Materie wird durch die inhomogene Lösung der Maxwellgleichungen beschrieben. Die sich ergebende inhomogene Wellengleichung führt auf die Dispersionsrelation $\omega = \frac{k \cdot c}{\hat{n}}$. Der komplexe Brechungsindex \hat{n} ist gegeben mit:

$$\hat{n} = 1 - \delta + i\beta \quad (2.36)$$

Dabei beschreibt das refraktive Indexdekrement δ die Brechung bezogen auf das Vakuum und damit die Wellenausbreitung. Der Imaginäranteil β beschreibt die Absorption und damit die Dämpfung. Es gilt:

$$\delta = \frac{N_A}{2\pi} r_e \lambda^2 \frac{\rho}{A} (Z - f') \quad (2.37)$$

$$\beta = \frac{N_A}{2\pi} r_e \lambda^2 \frac{\rho}{A} (Z - f'') = \frac{\lambda \mu_{ph}}{4\pi} \quad (2.38)$$

Dabei ist N_A die Avogadrokonstante, r_e der klassische Elektronenradius, λ die Wellenlänge, ρ die Dichte des Elementes, A die Atommasse, Z die Kernladungszahl, f' der Korrekturfaktor des Atomformfaktors für die Dispersion und f'' der Korrekturfaktor des Atomformfaktors für die Dämpfung. Für den Ausdruck einer ebenen Welle

$$\psi(\vec{r}, t) = \Psi(\vec{r}, \omega) \cdot e^{i(\vec{k}\vec{r} - \omega t)} \quad (2.39)$$

ergibt sich mit der Dispersionsrelation und dem komplexen Brechungsindex:

$$\psi(\vec{r}, t) = \Psi(\vec{r}, \omega) \cdot \underbrace{e^{i\omega(r/c - t)}}_{\text{Propagation im Vakuum}} \cdot \underbrace{e^{-i2\pi\delta r/\lambda}}_{\text{Phasenschub}} \cdot \underbrace{e^{-2\pi\beta r/\lambda}}_{\text{Abschwächung}} \quad (2.40)$$

Eine ebene Welle kann also ausgedrückt werden durch ihre Amplitude, ihr Ausbreitungsverhalten im Vakuum, den in Materie auftretenden Phasenschub und die Abschwächung in Materie. Der Phasenschub und die Abschwächung werden folgend kurz erläutert.

Phasenschub

Der Phasenschub einer Wellenfunktion beim Durchgang durch ein Objekt der Dicke d , welches entlang der Strahlrichtung ein homogenes \hat{n} hat, ist:

$$\Delta\phi = \frac{2\pi\delta}{\lambda}d \quad (2.41)$$

Abschwächung

Beim Durchgang einer Welle durch ein Objekt ändert sich die Wellenfunktion $\psi_1 = \psi_0 e^{ik_0(\hat{n}-1)d} = \psi_0 e^{-ik_0\delta d} e^{-k_0\beta d}$. Die Intensität I_1 einer Welle ergibt sich aus dem Betragsquadrat ihrer Wellenfunktion. Es gilt:

$$I_1 \sim |\psi_1|^2 \sim e^{-2k_0\beta d} = e^{-\frac{4\pi}{\lambda}\beta d} = e^{-\mu_{ph}d} \quad (2.42)$$

Hierbei ist μ_{ph} der linear Abschwächungskoeffizient für die Photoabsorption, mit $\beta = \frac{\mu_{ph}\lambda}{4\pi}$. Beim Durchgang von Strahlung durch das Objekt gibt es noch mehr Effekte, die eine Abschwächung der Ausgangsintensität bewirken. Der Abschwächungskoeffizient wird durch diese Effekte zu μ_{total} korrigiert. Damit ergibt sich das sogenannte Lambert-Beer-Gesetz, das die Abschwächung der Intensität beim Durchgang durch ein Objekt beschreibt.

$$I_1 = I_0 e^{-\mu_{total}d} \quad (2.43)$$

Der lineare Abschwächungskoeffizient μ_{total} setzt sich aus verschiedenen Prozessen zusammen.

$$\mu_{total} = \sum \mu_i = \mu_{\text{Rayleigh}} + \mu_{\text{Photoabsorption}} + \mu_{\text{Compton}} + \mu_{\text{Paarbildung}} \quad (2.44)$$

Diese Prozesse sind:

- **Rayleigh-Streuung** ist eine elastische, kohärente Streuung. Das einfallende Photon ändert die Richtung, aber nicht die Energie. Die Bragg-Beugung ist einer der Effekte der Rayleigh-Streuung.
- **Compton-Streuung** ist eine elastische⁵, inkohärente Streuung. Sie führt zu Energie- und Richtungsänderung der gestreuten Photonen. Eine ausführliche Darstellung findet sich in Kapitel 2.2.3.
- **Photoabsorption:** Das einfallende Photon wird vom Atom absorbiert. Es wird ein Elektron von einer inneren Schale emittiert. Daraufhin treten Folgeprozesse auf, um diese entstandene Lücke zu füllen. Das sind die Fluoreszenz oder der Auger-Prozess.

⁵Der Begriff elastische Streuung wird von verschiedenen Fachgebieten verschieden definiert. In der Teilchenphysik spricht man von elastischer Streuung, wenn die Energie im betrachteten System erhalten bleibt.

- **Paarbildung:** Bei sehr hohen Photonenenergien $\hbar\omega$ kann es zur Bildung eines Elektron-Positron-Paares kommen. Die dafür benötigte Energie liegt bei zwei Mal der Ruheenergie 511 keV des Elektrons. Im Rahmen dieser Arbeit wurden maximal Energien von 25 keV verwendet, Paarbildung spielt also im Rahmen dieser Arbeit keine Rolle.

Für hohe Photonenenergien dominieren Compton-Streuung und Paarbildung und für niedrige Energien Rayleigh-Streuung und Photoabsorption. In Abbildung 2.7 ist der lineare Abschwächungskoeffizient für Gold aufgetragen.

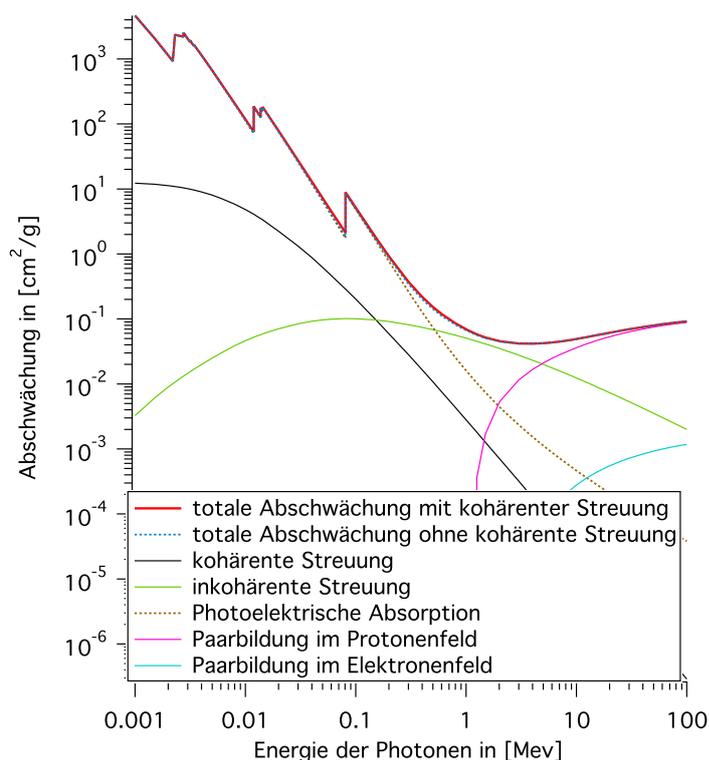


Abbildung 2.7: Die verschiedenen Anteile der Absorption für Gold als Funktion der Energie in doppeltlogarithmischer Darstellung. Für kleine Energien dominiert die Photoabsorption. Bis 50 keV ist die kohärente Streuung stärker als die inkohärente Streuung. Ab 1 MeV beginnt die Paarbildung eine Rolle zu spielen. Die Daten sind entnommen aus dem National Institute for Standards and Technology (NIST): http://physics.nist.gov/cgi-bin/Xcom/xcom3_1

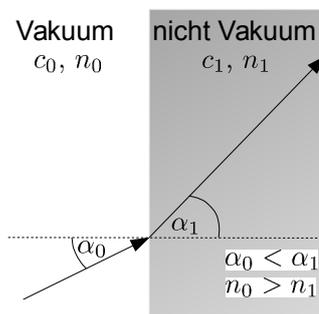
Brechung

Auch für Röntgenstrahlung gilt das Snelliussche Brechungsgesetz

$$n_1 \sin \alpha_1 = n_0 \sin \alpha_0 \quad (2.45)$$

mit den reellen Brechungsindizes n_0 und n_1 , dem Einfallswinkel α_0 und dem Ausfallswinkel α_1 . Da der komplexe Brechungsindex für die Energien der Röntgenstrahlung kleiner als 1 ist, wird die Strahlung in Materie vom Lot weg gebrochen (siehe Abbildung 2.8). Der Winkel für Totalreflexion ist sehr klein und tritt beim Eintritt in die Materie auf.

Abbildung 2.8: Schematische Darstellung der Beugung. Mit dem realen Brechungsindex n , Einfallswinkel α_0 und Ausfallswinkel α_1 .



2.3 Synchrotronstrahlungsquellen

Quellen für Röntgenstrahlung können natürliche Quellen, wie Pulsare oder radioaktive Zerfälle sein. Künstliche Quellen sind Röntgenröhren, Synchrotronstrahlungsquellen und Freie-Elektronen-Laser. Ein wichtiges Merkmal einer Röntgenquelle ist die spektrale Brillanz

$$B_{\text{sp}} := \frac{F}{\Omega \cdot A \cdot \frac{\Delta E}{E}}. \quad (2.46)$$

Sie ist ein Maß für den Fluss F pro Phasenraumvolumen ΩA und Energiebandbreite $\frac{\Delta E}{E}$. Die spektrale Brillanz einer Synchrotronstrahlungsquelle ist um einen Faktor 10^{14} höher als die einer Röntgenröhre. Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente wurden an den Synchrotronstrahlungsquellen der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble und dem Deutschen Elektronen-Synchrotron (DESY) in Hamburg durchgeführt. Deshalb sollen im Folgenden die besonderen Eigenschaften dieser Strahlungsquellen betrachtet werden.

2.3.1 Eigenschaften

Synchrotronstrahlungsquellen zeichnen sich durch folgende Eigenschaften aus: hohe Intensität, kleine Divergenz, hoher Polarisationsgrad, hohe Kohärenz und frei durchstimmbare Energie der Strahlung.

2.3.2 Aufbau

In einer Synchrotronstrahlungsquelle werden Elektronen (oder Positronen) erst mit einem Linearbeschleuniger und dann mit einem Synchrotron beschleunigt, bis sie fast Lichtgeschwindigkeit erreichen. Dann werden diese Elektronen in einen Speicherring eingespeist, wo sie im Kreis fliegen und mit Hochfrequenzkavitäten nachbeschleunigt werden. Auf der Kreisbahn werden sie durch Ablenk-Magnete gehalten (siehe Abbildung 2.9). In sogenannten Undulatoren werden die Elektronen in einem Magnetfeld beschleunigt, dadurch strahlen sie Photonen ab.

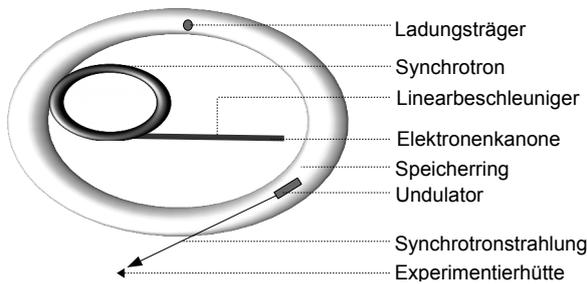


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung eines Synchrotrons. Der Linearbeschleuniger und das Synchrotron beschleunigen die Elektronen, bis sie fast Lichtgeschwindigkeit erreichen. Dann werden sie in einen Speicherring eingespeist und mit Hochfrequenzkavitäten nachbeschleunigt. Auf der Kreisbahn werden sie durch Ablenk-Magnete gehalten.

Undulator

In Abbildung 2.10 ist das Schema eines Undulators dargestellt. Ein Undulator besteht aus einer periodischen Anordnung von entgegengesetzt gepolten Magneten, die N Undulatorperioden bilden. Das Magnetfeld steht senkrecht auf dem Richtungsvektor \vec{k}_{e0} der relativistischen Elektronen.

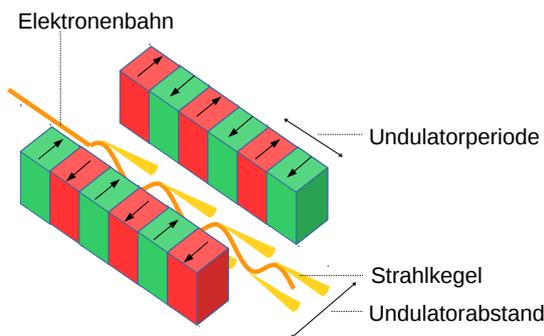


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung eines Undulators. Die Elektronen werden von den periodisch angeordneten Magneten abgelenkt und auf eine sinusförmige Bahn gebracht. Dabei werden sie beschleunigt und strahlen tangential zur Bahnkurve Photonen ab.

Das Magnetfeld werden die Elektronen auf eine annähernd sinusförmige Bahn beschleunigt und strahlen dabei Photonen ab. Die Winkelverteilung der Photonen entspricht der eines relativistischen Hertzschen Dipols. Die Abstrahlung der Photonen erfolgt tangential zur Bahnkurve (siehe Abbildung 2.11). Für kleine Auslenkungen der Photonen überlagern sich die Abstrahlkegel kohärent. Für einige Energien ist die

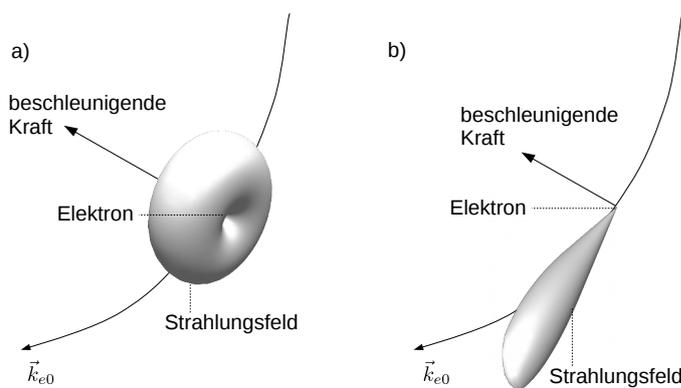


Abbildung 2.11: Abstrahlungscharakteristik von beschleunigten Elektronen auf einer Kreisbahn a) nichtrelativistisch, Abstrahlung erfolgt mit Dipolcharakteristik. b) Relativistisch, es entsteht ein Abstrahlkegel tangential zur Bahnkurve des Elektrons.

gen der Photonen überlagern sich die Abstrahlkegel kohärent. Für einige Energien ist die

Überlagerung konstruktiv. Diese Energien bilden das Undulatorspektrum. Der resultierende Abstrahlkegel des Undulators besitzt daher einen noch kleineren Öffnungswinkel und ist um den Faktor N^2 intensiver. Die niedrigste Energie im Undulatorspektrum wird 1. Harmonische genannt und wird durch den Undulatorabstand eingestellt. Ganzzahlige Vielfache der Energie der 1. Harmonischen ergeben die höheren Harmonischen.

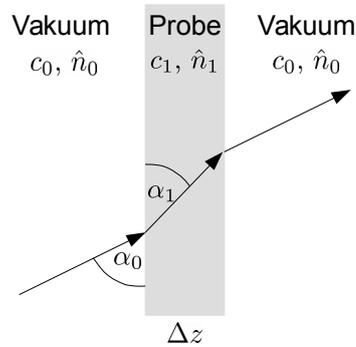
2.3.3 Optiken

Optiken werden verwendet, um den Strahlengang zu verändern. Auch eine Probe hat damit optische Eigenschaften. Zuerst soll eine allgemeine Probe betrachtet werden. Dann wird auf Röntgenoptiken eingegangen. Es gibt verschiedene Röntgenoptiken: Fresnelsche Zonenplatten, gekrümmte Spiegel, Viellagenspiegel, Kapillaren, Wellenleiter [PDB⁺02, SKFB08] und refraktive Röntgenlinsen [SL05, BFP⁺09, SSP⁺14b].

Allgemeine Probe modelliert im Strahlengang

Die Beschreibung der Änderung der Wellenfunktion bei Durchgang durch eine dünne Probe erfolgt phänomenologisch mit dem Brechungsindex. Der Brechungsindex ist hier abhängig vom Probenort $\hat{n}_1(x, y, z)$. In Abbildung 2.12 ist ein Schema zum Strahlengang zu sehen. Bei elastischer Streuung mit Erhaltung der Kreisfrequenz ω gilt für die Wellenfunktion ψ_{vor}

Abbildung 2.12: Schematische Darstellung der Transmission durch die Probe. Im Probenmaterial ist die Weglänge Δz und die positionsabhängige Lichtgeschwindigkeit $c_1(x, y, z) = \frac{c_0}{\hat{n}_1(x, y, z)} \cdot \hat{n}_0$.



vor der Probe:

$$\psi_{\text{vor}} = \Psi \cdot e^{-i\omega(t - \frac{r}{c})} \tag{2.47}$$

Im Probenmaterial der Dicke Δz kommt es, im Vergleich zur Wellenausbreitung im Vakuum, zu einer zeitlichen Verzögerung:

$$\Delta t = \int_{z=0}^{\Delta z} \frac{dz}{c_1(x, y, z)} - \frac{\Delta z}{c_0} = \int_{z=0}^{\Delta z} \frac{\hat{n}_1(x, y, z)}{c_0 \hat{n}_0} dz - \frac{\Delta z}{c_0} \tag{2.48}$$

Mit der Lichtgeschwindigkeit $c_1(x, y, z) = \frac{c_0}{\hat{n}_1(x, y, z)} \cdot \hat{n}_0$ in der Probe. Nach Durchgang durch die Probe hat sich die Wellenfunktion zu ψ_{hintere} verändert.

$$\psi_{\text{hintere}} = \Psi \cdot e^{-i\omega(t - \Delta t - \frac{r}{c})} = \Psi \cdot e^{-i\omega(t - \frac{r}{c})} \cdot e^{i\omega\Delta t} \quad (2.49)$$

$$\psi_{\text{hintere}} = \psi_{\text{vor}} \cdot e^{i\omega\Delta t} = \psi_{\text{vor}} \cdot e^{ik_0 \left(\int_{z=0}^{\Delta z} \frac{\hat{n}_1(x, y, z)}{\hat{n}_0} dz - \Delta z \right)} \quad (2.50)$$

$$\psi_{\text{hintere}} = \psi_{\text{vor}} \cdot e^{ik_0 \left(- \int_{z=0}^{\Delta z} \frac{\delta(x, y, z)}{\hat{n}_0} dz - \int_{z=0}^{\Delta z} \frac{i\beta(x, y, z)}{\hat{n}_0} dz \right)} \quad (2.51)$$

Mit $\hat{n}_1(x, y, z) = 1 - \delta(x, y, z) + i\beta(x, y, z)$ ergibt sich die komplexe Transmissionsfunktion $T(x, y)$ die den Durchgang einer Wellenfunktion durch ein dünnes Objekt beschreibt:

$$T(x, y) := e^{-ik_0 \int_{z=0}^{\Delta z} \frac{\delta(x, y, z)}{\hat{n}_0} dz} e^{-k_0 \int_{z=0}^{\Delta z} \frac{\beta(x, y, z)}{\hat{n}_0} dz} \quad (2.52)$$

Die Werte für den Brechungsindex hängen von der Energie der Strahlung ab. Für Röntgenstrahlung sind die Werte für δ sehr klein und positiv. Das bedeutet, dass fokussierende Optiken konkav sein müssen. Für eine Goldprobe mit $\delta_{\text{Au}}(15 \text{ keV}) = 1,34 \cdot 10^{-5}$ und bei einer Dicke von 40 nm ergibt sich ein Phasenschub von $\Delta\phi = 40,4 \text{ mrad}$.

Linsen

Um einen kleinen, intensiven Röntgenfokus zu erzeugen, wurden verschiedene refraktive Röntgenlinsen entwickelt [Boy09]. Das Linsenmaterial sollte vergleichsweise niedrige Werte für die Absorption und eine hohe Brechkraft bei der jeweiligen Röntgenenergie haben. Es werden Elemente mit hoher Dichte und niedriger Kernladungszahl bevorzugt. Infragekommende Materialien sind: Beryllium, Diamant und Silizium. Für Silizium ist die Bearbeitungstechnologie am weitesten fortgeschritten.

Als Vorfokussierungslinsen werden häufig gepresste radialsymmetrische Berylliumlinsen verwendet, die Refraktiven Röntgenlinsen (CRL⁶) [LSR⁺99]. Um einen Fokus in Nanometerbereich zu erzeugen, können Nanofokussierende Röntgenlinsen (NFL) [BFP⁺09] verwendet werden. NFLs bestehen aus geätzten planaren gekreuzten Siliziumlinsen (siehe Abbildung 2.13 c)). Aus dem Linsenmaterial lassen sich NFLs herstellen, die im Energiebereich zwischen 8 und 20 keV besonders kleine Fokusse erzeugen. Die Herstellung der NFLs wird ausführlich in der Dissertation von Pit Boye beschrieben [Boy09]. Da der Strahlengang sich beim Durchgang durch die Linse ändert, wurden Linsen hergestellt, die sich dieser Änderung anpassen, die sogenannten Adiabatisch Fokussierende Röntgenlinsen (AFL) [SL05].

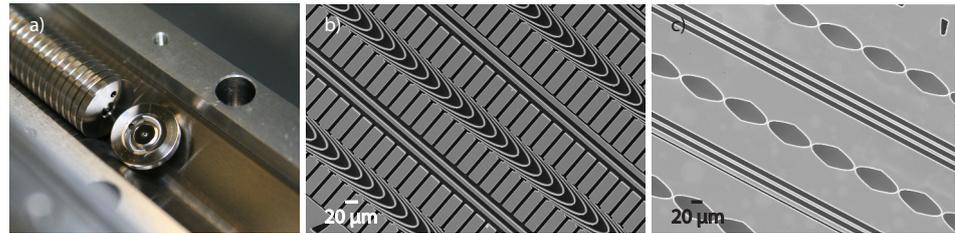
Eine neue Entwicklung sind die Refraktiven Lamellarlinsen (RLL), die die Linsenherstellung mit neuen Herstellungsverfahren ermöglichen sollen [SSP⁺14b].

Blenden, Abschirmungen

Blenden und Abschirmungen absorbieren die Strahlung vollständig. Sie dienen der Strahlführung und der Unterdrückung von Streustrahlung.

⁶CRL steht für compound refraktive lens.

Abbildung 2.13:
a) Foto von CRLs
b) REM-Bild von RLLs
c) REM-Bild von NFLs aus Silizium



Strahlfänger

Strahlfänger, auch Strahlabsorber genannt, sind in den Strahlengang eingebrachte Absorber. Meist absorbieren sie den zentralen Teil des Strahles vollständig. Um nur einen Anteil des zentralen Strahles zu absorbieren, können semitransparente Strahlfänger [WVS13] verwendet werden (siehe Kapitel 4.2.4).

2.3.4 Kohärenz

Eine wichtige Eigenschaft von Synchrotronstrahlung ist ihre hohe Kohärenz. Der Begriff kommt aus dem Lateinischen *cohaerere* und bedeutet so viel wie zusammenhängen. Strahlung hoher Kohärenz führt bei Beugung zu scharfen Interferenzmustern. Das Youngsche Doppelspaltexperiment ist ein Beispiel dafür. Zwei Wellenzüge sind kohärent zueinander, wenn sie eine feste Phasenbeziehung haben. Eine ausführliche Darstellung zu Kohärenz findet sich in [Len01]. Für Synchrotronstrahlung ist vor allem die longitudinale und die transversale Kohärenzlänge von Bedeutung.

Transversale Kohärenz

Röntgenquellen besitzen eine räumliche Ausdehnung, die die Kohärenzeigenschaften beeinflusst. Besitzt eine chaotische Quelle die Ausdehnung b , so wird ein Probenpunkt im Strahlengang von Photonen von verschiedenen Quellpunkten beleuchtet. Dadurch verringert sich der Phasenkontrast der Probe. Als Bedingung für konstruktive Interferenz ergibt sich die transversale Kohärenzlänge l_t :

$$l_t = \frac{\lambda \cdot L}{2 \cdot b} \quad (2.53)$$

Sie ist für eine gaußförmige Quelle wie folgt definiert [Bau14, ANM11]:

$$l_t = \frac{4 \cdot \ln 2}{\pi} \cdot \frac{\lambda \cdot L}{S} \quad (2.54)$$

Hier ist S die Halbwertsbreite der Quelle.

Longitudinale Kohärenz

Die longitudinale Kohärenzlänge ist ein Maß für die Monochromasie der Strahlung. Es seien zwei Wellenzüge mit einer Wellenlänge $\lambda_1 = \lambda$ und $\lambda_2 = \lambda + \Delta\lambda$. Dabei ist $\Delta\lambda \ll \lambda$. Diese beiden Wellenzüge 1 und 2 sind nach einer Entfernung l_l vom Startpunkt aus nicht mehr in Phase. Nach einer Entfernung $2 \cdot l_l$ sind sie wieder in Phase und Welle 1 hatte N und Welle 2 $N + 1$ Maxima. Damit ergibt sich die longitudinale Kohärenzlänge:

$$l_l = \frac{\lambda^2}{2\Delta\lambda} \quad (2.55)$$

Die longitudinale Kohärenz hängt also von der Bandbreite $\frac{\lambda}{\Delta\lambda}$ ab. Bei den Monochromatoren, die an Synchrotronstrahlungsquellen verwendet werden, liegt dieser Wert bei $\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = 10^4$ und damit ergibt sich für eine typische Energie von $E = 15 \text{ keV}$ eine longitudinale Kohärenzlänge von $l_l = 400 \text{ nm}$. Mit l_l und der Versuchsgeometrie lässt sich auch, wie in [Bau14] beschrieben, die maximale Höhe und die maximal zulässige Dicke der Probe, bei der sie kohärent beleuchtet wird, berechnen.

Sichtbarkeit von Interferenz

Die Kohärenz einer Quelle erhöht sich, wenn sich die Bandbreite verringert, die Probe weit von der Quelle entfernt ist und die Quellgröße klein gehalten wird. Das entstehende Interferenzmuster wird unschärfer, wenn es zu (1) inelastischer Streuung kommt oder (2) die Bedingungen für das Experiment sich ändern [Pat11, Len01]. Zu (2): da jedes Experiment nicht unter exakt den gleichen Bedingungen wiederholt wird, wird es bei dem realen Experiment immer ein unscharfes Interferenzmuster geben. Kohärenz geht beim realen Experiment verloren da: die Energie und der Impuls der Synchrotronstrahlung nicht konstant sind, die Probe zeitlich und räumlich nicht konstant ist und der Detektor durch seine Auflösungsbeschränkung einen räumlichen und zeitlichen Informationsverlust bewirkt.

2.4 Ptychographie

Der Begriff Ptychographie stammt aus dem Altgriechischen und setzt sich aus zwei Begriffen zusammen: $\pi\tau\nu\xi = \text{Falte}$ und $\gamma\rho\alpha\psi\nu = \text{schreiben}$. Die Ptychographie ist ein Verfahren in der Röntgenmikroskopie mit dem räumlich hochaufgelöste Bilder von ausgedehnten, dicken Proben⁷ aufgenommen werden können. In den vergangenen Jahren gab es eine rasante Entwicklung in der Ptychographie. Dieses rasternde Verfahren der Beugung mit kohärenter Röntgenstrahlung wurde 1970 von Hegerl und Hoppe [HH70] für die Elektronenmikroskopie entwickelt. Seit den erstmaligen Anwendungen für Röntgenstrahlung im Jahr 2007

⁷”dick” bedeutet hier, dass die Probe mehrere hundert μm dick sein darf. Das ist dick im Vergleich zur Elektronenmikroskopie.

[RHC⁺07, TDM⁺08, SBG⁺11a] und sichtbares Licht gab es eine Vielzahl von Weiterentwicklungen, darunter sind die 3D-Ptychographie [DMT⁺10, Ste12] und die XANES Ptychographie [HRH⁺13]. Ein Ptychogramm setzt sich aus der Aufnahme vieler einzelner Beugungsbilder mit kohärenter Strahlung zusammen. Die Beugung mit kohärenter Röntgenstrahlung und die Aufnahme nur eines Beugungsbildes wird nachfolgend erläutert.

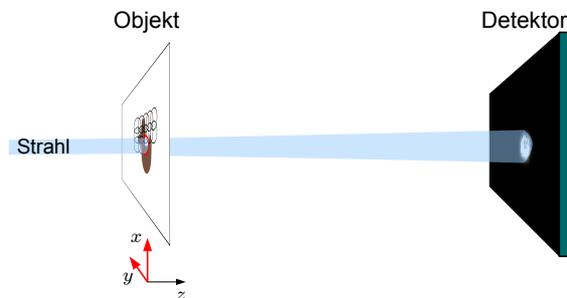
2.4.1 Bildgebung mit kohärenter Röntgenstrahlung

Die Bildgebung mit kohärenter Röntgenstrahlung wird oft auch CXDI (coherent x-ray diffraction imaging) genannt. CXDI ist ein Verfahren, bei dem aus einem kohärent aufgenommenen Fernfeldbeugungsbild eines Objektes dieses Objekt rekonstruiert wird. Das Objekt wird von einem Strahl $P(\vec{r}, t)$ mit $\vec{r} = (x, y)$ durchstrahlt. Das im optischen Sinn dünne Objekt $O(\vec{r}, t)$ der Dicke d absorbiert einen Teil des Strahles und verursacht einen Phasenschub $\Delta\phi$ (siehe Kapitel 2.3.3). Die Wellenausbreitung im Objekt kann dabei vernachlässigt werden. Es gilt: $O(\vec{r}, t) = e^{-i\Delta\phi} e^{-\frac{1}{2}\mu d}$. Direkt hinter dem Objekt wird der einfallende Strahl zur Transmissionsfunktion $\tilde{\psi} = P \cdot O$ verändert. Im Fernfeld entspricht diese Wellenfunktion der Fouriertransformierten der Transmissionsfunktion $\mathcal{F}(P \cdot O)$. Der Detektor misst nur die Intensität I , da die Frequenz der Phase zu hoch ist: $I = |\tilde{\psi}|^2$. Die Rekonstruktion des Objektes ist iterativ und benötigt Randbedingungen, damit das Phasenproblem lösbar ist. Randbedingungen sind dabei: das Objekt muss kleiner als der beleuchtende Strahl sein und manchmal muss die grobe Form des Objektes bekannt sein. Mit diesem Verfahren können Auflösungen bis 5 nm [SBF⁺08] erzielt werden. Kombiniert man dieses Verfahren mit einem rasternden Scan der Probe wird das Verfahren Ptychographie genannt.

2.4.2 Ptychographischer Algorithmus

In der Ptychographie können Proben, die deutlich größer sind als der beleuchtende Strahl, verwendet und rekonstruiert werden. Bei diesem Verfahren wird eine Probe mit einem Überlapp der beleuchteten Region gerastert. Durch den Überlapp ist es möglich, das Pha-

Abbildung 2.14: Schematische Darstellung des ptychographischen Abrasterns einer Probe. Eine Probe wird am Ort \vec{r} beleuchtet. Im Fernfeld wird von einem Detektor ein Beugungsbild aufgenommen. Dann wird die Probe um \vec{R}_j verfahren und ein neues Beugungsbild aufgenommen. Die Darstellung wurde entnommen aus [Hö10a].



senproblem zu lösen. Dafür wurden verschiedene iterative Algorithmen entwickelt [TDB⁺09,

MR09], die sowohl die Phase als auch Amplitude von der Objektfunktion und der Beleuchtungsfunktion rekonstruieren. Der Nachweis der Konsistenz der Beleuchtungsfunktion findet sich in [HHP⁺11a].

Algorithmus nach Rodenburg und Maiden

Der in dieser Arbeit verwendete Algorithmus orientiert sich an der Algorithmenentwicklung von Rodenburg und Maiden [MR09].

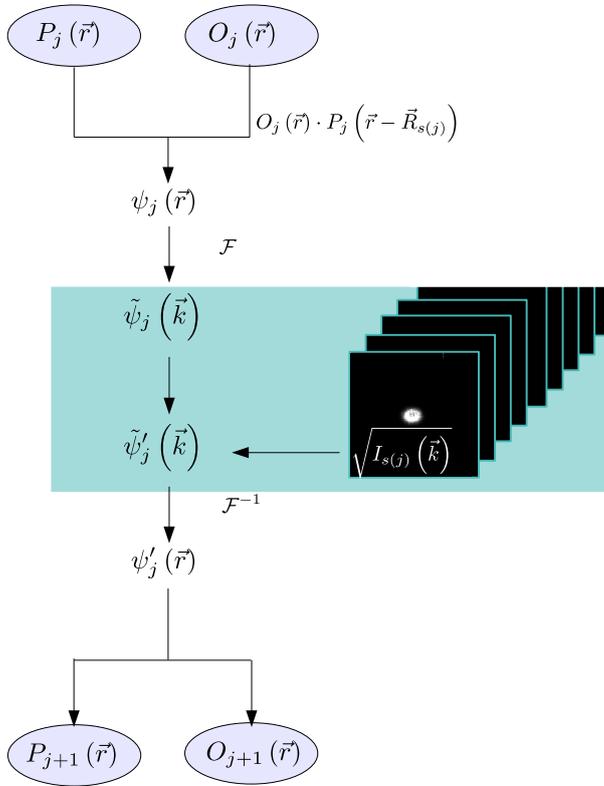


Abbildung 2.15: Schematische Darstellung des Algorithmus nach Rodenburg und Maiden. Eine initiale Beleuchtungsfunktion $P_j(\vec{r})$ und die Objektfunktion $O_j(\vec{r})$ am Ort $s(j)$ werden geraten und im Fourierraum mit der realen gemessenen Intensität $\sqrt{I_{s(j)}(\vec{k})}$ aktualisiert. Durch Fourierrücktransformation werden eine aktualisierte Beleuchtungs- und Objektfunktion bestimmt. Die Darstellung wurde entnommen aus [Hö10a].

Es sei die Beleuchtungsfunktion $P(\vec{r})$, die Objektfunktion $O(\vec{r})$, die relative Bewegung zwischen Objekt und Beleuchtungsfunktion \vec{R}_j und die Anzahl der aufgenommenen Beugungsbilder N . Innerhalb einer Iteration werden N Teiliterationen durchlaufen. Die jeweilige Teiliteration sei mit j gekennzeichnet. Da die Iterationen nicht in der Reihenfolge der Aufnahme der Beugungsbilder durchlaufen werden muss, bezeichnet $s(j)$ eine beliebige Permutation der Reihenfolge. In der iterativen Berechnung wird durch die diskrete Aufnahme der Beugungsbilder alles in Matrizen, mit der Dimension der Pixelanzahl des Detektors, berechnet. Hier erfolgt die Darstellung analog zu Rodenburg und Maiden in kontinuierlicher Darstellung. Dann läuft der Algorithmus in folgenden Schritten ab:

1. **Initialisierung** Die Beleuchtungsfunktion $P_{j=1}(\vec{r})$ und die Objektfunktion $O_{j=1}(\vec{r})$ werden geschätzt.
2. **Transmissionsfunktion** Die Wellenfunktion ergibt sich als Produkt von Beleuchtungs- und Objektfunktion:

$$\psi_j(\vec{r}, \vec{R}_{s(j)}) = O_j(\vec{r} - \vec{R}_{s(j)}) \cdot P_j(\vec{r}). \quad (2.56)$$

3. Propagation ins Fernfeld

$$\tilde{\psi}_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)}) = \mathcal{F} \left[\psi_j(\vec{r}, \vec{R}_{s(j)}) \right] = \left| \tilde{\psi}_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)}) \right| e^{i\Delta\phi_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)})}. \quad (2.57)$$

Die Wellenfunktion wird mit Fraunhofernäherung ins Fernfeld propagiert. Dazu wird sie Fouriertransformiert und danach in Amplitude und Phase aufgeteilt. Die Fouriertransformation der Transmissionsfunktion sieht wie folgt aus:

$$\tilde{\psi}_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)}) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \psi_j(\vec{r}, \vec{R}_{s(j)}) e^{-i\vec{r} \cdot \vec{k}} d^2r$$

4. Amplitudenaktualisierung

$$\tilde{\psi}'_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)}) = \sqrt{I_{s(j)}(\vec{k})} e^{i\Delta\phi_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)})} \quad (2.58)$$

Die vom Detektor gemessene Intensität $I_{s(j)}(\vec{k})$ entspricht vereinfacht dem Betragsquadrat der Amplitude der wahren Wellenfunktion. Die berechnete Amplitude wird mit den vom Detektor gemessenen Intensitäten aktualisiert. Die Phaseninformation wird aus den berechneten Wellenfunktionen übernommen $e^{i\Delta\phi_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)})} = \frac{\tilde{\psi}_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)})}{|\tilde{\psi}_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)})|}$. Für die Amplitudenaktualisierung gibt es verschiedene Methoden, die auch einen nicht von der Probe kommenden Streuuntergrund berücksichtigen können. Darauf wird im späteren Abschnitt 2.4.3 detaillierter eingegangen.

5. Fourierrücktransformation

$$\psi'_j(\vec{r}, \vec{R}_{s(j)}) = \mathcal{F}^{-1} \left[\tilde{\psi}'_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)}) \right]. \quad (2.59)$$

Es erfolgt die Fourierrücktransformation und ergibt eine neue Schätzung der Wellenfunktion nach Transmission durch die Probe.

6. Aktualisierung von Objekt- und Wellenfunktion

$$O_{j+1}(\vec{r} - \vec{R}_{s(j)}) = O_j(\vec{r} - \vec{R}_{s(j)}) + \beta \frac{P_j^*(\vec{r})}{|P_j(\vec{r})|_{max}^2 + \alpha} \left(\psi'_j(\vec{r}) - \psi_j(\vec{r}) \right) \quad (2.60)$$

$$(2.61)$$

$$P_{j+1}(\vec{r}) = P_j(\vec{r}) + \beta \frac{O_j^*(\vec{r} - \vec{R}_{s(j)})}{|O_j(\vec{r} - \vec{R}_{s(j)})|_{max}^2 + \alpha} \left(\psi'_j(\vec{r}) - \psi_j(\vec{r}) \right). \quad (2.62)$$

Aus der Wellenfunktion hinter der Probe können Objekt- und Beleuchtungsfunktion berechnet werden. Hierbei wird im Nenner ein kleiner Summand α eingeführt, um Division durch Null zu verhindern. Der Faktor β ist ein Aktualisierungsgewicht.

7. **nächste Teiliteration** An der Position $\vec{R}_{s(j+1)}$ wird mit Schritt 2. fortgefahren. Eine Beschreibung der praktischen Umsetzung findet sich in [Hö10b].

Bemerkungen zur praktischen Umsetzung

In einer realen Messung müssen noch verschiedene Punkte Beachtung finden, die in der Algorithmenbeschreibung nicht erwähnt wurden. Verschiedene Strahlintensitäten müssen mit einer Normierung ausgeglichen werden. Überbelichtete oder kaputte Detektorpixel müssen maskiert werden. In [Bau14] werden verschiedene Umsetzungen des Algorithmus diskutiert. Dazu gehören die Beachtung von verschiedenem Überlapp der Beugungsbilder am Rand eines Scans, die Reihenfolge der Aktualisierung von Objekt und Beleuchtungsfunktion und deren Häufigkeit. Die Aktualisierung der Amplitudenfunktion kann mit verschiedenen Modellen erfolgen. Eine Diskussion für Messungen mit geringen Zählraten findet sich in [GACR12].

Erweiterungen

Durch den starken Überlapp der Beugungsbilder gibt es mehr Informationen als für die Rekonstruktion von Objekt und Beleuchtung benötigt werden. Diese können benutzt werden, um Inkonsistenzen bei der Aufnahme der Beugungsbilder auszugleichen. Solche Inkonsistenzen sind: Positionsfehler, eine inkohärente Beleuchtung, inkohärente Streuung, Limitierung durch die Pixelgröße des Detektors. Der Algorithmus kann erweitert werden mit: Positionskorrektur, Untergrundkorrektur, mehreren Beleuchtungen die inkohärente Beleuchtungen simulieren und eine künstliche Verkleinerung der Pixel (siehe [Hopen]).

2.4.3 Amplitudenaktualisierung

Es gibt verschiedene Methoden zur Aktualisierung der Amplitude. Diese werden in [GACR12] diskutiert. Hier sollen 2 Methoden, die Gauß- und die Poisson-Amplitudenaktualisierung vorgestellt werden. In vereinfachter Schreibweise lauten die verschiedenen Aktualisierungsvorschriften:

$$\text{Gauß} \quad \tilde{\Psi}'_j = \tilde{\Psi}_j \cdot \sqrt{\frac{\sqrt{I_j}}{|\tilde{\Psi}_j|}} \quad (2.63)$$

$$\text{Poisson} \quad \tilde{\Psi}'_j = \tilde{\Psi}_j \cdot \frac{\sqrt{I_j}}{|\tilde{\Psi}_j|} \quad (2.64)$$

Die hier Poissonaktualisierung genannte Vorschrift entspricht bei einer Poissonverteilung der Messwerte einer Aktualisierung mit den "richtigen" Werten. Bei der Gaußaktualisierung

hat die Aktualisierung der Amplitude mit der gemessenen Intensität I_j weniger Einfluss. Wenn die Messwerte stark fehlerbehaftet sind, so haben die einzelnen Aktualisierungen weniger Einfluss auf das Rekonstruktionsergebnis.

Residuumsreduktion

In allen Beugungsbildern gibt es Pixelwerte, die nicht mit der ptychographischen Rekonstruktion konsistent sind. Diese Pixelwerte wurden durch einen Streuuntergrund, Pixelfehler oder eine schlechte Statistik verfälscht. Die Beugungsbilder können teilweise mit einer Residuumsreduktion [Bau14, HM15] korrigiert werden.

Der durchschnittliche Streuuntergrund in allen Beugungsbildern kann mit einer Residuumsreduktion, wie in [Bau14] beschrieben, abgezogen werden. Die Intensität des real gemessenen Beugungsbildes $I_{s(j)}$ setzt sich aus der Eingangsintensität des Strahles, den Streuanteilen vom Objekt und dem Streuuntergrund zusammen.

Die korrigierte Intensität des Beugungsbildes $I_{s(j),k}(\vec{k})$ kann dargestellt werden, als die auf dem Detektor gemessene Intensität $I_{s(j)}$ abzüglich des gemittelten Streuuntergrundes aller Bilder $I_B(\vec{k})$:

$$I_{s(j),k}(\vec{k}) = I_{s(j)}(\vec{k}) - I_B(\vec{k}) \quad (2.65)$$

Damit ergibt sich eine Amplitudenaktualisierung:

$$\tilde{\psi}'_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)}) = \sqrt{I_{s(j)}(\vec{k}) - I_B(\vec{k})} e^{i\Delta\phi_j(\vec{k}, \vec{R}_{s(j)})} \quad (2.66)$$

Diese Residuumsreduktion eignet sich gut, um in allen Beugungsbildern wiederkehrende falsche Intensitäten (z.B. durch tote Detektorpixel) zu korrigieren.

2.5 Auflösung

Die mit der Ptychographie erreichbare Auflösung ist wichtig und abhängig vom Objekt, der Beleuchtung, der experimentellen Geometrie und dem Algorithmus.

2.5.1 Bestimmung von Auflösung in Bildern

Für die Beurteilung der Qualität der ptychographischen Rekonstruktion dient die Bestimmung der Auflösung in der Rekonstruktion. Die Auflösung kann dabei mit folgenden Verfahren bestimmt werden:

- Kantenmessung [SHP⁺12],

- Fourier-Schalen-Korrelation (FSC) [vHS05],
- Vergleich mit Gaußfaltung von REM-Bild [HRH+13]

Kantenmessung

An Kanten, die als theoretisch scharf angenommen werden, wird eine Linienmessung durchgeführt und die Halbwertsbreite der Kante bestimmt. Je nach Objektdetail kann das Ergebnis bei derselben Rekonstruktion variieren.

Fourier-Schalen-Korrelation

Bei der FSC⁸ werden 2 Bilder aus den Messdaten erzeugt und im Fourierraum betrachtet. Die Auflösung wird bestimmt, indem die Korrelation zwischen den Fouriertransformierten bestimmt wird. Die damit berechnete Auflösung liegt oft höher als die vom Betrachter wahrgenommene.

Gaußfaltung

Aus einem deutlich schärferen Bild des untersuchten Objektes wird die Auflösung der Rekonstruktion bestimmt, z.B mit einem REM-Bild. Dafür wird das scharfe Bild mit einer Gaußfunktion gefaltet und die Gaußbreite angepasst, bis es der Rekonstruktion entspricht. Die Auflösung entspricht dann der Halbwertsbreite der Gaußfunktion für die die Übereinstimmung zwischen Rekonstruktion und gefaltetem REM-Bild am höchsten ist. Hierfür ist ein scharfes REM-Bild der Probe nötig.

2.5.2 Experimentelle Geometrie

Die Pixelgröße Δr_P der rekonstruierten Ptychogramme ergibt sich aus der Entfernung zwischen Probe und Detektor L , der Wellenlänge λ , der Anzahl der Pixel N und der Pixelgröße Δr_D des Detektors. Für $L \gg N\Delta r_D$ gilt folgende Näherung:

$$\Delta r_P = \frac{\lambda \cdot L}{N \cdot \Delta r_D} \sim \frac{1}{q} \quad (2.67)$$

Mit realen Messparametern $L = 1$ m, $\lambda = 0,8 \cdot 10^{-10}$ m, $N = 256$ und $\Delta r_D = 55$ μ m ergibt sich eine Pixelgröße von: $\Delta r_P = 5,7$ nm. Die erreichbare Auflösung hängt davon ab, bis zu welchem Streuwinkel ein signifikantes Signal detektiert wurde. Damit ergibt sich ein neuer Wert für $N_{\text{signifikant}}\Delta r_D$. Dabei ist bei schwachen Streuern $N_{\text{signifikant}} < N$ und damit auch Δr_P größer, als die Größe des Detektors vermuten ließe. Der Streuwinkel, unter dem noch ein signifikantes Signal gemessen werden kann, hängt von der Signalstärke und dem Untergrund ab.

⁸FSC: fourier shell correlation

Untergrundreduktion

Ein geringer Untergrund des Streusignales wird die Auflösung verbessern. Dafür ist auch entscheidend wie hoch das Untergrundsignal im Verhältnis zum Probensignal ist. Dieser Zusammenhang wird mit dem Signal-zu-Rausch-Verhältnis (SNR) in Kapitel 2.6 betrachtet. Eine Untergrundreduktion kann erfolgen durch:

- **Verbesserung der Quelleigenschaften**

- Eine *brillante Quelle* erhöht durch den höheren kohärenten Fluss auf die Probe das SNR.
- Die Verwendung von einer *Vorfokussierung* erhöht den Fluss auf die Probe und damit das SNR.

- **Verringerung der Luft- und Detektorstreuung**

- Die Verwendung von *Flugrohren* mit Vakuumumgebung oder einem Gas mit niedrigem Formfaktor, also zum Beispiel Helium, verringert den Wirkungsquerschnitt für die Streuung auf der Strecke des Flugrohres. Allerdings können die Ein- und Austrittsfenster des Flugrohres einen zusätzlichen Streuuntergrund bewirken.
- Eine komplette *Vakuumumgebung* von Probe und Detektor verringert die Luftstreuung.
- Die Verwendung von *Strahlfängern* kann die mögliche Belichtungszeit erhöhen und damit das SNR verbessern. Außerdem verringert ein Strahlabsorber die Streuung des zentralen Strahles in Luft und Detektormaterial.

- **verbesserte Detektoreigenschaften**

- Der Detektor sollte *rauschfrei* sein.
- Eine *hohe Quanteneffizienz* des Detektors erhöht das SNR.

2.5.3 Dosis

Mit einer höheren Dosis wird der Wert für $N_{\text{signifikant}} \Delta r_D$ erhöht. Das kann erreicht werden mit einer Erhöhung des kohärenten Flusses: durch lange Belichtungszeit, Vorfokussierung und geeignete Röntgenquellen. Bei strahlenharten Objekten wird die Dosis durch den verfügbaren kohärenten Fluss begrenzt. Bei einer Probe gilt: Für Auflösungen im Nanometerbereich fällt die Streuintensität typischerweise mit der vierten Potenz des Streuvektors (q^{-4}) ab [HBC⁺09]. Um eine Auflösung zu erreichen, die eine Größenordnung größer ist, muss die kohärente Dosis um vier Größenordnungen erhöht werden.

Bei nicht strahlenharten Objekten, zum Beispiel biologischen Proben, begrenzen die Strahlenschäden die mögliche Dosis [HBC⁺09]. Die Auflösung der einzelnen Objektdetails hängt dabei kaum vom gesamten Objekt ab, sondern den Streueigenschaften des Objektdetails [SS10].

2.5.4 Schwache Streuer im Sinne der Ptychographie

Unter einer schwach streuenden Probe für ein ptychographisches Experiment soll im Folgenden eine Probe verstanden werden, die wenig Variation im Streusignal aufweist. Das

- kann eine schwach streuende Probe sein (atomarer Formfaktor $f(q)$) und/oder
- wenig starke Variation, also wenig scharfe Kanten im Objekt (Strukturfaktor $S(q)$).

Der Formfaktor einer Probe mit konstantem atomarem Formfaktor $f(q)$, ergibt sich als Produkt der atomaren Formfaktoren und der mikroskopischen Struktur der Probe (siehe auch Kapitel 2.2.6):

$$F(q) = f(q) \cdot S(q) \quad (2.68)$$

Im Folgenden sollen zwei Beispiele vorgestellt werden. Der Strukturfaktor für ein kugelförmiges Objekt und der für ein zylinderförmiges Objekt. Dabei sei der Zylinder mit der Zylinderachse entlang der Strahlrichtung orientiert und die Dicke des Zylinders sei R . Für den Strukturfaktor ergibt sich:

$$S(q) \sim \begin{cases} 9 \cdot \left(\frac{\sin u - u \cdot \cos u}{u^3} \right)^2, & \text{Kugel} \\ \left(\frac{\sin u/2}{u/2} \right)^2, & \text{Zylinder.} \end{cases} \quad (2.69)$$

Hierbei entspricht u der Schreibweise aus Kapitel 2.2.6, es ist $u = q \cdot R$ mit dem Impulsübertrag $q = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda}$ und dem Zylinder bzw. Kugelradius R . In Abbildung 2.16 sind die Strukturfaktoren für Kugel und Zylinder im Strahlengang dargestellt. Der Abfall des Strukturfaktors des Zylinders ist für hohe Streuwinkel geringer als bei der Kugel. Das heißt, bei scharfen Kanten im Strahlengang wird bei hohen Streuwinkeln ein höheres Signal erzielt. Damit wird auch die mögliche Auflösung beim Zylinder höher als bei der Kugel. Für

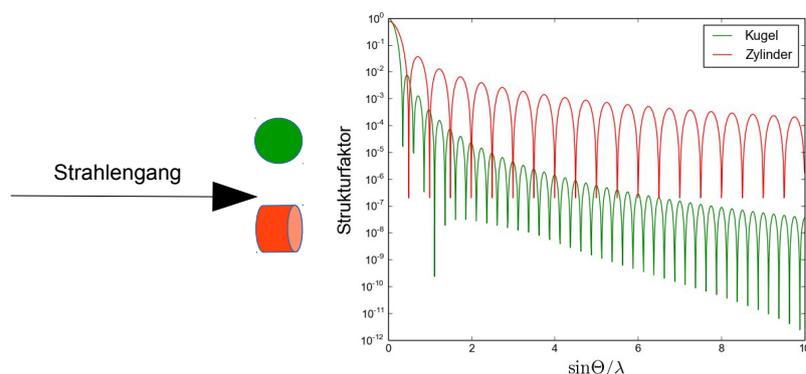


Abbildung 2.16: Strukturfaktoren von Kugel und Zylinder im Vergleich. Kugel und Zylinder seien gleich dick und im Strahlengang ausgerichtet.

eine flache Scheibe, die senkrecht zum Strahl steht, mit dem Radius $R \rightarrow \infty$ würde sich

für alle Impulsüberträge $q \neq 0$ ein Strukturfaktor $S(q \neq 0) = 0$ ergeben. In Strahlrichtung, also bei $q = 0$, wäre der Formfaktor F nur vom atomaren Formfaktor f abhängig.

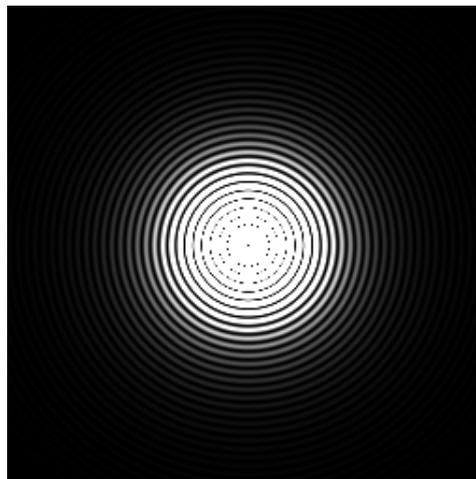
Erreichbare Auflösung bei gegebener Photonendosis

Für die Berechnung der Auflösung mit gegebener Photonendosis [SBT04, KJH95] soll ein Beispiel berechnet werden. Die Beispieldaten entsprechen den experimentellen Daten von dem Goldsternscan mit Absorber (Scan 202) aus Kapitel 5.1.2. Es sei die Zählrate $I_0 \cdot A = 1,0 \cdot 10^7$ Photonen pro s^{-1} mit der Intensität I_0 und der Fläche A , die Probe sei ein Goldnanopartikel mit dem Durchmesser $d = 100$ nm in einer Entfernung von $L = 1000$ mm vom Detektor bei $E = 14,92$ keV und mit der Pixelgröße des Detektors $\Delta r_D = 0,055$ mm. Mit den Formeln aus Kapitel 2.2.6 und der Intensität $I(q)$ in einem bestimmten Raumwinkel:

$$I(q) = I_0 \cdot \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{kA} \cdot \Delta\Omega \quad (2.70)$$

kann man berechnen, bis zu welchem Impulsübertrag $\hbar q$ ein signifikantes Signal detektiert werden kann. Mit den Algorithmen aus der Modellierungsrechnung in Kapitel 3 und einer Pixelgröße von $\Delta r_D = 0,320$ mm, die das Abtasttheorem gerade noch erfüllt, ergibt sich eine Zählrate⁹ von 5 Photonen bis zu 14 Pixeln vom Zentrum entfernt, was einer Auflösung von 17 nm entspricht. Bei dem modellierten Beugungsbild kommt man auf eine Gesamtphotonenanzahl von kohärent gestreuten Photonen von $N_1 = 24000$. In Abbildung 2.17 ist die modellierte kohärente Streuung von der Goldkugel aufgetragen. Der inkohärente Streuanteil ist vernachlässigbar¹⁰. Zum Vergleich der Photonenzahl soll eine Abschätzung der

Abbildung 2.17: Logarithmische Darstellung der kohärenten Streuteile einer Goldprobe, die sich 1000 mm vom Detektor entfernt befindet. Die Pixel in diesem Bild sind für die bessere Sichtbarkeit der Interferenzringe $\Delta r_D = 0,055$ mm groß. Dargestellt ist der Ausschnitt der Detektorfläche, der zur Auswertung der Ptychogramme genutzt wird.



kohärenten Streuintensität mit dem kohärenten Abschwächungskoeffizienten vorgenommen werden. Mit dem Abschwächungskoeffizienten $\sigma(\text{Au}, E = 14,92 \text{ keV}) = 3,18 \text{ cm}^2/\text{g}$ (NIST:

⁹nach [SRH⁺08]

¹⁰Für Gold würde ein Winkel von 0.017 rad erreicht werden, was einem S von ca. 0.1 entspricht.

http://physics.nist.gov/cgi-bin/Xcom/xcom3_1), der Dichte $\rho_{\text{Au}} = 19,32 \text{ g/cm}^3$ und einer durchschnittlichen Dicke der Kugel $d=67 \text{ nm}$, ergibt sich durch kohärente Streuung eine Photonenzahl von $N_1 = 4100$. Für die kohärente Überlagerung bei kugelförmigen Partikeln muss diese Streuintensität noch mit einem Faktor $(\frac{9}{16\pi})\lambda^2 R n_0 = 6,88$ korrigiert werden [KJH95]. Damit ergibt sich eine Photonenzahl $N_1 = 28200$. Ein Vergleich mit der Gesamtphotonenzahl im direkt modellierten Beugungsbild zeigt gute Übereinstimmung.

Nach [SBT04] kann die erwartete Auflösung von Goldkugeln auch berechnet werden mit:

$$I_0 \Delta t = \frac{20\pi^3}{3r_e^2 n_0^2 d^4 f^2 \lambda^2} \quad (2.71)$$

Da die Streuung in Vorwärtsrichtung erfolgt, ist $f = Z = 79$. Die Dicke der Probe sei $d = 100 \text{ nm}$ und gesucht ist die Auflösung:

$$\Delta r^3 = \frac{20\pi^3}{3r_e^2 n_0^2 d f^2 \lambda^2 I_0 \Delta t} \quad (2.72)$$

$$= \frac{20\pi^3}{3 \cdot (2,82 \cdot 10^{-13} \text{ cm})^2 \cdot 10^{-5} \text{ cm} \cdot (5,9 \cdot 10^{22} \text{ cm}^{-3})^2 \cdot 79^2 \cdot (1,0 \cdot 10^{-8} \text{ cm})^2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}} \quad (2.73)$$

$$\Delta r = 11 \text{ nm} \quad (2.74)$$

Demnach ist bei einem Fluss von $10^{17} \text{ cm}^{-2} = 10^9 \mu\text{m}^{-2}$ eine Auflösung von 11 nm zu erwarten.

Dosis für atomare Auflösung

Im Folgenden sollen Betrachtungen angestellt werden, welche Dosis erforderlich ist, um atomare Auflösung zu erreichen. Dazu muss eine Mindestanzahl von Photonen in einen Raumwinkel einfallen, der Shannon Pixel $\Delta\Omega_{\text{Obj}}$ genannt wird. Wenn eine Probe aus mehreren Untereinheiten verschiedener Größen aufgebaut ist, so ist atomare Auflösung nur erreichbar, wenn das betrachtete Atom auch ohne die Streukraft der Umgebung auflösbar wäre. Um zu berechnen wann atomare Auflösung erreicht werden kann, kann die Streukraft eines einzelnen Atomes ohne seine Umgebung betrachtet werden. Die Argumentation folgt [SS10].

Eine notwendige Bedingung, damit ein Atom unter der Annahme von einem perfekt untergrundfreiem Streusignal, das der Poissonstatistik unterliegt, aufgelöst werden kann ist [SS10]:

$$I_c \cdot |\psi|^2 \cdot \Delta\Omega_{\text{Obj}} \cdot \Delta t \geq \frac{\alpha^2}{4} \quad (2.75)$$

Dabei ist I_c der einfallende kohärente Strahlungsanteil, $\Delta\Omega_{\text{Obj}}$ die Größe des Shannon Pixels¹¹, $|\psi|^2 = \frac{d\sigma}{d\Omega}$ der Wirkungsquerschnitt des Atomes, Δt die Belichtungszeit und α ein

¹¹Shannon Pixel bezeichnet die Pixelgröße die notwendig ist, um das Abtasttheorem zu erfüllen. Es sei $\Delta\Omega = (\frac{\lambda}{2sR})^2$ mit $s = 2^{1/2}$ für 2 dimensionale Rekonstruktionen und R dem Objektradius [SRH⁺08].

Faktor für das Rose-Kriterium [Ros48]. Das Rose-Kriterium ist eine Bedingung, damit die Statistik der Photonen über einem festgelegten konstanten Untergrundwert liegt und dieser Faktor wird in [SRH⁺08] mit 5 angenommen¹². Um nun die notwendige Anzahl der Photonen für atomare Auflösung zu berechnen, soll ein Beispiel mit realistischen Zahlenwerten gezeigt werden.

$$I_c \cdot \Delta t \geq \frac{\alpha^2}{4} \frac{1}{|\psi|^2 \cdot \Delta\Omega_{Obj}} \approx \frac{6,25}{r_0^2 \cdot Z^2 \cdot \Delta\Omega_{Obj}}$$

Für $Z = 79$ für Gold und $r_0 = 2,817 \cdot 10^{-15}$ m ergibt sich eine Dosis $I_c \cdot \Delta t = 5 \cdot 10^8$ Photonen pro nm^{-2} um atomare Auflösung zu erreichen [SS10].

2.6 Signal-zu-Rausch-Verhältnis

Ein Beugungsbild setzt sich aus dem kohärent gestreuten Anteil der Probenstreuung und einem Untergrund zusammen. Unter Untergrund werden Signale auf dem Detektor, die nicht durch die einfache Streuung an der Probe erklärt werden können, verstanden. Das kohärente Probensignal ermöglicht eine Rekonstruktion der Probe aus den Beugungsbildern. Ein hohes zusätzliches Untergrundsignal verfälscht das kohärente Probensignal und verschlechtert damit auch die ptychographische Rekonstruktion. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis (kurz SNR) gibt das Verhältnis von Nutzsignal zu Untergrundsignal an. Es ist damit ein Gütekriterium für die Beugungsbilder eines Ptychogrammes. Mit dem SNR sollen Vorhersagen über die Qualität und Auflösung der rekonstruierten Ptychogramme möglich sein.

2.6.1 Rauschen

Eine Eigenschaft von Licht ist Schrotrauschen. Es kann mit einer Poissonverteilung modelliert werden.

2.6.2 Berechnung des SNR

Eine Einführung eines Maßes für das SNR in der Ptychographie wird in [Ric13] und [Hei13] vorgenommen. Der Mittelwert \bar{N} einer Messreihe mit n Elementen sei:

$$\bar{N} = \sum_i^n N(i) \tag{2.76}$$

¹²Rose führte empirische Untersuchungen zu der Erkennbarkeit von Strukturen mit verschiedenen Untergründen und Versuchspersonen durch. Dafür wurde ein notwendiges Signal-zu-Rausch-Verhältnis von 5 festgestellt. Für die Analyse von Beugungsbildern ist diese Zahl zu überprüfen [Bur99].

Die Standardabweichung σ_N ergibt sich zu:

$$\sigma_N = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (N(i) - \bar{N})^2} \quad (2.77)$$

Das SNR gibt das Verhältnis der Zählereignisse des Nutzsignals N_{Signal} zur Standardabweichung der Zählereignisse des Untergrundsignals N_{Unter} an:

$$\text{SNR} = \frac{N_{\text{Signal}}}{\sigma_{\text{Unter}}} \quad (2.78)$$

Bei der Messung wird Poisson Statistik angenommen¹³. Die Standardabweichung kann somit berechnet werden mit:

$$\sigma_{\text{Unter}} = \sqrt{N_{\text{Unter}}} \quad (2.79)$$

Bei der Bestimmung des SNR, für die bei einem Ptychographiescan aufgenommenen Beugungsbilder, gilt folgende Notation: Ein am Scanpunkt (x_P, y_P) aufgenommenes Beugungsbild i erzeugt auf dem Detektor in Pixel (x, y) eine Anzahl von Zählereignissen $N(i, x, y)$. Die Dimension des Beugungsbildes ist $(x_{\text{max}}, y_{\text{max}})$. Das Signal ergibt sich aus der Differenz zwischen der Zählrate des Beugungsbildes mit Probe und der normierten Zählrate ohne Probe. Für die Zählrate ohne Probe werden sogenannte Leerbilder aufgenommen.

$$N_{\text{Signal}}(i, x, y) = N(i, x, y) - \frac{t}{t_{\text{Leer}}} \cdot N_{\text{Leer}}(x, y) \quad (2.80)$$

Auch hier gilt Poissonstatistik. Somit kann die Leermessung normiert werden auf die Zeit t .

$$\sigma_{\text{Leer}}(x, y, t) = \sqrt{\frac{t}{t_{\text{Leer}}}} \sigma_{\text{Leer}}(x, y, t_{\text{Leer}}) \quad (2.81)$$

Damit N_{Signal} positiv ist, wird die Differenz quadriert und die Quadratwurzel gezogen.

$$N_{\text{Signal}} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(N(i, x, y) - \frac{t}{t_{\text{Leer}}} \bar{N}_{\text{Leer}}(x, y) \right)^2} \quad (2.82)$$

Dies gibt das gesamte SNR für einen ganzen Scan an.

$$\text{SNR}(x, y) = \frac{\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(N(i, x, y) - \frac{t}{t_{\text{Leer}}} \bar{N}_{\text{Leer}}(x, y) \right)^2}}{\sqrt{\frac{t}{t_{\text{Leer}}} \sigma_{\text{Leer}}(x, y, t_{\text{Leer}})}} \quad (2.83)$$

¹³Poissonstatistik ist erfüllt, wenn es eine große Anzahl von Ereignissen mit kleinen Einzelwahrscheinlichkeiten gibt. Eine experimentelle Überprüfung mit gemessenen Leerbildern zeigt gute Übereinstimmung.

Für das SNR ergibt sich ein Grenzwert von Eins für den Fall sehr geringer Zählraten oder eines geringen Nutzsignales. Will man wissen, wie sich das SNR für die einzelnen Beugungsbilder i verändert, so kann dies in Abhängigkeit von dem, dem Beugungsbild zugeordnetem, Scanpunkt (x_P, y_P) dargestellt werden. Dazu wird das SNR für ein Beugungsbild i am Ort (x_P, y_P) bestimmt:

$$\text{SNR}(x_P, y_P, x, y) = \frac{\sqrt{\left(N(x_P, y_P, x, y) - \frac{t}{t_{\text{Leer}}}\bar{N}_{\text{Leer}}(x, y)\right)^2}}{\sqrt{\frac{t}{t_{\text{Leer}}}\sigma_{\text{Leer}}(x, y, t_{\text{Leer}})}} \quad (2.84)$$

Dann wird die Summe über alle Pixelwerte, die größer als 2 sind, bestimmt¹⁴, damit werden nur Pixelwerte mit Signalanteil berücksichtigt. Für jeden Scanpunkt ergibt sich ein skalarer Wert, der in Abhängigkeit vom Scanpunkt (x_P, y_P) aufgetragen wird. Damit ergibt sich das SNR als graphische Matrixdarstellung der Probe:

$$\text{SNR}_{\text{Map}}(x_P, y_P) = \sum_{x=1, y=1}^{x_{\text{max}}, y_{\text{max}}} \text{SNR}(x_P, y_P, x, y) \quad (2.85)$$

Für den Fall, dass die Belichtungszeiten der Beugungsbilder zwar gleich sind, sich die Strahlintensität jedoch von Beugungsbild zu Beugungsbild ändert, kann das SNR auch auf die Intensitäten und nicht auf die Belichtungszeit normiert werden.

In Abbildung 2.18 ist ein Schema zur Bestimmung der SNR_{Map} dargestellt. Aus den Beugungsbildern und den Leerbildern wird für jeden Scanpunkt (x_P, y_P) ein SNR bestimmt. Pixel (x, y) , die wegen Division durch Null nicht zu berechnen sind, werden auf Null gesetzt. Aus der Summation aller Pixel im SNR über einem Schwellwert wird der Wert in Pixel (x_P, y_P) des $\text{SNR}_{\text{Map}}(x_P, y_P)$ ermittelt. Zusätzlich dazu kann eine Abbildung, mit dem maximalen Streuabstand r_{max} erstellt werden, wo bei den einzelnen Beugungsbildern noch ein signifikantes Signal detektiert wurde. Dazu werden die einzelnen SNR der Beugungsbilder radial gemittelt und der Streuwinkel für einen Schwellwert ermittelt. Diese Darstellung liefert dann ein Bild, das Rückschlüsse über die mögliche Auflösung in dem jeweiligen Scanpunkt gibt.

SNR ohne Leerbilder

Für den Fall, dass keine Leerbilder mit den Scanparametern des Scans aufgenommen wurden, kann man unter der Annahme eines poissonverteilten Streuuntergrundes wie folgt ein

¹⁴Es kann auch ein anderer Schwellwert als 2 verwendet werden. Der Wert muss größer als 1 sein, da ein Pixelwert von 1 bei einem Beugungsbild ohne Signal auftreten würde. Je größer der Schwellwert wird, desto geringer wird der Kontrast.

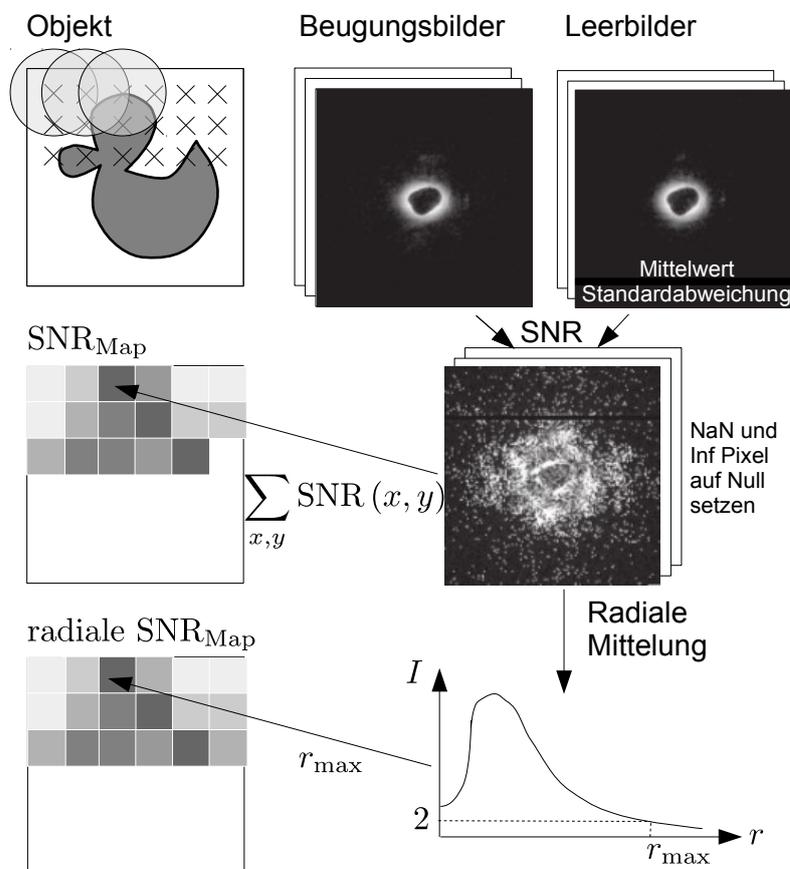


Abbildung 2.18: Schematische Darstellung zur Berechnung des SNR und der SNR_{Map} . Links sind die Scanpunkte (x_P, y_P) dargestellt, die ein Beugungsbild der Dimension $x_{\text{max}}, y_{\text{max}}$ erzeugen. Aus dem Beugungsbild wird das SNR am Ort x_P, y_P berechnet und in die SNR_{Map} eingetragen. Aus der radialen Mittelung des SNR kann eine Abbildung erstellt werden, wo der maximale Streuabstand r_{max} , wo bei den einzelnen Beugungsbildern noch ein signifikantes Signal detektiert wurde, aufgetragen ist.

Signal-zu-Rausch-Verhältnis bestimmen: Im folgenden pSNR genannt (Poisson-Signal-zu-Rausch-Verhältnis) [Hei13].

$$\text{pSNR} = \frac{\text{Standardabweichung Einzelbild}}{\text{Standardabweichung Gesamtsan}} \quad (2.86)$$

$$\text{pSNR}(x, y) = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\bar{N}(x, y) - N(i, x, y))^2}}{\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N(i, x, y)}} \quad (2.87)$$

Aus diesem pSNR ist es möglich analog zum Vorgehen bei dem $\text{SNR}_{\text{Map}}(x_P, y_P)$ ein $\text{pSNR}_{\text{Map}}(x_P, y_P)$ zu bestimmen.

2.6.3 Verbesserung des SNR

Eine Erhöhung des SNR ist wünschenswert. Das kann geschehen durch eine Verringerung des Untergrundes oder eine Erhöhung des Probensignals. Der Untergrund setzt sich aus allen detektierten Photonen zusammen, die nicht durch einfache Probenstreuung erklärbar sind. Um den Untergrund zu verringern, kann die Luftstreuung mit einem Flugrohr oder einem Absorber verringert werden und ein rauscharmer Detektor verwendet werden. Eine Verbesserung der Statistik erfolgt durch längere Belichtungszeiten. Dabei steigt der Anteil des Signals nur mit \sqrt{t} . Eine Erhöhung der Belichtungszeit wird möglich durch die Nutzung von Absorbern und semitransparenten Absorbern. Auch die Mittelung über viele Beugungsbilder erhöht das Signal. Dabei muss die Probe zeitlich und räumlich sehr stabil sein.

2.6.4 Verfälschung des SNR

Es gibt Effekte, die das SNR scheinbar erhöhen, jedoch nicht das Nutzsignal im Verhältnis zum Rauschen verbessern. Ein Beispiel ist ein Ptychographiescan mit stark räumlich instabilem Strahlabsorber oder Probe. Das Wackeln der Probe im Strahlengang führt zu einem erhöhten SNR. Die Leermessungen zur Bestimmung des SNR bleiben gleich, die Standardabweichung der einzelnen Beugungsbilder mit Probe erhöht sich, was zu einem erhöhten SNR führt.

2.7 Proben

Als Proben wurden verschiedene schwache Streuer verwendet. Darunter sind Proben mit kugel- und sternförmigen Goldnanopartikeln und eine Knochenprobe. Die Proben sollen im Folgenden beschrieben werden.

2.7.1 Knochenprobe

Probenmikrotomschnitte von dem Schienbein (Tibia) 15 Tage alter Ratten in Dicken von 100 nm - 1 µm wurden hergestellt¹⁵. Diese waren mit 2% Glutaraldehyd fixiert und schritt-

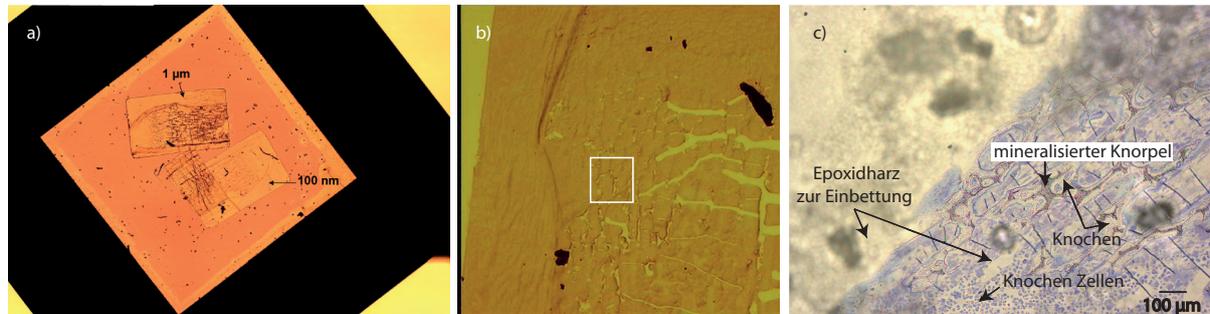


Abbildung 2.19: Lichtmikroskopische Abbildungen der Knochenprobe a) Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme der Probe. Die 100 nm bzw. 1 µm dicken Proben liegen auf einer Si_3N_4 Membran. Die Membran in dem Rahmen ist 5×5 mm groß. b) 5-fach vergrößerter Bereich der 1 µm dicken Probe, der weiß markierte Kasten ist der Bereich des Übersichtsfluoreszenz-Scans. c) Aufnahme der untersuchten Probe zur Veranschaulichung der verschiedenen Strukturen in dem Knochen. Neu gebildetes Knochengewebe ist schwarz dargestellt, es ist umgeben von Knorpelgewebe. Der homogene Untergrund ist das zur Einbettung genutzte Epoxidharz.

weise in 70 - 90% -igem Ethanol dehydriert. Danach wurde die Probe in Epon B Epoxidharz eingeschlossen. Die Knochen befinden sich im enchondralen¹⁶ Stadium der Knochenbildung, dadurch sind die Proben räumlich homogen. Daraus resultiert die Koexistenz von Knorpel- und Knochengewebe mit unterschiedlichem Mineralisationsgrad. Es wird erwartet, dass diese Proben Variationen in der Entstehung der Nanopartikel zeigen, die sich in Dichteänderungen auf der Skala von 10 nm äußern. In Abbildung 2.19 ist die Probe lichtmikroskopisch dargestellt. Abbildung 2.20 zeigt die REM-Abbildung des Probenausschnittes, der später ptychographiert wurde.

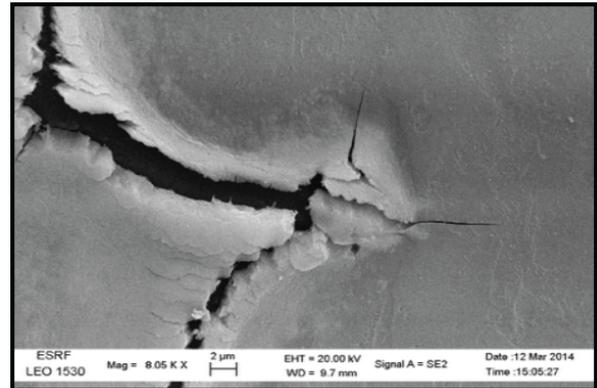
2.7.2 Goldkugeln

Nanopartikel gewinnen zunehmend an Bedeutung. Im Rahmen dieser Arbeit wurden kugel- und sternförmige Goldnanopartikel verwendet. Sternförmige Nanopartikel können u.a. für

¹⁵In Zusammenarbeit mit Aurelien Gourier vom Laboratoire Interdisciplinaire de Physique von dem CNRS und der Universität Joseph Fourier in Grenoble und Delphine Farlay von der INSERM Einheit 1033 aus Lyon.

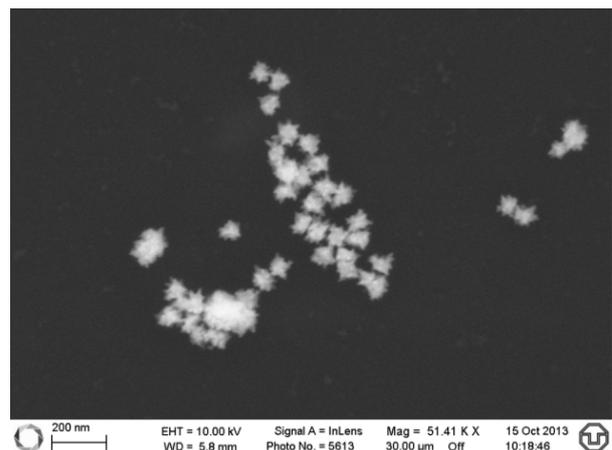
¹⁶Enchondral ist ein Begriff aus der Knochenbildung, der sogenannten Ossifikation und bedeutet übersetzt *im Knorpel liegend*. Dabei findet der Verknöcherungsprozeß des Knorpelgewebes vom Inneren des Knorpelgewebes aus statt.

Abbildung 2.20: REM-Abbildung der Knochenprobe.



den oberflächenverstärkten Raman-Effekt (SERS) [RLKB⁺11]¹⁷ genutzt werden. Die Probe besteht aus einer Lösung mit sternförmigen Goldnanopartikeln¹⁸ [BARL⁺10], die auf eine Si₃N₄ Membran aufgebracht wurden. Die Nanopartikel sind zwischen 40 – 100 nm groß und waren in Ethanol gelöst. Die Lösung enthielt den Stabilisator Polyvinylpyrrolidone (PVP).

Abbildung 2.21: REM-Abbildung der Probe mit den sternförmigen Goldnanopartikeln auf der Si₃N₄ Membran.



2.7.3 Testobjekt

Die Teststruktur wurde speziell für Experimente mit hohen Auflösungen angefertigt. Hersteller ist die Firma NTT und die Modellbezeichnung ATN/XRESO-50HC. Sie besteht aus einem 500 nm dicken, strukturierten Tantal-Überzug auf einer SiC Membran. Die kleinsten Abstände zwischen zwei Linien betragen 50 nm. In der Mitte der Teststruktur befindet sich

¹⁷Im Vergleich zu herkömmlichen runden Goldkugeln verursachen die Goldsternchen ein stärkeres SERS Signal. Das soll für die Untersuchung von Zellen, Mikrofluiden oder Biochips genutzt werden.

¹⁸Die Goldsternnanopartikel wurden hergestellt von Isabel Pastoriza-Santos von der Colloid Chemistry Group von der Universida de Vigo in Spanien.

ein sogenannter Siemensstern. Der Siemensstern eignet sich wegen seiner kreisförmigen Anordnung und den scharfen Kanten in der Struktur besonders gut, um festzustellen, wie hohe Auflösungen mit der Mikroskopie erreicht wurden. In Abbildung 2.22 ist die Probe in ihrer Halterung, als REM-Aufnahme und in ihrer chemischen Zusammensetzung dargestellt.

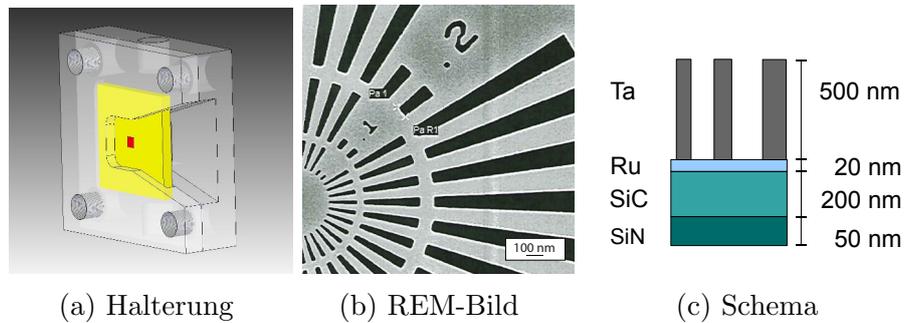


Abbildung 2.22: Tantal Teststruktur in verschiedenen Darstellungen. (a) zeigt die Haltevorrichtung für die Teststruktur (übernommen von Dirk Samberg). Die Teststruktur selbst ist rot dargestellt. (b) zeigt ein REM-Bild des Siemenssterns. (c) zeigt einen Querschnitt durch die Teststruktur. Der Tantalabsorber ist auf einer Membran aufgebracht. Die Darstellung wurde entnommen aus [Hö10a].

Kapitel 3

Modellierung

In diesem Kapitel sollen verschiedene Modellierungen durchgeführt werden, um die späteren Messungen zu vergleichen und zu ergänzen. Es wurden Simulationen zur kohärenten und inkohärenten Luftstreuung durchgeführt. Außerdem wurde die Streuung im Detektormaterial modelliert. Diese Modellierungen ergänzen die Absorber- und Lochblendenmessungen aus Kapitel 4.2. Außerdem wurde die Rekonstruierbarkeit von modellierten Ptychogrammen in Abhängigkeit der Größe des verwendeten Absorbers untersucht.

3.1 Modellierung der Luftstreuung

Die in Kapitel 4.2 gemessenen Ergebnisse können auch modelliert werden. Dafür wird für einen Strahl der Intensität I_0 die Auftreffwahrscheinlichkeit der Photonen auf einen Detektor für jedes Detektorpixel berechnet. Die Formeln für die differentiellen Wirkungsquerschnitte (siehe Kapitel 2.2.3) gelten für die Wechselwirkung zwischen einem Photon und einem Atom. Um die Luftstreuung in einem Volumen zu simulieren, muss die Gesamtanzahl der beteiligten Photonen $I_0 \cdot A \cdot \Delta t$ und der Luftmoleküle N im Volumenelement¹ beachtet werden. Die Intensität auf dem Detektor ergibt sich dann zu $I_1 \cdot A = I_0 \cdot N \cdot \left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)$ mit $N = N_V \cdot V$ als der Anzahl der Teilchen im durchstrahlten Volumen V und der Querschnittsfläche A zur Strahlrichtung. Für die inkohärente Streuung an Atomen wird die Klein-Nishina Formel wie folgt abgewandelt:

$$I_{\text{inC}} \cdot A = I_0 \cdot N \cdot \Delta\Omega(x_D, y_D) \cdot S \cdot \frac{1}{4} r_e^2 P^2(\theta) \left(\frac{1}{P(\theta)} + P(\theta) + 2 - 4 \sin^2 \theta' \cos^2 \phi \right) \quad (3.1)$$

Die Klein-Nishina Streuung von Strahlung, die durch ein Raumelement A fällt, erfolgt mit einer Wahrscheinlichkeit $\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)$ in den Detektorpixel (x_D, y_D) . Mit S dem Streufaktor für Luft (Stickstoff, Sauerstoff) und $\Delta\Omega(x_D, y_D)$ dem Raumwinkel der die effektive Fläche der

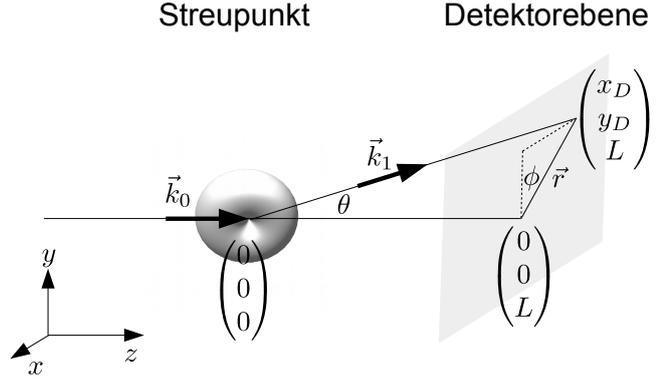
¹Der Faktor N ergibt sich aus dem molaren Volumen. Beachtungen für die Modellierung von Streuung finden sich in [SBT04].

Detektorpixel unter einem Streuwinkel beachtet. Die kohärente Streuung sieht wie folgt aus:

$$I_{1\text{Ray}} \cdot A = I_0 \cdot N \cdot \Delta\Omega(x_D, y_D) \cdot F^2 \cdot r_e^2 (1 - \sin^2 \theta' \cos^2 \phi) \quad (3.2)$$

In Abbildung (3.1) ist die Bezeichnung der Achsen und Winkel zu sehen. Es seien die

Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Luftstreuung. Mit dem Streupunkt $(0, 0, 0)$, dem Auftreffpunkt auf dem Detektor $(x_D, y_D, 0)$, Detektormittelpunkt $(0, 0, L)$ und den Streuwinkeln θ und ϕ .



Pixel des Detektors mit x_D und y_D bezeichnet. Dann ergibt sich der radiale Abstand vom Detektornullpunkt $(0, 0, L)$ zu $r = \sqrt{x_D^2 + y_D^2}$. Der Abstand vom Streupunkt $(0, 0, 0)$ bis zum Auftreffpunkt (x_D, y_D, L) ist $l = \sqrt{x_D^2 + y_D^2 + L^2}$. Die Winkel² ergeben sich aus: $|\cos \phi| = \frac{y_D}{r}$ und $\sin \theta' = \sin \theta = \frac{r}{l}$. Damit ergeben sich für die einzelnen Detektorpixel folgende Formeln:

$$I_{1aC} \cdot A = I_0 \cdot N \cdot \frac{A_{x_D y_D}}{l^2} \cdot S \cdot \frac{1}{4} r_e^2 P^2(E, \theta) \left(\frac{1}{P(E, \theta)} + P(E, \theta) + 2 - 4 \frac{x_D^2}{l^2} \right)$$

$$I_{1\text{Ray}} \cdot A = I_0 \cdot N \cdot \frac{A_{x_D y_D}}{l^2} \cdot f^2 \cdot r_e^2 \cdot \left(1 - \frac{x_D^2}{l^2} \right)$$

mit:

$$P(E, \theta) = \frac{1}{1 + \frac{E_1}{m_e \cdot c^2} \left(1 - \frac{L}{l} \right)}$$

$$A_{x_D y_D} = \frac{L^2}{\sqrt{(x_D^2 + L^2) \cdot (L^2 + y_D^2)}} \cdot \Delta r_D^2$$

Δr_D sei die Pixelgröße des Detektors und $r_e = 2,81794 \cdot 10^{-12}$ mm. Die Funktionen S und f wurden mit Polygonen angenähert und für 2-atomige Moleküle bestimmt. N ergibt sich aus der Dichte $\rho_{\text{Luft}} = 1,29 \text{ kg/m}^3$, der molaren Masse $M_{\text{Luft}} = 28,95 \text{ g mol}^{-1}$ und der Avogadrokonstante N_A in einem Kubikmillimeter Luft zu $N = 2,55 \cdot 10^{16}$. In Abbildung 3.2 ist die Rayleighstreuung von Luft für eine Luftschicht der Dicke 1 mm in verschiedenen Abständen L des Streuortes vom Detektor aufgetragen. Es ist zu sehen, dass die

²Cosinusfunktion ist symmetrisch um 0. Für negative Werte von y_D wird der Betrag gebildet. Die Sinusfunktion ist symmetrisch um $\frac{\pi}{2}$.

Streuung für geringe Detektorabstände intensiver und in Vorwärtsrichtung verstärkt ist. In Abbildung 3.2(d) ist die gestreute gemittelte Intensität im 128. Detektorpixel über der an der Streuung beteiligten Luftstrecke aufgetragen. Die Simulation wurde für einzelne Luftschichten der Dicke von 1 mm durchgeführt und entlang der Luftstrecke summiert. Es ist zu sehen, dass vor allem die Zentimeter vor dem Detektor zur Streuung beitragen und mit zunehmender Luftstrecke die Kurve flacher wird. In Abbildung 3.3 ist die atomische

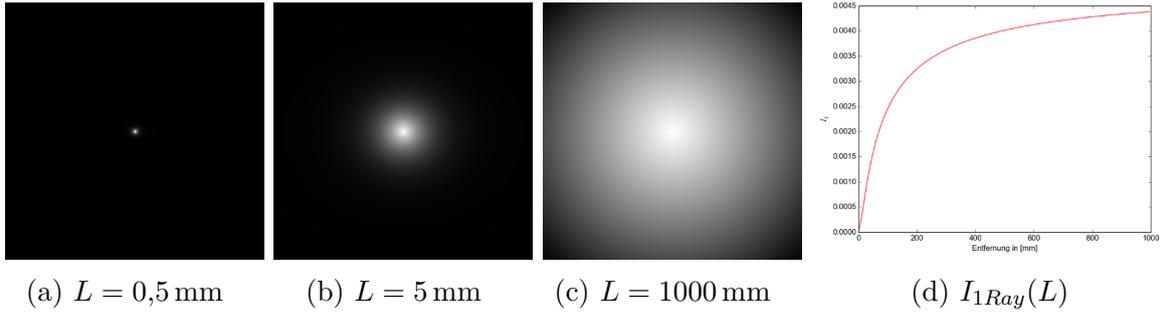


Abbildung 3.2: Es ist die Simulation der Rayleighstreuung in Luft für verschiedene Abstände der Streuortes vom Detektor aufgetragen. Die verwendete Energie beträgt 15,25 keV und die Pixelgröße $\Delta r_D = 0,055$ mm. (a) $L = 0,5$ mm, (b) $L = 5$ mm, (c) $L = 1000$ mm. In (d) ist die gestreute gemittelte Intensität im 128. Detektorpixel in Abhängigkeit von der beteiligten Luftstrecke aufgetragen.

Comptonstreuung in Luft für verschiedene Abstände L des Streuortes vom Detektor aufgetragen. Es ist zu sehen, dass die Streuung für geringe Detektorabstände intensiver und in Vorwärtsrichtung unterdrückt ist. Bei großen Abständen ist der Einfluss der atomischen

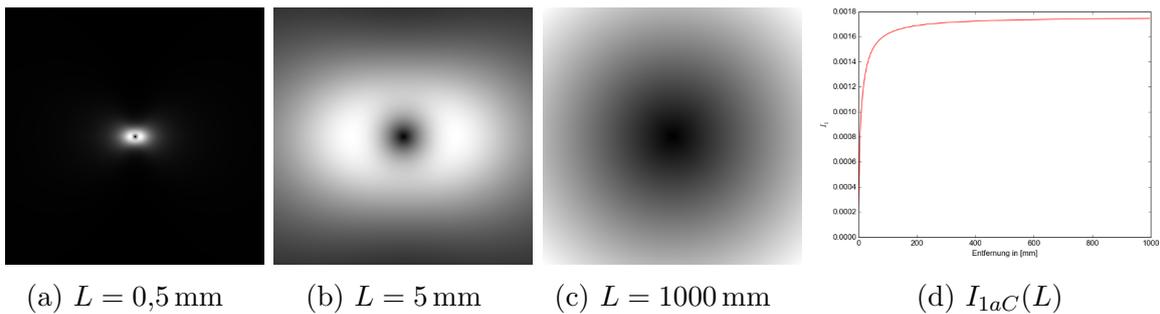


Abbildung 3.3: Es ist die Simulation der atomischen Comptonstreuung in Luft für verschiedene Abstände L des Streuortes vom Detektor aufgetragen. Die verwendete Energie beträgt 15,25 keV und die Pixelgröße $\Delta r_D = 0,055$ mm. (a) $L = 0,5$ mm, (b) $L = 5$ mm, (c) $L = 1000$ mm. In (d) ist die gestreute gemittelte Intensität im 128. Detektorpixel in Abhängigkeit von der Entfernung aufgetragen.

Comptonstreuung vernachlässigbar. Der Plot des Streuanteiles über der Entfernung zeigt,

dass in den Millimetern vor dem Detektor der Einfluss der Streuung am höchsten ist und bei höheren Entfernungen in ein Plateau übergeht. Die Ergebnisse entsprechen den qualitativen experimentellen Ergebnissen in Bild 4.7.

3.1.1 Lochblende

Die Lochblende soll den zentralen Strahl passieren lassen und die Streustrahlung der Luft vor der Blende absorbieren. Es wird also fast nur die Luftstreuung, in einer durch die Lochblende bestimmten Luftstrecke, auf dem Detektor gemessen. Dazu wird ein Detektorpixel ausgewählt, das weit genug außen, also bei hohem Streuvektor \vec{q} liegt. Befindet sich im Strahlengang in einer Entfernung L_{LB} eine Lochblende des Radius r_{LB} , die einen Teil der Strahlung absorbiert, so ergibt sich ein maximaler Abstand $r_{max} = \frac{r_{LB}}{L_{LB}} \cdot L$ auf dem Detektor, in dem noch Strahlung aus Punkt $(0, 0, 0)$ detektiert werden kann (siehe Abbildung 3.4). Der Zusammenhang zwischen der Lochblendengeometrie und r_{max} ist in

Abbildung 3.4: Schematische Darstellung der Streuung mit Lochblende vor dem Detektormittelpunkt. Die Entfernung zwischen Lochblende und Detektormittelpunkt beträgt L_{LB} , der Radius der Lochblende sei r_{LB} .

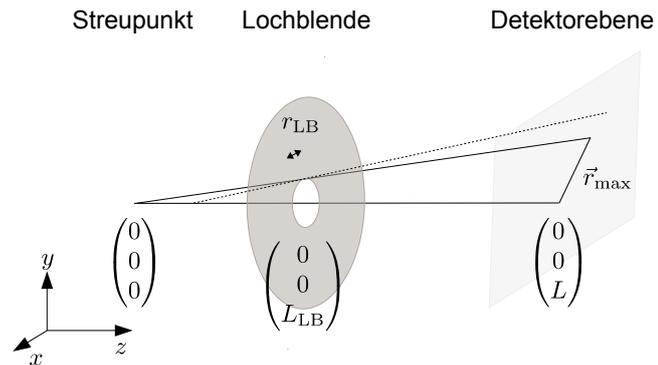
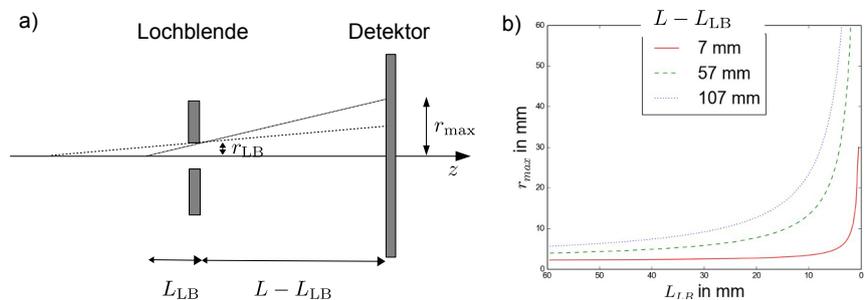


Abbildung 3.5 dargestellt. Für große Blendenentfernungen ist der Einfluss des Bereiches vor der Lochblende L_{LB} , der zur Detektorstreuung beiträgt, höher. In Abbildung 3.5 (b) ist dieser Zusammenhang für verschiedene Entfernungen $L - L_{LB}$ dargestellt.

Abbildung 3.5: Strahlengang an der Lochblende a) möglicher Strahlengang mit Lochblende. b) Strecke L_{LB} die vor der Lochblende noch Einfluss auf die mögliche Entfernung r_{max} hat.



In Abbildung 3.6 ist die Summe der kohärenten und inkohärenten Streuverteilung an einer

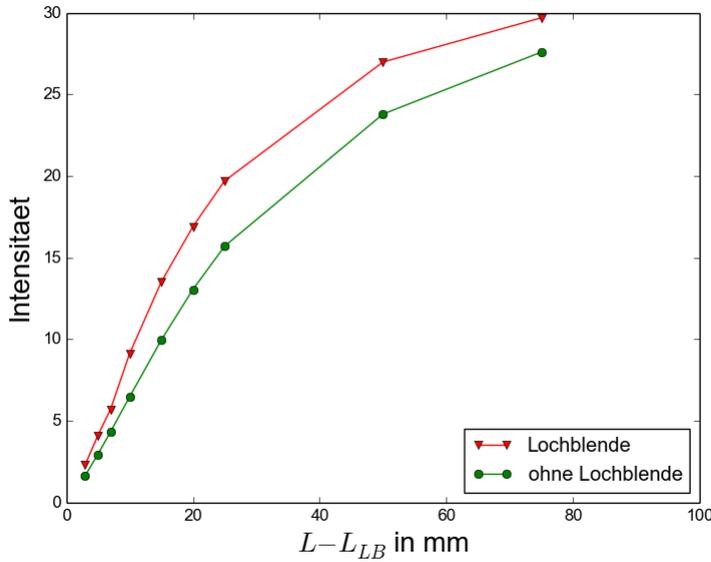


Abbildung 3.6: Simulation des Einflusses der Position der Lochblende $L - L_{LB}$ auf die gemessene Intensität im 127. Detektorpixel. Der betrachtete Luftweg betrug 100 mm. Zum Vergleich wurde der Streuanteil bei einer Luftstrecke von $L - L_{LB}$ aufgetragen. Dieser ist etwas geringer, da bei der Lochblende auch Entfernungen größer $L - L_{LB}$ beitragen.

Lochblende gezeigt. Dafür wurde die Lochblende in verschiedenen Abständen vom Detektor platziert und die radial gemittelte Zählrate im 127. Detektorpixel aufgetragen. Der gesamte betrachtete Luftweg betrug 100 mm. Für lange Abstände der Lochblende $L - L_{LB}$ erhöht sich die radiale Mittlung der Streuung. Ein längerer Luftweg führt zu mehr Streuung, wobei die ersten Zentimeter anteilig am stärksten zur Streuung beitragen. Dieser Zusammenhang ist auch bei den experimentellen Messungen in Abbildung 4.7 zu sehen. Zum Vergleich wurde der Streuanteil aufgetragen, der durch Luftstreuung auf einer Strecke $L - L_{LB}$, auftritt. Dieser ist etwas geringer, da bei der Lochblende auch Entfernungen zwischen L und $L - L_{LB}$ zur Luftstreuung beitragen. Dieser Zusammenhang ist auch bei den experimentellen Messungen in Abbildung 4.7 zu sehen.

3.1.2 Absorber

Ein Absorber vor dem Detektor verhindert die Streuung des Primärstrahles im Detektormaterial. Befindet sich in einer Entfernung von $L - L_{BS}$ vor dem Detektor ein Absorber (siehe Abbildung 3.7), der die direkte Strahlung absorbiert, so ergibt sich ein minimaler Abstand $r_{min} = \frac{r_{BS}}{L_{BS}} \cdot L$ in Abhängigkeit von dem Absorberradius r_{BS} in der der Detektor gestreute Strahlung misst. In Abbildung 3.8 ist die resultierende Luftstreuung bei Anwendung eines Absorbers dargestellt. Die verwendeten Parameter waren: $r_{BS} = 2$ mm, $L - L_{BS} = 4$ mm und $L = 1000$ mm. Die Simulation wurde in 100 Schritten entlang der Strahlachse durchgeführt und aufsummiert. Die Schrittweite betrug $L = 10$ mm. Eine radiale Mittelung zeigt, wie auch die experimentelle Messung, Abschattungseffekte in der Nähe des Absorbers.

Abbildung 3.7: Schematische Darstellung der Streuung mit Strahlabsorber vor dem Detektormittelpunkt. Der Absorber befindet sich in einer Entfernung von L_{BS} vom Streupunkt und hat einen Radius von r_{BS} . Es ergibt sich ein minimaler Abstand r_{min} vom Detektormittelpunkt in dem noch Streustrahlung gemessen werden kann.

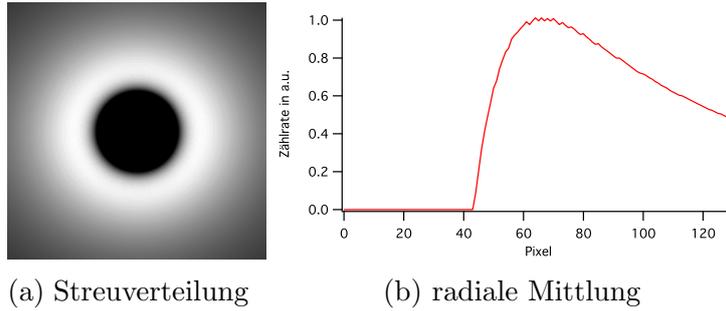
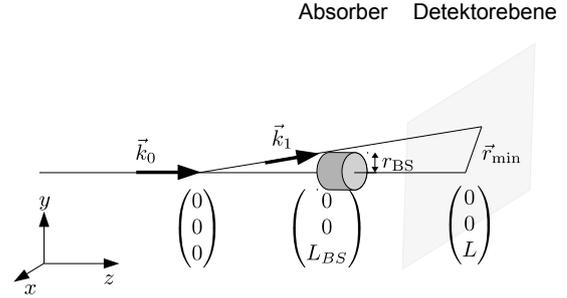


Abbildung 3.8: Simulation der Luftstreuung mit Absorber. Die Parameter waren: $r_{BS} = 2$ mm, $L - L_{BS} = 4$ mm, $L = 1000$ mm in 100 Schritten (a) Streuverteilung auf Detektor (b) radiale Mittlung der Streuintensität über dem Abstand zum Detektormittelpunkt.

3.1.3 Streuung im Detektormaterial

Für die Modellierung der Streuung im Detektormaterial soll von Werten ausgegangen werden, die der Geometrie des Detektors entsprechen. Da die Streuung in der Detektorebene mit $L = 0$ m und $\theta = 90^\circ$ stattfindet, können die Formeln vereinfacht werden. Bei den gestreuten Anteilen im Detektor muss die Abschwächung der Streukeule im Detektor berücksichtigt werden. Es gilt das Lambertsche Gesetz $I_2 = I_1 e^{-\mu r}$. Anteilig ergibt sich dann für jeden Detektorpixel eine genäherte³ Intensität $I_2(x_D, y_D) = I_0 (e^{-\mu r} - e^{-\mu(r - \Delta r_D)})$. Dabei entspricht das μ dem Absorptionskoeffizienten für den Photoeffekt und Δr_D der Größe der Detektorpixel. Mehrfachstreuungseffekte wurden nicht berücksichtigt. In Abbildung 3.9 ist die Detektorstreuung qualitativ dargestellt. Die Intensität der gestreuten Strahlung ist in Polarisationsrichtung unterdrückt und nimmt mit zunehmendem Abstand vom Auftreffpunkt in allen Richtungen ab. Bei höheren Photonenenergien ist die Intensität der Streukeule höher. Es wurde die Streuung modelliert, die in einem Pixel erzeugt würde, falls der Primärstrahl nur ein Pixel des Detektors trafe, das heißt die simulierte Streukeule entspricht der Punktantwort des Detektors. Die auf den Detektor auftreffende Intensität entspricht im Experiment eher einer Gauß-Funktion

³Diese Formel ist exakt für $\phi = 0, \frac{\pi}{2}, \pi, \frac{3\pi}{2}$. Genau genommen ist die Fläche des getroffenen Detektorpixels abhängig vom Streuwinkel ϕ . Es gilt $I_2(x_D, y_D) = I_1 e^{-\mu r} \sigma(\phi)$ mit dem totalen Wirkungsquerschnitt des Detektorpixels $\sigma(\phi)$.

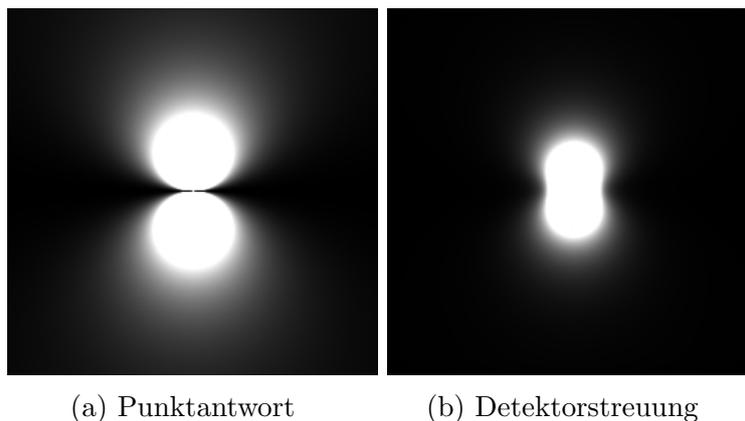


Abbildung 3.9: Simulation für Streuung in Detektor (a) Streuung im Detektor bei einem punktförmigen Strahl (b) Streuung im Detektor bei einem gaußförmigen Strahl

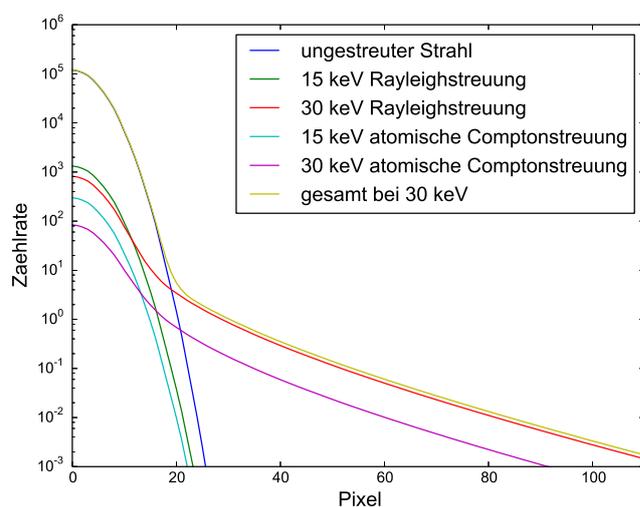
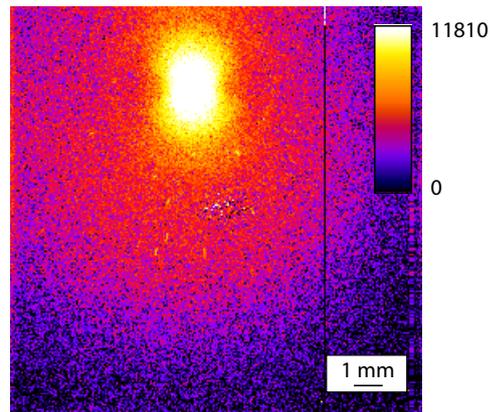


Abbildung 3.10: Modellierung der Streuung im Detektor. Die Zählrate ist in Abhängigkeit vom Abstand r vom Auftreffpunkt des Primärstrahles auf den Detektor radial gemittelt und logarithmisch aufgetragen. Es wurde ein gaußförmiger Strahl mit $7,5 \cdot 10^8$ Photonen und $\sigma = 5$ Pixel simuliert. Als Energie wurde $E = 10$ keV und $E = 30$ keV verwendet.

mit einer Standardabweichung von σ . Die experimentell gemessene Detektorstreuung kann durch die Faltung der Punktantwortfunktion des Detektors mit einer Gauß-Funktion angenähert werden.

In Abbildung 3.10 wurde die Streuung im Detektor für zwei verschiedene Energien radial gemittelt aufgetragen, mit $\mu(10 \text{ keV}) = 7,7 \text{ mm}^{-1}$ und $\mu(30 \text{ keV}) = 0,27 \text{ mm}^{-1}$. Für die niedrige Energie ist zwar die Streuung am Auftreffpunkt höher, aber die Eindringtiefe in das Detektormaterial deutlich kürzer, als für höhere Energien. Bei hohen Streuwinkeln q (also großer Abstand vom Auftreffpunkt des Primärstrahles auf den Detektor) steigt mit zunehmender Photonenenergie der durch Detektorstreuung erzeugte Streuuntergrund. Experimente mit Photonenenergien von 24,3 keV haben gezeigt, dass dort eine deutliche Comptonkeule zu sehen ist (siehe Abbildung 3.11), die durch Streuung im Detektor verursacht wird [Hö10a].

Abbildung 3.11: Logarithmisch aufgetragene Anzahl der detektierten Photonen auf dem MAXIPIX-Detektor bei einer Messzeit im März 2010 an der ESRF. Als Energie wurde $E = 24,3 \text{ keV}$ verwendet. Der Detektor wurde mit einer kreisförmigen Blende von $E = 1 \text{ mm}$ abgedeckt. Die Abbildung wurde übernommen aus [Hö10a]



Vergleich mit Streuexperiment

Hier sollen die Streuung der Luft und des Detektors für die Parameter des Experimentes aus Kapitel 4.2 simuliert werden.

Der Luftweg ist 2222 mm lang, es wird ein PILATUS 300K Detektor verwendet (siehe Kapitel 4.1.1) und die Energie ist $E = 15 \text{ keV}$. Es wird von einem $320 \mu\text{m}$ dicken Siliziumchip im Detektor ausgegangen, mit $\mu(15 \text{ keV}) = 2,3 \text{ mm}^{-1}$. Der Strahl sei gaußförmig mit $\sigma = 13 \text{ Pixeln}$ und mit einer Zählrate von $7,5 \cdot 10^8$ pro Sekunde auf dem gesamten Detektor. Für die Luftstreuung wurde bisher nur ein dünner Strahl betrachtet, das heißt dünn im Vergleich zur Pixelgröße des Detektors. Das kann durch Faltung mit einem gaußförmigen Strahl korrigiert werden. Da der Hauptstreuanteil aus dem Bereich direkt vor dem Detektor kommt, reicht es, das Endergebnis mit einer Gauß-Funktion zu falten und nicht jeden einzelnen Abstandspunkt. In Abbildung 3.12 ist die radiale Integration über den gaußförmigen Strahl und die Streuung zu sehen.

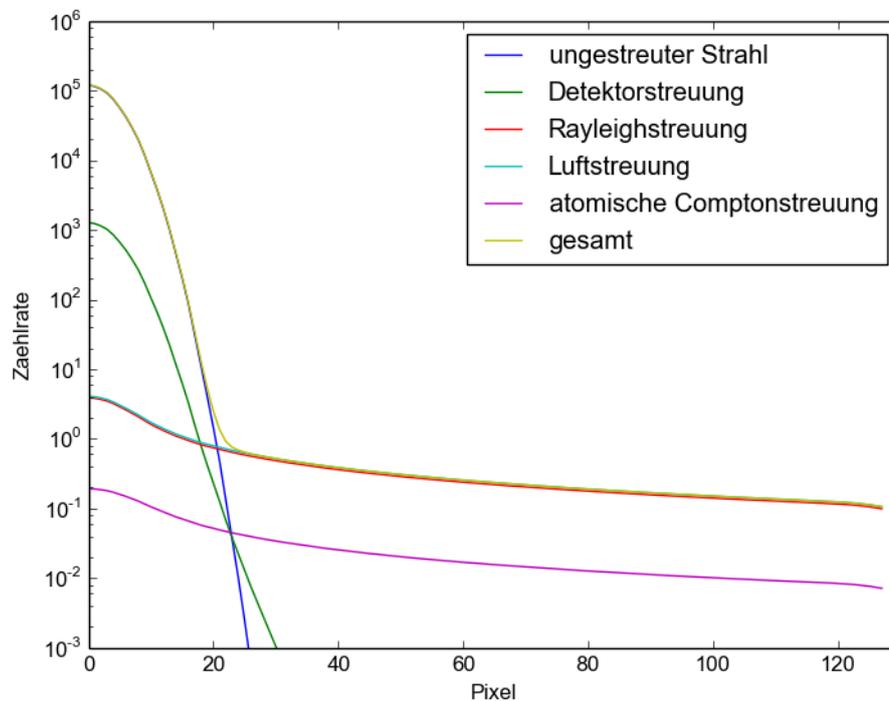


Abbildung 3.12: Modellierung der Streuung in Detektor und Luft. Die Zählrate ist in Abhängigkeit vom Detektormittelpunkt radial gemittelt und logarithmisch aufgetragen. Es wurde ein gaußförmiger Strahl bei Energie $E = 15 \text{ keV}$ mit $7,5 \cdot 10^8$ Photonen simuliert, mit der Streuung im Detektormaterial und der Streuung in 2222 mm Luftweg.

Die Simulation stimmt gut mit den in Bild 4.5 dargestellten experimentellen Ergebnissen überein. Die Streuung, die durch das Detektormaterial verursacht wird, ist bei hohen \vec{q} deutlich geringer als die Streuung aufgrund des Luftweges. In der Nähe des zentralen Strahles dominiert die Detektorstreuung. Das liegt an der höheren Teilchendichte und höherem Formfaktor im Detektormaterial. In der Modellierung wurde das Eintrittsfenster vor dem Detektorchip nicht betrachtet.

Fehlerbetrachtung

Die Simulation der Streuung ist fehlerbehaftet. Einige Fehler werden durch die vereinfachenden Modellannahmen verursacht:

- Die Streuung in des Eintrittsfensters des Detektors wird nicht modelliert.
- Die Faltung mit der Gauß-Funktion erfolgt nicht für jeden Abstandspunkt.
- Es wird nur Einfachstreuung betrachtet.
- Luft wird als nur aus Sauerstoff und Stickstoff bestehend angenommen.

- Die inkohärenten Streufaktoren sind nicht so genau bekannt⁴.
- Es gibt Fehler durch die Diskretisierung der Abstände.

Der Vergleich der modellierten Werte mit dem Streuexperiment zeigt trotz der ungenauen Modellierung gute Übereinstimmung mit den experimentellen Werten. Der Fehler durch die Annahme von Einfachstreuung ist gering, da Mehrfachstreuung durch die ohnehin geringen Wirkungsquerschnitte selten ist. Da Luft hauptsächlich aus Sauerstoff und Stickstoff besteht ist auch der Fehler durch die Vernachlässigung von Argon, Kohlenstoffdioxid und anderen in Spuren enthaltenen Gasen gering. Simulationen mit unterschiedlichen Diskretisierungen der Abstände haben gezeigt, dass diese so fein wie möglich sein sollten, da besonders in den Luftschichten direkt vor dem Detektor die Änderung im Beitrag zur Gesamtstreuung auf dem Detektor sehr hoch ist.

3.2 Ptychographie bei verschiedenen Absorbergrößen

Strahlabsorber sind wichtig, um den Streuuntergrund durch die Luftstreuung und die Detektorstreuung des zentralen Strahles zu minimieren. Je größer der Strahlabsorber ist, desto kleiner ist der Luftstreuuntergrund und um so länger die mögliche Belichtungszeit. Außerdem kann mit einem Absorber im Primärstrahl der Detektor länger belichtet werden, bevor er gesättigt ist und die Abhängigkeit Quanteneffizienz des Detektors von der nichtlinearen Zählrate hat geringeren Einfluss. Allerdings wird die Rekonstruierbarkeit durch das Fehlen der zentralen Information eingeschränkt. Das soll hier systematisch mit Simulationen untersucht werden. Aus der REM-Aufnahme der Goldsterne (Abbildung 2.21) wurde eine hochaufgelöste Vorlage für eine Simulation erzeugt. Dabei wurden Goldkugeln einer maximalen Dicke von 180 nm angenommen. Mit einer gegebenen gaußförmigen Beleuchtung der Halbwertsbreite 80 nm in der Objektebene wurden Beugungsbilder simuliert. Die Beugungsbilder sind ohne Untergrund und das Streusignal unterliegt der Poissonstatistik. Die Werte für die Simulation orientieren sich an einer realen Messung die in Kapitel 5.1.2 beschrieben wird. Bei der Simulation wurden in jedem Ptychogramm verschiedene Photonenzahlen pro Beugungsbild verwendet. Dann wurden verschiedene Absorbergrößen aus den Beugungsbildern herausmaskiert und der so entstandene Datensatz rekonstruiert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3.13 zu sehen. Für Datensätze ohne Absorber ($R_A = 0$) werden die Rekonstruktionen mit höheren Photonenzahlen pro Beugungsbild besser aufgelöst. Das entspricht dem Ergebnis aus [SS10]. Die Umrisse der Goldsterne sind auch bei hohen R_A zu erkennen. Der Zusammenbruch der Rekonstruktion erfolgt abrupt. Dabei lassen höhere Photonenzahlen einen größeren Absorber zu. Bei Rekonstruktionen mit Absorber sind die Werte des Phasenschubes des Objektes und der Absorption nicht mehr zuverlässig. Ebenso die Werte der Beleuchtung. Mit zunehmendem R_A ist die Umgebung um die Goldsterne weniger glatt. Der Phasenschub der Goldsterne erhöht sich erst scheinbar für die kleineren Objekte, für die größten Goldsterne sinkt er in der Mitte ab.

⁴ [Hub00] spricht teilweise von einer Abweichung von 20 %

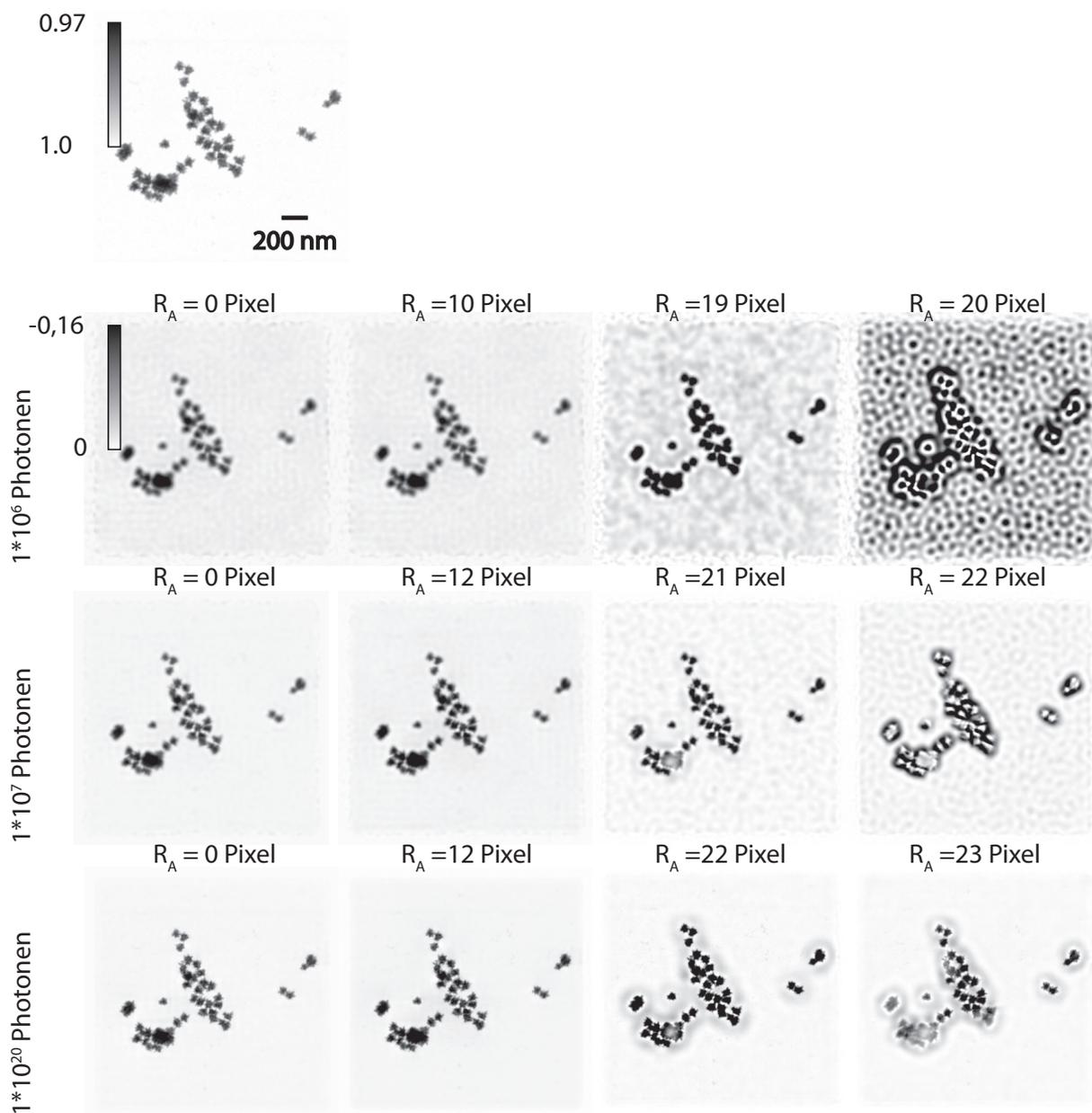


Abbildung 3.13: Oben: aus einer REM Aufnahme (Abbildung 2.21) erzeugte, hochauflösende Objektvorlage für eine Simulation. Dargestellt ist die Absorption. Mit einer gegebenen gaußförmigen Beleuchtung und der Objektvorlage wurden für verschiedene Photonenzahlen pro Beugungsbild und Absorbergrößen Datensätze rekonstruiert. Dargestellt ist die Objektphase der Datensätze mit einem maximalen Phasenschub von $-0,16$ rad. Links steht die insgesamt verwendete Photonenzahl pro Beugungsbild und oben gibt R_A den Radius des Absorbers in Pixeln an. Die Bilder in den letzten beiden Spalten zeigen das Bild vor und nach Zusammenbruch der Rekonstruktion.

Die Luftstreuung ist bei der Modellierung noch nicht beachtet.

Kapitel 4

Untergrundquantifizierung

Die verschiedenen beschriebenen Experimente wurden in Hamburg am DESY, PETRA III, Strahlrohr P06, Nanohütte und in Grenoble am ESRF, ID13, Nanohütte durchgeführt. In diesem Kapitel wird der schematische Versuchsaufbau beschrieben. Außerdem werden Messungen mit verschiedenen Strahlabsorbern, Lochblenden und in Vakuum- bzw. Heliumumgebung durchgeführt, um den Streuuntergrund zu quantifizieren. Es werden Messungen mit semitransparenten Strahlabsorbern beschrieben und die Ergebnisse derselben gezeigt werden. Dann wird die Durchführung der Experimente mit verschiedenen stark streuenden Proben beschrieben.

4.1 Versuchsaufbau

Die Prototypenentwicklung des hochauflösenden Röntgenmikroskopes mit nanofokussierenden Röntgenlinsen fand an der ESRF, ID13 statt. Eine ausführliche Beschreibung der Umsetzung findet sich in [Pat11]. Die spätere Umsetzung des Versuchsaufbaues am DESY an der P06 wird in [SBF⁺10a] beschrieben. In den Abbildungen 4.1 und 4.2 ist der schematische Versuchsaufbau dargestellt. Die Synchrotronstrahlung wird vom Undulator, tangential zum Speicherring abgestrahlt. Mit einem Monochromator wird die gewünschte Energie ausgewählt. In fast 100 m Entfernung befindet sich die eigentliche Experimentierhütte. Dadurch ist eine hohe transversale Kohärenzlänge gewährleistet. Um den Fluss zu erhöhen, können Vorfokusslinsen verwendet werden. In der Nanohütte befindet sich das eigentliche Mikroskop mit der nanofokussierenden Optik, der Probenhalterung, den Probenmotoren und verschiedene Detektoren. Das Mikroskop besteht aus zwei gekreuzten NFLs zum Fokussieren der Strahlung, einer Lochblende von wenigen Mikrometern Ausdehnung, die unerwünschte Strahlung absorbiert, und einer Probenpositioniereinheit mit 9 Achsen. Zur Aufnahme der Ptychogramme werden Hochpräzisionspiezomotoren verwendet.

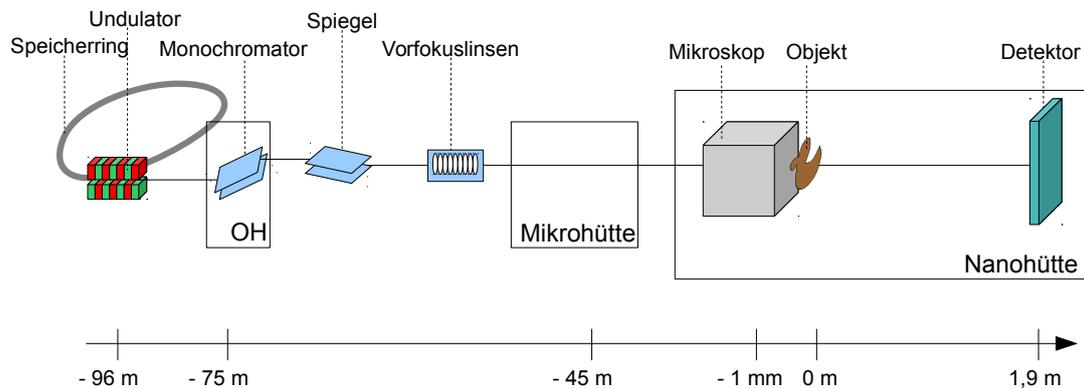


Abbildung 4.1: Schematischer Strahlengang vom Undulator bis zum Detektor bei Strahlrohr P06. Die Strahlung wird emittiert, monochromatisiert, bei Bedarf von den Vorfokuslinsen fokussiert. Im Mikroskop selbst wird ein Nanofokus erzeugt und die Probe in Schritten im Nanometerbereich gescannt. Im Fernfeld nimmt der Detektor ein Beugungsbild auf.

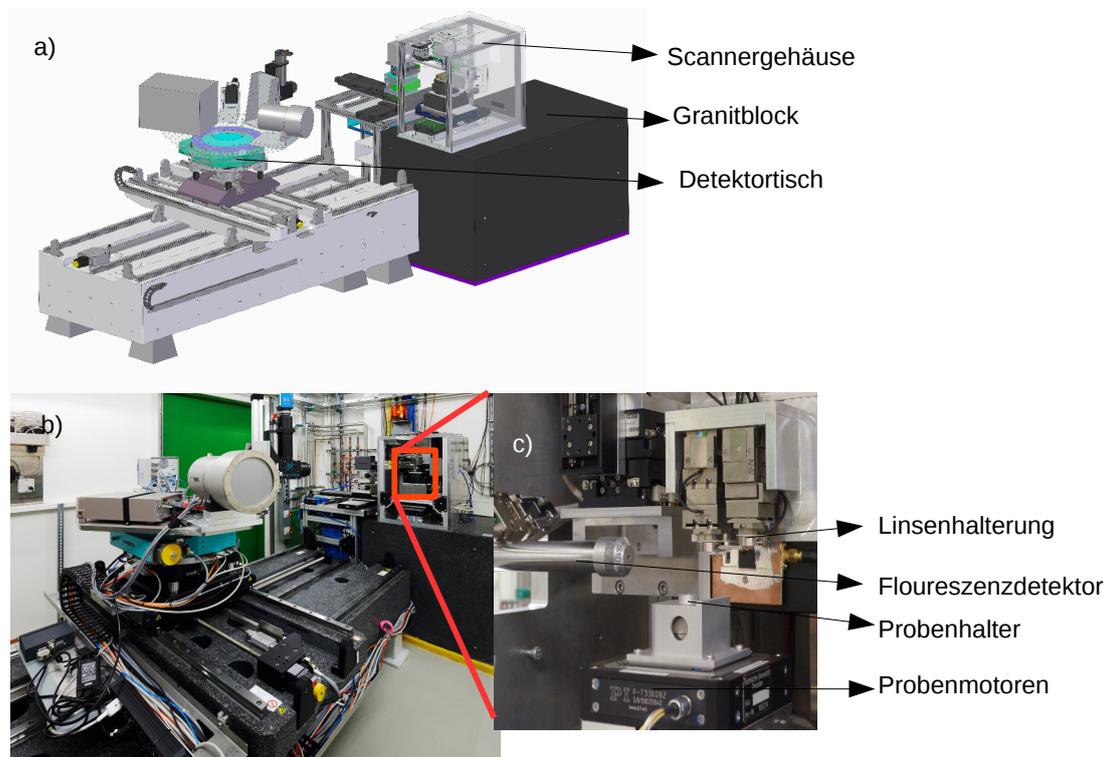


Abbildung 4.2: Versuchsaufbau in der Nanohütte der P06 am DESY. a) schematischer Versuchsaufbau mit Scannergehäuse, Detektortisch mit verschiedenen Detektoren, Verfahrenseinheit für die Detektoren, übernommen von D. Samberg, b) Foto vom Versuchsaufbau, übernommen von DESY c) Foto von der Scannereinheit. Zu sehen sind die Linsenpositionierer, die NFLs, der Fluoreszenzdetektor, der Probenhalter und die Probenmotoren.

Zwischen dem Beugungsdetektor und der Probe kann ein evakuiertes oder heliumgespültes Flugrohr eingebracht werden (siehe Abbildung 4.3). Damit wird die Streuung zwischen Probe und Detektor verringert. Am Detektor ist das Flugrohr mit einer Kaptonfolie abgeschlossen und strahlseitig mit einem Diamantfenster.

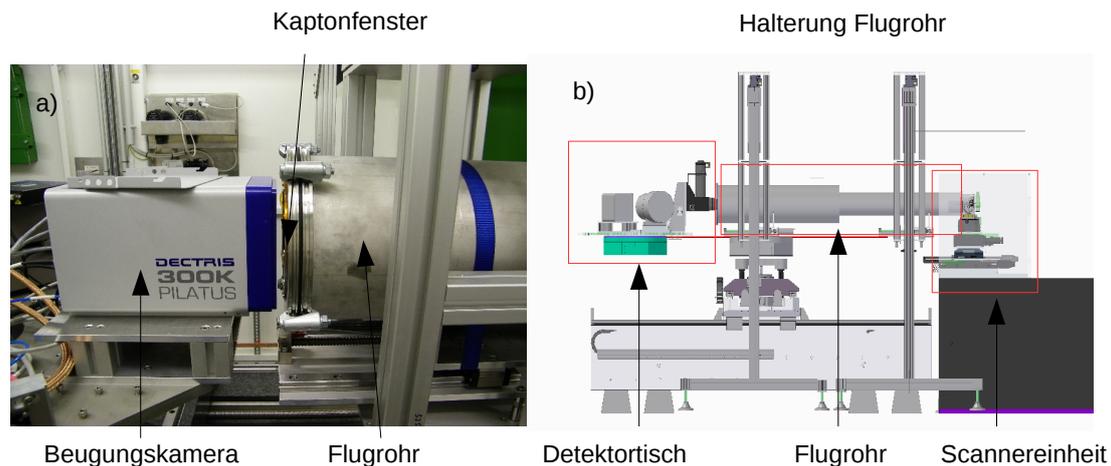


Abbildung 4.3: Versuchsaufbau in der Nanohütte. a) Foto vom Übergang des Flugrohrs zum Detektor, b) schematischer Versuchsaufbau, übernommen von D. Samberg

4.1.1 Detektoren

Bei Experimenten an Synchrotronstrahlungsquellen werden verschiedene Arten von Detektoren verwendet. Hochauflösende Kameras, Beugungskameras, Energiedispersive Detektoren (für Fluoreszenzmessungen) und Photodioden. Im Folgenden soll auf zwei Beugungskameras näher eingegangen werden, da diese bei der Datenaufnahme der Ptychogramme eine entscheidende Rolle spielten.

MAXIPIX

Der MAXIPIX-Detektor ist eine an der ESRF entwickelte Beugungskamera. Eine ausführliche Dokumentation findet sich in [PRC⁺11]. Sie ist rauschfrei, einzelphotonenzählend und hat eine kurze Auslesezeit. Die Pixelgröße der einzelnen Pixeldetektoren ist $55 \times 55 \mu\text{m}^2$, die Totzeit $300 \mu\text{s}$. Sie ist damit ideal geeignet für Experimente mit Beugung mit kohärenter Strahlung. Wegen der Einzelphotonenzählung ist diese Kamera nicht für Flüsse über $10^8 \text{ photons/s/mm}^2$ geeignet.

PILATUS

Der PILATUS 300K Detektor wurde von Firma DECTRIS entwickelt. Er ist einzelphotonenzählend, ohne Ausleserauschen und ohne Dunkelstrom, Die Pixelgröße beträgt $172 \times 172 \mu\text{m}^2$. Die maximale Zählrate pro Pixel beträgt: 10^6 Photonen/s [KBB⁺09]. Die Chipdicke des Siliziumchips im Experiment betrug $320 \mu\text{m}$.

4.2 Messungen des Untergrundes

Im Folgenden sollen Messungen vorgestellt werden, die durchgeführt wurden, um den Streuuntergrund zu bestimmen und gegebenenfalls zu minimieren. Dazu gehören:

- Messungen ohne Probe, die sogenannten Leerbilder,
- Messungen mit Strahlabsorbern, die lange Belichtungszeiten mit wenig Streuuntergrund ermöglichen,
- Messungen mit reduzierter Luftstreuung durch Vakuumumgebung oder Helium und
- Messungen mit Lochblenden in verschiedenen Abständen vom Detektor, um den Einfluß der Luftstrecke auf den Streuuntergrund zu bestimmen.

Die Lochblendengröße wurde dabei variiert. Die Bestimmung der Streuung im Detektor mit einer sehr kleinen Lochblende direkt vor dem Detektor wurde getestet. Allerdings ist die Streuung, die von der Lochblende selbst erzeugt wird, so hoch, dass sich die Messung nicht eignet, um die Detektorstreuung zu bestimmen. Der divergente Strahl auf dem Detektor erzeugt ein Beugungsbild mit einem Maximum in der Mitte und fällt dann gaußförmig ab. Bei großen Abständen vom Strahlmittelpunkt ist der Abfall der Intensität des Strahles nicht mehr gaußförmig, sondern durch Luftstreuung erhöht. Das entstehende Beugungsbild ist nicht ganz radialsymmetrisch. Für die folgenden Betrachtungen werden die Beugungsbilder radial um den zentralen Auftreffpunkt des Strahles gemittelt und aufgetragen, was bei größeren Pixelabständen vom Zentrum eine gute Näherung darstellt. In den folgenden Graphen wird nicht nur ein Abstand vom zentralen Strahl in Pixeln angegeben, sondern auch ein q -Vektor. Dieser q -Vektor wird für den Fall berechnet, dass die Streuung an dem Ort stattfindet, wo die Probe stehen würde, wenn eine Probe verwendet werden würde. Die gemessene Luftstreuung kann nicht mit ihrem Impulsübertrag gemessen werden, da der Streuort nicht genau bekannt ist. Für die Anwendung der Messungen des Untergrundes auf Messungen in denen Proben verwendet werden, ist die Angabe des q -Vektors sinnvoll.

4.2.1 Leerbilder

Für die Bestimmung des Untergrundes der Beugungsbilder wurden Leerbilder aufgenommen. Leerbilder werden mehrfach und ohne Probe im Strahlengang aufgenommen. Dabei erfolgt die Belichtungszeit so, dass der Detektor nicht gesättigt ist. Mit Strahlfänger kann länger belichtet werden. Für die Leermessungen wurden meist 100 Einzelmessungen auf-

genommen. Bei einer poissonverteilten Statistik wird so der relative Fehler um den Faktor 10 vermindert.

4.2.2 Messungen mit Strahlabsorber

Messungen mit vollabsorbierenden Strahlabsorbern wurden mit verschiedenen Absorbermaterialien, verschiedenen Absorberdurchmessern und verschiedenen Abständen zwischen Detektor-Absorber und Probe-Absorber durchgeführt. Absorber nahe der Probe sind kleiner, schwerer zu montieren und minimieren die Luft- und Strahlabsorberstreuung. Absorber nahe des Detektors können größer sein und sind leichter zu montieren. Da der signifikante Streuanteil aus den letzten Zentimetern vor dem Detektor kommt, könnte solch ein Absorber ausreichend sein. Für die Experimente wurden je 100 Beugungsbilder ohne Probe mit und ohne Absorber aufgenommen. Mit Absorber wurde für 10s und ohne für 0,5s belichtet. Eine ausführliche Betrachtung der Experimente mit Strahlabsorbern findet sich in der von mir betreuten Bachelorarbeit von Johannes Richter [Ric13]. Hier folgt eine kurze Zusammenfassung der Bachelorarbeit. Die Messungen wurden im März 2013 an P06 (DESY) durchgeführt. Die verwendete Photonenenergie war 15,25 keV, die Entfernung zwischen Detektor und Fokalebene betrug 2222 mm und es wurde ein PILATUS 300K verwendet. Folgende Absorber wurden getestet:

Nr.	Absorber	Durchmesser	Entfernung Probe-Absorber
1	ohne Absorber		
2-1	vollabsorbierend, Gold	0,05 mm	95 mm
2-2	vollabsorbierend, Gold	0,05 mm	25 mm
3-1	vollabsorbierend, Wolfram	0,3 mm	210 mm
3-2	vollabsorbierend, Wolfram	0,3 mm	175 mm

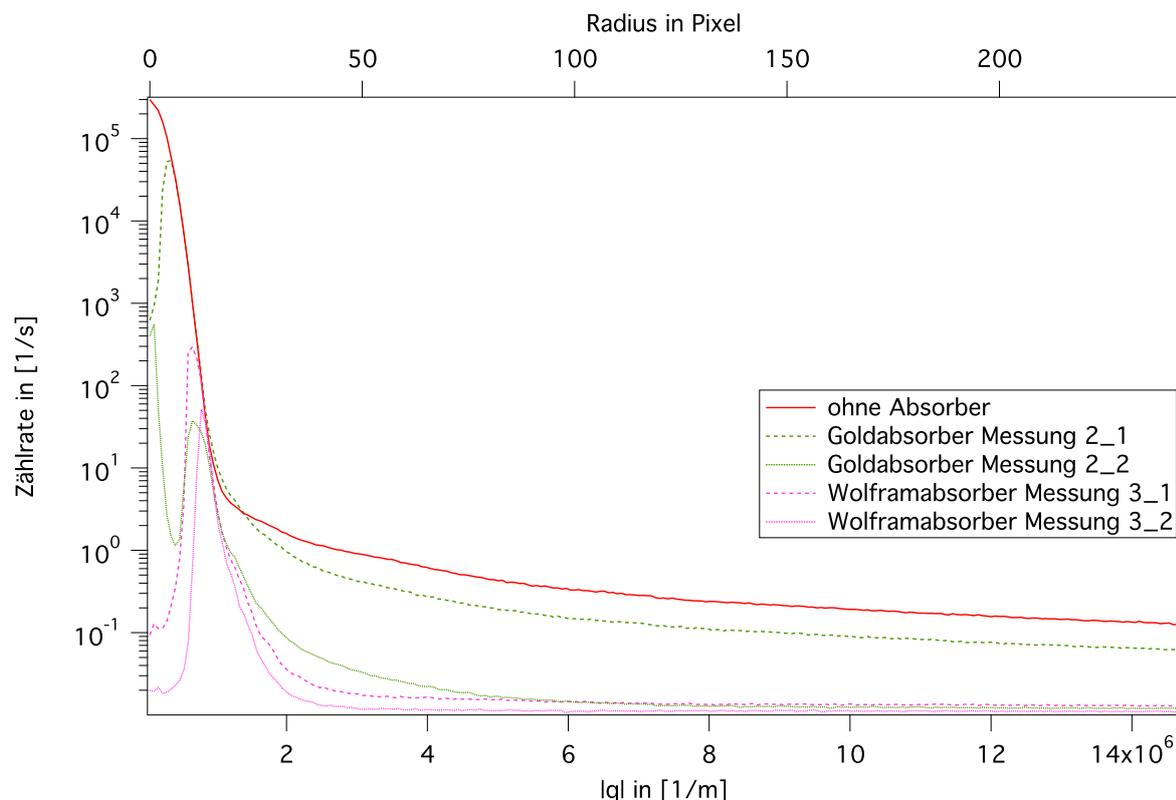


Abbildung 4.4: Dargestellt ist die radial gemittelte Zählrate über dem Abstand in Pixeln bzw. dem q -Vektor. Für jede Messung wurden 100 Beugungsbilder der Belichtungszeit 10 s radial gemittelt. Verwendet wurden verschiedene Absorber in verschiedenen Entfernungen. Die Messwerte wurden aus [Ric13] übernommen.

Die radiale Mittelung der Leerbilder ohne Strahlabsorber zeigt, dass die Zählrate über dem q -Vektor, für kleine Abstände von der optischen Achse, einer Gaußverteilung entspricht. Der Absorber schneidet einen Teil des zentralen Strahles weg. Bei dem Graphen des Goldabsorbers (Messung 2-2) ist zu sehen, dass in der Mitte noch die Intensität der höheren Harmonischen des Undulators (siehe Kapitel 2.3.2) durchkommt. Bei einem Pixelradius von 11 ist zu sehen, dass die Grenze zwischen Absorption und ungestörtem Strahl sehr breit ist und der Intensitätsspeak vergleichsweise niedrig, was auf ein Wackeln des Goldabsorbers hindeutet. Der Goldabsorber war an einer Glaskapillare befestigt. Bei dem auf einer Kaptonfolie aufgeklebten Molybdänabsorber ist der Intensitätsspeak neben dem Absorber schärfer. Am wenigsten Untergrund bei hohen q -Vektoren hat der Molybdänabsorber. Am Beispiel des Goldabsorbers ist zu sehen, dass der vom Absorber abgedeckte Raumwinkel eine entscheidende Rolle spielt. Die Luftstreuung bei dem weiter von der Probe entfernten Absorber (Messung 2-1) ist deutlich höher.

Wichtig bei der Benutzung von Absorbern sind folgende Punkte:

- eine gute Befestigung des Absorbers ist nötig,

- der Absorber muss dick genug sein, um den zentralen Strahl vollständig zu absorbieren,
- der abgedeckte Raumwinkel muss der Geometrie des Aufbaues entsprechen und
- der Absorber muss weit genug von Detektor weg sein, um die Absorberstreuung nicht auf dem Detektor abzubilden.

Unter Nutzung des vollabsorbierenden Wolframabsorbers in einer Entfernung von 175 mm wurden Messungen mit evakuiertem oder heliumgespültem Flugrohr durchgeführt (siehe Abbildung 4.5). Das Flugrohr befand sich zwischen Absorber und Detektor. Am Detektor war es mit einer Kaptonfolie abgeschlossen und quellseitig mit einem Diamantfenster. Bei dem evakuierten Flugrohr ist die Kaptonfolie nach der Innenseite des Flugrohres gewölbt, dadurch entsteht eine Lücke zwischen Detektor und Kaptonfolie. Bei dem heliumgespülten Flugrohr ist die Kaptonfolie nach außen gewölbt und schließt in der Mitte direkt an die Detektorfläche an.

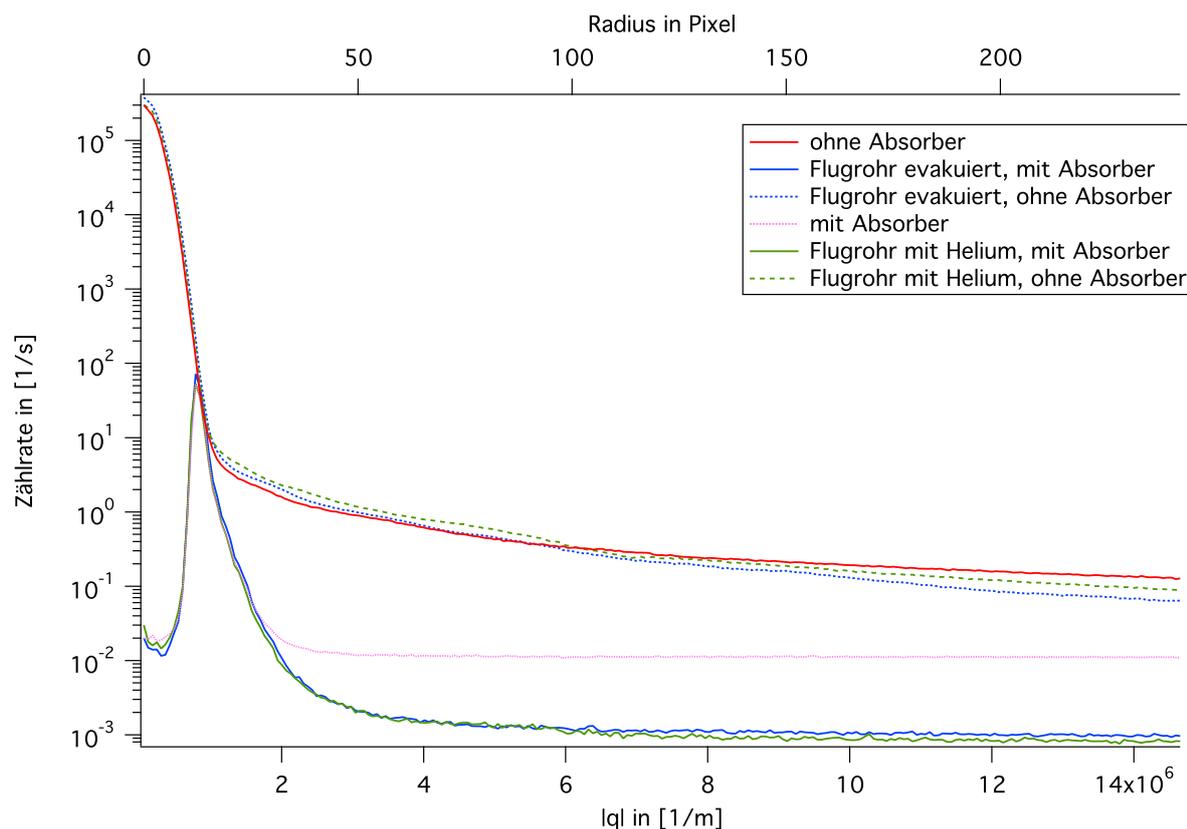


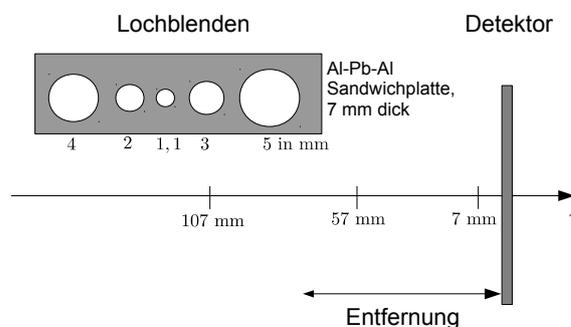
Abbildung 4.5: Dargestellt ist die radial gemittelte Zählrate über dem Abstand in Pixeln bzw. dem q -Vektor. Für jede Messung wurden 100 Beugungsbilder der Belichtungszeit 10s radial gemittelt. Verwendet wurde der Molybdänabsorber in einer Entfernung von 175 mm von der Fokalebene mit oder ohne evakuiertem, bzw. heliumgespültem Flugrohr. Die Messwerte wurden übernommen aus [Ric13].

Es ist zu sehen, dass das Flugrohr den Untergrund nur absenkt, wenn gleichzeitig ein Absorber verwendet wird. Ohne Absorber liegen die Untergrundwerte von der Flugrohrmessung sogar über einer Leermessung. Der Abfall der Zählrate bei hohen \vec{q} ist bei den Flugrohrmessungen etwas steiler als bei der Leermessung. Das ist auf den stärkeren Einfluss der Streuung direkt vor dem Detektor zurückzuführen. Die Streueffekte der Flugrohrfenster sind stärker, als die unterdrückte Luftstreuung im Flugrohr.

4.2.3 Messungen mit Blende im Strahlengang

Um den Bereich, aus dem die Streuung kommt, einzuschränken, wurden Lochblenden in den Strahlengang gebracht. In verschiedenen Abständen vom Detektor wurden mit verschiedenen Lochblendendurchmessern Beugungsbilder aufgenommen. Der schematische Versuchsaufbau ist in Abbildung 4.6 dargestellt. Bei einer Lochblendenmessung spielt die Luft-

Abbildung 4.6: Aufbau der Lochblendenmessung. Lochblenden verschiedener Größen in einer Aluminium-Blei-Aluminium Sandwichplatte der Dicke 7 mm wurden in verschiedenen Entfernungen vom Detektor in den Strahlengang eingebracht.



streuung zwischen Lochblende und Detektor eine Rolle. Außerdem trägt ein Teil des Weges zwischen Strahlungsquelle und Lochblende zur Luftstreuung bei (siehe Kapitel 3.1.1). Für jede Konfiguration wurden mehrere Beugungsbilder aufgenommen und für eine bessere Statistik gemittelt. Die gemittelten Beugungsbilder wurden auf tote Pixel korrigiert und radial gemittelt. Die toten Pixel wurden dafür auf Null gesetzt, die Mittelung erfolgte über alle Pixel. Diese Messungen wurden im Oktober 2013 an P06 (DESY) durchgeführt. Messparameter für die Messzeit waren: Energie 11,7 keV, Entfernung Detektor-Fokalebene 2 m, Detektor war ein PILATUS 300k, die Lochblende ist eine 7 mm dicke Blei-Aluminium-Blei-Sandwich-Platte. Für jede Konfiguration wurden 100 Messungen je 30 s belichtet. Für verschiedene Blendendurchmesser und Abstände ergeben sich folgende Verläufe in Abbildung 4.7. Es ist zu sehen, dass der Detektor zu lange belichtet wurde und in der Mitte die Anzahl der zählbaren Photonen überschritten wurde. Für kleine Blendenabstände fällt der Untergrund erwartungsgemäß schneller ab. Die Blendengröße spielt dabei kaum eine Rolle. Bei kleinen Blendendurchmessern ist bei kleinen q -Vektoren ein Stück vom Strahl abgeschnitten. Da die Streuung bei großen \vec{q} nur vom Abstand und nicht vom Durchmesser abhängt, ist die Luftstreuung des zentralen Strahles entscheidend für den Untergrund. Auf allen Beugungsbildern ist in einem Abstand von 25 Pixeln vom Zentrum ein Ring zu sehen. Das lokale Minimum in den Kurven bei 60 Pixeln wird von einem Detektorstreifen verursacht.

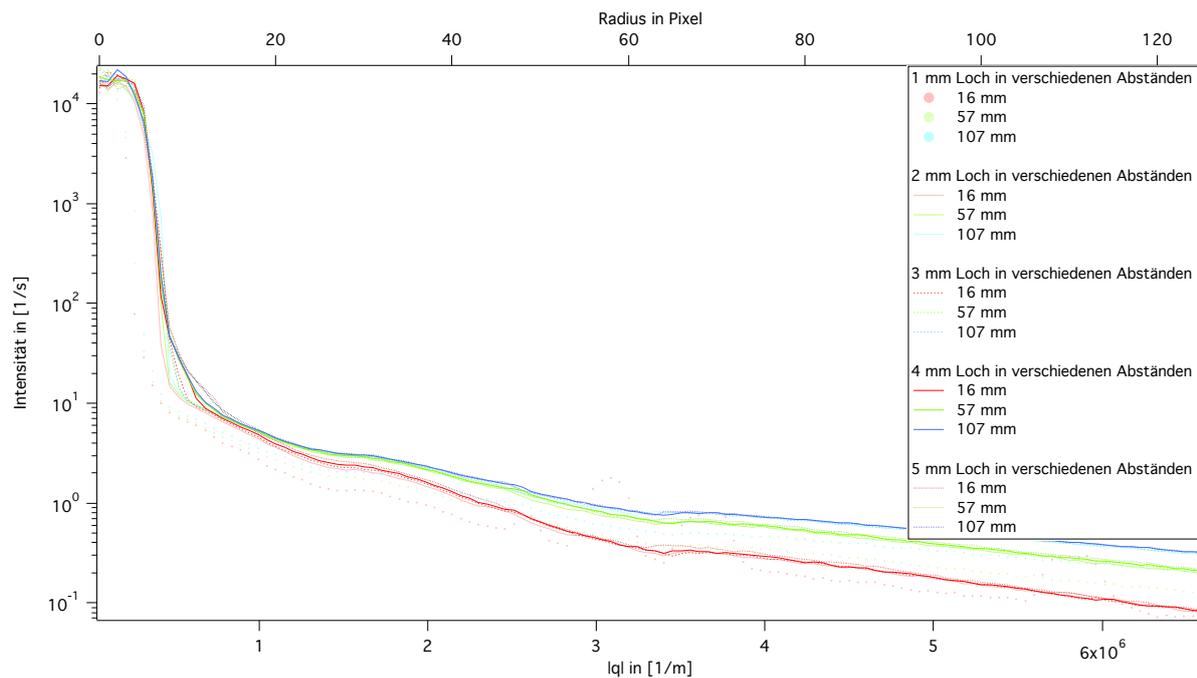
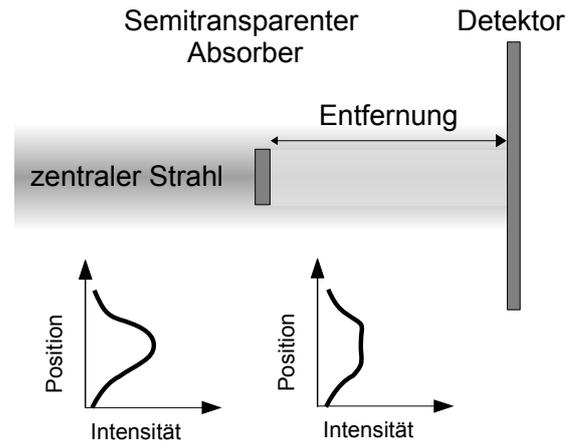


Abbildung 4.7: Auswertung der Lochblendenmessung an P06. Dargestellt ist die radiale Integration der Zählrate auf dem Detektor über dem Streuwinkel für verschiedene Abstände und Lochblendengrößen. Der Detektor wurde überbelichtet und in der Mitte ist die Anzahl der zählbaren Pixel überschritten. Für kleine Lochblendenabstände fällt der Untergrund schneller ab. Für kleine q -Werte spielen die Blendengröße und die Entfernung keine Rolle, sofern die Blende nichts vom zentralen Strahl abschneidet. Die Blendengröße spielt auch bei hohen q -Werten kaum eine Rolle.

4.2.4 Messungen mit semitransparentem Strahlabsorber

Falls der Fluss zu hoch für den Detektor ist, können semitransparente Absorber genutzt werden, um den dynamischen Bereich des Detektors besser auszunutzen. Damit kann länger belichtet werden und zu höheren \vec{q} gestreut werden. Bei semitransparenten Absorbern wird vor allem der zentrale Teil des hochintensiven Strahles teilweise absorbiert (siehe Abbildung 4.8). Das verwendete Material sollte wenig streuen. Im Unterschied zu vollabsor-

Abbildung 4.8: Schema der semitransparenten Strahlabsorber. Der zentrale Strahl wird von einem Absorber, der sich in einer Entfernung vom Detektor befindet, abgeschwächt. Der Detektor kann somit länger belichtet werden und ist homogener ausgeleuchtet. Unten ist die resultierende Intensität entlang des Strahlquerschnittes aufgetragen.



bierenden Absorbern bleibt der zentrale Teil des Beugungsbildes in abgeschwächter Form erhalten. Für die ptychographischen Rekonstruktionen wurden Messungen, ohne Probe, mit und ohne Absorber im Strahlengang durchgeführt. Die Beugungsbilder der Ptychogramme wurden mit semitransparenten Absorbern aufgenommen und nachher mit einem multiplikativen Faktor M korrigiert. Ein gemitteltes Leerbild ohne Absorber mit der Intensität $\tilde{I}_{\text{Leer, ohne Absorber}}$ hat eine um den Faktor M' erhöhte Intensität als ein gemitteltes Leerbild mit Absorber $\tilde{I}_{\text{Leer, mit Absorber}}$

$$\tilde{I}_{\text{Leer, ohne Absorber}} = \tilde{I}_{\text{Leer, mit Absorber}} \cdot M'$$

Die Beugungsbilder mit Probe und semitransparentem Absorber werden mit einer Maske M multipliziert. Diese entspricht am Ort des Schattens des Absorbers auf dem Detektor M' und außerhalb von diesem ist die Maske auf 1 gesetzt.

$$M(x_D, y_D) = \begin{cases} M', & (x_D, y_D) \in \text{Absorberschatten auf Detektor} \\ 1, & (x_D, y_D) \notin \text{Absorberschatten auf Detektor.} \end{cases}$$

Hier bezeichnet (x_D, y_D) einen Ort auf dem Detektor. Die mit der Maske berechnete Intensität $I'_{\text{mit Absorber}}$ sollte idealerweise der Intensität entsprechen, die ohne semitransparenten Absorber gemessen worden wäre.

$$I'_{\text{mit Absorber}}(x_D, y_D) = M(x_D, y_D) \cdot I_{\text{mit Absorber}}(x_D, y_D)$$

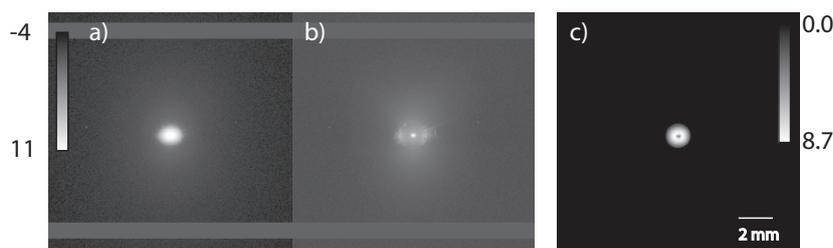


Abbildung 4.9: Beugungsbilder in logarithmischer Darstellung. a) Beugungsbild ohne Absorber, b) mit Absorber. c) Maske zur Multiplikation der Beugungsbilder mit Absorber.

Allerdings sind dabei Streueffekte außerhalb des Absorberschattens nicht berücksichtigt. Auch Propagationseffekte durch den Luftweg nach dem Absorber werden in dieser Korrektur vernachlässigt. In Abbildung 4.9 ist ein Beispiel für Beugungsbilder mit und ohne Absorber und die resultierende Maske dargestellt. Es wurden Experimente mit verschiedenen semitransparenten Absorbern durchgeführt. Darunter waren planare und parabolische Absorber aus verschiedenen Materialien. Einige Messungen damit sollen im Folgenden beschrieben werden.

Planare semitransparente Strahlabsorber

Zur Abschwächung des Strahles wurde ein planares Glasplättchen verwendet. In einer Messzeit an der ESRF im Rahmen des Langzeitprojektes MI-1036 wurden im Oktober 2012 Ptychogramme von Goldnanopartikeln mit und ohne semitransparenten Absorber im Abstand von 173 mm vom Detektor aufgenommen. Messparameter waren: Energie $E = 14,92$ keV, Entfernung zwischen Probe und Detektor $L = 2680$ m, Scanbereich $2 \times 2 \mu\text{m}^2$, Belichtungszeit 0,5 s (mit semitransparentem Absorber) bzw. 0,03 s (ohne semitransparenten Absorber), es wurde der MAXIPIX-Detektor verwendet. Es wurden Leerbilder ohne Probe aufgenommen. Die Ergebnisse der Rekonstruktion sind in Abbildung 4.10 zu sehen. In der oberen Zeile ist die Rekonstruktion mit semitransparentem Absorber mit und ohne Untergrundkorrektur (siehe Kapitel 2.4.3) zu sehen. In der Untergrundkorrektur ist die Form des semitransparenten Absorbers noch erkennbar. In der unteren Zeile ist die Rekonstruktion ohne semitransparenten Absorber zu sehen. Für beide Rekonstruktionen erscheint die Rekonstruktion mit Untergrundkorrektur schärfer und es sind mehr Probendetails erkennbar. Der Untergrund ist bei der Messung mit semitransparentem Absorber um einen Faktor 10 höher. Bereiche, in denen der Untergrund negative Werte annimmt, deuten auf Streuung vom semitransparenten Absorber hin. Zwischen den Messungen mit und ohne semitransparentem Absorber ist kein deutlicher Unterschied erkennbar. Die Rekonstruktion mit semitransparentem Absorber funktioniert in diesem Fall nicht schlechter, als die ohne.

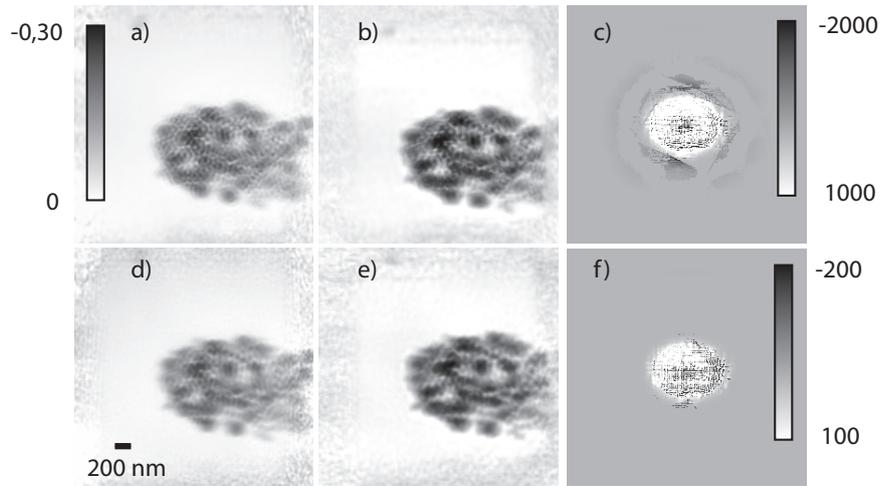


Abbildung 4.10: Verschiedene Ptychogramme der Objektphase und Untergrundkorrektur. Die Ptychogramme haben einen maximalen Phasenschub von $-0,3$ in rad. Bei allen Ptychogrammen wurde die Positionskorrektur [SHM⁺13, Hopen] verwendet. Oben: alle Ptychogramme wurden mit semitransparentem Absorber aufgenommen a) ohne Untergrundkorrektur, b) mit Untergrundkorrektur und c) dazugehörigem rekonstruierten Untergrund. Unten: alle Ptychogramme wurden ohne semitransparenten Absorber aufgenommen d) ohne Untergrundkorrektur, e) mit Untergrundkorrektur f) und dazugehörigem rekonstruierten Untergrund. Die Zahlenwerte für den Untergrund entsprechen der korrigierten Zählrate in den Beugungsbildern.

Parabelförmige semitransparente Strahlabsorber

Die Form der Absorber wurde an das gaußförmige Strahlprofil der Form $I_0(r) = A \cdot e^{-\alpha r^2}$ angepasst, so dass die resultierende Intensität hinter dem Absorber kein Maximum mehr hat (siehe [Ric13]). Dann ergibt sich in Polarkoordinaten für die Dicke $d(r)$ des Absorbers in Abhängigkeit der Entfernung r vom Mittelpunkt des Absorbers:

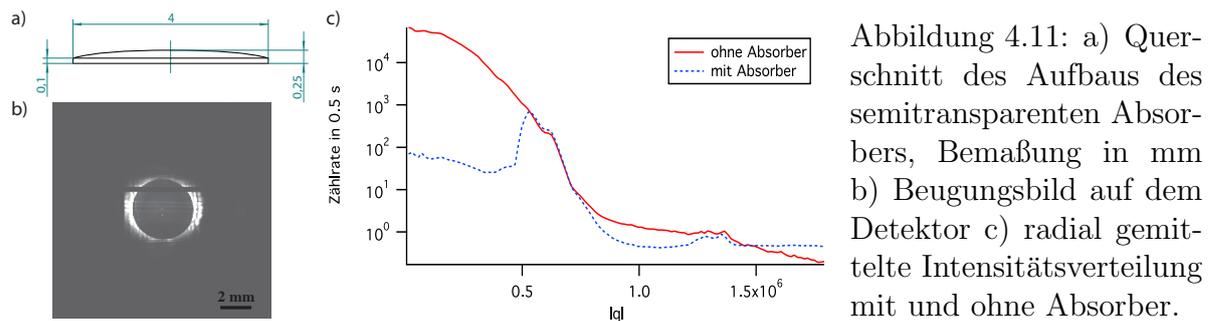
$$d(r) = c - r^2 \frac{\alpha}{\mu} \quad (4.1)$$

c ist der Wert bei $r = 0$, μ der Abschwächungskoeffizient des Materials. Für die Intensität hinter dem Strahlabsorber gilt $I_1(r) = A \cdot e^{-\mu c}$, sie ist also konstant. Mit einem perfekten Absorber würde ein gaußförmiger Strahl den Detektor gleichmäßig ausleuchten. Idealerweise sollte das Material des Absorbers nicht streuen.

Eine Messung wurde im Oktober 2012 am ESRF mit einem gaußförmigen Molybdänabsorber durchgeführt. Molybdän besitzt einen hohen Absorptionskoeffizienten und dadurch kann ein relativ dünner Absorber gefertigt werden, was den Einfluss von Beugungseffekten verringern soll. In Abbildung 4.11 ist der Querschnitt des Absorbers gezeigt, ebenso wie das dann resultierende Beugungsbild auf dem Detektor. In dem radial gemittelten

Bild der Intensität über dem Streuvektor ist zu sehen, dass das Strahlprofil ohne Absorber nahezu gaußförmig verläuft. Das Strahlprofil mit Absorber ist im Bereich des Absorbers abgeschwächt. Ein gaußförmiger semitransparenter Absorber ist also in der Lage, das Strahlprofil so abzusenken, dass der Detektor gleichmäßig ausgeleuchtet wird. Allerdings verursacht er selbst noch Streuuntergrund.

In Zusammenarbeit mit Prof. Lengeler¹ wurden Absorber aus Aluminium in parabolischer



Form hergestellt. In Abbildung 4.12 a) ist ein Foto des Aufbaus und der Halterung des zylinderförmigen semitransparenten Aluminiumabsorbers zu sehen. Es wurden Absorber aus Al und AlMg₃ und zum Vergleich auch in zylindrischer Form getestet. Messungen fanden im März 2013 an P06 am DESY statt. Die Absorber waren 4 mm dick und schwächen den Fluss um einen Faktor 10^{-4} im zentralen Strahl ab. Damit erhöht sich der dynamische Bereich des Detektors um den Faktor 10^4 .

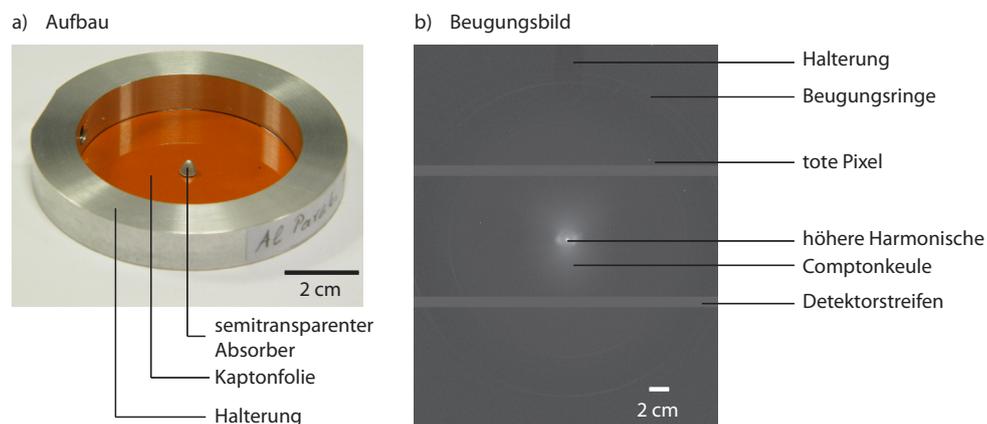


Abbildung 4.12: a) Aufbau des semitransparenten Absorbers b) logarithmiertes und gemitteltes Beugungsbild auf Detektor mit verschiedenen Effekten des Absorbers auf das Beugungsbild (Beugungsringe, höhere Harmonische, Comptonkeule) und Detektoreigenschaften (tote Pixel, Segmentierung des Detektors).

¹RWTH Aachen

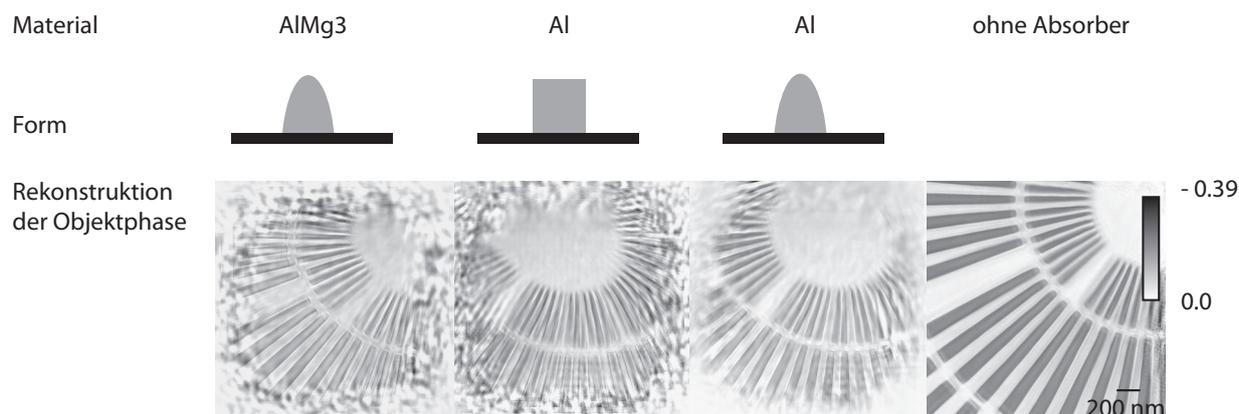


Abbildung 4.13: Oben: Form des Absorbers. Unten: rekonstruierte Objektphase der Ptychogramme. Unten rechts ist der Ausschnitt einer Rekonstruktion ohne Absorber zu sehen. Alle Messungen wurden bei der selben Messzeit unter Beibehaltung der Messparameter aufgenommen.

Der Absorber befand sich nahe des Detektors, um Streueffekte durch den Absorber möglichst gering zu halten. Die Entfernung betrug 33 cm vom Detektor. Das ist ein Kompromiss, um einerseits die Luftstreuung des zentralen Strahles zu verringern und den Einfluss der Streuung des Absorbers gering zu halten und andererseits die Beugung durch den Absorber als gering annehmen zu können. In Abbildung 4.12 b) ist ein Beugungsbild mit einem semitransparenten Absorber zu sehen. In der logarithmischen Darstellung kann man sowohl Beugungsringe des Materials als auch eine Comptonkeule und die höhere Harmonische sehen, die die Rekonstruktionen der Beugungsbilder erschweren. Die Rekonstruktionen sind in Abbildung 4.13 zu sehen. Bei der Rekonstruktion wurden die Beugungsbilder auf tote Pixel und Detektorstreifen maskiert, ebenso wie die höhere Harmonische in der Mitte. Die Beugungsbilder wurden durch Multiplikation in den Bereichen in denen der semitransparente Absorber Intensität absorbiert hatte, erhöht. Unten rechts ist der Ausschnitt einer Rekonstruktion ohne Absorber zu sehen. Die Bilder mit Absorber sind nicht so scharf geworden. Die Rekonstruktion mit dem zylinderförmigen Absorber zeigt die meisten Artefakte. Bei den parabelförmigen Absorbern ist kein deutlicher Unterschied zwischen den verschiedenen Materialien erkennbar. Um den Effekt der semitransparenten Absorber auf das Beugungsbild zu untersuchen, wurden 100 Leerbilder je 10 s mit Absorber und ohne Probe aufgenommen und radial gemittelt (siehe Abbildung 4.14). Die Absorber senken die Intensität bei hohem \vec{q} um eine Größenordnung ab. In der Mitte des Absorbers ist die Intensität durch die höheren Harmonischen höher als erwartet. Bei dem zylinderförmigen Absorber bricht die Intensität am Rand des Absorbers ein.

Die Untersuchungen der semitransparenten Absorber ergaben, dass sie den Streuuntergrund bei Leerbildern absenken. Das ist bei der Rekonstruktion von Ptychogrammen nicht unbedingt mit einer besseren Auflösung verbunden. Die Form semitransparenter Absor-

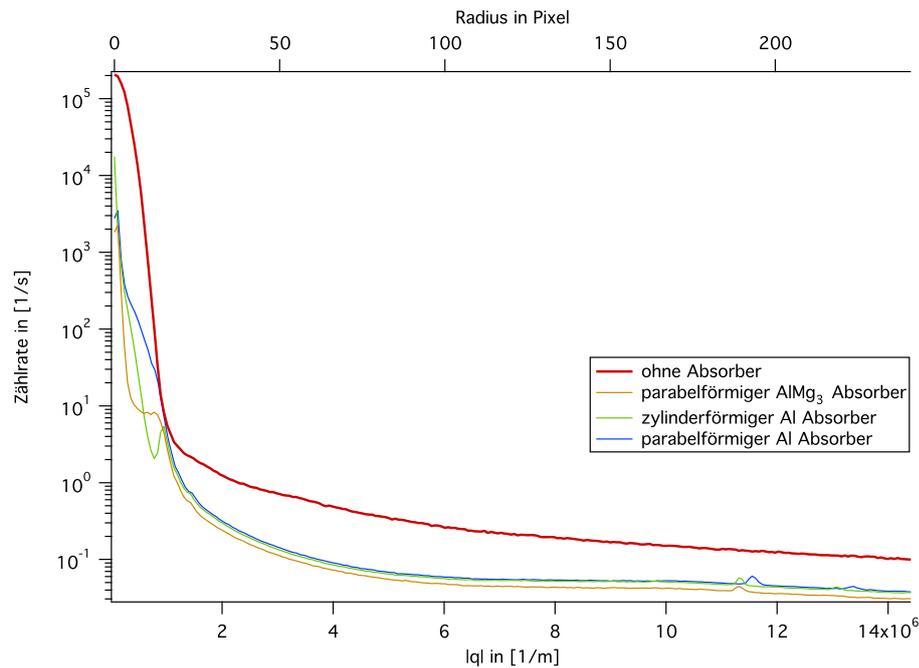


Abbildung 4.14: Radial gemittelte logarithmische Intensitätsverteilung pro s auf dem Detektor über $|\vec{q}|$ für verschiedene semitransparente Absorber. In der Mitte des Absorbers ist die Intensität durch die höheren Harmonischen höher als erwartet.

ber kann an das Strahlprofil angepasst werden. Das führt zu besseren Ergebnissen bei der Rekonstruktion, als bei Absorbern mit nicht angepasstem Strahlprofil. Insgesamt ist die Verwendung von semitransparenten Absorbern eine Methode, die Verbesserungen in der Datenaufnahme und damit auch in der räumlichen Auflösung möglich machen könnte. Allerdings sind weitere Untersuchungen zur Optimierung des Absorbermaterials, der Montage des Absorbers und zur Datenauswertung der Beugungsbilder notwendig.

Kapitel 5

Vergleich verschiedener Streuer

Es sollen hier Messungen ausgewertet und verglichen werden, die bei der selben Messzeit unter ähnlichen Bedingungen aufgenommen wurden. Es soll die Auflösung der Ptychogramme verglichen werden und ein Zusammenhang zum SNR hergestellt werden. Außerdem werden aus dem SNR Übersichtsbilder der Scans erstellt, die Rückschlüsse auf die mögliche Auflösung zulassen. Die Intensität des Untergrundes hat Einfluss auf das günstigste Rekonstruktionsverfahren, auch das wird betrachtet. Im Folgenden werden die Messparameter der verschiedenen verwendeten Proben zusammengefasst.

5.1 Messparameter der Proben

Es wurden von verschiedenen Proben Ptychogramme aufgenommen und ausgewertet. Dabei waren:

- der stark streuende Siemensstern,
- die schwach streuenden, aber scharf begrenzten Goldnanopartikel und
- eine schwach streuende Knochenprobe mit wenig Kantenkontrast vertreten.

Diese Messungen wurden im Rahmen des Long Term Proposals MI-1036 an der ID13 an der ESRF im November 2013 durchgeführt. Die Energie war auf $E = 14,92$ keV eingestellt, was einer Wellenlänge von $0,082$ nm entspricht. Verwendet wurde der MAXIPIX-Detektor.

5.1.1 Siemensstern

Bei der Messung des Siemenssterns betrug die Entfernung zwischen Probe und Detektor $L = 4,015$ m, der Scanbereich von $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ wurde in 50 mal 50 Schritten abgescannt und die Belichtungszeit betrug $0,02$ s.

5.1.2 Goldsternprobe

Für die Messung an der Goldsternprobe wurden keine Leermessungen aufgenommen. Die später genutzten Leerbilder stammen aus Bereichen des Scans ohne Goldkugeln. Messungen an der Goldsternprobe wurden mit und ohne vollabsorbierenden Absorber im Strahlengang angefertigt. Die Entfernung zwischen Probe und Detektor betrug $L = 1,00$ m, der Scanbereich $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ und der Absorber deckte auf dem Detektor eine Fläche des Durchmessers $2 \times 1,32 \text{ mm}^2$ ab. Die Ptychogramme wurden kombiniert und einzeln ausgewertet.

Scan	202	203	204
Belichtungszeit	0,2 s	0,2 s	0,02 s
Anzahl der Schritte	50×50	100×100	50×50
Schrittweite	50 nm	25 nm	50 nm
Absorber	ja	ja	nein

5.1.3 Knochenprobe

Es wurden insgesamt 20 Ptychogramme mit aneinander passenden Positionen aufgenommen. Die Scanparameter waren: Entfernung zwischen Probe und Detektor $L = 1$ m, Schrittweite $50 \mu\text{m}$, Scanbereich $7,2 \times 7,25 \mu\text{m}^2$ und Belichtungszeit $L = 0,02$ s. Es wurde kein Absorber verwendet. Vor der ptychographischen Aufnahme wurden ein Mikroskopiebild und ein Übersichtsbild der Probe in Fluoreszenz (siehe Abbildung 5.1) aufgenommen.

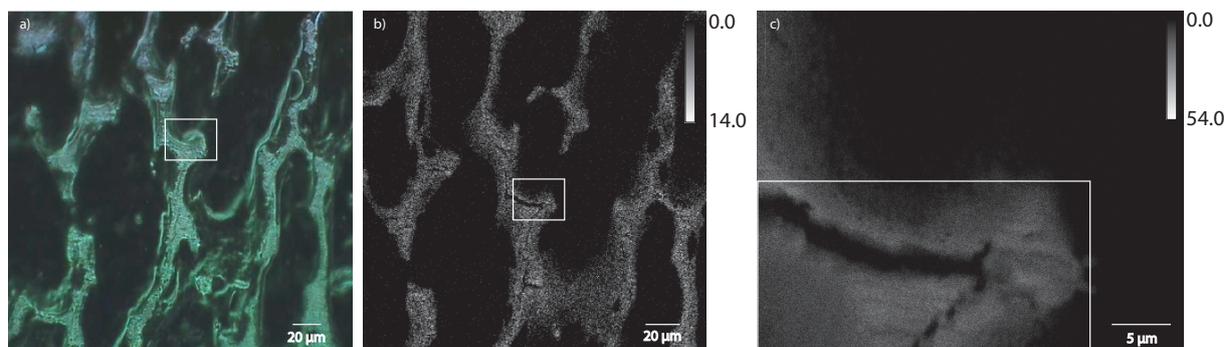


Abbildung 5.1: a) Mikroskopiebild des In-Line Mikroskopes an ID13 mit 50-facher Vergrößerung b) Fluoreszenzübersicht der Knochenprobe. Dargestellt ist die K_{α} -Linie von Kalzium mit 200×200 Scanschritten je $0,02$ s Belichtungszeit. c) Fluoreszenzsignal des ptychographierten Bereiches. Der ptychographisch rekonstruierte Bereich ist weiß umrandet.

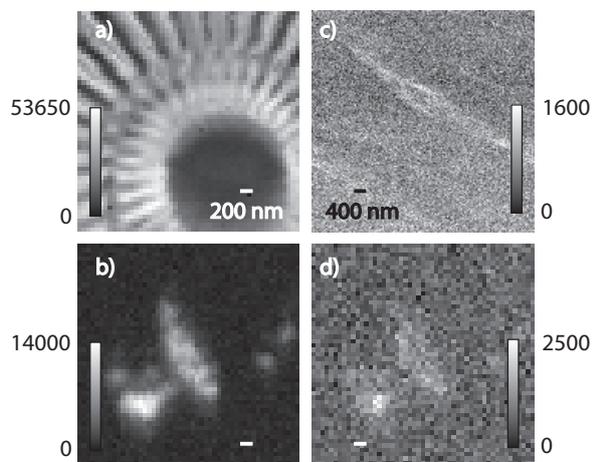


Abbildung 5.2: Es ist das pSNR-Map verschiedener Scans aufgetragen. Der Balken mit den Graustufen zeigt die höchsten und niedrigsten integralen pSNR Werte. Dabei wurde bei allen Scans ein konstanter Wert abgezogen, um den kleinsten Wert auf Null zu setzen. Es sind die pSNR von a) Siemensstern; b) Goldsternprobe mit Absorber (Scan 202); d) Goldsternprobe ohne Absorber (Scan 204) und c) Knochenprobe zu sehen. In c) ist die linke obere Kachel der Ptychographie dargestellt.

5.2 SNR und Ptychogramme

Hier soll ausgewertet werden, welchen Zusammenhang es zwischen dem Signal-zu-Rausch-Verhältnis (SNR) und den ptychographischen Rekonstruktionen gibt. Die Ptychogramme des Knochens, der Goldsternprobe und des Siemenssterns wurden mit dem poisson Signal-zu-Rausch-Verhältnis (pSNR), also dem SNR ohne Nutzung von Leerbildern, ausgewertet und das pSNR-Map der verschiedenen Scans dargestellt (siehe Abbildung 5.2). Dazu wird das pSNR in jedem Beugungsbild bestimmt und für jedes Beugungsbild der integrale Wert des pSNR ab einem Schwellwert von 1 bestimmt. Die genaue Beschreibung des Vorgehens findet sich in Kapitel 2.6. Der Wert, in den einzelnen Scanpunkten, der entstandenen pSNR-Map gibt eine qualitative Aussage für die Anzahl der Scanpunkte hoher Streuung, gewichtet mit einer Streustärke. Bei allen Ptychogrammen wurde ein konstanter Subtrahend abgezogen, so dass der niedrigste Wert bei Null lag. Die pSNR-Map des Siemenssternes wurde bei einem anderen Abstand aufgenommen (siehe Kapitel 5.1), als die anderen Proben. Dadurch ist der insgesamt betrachtete Raumwinkel kleiner und das Interferenzmuster besser aufgelöst, als bei den anderen Scans. Deshalb sind die Zahlenwerte nicht direkt vergleichbar mit den anderen pSNR-Maps. Bei der Berechnung des pSNR wurden keine Abschwächungseffekte durch den Luftweg oder durch den Durchgang durch das Probenmaterial beachtet. Das pSNR-Map des Siemenssterns hat die höchsten Werte und zeigt den erkennbar die Kontur des Siemenssternes. Die Kanten sind hervorgehoben. Bei der Knochenprobe ist das pSNR-Map deutlich niedriger und es sind keine klaren Strukturen erkennbar. Das pSNR-Map der Goldsterne zeigt bei dem Scan mit Absorber die Struktur der Probe deutlicher, als bei dem Scan ohne Absorber.

5.2.1 Siemensstern

In Abbildung 5.3 ist die Rekonstruktion des Siemenssterns zu sehen. Die Rekonstruktion ist auch weit außerhalb des direkt gescannten Bereiches erkennbar. Die mit einem Linien-

profil bestimmte Auflösung beträgt 15 nm. Das stimmt mit der Aussage des pSNR-Maps in Abbildung 5.2 a) überein, die ein über dem Untergrund liegendes Streusignal gezeigt hat. Dort sind die Umrisse der Probe deutlich im pSNR zu erkennen, was auf eine starke Streuung an den Kanten den Siemenssternes hindeutet.

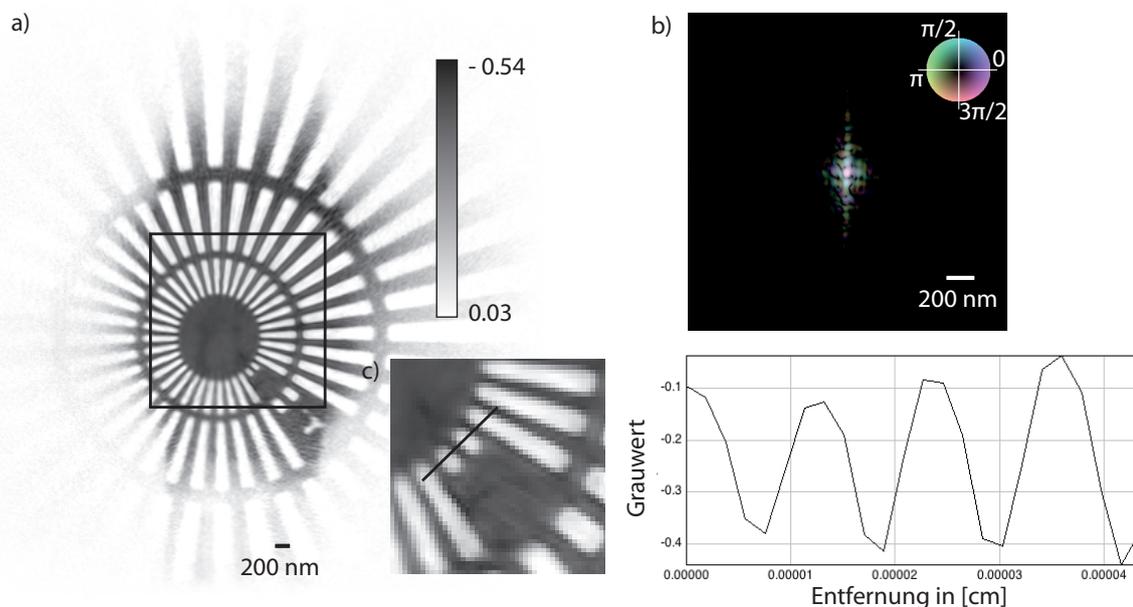


Abbildung 5.3: Ptychographische Rekonstruktion des Siemenssternes, a) Rekonstruktion der Phase des Siemenssternes in Graustufen mit einem Phasenschub bis $-0,54$ rad. Der schwarz umrandete Bereich markiert den Scanbereich. b) Rekonstruktion der Beleuchtung in logarithmischer Darstellung und c) vergrößerter Ausschnitt der Objektphase mit Linienprofil zur Bestimmung der Auflösung.

5.2.2 Goldsternprobe

In Abbildung 5.4 sind die Signal-zu-Rausch-Verhältnisse (SNR) der Messungen mit Absorber (Scan 202) und ohne Absorber (Scan 204) der Goldsternprobe gezeigt. Der erreichbare Streuwinkel, bevor das SNR unter 2 abfällt¹, ist für die Scans mit und ohne Absorber, trotz 10-facher Belichtungszeit nicht deutlich verschieden. In die Berechnung des SNR fließen alle 2600 Beugungsbilder ein und bei den meisten Beugungsbildern wurden die Goldkugeln nicht vom zentralen Strahl beleuchtet. Dadurch setzt sich das SNR zum Großteil aus dem Streuteil von Beugungsbildern ohne Goldkugeln zusammen. Der Anteil der Beugungsbilder, die mit Streuung von den Goldkugeln zum SNR beitragen, ist gering. Deshalb sind beim Vergleich von den Messungen mit und ohne Absorber die Unterschiede im SNR

¹Ein SNR von 1 erhält man für eine Messung ohne Signal, also pures Rauschen. Der Schwellwert für das SNR sollte über 1 liegen und nicht zu hoch sein, da dann schwache Signale keine Beachtung finden. Ein Schwellwert von 2 hat sich erfahrungsgemäß als sinnvoll erwiesen.

gering. Somit ist das SNR kein gutes Maß, um Rückschlüsse auf die mögliche erreichbare gesamte räumliche Auflösung eines Scans zuzulassen. Für die Scans wurden keine Leermessungen ohne Probe durchgeführt. Um dennoch das SNR bestimmen zu können, wurden auf der Probe aufgenommene Beugungsbilder ohne Goldsterne als Referenz verwendet. Dafür wurden 100 Beugungsbilder vom Rand des Scanbereiches ausgewählt. Diese sind in dem SNR-Map von dem Ptychogramm ohne Absorber als dunkler Streifen zu sehen. Unter dem SNR in Abbildung 5.4 ist die ptychographische Rekonstruktion der Objektphase der jeweiligen Scans zu sehen. Für die Scans mit Absorber und langer Belichtungszeit ist im SNR-Map die Form der Probe zu erkennen. Dabei führen bei den Goldsternen dickere Sterne zu stärkerer Streuung und damit zu einem erhöhten SNR. Die Rekonstruktion von dem Ptychogramm mit Absorber zeigt einzelne Zacken der Goldsterne. Bei dem Scan ohne Absorber ist in der SNR-Map die Probe nicht sichtbar. Die Rekonstruktion zeigt die Umrisse der Probe. Die SNR-Maps der Proben in Abbildung 5.4 haben ähnliche Werte wie die der pSNR-Maps in Abbildung 5.2. Das heißt für schwach streuende Proben ist der Unterschied zwischen der Nutzung von Leerbildern (SNR) und Scanmittelwerten (pSNR) nicht groß. Das pSNR einer schwach streuenden Probe kann auch ohne die Messung von Leerbildern bestimmt werden und liefert ähnliche Ergebnisse wie das SNR.

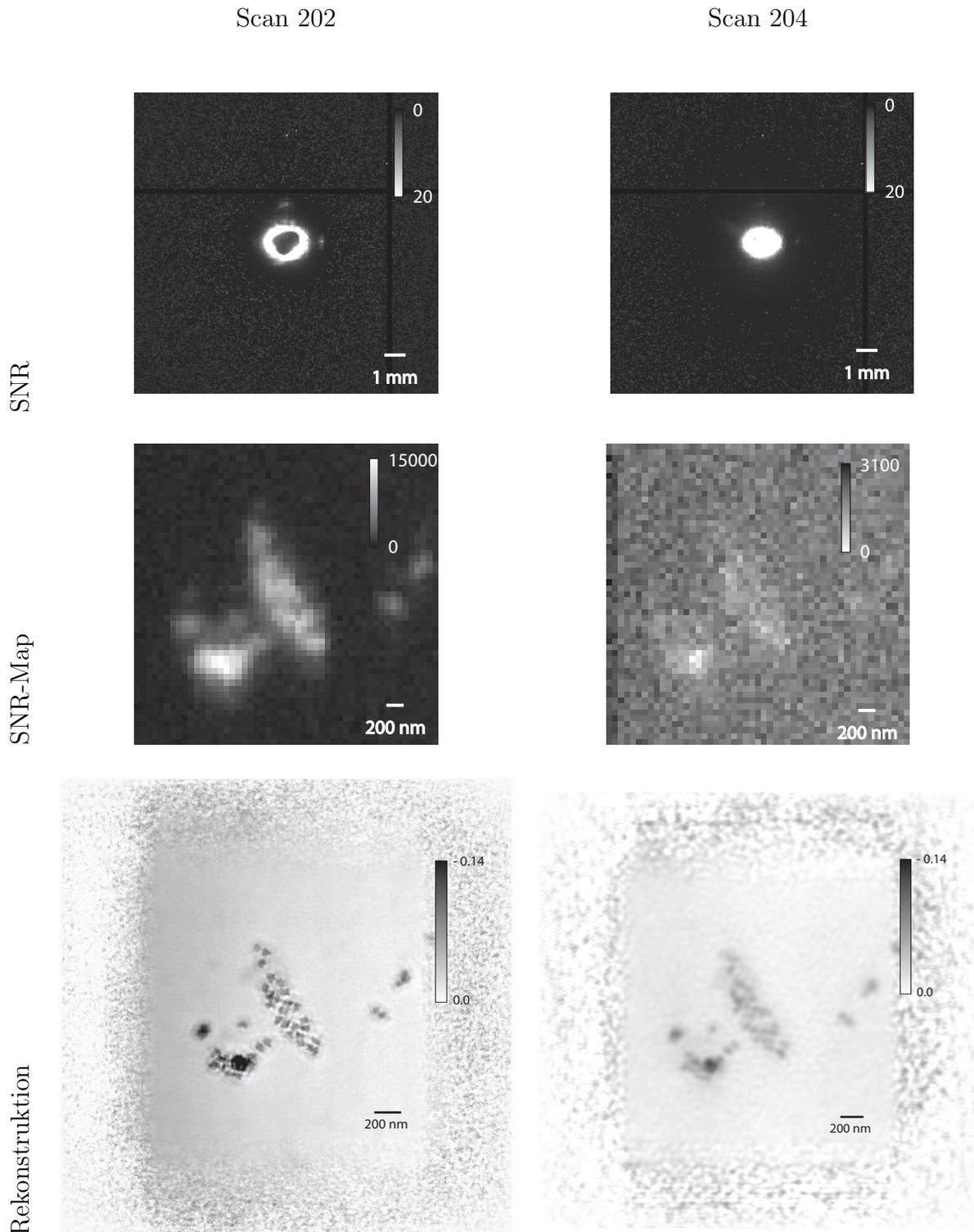


Abbildung 5.4: Darstellung von SNR und Rekonstruktion für die Messungen mit Absorber (Scan 202) und ohne Absorber (Scan 204). Ptychogramme mit 50×50 Schritten, 50 nm Schrittweite, $E = 14,92 \text{ keV}$. Obere Zeile: Darstellung des SNR, mittlere Zeile: Darstellung der SNR-Map, untere Zeile: ptychographische Rekonstruktion der Objektphase und Darstellung der Phase mit einem maximalen Phasenschub von $-0,14 \text{ rad}$.

Für das Ptychogramm der Goldsternprobe mit Absorber (Scan 202) wurde für verschiedene Scanpunkte unterschiedlicher Streuintensität, das heißt viel oder wenig Goldnanopartikel im zentralen Strahlengang, das Beugungsbild betrachtet (siehe Abbildung 5.5). Die visuellen Unterschiede zwischen den Beugungsbildern sind dabei gering. Aus den Beugungsbildern wurde das SNR bestimmt und aufgetragen, dabei sind die visuellen Unterschiede deutlicher. Erwartungsgemäß ist das SNR bei kleinen Streuwinkeln hoch und sinkt dann ab. Wenn die Streuung groß ist, ist das SNR bis zu einem hohen Raumwinkel hoch. Aus der Entfernung zwischen Strahlmittelpunkt und signifikant hohem SNR, lässt sich mit Gleichung 2.67 die mögliche erreichbare Auflösung berechnen. Zwischen dem Beugungsbild mit dem niedrigsten SNR und dem Beugungsbild mit dem höchsten SNR gibt es einen großen Unterschied bis zu welchem Raumwinkel ein signifikantes SNR gemessen wird. Das sollte zu unterschiedlich guter Auflösung in der Rekonstruktion führen, die zwischen 26 nm und 12 nm liegen sollte. Aus den einzelnen SNRs der Beugungsbilder kann die radiale SNR-Map bestimmt werden (siehe Kapitel 2.6). Diese hat die selbe Pixelgröße wie das Dunkelfeld². Bei dem radialen SNR-Map ist der Probenumriss deutlicher zu erkennen und es gibt weniger streifige oder punktförmige Strukturen, die nicht zur Probe gehören, als im Dunkelfeld.

²Dunkelfeld heißt, dass aus den Beugungsbildern für die einzelnen Scanpunkte eine Karte erstellt wird. Dabei wird die Summe über die Gesamtintensität der einzelnen Beugungsbilder in eine Scanpunktkarte eingetragen. Der zentrale Teil des Beugungsbildes, der vom zentralen Strahl beleuchtet wurde, wird dafür nicht beachtet. Nur die durch Streuung verursachten Intensitäten werden berücksichtigt, wodurch ein deutlich stärkerer Kontrast erreicht wird als mit Berücksichtigung des zentralen Strahles. In Beugungsbildern mit viel Streuung ist der resultierende Bildpunkt heller. Beim Dunkelfeld werden keine Leermessungen beachtet.

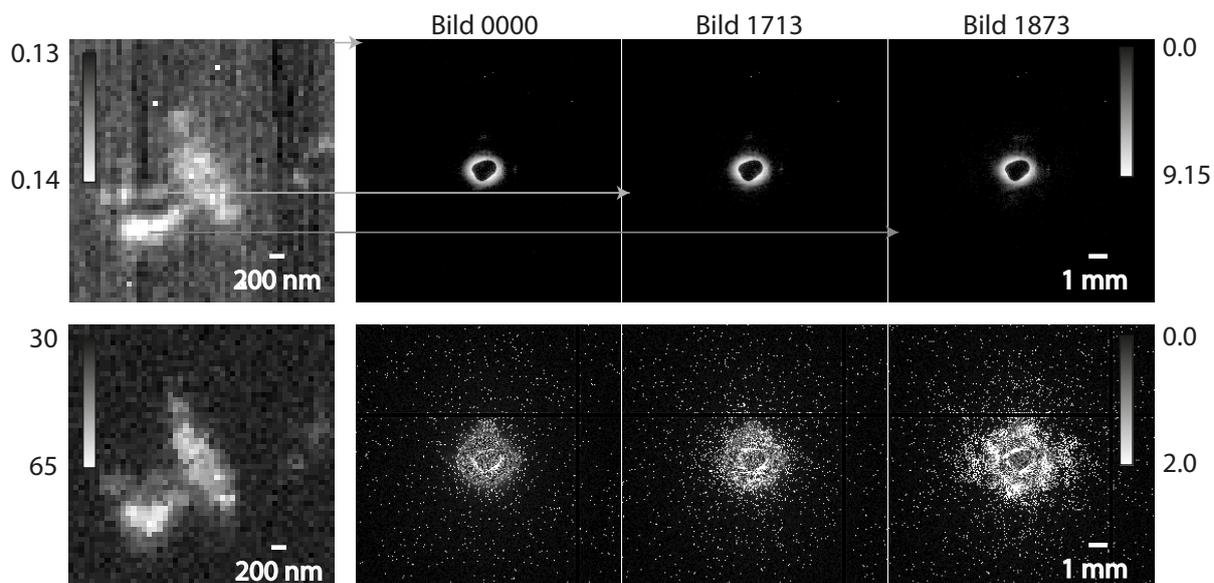


Abbildung 5.5: SNR Untersuchungen der Beugungsbilder. Links oben: Dunkelfeld des Scans mit Absorber. Oben Rechts: Beugungsbilder von drei verschiedenen Scanpunkten in logarithmischer Darstellung. Der Ort der Aufnahme auf der Probe wird durch den grauen Pfeil dargestellt. Unten rechts: für verschiedene Scanpunkte unterschiedlicher Streuintensität wurde das SNR bestimmt. Erwartungsgemäß ist das SNR hoch und geht bis zu einem hohen Winkel, wenn die Streuung groß ist. Im Probenbereich mit wenig Kantenkontrast (Bild 0000) und damit wenig Streuung, wird ein hohes SNR bis zu einem Durchmesser von 3,1 mm gemessen. Für viel Streuung (Bild 1873) ergibt sich ein hohes SNR bis zu einem Durchmesser von 7 mm. Das entspricht einer Auflösung von 12 nm. Unten links: radiales SNR-Map. Die Grauwertskala gibt die Entfernung in Pixel vom Bildmittelpunkt an, bis zu der ein radial gemittelt SNR über einem Schwellwert gemessen wurde. Das radiale SNR-Map zeigt die Probenstruktur deutlicher, als das Dunkelfeld. Es gibt an, bis zu welchem Pixelradius das SNR für das jeweilige Beugungsbild signifikant hoch ist.

Der Streuuntergrund eines Ptychogrammes beeinflusst das SNR und damit die Rekonstruierbarkeit. Der Untergrund ist auch abhängig von der Belichtungszeit und der Luftstreuung. Ein Absorber im Strahlengang kann den Untergrund verringern. Ein Vergleich des Untergrundes der Ptychogramme der Goldsternprobe mit und ohne Absorber ist in Abbildung 5.6 zu sehen. Der Unterschied in der Belichtungszeit lag bei einem Faktor 10. Für die Scans 202 (mit Strahlabsorber) und 204 (ohne Strahlabsorber) wurden 100 Leerbilder radial gemittelt und aufgetragen. Der Untergrund bei großen Streuwinkeln ist für die Messungen ohne Absorber um einen Faktor 15 größer. Außerdem wurde für beide Messungen an einem Messpunkt mit hoher Streuintensität das Beugungsbild radial gemittelt und aufgetragen. Diese Kurve ist durch die geringere Statistik nicht so glatt. Es ist zu sehen, dass bei der Messung mit Absorber das Signal deutlich über dem Untergrund liegt. Bei der Messung ohne Absorber ist kaum ein Unterschied erkennbar.

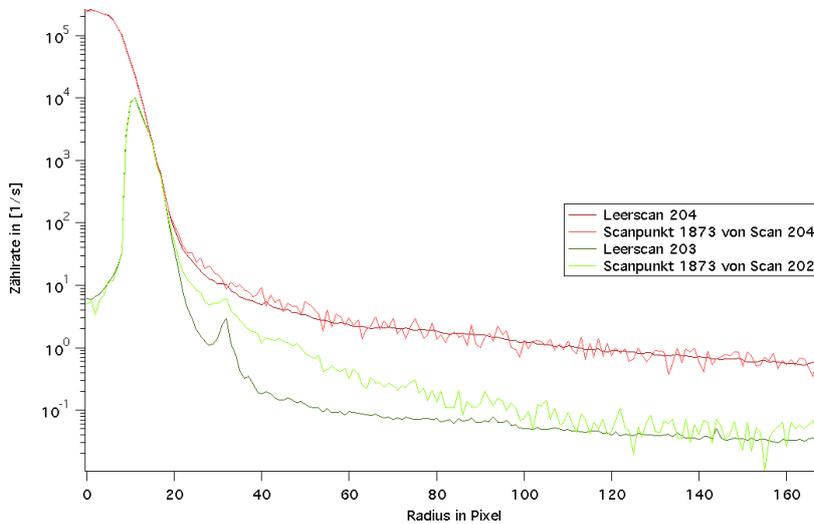


Abbildung 5.6: Dargestellt ist die Zählrate in logarithmischer Darstellung über dem Streuwinkel. Für die Scans 202 (mit Strahlabsorber) und 204 (ohne Strahlabsorber) wurden 100 Leerbilder radial gemittelt und aufgetragen. Außerdem wurde für beide Messungen an einem Messpunkt mit hoher Streuintensität das Beugungsbild radial gemittelt und aufgetragen.

Die verschiedenen hohen Untergrundsignale bei hohem Streuwinkel führen zu verschiedenem Rekonstruktionsverhalten bei verschiedenen Verfahren zur Aktualisierung der Amplitude. Dabei wurden die Gauß- und die Poisson-Aktualisierung getestet [GACR12] die in Kapitel 2.4.3 beschrieben werden. Die Poissonaktualisierung entspricht bei einer Poissonverteilung der Messwerte einer Aktualisierung mit den vom Detektor gemessenen Werten.

Bei der Gaußaktualisierung ist die Aktualisierung der Amplitude mit der gemessenen Intensität I_j weniger stark gewichtet. Wenn die Messwerte stark fehlerbehaftet sind, so haben die einzelnen Aktualisierungen weniger Einfluss auf das Rekonstruktionsergebnis.

Die Messung mit Absorber hat bei hohen Streuwinkeln wenig Untergrundsignal. Dieser Scan wird mit dem Poissonupdate schärfer, als mit dem Gaußupdate (siehe Abbildung 5.7 a) und b)). Bei der Messung ohne Absorber ist der Untergrund bei hohen Streuwinkeln hoch und das Gaußupdate liefert ähnliche Ergebnisse wie das Poissonupdate (siehe Abbildung 5.7 c) und d)). Das Poissonupdate vom Scan mit Absorber zeigt starke Artefakte. In allen Rekonstruktionen wurde dabei die in Kapitel 2.4.3 beschriebene Untergrundkorrektur verwendet. In der unteren Zeile von Abbildung 5.7 ist die Rekonstruktion ohne Untergrundkorrektur dargestellt. Die Rekonstruktionen des Scans ohne Absorber und ohne Untergrundkorrektur sind für beide Aktualisierungen ähnlich. Das Poissonupdate wird mit Untergrundkorrektur etwas schärfer. Amplitudenwerte, die durch einen hohen Untergrund stark fehlerbehaftet sind, werden bei dem Gaußupdate geringer gewichtet als beim Poissonupdate.

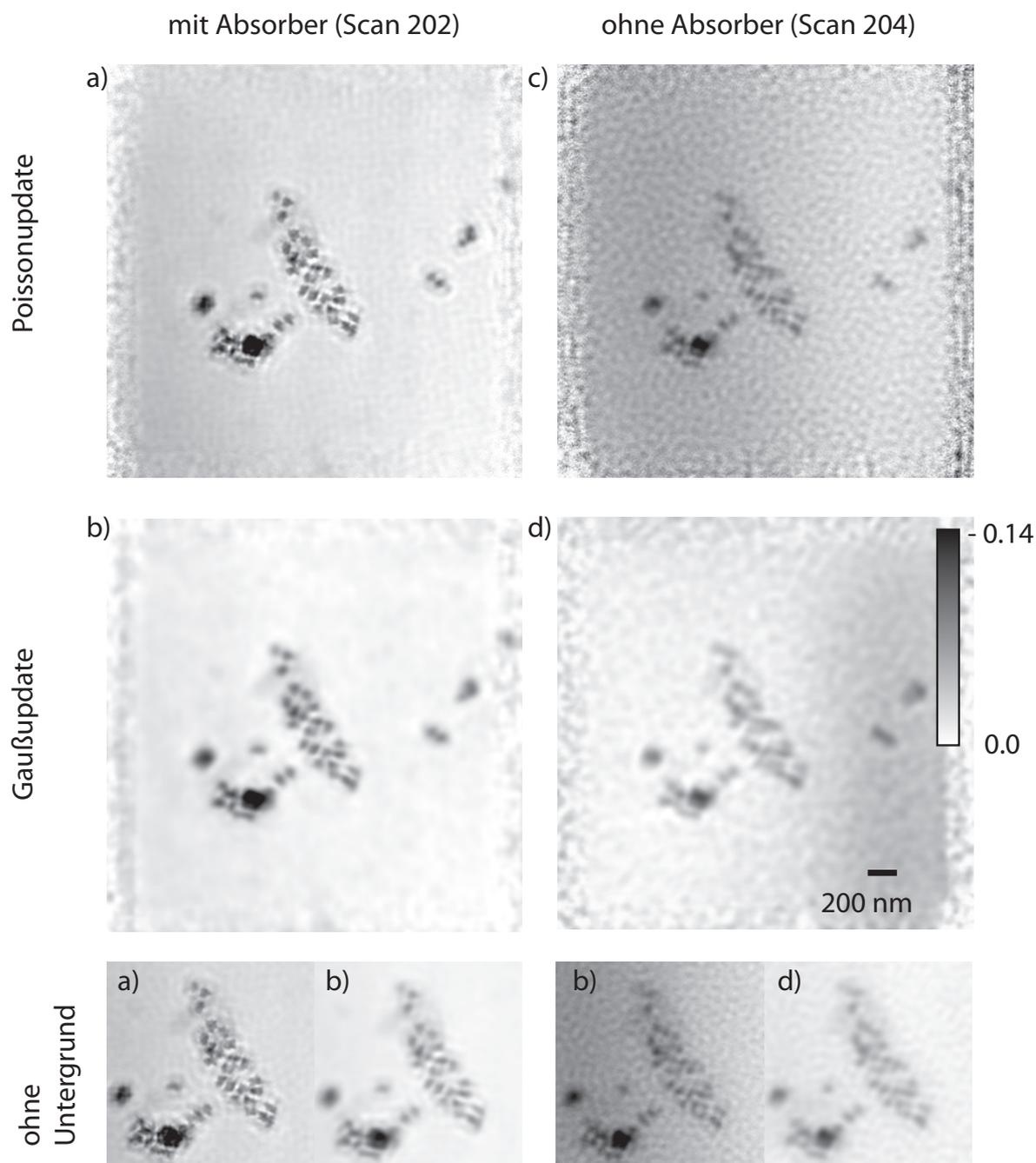


Abbildung 5.7: Ptychographische Rekonstruktionen der Goldsterne mit verschiedenen Updatefunktionen für das Amplitudenupdate. Dargestellt ist der Phasenschub der Probe in Grauwerten bis $-0,14$ rad. Die Scans wurden mit einem cropping von 256×256 Pixeln der Beugungsbilder, mit Untergrundkorrektur und nach 1000 Iterationen dargestellt. a) Scan 202 hat bei hohen Streuwinkeln wenig Untergrundsignal. Dieser Scan wird mit dem Poissonupdate schärfer als mit dem b) Gaußupdate. d) Bei Scan 204 ist der Untergrund bei hohen Streuwinkeln hoch und das Gaußupdate liefert ähnliche Ergebnisse. c) Das Poissonupdate von Scan 204 zeigt starke Artefakte. In der unteren Zeile sind die Rekonstruktionen ohne Untergrundkorrektur dargestellt.

5.2.3 Untergrundkorrektur

Mit einer Residuumsreduktion, wie in Kapitel 2.4.3 beschrieben, kann der Untergrund der gemessenen Beugungsbilder abgesenkt werden. Damit sind hochwertigere ptychographische Rekonstruktionen möglich. Hier soll der durch eine Residuumsreduktion bestimmte Untergrund und die Streuung mit und ohne Goldsternprobe im Strahlengang diskutiert werden. Zusätzlich soll die Konsistenz von der Rekonstruktion von Objekt, Beleuchtung und Untergrund überprüft werden. Aus der ptychographisch rekonstruierten Beleuchtung kann per Propagation ins Fernfeld das theoretische probenfreie Beugungsbild auf dem Detektor bestimmt werden. Dieses und der Untergrund sollten konsistent sein mit einer Leermessung ohne Probe.

Von dem Scan mit Absorber wurden Beugungsbilder mit Goldnanopartikeln im Strahlengang und Beugungsbilder von einem Probenbereich ohne Goldnanopartikel gemittelt und radial gemittelt in Abbildung 5.8 aufgetragen. Außerdem wurden zwei einzelne radial gemittelte Beugungsbilder dargestellt. Es ist zu sehen, dass die Kurven für einzelne Beugungsbilder stärker schwanken, als die über mehrere Beugungsbilder gemittelten Kurven. Abbildung 5.8 zeigt außerdem den radialen Mittelwert vom rekonstruierten Untergrund und die Fouriertransformierte der rekonstruierten Beleuchtungsfunktion der Goldsternprobe. Die Fouriertransformierte der Beleuchtungsfunktion der Goldsternprobe entspricht dem Fernfeldbeugungsbild, das die Beleuchtung auf dem Detektor erzeugen würde. Die Kurve für die rekonstruierte und propagierte Beleuchtungsfunktion vom Scan mit Absorber hat im zentralen Bereich weniger Zählrate als die vom Scan ohne Absorber. An der Stelle, wo der Strahlabsorber geendet hat, ist ein Knick in der Kurve der propagierten Beleuchtung zu sehen. Außerdem sind im Verlauf der Kurve die Stellen mit den Detektorstreifen deutlich zu erkennen (Pixel 48 und 90). Der Untergrund und die propagierte Beleuchtung erreichen nicht ganz die Kurve mit den gemittelten Beugungsbildern ohne Gold.

In der Beleuchtung ohne Strahlabsorber ist der Untergrund bei hohen $|q|$ höher. Also wird in der Rekonstruktion der Beleuchtung auch ein Teil des Streuuntergrundes rekonstruiert. Die Beleuchtungsrekonstruktion, bei der der zentrale Teil des Beugungsbildes durch den Strahlabsorber weggeschnitten war, zeigt im zentralen Teil Artefakte. Der berechnete Untergrund ist ein Durchschnittswert, der die unteren Extrema der einzelnen Beugungsbilder gut annähert. Allerdings macht er keine genaue Aussage zu dem Untergrund eines einzelnen Bildes.

5.2.4 Knochenprobe

Die ptychographische Rekonstruktion der Knochenprobe ist in Abbildung 5.9 zu sehen. Sie besteht aus 8 einzelnen zusammengesetzten Ptychogrammen. Die Rekonstruktion bestätigt die Form, die schon im REM-Bild (siehe Abbildung 2.19) der Probe zu sehen war. Außerdem ist eine lamellare Struktur sichtbar, die im REM-Bild nicht erkennbar ist. Die erreichte Auflösung der Rekonstruktion ist schwer abzuschätzen, da die genaue Probenstruktur nicht bekannt ist.

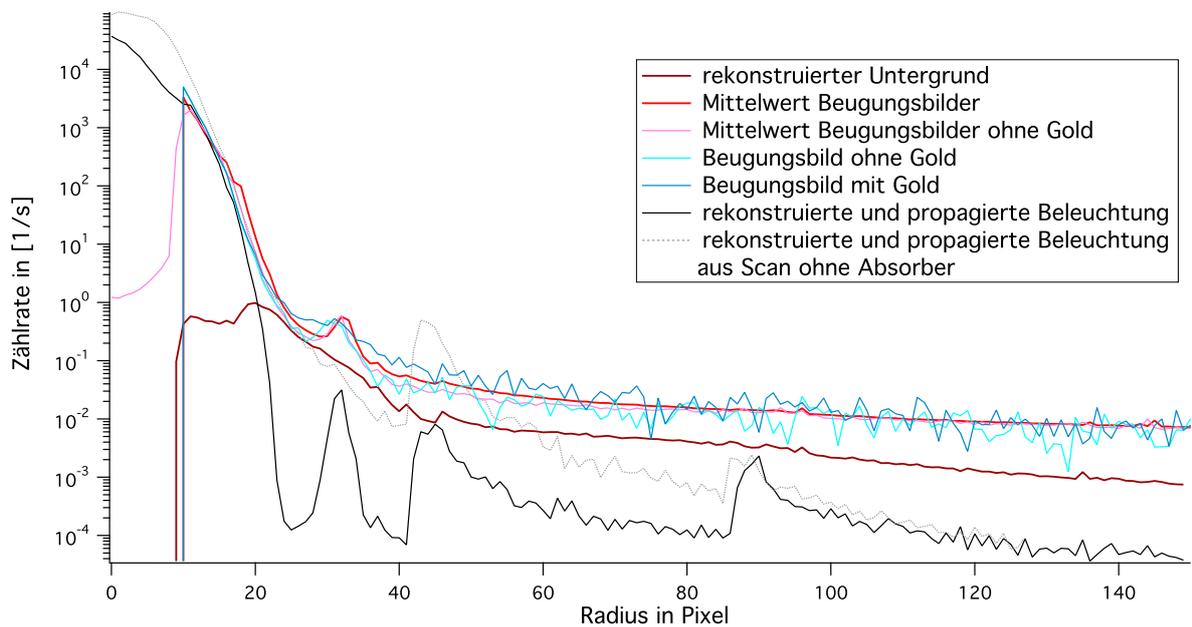


Abbildung 5.8: Dargestellt ist der radiale Mittelwert über verschiedene rekonstruierte Parameter der Goldsternprobe. Es ist die logarithmische Zählrate über dem Radius in Pixeln aufgetragen.

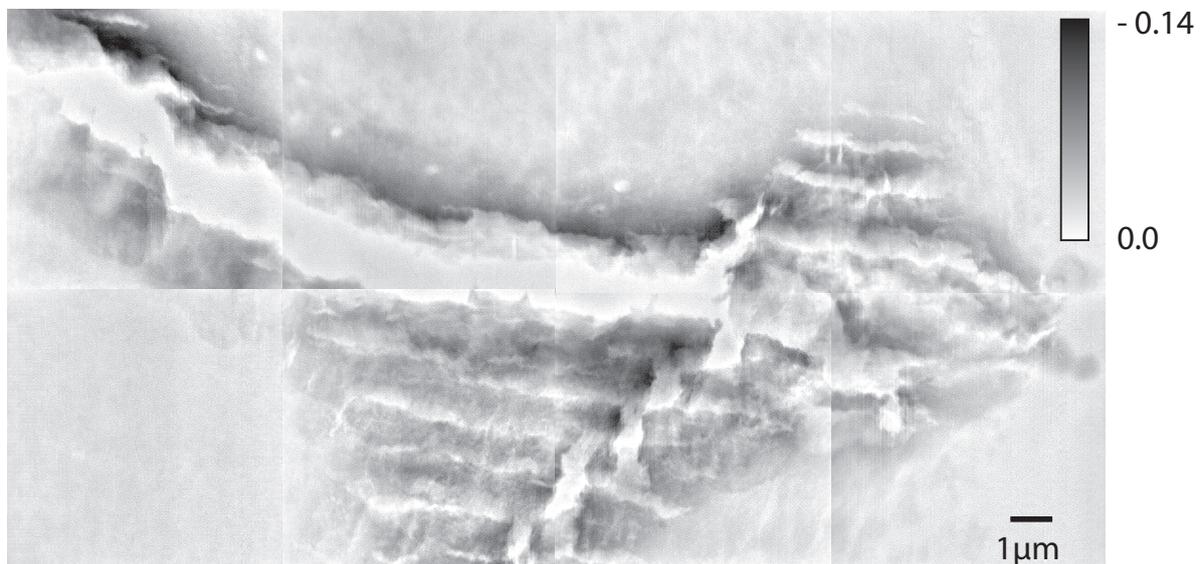


Abbildung 5.9: Ptychographische Rekonstruktion der Objektphase der Knochenprobe. Dargestellt ist der Phasenschub der Probe in Grauwerten in rad.

5.3 Auflösungsvermögen

Die erreichte Auflösung der verschieden stark streuenden Proben (Siemenstern, Goldsterne mit und ohne Absorber und Knochenprobe) ist sehr verschieden und es ist ein Zusammenhang zu den in Abbildung 5.2 dargestellten pSNR-Maps zu sehen. Die Rekonstruktionen mit schwer erkennbaren Strukturen im pSNR-Map sind schlechter aufgelöst.

Die erreichbare Auflösung einer Rekonstruktion hängt von verschiedenen Faktoren ab. Dazu gehören sowohl die Datenaufnahme der Ptychogramme an sich, als auch die verwendeten Parameter bei der ptychographischen Rekonstruktion.

Faktoren, die die Auflösung bei der Datenaufnahme beeinflussen, sind:

- Die *Streuung der Probe* spielt wie an den drei verschieden stark streuenden Proben ersichtlich ist eine entscheidende Rolle.
- Die *Brillanz der Quelle* und die *Belichtungszeit* erhöhen das SNR mit der Quadratwurzel der Photonendosis.
- Die *Luftstreuung* lässt sich durch Strahlabsorber minimieren und führt zu besseren Rekonstruktionsergebnissen wie am Beispiel der Goldsterne sichtbar ist.
- Die *Detektorstreuung* steigt mit zunehmender Photonenenergie. Bei den in dieser Arbeit oft verwendeten 14,92 keV ist sie gering im Vergleich zur Luftstreuung.
- Die *Stabilität des Aufbaues (Strahl- und Probenstabilität)* sollte so hoch wie möglich sein. Jede Instabilität führt zu Inkonsistenzen im ptychographischen Modell.

Diese Faktoren beeinflussen die Qualität der Rekonstruktion der Ptychogramme:

- Rekonstruktionsparameter (Art des Amplitudenupdates, Anzahl der Iterationen, Verfügbarkeit von Normierungsdaten, Verwendung der Untergrundkorrektur, Positionskorrektur,...)

5.3.1 Erreichte Auflösung bei der Goldsternprobe

Die erreichte Auflösung des hochaufgelösten Goldsternscans mit Absorber (Scan 203) soll mit Hilfe von zwei verschiedenen gängigen Verfahren verglichen werden. Diese Verfahren wurden in Kapitel 2.5 theoretisch erläutert. Der Rekonstruktion wurde mit einer Pixelgröße von 5 nm nach 2000 Iterationen bestimmt. Es wurde eine Untergrundkorrektur und die Dosisfunktion [Bau14] verwendet. Die Objektphase der Rekonstruktion ist in Abbildung 5.10 a) zu sehen. Die Rekonstruktion ist dem visuellen Eindruck zufolge an verschiedenen Orten auf der Probe verschieden gut aufgelöst. Ein Vergleich mit Abbildung 5.10 c) zeigt, dass es teilweise Artefakte mit doppelt nebeneinander rekonstruierten Goldkugelchen gibt. Das deutet auf Instabilitäten während des Scans hin.

Kantenverfahren

An verschiedenen Strukturen wird der Phasenschub in Abhängigkeit des Ortes entlang einer Linie bestimmt (siehe Abbildung 5.10 a)). Dann wird die Halbwertsbreite einer Kante bestimmt (FWHM³). Für die verschiedenen Linien ist in Abbildung 5.10 b) der Anstieg verschieden und bewegt sich zwischen 4 und 7 Pixeln. Das entspricht einer Auflösung von 20 – 35 nm.

Gaußverfahren

Das Graustufenbild aus dem REM-Bild (siehe Abbildung 2.21) wurde mit einer Pixelgröße von 5 nm dargestellt und mit einer Gaußfunktion gefaltet. Die größte visuelle Ähnlichkeit mit der Rekonstruktion wurde bei einer Standardabweichung $\sigma = 1,7$ Pixel erreicht (siehe Abbildung 5.10 c)). Damit entspricht die Auflösung:
$$\text{FWHM} = 2\sqrt{2 \ln 2} \cdot \sigma = 2\sqrt{2 \ln 2} \cdot 1,7 \cdot 5 \text{ nm} = 20 \text{ nm}.$$

³FWHM steht für Full Width at Half Maximum

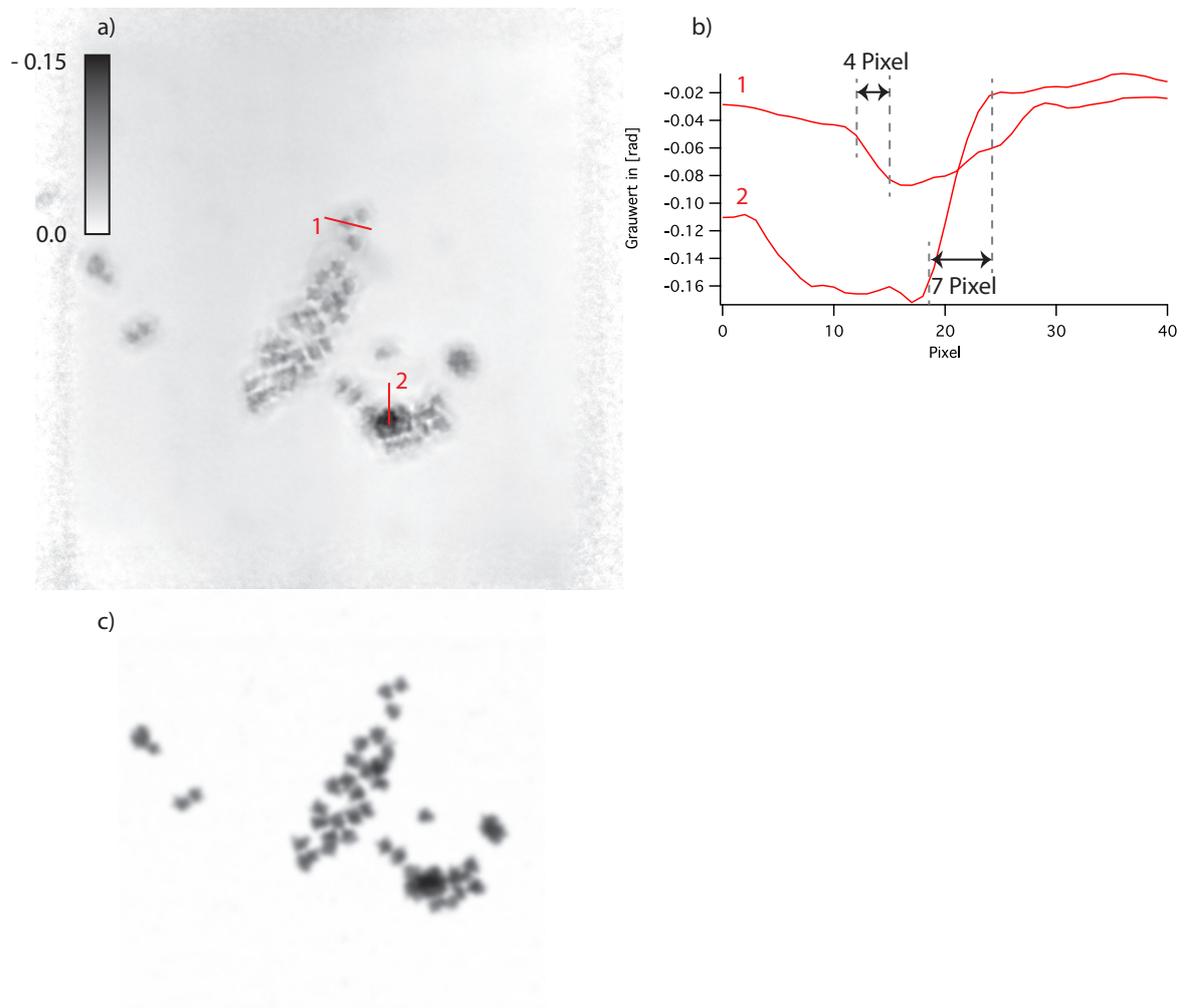


Abbildung 5.10: Bestimmung der Auflösung der Ptychographischen Rekonstruktion des hochauflösten Scans der Goldsternprobe mit Absorber (Scan 203). a) Phasenschub der Objektphase der Ptychographischen Rekonstruktion, b) Linienprofil über die Änderung des Phasenschubes an markierten Punkten in der Rekonstruktion. Die Breite der Kanten liegt zwischen 4 und 7 Pixeln. c) Gaußgefaltetes REM-Bild der Goldsternprobe.

Kapitel 6

Zusammenfassung

In der Röntgenmikroskopie ist die ptychographische Bildgebung ein vielversprechendes Verfahren, um ausgedehnte Proben mit hoher räumlicher Auflösung abzubilden. Dabei wird die Probe mit kohärenter, harter Röntgenstrahlung abgerastert und im Fernfeld Beugungsbilder von jedem Rasterpunkt aufgenommen. Aus diesen Beugungsbildern lassen sich iterativ sowohl die komplexe Wellenfunktion der Beleuchtung, als auch die komplexe Transmissionsfunktion des Objektes gewinnen. Die dabei erreichbare Auflösung ist limitiert durch die Streuung der harten Röntgenstrahlung an der Probe und den Streuuntergrund der nicht von Probenstreuung verursacht wird.

In dieser Arbeit wurden verschiedene Themengebiete bearbeitet, um die Limitierung der räumlichen Auflösung von ptychographischen Messungen aufgrund verschiedener Störsignale zu untersuchen.

Ein wichtiges Störsignal ist Streuung, die nicht von der Probe herrührt. Dazu wurde die **Streuung von Röntgenstrahlung in Luft und im Detektor** modelliert und mit experimentellen Ergebnissen verglichen. Die verwendeten Photonenenergien lagen zwischen 9 – 30keV. Dabei konnten folgende wesentliche Aussagen getroffen werden:

- Der Beitrag der *Detektorstreuung* ist bei hohen Streuwinkeln deutlich geringer als die Luftstreuung. In der Nähe des zentralen Strahles ist die Detektorstreuung sehr hoch. Bei höheren Photonenenergien ist der Beitrag der Detektorstreuung bei hohen Streuwinkeln höher, als bei geringeren Photonenenergien.
- Der Beitrag zur *Luftstreuung* ist am stärksten in der Luftstrecke direkt vor dem Detektor.
- Die Verwendung von *Flugrohren* senkt den Streuuntergrund in Kombination mit Strahlabsorbern stark ab.
- *Strahlabsorber* streuen auch stark. Die Positionierung des Strahlabsorbers sollte nicht direkt vor dem Detektor erfolgen.

Zur Beurteilung der Qualität einer ptychographischen Messung wurde das **Signal-zu-Rausch-Verhältnis** nach der Definition in Kapitel 2.6 eingeführt und modifiziert. Dabei kam es zu den folgenden wesentlichen Ergebnissen:

- Das SNR schwach streuender Proben kann mit und ohne die Messung von Leerbildern bestimmt werden und liefert vergleichbare Ergebnisse.
- Das über alle Beugungsbilder gemittelte gesamte SNR ist nicht sinnvoll, um Aussagen über die potentielle Auflösung eines Scans zu treffen. Aussagekräftiger ist die Bestimmung des SNR der einzelnen Beugungsbilder. Hierbei ist zu beachten, dass Instabilitäten im Aufbau auch zu einer scheinbaren Erhöhung des SNR beitragen können.
- Die Erstellung eines SNR-Map eines Scans kann die Probe grob abbilden. Unter Beachtung des Streuwinkels mit signifikantem Streuanteil lässt sich abschätzen, welche Bereiche der Probe gut aufgelöst sein werden.

Die **ptychographische Messung verschieden stark streuender Proben** und die Auswertung des SNR und der Auflösung ergab folgende wesentliche Punkte:

- Das SNR und das SNR-Map eines schwachen Streuers ist unter gleichen Aufnahmebedingungen geringer als das eines starken Streuers. Die Auflösung der ptychographischen Rekonstruktion ist ebenfalls geringer.
- Mit längeren Belichtungszeiten und mit der Nutzung von Strahlabsorbern können das SNR und auch die Auflösung von Scans verbessert werden. Durch Strahlabsorber kann es bei der ptychographischen Rekonstruktion zu Artefakten kommen.

Mit **semitransparenten Absorbern** kann die Dynamik des Detektors besser ausgenutzt werden. Bei der Untersuchung von semitransparenten Absorbern konnten folgende Punkte festgestellt werden:

- Semitransparente Absorber senken den Streuuntergrund bei Leerbildern ab. Das ist bei der Rekonstruktion von Ptychogrammen nicht unbedingt mit einer besseren Auflösung verbunden.
- Die Form semitransparenter Absorber kann an das Strahlprofil angepasst werden. Das führt zu besseren Ergebnissen bei der Rekonstruktion, als bei Absorbern mit nicht angepasstem Strahlprofil.

Kapitel 7

Ausblick

Für eine hochaufgelöste Untersuchung von schwach streuenden Proben ist eine Reduktion von Störsignalen wünschenswert. Zukünftige Entwicklungen an Strahlungsquellen hoher Brillanz können den Streuuntergrund auch von instrumenteller Seite verringern. Dazu gehört eine Vakuumumgebung zur Reduktion von Luftstreuung, die Verwendung von Absorbern und verbesserte Detektoren zur Unterdrückung von Streuung im Detektormaterial. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis lässt sich durch höhere Brillanz und eine genaue Kenntnis des Probenortes erhöhen.

Die Verwendung von Strahlabsorbern ermöglicht die Erhöhung der räumlichen Auflösung. Die damit verbundenen längeren Belichtungszeiten stellen hohe Anforderungen an die Stabilität des Aufbaues. Die Entwicklung von Strahlabsorbern, die wenig streuen und stabil montiert sind, ist wünschenswert.

Semitransparente Strahlabsorber erhalten die Amplitudeninformation in der Mitte des Strahles und nutzen den Detektor effektiver. Die Verwendung von semitransparenten Absorbern erfordert weitere Untersuchungen, um ein Material zu finden, das bei hoher Absorption wenig streut. Außerdem sollten Form- und Montage optimiert werden.

Bei der Datenauswertung der aufgenommenen Ptychogramme sind Verbesserungen möglich:

- Die Rekonstruktion von kombinierten Scans mit und ohne Strahlabsorber kann verbessert werden und
- Positionierungsfehler können dabei berücksichtigt werden.
- Bei der Nutzung von semitransparenten Strahlabsorbern sollte ein verbessertes Modell zur Datenauswertung gefunden werden.
- Vielversprechend ist auch die algorithmische Reduktion des Streuuntergrundes. Ein einfaches Modell des Untergrundes konnte bei der Rekonstruktion der Ptychogramme teilweise schärfere Ptychogramme liefern. Eine Verbesserung des Algorithmus bezüglich des Untergrundes könnte statt eines Gesamtuntergrundes für alle Beugungsbilder Untergründe für einzelne Bilder berücksichtigen.

- Eine Gewichtung der Beugungsbilder bei der Rekonstruktion, je nachdem wie hoch das Signal-zu-Rausch-Verhältnis ist, ist auch denkbar.

Kapitel 8

Verwendete Formelzeichen

Formelzeichen	Erklärung	Zahlenwert
c	Lichtgeschwindigkeit	$299\,792\,458\text{ m s}^{-1}$
e	Elementarladung	$1,602 \times 10^{-19}\text{ C}$
\hbar	plancksches Wirkungsquantum	$6,58211915 \times 10^{-6}\text{ eV s}$
m_e	Elektronenmasse	$9,109 \times 10^{-31}\text{ kg}$
N_A	Avogadrokonstante	$6,022\,141\,29\,(27) \cdot 10^{23}\text{ mol}^{-1}$
r_e	klassischer Elektronenradius	$2,81794 \times 10^{-31}\text{ m}$
π	Kreiszahl	3,14159
ε_0	Permittivität im Vakuum	$8,854\,187\,817\,62 \cdot 10^{-12}\text{ } \frac{\text{As}}{\text{Vm}}$
μ_0	Permeabilität im Vakuum	$12,566\,370\,614 \cdot 10^{-7}\text{ } \frac{\text{N}}{\text{A}^2}$

Tabelle 8.1: Verwendete Konstanten

Formelzeichen	Erklärung
A	Fläche, Massenzahl eines Atoms
B_{sp}	spektrale Brillanz
b	räumliche Ausdehnung der Strahlungsquelle
$\vec{B}(\vec{r}, t)$	magnetisches Feld
E	Energie
\vec{e}	Einheitsvektor der Polarisierung
d	Weg der Strahlung in der Probe
$\vec{D}(\vec{r}, t)$	elektrische Flussdichte
$\vec{E}(\vec{r}, t)$	elektrisches Feld
F	Fluss
f	Frequenz
$f(\vec{q}, \omega)$	Atomformfaktor
$f_0(\vec{q})$	Atomformfaktor in Vorwärtsrichtung

f'	Korrekturterm für Atomformfaktor
f''	Korrekturterm für Atomformfaktor
$\vec{H}(\vec{r}, t)$	magnetische Feldstärke
I	Intensität
i	imaginäre Einheit
	Index
\vec{j}_0	Stromdichte
\vec{k}	Wellenvektor
l_l	longitudinale Kohärenzlänge
l_t	transversale Kohärenzlänge
L_1	Abstand zwischen Quelle und Probe
L_2	Abstand zwischen Probe und Detektor
\vec{M}	Magnetisierung
N	Anzahl der Undulatorperioden
	Anzahl der Beugungsbilder
n	Brechungsindex
O	Objektfunktion
\vec{p}	Impuls
P	Beleuchtungsfunktion
\vec{P}	Polarisation
\vec{q}	Streuvektor
R	Kugelradius
\vec{R}_j	Rasterpunkt im ptychographischen Scan
\vec{r}_D	Auftreffpunkt
\vec{r}_P	Punkt in der Probenebene
\vec{r}_Q	Punkt in der Quellebene
$S(\vec{q}, Z)$	Streifaktor
S	Halbwertsbreite der Quelle
t	Zeit
$T(\beta, \delta)$	Transmissionsfunktion
Z	Kernladungszahl eines Atoms
α_0	Einfallswinkel bezogen auf das Lot
α_1	Ausfallswinkel bezogen auf das Lot
β	Absorptionsindex
$\Delta\lambda$	spektrale Bandbreite
$\Delta\phi$	Phasenschub
Δr	Distanz
Δr_D	Pixelgröße des Detektors
Δz	projizierte Probendicke
δ	Brechungsindexdekrement
θ	Streuwinkel
λ	Wellenlänge

μ	linearer Absorptionskoeffizient
Ω	Raumwinkel
ω	Kreisfrequenz
$\psi(\vec{r}, t)$	Wellenfunktion
$\Psi(\vec{r}, t)$	Feldamplitude der Wellenfunktion
ψ	Transmissionsfunktion
ψ'	aktualisierte Transmissionsfunktion
$\tilde{\psi}$	Fouriertransformierte Transmissionsfunktion
$\tilde{\psi}'$	Transmissionsfunktion
Λ	Inklinationsfaktor
σ	Standardabweichung totaler Wirkungsquerschnitt
ρ	Dichte eines Elementes Elektronendichte im Atom
ρ_0	Ladungsträgerdichte der freien elektrischen Ladung
Abkürzung	Erklärung
AFL	adiabatisch fokussierende Röntgenlinse
CRL	zusammengesetzte refraktive Röntgenlinse
CXDI	coherent x-ray diffraction imaging
DESY	Deutsches Elektronen-Synchrotron
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility
FEL	Freie Elektronen LASER
FSC	fourier shell correlation
FWHM	Halbwertsbreite eines gaußschen Beugungsscheibchens
ID	Insertion Device
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation
NFL	nanofokussierende Röntgenlinse
NIST	National Institute for Standards and Technology
PETRA	Positronen-Elektron-Tandem-Ring-Anlage
QED	Quantenelektrodynamik
REM	Raster Elektronen Mikroskop
RLL	refraktive lamellare Linsen
SERS	Surface-enhanced Raman spectroscopy
SNR	Signal-zu-Rausch-Verhältnis
XANES	X-ray absorption near edge structure

Tabelle 8.2: Verwendete Formelzeichen und Abkürzungen

Abbildungsverzeichnis

2.1	elektromagnetische Welle	11
2.2	Skizze Beugungsintegral	12
2.3	schematische Darstellung der Comptonstreuung	14
2.4	Skizze Wirkungsquerschnitt	14
2.5	schematische Darstellung der Streuung am Atom	16
2.6	Streufaktoren und Formfaktoren	17
2.7	verschiedenen Anteile der Absorption für Gold als Funktion der Energie	21
2.8	schematische Darstellung der Beugung	22
2.9	schematische Darstellung eines Synchrotrons	23
2.10	schematische Darstellung eines Undulators	23
2.11	Strahlung von beschleunigten Ladungen	23
2.12	schematische Darstellung der Transmission durch die Probe	24
2.13	Röntgenlinsen	26
2.14	ptychographischer Scan	28
2.15	ptychographischer Algorithmus	29
2.16	Strukturfaktoren von Kugel und Zylinder im Vergleich	35
2.17	Darstellung der kohärenten Streuanteile einer Goldprobe	36
2.18	Schema SNR	41
2.19	Lichtmikroskopische Aufnahme der Knochenprobe	43
2.20	REM-Abbildung der Knochenprobe	44
2.21	REM-Abbildung sternförmigen Goldnanopartikel	44
2.22	NTT-Teststruktur	45
3.1	schematische Darstellung zur Modellierung der Luftstreuung	48
3.2	Simulation der Rayleighstreuung in Luft	49
3.3	Simulation der atomischen Comptonstreuung in Luft	49
3.4	schematische Darstellung der Streuung mit Lochblende	50
3.5	Strahlengang an der Lochblende	50
3.6	Simulation des Einflusses der Lochblende auf den Strahlenverlauf	51
3.7	schematische Darstellung der Streuung mit Absorber	52
3.8	Simulation der Streuung in Luft mit Absorber	52
3.9	Simulation für Streuung in Detektor	53
3.10	Simulation für Streuung im Detektor für verschiedene Energien	53

3.11	Messung der Streuung im Detektor bei $E = 24,3$ keV	54
3.12	Simulation für Streuung in Detektor und Luft	55
3.13	Simulation für verschiedene Absorbergrößen	57
4.1	Schema Strahlengang bei P06	60
4.2	Schema Mikroskop P06	60
4.3	Schema Flugrohr P06	61
4.4	Ergebnisse der Absorbermessung	64
4.5	Ergebnisse der Absorbermessung mit Flugrohr	65
4.6	schematischer Versuchsaufbau der Lochblendenmessung	66
4.7	Ergebnisse der Lochblendenmessung an P06	67
4.8	Schema der semitransparenten Strahlabsorber	68
4.9	Beugungsbild mit semitransparentem Strahlabsorber und Maske dazu	69
4.10	Rekonstruktion der Goldkugelprobe mit semitransparentem Absorber	70
4.11	semitransparenter gaußförmiger Molybdänabsorber	71
4.12	semitransparenter gaußförmiger Aluminiumabsorber	71
4.13	semitransparenter Absorber: Ptychographische Rekonstruktion	72
4.14	Streuvergleich der semitransparenten Aluminiumabsorber	73
5.1	Fluoreszenzübersicht der Knochenprobe	76
5.2	SNR Vergleich von Siemensstern, Goldsternprobe und Knochen	77
5.3	Rekonstruktion des Siemenssterns	78
5.4	SNR und Rekonstruierbarkeit	80
5.5	SNR Streubereich für die Goldsterne	82
5.6	Untergrund bei den Goldkugelmessungen	83
5.7	verschiedene Updatefunktionen	84
5.8	Untergrundkorrektur der Goldkugelrekonstruktion	86
5.9	Ptychographische Rekonstruktion der Knochenprobe	86
5.10	Auflösung von Scan 203	89

Tabellenverzeichnis

8.1	Verwendete Konstanten	95
8.2	Verwendete Formelzeichen und Abkürzungen	97

Literaturverzeichnis

- [ANM11] Jens Als-Nielsen and Des McMorrow. *Elements of Modern X-ray Physics ... Second Edition*. Wiley, 2011.
- [BARL⁺10] Silvia Barbosa, Amit Agrawal, Laura Rodríguez-Lorenzo, Isabel Pastoriza-Santos, Ramón A. Alvarez-Puebla, Andreas Kornowski, Horst Weller, and Luis M. Liz-Marzán. Tuning size and sensing properties in colloidal gold nanostars. *Langmuir*, 26(18):14943–14950, 2010. PMID: 20804155.
- [Bau14] Christoph Baumbach. *Entfaltung von Röntgenfluoreszenzbildern mittels Ptychographie*. PhD thesis, Universität Hamburg, Hamburg, 2014.
- [BFP⁺09] Pit Boye, Jan M Feldkamp, Jens Patommel, Andreas Schwab, Sandra Stephan, Robert Hoppe, Christian G Schroer, Manfred Burghammer, Christian Riekkel, Andre van der Hart, and Matthias Kuchler. Nanofocusing refractive x-ray lenses: Fabrication and modeling. *Journal of Physics: Conference Series*, 186(1):012063, 2009.
- [Boy09] Pit Boye. *Nanofocusing Refractive X-Ray Lenses*. PhD thesis, TU Dresden, Dresden, 2009.
- [BSG⁺11] Mike Beckers, Tobias Senkbeil, Thomas Gorniak, Michael Reese, Klaus Giewekemeyer, Sophie-Charlotte Gleber, Tim Salditt, and Axel Rosenhahn. Chemical contrast in soft x-ray ptychography. *Phys. Rev. Lett.*, 107:208101, Nov 2011.
- [Bur99] Arthur E. Burgess. The rose model, revisited. *J. Opt. Soc. Am. A*, 16(3):633–646, Mar 1999.
- [Com23] Arthur H. Compton. A quantum theory of the scattering of x-rays by light elements. *Phys. Rev.*, 21:483–502, May 1923.
- [DBD⁺12] Melissa A. Denecke, Manuela Borchert, Robert G. Denning, Wout de Nolf, Gerald Falkenberg, Susanne Hönig, Martina Klinkenberg, Kristina Kvashnina, Stefan Neumeier, Jens Patommel, Tobias Petersmann, Tim Pruessmann, Stephan Ritter, Christian G. Schroer, Sandra Stephan, Julie Villanova, Tonya Vitova, and Gerd Wellenreuther. Highly resolved synchrotron-based investigations related to nuclear waste disposal. In *MRS Proceedings*, volume 1444, pages mrs12-1444-y01-05, 2012.

- [DMT⁺10] Martin Dierolf, Andreas Menzel, Pierre Thibault, Philipp Schneider, Cameron M. Kewish, Roger Wepf, and Franz Bunk, Oliverand Pfeiffer. Ptychographic x-ray computed tomography at the nanoscale. *Nature*, 467(7314):436–439, 2010.
- [GACR12] Pierre Godard, Marc Allain, Virginie Chamard, and John Rodenburg. Noise models for low counting rate coherent diffraction imaging. *Opt. Express*, 20(23):25914–25934, Nov 2012.
- [Han86] A.L. Hanson. The calculation of scattering cross sections for polarized x-rays. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 243(2–3):583 – 598, 1986.
- [HBC⁺09] M.R. Howells, T. Beetz, H.N. Chapman, C. Cui, J.M. Holton, C.J. Jacobsen, J. Kirz, E. Lima, S. Marchesini, H. Miao, D. Sayre, D.A. Shapiro, J.C.H. Spence, and D. Starodub. An assessment of the resolution limitation due to radiation-damage in x-ray diffraction microscopy. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 170(1–3):4 – 12, 2009. Radiation Damage.
- [Hei54] W. Heitler. *The Quantum Theory of Radiation ... Second Edition*. [International Series of Monographs on Physics.]. London, 1954.
- [Hei13] Florian Heinsch. Untersuchungen zum Signal-Rausch-Verhältnis in der Ptychographie mit harter Röntgenstrahlung. Bachelorarbeit, TU dresden, 2013.
- [HH70] R. Hegerl and W. Hoppe. Dynamische theorie der kristallstrukturanalyse durch elektronenbeugung im inhomogenen primärstrahlwellenfeld. *Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie*, 74(11):1148–1154, 1970.
- [HHP⁺11a] Susanne Hönig, Robert Hoppe, Jens Patommel, Andreas Schropp, Sandra Stephan, Sebastian Schöder, Manfred Burghammer, and Christian G. Schroer. Full optical characterization of coherent x-ray nanobeams by ptychographic imaging. *Opt. Express*, 19(17):16325–16329, 2011.
- [HHP⁺11b] Susanne Hönig, Robert Hoppe, Jens Patommel, Andreas Schropp, Sandra Stephan, Sebastian Schöder, Manfred Burghammer, and Christian G. Schroer. Full optical characterization of coherent x-ray nanobeams by ptychographic imaging. *Virtual Journal for Biomedical Optics*, 6(9), 2011.
- [HM15] Martin James Humphry and Andrew Maiden. Improvements in phase retrieval from ptychography, October 2015.
- [Hopen] Robert Hoppe. *Ptychographieentwicklung*. PhD thesis, Universität Hamburg, Hamburg, zu veröffentlichen.
- [HR11] Dr. Stefan P. Hau-Riege. *High-Intensity X-Rays - Interaction with Matter: Processes in Plasmas, Clusters, Molecules, and Solids*. WILEY-VCH, 2011.
- [HRH⁺13] R. Hoppe, J. Reinhardt, G. Hofmann, J. Patommel, J.-D. Grunwaldt, C. D. Damsgaard, G. Wellenreuther, G. Falkenberg, and C. G. Schroer. High-resolution chemical imaging of gold nanoparticles using hard x-ray ptycho-

- graphy. *Applied Physics Letters*, 102(20):–, 2013.
- [Hub00] J.H. Hubbell. Summary of existing information on the incoherent scattering of photons, particularly on the validity of the use of the incoherent scattering function. *Radiation Physics and Chemistry*, 50(1):113–124, 1997-07-01T00:00:00.
- [Hö10a] Susanne Hönig. Einfluss der Beleuchtung auf die Rekonstruierbarkeit in der ptychographischen Bildgebung. Diplomarbeit, TU Dresden, 2010.
- [Hö10b] Wolfgang Hönig. Portierung einer Ptychographie-Anwendung auf das CUDA GPU-Modell. Großer beleg, TU Dresden, 2010.
- [KBB⁺09] P. Kraft, A. Bergamaschi, C. Bronnimann, R. Dinapoli, E. F. Eikenberry, H. Graafsma, B. Henrich, I. Johnson, M. Kobas, A. Mozzanica, C. M. Schlepütz, and B. Schmitt. Characterization and calibration of pilatus detectors. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 56(3):758–764, June 2009.
- [KBN⁺14] Adam Kubec, Stefan Braun, Sven Niese, Peter Krüger, Jens Patommel, Michael Hecker, Andreas Leson, and Christian G. Schroer. Ptychography with multilayer Laue lenses. *Journal of Synchrotron Radiation*, 21(5):1122–1127, Sep 2014.
- [KJH95] Janos Kirz, Chris Jacobsen, and Malcolm Howells. Soft x-ray microscopes and their biological applications. *Quarterly Reviews of Biophysics*, 28:33–130, 2 1995.
- [KN29] Oskar Klein and Yoshio Nishina. Über die streuung von strahlung durch freie elektronen nach der neuen relativistischen quantendynamik von dirac. *Zeitschrift für Physik*, 52(11-12):853–868, 1929.
- [Len01] B Lengeler. Coherence in x-ray physics. *Naturwissenschaften*, 88(6):249–260, 2001.
- [LSR⁺99] B. Lengeler, C. G. Schroer, M. Richwin, J. Tümmeler, M. Drakopoulos, A. Snigirev, and I. Snigireva. A microscope for hard x rays based on parabolic compound refractive lenses. *Applied Physics Letters*, 74(26), 1999.
- [MR09] Andrew M. Maiden and John M. Rodenburg. An improved ptychographical phase retrieval algorithm for diffractive imaging. *Ultramicroscopy*, 109(10):1256–1262, 2009.
- [Pat11] Jens Patommel. *Hard X-Ray Scanning Microscope Using Nanofocussing Parabolic Refractive Lenses*. PhD thesis, TU Dresden, Dresden, 2011.
- [PDB⁺02] F. Pfeiffer, C. David, M. Burghammer, C. Riekkel, and T. Salditt. Two-dimensional x-ray waveguides and point sources. *Science*, 297(5579):230–234, 2002.
- [PRC⁺11] C Ponchut, J M Rigal, J Clément, E Papillon, A Homs, and S Petitdemange. Maxipix, a fast readout photon-counting x-ray area detector for synchrotron applications. *Journal of Instrumentation*, 6(01):C01069, 2011.

- [RHC⁺07] J. M. Rodenburg, A. C. Hurst, A. G. Cullis, B. R. Dobson, F. Pfeiffer, O. Bunk, C. David, K. Jefimovs, and I. Johnson. Hard-x-ray lensless imaging of extended objects. *Phys. Rev. Lett.*, 98:034801, Jan 2007.
- [Ric13] Johannes Richter. Hochauflösende Röntgenmikroskopie Signal-Rausch-Verhältnis in der Ptychographie unter Nutzung von Beamstops. Bachelorarbeit, TU Dresden, 2013.
- [RLKB⁺11] Laura Rodriguez-Lorenzo, Zeljka Krpetic, Silvia Barbosa, Ramon A. Alvarez-Puebla, Luis M. Liz-Marzan, Ian A. Prior, and Mathias Brust. Intracellular mapping with sers-encoded gold nanostars. *Integr. Biol.*, 3:922–926, 2011.
- [Ros48] Albert Rose. The sensitivity performance of the human eye on an absolute scale. *J. Opt. Soc. Am.*, 38(2):196–208, Feb 1948.
- [SBF⁺08] C. G. Schroer, P. Boye, J. M. Feldkamp, J. Patommel, A. Schropp, A. Schwab, S. Stephan, M. Burghammer, S. Schöder, and C. Riekkel. Coherent x-ray diffraction imaging with nanofocused illumination. *Phys. Rev. Lett.*, 101:090801, Aug 2008.
- [SBF⁺10a] Christian G. Schroer, Pit Boye, Jan M. Feldkamp, Jens Patommel, Dirk Samberg, Andreas Schropp, Andreas Schwab, Sandra Stephan, Gerald Falkenberg, Gerd Wellenreuther, and Nadja Reimers. Hard X-ray nanoprobe at beamline P06 at PETRA III. *Nucl. Instrum. Meth. A*, 616(2-3):93–97, 2010.
- [SBF⁺10b] A. Schropp, P. Boye, J. M. Feldkamp, R. Hoppe, J. Patommel, D. Samberg, S. Stephan, K. Giewekemeyer, R. N. Wilke, T. Salditt, J. Gulden, A. P. Mancuso, I. A. Vartanyants, E. Weckert, S. Schöder, M. Burghammer, and C. G. Schroer. Hard x-ray nanobeam characterization by coherent diffraction microscopy. *Applied Physics Letters*, 96(9), 2010.
- [SBG⁺11a] A. Schropp, P. Boye, A. Goldschmidt, S. Hönig, R. Hoppe, J. Patommel, C. Rakete, D. Samberg, S. Stephan, S. Schöder, M. Burghammer, and C.G. Schroer. Non-destructive and quantitative imaging of a nano-structured microchip by ptychographic hard x-ray scanning microscopy. *Journal of Microscopy*, 241(1):9–12, 2011.
- [SBG⁺11b] Andreas Schropp, Pit Boye, Andy Goldschmidt, Susanne Hönig, Robert Hoppe, Jens Patommel, Christoph Rakete, Dirk Samberg, Sandra Stephan, Sebastian Schöder, Manfred Burghammer, and Christian G. Schroer. Non-destructive and quantitative imaging of a nano-structured microchip by ptychographic hard x-ray scanning microscopy. *J. Microscopy*, 241(1):9–12, 2011.
- [SBT04] Qun Shen, Ivan Bazarov, and Pierre Thibault. Diffractive imaging of nonperiodic materials with future coherent X-ray sources. *Journal of Synchrotron Radiation*, 11(5):432–438, Sep 2004.
- [Sch07] Christian Schroer. Röntgenmikroskopie. Vorlesung, Institut für Strukturphysik, Helmholtzstrasse 10, D-01069 Dresden, Germany, Wintersemester 2007.

- [Sch08] Andreas Schropp. *Experimental Coherent X-Ray Diffractive Imaging: Capabilities and Limitations of the Technique*. PhD thesis, Universität Hamburg, Hamburg, 2008.
- [SHG⁺11] Christian G. Schroer, Susanne Hönig, Andy Goldschmidt, Robert Hoppe, Jens Patommel, Dirk Samberg, Andreas Schropp, Frank Seiboth, Sandra Stephan, Sebastian Schöder, Manfred Burghammer, Melissa Denecke, Gerd Wellenreuther, and Gerald Falkenberg. Hard x-ray nano-beam characterization by ptychographic imaging. In Manuel Sanchez del Rio and Oleg Tchoubar, editors, *Advances in Computational Methods for X-Ray Optics II*, volume 8141, page 814103, 2011.
- [SHM⁺13] Andreas Schropp, Robert Hoppe, Vivienne Meier, Jens Patommel, Frank Seiboth, Hae Ja Lee, Bob Nagler, Eric C. Galtier, Brice Arnold, Ulf Zastra, Jerome B. Hastings, Daniel Nilsson, Fredrik Uhlén, Ulrich Vogt, Hans M. Hertz, and Christian G. Schroer. Full spatial characterization of a nanofocused x-ray free-electron laser beam by ptychographic imaging. *Scientific Reports*, 3, 2013.
- [SHP⁺12] A. Schropp, R. Hoppe, J. Patommel, D. Samberg, F. Seiboth, S. Stephan, G. Wellenreuther, G. Falkenberg, and C. G. Schroer. Hard x-ray scanning microscopy with coherent radiation: Beyond the resolution of conventional x-ray microscopes. *Applied Physics Letters*, 100(25):–, 2012.
- [SKFB08] T. Salditt, S. P. Krüger, C. Fuhse, and C. Bähitz. High-transmission planar x-ray waveguides. *Phys. Rev. Lett.*, 100:184801, May 2008.
- [SL05] C. G. Schroer and B. Lengeler. Focusing hard x rays to nanometer dimensions by adiabatically focusing lenses. *Phys. Rev. Lett.*, 94:054802, Feb 2005.
- [SRH⁺08] D. Starodub, P. Rez, G. Hembree, M. R. Howells, D. A. Shapiro, H. N. Chapman, P. Fromme, K. Schmidt, U. Weierstall, R. B. Doak, and J. C. H. Spence. Dose, exposure time and resolution in serial x-ray crystallography. *J. Synchrotron Rad.*, 15(1):62–73, 2008.
- [SS10] Andreas Schropp and Christian G. Schroer. Dose requirements for resolving a given feature in an object by coherent x-ray diffraction imaging. *New J. Phys.*, 12:035016, 2010.
- [SSB⁺11] Christian G. Schroer, Andreas Schropp, Pit Boye, Robert Hoppe, Jens Patommel, Susanne Hönig, Dirk Samberg, Sandra Stephan, Sebastian Schöder, Manfred Burghammer, Gerd Wellenreuther, and Gerald Falkenberg. Hard x-ray scanning microscopy with coherent diffraction contrast. In Ian McNulty, Catherine Eyberger, and Barry Lai, editors, *The 10th International Conference on X-Ray Microscopy*, volume 1365 of *AIP Conference Proceedings*, pages 227–230, Melville, New York, 2011. AIP.
- [SSP⁺14a] F. Seiboth, M. Scholz, J. Patommel, R. Hoppe, F. Wittwer, J. Reinhardt, J. Seidel, M. Knaut, A. Jahn, K. Richter, J. W. Bartha, G. Falkenberg, and C. G. Schroer. Hard x-ray nanofocusing by refractive lenses of constant thick-

- ness. *Applied Physics Letters*, 105(13), 2014.
- [SSP⁺14b] F. Seiboth, M. Scholz, J. Patommel, R. Hoppe, F. Wittwer, J. Reinhardt, J. Seidel, M. Knaut, A. Jahn, K. Richter, J. W. Bartha, G. Falkenberg, and C. G. Schroer. Hard x-ray nanofocusing by refractive lenses of constant thickness. *Applied Physics Letters*, 105(13):–, 2014.
- [Ste12] Sandra Stephan. *High-Resolution 3D Ptychography*. PhD thesis, TU Dresden, Dresden, 2012.
- [TDB⁺09] Pierre Thibault, Martin Dierolf, Oliver Bunk, Andreas Menzel, and Franz Pfeiffer. Probe retrieval in ptychographic coherent diffractive imaging. *Ultra-microscopy*, 109(4):338–343, 2009.
- [TDM⁺08] Pierre Thibault, Martin Dierolf, Andreas Menzel, Oliver Bunk, Christian David, and Franz Pfeiffer. High-resolution scanning x-ray diffraction microscopy. *Science*, 321(5887):379–382, 2008.
- [TR07] Pierre Thibault and Ivan C. Rankenburg. Optical diffraction microscopy in a teaching laboratory. *American Journal of Physics*, 75(9), 2007.
- [VCSGS14] J. Vila-Comamala, A. Sakdinawat, and M. Guizar-Sicairos. Characterization of x-ray phase vortices by ptychographic coherent diffractive imaging. *Opt. Lett.*, 39(18):5281–5284, Sep 2014.
- [vHS05] Marin van Heel and Michael Schatz. Fourier shell correlation threshold criteria. *Journal of Structural Biology*, 151(3):250 – 262, 2005.
- [WSSS93] J.H. Wang, R.P. Sagar, H. Schmider, and V.H. Smith. X-ray elastic and inelastic scattering factors for neutral atoms $z = 2-92$. *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 53(2):233 – 269, 1993.
- [WVS13] R. N. Wilke, M. Vassholz, and T. Salditt. Semi-transparent central stop in high-resolution x-ray ptychography using kirkpatrick–baez focusing. - *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography*, 69:490 – 497, 2013.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen Menschen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, danken.

Meinem Betreuer Professor Schroer danke ich für die Unterstützung und den vielen fachlichen Input in den letzten Jahren.

Professor Salditt danke ich für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Meinen Zimmergenossen Sandra und Frank danke ich für das angenehme Miteinander, die Diskussionen und die Hilfestellungen wenn ich doch einmal nicht weiter kam.

Den Teams von den Strahlrohren P06 von dem DESY und ID13 an der ESRF danke ich für die Hilfestellungen bei zahlreichen Meßzeiten.

Meiner Arbeitsgruppe, namentlich Dr. Christoph Baumbach, Constantin Bernert, Robert Hoppe, Maik Kahnt, Dr. Jens Patommel, Juliane Reinhardt, Stephan Ritter, Dirk Samberg, Maria Scholz, Dr. Andreas Schropp, Dr. Andreas Schwab, Dr. Frank Seiboth, Dr. Sandra Stephan und Felix Wittwer danke ich für die Diskussionen, die Hilfestellungen und die schöne Zeit.

Für organisatorische und moralische Unterstützung danke ich unseren Sekretärinnen Mirjam Kalusa und Cornelia Junker.

Außerdem geht ein besonderer Dank an Professor Skrotzki, Dr. Oertel und Frau Junker für den Beistand in der letzten Phase der Doktorarbeit.

Meiner Familie und vor allem meinem Mann Tobias danke ich für die Unterstützung während der Arbeit und beim Ablenken davon.

Eidesstattliche Versicherung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Dissertationsschrift selbst verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Alle wörtlich oder inhaltlich übernommenen Stellen habe ich als solche gekennzeichnet.

(Susanne Klare)

Dresden der 28. Juni 2016