Friedrich-Alexander-Universität
Naturwissenschaftliche Fakultät

Bachelorarbeit

aus der Physik

Analyse der Ausrichtung und Strukturgröße eingebetteter Materialverstärkungspartikel mittels Dunkelfeld-Bildgebung

Jonas Forster

Betreuer: Prof. Dr. Stefan Funk
Erlangen Centre for Astroparticle Physics
Lehrstuhl für Physik

Abgabedatum: 5. Oktober 2026

Hinweis zur Veröffentlichungsversion

Die vorliegende Bachelorarbeit entstand in Kooperation mit einem Unternehmen unter Beschluss einer Vertraulichkeitsvereinbarung. Aus diesem Grund wurden in dieser Veröffentlichungsversion im Vergleich zur abgegebenen Originalfassung einzelne Passagen umformuliert oder geschwärzt, um den Schutz vertraulicher Daten zu gewährleisten.

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung **1**

2 Theoretische Grundlagen **3**

2.1 Elektrodynamische Beschreibung von Licht 3

2.2 Wechselwirkung elektromagnetischer Strahlung mit Materie 4

2.3 Röntgenstrahlung 6

2.3.1 Künstliche Erzeugung von Röntgenstrahlung 7

2.3.2 Filterung von Röntgenstrahlung 8

2.4 Grundlagen der Talbot-Lau-Interferometrie 9

2.4.1 Talbot-Effekt 9

2.4.2 Lau-Effekt 11

2.4.3 Talbot-Lau-Interferometer 12

2.4.4 Bildrekonstruktion mittels Phase-Stepping 13

2.5 Bildmodalitäten 14

2.5.1 Transmissionsbild 14

2.5.2 Differentielles Phasenbild 16

2.5.3 Dunkelfeldbild 17

2.6 Winkelabhängigkeit des Dunkelfeldsignals 18

2.7 Korrelationslängenabhängigkeit des Dunkelfeldsignals 19

2.8 Strahlaufhärtungskorrektur des Dunkelfeldsignals 20

3 Experimenteller Aufbau und Methoden **23**

3.1 Scanner-Aufbau 23

3.2 Datenaufnahme und Bildrekonstruktion 25

4 Untersuchte Proben **29**

5 Winkelabhängigkeit des Dunkelfeldsignals der Proben **35**

5.1 Aufbau und Methoden 35

5.2 Messergebnisse und Diskussion 37

5.2.1 Durch den Aufbau verursachte Probleme 37

5.2.2 Fehlerbetrachtung 39

5.2.3 Ergebnisse für die einzelnen Proben 41
5.2.4 Diskussion der Ergebnisse 44

6 Bestimmung der Korrelationslängen des Aufbaus 51

7 Durchführung der Strahlaufhärtungskorrektur 55

8 Strukturgrößenbestimmung mit energieintegrierendem ShadoScan-Detektor 59

8.1 Aufbau und Methoden 59
8.2 Allgemeine Ergebnisse 60
8.2.1 Qualität der Aufnahmen mit Interferometer A 60
8.2.2 Effekte der Gitterübergänge 63
8.3 Ergebnisse für die einzelnen Proben 65
8.4 Diskussion der Ergebnisse 67

9 Strukturgrößenbestimmung mit energieauflösendem Timepix-Detektor 71

9.1 Aufbau und Methoden 71
9.2 Messergebnisse und Diskussion 71

10 Zusammenfassung und Ausblick 77

Literaturverzeichnis 81

1 Einleitung

Seit ihrer Entdeckung im Jahr 1895 durch Wilhelm Conrad Röntgen [Mai+18, S. 121] hat sich Röntgenstrahlung als Bildgebungsmethode in zahlreichen Einsatzmöglichkeiten in der Medizin, Industrie und Forschung etabliert. Besonders für die zerstörungsfreie Prüfung eignet sich Röntgenbildgebung, da dadurch das Innere von Bauteilen und Werkstoffen untersucht werden kann, ohne das Prüfobjekt zu beschädigen. Mithilfe der hohen Penetrationsfähigkeit der Strahlung lassen sich beispielsweise interne Defekte wie Risse, Poren oder Inhomogenitäten in metallischen Objekten detektieren [MHR25].

Allerdings stößt die klassische Röntgenbildgebung in der Praxis auch an Grenzen, nämlich insbesondere dann, wenn sich die zu untersuchenden Strukturen gar nicht oder nur geringfügig in ihren Absorptionseigenschaften unterscheiden oder ihre räumlichen Abmessungen unter der vom Detektor auflösbaren Größe liegen. Dies ist besonders bei der Untersuchung von biologischem Gewebe, Polymeren oder Faserverbundwerkstoffen problematisch. Um diese Limitierungen zu überwinden, wurde in den letzten Jahrzehnten die sogenannte Phasenkontrastbildgebung entwickelt. Diese liefert neben dem Absorptionsbild, das Informationen über die durch die Probe bedingte Abschwächung der Röntgenstrahlung beinhaltet, noch Aufschluss über die verursachte Phasenverschiebung und Kleinwinkelstreuung an Mikrostrukturen in der Probe [Pfe+06]. Die durch Letztere erhaltene Bildmodalität wird als Dunkelfeldbild bezeichnet.

Eine Möglichkeit, die Phasenkontrastbildgebung mit einer konventionellen Röntgenquelle und einem konventionellen Detektor zu ermöglichen, bietet das in dieser Arbeit verwendete gitterbasierte Talbot-Lau-Interferometer in Kombination mit einem phase-stepping-ähnlichen Scannerverfahren [Sei+19]. Aufgrund der Entstehungsweise des Dunkelfeldbilds bieten sich durch die Analyse des zugrunde liegenden Dunkelfeldsignals neue Möglichkeiten, die Mikrostruktur der Streukörper zu charakterisieren. Zum einen ist der Aufbau nur sensitiv auf Streuung senkrecht zu den Gitterstegen, weshalb durch Untersuchung des winkelabhängigen Dunkelfeldsignals die Ausrichtung der Mikrostrukturen bestimmt werden kann [Jen+10a]. Zum anderen hängt die Stärke des Dunkelfeldsignals von der durch den Aufbau bestimmten Korrelationslänge in Kombination mit der Geometrie der Streukörper ab, was Rückschlüsse auf die Strukturgröße dieser erlaubt [Str+16].

In dieser Arbeit werden die speziellen Eigenschaften des Dunkelfeldsignals genutzt, um die Ausrichtung und Strukturgröße verschiedener eingebetteter Verstärkungspartikel zu untersuchen. Dazu wird mittels richtungsabhängiger Dunkelfeldbildgebung zunächst die Winkelabhängigkeit des Dunkelfeldsignals verschiedener von einem exterenen Unternehmen zur Verfügung gestellter Proben untersucht, um deren bevorzugte Orientierung und Ordnungsgrad zu bestimmen. Anschließend werden die verschiedenen mit dem Aufbau erreichbaren Korrelationslängen gemessen sowie das von den untersuchten Proben verursachte Strahlaufhärtungsdunkelfeldsignal, um die gemessenen Dunkelfeldwerte entsprechend zu korrigieren. Zuletzt werden zwei unterschiedliche Methoden angewendet, um die Strukturgröße der Verstärkungspartikel in den Proben anhand ihrer Dunkelfeldsignale bei verschiedenen Korrelationslängen zu bestimmen.

2 Theoretische Grundlagen

Zunächst sollen in diesem Kapitel die Grundlagen für die physikalische Beschreibung von elektromagnetischer Strahlung und deren Wechselwirkung mit Materie beschrieben werden. Anschließend werden die zur Bildgebung in dieser Arbeit verwendeten physikalischen Effekte und das Funktionsprinzip eines Talbot-Lau-Interferometers erläutert.

2.1 Elektrodynamische Beschreibung von Licht

Allgemein kann die Ausbreitung von Licht beispielsweise nach Attwood [AS17, S.28] durch die Maxwellgleichungen beschrieben werden:

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho \tag{1}$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0 \tag{2}$$

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \tag{3}$$

$$\nabla \times \vec{H} = \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} + \vec{J}. \tag{4}$$

Hierbei sind $\vec{E}$ die elektrische Feldstärke, $\vec{H}$ die magnetische Feldstärke, $\vec{D}$ die elektrische und $\vec{B}$ die magnetische Flussdichte sowie $\vec{J}$ die Stromdichte und die Ladungsdichte ρ. Für den Spezialfall, dass sich die beschriebenen Felder im Vakuum befinden, gilt [AS17, S. 8]:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} \tag{5}$$

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H}, \tag{6}$$

wobei ρ und $\vec{J}$ selbstkonsistent beschrieben werden müssen, da die Ladungen die Felder und die Felder die Ladungen beeinflussen. Hierbei sind ϵ_0 die Dielektrizitätskonstante und μ_0 die magnetische Permeabilität.

Aus den eben genannten Maxwellgleichungen lässt sich durch Nutzen der Vektor-Identität:

$$\nabla \times \nabla \times \vec{A} = \nabla(\nabla \cdot \vec{A}) - \Delta \vec{A}, \tag{7}$$

die allgemeine Wellengleichung für elektromagnetische Wellen herleiten [AS17, S.28 f.]:

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial t^2} - c^2\Delta\right)\vec{E}(\vec{r},t) = -\frac{1}{\epsilon_0}\left(\frac{\partial \vec{J}(\vec{r},t)}{\partial t} + c^2\nabla\rho(\vec{r},t)\right), \tag{8}$$

wobei $c := \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0\mu_0}}$ die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum bezeichnet. Die Lichtgeschwindigkeit c' in einem Medium lässt sich nach Nolting [Nol13, S. 275 f.] gemäß

$$c' = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r\mu_r}} = \frac{c}{\Re(n)} \tag{9}$$

berechnen, mit der relativen Permittivität ϵ_r, der relativen Permeabilität μ_r und dem komplexen Brechungsindex n. Hierbei kann letzterer gemäß Attwood [AS17, S. 66] geschrieben werden als:

$$n = 1 - \delta + i\beta, \tag{10}$$

mit den materialabhängigen Koeffizienten δ und β. Diese nehmen im Allgemeinen Werte deutlich kleiner eins an wobei δ in der Regel größer ist als β.

Die Lösungen der Wellengleichung, Gleichung 8, sind dann beispielsweise gegeben durch ebene Wellen [AS17, S.66 f.]:

$$\vec{E}(\vec{r},t) = \vec{E}_0 \cdot \exp\Big(i(\vec{k}\cdot\vec{r} - \omega t)\Big) \tag{11}$$

mit der Frequenz ω dem Wellenvektor $\vec{k}$ und der komplexen Dispersionsrelation:

$$\frac{\omega}{k} = \frac{c}{n} = \frac{c}{1-\delta+i\beta} \tag{12}$$

$$\Leftrightarrow k = \frac{\omega}{c}(1-\delta+i\beta). \tag{13}$$

Einsetzen der Dispersionsrelation in Gleichung 11 in Ausbreitungsrichtung, definiert durch $\vec{k}\cdot\vec{r} = kr$, liefert:

$$\vec{E}(\vec{r},t) = \underbrace{\vec{E}_0 e^{i\omega(\frac{r}{c}-t)}}_{\text{Vakuumausbreitung}} \cdot \underbrace{e^{-i\frac{\omega}{c}\delta r}}_{\text{Phasenverschiebung}} \cdot \underbrace{e^{-\frac{\omega}{c}\beta r}}_{\text{Absorption}}. \tag{14}$$

Der komplexe Berechnungsindex bewirkt also sowohl eine Abschwächung der Welle, bestimmt durch β, als auch eine Phasenverschiebung, bestimmt durch δ. Besonders diese Phasenverschiebung ist in der differentiellen Phasenbildgebung interessant und kann neben der Absorptionseigenschaft zusätzliche Informationen über den inneren Aufbau von Materie liefern.

2.2 Wechselwirkung elektromagnetischer Strahlung mit Materie

Wenn Photonen auf jegliche Art von Materie treffen, wechselwirken sie mit dieser auf verschiedene Arten und werden dadurch abgeschwächt. Die Intensität erhalten durch Quadrieren des elektrischen Feldes folgt dabei dem Absorptionsgesetz oder Lambert-Beerschen Gesetz [BWW07, S. 129]

$$I(x) = I_0 e^{-\mu x} \tag{15}$$

Wobei $I(x)$ die Intensität der Photonen nach einer im Absorber zurückgelegten Distanz x darstellt. I_0 ist die anfängliche Intensität der Strahlung und $\mu = n_\mathrm{T}\sigma$ ist der material- und energieabhängige Massenabschwächungskoeffizient (n_T entspricht der Teilchendichte pro Volumen und σ ist der Wirkungsquerschnitt). Durch Vergleich des Absorptionsgesetzes mit dem aus $|E(x)|^2$ erhaltenen Ausdruck:

$$I(x) = |E(x)|^2 = I_0 \cdot \exp\Big(-2\frac{\omega}{c}\beta x\Big), \tag{16}$$

erhält man folgenden Zusammenhang zwischen μ und β [Pag06, S. 74]:

$$\mu = 2\beta\frac{\omega}{c}. \tag{17}$$

Im Wesentlichen findet diese Abschwächung aufgrund von drei unabhängigen Wechselwirkungsprozessen statt, die für verschiedene Photonenenergien unterschiedliche Rollen spielen. Bei niedrigen Energien (bis ca. 100 keV für Eisen) ist der Energieverlust durch den **Photoeffekt** dominant [BWW07, S.129]. Bei diesem Prozess überträgt das Photon seine gesamte Energie

auf ein Hüllenelektron eines Absorberatoms und wird vollständig absorbiert. Das Elektron trägt anschließend die Energie

$$E_{\mathrm{kin,e^-}} = E_\gamma - E_\mathrm{B}(\mathrm{e}_j) \tag{18}$$

wobei $E_\mathrm{B}(\mathrm{e}_j)$ die Bindungsenergie des Elektrons in der $j = K, L, M, ...$ Schale der Atomhülle bezeichnet. Der Wirkungsquerschnitt, der diesen Prozess beschreibt, hängt wie folgt mit der Photonenergie und der Kernladungszahl des Absorberatoms Z zusammen [BWW07, S. 129 f.]:

$$\sigma_\mathrm{photo} \propto \frac{Z^5}{E_\gamma^{3.5}}. \tag{19}$$

Der zweite Effekt, der bei mittleren Photonenergien ($E_\gamma > 100\,\mathrm{keV}$ für Eisen) dominant ist, ist der sogenannte **Comptoneffekt** [BWW07, S. 130 ff.]. Dieser Prozess beschreibt die Streuung von Photonen mit Kernelektronen (s. Abbildung 1). Diese Näherung des elastischen Stoßes ist gerechtfertigt, wenn die Photonenenergie wesentlich größer ist als die Bindungsenergie der Elektronen. Aus der Erhaltung der Viererimpulse des Photons $q^\mu = (E_\gamma, \vec{p_\gamma})$ und des Elektrons $p^\mu = (E_\mathrm{e}, \vec{p}_\mathrm{e})$, lässt sich eine Formel für die Energie des gestreuten Photons E_γ herleiten (Herleitung s. beispielsweise in [BWW07, S. 130 ff.])

$$E'_\gamma = \frac{E_\gamma}{1 + \frac{E_\gamma}{m_\mathrm{e}}(1 - \cos\theta)} \tag{20}$$

wobei θ der Streuwinkel ist und m_e die Elektronenmasse. Für die Wellenlängenänderung des Photons nach diesem Prozess folgt schließlich

$$\Delta\lambda = \lambda' - \lambda = \frac{1 - \cos\theta}{m_\mathrm{e}} \overset{\text{(SI)}}{=} \frac{h}{m_\mathrm{e}c}(1 - \cos\theta) = \lambda_\mathrm{c}(1 - \cos\theta). \tag{21}$$

mit der Comptonwellenlänge $\lambda_\mathrm{c} = \frac{h}{m_e c} = 2.43 \times 10^{-12}\,\mathrm{m}$. Der Wirkungsquerschnitt des Comptoneffekts skaliert wie folgt [BWW07, S. 130ff.]:

$$\sigma_\mathrm{compton} \propto Z \cdot \frac{\ln E_\gamma}{E_\gamma}. \tag{22}$$

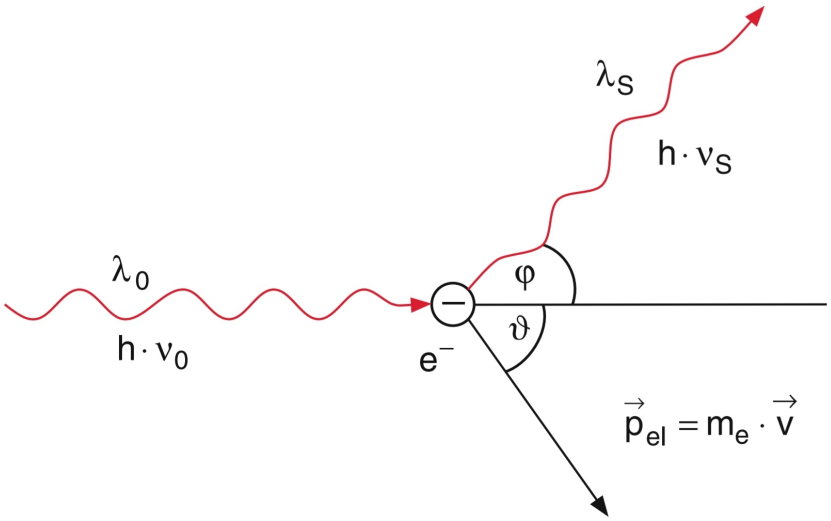


Abbildung 1: Visualisierung des Compton-Streuprozesses mit einfallendem Photon links und gestreutem Photon und Elektron rechts. Die Wellenlänge vor dem Stoß ist hier mit λ_0 und nach dem Stoß mit λ_S bezeichnet, sowie der Streuwinkel mit φ. Entnommen aus [Dem16, S. 81].

Der letzte Prozess, der zur Abschwächung für hohe Photonenergien beiträgt, ist die **Paarproduktion**, die auftritt, wenn im elektromagnetischen Feld um den Atomkern die durch das Photon eingebrachte Energie groß genug ist, um nach $E = mc^2$ ein Teilchen-Antiteilchen-Paar zu erzeugen: $\gamma + X \to e^- + e^+ + X$. Der Wirkungsquerschnitt dieses Prozesses skaliert mit

$$\sigma_{\text{pair}} \propto Z^2 \ln E_\gamma. \tag{23}$$

Die Mindestenergie, die ein Photon benötigt, um diesen Prozess auszulösen, ist genau die zweifache Ruhemasse des Elektrons: $E_\gamma \geq 1022\,\text{keV}$ [BWW07, S.132f.]. Für den Fall von Röntgenstrahlung werden diese Photonenenergien jedoch nicht erreicht, weshalb dieser Wechselwirkungsprozess nicht stattfindet.

Insgesamt ist ein typischer Energieverlauf des Massenabschwächungskoeffizienten bzw. Absorptionskoeffizienten in Abbildung 2 dargestellt.

2.3 Röntgenstrahlung

Für die in dieser Arbeit durchgeführte Bildgebung wird Röntgenstrahlung verwendet. Dieser Begriff bezeichnet elektromagnetische Strahlung, die sich durch den im Folgenden beschriebenen Entstehnungsprozess auszeichnet. Die Strahlung liegt in der Regel ungefähr im Wellenlängenbereich von 0.01 nm bis 10 nm bzw. Photonenenergien von ca. 100 keV bis 100 eV [Mai+18, S. 120].

Röntgenstrahlen werden heutzutage vielseitig eingesetzt, beispielsweise in der medizinischen Bildgebung oder in der Industrie für die zerstörungsfreie Prüfung in Metallteilen [Mai+18,

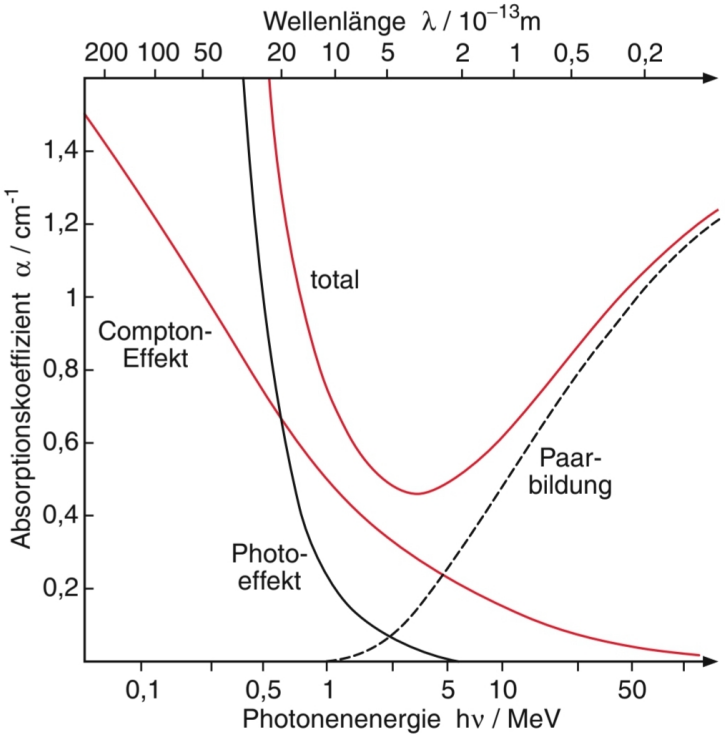


Abbildung 2: Energieabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten und Beiträge der einzelnen Wechselwirkungsprozesse für Blei. Entnommen aus [Dem16, S. 237].

S. 121]. Auch in dieser Arbeit wird diese Art von Strahlung genutzt, um die Beschaffenheit verschiedener metallischer Proben zu untersuchen.

2.3.1 Künstliche Erzeugung von Röntgenstrahlung

Um Röntgenstrahlung zu erzeugen, wird meist eine sogenannte Röntgenröhre (schematisch dargestellt in Abbildung 3) verwendet. Dabei werden aus einer Kathode durch Anlegen einer Heizspannung U_H Elektronen ausgelöst, die durch eine weitere angelegte Spannung U auf eine Anode beschleunigt werden. Beim Auftreffen auf die Anode wird ihre Energie teilweise in Röntgenstrahlung umgewandelt. Dies geschieht durch zwei unterschiedliche Prozesse [Dem16, S. 233].

Bremsstrahlung entsteht, wenn die beschleunigten Elektronen in den Coulombfeldern der Anodenkerne abgelenkt werden (s. Abbildung 4). Die genaue Bahnform und damit der Energieverlust $E_\mathrm{vor} = E_\mathrm{nach} + E_\gamma$ der Elektronen hängen dabei von der Anfangsenergie des Elektrons sowie der Ladung des Atomkerns $Z \cdot e$ und dem Stoßparameter b ab. Je kleiner der Stoßparameter ist, desto größer ist der Energieverlust des Elektrons und damit die Energie des Röntgenphotons. Da der Stoßparameter bei jedem Stoß unterschiedliche Werte annimmt, führt dieser Prozess zu einer kontinuierlichen Emission von Strahlung [Kri23, S. 100].

Die zweite Art von Röntgenstrahlung, die in der Anode entsteht, ist die sogenannte **charakteristische Strahlung**. Diese entsteht durch Stöße der Elektronen mit einzelnen Hüllenelektronen

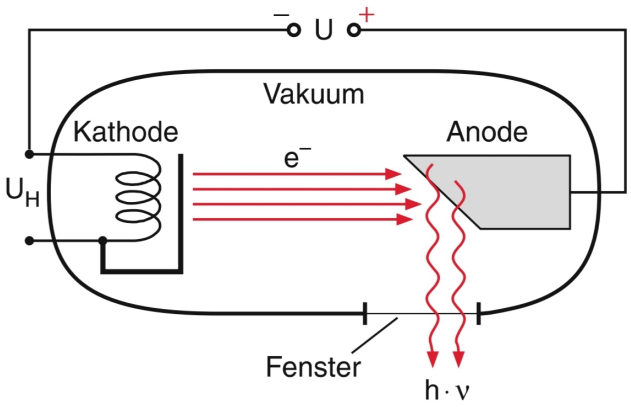


Abbildung 3: Schematischer Aufbau einer Röntgenröhre. Elektronen werden durch anlegen einer Heizspannung aus der Kathode ausgelöst und auf die Anode beschleunigt, wo sie beim Auftreffen Bremsstrahlung sowie charakteristische Strahlung erzeugen. Entnommen aus [Dem16, S. 234]

in der Anode. Durch diesen Stoß kann dabei so viel Energie übertragen werden, dass die Bindungsenergie des Hüllenelektrons überschritten wird und das jeweilige Atom ionisiert wird. Die dadurch entstehende Leerstelle in der Elektronenhülle wird dann von äußeren Hüllenelektronen wieder aufgefüllt, die beim Übergang Röntgenstrahlung aussenden, die exakt der Energiedifferenz der zwei beteiligten Atomschalen entspricht (s. Abbildung 5). Da beim Fehlen eines inneren Hüllenelektrons meist mehrere Übergänge möglich sind, nennt man diese Reihe an Übergängen Serien, die nach der Schale, in der sich die Leerstelle befindet, benannt werden (bspw. "K-Serie") [Kri23, S. 110 ff.].

Im Spektrum einer Röntgenquelle überlagern sich daher ein kontinuierlicher und ein diskreter Teil, wie in Abbildung 6 beispielhaft für eine Wolframanode dargestellt. Der genaue Verlauf des Spektrums hängt vom Anodenmaterial und der angelegten Spannung ab [Kri23, S. 98].

2.3.2 Filterung von Röntgenstrahlung

Um Röntgenstrahlung für verschiedene Bildgebungsverfahren zu nutzen, ist häufig eine Anpassung des Spektrums an das zu untersuchende Material notwendig. Wenn sich zwei Probenmaterialien nur geringfügig bezüglich des Schwächungskoeffizienten unterscheiden, ist es zweckmäßig, Röntgenstrahlung mit niedrigeren Schwerpunktsenergien zu wählen, damit geringe Dichteunterschiede im Material dennoch durch die unterschiedlichen Ordnungszahlen in der Probe unterschieden werden können. Im Gegensatz dazu ist es für Objekte mit hohen Schwächungskoeffizienten vorteilhaft, ein Spektrum mit einer höheren Schwerpunktsenergie zu verwenden, um eine vollständige Absorption sowie die im Folgenden beschriebene Strahlaufhärtung zu vermeiden. Da der Comptoneffekt, dessen Bedeutung mit zunehmender Strahlungsenergie zunimmt, gemäß Gleichung 22 eine geringere Z-Abhängigkeit als der Photoeffekt besitzt, wird der Objektkontrast gedämpft, wodurch eine Übersteuerung des Detektors bei großen Unterschieden im Schwächungskoeffizienten verhindert wird [Kri23, S. 113].

Erreicht werden kann eine Veränderung des Spektrums neben der Variation der Beschleuni-

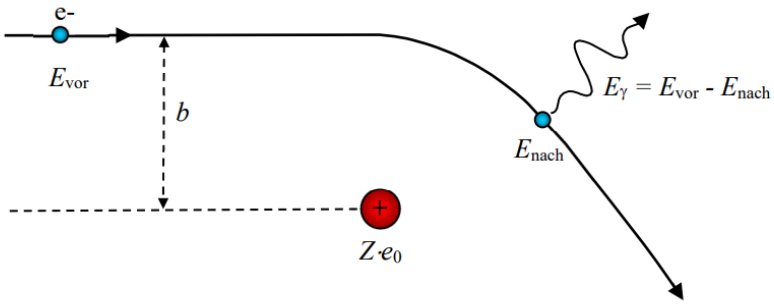


Abbildung 4: Schematische Darstellung der Bremsstrahlverluste bei der Ablenkung von Elektronen im Coulombfeld eines Atomkerns in der Anode. Das entstehende Photon trägt die Energie $E_\gamma = E_{vor} - E_{nach}$, wobei E_{vor} bzw. E_{nach} für die Energie des Elektrons vor bzw. nach der Ablenkung steht. Entnommen aus [Kri23, S. 100].

gungsspannung durch das Einbringen von verschiedenen Filtermaterialien in den Strahlengang. Da, wie bereits in Unterkapitel 2.2 gezeigt, der Schwächungskoeffizient bei niedrigeren Photonenenergien zunimmt, wird dadurch der Schwerpunkt des Spektrums zu höheren Photonenenergien verschoben. Dabei enthält das endgültige Spektrum jedoch nicht mehr Photonen mit höheren Energien als zuvor, sondern lediglich weniger Photonen mit niedrigeren Energien. Dieser Vorgang wird als **Strahlaufhärtung** bezeichnet [Kri23, S. 113 ff.].

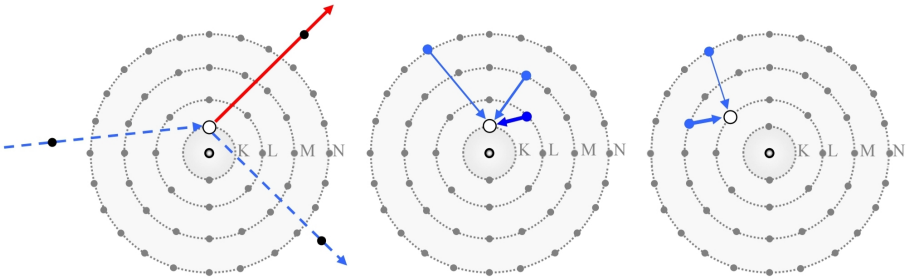
In der Praxis wird dies zum einen gezielt genutzt, um das Spektrum zu verändern und um beispielsweise in der medizinischen Anwendung an lebenden Patienten und Patientinnen den niederenergetischen Teil des Spektrums, der durch seine hohe Energiedeposition im Gewebe Schaden anrichten kann, zu entfernen. Zum anderen tritt die Aufhärtung auch nach stark absorbierenden Proben auf und muss daher gegebenenfalls bei der Interpretation des Spektrums nach dem Probendurchgang der Strahlung berücksichtigt werden [Kri23, S. 113 ff.].

2.4 Grundlagen der Talbot-Lau-Interferometrie

In dieser Arbeit wird zur Bildgebung mittels Röntgenstrahlung ein sogenanntes Talbot-Lau-Interferometer verwendet, dessen Aufbau sowie dessen zugrunde liegenden physikalischen Effekte im folgenden Kapitel erläutert werden sollen.

2.4.1 Talbot-Effekt

Der Talbot-Effekt wurde erstmals im Jahr 1836 von William Henry Fox Talbot entdeckt und später nach ihm benannt. In seinem Experiment platzierte er in einer Dunkelkammer mit einem schmalen Lichteinlass für Sonnenlicht, in einigem Abstand vom Strahlungseinlass, ein Gitter. Bei einer anschließenden Beobachtung des durch das Gitter treffenden Lichts durch eine Vergrößerungslinse entdeckte er ein Selbstabbild des Gittermusters, dessen Farben sich mit variierendem Beobachtungsabstand änderten. Er beobachtete, dass dieses Muster bei



(a) (b) (c)

Abbildung 5: Schematische Darstellung des Ionisationsprozesses, der zum Aussenden der charakteristischen Strahlung führt. Ein Hüllenelektron wird in einer inneren Schale herausgeschlagen (a) und die dadurch entstehende Leerstelle in der K-Schale kann von mehreren äußeren Elektronen aufgefüllt werden (b), weshalb diese Übergänge Teil der K-Serie sind. In (c) sind Übergänge in die L-Schale als Teil der L-Serie dargestellt. Entnommen aus [Kri23, S. 110].

einem hinreichend kleinen Durchmesser des Lichtbündels bis in große Abstände von bis zu zwei Fuß sichtbar ist [Tal36].

Eine theoretische Beschreibung des Talbot-Effekts erbrachte Lord Rayleigh [Ray81] im Jahr 1881. Er fand, dass die Abstände, in denen die Selbstabbilder des Gitters hinter dem Gitter auftreten, ganzzahlige Vielfache des sogenannten Talbot-Abstands d_T sind. Dieser Talbot-Abstand hängt über folgenden Zusammenhang von der Wellenlänge λ und der Gitterperiode p ab:

$$d_\mathrm{T} = \frac{\lambda}{1 - \sqrt{1 - \frac{\lambda^2}{p^2}}}. \tag{24}$$

Wobei für $\lambda \ll p$, was für die in dieser Arbeit verwendete Strahlung und Gitter erfüllt ist, die Näherung

$$d_\mathrm{T} = \frac{2p^2}{\lambda}, \tag{25}$$

gilt.

Neben den ganzzahligen Vielfachen des Talbot-Abstands, oft auch Talbot-Abstände genannt, existieren noch weitere sogenannte fraktionale Talbot-Abstände zwischen den eigentlichen Talbot-Abständen, bei denen eine in Intensität oder Phase veränderte Version des Selbstabbilds auftritt. Beispielsweise tritt in einem Abstand von $d_\mathrm{T}/2 = p^2/\lambda$ ein um $p/2$ senkrecht zum Gitter und zur Propagationsrichtung verschobenes Selbstabbild des Gitters mit gleicher Intensität auf [Clo+97].

Analog zum bisher behandelten Absorptionsgitter kann auch ein π- beziehungsweise $\pi/2$-phasenverschiebendes Gitter für den Nachweis des Talbot-Effekts verwendet werden. Dieses Gitter verschiebt die Phase des auftreffenden Lichts um π- beziehungsweise $\pi/2$. Die Formel für den fraktionalen Talbot-Abstand k-ter Ordnung (also des k-ten Selbstabbilds des Gitters)

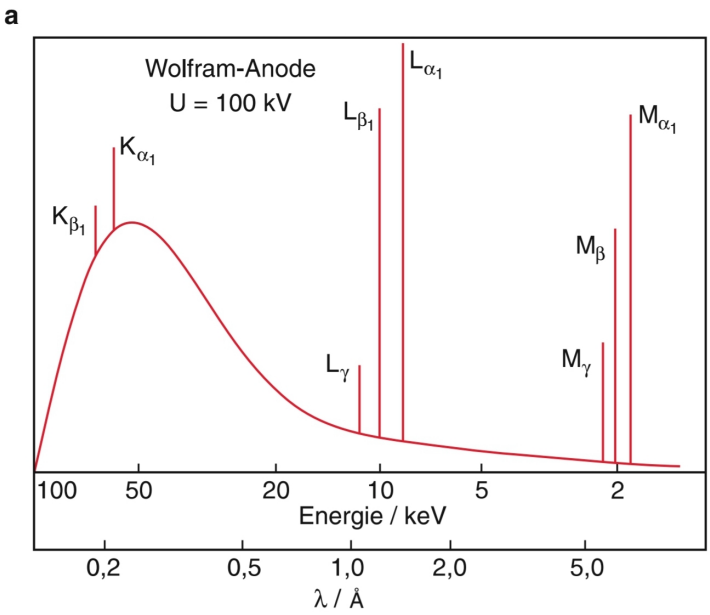


Abbildung 6: Röntgenspektrum einer Wolframanode bei einer Beschleunigungsspannung von 100 kV. Der kontinuierliche Teil des Spektrums entstammt der Bremsstrahlung und die diskreten Linien der charakteristischen Strahlung. Die Buchstaben an den Linien stehen für die jeweilige Serie des Übergangs. Man beachte die logarithmische gedrehte Energieachse in dieser Darstellung. Entnommen aus [Dem16, S. 235].

ist gegeben durch [YWL15]:

$$d_{\mathrm{fT},k} = \frac{(2k-1)p^2}{2\lambda\eta^2}, \tag{26}$$

wobei $\eta = 2$ für ein π-phasenverschiebendes und $\eta = 1$ für ein $\pi/2$-phasenverschiebendes Gitter gilt.

2.4.2 Lau-Effekt

Damit der Talbot-Effekt auftreten kann, muss das auf das Gitter auftreffende Licht von ausreichender Kohärenz sein. Da dies jedoch bei konventionellen Röntgenröhren aufgrund des großen Brennflecks nicht der Fall ist, wird sich der sogenannte Lau-Effekt zunutze gemacht. Dieser Effekt wurde erstmals von Ernst Lau im Jahr 1948 entdeckt. In seinem Experiment stellte er zwei Gitter (G0 und G1) hintereinander und bestrahlte diese mit polychromatischem Licht und beobachtete, dass in bestimmten Abständen hinter den Gittern Intensitätsmuster entstehen, die analog zu denjenigen aussehen, die entstehen würden, wenn man parallele Lichtstrahlen auf das G1 Gitter strahlen würde [Lau48].

Nach Jahns et al. [JL79] kann dabei jeder Spalt des Gitters G0 als spaltförmige Quelle für Zylinderwellen aufgefasst werden. Dadurch erzeugt jeder dieser Spalten ein Talbot-Muster hinter dem Gitter G1. Damit die Überlagerung dieser einzelnen Talbot-Muster ein ähnliches Muster erzeugt, welches bei der Verwendung einer kohärenten Quelle entstehen würde, müssen

die Parameter des Aufbaus folgende Bedingung erfüllen [Pfe+06]:

$$p_0 = p_\mathrm{T} \cdot \frac{d_1}{d_\mathrm{T}}. \tag{27}$$

Dabei ist, wie in Abbildung 7 dargestellt, p_0 die Periodizität von G0, p_T die Periodizität des Selbstabbilds, d_1 der Abstand zwischen G0 und G1 und d_T der Talbot-Abstand.

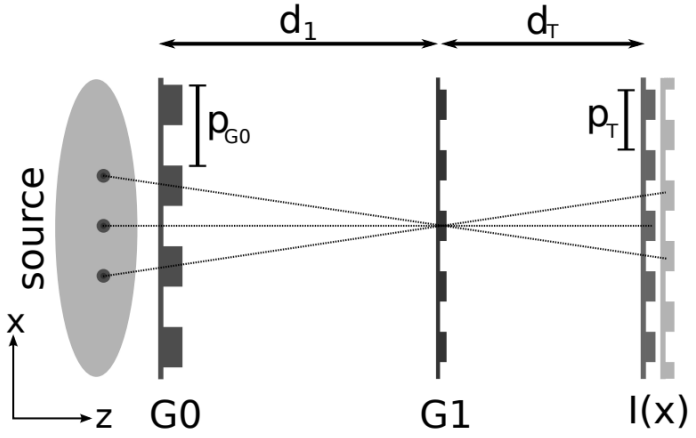


Abbildung 7: Voraussetzungen an den Aufbau für den Lau-Effekt. Wenn die Voraussetzungen aus Gleichung 27 erfüllt werden, entsteht im Abstand d_T hinter G1 ein Talbot-Muster. Das G0-Gitter absorbiert dabei die Anteile der Strahlung aus der Quelle, die ansonsten an der Stelle $I(x)$ destruktiv interferieren würden. Entnommen aus [Lud20, S. 10].

2.4.3 Talbot-Lau-Interferometer

Der zuvor beschriebene Talbot- und Lau-Effekt kann nun kombiniert werden, um ein sogenanntes Talbot-Lau-Interferometer zu bilden, mit welchem es möglich ist, nicht nur Informationen über Unterschiede im Absorptionsvermögen innerhalb einer untersuchten Probe festzustellen, sondern auch noch zwei weitere Bildmodalitäten zu bilden, die auf der von der Materie verursachten Phasenverschiebung und der Kleinwinkelstreuung an Mikrostrukturen in der Probe basieren.

Um dieses Interferometer für die Bildgebung zu nutzen, wird die zu untersuchende Probe in diesem Fall in den Strahlengang zwischen G0 und G1, einem phasenverschiebenden Gitter, eingebracht (in der Theorie ist es auch möglich, die Probe hinter G1 zu platzieren). Zusätzlich dazu wird im Talbot-Abstand d_fT von G1 ein weiteres Gitter G2 mit derselben Periode wie die des Intensitätsmusters angebracht. Hinter G2 befindet sich ein Detektor.

Da die in der Arbeit verwendete Röntgenquelle keine parallele Strahlung, sondern vielmehr einen kegelförmigen Strahl aussendet, muss der fraktale Talbot-Abstand in dem sich G2 hinter G1 befindet, um einen Vergrößerungsfaktor $M = \frac{d_1+d_\mathrm{T}}{d_1}$ korrigiert werden [Don+09]:

$$d_\mathrm{fTM} = M \cdot d_\mathrm{fT}, \tag{28}$$

wobei d_{fT} der fraktale Talbot-Abstand aus Gleichung 26 ist. Das resultierende Talbot-Interferenzmuster am Ort von G2 muss aus demselben Grund ebenfalls um diese Vergrößerung korrigiert werden:

$$p_{\mathrm{T}} = M \cdot \frac{p_1}{\eta}. \tag{29}$$

Wie bereits in Unterkapitel 2.2 gesehen, wird durch die Probe eine Phasenverschiebung der Wellenfront abhängig vom lokalen Brechungsindex in der Probe verursacht (s. Abbildung 8). Da jedoch die verwendeten Gitterperioden in der Größenordnung von wenigen Mikrometern liegen, ist eine direkte Auflösung dieser Intensitätsmodulation mit herkömmlichen Detektorpixeln nicht möglich. Aus diesem Grund verwendet man das Gitter G2 und das in Abschnitt 2.4.4 erklärte Verfahren, genannt **phase-stepping**, um die Wellenfront zu analysieren [Wei+05].

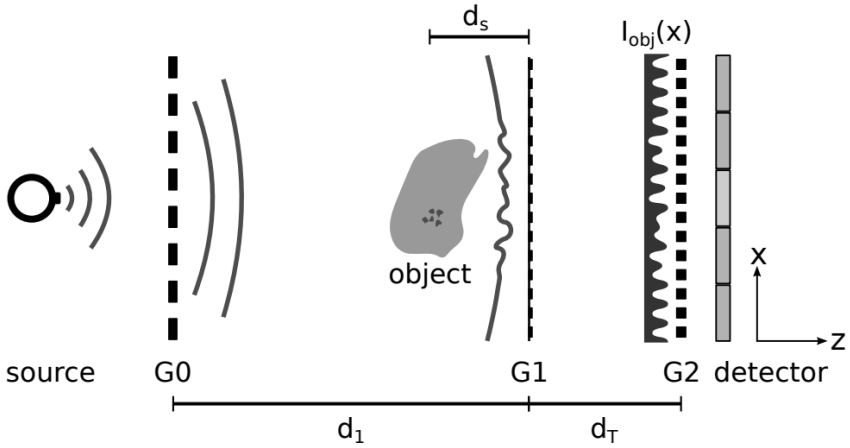


Abbildung 8: Der Aufbau eines Talbot-Lau-Interferometers mit den drei Gittern G0, G1 und G2. Die in den Strahlengang eingebrachte Probe verändert die Wellenfront und damit das Talbot-Interferenzmuster an der Position von G2. Entnommen aus [Lud20, S. 11].

Das Intensitätsbild, welches dann mit dem Detektor aufgenommen wird, zeigt ein sogenanntes **Moiré-Muster**. Ein solches Muster entsteht, wenn sich zwei oder mehr gitterförmige Strukturen überlagern oder gegeneinander verdreht werden [Ami09, S. 1]. Es enthält neue periodische Muster, die nicht in den originalen Gittern enthalten sind (s. Abbildung 9). Dieser Effekt reagiert sehr empfindlich auf kleine Winkelunterschiede oder Verschiebungen und tritt deshalb häufig auf. Während er viele Anwendungen, wie beispielsweise in der Messtechnik oder in der Dokumentenfälschungssicherheit, findet, gilt es diesen Effekt beispielsweise in der Drucktechnik gezielt zu vermeiden [Ami09, S. 1].

2.4.4 Bildrekonstruktion mittels Phase-Stepping

Wie zuvor erwähnt, wird zur Auflösung der Intensitätsmodulationen mit herkömmlichen Detektoren das sogenannte phase-stepping-Verefahren angewendet. Dabei wird schrittweise eines der Gitter (in der Regel G2) senkrecht zum Strahlengang über mindestens eine Gitterperiode hinweg verschoben. Dadurch oszilliert die Intensitätsverteilung $I(x, y)$ in jedem Detektorpixel

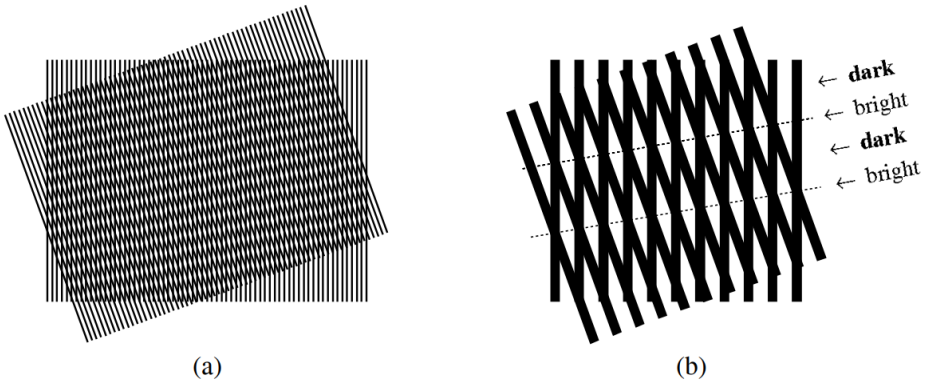


Abbildung 9: Veranschaulichung des Moiré-Effekts. Durch die Überlagerung der beiden Gitter entsteht ein neues Muster mit hellen und dunklen Stellen (a, b: vergrößert). Entnommen aus [Ami09, S. 2].

mit x, y in der Detektorebene als eine Funktion der lateralen Gitterposition x_g [Wei+05]. Diese Aufnahme einer phase-stepping-Kurve wird sowohl mit der Probe im Strahlengang (Objektaufnahme) als auch ohne diese im Strahlengang (Referenzaufnahme) durchgeführt.

Um neben den Absorptionseigenschaften des Objekts noch zusätzliche Informationen aus den Messdaten zu extrahieren, kann die Intensitätskurve $I(l, m, x_\mathrm{g})$ für jeden Pixel (Indizes: l, m) als eine Fourierreihe entwickelt werden [Pfe+08]:

$$I(l, m, x_\mathrm{g}) = \sum_i a_i(l, m, x_\mathrm{g}) \cos(ikx_\mathrm{g} + \varphi_i(l, m)) \tag{30}$$

$$\approx a_0(l, m) + a_1(l, m) \cos(kx_\mathrm{g} + \varphi(l, m)), \tag{31}$$

wobei a_i die Amplitudenkoeffizienten, φ_i die Phasenkoeffizienten sind sowie $k = 2\pi/p_T$. Durch Betrachten der phase-stepping-Kurve in Abbildung 10 lassen sich $A = a_1$ als die Amplitude des Signals und $\hat{I} = a_0$ als die mittlere Intensität interpretieren. Durch einen Fit von Gleichung 31 an die Messwerte sowohl für die Referenz als auch für die Objektaufnahme lassen sich diese Parameter bestimmen, aus denen die in Unterkapitel 2.5 erläuterten Bildmodalitäten errechnet werden können.

2.5 Bildmodalitäten

Mithilfe der aus der phase-stepping-Kurve erhaltenen Parameter A, $\hat{I}$ und φ lassen sich drei verschiedene Bildmodalitäten berechnen: das Transmissions-, das differentielle Phasen- sowie das Dunkelfeldbild (s. Abbildung 11).

2.5.1 Transmissionsbild

Das Transmissionsbild oder Absorptionsbild ist die klassische, schon seit Langem in der medizinischen Bildgebung etablierte Modalität. Mithilfe der Parameter aus der phase-stepping-

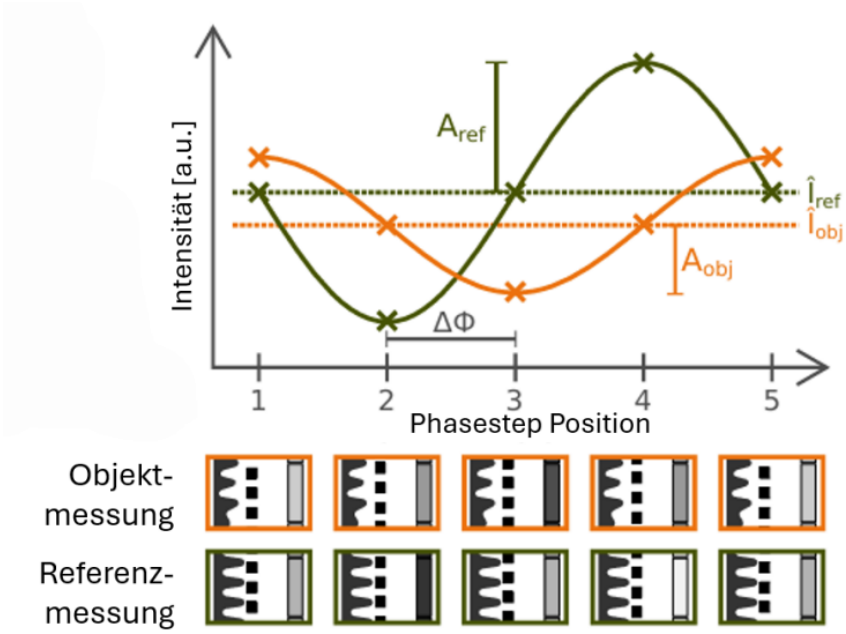


Abbildung 10: Oben: Phase-stepping-Kurve für die Referenz- (grün) und Objektaufnahme (orange). Durch einen Fit der Kurve an die Intensitätsmesswerte können die Parameter A, $\hat{I}$ und $\Delta\phi$ (in dieser Arbeit mit $\Delta\varphi$ bezeichnet) extrahiert werden. Unten: Visualisierung der Wellenfront, die durch die Probe verändert wird. Entnommen aus [Lud20, S. 13].

Kurve ist die Absorption definiert durch:

$$\Gamma = -\ln\left(\frac{\hat{I}_{\text{obj}}}{\hat{I}_{\text{ref}}}\right), \tag{32}$$

wobei $\hat{I}_{\text{obj}}$ die mittlere Intensität der Objektaufnahme und $\hat{I}_{\text{ref}}$ die mittlere Intensität der Referenzaufnahme ohne Probe bezeichnet.

Die Intensität der Objektaufnahme hängt, wie der Name schon sagt, von der von der Probe absorbierten Strahlung und damit sowohl vom Schwächungskoeffizienten als auch von der Dicke der Probe ab. Aus diesem Grund ist auch die Nadel im Gummibärchen (s. Abbildung 11) deutlich erkennbar, da der Schwächungskoeffizient für den Energiebereich von Röntgenstrahlung für die meisten Elemente durch den Photoeffekt dominiert wird, der mit Z^5 skaliert (s. Gleichung 19). Die Nadel besitzt als Metall eine wesentlich höhere Ordnungszahl als das Gummibärchen.

Da die Intensitätsunterschiede, die für den Absorptionskontrast ausschlaggebend sind, auch von einem normalen ortsauflösenden Detektor erfasst werden können, ist für diesen Kontrast kein Interferometer vonnöten.

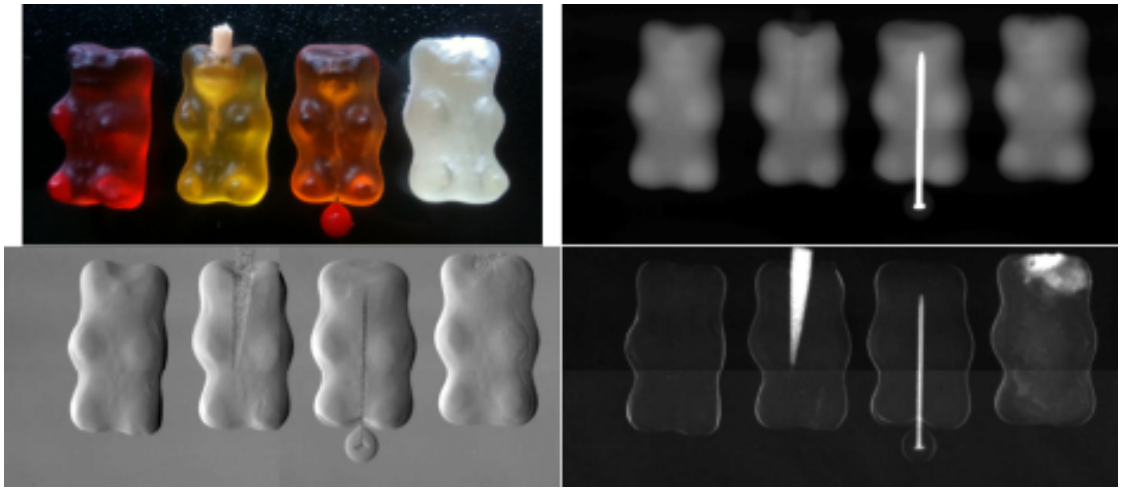


Abbildung 11: Präparierte Gummibärchen, um die Unterschiede der verschiedenen Bildmodalitäten zu veranschaulichen. Von links nach rechts sind die Gummibärchen: unbehandelt, mit einem Holzspieß durchstochen, mit einer Stecknadel durchstochen und mit Mikrometer-Pulver behandelt. Links oben: normale Fotografie, rechts oben: Transmissionsbild, links unten: differentielles Phasenbild, rechts unten: Dunkelfeldbild. Entnommen aus [Erl].

2.5.2 Differentielles Phasenbild

Der zweite Kontrast, der aus den Parametern gewonnen werden kann, ist die differentielle Phase $\Delta\varphi$, welche wie folgt definiert wird:

$$\Delta\varphi = (\varphi_{\text{ref}} - \varphi_{\text{obj}}) \mod (2\pi). \tag{33}$$

Hierbei sind φ_{ref} und φ_{obj} die aus der phase-stepping-Kurve in Gleichung 31 gewonnenen Phasenverschiebungen jeweils für die Referenz und die Objektaufnahmen.

Die differentielle Phase $\Delta\varphi(x, y)$ der Intensitätsoszillationen in den Detektorpixeln (x, y) steht dabei in folgendem Zusammenhang mit der Phase der Wellenfront $\Phi(x, y)$ [Wei+05, ursprünglich aus Born 1993, zitiert nach Weitkamp 2005]:

$$\Delta\varphi = \frac{\lambda d_{\text{fT}}}{p_T} \frac{\partial\Phi}{\partial x}. \tag{34}$$

Dadurch kann über eine Integration auf die absolute Phase zurückgerechnet werden [Wei+05].

Da der von der Probe verursachte Phasenschub, wie in Gleichung 14 zu sehen, vom komplexen Brechungsindex in der Probe abhängt, ist der Betrag der Ableitung $\frac{\partial\Phi}{\partial x}$ besonders groß an den Grenzschichten zwischen verschiedenen Materialien. Deshalb sind diese Grenzflächen, wie in Abbildung 11 zu sehen, im Phasenkontrastbild besonders gut sichtbar.

Um zu quantifizieren, wie sensitiv ein Interferometer auf Unterschiede in der Phase der Wellenfront ist, kann die sogenannte Sensitivität S eingeführt werden. Diese ist nach Donath et al. [Don+09] definiert durch:

$$S = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta\varphi}{\theta} = \frac{d_1}{p_1} \cdot \frac{d_{\text{fT}} - d_{\text{P}}}{d_1 + d_{\text{fT}}}, \tag{35}$$

wobei θ der durch die Probe verursachte Brechungswinkel ist und d_P die Distanz zwischen Probe und G1. Dabei steht θ mit $\Delta\varphi$ in folgendem Zusammenhang [Don+09]:

$$\theta = \frac{\Delta\varphi}{2\pi}\frac{p_\mathrm{T}}{d_\mathrm{fT}}. \tag{36}$$

Aus Gleichung 35 ergibt sich, dass die maximale Sensitivität für $d_\mathrm{P} = 0$ erreicht ist, also für eine Platzierung der Probe möglichst nahe an G1. Dann ergibt sich:

$$S_\mathrm{max} = \frac{d}{p_\mathrm{T}}. \tag{37}$$

2.5.3 Dunkelfeldbild

Die letzte Modalität, die durch das phase-stepping gewonnen werden kann, ist das Dunkelfeldbild. Das Dunkelfeldsignal Σ ist dabei gegeben durch:

$$\Sigma = -\ln\left(\frac{V_\mathrm{obj}}{V_\mathrm{ref}}\right) \tag{38}$$

mit der Visibilität V, die definiert ist als:

$$V = \frac{I_\mathrm{max} - I_\mathrm{min}}{I_\mathrm{max} + I_\mathrm{min}} = \frac{A}{\hat{I}}, \tag{39}$$

wobei I_min bzw. I_max die minimale bzw. maximale Intensität der phase-stepping-Kurve bezeichnen.

Die Mikrostrukturen in der Probe streuen das parallel auftreffende Licht und bewirken somit ein „Verwaschen“ des Intensitätsmusters. Genauer gesagt ist der Kontrast beziehungsweise die Visibilität invers proportional zur integrierten vom Objekt verursachten Kleinwinkelstreuung, weshalb eine niedrigere Visibilität ein höheres Dunkelfeldsignal bedeutet. Aus diesem Grund trägt diese Bildgebungsmethode den Namen „Dunkelfeld“. Für homogene Proben ohne merkliche Kleinwinkelstreuung bleibt die Visibilität theoretisch unverändert: $\frac{V_\mathrm{obj}}{V_\mathrm{ref}} = 1$ und damit das Dunkelfeldsignal $\Sigma = 0$. Für Proben, die hohe Dichtefluktuationen im Inneren auf der Mikrometerskala aufweisen, ist die Visibilität reduziert $\frac{V_\mathrm{obj}}{V_\mathrm{ref}} < 1$ und damit $\Sigma \neq 0$ [Pfe+08]. In der experimentellen Praxis mit einem standortfesten Interferometeraufbau ist der Aufbau auf eine sogenannte Designenergie ausgelegt. Da der Talbot-Abstand wellenlängen- und somit energieabhängig ist, ist auch die Visibilität energieabhängig mit einem Maximum bei der Designenergie des Aufbaus [Web+12].

Eine Visualisierung zur besseren Interpretation des Dunkelfeldsignals ist in Abbildung 12 dargestellt. Die Streuung bewirkt eine Reduktion der Amplitude der phase-stepping-Kurve unabhängig von der Absorption der Probe.

Das durch die Kleinwinkelstreuung verursachte Signal ist besonders empfindlich für Strukturen in der Größenordnung von Bruchteilen von Nanometern bzw. einiger Mikrometer, wobei die durch den Aufbau mögliche Auflösung meist nach unten auf ungefähr 100 nm beschränkt ist [Pfe+08]. Dennoch ist es möglich, mit dieser Bildgebungsmethode Strukturen zu erkennen, die kleiner als die Detektorpixelgröße sind. In Abbildung 11 sind deshalb das Holz, aufgrund seiner faserigen Mikrostruktur, und das Mikrometerpulver besonders gut im Dunkelfeldbild erkennbar.

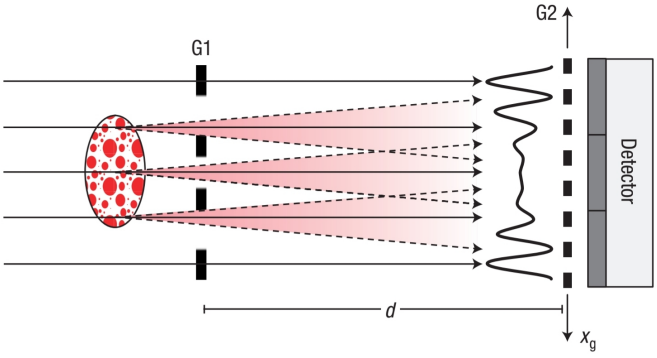


Abbildung 12: Visualisierung der Kleinwinkelstreuung, verursacht durch das Objekt. Entnommen aus [Pfe+08, S. 135]

2.6 Winkelabhängigkeit des Dunkelfeldsignals

Da das Dunkelfeldsignal durch Kleinwinkelstreuung an den Mikrostrukturen in der Probe verursacht wird, weist dieses eine Abhängigkeit vom Winkel auf, in dem die Probe relativ zu den Gittern platziert ist. Diese Abhängigkeit kann genutzt werden, um die mittlere lokale Orientierung der Mikrostrukturen in der Probe zu bestimmen.

In Abbildung 13 ist das klassische Vorgehen zur Bestimmung der Richtungsabhängigkeit des Dunkelfeldsignals dargestellt. Die Probe wird dazu auf einer rotierbaren Achse befestigt und anschließend wird je eine Aufnahme für mehrere Winkel ω der Rotationsachse zwischen 0° und 180° gemacht. Da die Visibilitätsänderung nur durch die Kleinwinkelstreuung senkrecht zu den Gitterstäben des Interferometers entsteht und die parallelen Anteile der Streuung nicht beitragen, verändern sich die Intensitätsoszillationen der phase-stepping-Kurve mit dem eingestellten Winkel ω [Jen+10a].

Nach Jensen [Jen+10b] kann das Streumuster der Mikrostrukturen an der Position von G2 durch eine 2D-Gaußverteilung modelliert werden. Es kann dann gezeigt werden, dass die Variation des Dunkelfeldsignals mit dem Rotationswinkel ω gegeben ist durch [Rev+12]:

$$\Sigma(\omega) = A + B \sin^2(\omega - \psi). \tag{40}$$

Unter Verwendung trigonometrischer Identitäten kann dies nach [Sch+14] umgeschrieben werden in eine Fourierdarstellung erster Ordnung:

$$\Sigma(\omega) = a - b \cos(2(\omega - \psi)). \tag{41}$$

Hierbei ist $(\omega - \psi)$ der relative Winkel zwischen der Gitterausrichtung und der bevorzugten Streurichtung der Probe. Die Konstanten A, B beziehungsweise a, b repräsentieren die (An)isotropie der Probe und können, ebenso wie ψ, durch einen Fit der Funktion an die Messdaten bestimmt werden (für genaue Herleitung der Definition der Konstanten s. [Rev+12] bzw. [Sch+14]).

Die Hauptausrichtung der Mikrostrukturen in der Probe ist dann genau senkrecht zur bevorzugten Streuausrichtung. Aus den Konstanten a und b lässt sich auch der Ordnungsgrad OG definieren als [Sch+14]:

$$OG = \frac{b}{a}. \tag{42}$$

Je größer der Ordnungsgrad, desto ausgeprägter weisen die Mikrostrukturen in der Probe eine bestimmte Vorzugsrichtung auf.

2.7 Korrelationslängenabhängigkeit des Dunkelfeldsignals

Das Dunkelfeldsignal weist ebenfalls eine Abhängigkeit von der sogenannten Korrelationslänge auf. Diese ist für ein Talbot-Lau-Interferometer in der in dieser Arbeit verwendeten Konfiguration gegeben durch [Str14]:

$$\xi = \frac{\lambda}{p_\mathrm{T}} \cdot \frac{d_\mathrm{T}(d_1 + d_\mathrm{T} - L_\mathrm{P})}{d_1} = \frac{\lambda d_\mathrm{T}}{p_\mathrm{T}} \left(1 - \frac{d_\mathrm{P}}{d_1}\right) \tag{43}$$

wobei $L_\mathrm{P} = d_\mathrm{P} + d_\mathrm{T}$ der Abstand zwischen Probe und G2 ist. Für polychromatische Strahlung kann die Korrelationslänge über ein gewichtetes Mittel bestimmt werden [Tap+20]:

$$\langle \xi \rangle = \frac{\int_{E_1}^{E_2} I(E) V(E) \xi(E) \mathrm{d}E}{\int_{E_1}^{E_2} I(E) V(E) \mathrm{d}E}. \tag{44}$$

Dabei ist $\xi(E)$ die energieabhängige Korrelationslänge aus Gleichung 43, $V(E)$ die energieabhängige Referenz-Visibilität des Interferometers und $I(E)$ das Energiedepositionsspektrum am Detektor.

Das Dunkelfeldsignal hängt dann für sphärische Streukörper wie folgt mit der Korrelationslänge zusammen [Str+16]:

$$\Sigma(\xi, r) = -\frac{3}{2} \phi_\mathrm{V} \Delta\rho^2 r \lambda^2 (G(\xi) - 1) t \tag{45}$$

Hierbei ist ϕ_V der von den Streukörpern eingenommene Volumenanteil, $\Delta\rho$ der Streulängendichtekontrast, also der Unterschied zwischen der Streulänge des Streukörpermaterials und dem umgebenden Material, sowie r der Kugelradius. $G(\xi)$ ist die von der Geometrie der Streukörper abhängige Korrelationsfunktion. Für kugelförmige Streukörper ist $G(\xi)$ nach Kruglov [Kro+03] gegeben durch:

$$G_\mathrm{Kugel}(\xi, r) = \left[1 - \left[\frac{\xi}{2r}\right]^2\right]^{\frac{1}{2}} \cdot \left(1 + \frac{1}{8}\left(\frac{\xi}{r}\right)^2\right) + \frac{1}{2}\left(\frac{\xi}{r}\right)^2 \left[1 - \left(\frac{\xi}{4r}\right)^2\right] \cdot \ln\left[\frac{\xi}{\left(2 + \left(4 - \left(\frac{\xi}{r}\right)^2\right)^{\frac{1}{2}}\right) r}\right]. \tag{46}$$

Nach Andersson [And+08] kann diese genähert werden durch:

$$G_\mathrm{Kugel}(\xi, r) \approx \exp\left(-\frac{9}{8}\left(\frac{\xi}{r}\right)^2\right). \tag{47}$$

Die Korrelationsfunktion hängt also von der Korrelationslänge und damit von der Positionierung der Probe sowie von der Größe (bzw. dem Radius) der streuenden Mikrostrukturen ab. Dies kann genutzt werden, um über eine Variation der Korrelationslänge den Radius der Mikrostrukturen zu bestimmen, indem Gleichung 45 mit Gleichung 47 an die Messdaten gefittet wird.

Diese Variation der Korrelationslänge kann zum einen durch eine Veränderung der Position der Probe, zum anderen durch eine Bestimmung des Dunkelfeldsignals in Abhängigkeit der Energie der die Probe durchdringenden Strahlung erfolgen. Bei letzterem wird sich die Wellenlängenabhängigkeit des Dunkelfeldsignals zunutze gemacht, wofür allerdings ein energieauflösender Detektor sowie eine polychromatische Röntgenquelle benötigt werden.

2.8 Strahlaufhärtungskorrektur des Dunkelfeldsignals

Bei der Verwendung von polychromatischen Röntgenquellen für die Talbot-Lau-Interferometrie kommt es durch die in Abschnitt 2.3.2 beschriebene Strahlaufhärtung zu einer zusätzlichen Veränderung der Visibilität, die nicht aufgrund der Mikrostrukturen in der Probe entsteht. Die mit dem Interferometer erreichbare Visibilität ist energieabhängig, weshalb das durch die Aufhärtung zu höheren Energien verschobene Spektrum nach der Probe ebenfalls die Visibilität verändert. Durch die Absorption der Probe entsteht also ein zusätzliches künstliches Dunkelfeldsignal Σ_{BH}, das zusammen mit dem durch Kleinwinkelstreuung verursachten Signal Σ_{KWS} zum gesamten Dunkelfeldsignal beiträgt [Loc+26]:

$$\Sigma = \Sigma_{\mathrm{KWS}} + \Sigma_{\mathrm{BH}}. \tag{48}$$

Die Visibilität V_{p} für eine polychromatische Röntgenquelle ist gegeben durch [Kas+26]:

$$V_{\mathrm{p}} = \frac{\int_0^\infty V(E) I(E) \mathrm{d}E}{\int_0^\infty I(E) \mathrm{d}E}. \tag{49}$$

Das allein durch die Aufhärtung verursachte Dunkelfeldsignal kann dann berechnet werden als:

$$\Sigma_{\mathrm{BH}} = -\ln\left(\frac{V_{\mathrm{p}}}{V_0}\right). \tag{50}$$

Hierbei ist V_{p} die mit dem Spektrum der Probe bestimmte Visibilität und V_0 die Referenzvisibilität, die nach Gleichung 49 aus dem freien Spektrum der Quelle bestimmt wird. Das auf diese Weise bestimmte Strahlaufhärtungs-Dunkelfeld Σ_{BH} kann dann vom gesamten Dunkelfeldsignal abgezogen werden, um das rein durch Kleinwinkelstreuung verursachte Dunkelfeldsignal Σ_{KWS} zu extrahieren.

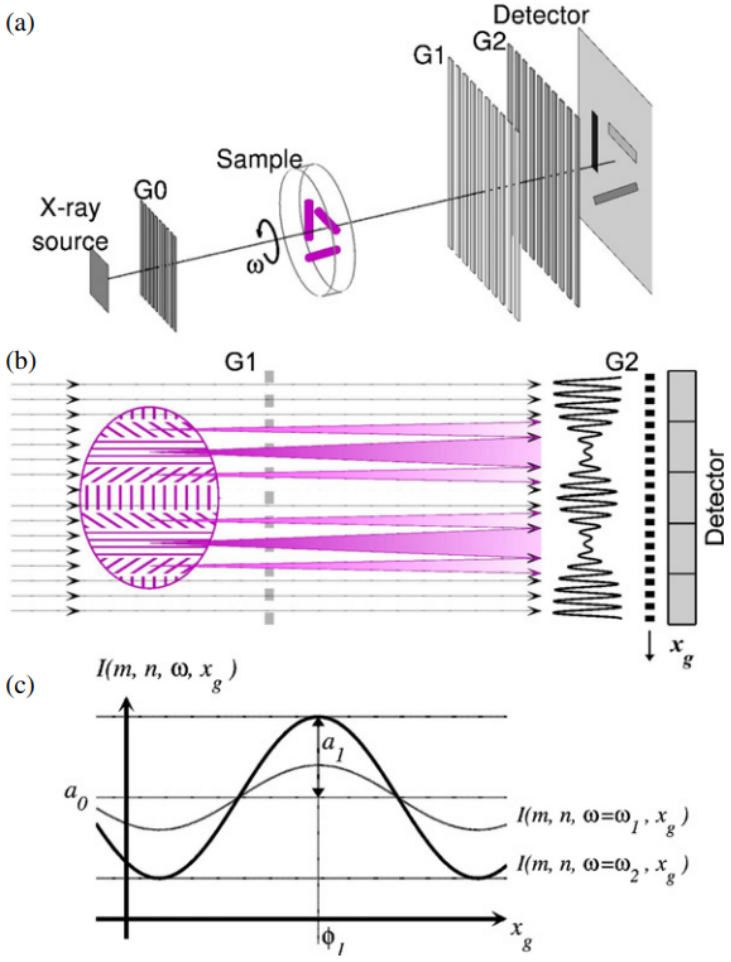


Abbildung 13: (a) Experimenteller Aufbau zur Bestimmung der Richtungsabhängigkeit des Dunkelfeldsignals. Die Probe ist dabei auf einer rotierbaren Achse senkrecht zu den Gitterstäben angebracht. (b) Die Strukturen, die senkrecht zu den Gitterstäben angebracht sind, verursachen die größte Verringerung der Visibilität. (c) Die Intensitätskurve weist nun eine Winkelabhängigkeit auf, wobei die Amplitude in diesem Fall für ω_1 kleiner ist als für ω_2. Entnommen aus [Jen+10a, S. 3319].

3 Experimenteller Aufbau und Methoden

Der in dieser Arbeit für die Bildaufnahme verwendete Aufbau soll im Folgenden genauer erläutert werden. Außerdem werden der für die Rekonstruktion der Bilder nötige Prozess erklärt sowie die in der Arbeit untersuchten Proben beschrieben.

3.1 Scanner-Aufbau

Grundsätzlich befindet sich der Aufbau in einer vertikalen Anordnung (s. Abbildung 14). Vom Boden aus nach oben gesehen, befinden sich zuunterst die Röntgenquelle, darüber das zur Erzeugung der notwendigen Kohärenz der Röntgenstrahlung notwendige G0-Gitter sowie das Phasengitter G1 und das Analysatorgitter G2. Die Probe wird bei allen Objektaufnahmen auf einem höhenverstellbaren PMMA-Tisch zwischen G0 und G1 platziert, wodurch sich der Probenabstand d_P variabel einstellen lässt. Der Detektor befindet sich zuoberst über G2.

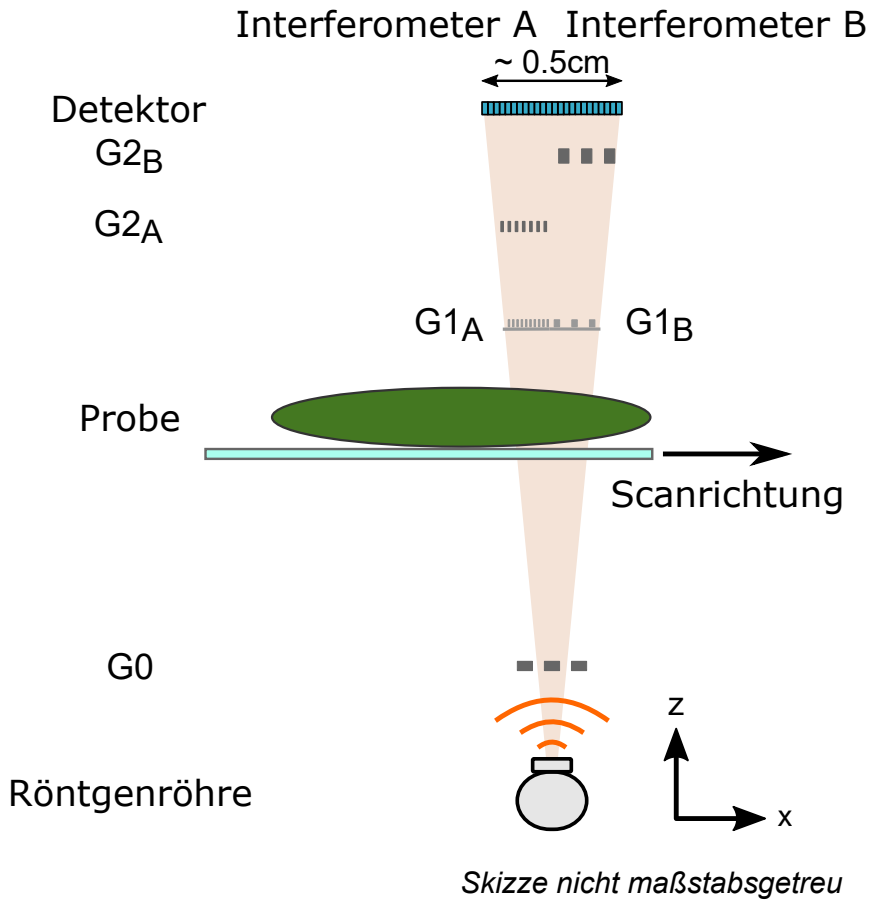


Abbildung 14: Schematischer Aufbau des Scanners. Die Indizes A und B stehen für das jeweilige Interferometer. In der Skizze ist G0 als einzelnes Gitter für beide Interferometer dargestellt, im tatsächlichen Aufbau sind jedoch ebenfalls zwei getrennte Gitter für die beiden einzelnen Interferometer verbaut.

Der Aufbau besteht genauer aus je zwei G0-, G1- und G2-Gittern, von denen jeweils ein Tripel aus Gittern 0, 1 und 2 ein eigenständiges Interferometer bildet. Es lässt sich also ohne erheblichen Aufwand durch die Verschiebung des passenden G0-Gitters vor die Röntgenröhre und eine Verschiebung des Detektors zwischen zwei Interferometern, mit denen Bilder aufgenommen werden können, wechseln. Diese beiden unterschiedlichen Gitteranordnungen werden im Folgenden mit Interferometer A und Interferometer B bezeichnet, deren genaue geometrische Spezifikationen in Tabelle 1 zu finden sind. Die Gitter G0 und G2 sind aus Gold gefertigt und G1 aus Silizium. G2 besteht zudem aus mehreren aneinandergereihten Gitterabschnitten.

Interferometer	p_0 [µm]	p_1 [µm]	p_2 [µm]	d_1 [cm]	d_T [cm]
A	8.70	3.76	2.40	61.0	16.8
B	13.31	5.71	10.0	60.0	45.0

Tabelle 1: Geometrische Spezifikationen der beiden Interferometer. Verwendete Bezeichnungen: Periode von G0: p_0, Periode von G1: p_1, Periode von G2: p_2, der Abstand zwischen G0 und G1: d_1 und der Abstand zwischen G1 und G2: d_T.

Die verwendete Röntgenquelle besteht aus einem ISOVOLT Titan neo HP160-Generator. Diese bietet eine einstellbare Spannung von 5 bis 130 kV, einstellbar in 1 kV-Schritten mit einer Genauigkeit von $< 1\,\%$ [Waya]. In der Röntgenröhre ist eine Wolfram-Anode verbaut. Zusätzlich befindet sich in der Röhre ein inhärenter Filter aus Beryllium ((0.8 ± 0.1) mm dick) sowie ein 2 mm dicker Aluminiumfilter [Wayb])

Im Gegensatz zu den bisher beschriebenen Talbot-Lau-Aufbauten wird bei diesem Aufbau für die phase-stepping-Kurve bei den Objektaufnahmen keines der Gitter gesteppt, sondern der Scannertisch bewegt, auf dem sich die Probe befindet (Scanner-Aufbau). Dies bietet den Vorteil, dass die Größe der mit dem Detektor untersuchbaren Proben nur noch durch die seitliche Ausdehnung der Gitter und des Detektors limitiert ist. Dies ermöglicht es, größere Sichtfelder zu untersuchen, ohne einzelne Aufnahmen aneinanderzureihen. Dadurch können auch von größeren Proben schneller Phasenkontrast- und Dunkelfeldbilder aufgenommen werden, was den Einsatz von Scannern in der industriellen Anwendung erleichtert [Sei+19].

Der Detektor, der für die Aufnahme der Bilder verwendet wird, lässt sich im verwendeten Aufbau ebenfalls austauschen. In dieser Arbeit werden zum einen ein energieintegrierender Detektor und zum anderen ein energieauflösender, photonenzählender Detektor verwendet.

Als energieintegrierender Detektor wird ein Shad-o-Scan 4051 Detektor (im Folgenden nur ShadoScan genannt) verwendet. Dabei handelt es sich um einen speziell für Scan-Anwendungen entwickelten CMOS-Detektor mit einer Dimension von 4608×64 Pixeln und einer Pixelgröße von $99 \times 99\,\mu\mathrm{m}^2$ [Tel]. Durch die auf den Sensor treffende Röntgenstrahlung werden zunächst in einem Szintillator (Gadoliniumoxidsulfid) Photonen mit höherer Wellenlänge erzeugt. Dabei erzeugt die Röntgenstrahlung durch den in Unterkapitel 2.2 beschriebenen Photo- und Comptoneffekt freie Elektronen im Szintillatormaterial. Diese verlieren ihre Energie schrittweise beim Durchgang durch den Szintillator, indem sie durch Stoßionisation Elektron-Lochpaare erzeugen, die schließlich an sogenannten Lumineszenzzentren rekombinieren und niederenergetischere Strahlung aussenden (Genaueres s. [KW16, S. 495-498, 507–513]). Diese trifft anschließend auf den CMOS-Chip, wo durch das Szintillationslicht ebenfalls Elektron-Loch-Paare erzeugt werden [KW16, S. 153-158]. Die entstandenen Ladungen werden dann

pixelweise über eine eingestellte Integrationszeit gesammelt und als Spannungssignal ausgelesen (s. [KW16, S. 342-346]). Da der Detektor energieintegrierend arbeitet, wird die Spannung über die Integrationszeit integriert und ein dazu proportionaler Intensitätswert ausgegeben.

Der energieauflösende Detektor besteht aus vier einzelnen Timepix3-Detektoren, die senkrecht zur Scanrichtung aneinandergereiht sind. Im Folgenden wird vereinfachend das gesamte Detektorarray als Timepix-Detektor bezeichnet. Diese bestehen aus einem variablen Sensormaterial, in diesem Fall Cadmiumtellurid (Dicke: 1 mm), und einem 130 nm-CMOS-Chip darunter. Ein einzelner Chip besteht aus 256×256 Pixeln mit einer Pixelgröße von $55 \times 55\,\mu m^2$ [Poi+14]. Auch hier werden im Sensor freie Elektronen und schließlich Elektron-Loch-Paare von den auftreffenden Photonen erzeugt. Da die kinetische Energie des durch Photo- oder Comptoneffekt erzeugten freien Elektrons abhängig von der ursprünglich deponierten Energie ist, ist die Anzahl der erzeugten Elektron-Loch-Paare ebenfalls davon abhängig (für Details s. [KW16, S. 76-85]). Anschließend werden diese Ladungen wieder pixelweise ausgelesen und in ein Spannungssignal umgewandelt. Der Detektor misst dann sowohl die ToT (Time over Threshold), also die Zeit, die der Spannungspuls über einem eingestellten Schwellenwert verbringt, als auch die ToA (Time of Arrival), also den Zeitpunkt, an dem das Ereignis registriert wird. Aus der gemessenen ToT kann dann über spezielle Kalibrationsfunktionen die ursprünglich deponierte Energie bestimmt werden [Jak11]. Die vom Detektor gemessene ToA kann genutzt werden, um mithilfe eines Clustering-Algorithmus (s. [Med+19]) den Effekt des Charge-Sharings zu korrigieren. Charge-Sharing bedeutet, dass die im Halbleiterdetektor erzeugten Ladungswolken aufgrund von thermischer Diffusion und Coulomb-Abstoßung auseinanderdriften. Trifft eine Ladungsträgerwolke dann nahe an einer Pixelgrenze ein, so wird die Ladung eventuell auf zwei oder mehr Pixel aufgeteilt, was zu einer Verfälschung der bestimmten Energie und einer künstlichen Erhöhung der Ereigniszahl führt [Bal+24]. Die Energieauflösung des Detektors beträgt energieabhängig 1 bis 3 keV (genaueres zur Schaltung im Detektor s. [Poi+14]). Die Detektoren wurden vom IEAP der CTU Prague zur Verfügung gestellt.

3.2 Datenaufnahme und Bildrekonstruktion

Zuerst wird für alle Aufnahmen mit dem energieintegrierenden ShadoScan-Detektor eine Offset-Aufnahme mit identischer Integrationszeit ohne Strahlung aufgenommen. Diese wird anschließend von allen Detektoraufnahmen abgezogen, um den Einfluss von Dunkelstrom und Elektronik-Offset zu reduzieren. Da der Timepix-Detektor die Energie der Strahlung über die ToT berechnet, und das thermische Rauschen unterhalb des Thresholds liegt, ist eine solche Offset-Korrektur für Aufnahmen mit diesem Detektor nicht notwendig.

Um die Referenzaufnahmen durchzuführen, wird das G0-Gitter entlang von 80 phase-stepping-Schritten über mindestens eine Periode gefahren. Wie in Abschnitt 2.4.4 beschrieben, folgt dann der vom Detektor registrierte Intensitätsverlauf einer Sinuskurve, die durch einen least-squares-Fit an die phase-stepping-Datenpunkte bestimmt werden kann. In Abbildung 15 ist ein einzelner Frame für eine phase-step-Position des G0 dargestellt.

Bei den Objektaufnahmen unterscheiden sich jedoch durch den Scanner-Aufbau die Datenaufnahme und die Bildrekonstruktion. Anders als im klassischen Gitter-Stepping-Verfahren bleiben die Gitter und damit das Moiré-Muster stationär, stattdessen bewegt sich der Objekttisch senkrecht zu den Gitterstäben (siehe Skizze des Aufbaus in Abbildung 14). Um dennoch eine phase-stepping-Kurve aufnehmen zu können, bewegt sich der Tisch genau so

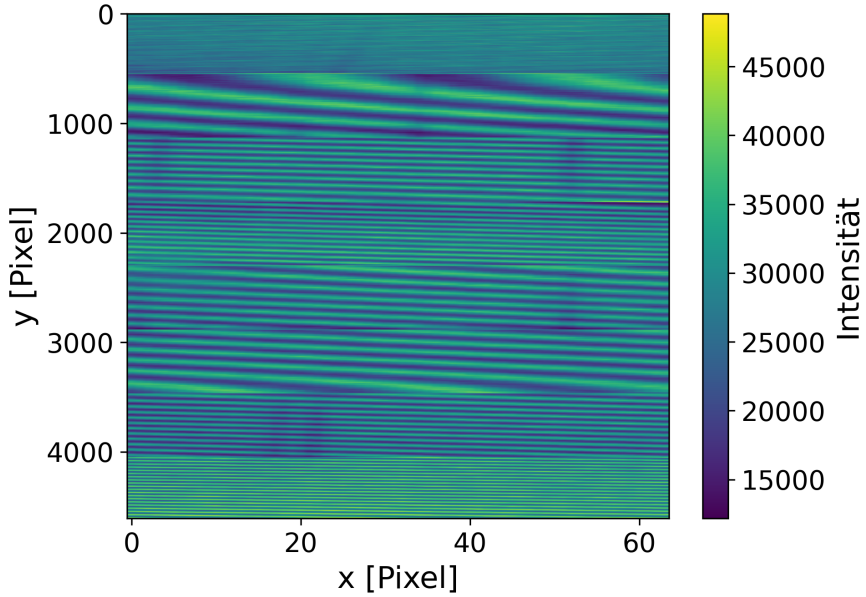


Abbildung 15: Referenzaufnahme für einen phase-step des G0 bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV und mit 0.2 mm-Kupferfilter. Die unterschiedlichen Bereiche im Moiré-Muster entstehen durch die einzelnen Teilgitter von G2.

schnell, dass die Projektion der Probe auf der Detektorebene zwischen jedem Frame um genau einen Pixel verschoben wird. Aus der dadurch resultierenden Bewegung der Probe durch das Moiré-Muster lässt sich die phase-stepping-Kurve bestimmen, indem der Intensitätswert in jedem aufgenommenen Frame in einem Detektorpixel weiter entlang der Scanrichtung bestimmt wird. Sie besteht also aus einer Detektorspalte, bei der bei jedem Frame der Pixel mit der identischen ROI betrachtet wird.

Für die Aufnahmen mit dem ShadoScan-Detektor im Speziellen setzt sich die phase-stepping-Kurve somit aus 64 Intensitätswerten zusammen, was der Pixelzahl des Detektors in Scan-Richtung entspricht. Um den Einfluss von Randeffekten des Detektors zu vermeiden, werden allerdings die ersten 5 und die letzten 6 Detektorpixel nicht für die Rekonstruktion verwendet.

Für die Timepix-Aufnahmen werden zunächst 80 Detektorpixel im Inneren des Detektors verwendet, um die Phase-Stepping-Kurve aufzunehmen. Anschließend werden jedoch je 2×2 Detektorpixel zusammengefasst, um die Statistik zu erhöhen, und jeweils der addierte Intensitätswert aus 2 Frames verwendet, sodass sich die phase-stepping-Kurve effektiv aus 40 Werten zusammensetzt.

Aus den für die Objekt- und Referenzaufnahmen erhaltenen Intensitätswerten werden dann mit einem Least-Squares-Algorithmus die zuvor beschriebenen Bildmodalitäten Absorption, differenzielle Phase und Dunkelfeld berechnet.

Um Bildartefakte durch Unterschiede in Detektorzeilen oder Gitterdefekte zu reduzieren, wird auf die rekonstruierten Aufnahmen zusätzlich eine Korrektur angewandt. Hierbei werden zunächst Rauschartefakte im Bild durch einen Medianfilter entfernt. Anschließend werden Gradienten im Bild durch einen Geradenfit an die Dunkelfeldwerte im Freifeld links und rechts von der Probe bestimmt und vom Dunkelfeldbild abgezogen.

Das Rekonstruktionsskript sowie die Korrekturfunktion wurden hierbei freundlicherweise von Markus Schneider zur Verfügung gestellt.

In der folgenden Arbeit bezeichnet das Wort Pixel, sofern nicht anders spezifiziert, ein Bildpixel in einem rekonstruierten Scan, der jedoch wie zuvor beschrieben aus den Intensitätswerten mehrerer Frames in mehreren Detektorpixeln bestimmt wird.

4 Untersuchte Proben

In Abbildung 20 sind eine Fotografie der in dieser Arbeit untersuchten Proben sowie das Absorptionsbild und eine Dunkelfeldaufnahme derer abgebildet. Die Proben werden im Folgenden von links nach rechts indiziert und entsprechend mit Probe 1, Probe 2 usw. bezeichnet. Die materiellen Zusammensetzungen der Proben sind in Tabelle 2 dargestellt. Probe 1 besteht aus einer Kupferlegierung ohne zugesetzte Verstärkungspartikel. EN AW-7075 ist eine Aluminiumlegierung und Al99.7 bezeichnet Reinaluminium. Den Proben 2 bis 5 sind verschiedene Partikel aus Siliciumcarbid (SiC), Borcarbid (B_4C) und [redacted] beigemischt. Die Kenngrößen F1000 und F600 bezeichnen hierbei den Körnungsgrad, wobei F1000 für einen Partikeldurchmesser von $(4.5 \pm 0.8)\,\mu m$ und F600 für $(9.3 \pm 1.0)\,\mu m$ am 50 %-Punkt der Korngrößenverteilungskurve stehen [Deu12]. Probe 6 enthält Kohlenstofffasern. Die den Proben beigemischten Partikel beziehungsweise Fasern dienen dabei dazu, den Werkstoff zu verstärken.

Probe	Zusammensetzung	Dichte [$g\,cm^{-3}$]	Dicke [mm]
1	Kupferlegierung	[redacted]	
2	EN AW-7075 + SiC F1000	2.84	6.3
3	EN AW-7075 + SiC F600	2.82	4.9
4	EN AW-7075 + B_4C F600	2.75	5.2
5	Al99.7 + [redacted]		
6	Al99.7 + C-Faser	2.57	12.6

Tabelle 2: Materialzusammensetzung der Proben sowie deren Dichten. Für die Dicke der zylindrischen Proben ist deren Durchmesser angegeben. Die Unsicherheit auf die gemessene Dicke beträgt $\pm 0.05\,mm$

In Abbildung 16 ist eine Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme (REM-Aufnahme) der in Probe 3 enthaltenen SiC-F600-Partikel abgebildet, anhand derer die Geometrie der Partikel ersichtlich wird. Da es sich bei den in Probe 2 enthaltenen Partikeln auch um solche aus Siliziumkarbid handelt, ist deren Geometrie vermutlich ähnlich derer der in der Abbildung dargestellten Partikel. In Abbildung 17 ist eine REM-Aufnahme von B_4C-F400-Partikeln zu sehen. Die in Probe 4 enthaltenen B_4C-F600-Partikel sollten in der Geometrie ähnlich zu jenen aussehen. Die in Probe 6 enthaltenen Partikel sind in einer REM-Aufnahme in Abbildung 18 dargestellt. Für die in Probe 5 enthaltenen [redacted]-Partikel stand keine REM-Aufnahme zur Verfügung.

Die Proben wurden mit einem speziellen Herstellungsverfahren [redacted] hergestellt. Dabei

[redacted]

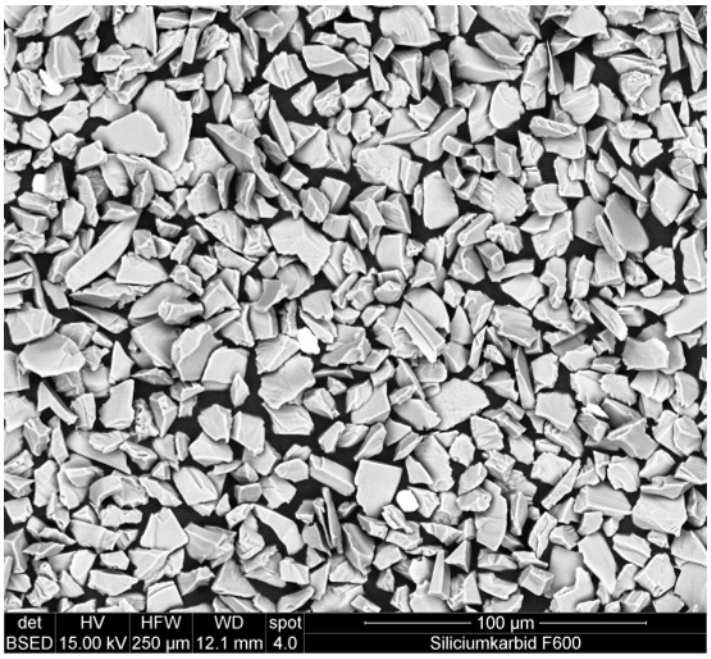


Abbildung 16: REM-Aufnahme der in Probe 3 enthaltenen SiC-F600-Partikel. Die Aufnahme wurde von [redacted] zur Verfügung gestellt.

[redacted]

In Abbildung 20 ist bereits erkennbar, dass die Proben 1 und 5 am meisten Strahlung absorbieren und auch das höchste Dunkelfeldsignal verursachen. Die Proben 2, 3, 4 und 6 scheinen aufgrund der gleichmäßigen Absorption und des Dunkelfeldsignals weitgehend homogen im Inneren aufgebaut zu sein.

Bei Probe 5 sind sowohl in der Fotografie als auch in Absorptions- und Dunkelfeldbild Beschädigungen an der Probenoberfläche erkennbar, die vermutlich beim Herstellungsprozess entstanden sind. Dieser Defekt ist in Abbildung 21 nochmal deutlich dargestellt. Die Stelle mit der Inhomogenität verursacht hier sowohl eine höhere Absorption als auch ein stärkeres Dunkelfeldsignal.

In den Dunkelfeldaufnahmen der Probe 5 werden zudem potenzielle Inhomogenitäten innerhalb der Probe sichtbar. In Abbildung 22 sind Dunkelfeldaufnahmen dieser Probe bei einem Winkel von $-45°$ und $45°$ zwischen Probe und Gitter dargestellt. Neben der auch im Dunkelfeld deutlich sichtbaren Beschädigung am rechten Rand der Probe ist erkennbar, dass in beiden Aufnahmen das Dunkelfeld am Rand gegenüber der Beschädigung höher ist als auf dieser Seite. Dies spricht dafür, dass die Partikel in Probe 5 anders als in den anderen Proben nicht ganz homogen verteilt sind. Diese Inhomogenität könnte im Zusammenhang mit der Beschädigung stehen, da dort ein Extrusionsfehler im Produktionsprozess aufgetreten ist, der die Verteilung der zwei Pulversorten im Herstellungverfahren beeinflusst hat.

In Abbildung 23 ist Probe 1 genauer dargestellt. In der Fotografie ist rechts unten ein

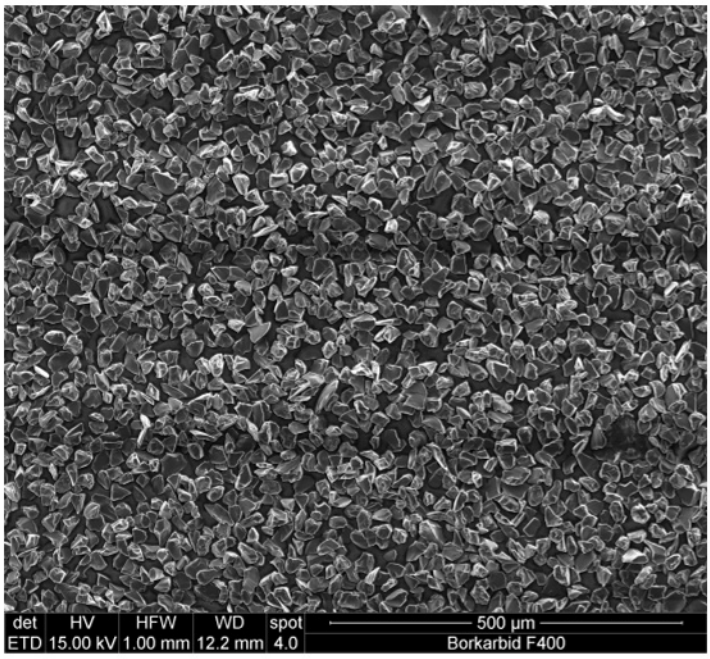


Abbildung 17: REM-Aufnahme von B_4C-F400-Partikeln. Die Aufnahme wurde von [redacted] zur Verfügung gestellt.

Lufteinschluss in der Probe zu erkennen (markiert mit rotem Kreis), der jedoch weder im Transmissionsbild noch im Absorptionsbild sichtbar ist. Außerdem scheint auch Probe 1 leicht inhomogen aufgebaut zu sein, da das Dunkelfeldsignal innerhalb der Probe am Rand stärker ist als in der Mitte und die Absorption in der Mitte der Probe höher ist.

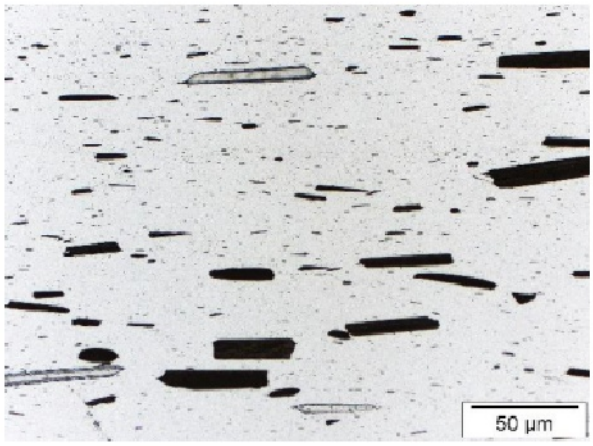


Abbildung 18: REM-Aufnahme der in Probe 6 enthaltenen Kohlenstofffasern. Die Aufnahme wurde von [redacted] zur Verfügung gestellt.

[redacted]

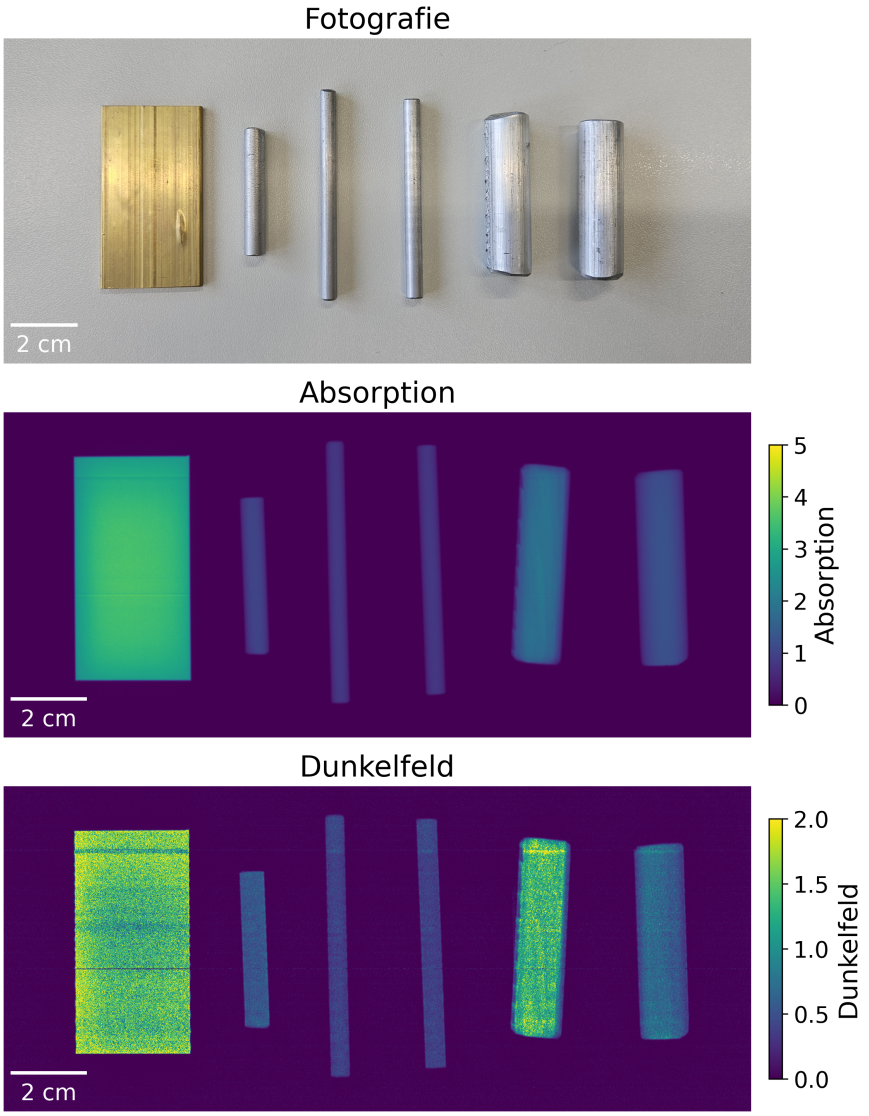


Abbildung 20: Abbildung der Proben mit Fotografie (oben), Absorptionsbild (mitte) und Dunkelfeldbild (unten). Das Transmissionsbild sowie das Dunkelfeldbild wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV mit 0.2 mm-Kupferfilter im Strahlengang aufgenommen.

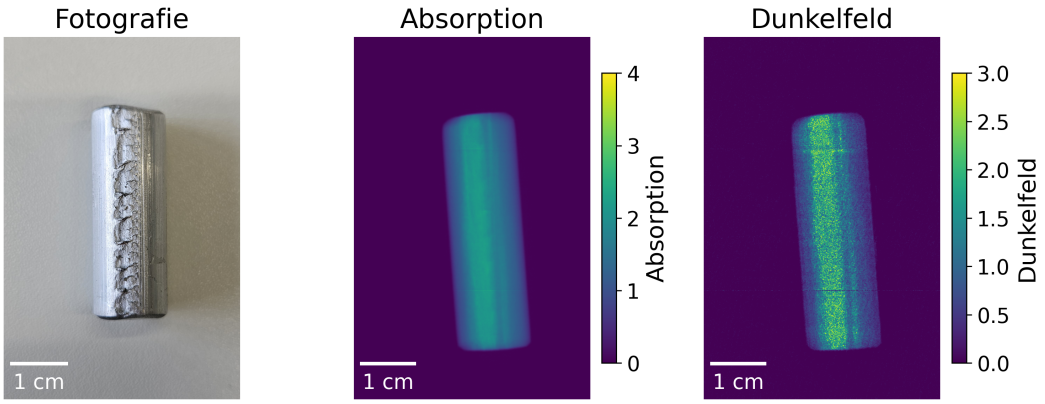


Abbildung 21: Fotografie (links), Transmissionsbild (Mitte) sowie Dunkelfeldbild (rechts) des Defekts in Probe 5. Das Transmissionsbild sowie das Dunkelfeldbild wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV mit Kupferfilter im Strahlengang aufgenommen.

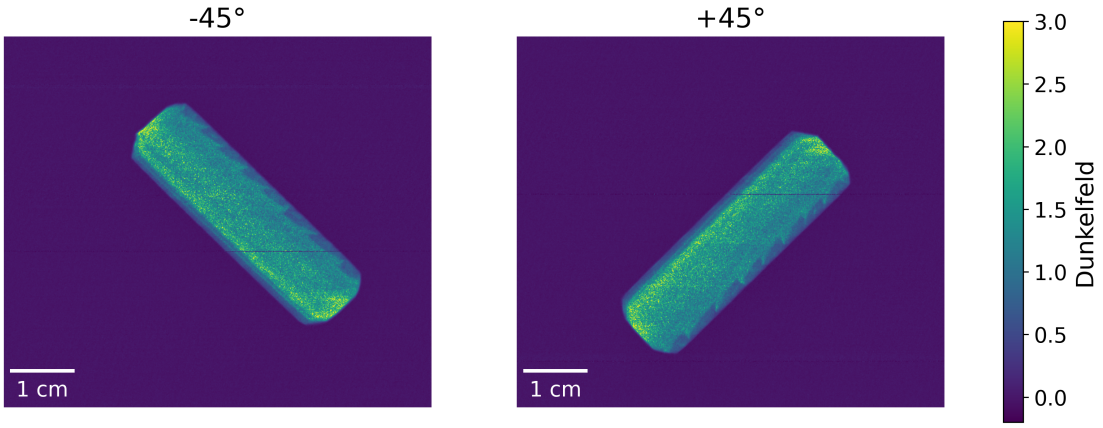


Abbildung 22: Dunkelfeldaufnahmen von Probe 5 bei einem Winkel von $-45°$ (links) und $45°$ (rechts) zwischen Probe und Gitter.

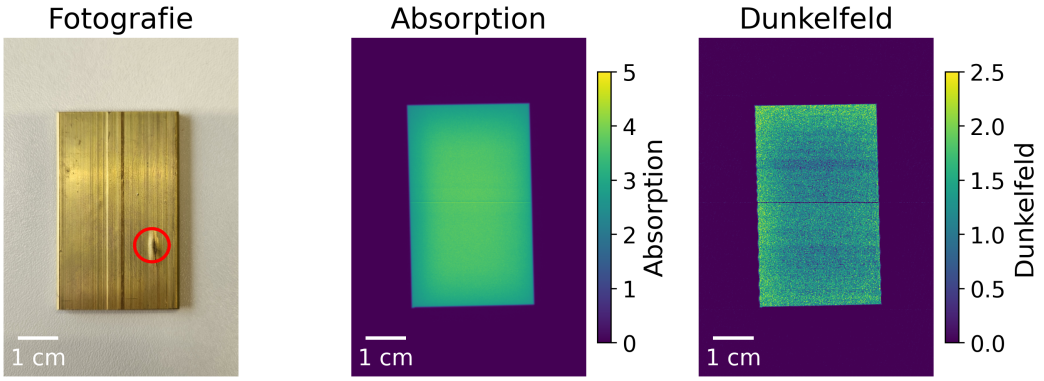


Abbildung 23: Fotografie (links), Transmissionsbild (Mitte) sowie Dunkelfeldbild (rechts) des Defekts in Probe 1. Der rote Kreis in der Fotografie markiert den Lufteinschluss in der Probe. Das Transmissionsbild sowie das Dunkelfeldbild wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV mit Kupferfilter im Strahlengang aufgenommen.

5 Winkelabhängigkeit des Dunkelfeldsignals der Proben

In diesem Kapitel soll der Ordnungsgrad der Mikrostrukturen in den einzelnen Proben untersucht werden. Dafür wird sich die in Unterkapitel 2.6 erklärte Winkelabhängigkeit des Dunkelfeldsignals zunutze gemacht. Die innere Ausrichtung der Mikrostrukturen ist hierbei von Interesse, da diese Auswirkungen auf die Stabilität der Proben haben könnte.

5.1 Aufbau und Methoden

Für die Aufnahmen in diesem Kapitel werden Interferometer B sowie eine Integrationszeit von 50 ms für jeden aufgenommenen Detektorframe gewählt. Die gewählte Beschleunigungsspannung beträgt für die Proben 2, 3, 4 und 6 jeweils 50 kV. Für die Proben 5 und 1 wird aufgrund ihrer starken Absorption eine höhere Beschleunigungsspannung von 60 kV verwendet, wobei bei Probe 1 noch zusätzlich ein Kupferfilter vor der Röntgenröhre platziert wird. Als Detektor wird der energieintegrierende ShadoScan-Detektor verwendet.

Um die Winkelabhängigkeit des Dunkelfeldsignals der Proben einzeln zu bestimmen, werden diese jeweils nacheinander auf eine rotierbare Plattform aus PMMA auf dem Scanner-Tisch gelegt (s. Abbildung 24). Anschließend wird für jede Probe eine Aufnahme für die auf der Rotationsplattform eingestellten Winkel ω zwischen $-90°$ und $90°$ in $5°$-Schritten durchgeführt.

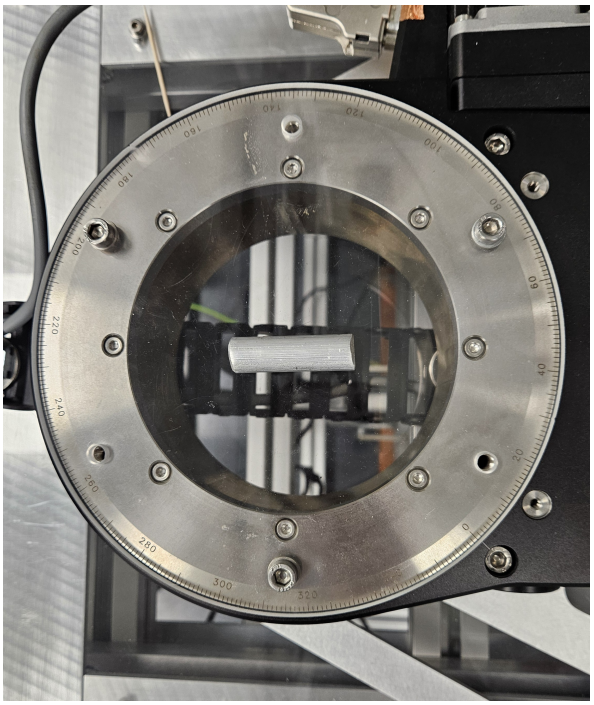


Abbildung 24: Fotografie der im Aufbau eingebauten Rotationsplattform mit einer beispielhaft platzierten Probe. Die Strahlung gelangt nahezu ungehindert durch den mittleren Teil aus PMMA und durch die Probe. Die Platform lässt sich über einen Mikrocontroller steuern und um beliebige Winkel zwischen $0°$ und $360°$ in $1°$-Schritten rotieren.

In jeder der Winkelaufnahmen wird anschließend das Dunkelfeldsignal als Mittelwert einer kreisförmigen Region of Interest (ROI) . Dabei werden alle Pixel, deren Abstand vom gewählten Mittelpunkt kleiner oder gleich dem ebenfalls wählbaren Radius ist, berücksichtigt. In Abbildung 25 sind für eine Aufnahme bei $-90°$ und bei $-45°$ drei verschiedene Mittelwertbereiche, verteilt über die Probe, dargestellt. Diese ROIs werden dann über die Aufnahmen hinweg mit der Probe rotiert, um die Mittelwerte des Dunkelfeldsignals in der Probe in Abhängigkeit vom Rotationswinkel der Probe zu bestimmen.

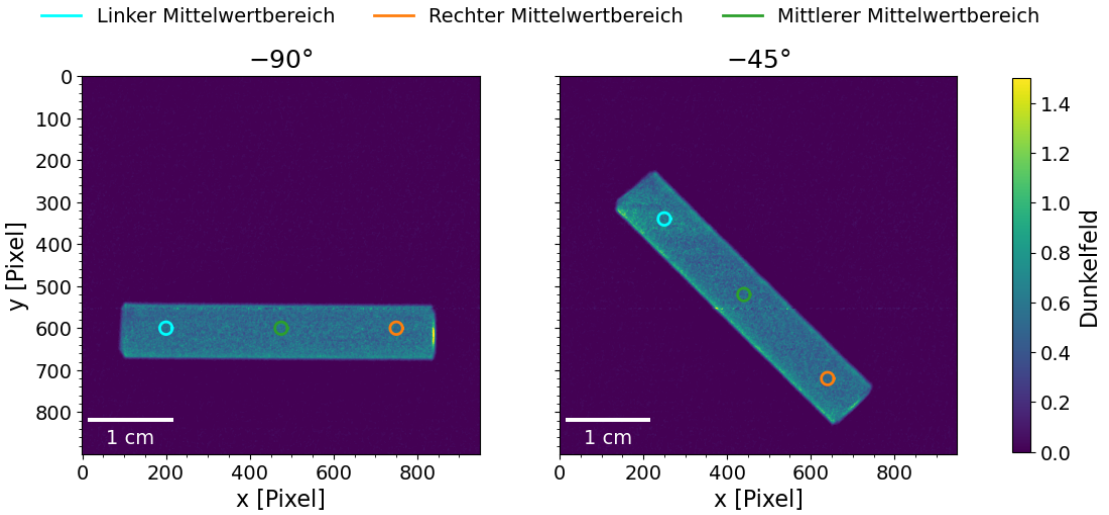


Abbildung 25: Dunkelfeldbild (50 kV) von Probe 2 bei einem Winkel von $-90°$ und $-45°$ relativ zu den Gitterstegen. Die Mittelwertbereiche sind jeweils farblich markiert.

Um eine möglichst genaue Platzierung des Mittelwertbereiches in der Probe zu gewährleisten, wurde eine automatisierte Objekterkennung in jeder Aufnahme durchgeführt. Dafür wird das `python`-Paket OpenCV, ein Open-Source-Bildverarbeitungsprogramm, verwendet. Damit werden die Dunkelfeldwerte im Bild zunächst linear auf einen Wertebereich von 0 bis 255 skaliert. Anschließend wird mithilfe eines Otsu-Thresholding-Algorithmus ein optimaler Schwellenwert für die Binarisierung des Dunkelfeldbildes gefunden (Näheres zum Algorithmus siehe [Ots79]). Binarisierung bedeutet hierbei, dass jeder Pixelwert unter dem gefundenen Schwellenwert auf Null gesetzt wird und jeder darüber auf Eins. Um fehlerhafte Lücken im Objekt, die durch Bildartefakte entstehen, zu entfernen, wird eine morphologische Schließung durchgeführt. Danach wird im binarisierten Bild nach den Konturen des Objekts gesucht. Aus dieser Kontur werden anschließend das minimal umschließende Rechteck, da die Projektion der zylindrischen Probe in die Gitterebene ein Rechteck ist, berechnet und daraus der Mittelpunkt sowie der Rotationswinkel des Rechtecks. Mithilfe des erhaltenen Rotationswinkels können dann, wie später genauer beschrieben, Abweichungen in der Platzierung der Probe auf der Rotationsplattform korrigiert werden. In Abbildung 26 ist ein Beispiel des im skalierten Dunkelfeldbild der Probe detektierten Rechtecks mit Mittelpunkt zu sehen.

Die Mittelwerte des Dunkelfeldsignals werden dann über den zwischen Probe und Gitterstegen eingestellten Winkel aufgetragen. Aus dieser Kurve können durch einen Fit der Gleichung 41 an die Messdaten mit den Fitparametern a, b, ψ der Ordnungsgrad sowie der Vorzugswinkel

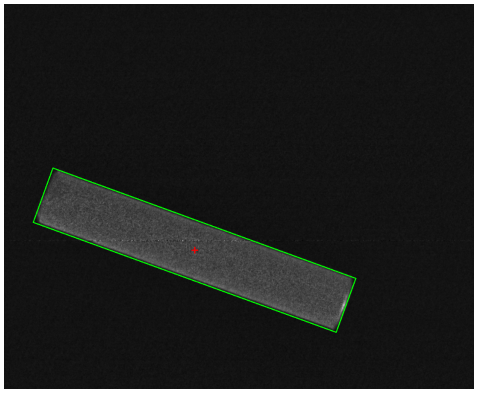


Abbildung 26: Ergebnis der Probendetektion für eine Aufnahme von Probe 2. Das grüne Rechteck markiert die vom Algorithmus detektierte Probe und das rote Kreuz ihr Zentrum.

der Mikrostrukturen in der Probe bestimmt werden.

Zur Durchführung des Fits wird die `python`-Funktion `scipy.optimize.curve_fit` verwendet. Diese verwendet einen Least-Squares-Algorithmus, um die Summe der fehlergewichteten quadratischen Residuen zu minimieren (Näheres dazu s. [Sci24]).

5.2 Messergebnisse und Diskussion

Im Folgenden sollen zunächst Probleme, die durch die Beschaffenheit des Aufbaus entstehen, sowie der Umgang mit diesen erläutert werden. Anschließend werden die Ergebnisse der winkelabhängigen Dunkelfeldbildgebung für die Proben dargestellt und diskutiert.

5.2.1 Durch den Aufbau verursachte Probleme

Um mögliche Inhomogenitäten in den einzelnen Proben zu berücksichtigen, sollte zunächst der mittlere Dunkelfeldwert in drei verschiedenen Bereichen der Probe bestimmt werden. Allerdings weist diese Methode das Problem auf, dass derselbe Bereich in der Probe mit der Rotation der Plattform bei jedem Winkelschritt unterhalb eines leicht anderen Gitterbereichs steht (s. Abbildung 27). Da das Gitter G2 jedoch aus mehreren einzelnen Gittern zusammengesetzt ist, führt diese relative Bewegung der Projektion der Probe in der Gitterebene zu lokalen Unterschieden in der Visibilität und im Dunkelfeld.

Diese lokalen Unterschiede sind bereits in den aufgenommenen Referenzaufnahmen erkennbar. In Abbildung 28 sind die Visibilitätskarte einer Referenzaufnahme bei 50 kV dargestellt sowie die über zwanzig Pixelspalten gemittelte Visibilität. In der Visibilitätskurve rechts sind die Übergänge, an denen die einzelnen Gitter aneinandergereiht wurden, durch starke Einbrüche in der Visibilität auszumachen. Allerdings sind auch innerhalb der einzelnen Gitterabschnitte teils deutliche Gradienten in der Visibilität sichtbar.

Diese Unterschiede haben vermutlich mehrere Gründe. Zum einen bewirkt schon ein kleiner Höhenversatz der einzelnen Gitterabschnitte oder eine geringe Verkippung dieser eine starke Veränderung des lokalen Interferenz, bzw. Moiré-Musters und damit einen Einbruch in der Visibilität. Die stetigen Visibilitätsverläufe innerhalb der Gitterabschnitte können durch

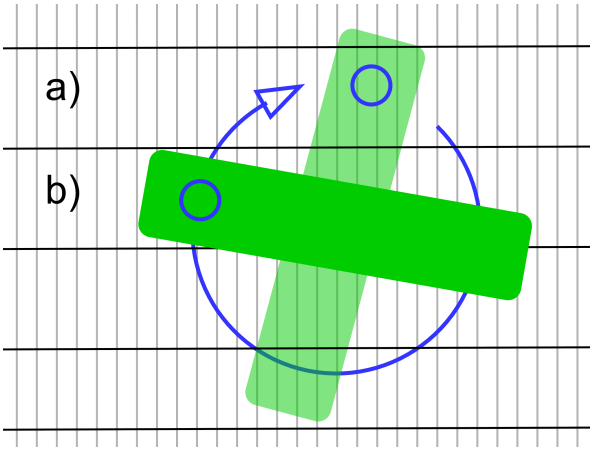


Abbildung 27: Verdeutlichung der Bewegung des Mittelwertbereichs. Der in blau dargestellte Mittelwertbereich (blauer Kreis) wird durch die Rotation der Probe (grüner Zylinder) von Gitterbereich b) in Gitterbereich a) rotiert. Die Gitterübergänge sind durch die schwarzen vertikalen Linien dargestellt.

Verspannungen der Gitter oder ebenfalls durch eine Verkippung entstehen, da sich dadurch der Gitterabstand zwischen G1 und G2 kontinuierlich ändert und damit die Visibilität. Detailliert untersucht wurden diese Visibilitätsgradienten in der Arbeit von Nora Balewski [Bal25]. Die Ursachen für diese Visibilitätsänderung führen dann auch zu Unterschieden im in verschiedenen Gitterbereichen bestimmten Dunkelfeldsignal, da sich durch die Verkippung die Parameter des Aufbaus und damit unter anderem die Korrelationslänge lokal ändern. Zudem reagieren die einzelnen Gitterabschnitte gegebenenfalls auch unterschiedlich auf Variationen im Spektrum der Strahlung, weshalb der Gitterübergangseffekt durch Strahlaufhärtung durch die Probe verstärkt werden kann. Insbesondere ist das Signal-zu-Rausch-Verhältnis an den Gitterübergängen durch die geringe Visibilität niedriger, wodurch die Ergebnisse des Rekonstruktionsfits ungenauer werden. Die genauen Ursachen für die starken Gittereffekte im Dunkelfeldbild sind jedoch nicht bekannt und bedürfen gegebenenfalls weiterer zukünftiger Untersuchung.

Für die Probenaufnahmen bedeutet das, dass an den Stellen der Gitterübergänge und bei starken Visibilitätsänderungen innerhalb der Gitter, Artefakte auftreten, wie in Abbildung 29 zu sehen. Dort ist deutlich zu erkennen, dass in der rechten Aufnahme, bei der die Probe parallel zu den Gitterstäben platziert ist, Dunkelfeldunterschiede senkrecht zu diesen vorhanden sind, die in der $-90°$-Aufnahme nicht zu sehen sind. Für die sehr empfindliche Richtungsabhängigkeit des Dunkelfeldsignals heißt das, dass selbst geringe Bewegungen des Mittelwertbereichs im Vergleich zu den Gitterabschnitten das Ergebnis stark verfälschen können.

Aus diesen Gründen wurde für die Bestimmung der Richtungsabhängigkeit des Dunkelfeldsignals der Mittelwertbereich im Zentrum der Probe gesetzt. Dies bringt den Vorteil, dass sich dieser Bereich der Probe am nächsten am Zentrum der Rotationsplattform befindet und sich somit über die Aufnahmen hinweg am wenigsten gegenüber den Gitterbereichen bewegt. Dennoch kann eine leichte Bewegung des Mittelbereichs nicht verhindert werden, da es schwierig ist, die Probe so zu platzieren, dass der Mittelpunkt der Probe exakt auf der Drehachse liegt. Durch den Vergrößerungseffekt aufgrund der Kegelstrahlgeometrie des Interferometers führen hier bereits leichte Abweichungen in der Platzierung der Probe zu

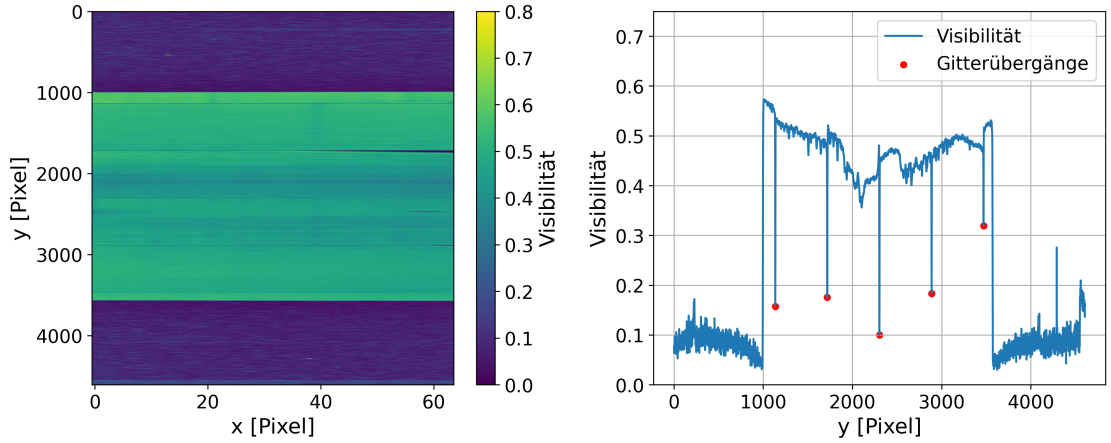


Abbildung 28: Visibilitätsaufnahme bei 50 kV (links) und Mittelwert über 20 Pixelspalten (rechts). Die Gitterübergänge sind bereits in der Referenzaufnahme erkennbar. Die Gitterübergänge sind durch die roten Punkte in der Visibilitätskurve markiert. Der Abfall der Visibilität auf Null unterhalb von 1000 und oberhalb von circa 3500 kommt daher, dass sich dort die Ränder der Rotationsplattform befinden, durch die nahezu keine Strahlung hindurchdringt.

starken Bewegungen relativ zum Gitter. Erschwerend kommt zudem hinzu, dass sich einer der Gitterübergänge zentral im Scanbereich befindet (wie im Visibilitätsplot in Abbildung 28 zu sehen). Deshalb wurde der Bereich von je ±3 Pixeln um diesen Übergang für die Berechnung des mittleren Dunkelfeldwerts vernachlässigt. Ein Nachteil dieser Methodik ist, dass etwaige lokale Unterschiede in der Ausrichtung der Mikrostrukturen nicht erfasst werden können. Es wäre beispielsweise denkbar, dass die Partikel am Mantel der zylindrischen Proben aufgrund des Herstellprozesses eine andere Vorzugsrichtung als diejenigen im Zentrum der Probe nahe der Zylinderachse aufweisen.

5.2.2 Fehlerbetrachtung

Die Fehlerbalken in den folgenden Ergebnisplots für die einzelnen Proben sind der Standardfehler $\mathrm{se}(\Sigma)$, der sich aus dem Mittelwert des Dunkelfelds in der ROI $\bar{\Sigma}$ und dessen Standardabweichung $\mathrm{std}(\Sigma)$ ergibt zu:

$$\mathrm{se}(\Sigma) = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^{N} (\Sigma_i - \bar{\Sigma})^2} = \frac{\mathrm{std}(\Sigma)}{\sqrt{N}}, \tag{51}$$

wobei N für die Anzahl der Pixel in der ROI steht.

Um die Qualität der durchgeführten Fits zu überprüfen, wird das Chi-Quadrat χ^2 beziehungsweise das reduzierte Chi-Quadrat χ^2_{red} eingeführt. Dieses wird folgendermaßen definiert [Tay97, S. 268-273]:

$$\chi^2_{\mathrm{red}} = \frac{\chi^2}{n_{\mathrm{dof}}} = \frac{1}{N-p} \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{y_i - f(x_i)}{\sigma_i} \right)^2. \tag{52}$$

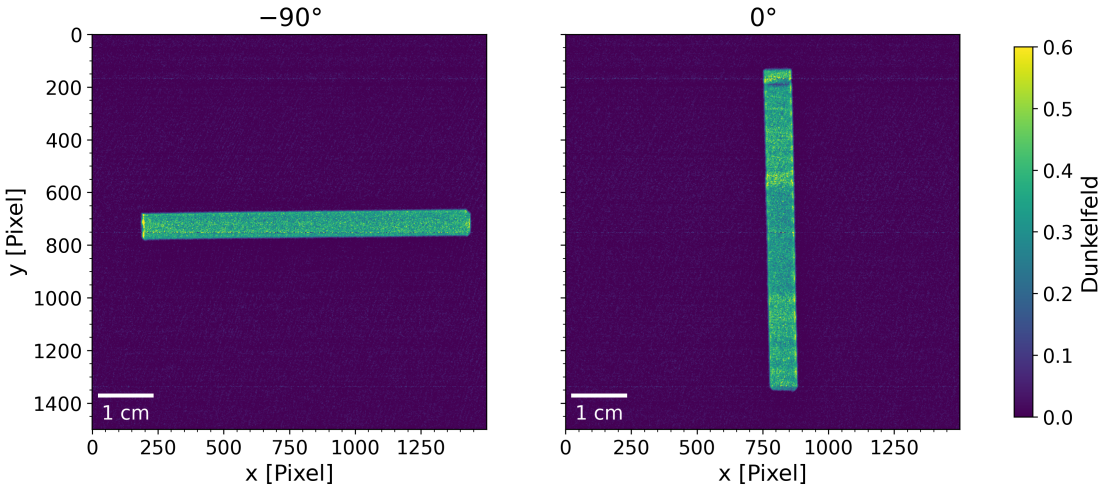


Abbildung 29: Verdeutlichung der Gitterübergangsartefakte in der Probe am Beispiel einer Dunkelfeldaufnahme von Probe 3 bei 50 kV.

Darin ist N die Anzahl der Messpunkte, p die Anzahl der Fitparameter (Freiheitsgrade $n_{\text{dof}} = N - p$) sowie y_i der gemessene Funktionswert des i-ten Messpunkts, $f(x_i)$ der vom Modell vorhergesagte Funktionswert des i-ten Messpunkts und σ_i die Unsicherheit dieses Messpunkts.

Zur Bestimmung der Unsicherheiten der Fitparameter wird die Kovarianzmatrix $\mathbf{C}$ des Fits von `curve_fit` berechnet (für eine genaue Definition von $\mathbf{C}$ siehe [Pre07, S. 790-792]). Diese enthält in den Diagonalelementen die quadrierten Unsicherheiten auf die Fitparameter. Genauer gesagt ist die Standardunsicherheit eines Fitparameters p_j gegeben durch:

$$\delta p_j = \sqrt{C_{jj}}. \tag{53}$$

Um eine realistische Abschätzung auf den Fehler des Fits zu erhalten, werden die Unsicherheiten σ_i der Messwerte zudem so skaliert, dass das reduzierte Chi-Quadrat des Fits gleich eins ist. Dies geschieht unter Verwendung des `curve_fit`-Arguments `absolute_sigma = False`. Dabei wird angenommen, dass die relativen Unsicherheiten der einzelnen Datenpunkte bekannt sind, ihre absolute Skalierung jedoch nicht. Die skalierte Kovarianzmatrix ergibt sich dann zu [Sci24]:

$$\mathbf{C}' = \mathbf{C} \cdot \chi^2_{\text{red}}. \tag{54}$$

Die angegebenen Fehler auf die Fitparameter $\delta p'_j$ beziehen sich dann im Folgenden auf die Wurzel dieser skalierten Kovarianzmatrix:

$$\delta p'_j = \sqrt{C'_{jj}} \tag{55}$$

Dieser Ansatz ist gerechtfertigt, da in der folgenden Analyse das Modell als wahr angenommen und nicht überprüft werden soll. In den Abbildungen zu den Ergebnissen ist zusätzlich das reduzierte Chi-Quadrat angegeben, das unter Verwendung der Standardfehler berechnet wurde.

5.2.3 Ergebnisse für die einzelnen Proben

Im Folgenden sind die detaillierten Ergebnisse der winkelabhängigen Dunkelfeldbildgebung für die einzelnen Proben dargestellt.

Probe 2

Die Ergebnisse für Probe 2 sind in Abbildung 30 links graphisch dargestellt. Der Ordnungsgrad in der Probe ergibt sich dann aus den Fitparametern aus Gleichung 41 zu $OG = (6.4 \pm 0.6)\,\%$, bei einem Vorzugswinkel von $\psi = (86.7 \pm 2.6)°$. Das Ergebnis könnte dafür sprechen, dass die in Probe 2 enthaltenen SiC-Partikel im Mittel eher senkrecht zu den Gitterstegen beziehungsweise zur Zylinderachse der Probe ausgerichtet sind. Eine Skizze dieser Ausrichtung ist auf der rechten Seite in Abbildung 30 dargestellt. Der bestimmte Ordnungsgrad von $(6.4 \pm 0.6)\,\%$ ist dabei vergleichsweise niedrig, weshalb die tatsächliche Orientierung der Partikel entlang der Vorzugsrichtung vermutlich nur sehr schwach ausgeprägt ist. Zum anderen könnte der geringe OG damit begründet sein, dass die Partikel nur eine geringe räumliche Asymmetrie aufweisen und eine Ausrichtung der Partikel nur einen geringen Einfluss auf deren Projektion auf die Gitterebene besitzt. Diese Vermutung stützt sich auch auf das REM-Bild der SiC-Partikel in Abbildung 16.

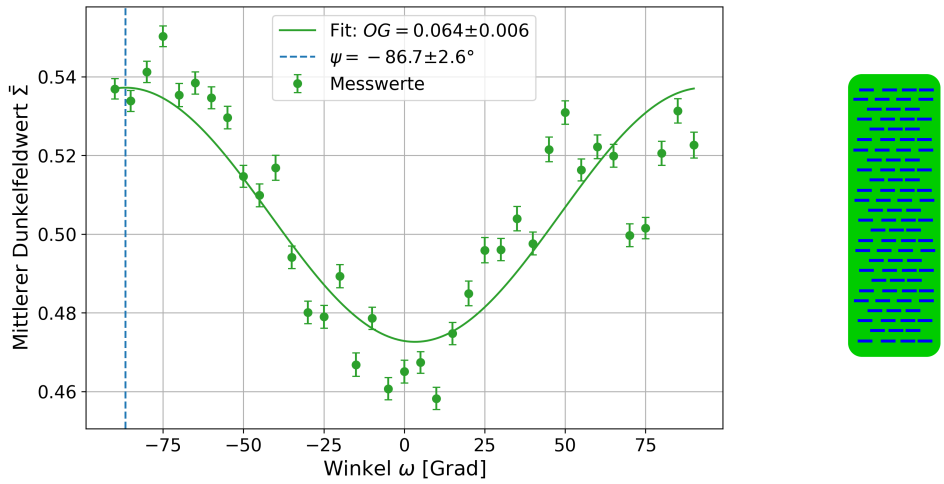


Abbildung 30: Ergebnisse der richtungsabhängigen Dunkelfeldbildgebung von Probe 2 ($r = 20\,\text{Pixel}, \chi^2_{\text{red}} = 18.5$). Links sind die mittleren Dunkelfeldwerte in Abhängigkeit vom Winkel aufgetragen, mit der gefitteten Richtungsabhängigkeit des Dunkelfelds. In Blau gestrichelt markiert ist der aus dem Fit erhaltene Orientierungswinkel der Mikrostrukturen relativ zu den Gitterstegen. Rechts ist eine Skizze der Probe abgebildet, bei der die bevorzugte Ausrichtung der Partikel in Blau eingezeichnet ist.

Probe 3

Die Ergebnisse für Probe 3 sind in Abbildung 31 dargestellt. Der Fit ergibt für diese Probe ebenfalls einen geringen Ordnungsgrad von $OG = (7.8 \pm 0.7)\,\%$. Der bestimmte Vorzugswinkel der Probe beträgt $\psi = (89.3 \pm 2.8)°$. Auch hier könnte das bedeuten, dass die Partikel in

der Probe vermutlich im Mittel eher eine Vorzugsorientierung senkrecht zur Zylinderachse besitzen, wie in der Skizze rechts in Abbildung 31 veranschaulicht. Wie in Probe 2 ist es wahrscheinlich, dass die Asymmetrie der Partikel nicht hoch genug ist, damit eine Ausrichtung stark ins Gewicht fallen würde. Dies wird ebenfalls in Abbildung 16 ersichtlich.

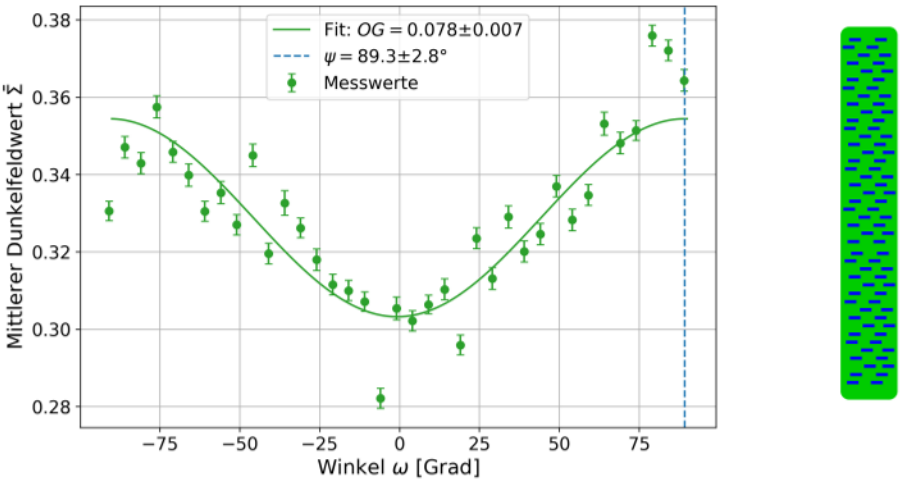


Abbildung 31: Ergebnisse der richtungsabhängigen Dunkelfeldbildgebung von Probe 3 ($r = 15\,\text{Pixel}, \chi^2_{\text{red}} = 14.2$). Links: Mittlerer Dunkelfeldwert über Winkel. Rechts: Skizze der Ausrichtung der Partikel in der Probe.

Probe 4

In Abbildung 32 sind die Ergebnisse für Probe 4 abgebildet. Wie zu erkennen ist, lässt sich in den Messergebnissen für diese Probe keine eindeutige Partikelorientierung ausmachen, da die Dunkelfeldwerte sehr stark streuen. Dass hier keine eindeutige Vorzugrichtung erkennbar ist, könnte ebenfalls an der Geometrie der Partikel liegen. In Probe 4 sind im Gegensatz zu Probe 2 und 3 keine SiC-Partikel, sondern B_4C-Partikel eingebettet, die vermutlich, wie beim Vergleich von Abbildung 16 und Abbildung 17 erkennbar, eine noch höhere Rotationssymmetrie aufweisen.

Probe 5

Die Ergebnisse für Probe 5 sind in Abbildung 33 dargestellt. Auch hier konnte aus den Messdaten keine eindeutige Partikelorientierung festgestellt werden. Wie bei Probe 4 könnte das entweder bedeuten, dass die in Probe 5 enthaltenen Partikel eine zu hohe Rotationssymmetrie besitzen, oder dass die Partikel keine bevorzugte Orientierung innerhalb der Probe besitzen.

[redacted] Der starke Abfall der Dunkelfeldwerte ab einem Winkel von 50° hängt damit zusammen, dass Probe 5 bei den Aufnahmen nicht ganz mittig auf der Rotationsachse platziert wurde und somit der Mittelwertbereich an dieser Stelle in einen Gitterbereich mit einem generell niedrigeren Dunkelfeldwert übergeht. In Schwarz sind die Messwerte ab 50° noch einmal aufgetragen, wobei der aus der Differenz des Dunkelfelds in einer im oberen und einer

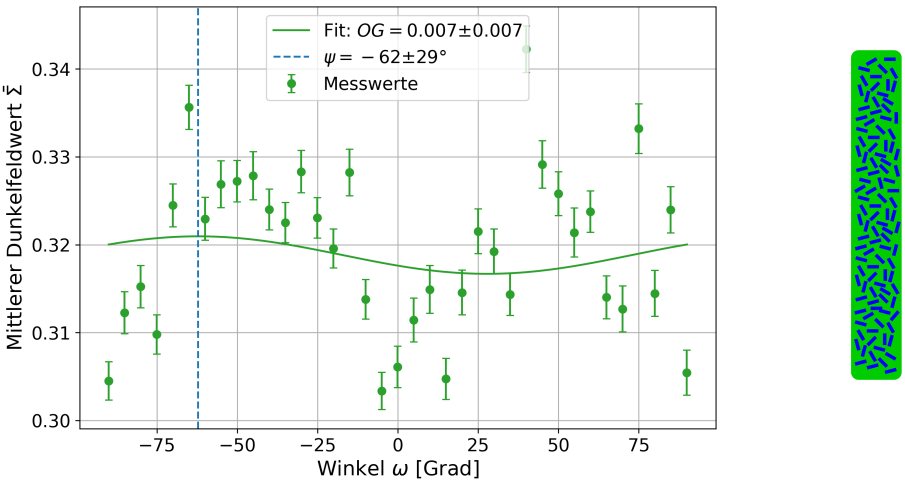


Abbildung 32: Ergebnisse der richtungsabhängigen Dunkelfeldbildgebung von Probe 4 ($r = 15\,\text{Pixel}, \chi^2_{\text{red}} = 14.6$). Links: Mittlerer Dunkelfeldwert über Winkel. Rechts: Skizze der Ausrichtung der Partikel in der Probe.

im unteren Gitterbereich bestimmten ROI addiert wurde. Für den Fit wurden dann ebenfalls diese Offset-korrigierten Messwerte verwendet.

Ein Grund für den stark verrauschten Verlauf der mittleren Dunkelfeldwerte könnten potenzielle Inhomogenitäten innerhalb dieser Probe darstellen. Diese sind wie bereits in Kapitel 4 erwähnt in den Dunkelfeldaufnahmen sichtbar.

Probe 6

Die Ergebnisse der richtungsabhängigen Dunkelfeldbildgebung für Probe 6 sind in Abbildung 34 dargestellt. Bei dieser Probe wurde ein Ordnungsgrad von $OG = (19.0 \pm 0.7)\,\%$ mit einem Vorzugswinkel von $\psi = (-2.1 \pm 1.0)°$ festgestellt. Dies lässt vermuten, dass die in dieser Probe enthaltenen Kohlenstofffasern im Mittel eher parallel zur Zylinderachse der Probe ausgerichtet sind. Der im Vergleich zu den Proben 2 und 3 höhere Ordnungsgrad liegt sehr wahrscheinlich an der Geometrie der Mikrostrukturen. Die Kohlenstofffasern besitzen eine längliche faserige Geometrie und sind damit asymmetrischer bezüglich einer Rotation als die Partikel in den anderen Proben. Dies wird ebenfalls in Abbildung 18 ersichtlich.

Probe 1

Die Ergebnisse für Probe 1 sind, wie später noch diskutiert wird, mit hoher Unsicherheit behaftet und wenig aussagekräftig. In Abbildung 35 sind die ermittelten winkelabhängigen Dunkelfeldwerte für Probe 1 dargestellt. Es ergibt sich aus dem Fit ein Ordnungsgrad von $OG = (14.2 \pm 0.7)\,\%$ und ein Vorzugswinkel von $\psi = (87.1 \pm 1.4)°$. Bei dieser Probe beziehen sich die angegebenen Winkel jeweils auf den Winkel zwischen der längsten Kante der quaderförmigen Probe und den Gitterstegen.

Dieses Ergebnis ist besonders erstaunlich, da dieser Kupferlegierung eigentlich keine zusätzlichen Mikrostrukturen hinzugefügt wurden. Die Richtungsabhängigkeit muss also andere Ursachen besitzen. Als Grund für die Richtungsabhängigkeit könnte der Aufbau der Legierung in

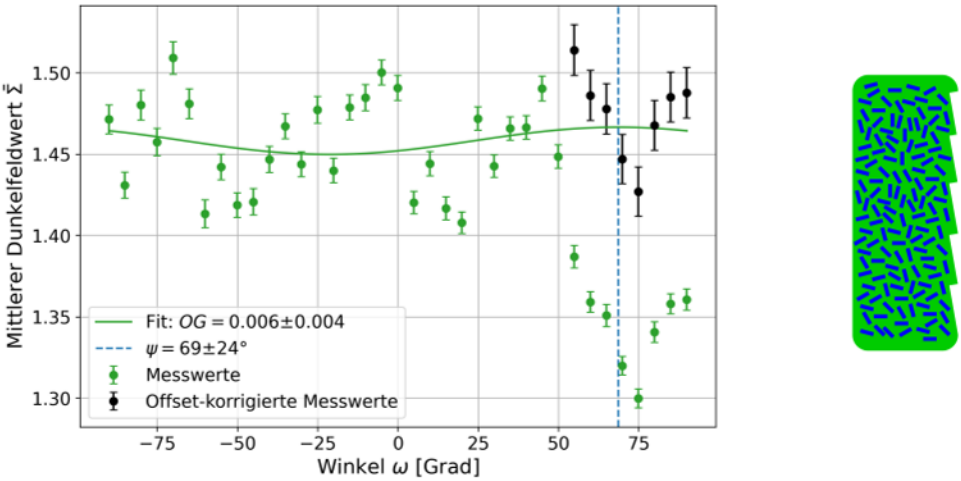


Abbildung 33: Ergebnisse der richtungsabhängigen Dunkelfeldbildgebung von Probe 5 ($r = 25\,\text{Pixel}, \chi^2_{\text{red}} = 37.6$). Links: Mittlerer Dunkelfeldwert über Winkel. Rechts: Skizze der Ausrichtung der Partikel in der Probe.

Kombination mit dem Herstellungsprozess infrage kommen. [redacted]

[redacted]

5.2.4 Diskussion der Ergebnisse

Einer der Gründe, warum die winkelabhängigen Dunkelfeldwerte nicht exakt auf der Kosinuskurve aus der Theorie in Gleichung 41 liegen, könnte die geringe Messstatistik sein. Dafür ausschlaggebend ist das hohe Absorptionsvermögen der Proben. Um zu bestimmen, welcher Anteil der auf die Probe treffenden Strahlung diese durchdringt, kann im Absorptionsbild analog zum vorherigen Versuchsteil ein mittlerer Absorptionswert in einer bestimmten ROI in der Probe bestimmt werden. Aus diesem Absorptionswert $\bar{\Gamma}$ kann dann durch Umstellen von Gleichung 32 der transmittierte Anteil I_{trans} berechnet werden:

$$I_{\text{trans}} = \exp(-\Gamma). \tag{56}$$

Die Ergebnisse dieser Rechnung für die Proben sind in Tabelle 3 dargestellt. Wie zu erkennen, liegt die transmittierte Intensität für alle Proben unter 25 %. Die Proben 3 und 4 absorbieren am wenigsten Strahlung aufgrund ihres geringeren Durchmessers (s. Tabelle 2), während

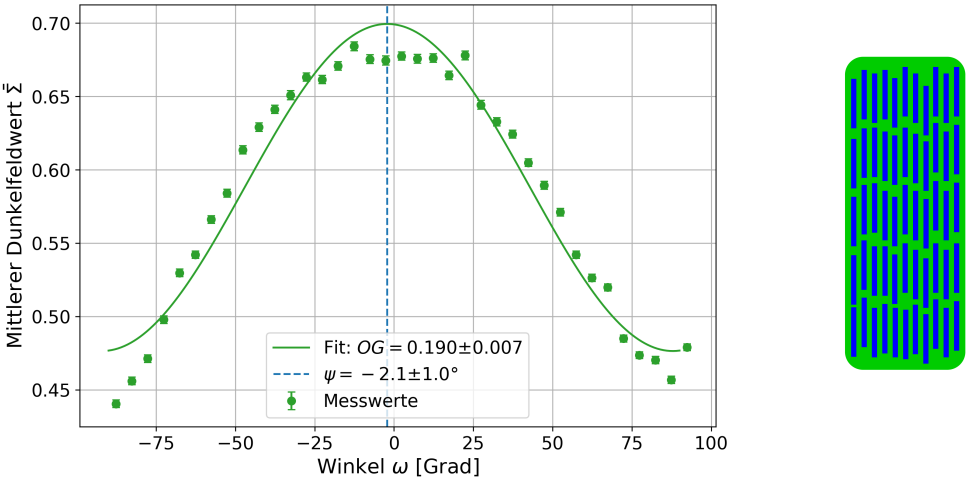


Abbildung 34: Ergebnisse der richtungsabhängigen Dunkelfeldbildgebung von Probe 6 ($r = 25\,\text{Pixel}, \chi^2_{\text{red}} = 40.6$). Links: Mittlerer Dunkelfeldwert über Winkel. Rechts: Skizze der Ausrichtung der Partikel in der Probe.

Proben 2, 5 und 6 aufgrund ihres höheren Durchmessers mehr Strahlung absorbieren. Probe 5 absorbiert hierbei trotz der höheren Beschleunigungsspannung von 60 kV mehr Strahlung als Probe 6 bei fast gleichem Durchmesser, was vermutlich auf die höhere Absorption der in Probe 5 enthaltenen Partikel zurückzuführen ist. Probe 1 hingegen absorbiert trotz der geringen Dicke und der höheren verwendeten Beschleunigungsspannung von ebenfalls 60 kV einen Großteil der Strahlung, weshalb nur etwa ein Prozent der auf die Probe treffenden Strahlung diese durchdringt. Der Grund dafür liegt in der Zusammensetzung der Probe aus Cu und Zn, die beide einen deutlich höheren Schwächungskoeffizienten besitzen als Aluminium (Aluminum: $\mu/\rho = 1.13\,\text{cm}^2/\text{g}$, Kupfer: $\mu/\rho = 10.9\,\text{cm}^2/\text{g}$, Zink: $\mu/\rho = 12.1\,\text{cm}^2/\text{g}$ bei Photonenenergien von 30 keV nach [HS96]).

Probe	Mittlere Absorption $\bar{\Gamma}$	Transmittierte Intensität I_{trans} [%]
1	4.555 ± 0.001	1.051 ± 0.001
2	1.799 ± 0.001	16.55 ± 0.02
3	1.515 ± 0.001	21.97 ± 0.02
4	1.467 ± 0.002	23.06 ± 0.04
5	2.210 ± 0.001	10.97 ± 0.01
6	2.124 ± 0.001	11.96 ± 0.01

Tabelle 3: Mittlere Absorption $\bar{\Gamma}$ und transmittierte Intensität I_{trans} in Prozent für die Proben 1 bis 6 aus den Absorptionsbildern. Für die Aufnahmen wurde für die Proben 2, 3, 4 und 6 eine Beschleunigungsspannung von 50 kV gewählt und für Proben 5 und 1 jeweils 60 kV. Zusätzlich wurde bei der Aufnahme für Probe 1 ein 0.2 mm-Kupferfilter verwendet. Die angegebenen Fehler beziehen sich auf den Standardfehler auf den Mittelwert in der gewählten ROI ($r = 15\,\text{Pixel}$).

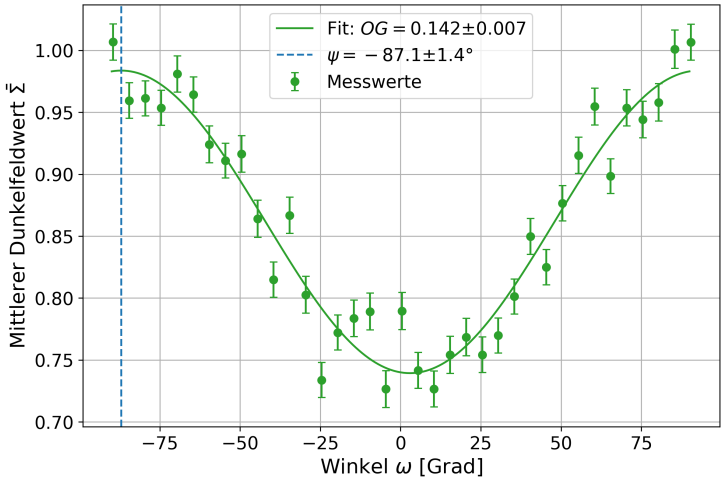


Abbildung 35: Ergebnisse der richtungsabhängigen Dunkelfeldbildgebung von Probe 1 ($r = 25\,\text{Pixel}, \chi^2_{\text{red}} = 2.9$).

Aus diesem Grund ist die Aussagekraft der Ergebnisse zumindest für Probe 1 stark eingeschränkt. Diese hohe Absorption könnte auch für die hohen gemessenen Dunkelfeldwerte in Probe 1 ausschlaggebend sein, da durch die mit der Absorption in Zusammenhang stehende Strahlaufhärtung, wie in Unterkapitel 2.8 beschrieben, ein künstliches Dunkelfeldsignal entsteht. Eine geringere Messstatistik schränkt jedoch in jedem Fall die Aussagekraft der phase-stepping-Fitergebnisse ein, da dann störendes Rauschen einen noch größeren Effekt auf das Signal hat. Dies ist besonders deutlich in der phase-stepping-Kurve von Probe 1 in Abbildung 37 zu sehen. Aufgrund der geringen Statistik ist der theoretisch sinusförmige Verlauf nahezu nicht mehr erkennbar.

Um die Messstatistik in diesem Versuch zu erhöhen, wäre es zukunftig denkbar, deutlich längere Integrationszeiten zu wählen, was jedoch zum einen aufgrund des limitierten Rahmens dieser Arbeit und der Datenmenge nicht realisiert werden konnte. Zum anderen ist die im verwendeten Aufbau maximal einstellbare Integrationszeit durch die minimale Geschwindigkeit des Scanner-Tisches limitiert und könnte deshalb nicht sehr stark erhöht werden. Zudem würden noch höhere Beschleunigungsspannungen und damit einhergehende Photonenenergien die Absorption durch die Proben reduzieren. Diese Möglichkeit kam jedoch für den verwendeten Aufbau nicht in Frage, da das Interferometer auf eine Beschleunigungsspannung von 40 kV optimiert wurde und eine weitere Erhöhung der Beschleunigungsspannung zu starken Einbüßen bei der Visibilität führen würde. Eine weitere Möglichkeit zur Erhöhung der Messstatistik wäre es, jeweils 2×2 Detektorpixel für die Auswertung zusammenzufassen. Dadurch könnten langsamere Scan-Geschwindigkeiten und damit höhere Integrationszeiten verwendet werden. Ein Nachteil dieser Methode wäre jedoch, dass zum einen die Ortsauflösung der Aufnahmen abnimmt und zum anderen nur noch halb so viele phase-steps für den phase-stepping-Fit zur Verfügung stehen würden.

Durch das hohe Absorptionsvermögen aller Proben ist es auch für die anderen Proben denkbar, dass ein Teil des gemessenen Dunkelfeldsignals nicht durch die in den Proben enthaltenen Mikrostrukturen, sondern durch Strahlaufhärtung entsteht. Dies führt zu einem positiven



Offset im Dunkelfeldsignal und damit zu einer künstlichen Erhöhung des Nenners in der Definition des Ordnungsgrads in Gleichung 42. Dadurch könnte der tatsächliche Ordnungsgrad der Mikrostrukturen höher sein als der hier angegebene. Eine Verbesserung der Ergebnisse könnte hier durch die ebenfalls in Unterkapitel 2.8 beschriebene Korrektur erreicht werden, die jedoch in diesem Teil der Arbeit aufgrund der begrenzten Bearbeitungszeit nicht mehr durchgeführt werden konnte. Die später in Kapitel 7 bestimmten Korrekturwerte können hier nicht übernommen werden, da diese bei anderen Beschleunigungsspannungen bestimmt werden. Zudem wäre die dadurch erwartbare Verbesserung im Vergleich zu den angegebenen Unsicherheiten auf den Ordnungsgrad ohnehin nur geringfügig.

Ein weiterer Grund für Abweichungen liegt in der Geometrie der Proben selbst. Die zylindrische Form der Proben 2 bis 5 ist für die in dieser Arbeit durchgeführten Arbeiten unvorteilhaft. Da sowohl die Absorption der Probe als auch das Dunkelfeldsignal von der transmittierten Dicke abhängen, führen Unterschiede in der Dicke bei der Berechnung des Mittelwerts über einen ausgedehnten Probenbereich zu systematischen Fehlern. Genauer gesagt, folgt die durchstrahlte Probendicke $\kappa(l)$ mit dem Radius der Probe r, in einem Abstand l vom Mittelpunkt dem Zusammenhang:

$$\kappa(l) = 2\sqrt{r^2 - l^2}. \tag{57}$$

Bei der Probe mit dem geringsten Durchmesser, Probe 3, wurde eine ROI mit einem Radius von 30 % des Probenradius gewählt, sodass an deren Rand noch ca. 95.4 % des vollen Durchmessers durchstrahlt werden. Obwohl durch die automatisierte Detektion des Mittelpunkts in der Probe versucht wurde, den Einfluss dieser Dickenunterschiede zu reduzieren, lässt sich nicht ausschließen, dass leichte Abweichungen in der Platzierung der Mittelwertbereiche zu geringen Variationen in der transmittierten Probendicke und dadurch zu Fehlern im bestimmten Dunkelfeld geführt haben. Das bedeutet, dass die Geometrie der Proben zwar einen Einfluss

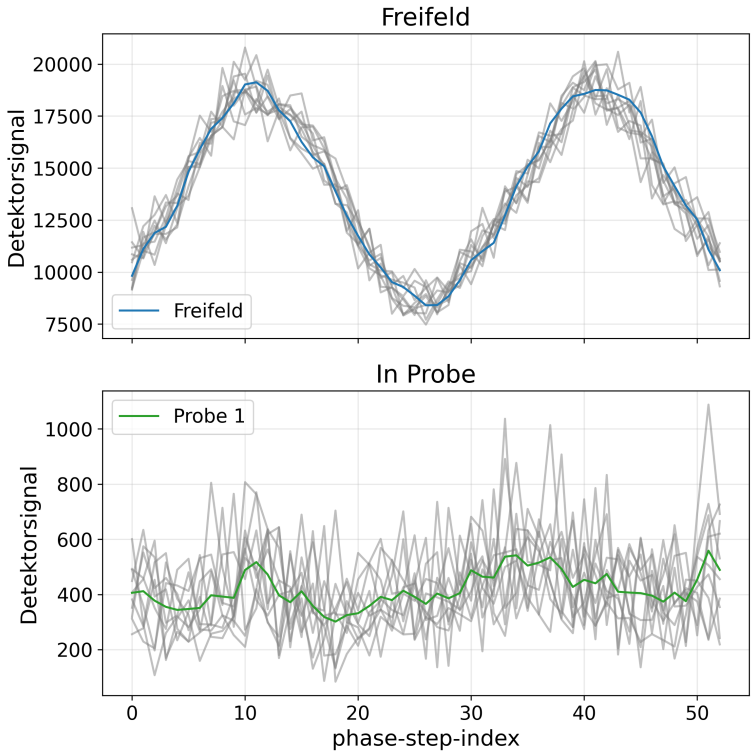


Abbildung 37: Phase-stepping-Kurve für eine 0°-Aufnahme von Probe 1 im Freifeld als auch in der Probe. In grau sind jeweils 10 phase-stepping-Kurven von 10 benachbarten Bildpixeln aufgetragen und farbig jeweils der Mittelwert dieser.

auf die Ergebnisse hat, dieser vermutlich jedoch eher gering ausfällt. Aus diesem Grund wären Proben mit einer über einen größeren Bereich gleichbleibenden Dicke für Untersuchungen der enthaltenen Mikrostrukturen besser geeignet. Der Einfluss von Dickeunterschieden könnte auch durch eine Division der Dunkelfeldbilder durch das Absorptionsbild reduziert werden. Da dies jedoch zu noch stärker verrauschten Bildern führte, wurde darauf in dieser Arbeit verzichtet.

Eine weitere Fehlerquelle betrifft die Homogenität der Proben. Sofern die Mikrostrukturen in den einzelnen Proben nicht homogen verteilt sind, beeinflusst dies auch die gemessenen Dunkelfeldwerte, da auch dann kleine Unterschiede in der Platzierung der ROI für die Mittelwertbildung die Ergebnisse verfälschen würden. Dies scheint besonders bei Probe 5 der Fall zu sein, was auch den verrauschten Verlauf der Datenpunkte erklären könnte. Bei den anderen Proben scheint die Verteilung der Strukturen innerhalb der Probe jedoch weitgehend homogen zu sein.

Wie zuvor erwähnt, kann aufgrund der Wahl von nur einer ROI in der Probe keine Aussage über örtliche Unterschiede in der Vorzugsrichtung der Mikrostrukturen getroffen werden. Aufgrund des Herstellungsprozesses sollten sich die in den Proben enthaltenen Mikrostrukturen gemäß der Firma die die Proben zur Verfügung gestellt hat in der Mitte der Probe anders orientieren als am Rand der Probe. Dies lässt sich durch die Hydrodynamik des bei der Herstellung flüssigen Probenmaterials begründen. Aufgrund der rechtwinkligen Umleitung des Materials durch die Matrize erwartet man im Inneren der Probe eine Ausrichtung der Partikel senkrecht

zur Pulverfließrichtung und an den Rändern eine Ausrichtung eher parallel zu dieser. Dies geschieht, da die Fließgeschwindigkeit der Flüssigkeit im Zentrum höher ist und die Partikel zu den Rändern der Probe hin eine Drehung erfahren. Um dies zu überprüfen, könnten zukünftig Mikroskopaufnahmen an Querschnitten der Proben durchgeführt werden. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen bedeutet das, dass die bestimmte Orientierung der Partikel nur ein Mittelwert über den durch die ROI gewählten Probendurchschnitt ist. Da die Dunkelfeldbilder eine Projektion der Probe auf die Detektorebene darstellen, entsteht das Dunkelfeld in der ROI sowohl durch die senkrecht ausgerichteten Partikel in der Mitte der Probe als auch durch die parallel ausgerichteten am Rand. Die Unterschiede in der Richtung der mittleren Ausrichtung der Partikel zwischen Probe 2 und 3 zu Probe 6 könnte durch den unterschiedlichen Durchmesser und damit unterschiedlichen Randeffekten zusammenhängen. Um die örtliche Orientierung der Verstärkungspartikel also genauer zu untersuchen, könnte ein Zerschneiden der Proben in Rand- und Mittelteil hilfreich sein, was jedoch dem Zweck der zerstörungsfreien Prüfung widersprechen würde.

Zusätzlich war es wie zuvor beschrieben nicht möglich, die Probe exakt auf dem Mittelpunkt der Rotationsachse zu platzieren, sodass eine leichte Bewegung des Mittelwertbereichs relativ zu den Gittern nicht verhindert werden konnte. Dies führt zu zusätzlichen Schwankungen in den gemessenen Dunkelfeldwerten. Zudem ist der exakte Ausgangswinkel der Probe nicht exakt auf $-90°$ einstellbar, da die Proben von Hand auf der Drehachse möglichst parallel zur Scan-Richtung platziert wurden. Diese Fehlerquelle wurde teilweise dadurch korrigiert, indem die Abweichung der von der Objektdetektion bestimmten Rotationswinkel zu den theoretischen Winkeln zu diesen addiert wurde. Es wird dabei zu jedem Winkel die mittlere Abweichung anstelle der absoluten Abweichung jedes einzelnen Winkels addiert, da die Präzision des Rotationsmotors für die hier durchgeführte Auswertung hoch genug ist, weshalb der dadurch verursachte Fehler vermutlich geringer als der der Objekterkennung ist, und der Abstand zwischen den einzelnen Datenpunkten somit sehr genau bei $5°$ liegen sollte.

Die auf den Vorzugswinkel und Ordnungsgrad angegebenen Unsicherheiten beziehen sich wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben nur auf die Unsicherheit des Fits an die Datenpunkte. Die anderen in diesem Abschnitt erwähnten Fehlerquellen sind hierbei noch nicht explizit berücksichtigt und müssen bei der Interpretation der Ergebnisse beachtet werden. Die ausnahmslos sehr hohen χ^2_{red}-Werte der Fits sprechen ebenfalls dafür, dass die in den Plots dargestellten Fehlerbalken, die sich aus dem Standardfehler des mittleren Dunkelfelds in der ROI ergeben, zu niedrig sind und den realen Fehler deutlich unterschätzen. Das im Vergleich zu den anderen Fits niedrigere χ^2_{red} für den Fit an die Daten von Probe 1 kommt vermutlich dadurch zustande, dass der Standardfehler hier aufgrund der schlechten Statistik wesentlich größer als bei den anderen Proben ist. Eine bessere Aussage über die Unsicherheit könnte getroffen werden, wenn das Experiment mehrfach unter denselben Bedingungen wiederholt würde und dann die Standardabweichung der einzelnen Messungen als Fehler angenommen würde.

6 Bestimmung der Korrelationslängen des Aufbaus

Um die Strukturgrößenbestimmung über eine Variation der Korrelationslänge durchführen zu können, müssen zunächst die mit dem Aufbau erreichbaren Korrelationslängen bestimmt werden. Da die Korrelationslänge zum einen über eine Veränderung des Probe-G1-Abstands und zum anderen über eine Selektion der Strahlungsenergie variiert werden soll, ist in diesem Kapitel der Prozess zur Bestimmung der Korrelationslängen für beide Versionen beschrieben.

Wie in Unterkapitel 2.7 beschrieben, lässt sich die Korrelationslänge für polychromatische Quellen über das gewichtete Mittel in Gleichung 44 bestimmen. Das Energiedepositionsspektrum $I(E)$ wird mit dem energieauflösenden Timepix-Detektor in 1 keV-Schritten aufgenommen (im Folgenden bezieht sich die Bezeichnung einer Energie von $E = x\,\mathrm{keV}$ auf Energien $x \leq E < x + 1\,\mathrm{keV}$). Da im Sensormaterial Cadmiumtellurid bis zu Energien von 300 keV der Photoeffekt die Abschwächung von Photonen dominiert [Ber+10], sollte die gemessene deponierte Energie in guter Näherung der tatsächlichen Photonenenergie entsprechen. Dies gilt auch für Gadoliniumoxidsulfid, das Sensormaterial des ShadoScan-Detektors, weshalb die im Folgenden mit den Ergebnissen des Timepix-Detektors berechneten Korrelationslängen auch für den ShadoScan-Detektor gelten sollten. Die Beschleunigungsspannung beträgt wie bei den späteren Objektaufnahmen 60 kV und vor der Quelle ist ein Kupferfilter mit einer Dicke von 0.2 mm angebracht. Die beiden Spektren sind in Abbildung 38 dargestellt.

Die Schwellenenergie des Detektors liegt bei 5 keV, weshalb unterhalb dieser Energie keine Strahlung gemessen wird. Der scharfe Peak bei 5 keV lässt sich vermutlich auf Schwellenwertartefakte und den Einfluss von Streustrahlung zurückführen. Die schwächer ausgeprägten Peaks bei ca. 12 keV und bei ca. 20 keV sind vermutlich durch die Fluoreszenzlinien des Gittermaterials Gold (L_α-Übergang bei 9.71 keV und L_β-Übergang bei 11.44 keV [Nat05]) sowie des Sensormaterials Cadmiumtellurid ($K_{\alpha 1/2}$-Übergänge von Cadmium bei 23.17 keV und22.98 keV [Nat05]) zu erklären. Das bedeutet, dass bei diesen Energien Hüllenelektronen des jeweiligen Materials herausgeschlagen werden und eine Leerstelle in der Hülle hinterlassen wird. Diese Leerstelle wird dann durch ein Elektron aus einer höheren Schale aufgefüllt, wobei die Energiedifferenz als Photon emittiert wird. In der Datenerfassung mit dem Timepix-Detektor wird dabei der Fluoreszenzpeak des Sensormaterials bereits weitgehend korrigiert, kann jedoch nicht vollständig aus dem Spektrum entfernt werden. Die leichte Abweichung der Position der Fluoreszenzpeaks von den theoretisch erwarteten Energien hängt vermutlich mit der begrenzten Energieauflösung des Timepix-Detektors zusammen. Das Maximum der Spektren beider Interferometer liegt bei einer Photonenenergie von ca. 38 keV, wonach ein starker Abfall der Detektorcounts zu beobachten ist.

Um die energieabhängige Referenzvisibilität zu bestimmen, werden für beide Interferometer Referenzaufnahmen (ebenfalls bei 60 kV und mit Kupferfilter) durchgeführt und die Visibilität als Mittelwert über einen bestimmten Detektorbereich in 1 keV-Energieschritten bestimmt (s. Abbildung 39). Die daraus erhaltene Visibilitätskurve ist in Abbildung 40 dargestellt. Der hier erkennbare steile Anstieg der Visibilität ab Photonenenergien von ca. 52 keV für Interferometer A und 54 keV für Interferometer B ist unphysikalisch. Er kommt zustande durch einen starken Abfall der Intensität, wie auch im Spektrum in Abbildung 38 zu sehen ist. Durch eine sehr geringe mittlere Intensität $\hat{I}$ der Phase-Stepping-Kurve liefert der Fit keine sinnvollen Ergebnisse mehr, und V wird wie in Gleichung 39 erkennbar künstlich erhöht. Deshalb wird die tatsächliche maximale Visibilität in Interferometer A für Photonenenergien

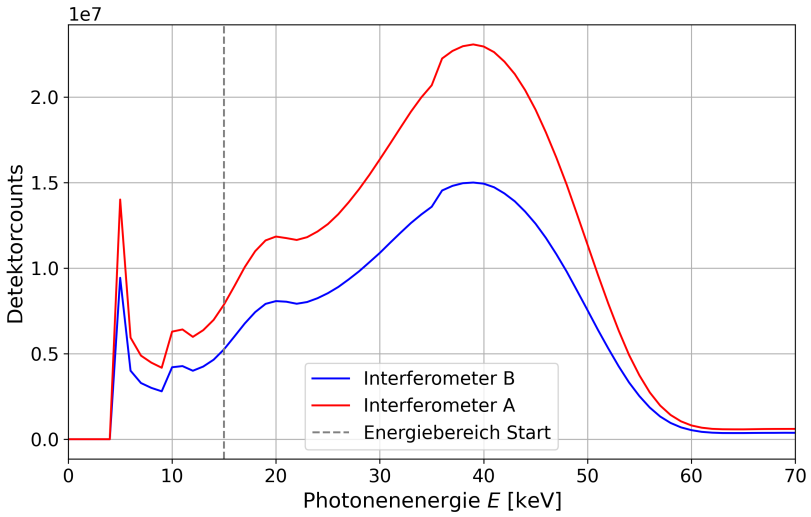


Abbildung 38: Die mit dem Timepix-Detektor aufgenommenen Spektren der beiden Interferometer ohne Probe im Strahlengang bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV und eingebautem Kupferfilter. Hierbei wurden für jeden Datenpunkt die Counts in 1 keV breiten Energieintervallen aufsummiert.

von 27 bis 28 keV und bei Interferometer B für Energien von 29 bis 30 keV erreicht. Anhand dieser Visibilitätskurve ist ebenfalls ersichtlich, dass mit Interferometer B eine wesentlich höhere Visibilität von bis zu 42 % erreicht werden kann, während die maximal erreichbare Visibilität für Interferometer A bei 14 % liegt.

Die Energieabhängigkeit der monochromatischen Korrelationslänge kann über den bekannten Zusammenhang:

$$E = h\frac{c}{\lambda}, \tag{58}$$

mit dem Planckschen Wirkungsquantum h und der Lichtgeschwindigkeit c, eingesetzt in Gleichung 43, formuliert werden.

Da sowohl die Visibilitätskurve als auch das Intensitätsspektrum aufgrund des Messprozesses in diskreter Form vorliegen, wird das Integral in Gleichung 44 durch eine Summe ersetzt, sodass die mittlere Korrelationslänge $\langle\xi\rangle$ gegeben ist durch:

$$\langle\xi\rangle = \frac{\sum_{E_1}^{E_2} I(E)V(E)\frac{hc}{E}\frac{d_\mathrm{T}}{p_\mathrm{T}}\left(1-\frac{d_\mathrm{P}}{d_1}\right)}{\sum_{E_1}^{E_2} I(E)V(E)}. \tag{59}$$

Hierbei ist d_T der Abstand zwischen G1 und G2, p_T die Periode von G2, d_P der Abstand zwischen Objekt und G1 sowie d_1 der Abstand zwischen G0 und G1.

Für die Aufnahmen mit dem ShadoScan-Detektor wird in Gleichung 59 der jeweils eingestellte Abstand zwischen Objekt und G1 d_P eingesetzt und die Summe über den Energiebereich von $E_1 = 15\,\mathrm{keV}$ bis $E_2 = 52\,\mathrm{keV}$ für Interferometer A und $E_2 = 54\,\mathrm{keV}$ für Interferometer B ausgeführt. Die untere Grenze wird hierbei so gewählt, da die Strahlung unterhalb 15 keV hauptsächlich absorbiert wird und der dennoch im Spektrum registrierte Anteil hauptsächlich

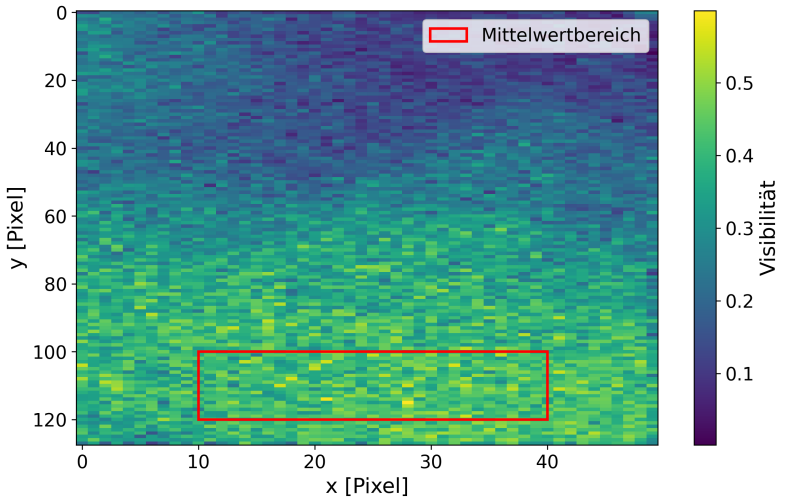


Abbildung 39: Visibilitätskarte eines einzelnen Timepix3-Detektors des Timepix-Detektorarrays für den Energiebereich 30 bis 31 keV und Interferometer B. In Rot markiert ist der Bereich, in dem für jeden Energie-Bin der Mittelwert gebildet wurde.

aus Streustrahlung des Aufbaus besteht. Die obere Energiegrenze wird so gewählt, da oberhalb der jeweiligen Energie die Referenzvisibilität aufgrund der vorher genannten Gründe nicht mehr zuverlässig bestimmt werden kann. Für die Aufnahmen mit dem Timepix-Detektor wird die Summe nur für den jeweiligen Energiebereich ausgeführt, in dem die Daten erfasst werden, also beispielsweise von $E_1 = 15\,\mathrm{keV}$ bis einschließlich $E_2 = 19\,\mathrm{keV}$ und fortlaufend in 5 keV-Schritten.

Die auf diese Weise bestimmten Korrelationslängen sind in Tabelle 4 für die ShadoScan-Aufnahmen und in Tabelle 5 für die Timepix-Aufnahmen aufgelistet.

Probenabstand d_P [mm]	$\langle\xi\rangle_\mathrm{A}$ [µm]	$\langle\xi\rangle_\mathrm{B}$ [µm]
223 ± 2	1.835 ± 0.027	1.159 ± 0.017
173 ± 2	2.072 ± 0.030	1.312 ± 0.019
123 ± 2	2.309 ± 0.033	1.466 ± 0.021
73 ± 2	2.546 ± 0.037	1.620 ± 0.023

Tabelle 4: Bestimmte mittlere Korrelationslängen $\langle\xi\rangle$ der Interferometer A und B in Abhängigkeit vom Probenabstand d_P für die ShadoScan-Aufnahmen. Für die Berechnung der monochromatischen Korrelationslänge nach Gleichung 43 wurde eine Energieauflösung von $\pm 2\,\mathrm{keV}$ angenommen.

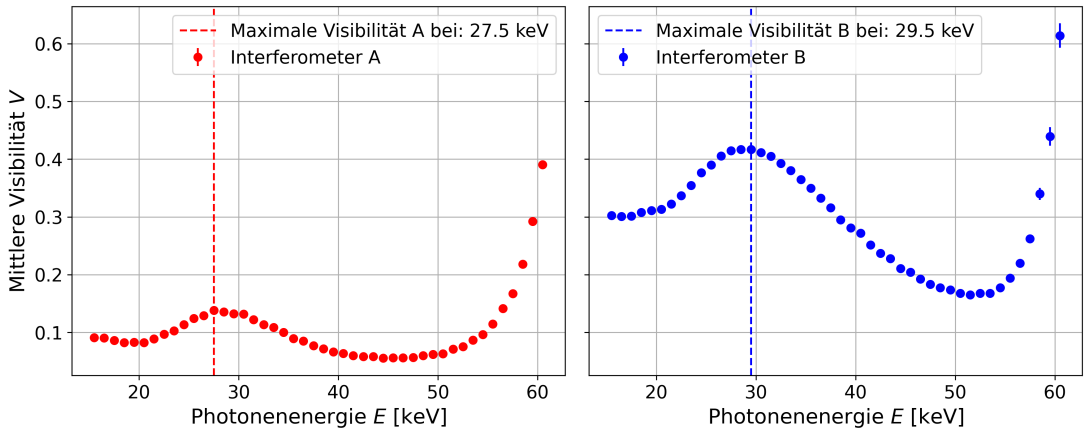


Abbildung 40: Visibilitätskurve in Abhängigkeit von der Photonenenergie für beide Interferometer (Interferometer A links, Interferometer B rechts). Die Datenpunkte liegen hier auf den Bin-Mittelpunkten.

Energiebereich [keV]	Mittlere Korrelationslänge $\langle\xi\rangle$ [µm]
$15-19$	2.59 ± 0.14
$20-24$	2.02 ± 0.08
$25-29$	1.64 ± 0.05
$30-34$	1.38 ± 0.04
$35-39$	1.20 ± 0.03
$40-44$	1.06 ± 0.02
$45-49$	0.95 ± 0.02
$50-54$	0.86 ± 0.02

Tabelle 5: Energieabhängige mittlere Korrelationslängen $\langle\xi\rangle$ für die einzelnen Energiebins des Timepix-Detektors.Für die Berechnung der monochromatischen Korrelationslänge nach Gleichung 43 wurde ebenfalls eine Energieauflösung von $\pm 2\,\mathrm{keV}$ angenommen. Für die Aufnahmen mit dem Timepix-Detektor wurde ein Probenabstand von $(123 \pm 2)\,\mathrm{mm}$ gewählt.

7 Durchführung der Strahlaufhärtungskorrektur

Um das rein durch die Mikrostrukturen in den Proben verursachte Dunkelfeldsignal zu bestimmen, wird für diese die in Unterkapitel 2.8 beschriebene Strahlaufhärtungskorrektur durchgeführt. Dazu wird zunächst das Spektrum der Strahlung nach dem Durchgang durch die jeweilige Probe bestimmt, indem diese direkt über dem Fokuspunkt der Quelle im minimalen Abstand zu diesem platziert wird und mit dem Timepix-Detektor ein Energiedepositionsspektrum aufgenommen wird. Die Spektren der einzelnen Proben sind in Abbildung 41 dargestellt. Wie zu erkennen ist, wird durch die Proben im Strahlengang sowohl die Intensität der durchkommenden Strahlung verringert als auch der Schwerpunkt des Spektrums durch die in Abschnitt 2.3.2 beschriebene Strahlaufhärtung hin zu höheren Energien verschoben.

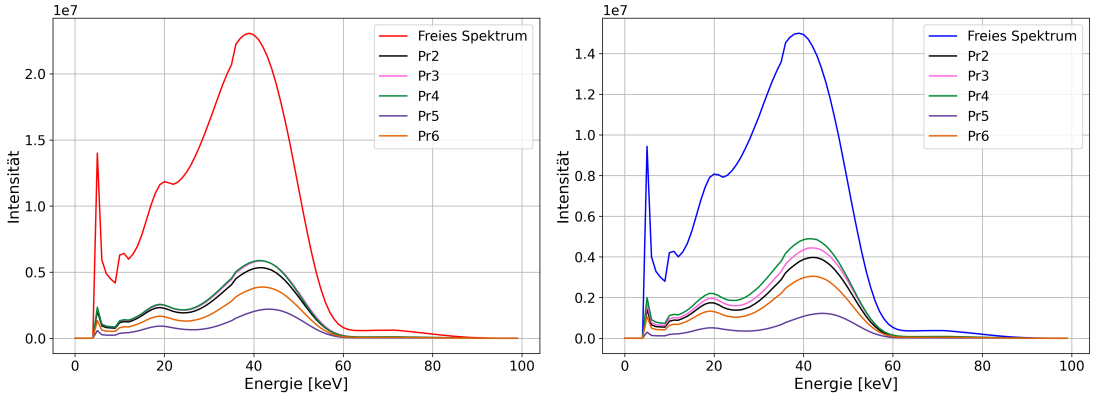


Abbildung 41: Spektren für Interferometer A (links) und Interferometer B (rechts), jeweils ohne Probe im Strahlengang und mit den Proben 2-6 im Strahlengang.

Aus den Spektren und mithilfe der in Kapitel 6 bestimmten Visibilitätskurve kann nun das Strahlaufhärtungssignal Σ_{BH} näherungsweise berechnet werden. Dieses ergibt sich nach dem erneuten Ersetzen des Integrals durch eine diskrete Summe zu:

$$\Sigma_{\mathrm{BH}} = -\ln\left(\frac{\sum_{E_1}^{E_2} V(E)I(E)}{\sum_{E_1}^{E_2} I(E)} \cdot \left(\frac{\sum_{E_1}^{E_2} V(E)I_0(E)}{\sum_{E_1}^{E_2} I_0(E)}\right)^{-1}\right). \tag{60}$$

Hierbei ist $I(E)$ das Intensitätsspektrum der Strahlung nach dem Probendurchgang und $I_0(E)$ das Intensitätsspektrum einer Referenzaufnahme ohne Probe. Für die Shado-Scan-Aufnahmen werden dann wieder $E_1 = 15\,\mathrm{keV}$ und $E_2 = 54\,\mathrm{keV}$ gesetzt und für die Timepix-Aufnahmen den einzelnen Energiebins entsprechend von $E_1 = 15\,\mathrm{keV}$ bis $50\,\mathrm{keV}$ mit jeweils $E_2 = E_1 + 4\,\mathrm{keV}$.

So ergeben sich für die Shado-Scan-Aufnahmen die in Tabelle 6 dargestellten Ergebnisse. Der bestimmte Fehler auf Σ_{BH} ergibt sich hier nur aus dem fortgepflanzten Standardfehler auf die Visibilität in Abhängigkeit der Energie und ist dementsprechend sehr klein (Größenordnung 10^{-4}) und wurde deshalb in der Tabelle weggelassen. Der tatsächliche Fehler bei der Korrektur ist vermutlich wesentlich höher, da zum einen die begrenzte Energieauflösung des Timepix-Detektors vernachlässigt wurde. Zum anderen sind die Spektren mit den einzelnen Proben im Strahlengang fehlerbelastet, da nicht genau sichergestellt werden konnte, dass die Probe

genau über dem Fokuspunkt der Quelle platziert wurde. Um den Einfluss dieser Fehlerquelle zu minimieren, wurden zwar mehrere Spektren mit leicht unterschiedlichen Positionierungen der Probe vor dem Fokus durchgeführt, jedoch kann nicht ausgeschlossen werden, dass die Quellenstrahlung nicht exakt durch die Mitte der Probe und somit deren vollen Durchmesser durchstrahlt.

Probe	Σ_{BH} (Interferometer A)	Σ_{BH} (Interferometer B)
2	0.052	0.064
3	0.052	0.061
4	0.049	0.050
5	0.087	0.106
6	0.063	0.064

Tabelle 6: Aus den Spektren berechnete Strahlaufhärtungs-Dunkelfeldwerte Σ_{BH} für die Proben 2 bis 6 an Interferometer A und Interferometer B.

Die Ergebnisse der Strahlaufhärtungskorrektur für die Timepix-Aufnahmen sind in Abbildung 42 über der mittleren Binenergie aufgetragen. Wie erkennbar ist, sind die in den einzelnen Energiebins berechneten Strahlaufhärtungs-Dunkelfeldwerte für die Timepix-Aufnahmen im Gegensatz zu denen für die ShadoScan-Aufnahmen vernachlässigbar klein. Dies liegt daran, dass sich die Visibilität innerhalb der schmalen Energiebins nur leicht ändert. Der Verlauf der ermittelten Korrekturwerte entspricht in etwa der Änderung der Visibilität mit der Energie. Damit lässt sich auch der Ausreißer bei 20 bis 24 keV erklären, da sich bei dieser Energie die Visibilität stärker mit der Energie ändert als im benachbarten Energiebin von 25 bis 29 keV. Wie auch für die ShadoScan-Aufnahmen sind die Korrekturwerte für Probe 5 aufgrund der hohen Absorption am größten.

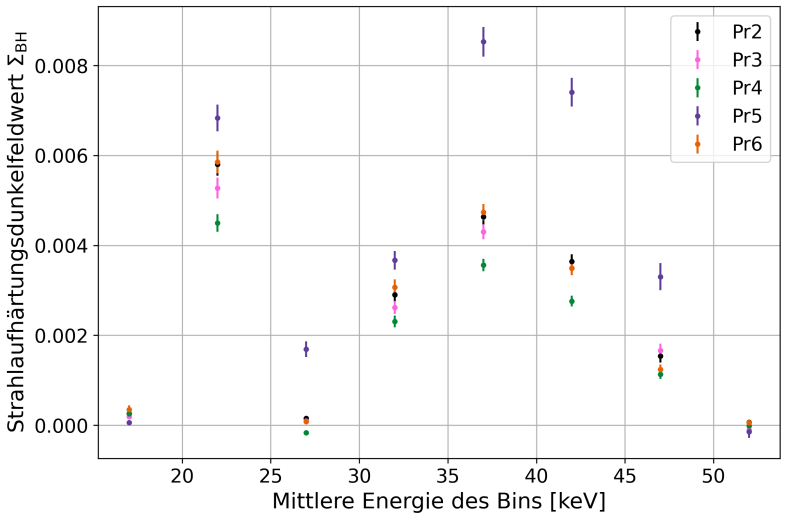


Abbildung 42: Bestimmte Strahlaufhärtungs-Dunkelfeldwerte in Abhängigkeit der mittleren Binenergie für die Timepix-Aufnahmen.

8 Strukturgrößenbestimmung mit energieintegrierendem ShadoScan-Detektor

In diesem Kapitel sollen die Größen der Mikrostrukturen in den Partikeln über eine Variation der Korrelationslänge mit dem energieintegrierenden Detektor bestimmt werden.

8.1 Aufbau und Methoden

Für diesen Teil der Arbeit wird erneut der energieintegrierende ShadoScan-Detektor verwendet. Die Proben werden auf dem Probentisch platziert, und es werden für vier verschiedene Höhen Aufnahmen gemacht, welche zugleich mit vier unterschiedlichen Korrelationslängen korrespondieren. Dieser Prozess wird bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV sowohl für Interferometer A als auch für Interferometer B durchgeführt, um insgesamt acht Dunkelfeldwerte je Probe zu erhalten. Zusätzlich ist ein 0.2 mm-Kupferfilter vor der Öffnung der Röntgenröhre angebracht. Außerdem werden die Aufnahmen sowohl für die Ausrichtung von 0° zwischen Probe und Gitterstegen als auch für 90° zwischen diesen durchgeführt, um etwaige Unterschiede in der bestimmten Strukturgröße abhängig von der Orientierung zu untersuchen. Probe 1 wurde in diesem Zusammenhang nicht untersucht, da diese zu viel Strahlung absorbiert.

In jedem Dunkelfeldbild für die verschiedenen Korrelationslängen wird nun wieder ein Mittelwertbereich ausgewählt und in diesem der mittlere Dunkelfeldwert berechnet. Aus den so erhaltenen Dunkelfeldwerten in Abhängigkeit von der Korrelationslänge kann anschließend durch einen Fit von Gleichung 45 mit der sphärischen Näherung aus Gleichung 47 an die Messwerte der Radius der Mikrostrukturen bestimmt werden. Um r als einzigen Fitparameter in der Gleichung zu belassen, müssen noch der von den Streukörpern eingenommene Volumenanteil ϕ_V, die Schwerpunktwellenlänge des Spektrums λ_0 sowie der Streulängendichtekontrast $\Delta\rho_\mathrm{SLD} = \Delta\mathrm{SLD}$ bestimmt werden.

Der Volumenanteil der Mikrostrukturen $\phi_\mathrm{V} = \frac{V_\mathrm{P}}{V_\mathrm{ges}}$ kann dabei wie folgt aus der Gesamtmassendichte der Probe und den Massendichten der Legierung und des Streukörpermaterials berechnet werden (hierbei stehen die Indizes ges, L und P für die gesamte Probe, die Legierung und die Streukörper):

$$\phi_\mathrm{V} = \frac{\rho_\mathrm{ges} - \rho_\mathrm{L}}{\rho_\mathrm{P} - \rho_\mathrm{L}}. \tag{61}$$

Die Schwerpunktwellenlänge wurde aus dem Intensitätsspektrum $I_0(E)$ berechnet zu:

$$\lambda_0 = \sqrt{\frac{\sum_{E=15\,\mathrm{keV}}^{60\,\mathrm{keV}} I_0(E) \cdot \lambda(E)^2}{\sum_{E=15\,\mathrm{keV}}^{60\,\mathrm{keV}} I_0(E)}} = 41.08\,\mathrm{pm}. \tag{62}$$

Der Fehler aus der Poissonstatistik der Detektorzahlen der einzelnen Energiebins war von Größenordnung 1×10^{-4} pm und wurde deshalb hier vernachlässigt.

Um die Streulängendichten der Legierungen und der Streukörper zu bestimmen, wird der „Neutron activation and scattering calculator“ des NIST Center for Neutron Research und die Schwerpunktwellenlänge eingesetzt [Nat26]. Dieser berechnet die Röntgen-SLD gemäß:

$$\mathrm{SLD} = \frac{\rho_\mathrm{mass} \cdot N_\mathrm{A}}{M} \sum_j n_j \cdot f_j(E). \tag{63}$$

Hierbei ist N_A die Avogadro-Konstante, M die Molmasse der Verbindung oder des Elements, n_j die Anzahl der Atome von Typ j in der Verbindung und f_j der atomare Formfaktor des j-ten Atoms.

Die Ergebnisse dieser Berechnungen sind in Tabelle 7 aufgelistet. Hierbei wurde für EN AW-7075, die Legierung von Proben 2, 3 und 4, die atomare Zusammensetzung nach [Din] verwendet.

Probe	ρ_{ges} [g cm^{-3}]	ρ_L [g cm^{-3}]	ρ_P [g cm^{-3}]	SLD$_L$ [10^{-6} Å^{-2}]	SLD$_P$ [10^{-6} Å^{-2}]
2	2.84	2.81 [Mata]	3.21 [Mate]	22.951	27.208
3	2.82	2.81 [Mata]	3.21 [Mate]	22.951	27.208
4	2.75	2.81 [Mata]	2.50 [Matc]	22.951	19.963
5					
6	2.57	2.70 [Matb]	2.25 [Matd]	22.108	19.074

Tabelle 7: Übersicht der Dichten und berechneten Streulängendichten (SLD) der Legierungen und der Mikrostrukturen für die untersuchten Proben. Die Massendichten der gesamten Proben ρ_{ges} stammen vom von der externen Firma zur Verfügung gestellten Datenblatt. Die Quellen für die Massendichten der Bestandteile sind mit in der Tabelle angegeben.

8.2 Allgemeine Ergebnisse

In diesem Abschnitt sollen zunächst die Ergebnisse allgemein diskutiert werden.

8.2.1 Qualität der Aufnahmen mit Interferometer A

Die mit Interferometer A aufgenommenen Messdaten sind von zu schlechter Qualität, um eine sinnvolle Auswertung zu ermöglichen. Dies liegt vor allem an der niedrigen erreichbaren Visibilität mit der gewählten Beschleunigungsspannung von 60 kV. In Abbildung 43 ist die Visibilitätskarte einer Referenzaufnahme von Interferometer A abgebildet. Wie zu erkennen ist, werden nur geringe Visibilitäten von durchschnittlich 5 % erreicht. Die Visibilität könnte zwar durch eine niedrigere Beschleunigungsspannung verbessert werden, niedrigere Werte als 60 kV waren jedoch aufgrund der hohen Absorption der Proben nicht sinnvoll. Eine bei 40 kV durchgeführte Messreihe wurde aus diesem Grund ebenfalls verworfen.

Diese geringe Visibilität hat ebenfalls Auswirkungen auf die phase-stepping-Kurve von Interferometer A. In Abbildung 44 sind in Grau die zehn phase-stepping-Kurven im Freifeld von zehn nebeneinander in derselben Bildzeile gelegenen Pixeln abgebildet. In Farbe sind die Mittelwerte dieser Pixel dargestellt. Beim Vergleich der Kurven für die beiden Interferometer fällt auf, dass die phase-stepping-Kurve von Interferometer A einen deutlich geringeren Kontrast aufweist als die von Interferometer B. Zudem ist der theoretisch erwartete Kosinusverlauf nach Gleichung 31 wesentlich besser in der Kurve von Interferometer B zu erkennen, weshalb der Fit hier genauere Ergebnisse liefert. Mit einer Probe im Strahlengang wird die Messstatistik noch weiter verschlechtert, sodass die Fit-Ergebnisse von Interferometer A nahezu keine Aussagekraft mehr besitzen.

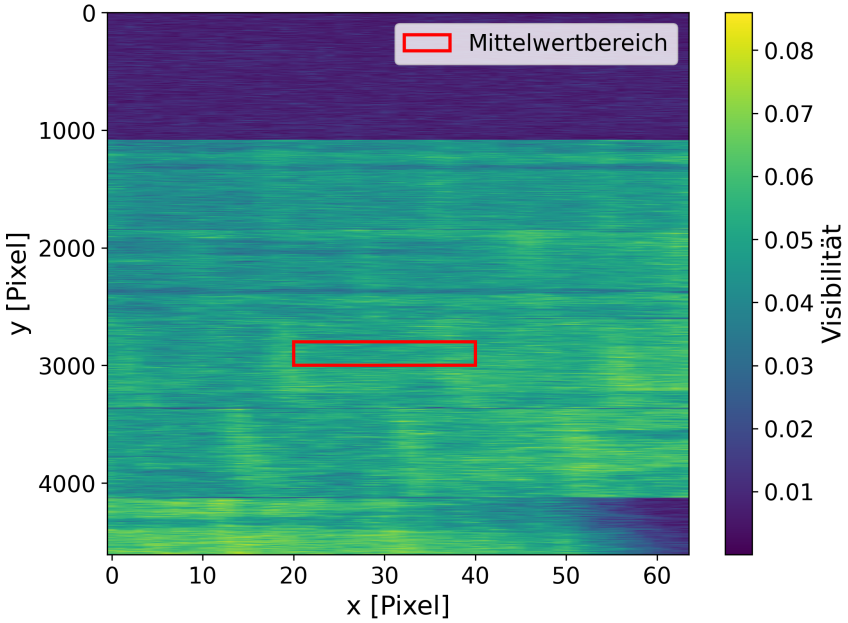


Abbildung 43: Visibilitätskarte einer Referenzaufnahme für Interferometer A bei 60 kV Beschleunigungsspannung. Im Mittelwertbereich (rot markiert) beträgt die mittlere Visibilität gerade einmal 5 %.

Das Kontrast-zu-Rausch-Verhältnis CNR einer Dunkelfeldaufnahme ist folgendermaßen definiert:

$$CNR = \frac{|\bar{\Sigma}_{\mathrm{Obj}} - \bar{\Sigma}_{\mathrm{FF}}|}{\sqrt{\mathrm{std}(\Sigma_{\mathrm{Obj}})^2 + \mathrm{std}(\Sigma_{\mathrm{FF}})^2}}, \tag{64}$$

mit dem mittleren Dunkelfeldwert $\bar{\Sigma}$ im Objekt beziehungsweise im Freifeld und deren Standardabweichungen std(Σ). Das CNR für Interferometer A ist in allen Proben kleiner oder nur knapp größer als 1 während es für die Aufnahmen mit Interferometer B zwischen 3.5 und 5 liegt (s. Tabelle 8). Das belegt ebenfalls, dass die mit Interferometer A aufgenommenen Daten nur eine geringe Aussagekraft besitzen. Die schlechte Qualität der Daten ist auch direkt in den

	Interferometer A		Interferometer B	
Probe	90°	0°	90°	0°
2	1.16 ± 0.04	1.11 ± 0.03	5.0 ± 0.2	4.55 ± 0.02
3	0.8 ± 0.3	1.06 ± 0.08	4.6 ± 0.2	4.32 ± 0.09
4	1.05 ± 0.03	1.11 ± 0.02	4.2 ± 0.2	3.85 ± 0.02
5	0.91 ± 0.04	0.78 ± 0.04	3.59 ± 0.08	3.5 ± 0.2
6	1.06 ± 0.02	1.16 ± 0.04	4.41 ± 0.06	4.55 ± 0.08

Tabelle 8: Mittlere CNR-Werte über die vier Korrelationslängen der Proben 2 bis 6 für beide Interferometer und Orientierungen. Die angegebene Unsicherheit ist der Standardfehler auf den Mittelwert.

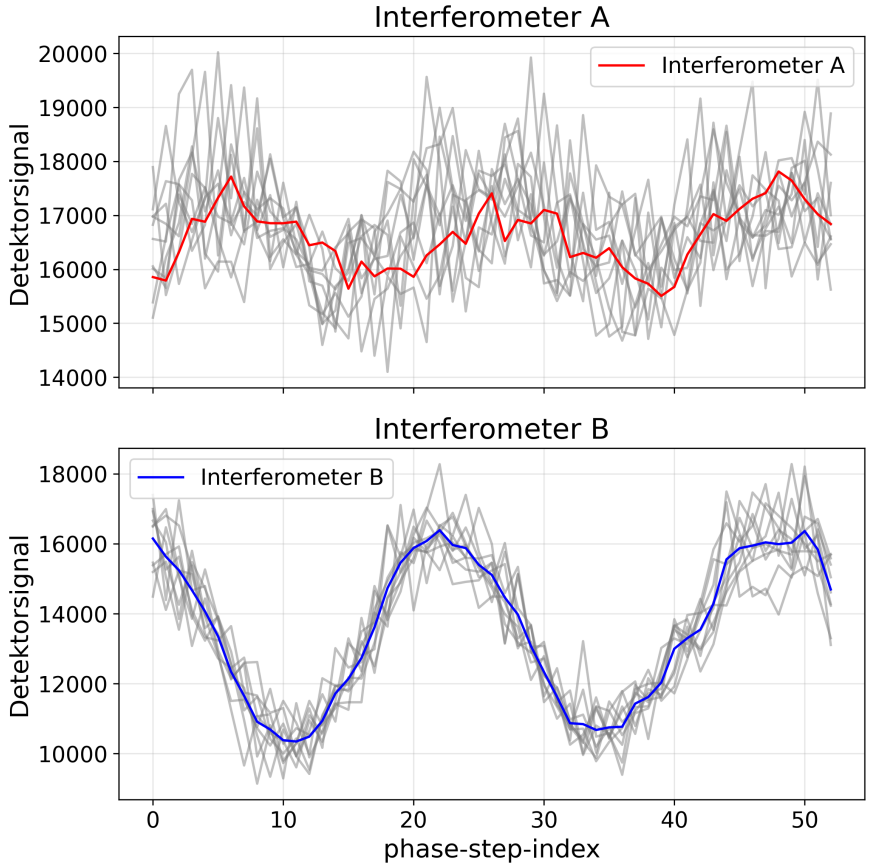


Abbildung 44: Phase-stepping-Kurven im Freifeld für beide Interferometer (oben für Interferometer A, unten für Interferometer B)

Dunkelfeldaufnahmen erkennbar. In Abbildung 45 sind die Dunkelfeldaufnahmen von Probe 2 mit beiden Interferometern gegenübergestellt. Wie zu erkennen ist, ist die Aufnahme mit Interferometer A sehr verrauscht. Die teilweise sehr hohen Dunkelfeldwerte entstehen durch Fitfehler aufgrund der sehr geringen Visibilität und Photonenstatistik, da die phase-stepping Kurve in den Proben nur noch durch Rauschen bestimmt wird.

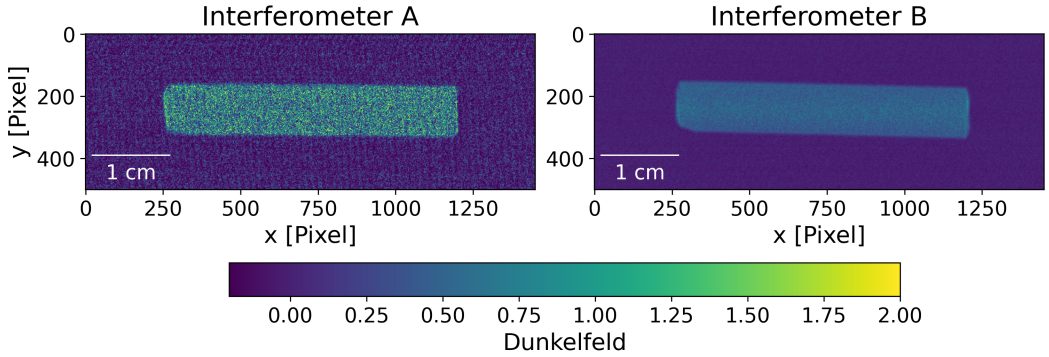


Abbildung 45: Vergleich zweier Probenaufnahmen von Probe 2 mit Interferometer A (links) und Interferometer B (rechts). Die Probe sowie der Hintergrund sind in der Aufnahme mit Interferometer A deutlich verrauschter als in der mit Interferometer B.

In Summe führt die durch die zuvor beschriebenen Gründe verursachte schlechte Qualität der Aufnahmen dazu, dass die Daten nicht für die Strukturgrößenbestimmung verwendbar waren. Dies liegt vor allem an den durch die geringe Visibilität künstlich erhöhten Dunkelfeldwerten, was die quantitative Auswertung der Daten sehr stark erschwert. Konkret bedeutet das, dass für den Fit der Theoriekurve Gleichung 45 an die Messdaten nur vier Datenpunkte für die vier mit Interferometer B erreichten Korrelationslängen zur Verfügung stehen.

8.2.2 Effekte der Gitterübergänge

Wie bereits in Kapitel 5 erläutert, unterscheiden sich auch in Interferometer B verschiedene Gitterbereiche hinsichtlich der erreichten Visibilität und des im jeweiligen Gitterabschnitt gemessenen Dunkelfelds. Da sich durch eine Veränderung des Objekt-G1-Abstands und die Kegelstrahlgeometrie des Aufbaus die Vergrößerung der Probe ändert, ändert sich auch der Gitterbereich, in den das Probenabbild projiziert wird. Dadurch befindet sich derselbe Probenbereich in jeder Höhenaufnahme in einem leicht anderen Gitterbereich und die Änderung des Dunkelfeldsignals wird dadurch verfälscht.

Um diesen Effekt zu kompensieren, wird anstelle desselben Probenbereichs in jeder Aufnahme derselbe Gitterbereich für die Berechnung des Dunkelfeldsignals verwendet. Dies geschieht unter der Annahme, dass die Proben eine ausreichende Homogenität aufweisen und lokale Unterschiede im Dunkelfeldsignal innerhalb der Probe gegenüber den durch die Gitterunterschiede verursachten Dunkelfeldunterschieden vernachlässigbar sind.

Da jedoch die Durchmesser der Proben wesentlich geringer als die Länge der Proben sind, sind die Verschiebungen in den 90°-Aufnahmen über die Gitter hinweg teilweise größer als die Probenausdehnung, weshalb dort nicht immer derselbe Gitterbereich gewählt werden kann.

Um dennoch die Gitterunterschiede zu kompensieren, wurde eine Offset-Korrektur dieser Dunkelfeldwerte durchgeführt. Dabei wird angenommen, dass die unbekannten Fehlerquellen, die zu den in den verschiedenen Gitterabschnitten unterschiedlichen Dunkelfeldern führen, multiplikativ in der Visibilität sind. Für die Korrektur wird zunächst der Unterschied off im Dunkelfeld zwischen den Gitterabschnitten als Differenz der Dunkelfeldwerte in den Bereichen b und c berechnet (siehe Skizze in Abbildung 46):

$$\text{off} = \Sigma(b) - \Sigma(c). \tag{65}$$

Um anschließend den ausrichtungsabhängigen Unterschied im Dunkelfeld zu berücksichtigen, wird der berechnete Offset noch mit dem Skalierungsfaktor scale skaliert:

$$\text{scale} = \frac{\Sigma(a)}{\Sigma(b)}. \tag{66}$$

Der skalierte Offset wird dann, zur Korrektur, vom Dunkelfeldwert im Bereich a abgezogen:

$$\Sigma_{\text{corrected}}(a) = \Sigma(a) - \text{scale} \cdot \text{off}. \tag{67}$$

Der Bereich c wird hierbei so gewählt, dass die Probe in den 0°-Aufnahmen immer in diesem Gitterbereich liegt und deshalb für alle Korrelationslängen derselbe Gitterabschnitt verwendet werden kann. Für den Bereich a wird jeweils der Mittelpunkt der Probe in den 90°-Aufnahmen verwendet, und für b, ein Bereich in der dazugehörigen 0°-Aufnahme in derselben Pixelzeile (entspricht demselben Gitterbereich).

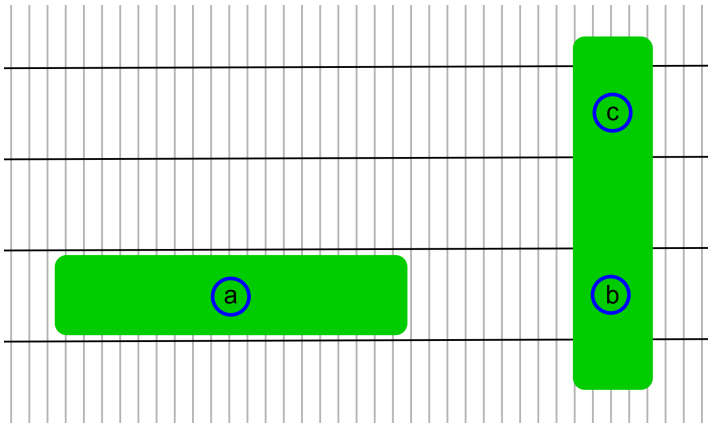


Abbildung 46: Skizze der für die Gitteroffset-Korrektur verwendeten Probenbereiche, hier zur Veranschaulichung in einer Abbildung gezeigt. Probenbereiche a und b befinden sich in derselben Pixelzeile, jedoch für jede Korrelationslänge in einer anderen, abhängig von der Position der Probe in der 90 deg-Aufnahme. Bereich c befindet sich für jede Korrelationslänge in derselben Pixelzeile.

Diese Korrektur bringt den Vorteil, dass die teils starken Auswirkungen der Gitterbereichsunterschiede korrigiert werden können. Allerdings ist die Methode auch anfälliger für Fehler wie Bildartefakte oder statistische Abweichungen, die die aus den korrigierten Dunkelfeldwerten erhaltenen Strukturgrößen zusätzlich mit Fehlern belasten.

8.3 Ergebnisse für die einzelnen Proben

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung für die einzelnen Proben dargestellt. Die bestimmten mittleren Dunkelfeldwerte für beide Orientierungen sind in Abbildung 47 bis Abbildung 51 über den Korrelationslängen aufgetragen und mit den Fits von Gleichung 45 abgebildet. Für die 90°-Ausrichtung sind hierbei sowohl die korrigierten als auch die unkorrigierten Dunkelfeldwerte aufgetragen. Zudem wurde von den Dunkelfeldwerten aller Proben bereits das in Kapitel 7 bestimmte Strahlaufhärtungsdunkelfeld abgezogen. Der in den Plots dargestellte Fehler ist hierbei ebenfalls der Standardfehler des Mittelwerts des Dunkelfelds. Zusätzlich zur Gleichung aus der Theorie wurde für den Fit ein Offsetparameter o addiert, um unbekannte systematische Messfehler zu kompensieren. Die auf die Fitparameter angegebenen Unsicherheiten wurden analog zu dem in Abschnitt 5.2.2 beschriebenen Vorgehen ermittelt.

Wie bereits in den Abbildungen zu erkennen ist, weisen vor allem die Offset-korrigierten Datenpunkte eine große Streuung auf, was vermutlich auf die durch die zusätzliche Korrektur entstehenden Unsicherheiten zurückzuführen ist.

In tabellarischer Form sind die Ergebnisse für die Proben in Tabelle 9 aufgeführt.

Probe	Orientierung	Fitdurchmesser: d_{Fit} [µm]	Fitoffset: o	Theoriegröße: $\tilde{d}_{\mathrm{Th}}$ [µm]
2 (SiC)	0°	2.04 ± 0.08	0.248 ± 0.003	4.5 ± 0.8
	90°	1.84 ± 0.12	0.278 ± 0.07	
3 (SiC)	0°	4 ± 4	0.29 ± 0.02	9.3 ± 1
	90°	4 ± 6	0.30 ± 0.02	
4 (B_4C)	0°	1.36 ± 0.16	0.18 ± 0.02	9.3 ± 1
	90°	1.66 ± 0.16	0.14 ± 0.01	
5 [redacted]	0°	150 ± 6	0.71 ± 0.02	-
	90°	140 ± 12	0.7 ± 0.03	
6 (C-Faser)	0°	1.94 ± 0.06	-0.15 ± 0.01	-
	90°	1.76 ± 0.04	-0.21 ± 0.01	

Tabelle 9: Die Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem ShadoScan-Detektor für die Proben 2 bis 6 und beide Orientierungen. Der Fitdurchmesser ist der doppelte aus dem Fit erhaltene Radius: $d_{\mathrm{Fit}} = 2r_{\mathrm{Fit}}$. Als Theoriegröße ist hier der Median der Korngrößenverteilung nach DIN ISO 8486-2 [Deu12] angegeben, wobei dazu für die Proben 5 und 6 keine genauen Angaben vorlagen. Die angegebenen Unsicherheiten ergeben sich aus der Wurzel des jeweiligen Diagonaleintrags der Kovarianzmatrix des Fits.

Nur für die SiC-Partikel in den Proben 2 (F1000) und 3 (F600) sowie für die B_4C Partikel in Probe 4 (F600) liegen genaue Angaben über die erwartete Größe der Mikrostrukturen vor. Allerdings beschränkt sich die Angabe hier auf den nach DIN ISO 8486-2 [Deu12] definierten Median der Korngrößenverteilung. Zusätzlich wird in der Norm spezifiziert, dass bei mit der Kennung F1000 versehenen Körnern mindestens 95 % der Partikel einen höheren Korndurchmesser als 1 µm und maximal 3 % einen größeren Durchmesser als 10 µm haben dürfen. Für die Kennung mit F600 gilt als analog definierte untere Grenze ein Korndurchmesser von 3 µm und als obere Grenze ein Durchmesser von 19 µm. Der Korndurchmesser ist hierbei ein theoretischer Wert, der über die Sedimentation der Teilchen ermittelt wird. Er bezeichnet den Durchmesser einer Kugel von derselben Dichte wie das Korn, die in einer Flüssigkeit die

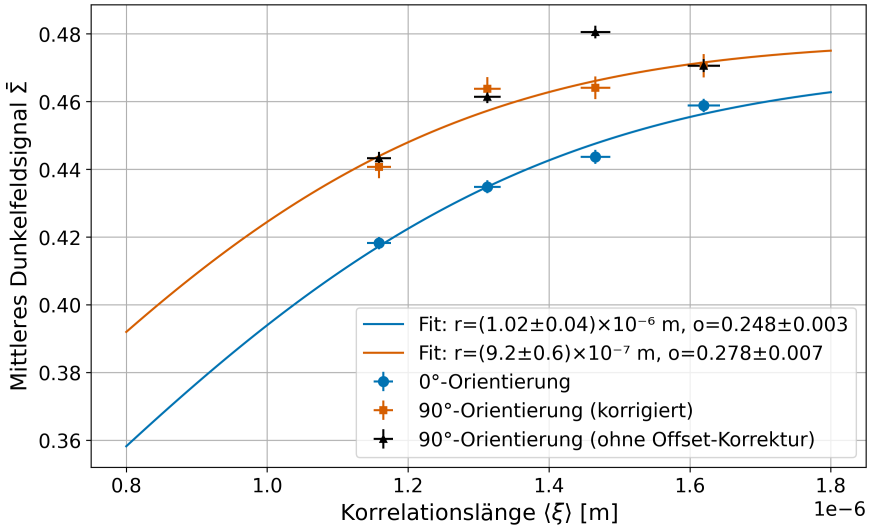


Abbildung 47: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem ShadoScan-Detektor für Probe 2 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 30$ Pixel, Reduziertes Chi-Quadrat χ^2_{red} für die 0°-Orientierung: 2.7, für die 90°-Orientierung: 2.5).

gleiche Sedimentationszeit benötigt [Deu12].

Das bedeutet, dass diese zwei Korngrößen stark genug voneinander abweichen, sodass zumindest eine Unterscheidung der beiden Größen durch die Dunkelfeldstrukturgrößenbestimmung möglich sein sollte. Allerdings wird dieser Unterschied in den Messergebnissen nicht deutlich. Für Probe 2 mit der kleineren Korngröße wurde ein Durchmesser von (2.04 ± 0.08) µm für die 0°-Orientierung beziehungsweise von (1.84 ± 0.12) µm für die 90°-Orientierung bestimmt. Für die größeren Mikrostrukturen in Probe 3 wurde ein Durchmesser von (4 ± 4) µm für die 0°-Orientierung und von (4 ± 6) µm für die 90°-Orientierung bestimmt. Jedoch wurde für die Partikel in Probe 4, die theoretisch ebenfalls größer als in Probe 2 sein sollten, ein kleinerer Durchmesser von (1.36 ± 0.16) µm für die 0°-Orientierung beziehungsweise von (1.66 ± 0.16) µm für die 90°-Orientierung bestimmt.

Die Ergebnisse für Probe 6 lassen vermuten, dass die darin enthaltenen Kohlenstofffasern von derselben Größenordnung wie die in Proben 2, 3 und 4 sind. Allerdings sollten diese Fasern laut dem Hersteller der Proben eher einen Durchmesser von ungefähr 10 µm sowie eine Länge im Verbund von 20 bis 30 µm besitzen. Der für die Partikel in Probe 5 bestimmte Durchmesser ist wesentlich größer als der der restlichen Mikrostrukturen. Jedoch ist die Aussagekraft bei den Messungen mit Probe 5 noch mehr als bei den anderen Proben eingeschränkt. Das liegt zum einen an der höheren Absorption der Röntgenstrahlung durch die Probe, zum anderen an der schon in Kapitel 4 erwähnten Inhomogenität dieser Probe. Letztere wirkt sich bei dieser Methode besonders stark auf die Ergebnisse aus, da hier nicht derselbe Probenbereich, sondern derselbe Gitterbereich für die Bildung des Mittelwerts des Dunkelfelds verwendet wird.

In Konsistenz mit den in Abschnitt 5.2.3 bestimmten Vorzugsrichtungen der Mikrostrukturen in den Proben, lässt sich immerhin beobachten, dass die mittleren Dunkelfeldwerte in den Proben 2 und 3 in der 90°-Orientierung der Proben höher sind als die in der 0°-Orientierung. Umgekehrt sind die mittleren Dunkelfeldwerte in Probe 6 in der 0°-Orientierung höher als

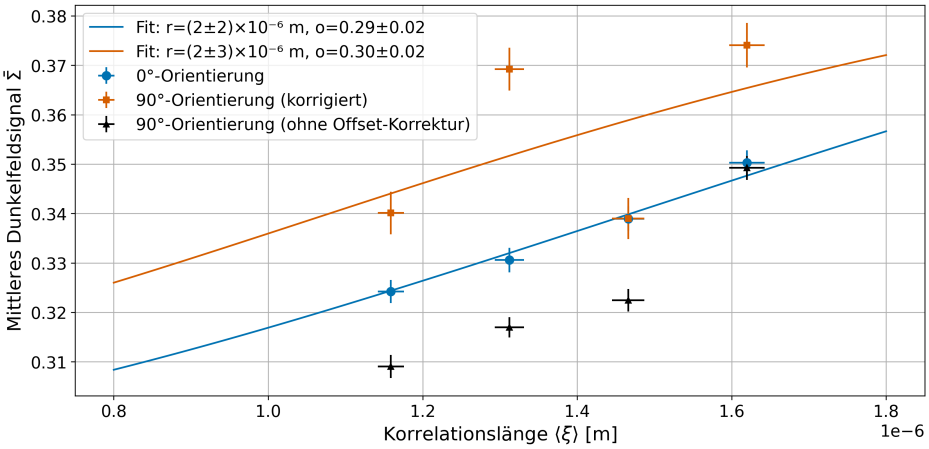


Abbildung 48: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem ShadoScan-Detektor für Probe 3 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 20\,\text{Pixel}$), Reduziertes Chi-Quadrat χ^2_{red} für die 0°-Orientierung: 0.7, für die 90°-Orientierung: 22.0).

in der 90°-Orientierung. Für Probe 5 kann wie schon in Abschnitt 5.2.3 kein Unterschied zwischen den beiden Orientierungen ausgemacht werden. Die leicht höheren Dunkelfeldwerte für die 0°-Ausrichtung in Probe 4 könnten hingegen doch für eine leichte Vorzugsrichtung der Partikel in dieser Probe sprechen.

Ebenfalls passend zu den in Abschnitt 5.2.3 aufgestellten Vermutungen sind die Unterschiede in den bestimmten Durchmessern für die beiden Orientierungen für die Proben 2 bis 5 kleiner als der Unterschied in den Orientierungen bei Probe 6. Das spricht dafür, dass die Fasern in Probe 6 einen höheren Ordnungsgrad und/oder eine höhere räumliche Asymmetrie besitzen als die Mikrostrukturen in den anderen Proben. Allerdings wurde in Abschnitt 5.2.3 eine mittlere Vorzugsrichtung der Partikel von 90° bestimmt, weshalb der bestimmte Durchmesser in der 90° Orientierung der Probe ebenfalls höher sein sollte, was sich jedoch nicht in den Ergebnissen widerspiegelt. Für Probe 6 ist dieser Zusammenhang allerdings gegeben, da hier eine Vorzugsrichtung von 0° bestimmt wurde.

8.4 Diskussion der Ergebnisse

Eine große Unsicherheit in der Interpretation der Ergebnisse bringt das theoretische Modell an sich mit. Wie in diesem Kapitel einführend erwähnt wird, wird als Modell die Approximation der Korrelationsfunktion für sphärische Streukörper aus Gleichung 47 in Gleichung 45 eingesetzt. Es ist hierbei jedoch nicht genau abzuschätzen, inwieweit diese Korrelationsfunktion auch für Streukörper mit anderen Geometrien Gültigkeit besitzt. Die REM-Aufnahmen in Abbildung 16, Abbildung 17 und Abbildung 18 belegen jedoch, dass die Mikrostrukturen nicht perfekt kugelförmig sind. Zudem existiert auch für die vermutliche näherungsweise zylinderförmige Geometrie der Kohlenstofffasern keine bekannte Korrelationsfunktion, die stattdessen als Modell hätte verwendet werden können. Die Entwicklung eines besser an die tatsächliche Geometrie der Mikrostrukturen angepassten Modells könnte zukünftig bessere Ergebnisse liefern. Möglicherweise ließen sich auch durch detaillierte Untersuchungen Korrekturfaktoren bestimmen, um das bestehende Modell an die tatsächliche Geometrie anzupassen.

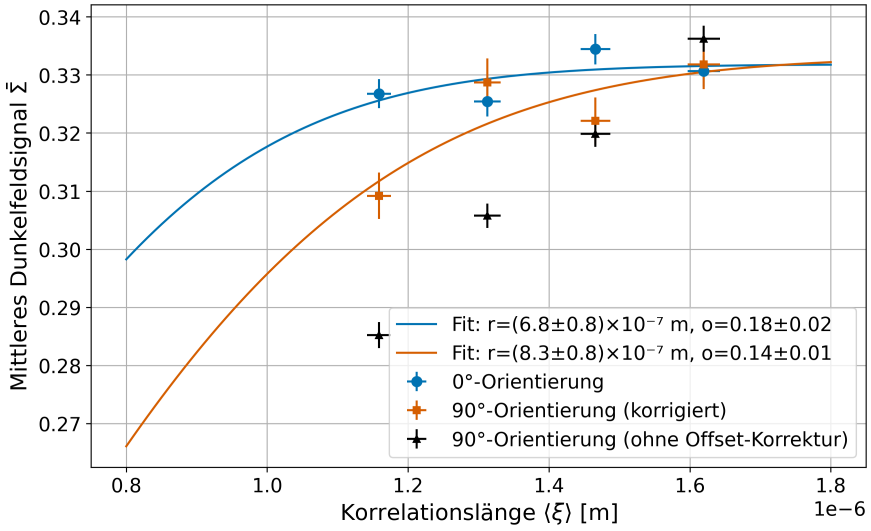


Abbildung 49: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem ShadoScan-Detektor für Probe 4 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 20$ Pixel), Reduziertes Chi-Quadrat χ^2_{red} für die 0°-Orientierung: 2.2, für die 90°-Orientierung: 2.6).

Erschwerend kommt jedoch hinzu, dass die Partikel nicht alle dieselben Geometrien besitzen, wie in den REM-Aufnahmen ebenfalls erkennbar ist.

Zur Ungenauigkeit des Modells trägt ebenfalls bei, dass für die genaue Zusammensetzung der Proben sowie zu den Massendichten der einzelnen Bestandteile keine genauen Angaben existieren. Die verwendeten Dichten stützen sich daher auf Literaturwerte, deren genaue Gültigkeit für den speziell vorliegenden Fall nicht bekannt ist. Da auch die Streulängendichten von der Zusammensetzung der Proben abhängen, könnten auch diese fehlerbehaftet sein.

Eine weitere Fehlerquelle, die die Qualität der Ergebnisse beeinflusst, ist die schlechte Messstatistik, die für die Auswertung zur Verfügung steht. Dies trifft sowohl auf die Anzahl der einzelnen Messpunkte als auch auf die für die Bestimmung der einzelnen Dunkelfeldmittelwerte notwendigen Daten zu. Durch die hohe Absorption durch die Proben trifft wenig Strahlung auf den Detektor, wie bereits in Abschnitt 5.2.4 beschrieben. Dadurch werden die Ergebnisse des phase-stepping-Fits ungenauer. Dies belegen auch die CNR-Werte von 3.5 bis 5 (s. Tabelle 8), die auch für Interferometer B nicht im optimalen Bereich liegen. Zudem sind die vier Datenpunkte, die für den Fit der Theoriekurve zur Verfügung stehen, nicht ausreichend, um genaue Ergebnisse aus diesem zu erhalten.

Eine Verbesserung in der Genauigkeit des Fits könnte selbstverständlich durch eine höhere Anzahl an Aufnahmen bei verschiedenen Korrelationslängen erreicht werden, was jedoch durch die Limitierungen des Aufbaus und der schlechten, mit Interferometer A erreichbaren, Visibilität in dieser Arbeit nicht realisierbar war. Eine Erhöhung der Photonenstatistik könnte durch höhere Beschleunigungsspannungen oder eine längere Integrationszeit erreicht werden. Eine höhere Beschleunigungsspannung würde aufgrund der Designenergie des Interferometers jedoch ebenfalls zu niedrigeren Visibilitäten führen, weshalb diese Möglichkeit nicht in Betracht gezogen wurde. Eine wesentlich längere Integrationszeit konnte nicht gewählt werden, da die mit dem Scannertisch fahrbare Geschwindigkeit nach unten hin beschränkt ist. Außerdem könnten eine Mittelung der mittleren Dunkelfeldwerte über mehrere Messreihen und die

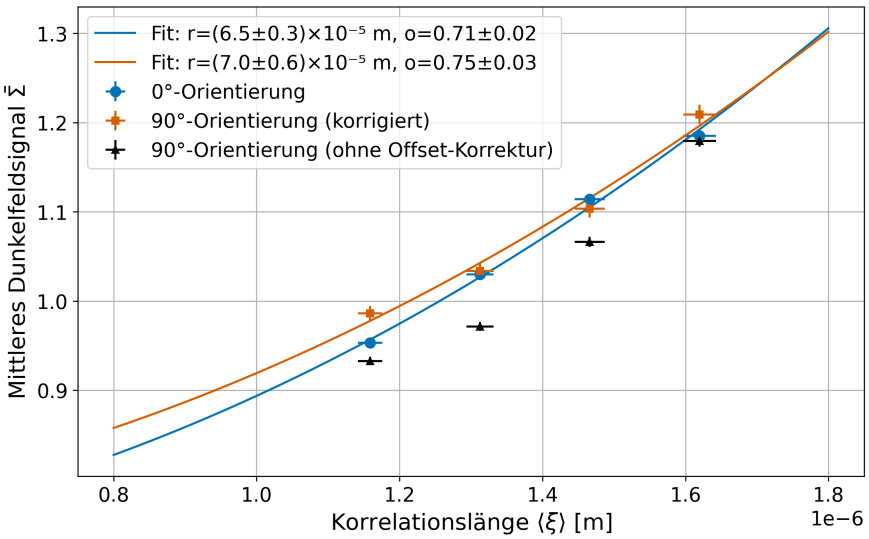


Abbildung 50: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem ShadoScan-Detektor für Probe 5 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 35$ Pixel), Reduziertes Chi-Quadrat χ^2_{red} für die 0°-Orientierung: 2.3, für die 90°-Orientierung: 2.4).

daraus resultierende Standardabweichung eventuell eine realistischere Abschätzung des Fehlers bedeuten. Allerdings konnten aufgrund der zeitlich begrenzten Dauer der Arbeit keine weiteren Messreihen durchgeführt werden.

Als zusätzliche Fehlerquelle könnte auch hier die Inhomogenität der Proben eine Rolle spielen. Da in diesem Versuchsteil aufgrund der hohen Visibilitätsunterschiede in den einzelnen Gittern nicht derselbe Probenbereich gewählt wurde, können hier Inhomogenitäten eine zusätzliche Änderung des Dunkelfeldwerts bewirken. Außerdem bewirkt die Gitter-Offset-Korrektur eine starke Vervielfältigung der Einflüsse der einzelnen Fehlerquellen.

Als systematische Fehlerquelle kommt hinzu, dass das verwendete Interferometer mit den gewählten Korrelationslängen auch hauptsächlich sensitiv auf das Dunkelfeldsignal, verursacht durch Mikrostrukturen in einem bestimmten Größenbereich, ist. Nach Lynch et al. [Lyn+11] produzieren sphärische Streukörper, deren Radius in etwa der Korrelationslänge entspricht, am meisten Dunkelfeld. Für größere Streukörper nimmt das Dunkelfeld systematisch mit wachsendem Durchmesser ab. Da in dem Aufbau in dieser Arbeit Korrelationslängen von ungefähr 1.2 bis 1.6 µm verwendet werden, was kleiner als der Medianradius der untersuchten Partikel ist, könnte das bedeuten, dass die kleineren Partikel in der Verteilung überproportional zum Dunkelfeld beitragen. Das Ergebnis könnte somit zu kleineren Durchmessern hin verschoben sein, was die niedrigeren bestimmten Durchmesser erklären könnte. Sollten die in Probe 5 enthaltenen Partikel tatsächlich um eine Größenordnung größer als die in den anderen Proben sein, könnte das auch zu einer weiteren Ungenauigkeit in dem für diese Probe bestimmten Durchmesser führen, da die Strukturgröße dann deutlich über dem sensitivsten Bereich des Interferometers liegen würde. Insgesamt könnte eine Untersuchung der Partikel mit Korrelationslängen, die näher an der erwarteten Größe der Partikel liegen, zukünftig genauere Ergebnisse liefern. Aufgrund der Limitierungen des Aufbaus war dies im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht umsetzbar.

Für alle Fits wurde hier ebenfalls das reduzierte Chi-Quadrat χ^2_{red} berechnet und in den Abbil-

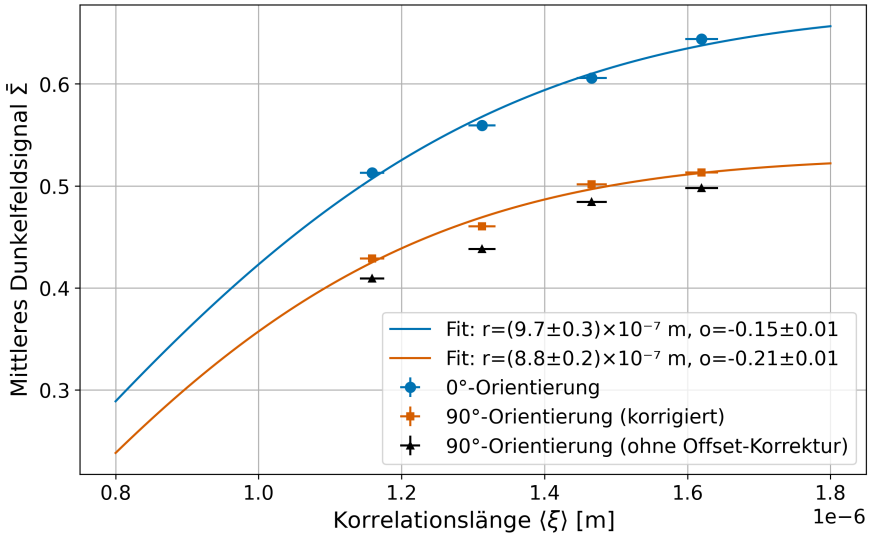


Abbildung 51: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem ShadoScan-Detektor für Probe 6 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 35$ Pixel), Reduziertes Chi-Quadrat χ^2_{red} für die 0°-Orientierung: 17.0, für die 90°-Orientierung: 5.7).

dungen mit den Ergebnissen angegeben. Diese liegen für alle Fits, außer für die 0°-Ausrichtung, deutlich über dem optimalen Wert von $\chi^2_{\text{red}} \approx 1$. Das bedeutet vermutlich, dass auch hier die Standardfehler auf die mittleren Dunkelfeldwerte die tatsächliche Unsicherheit unterschätzen. Eine bessere Abschätzung auf den Fehler der einzelnen Datenpunkte könnte auch hier durch eine Wiederholung der Messreihen und die anschließende Berechnung der Standardabweichung erreicht werden. Die Fehler auf die Fitparameter unterschätzen vermutlich ebenfalls die tatsächliche Unsicherheit der bestimmten Strukturgrößen. Dies liegt zum Großteil daran, dass wie bei der Untersuchung der Winkelabhängigkeit nur die Fitunsicherheit berücksichtigt wird und die anderen beschriebenen Fehlerquellen vernachlässigt werden. Außerdem ist in diesem Fall die in Abschnitt 5.2.2 getroffene Annahme der Korrektheit des Modells vermutlich nicht mehr gerechtfertigt, weshalb die Fitfehler keine hohe Aussagekraft mehr besitzen. Ein Indiz für die schlechte Genauigkeit des Fits sind auch die großen Offset-Werte o der Fits, die nicht in der Theorie enthalten sind. Diese variieren stark und sind im Fall von Probe 6 sogar negativ, weshalb keine eindeutige Ursache dafür auszumachen ist.

Durch die beschriebenen Fehlerquellen ist es schwer einzuschätzen, wie hoch die tatsächliche Aussagekraft der durchgeführten Strukturgrößenbestimmung ist. Mit Sicherheit konnte lediglich die generelle Tendenz eines ansteigenden Dunkelfeldsignals mit höheren Korrelationslängen bestätigt werden. Zudem scheinen die Ergebnisse dieses Kapitels in Einklang mit denen in Kapitel 5 zu stehen. In Zukunft könnte es durch eine deutliche Erhöhung der Messstatistik und die Anpassung des Theoriemodells jedoch möglich sein, die Größe der Mikrostrukturen genauer abzuschätzen.

9 Strukturgrößenbestimmung mit energieauflösendem Timepix-Detektor

In diesem Kapitel sollen die Größen der Mikrostrukturen in den Partikeln über eine Variation der Korrelationslänge mit dem energieauflösenden Timepix-Detektor bestimmt werden.

9.1 Aufbau und Methoden

Um die Strukturgröße der Mikrostrukturen in den Proben ohne eine Variation des Probe-G1-Abstands durchzuführen, wird in diesem Teil der Arbeit der energieauflösende Timepix-Detektor verwendet und der Abstand d_P konstant gehalten. Es wird ebenfalls wieder eine Beschleunigungsspannung von 60 kV sowie ein 0.2 mm-Kupferfilter verwendet. Zudem werden auch in diesem Versuchsteil sowohl die Ausrichtung von 0° als auch von 90° zwischen Probe und Gitterstegen untersucht. Aufgrund der wesentlich höheren Visibilität wird für diesen Versuch nur Interferometer B verwendet.

Da der Timepix-Detektor energieauflösend arbeitet, können aus einem einzelnen Scan die mittleren Dunkelfeldwerte bei den verschiedenen im jeweiligen Energiebereich bestimmten Korrelationslängen (s. Kapitel 6) ermittelt werden. Dafür wird wie zuvor das mittlere Dunkelfeldsignal als Mittelwert in einer bestimmten ROI in der Probe berechnet. Der Aufbau mit dem energieintegrierenden Detektor bietet hierbei den Vorteil, dass nur ein Scan für die Variation der Korrelationslänge notwendig ist und sich zudem die Position des Mittelwertbereichs für die verschiedenen Korrelationslängen nicht ändert. Das führt dazu, dass keine Gitterunterschiede zwischen den einzelnen Korrelationslängen auftreten und somit keine derartige Korrektur notwendig ist.

Aus den bestimmten mittleren Dunkelfeldwerten für die einzelnen Korrelationslängen kann dann wieder durch einen Fit von Gleichung 45 mit der Näherung für sphärische Streukörper aus Gleichung 47 der Radius der Mikrostrukturen bestimmt werden. Da bei dieser Messmethode allerdings die Dunkelfeldwerte in unterschiedlichen Energiebereichen bestimmt wurden, ist es nicht mehr sinnvoll, für die Wellenlänge in Gleichung 45 die Schwerpunktwellenlänge des gesamten Spektrums zu wählen. Aus diesem Grund wird zunächst die Schwerpunktwellenlänge des Spektrums für jeden einzelnen Energiebin analog zu Gleichung 62 berechnet und der Dunkelfeldwert im jeweiligen Bin durch diese quadrierte Wellenlänge geteilt [Str+16]. Die berechneten Schwerpunktwellenlängen sind für die einzelnen Energiebins in Tabelle 10 dargestellt.

9.2 Messergebnisse und Diskussion

In Abbildung 52 bis Abbildung 56 sind die bestimmten Dunkelfeldwerte normiert mit der Wellenlänge über den energieabhängigen Korrelationslängen aufgetragen. Die Fehlerbalken in den Plots beziehen sich hierbei wieder auf den Standardfehler des mittleren Dunkelfeldwerts. Wie direkt in den Abbildungen erkennbar ist, weisen die Messwerte eine sehr starke Streuung auf. Entgegen der Erwartung ist kein klarer Anstieg des mittleren Dunkelfeldsignals mit der Korrelationslänge mehr festzustellen. Auch die negativen Dunkelfeldwerte bei den niedrigen Korrelationslängen passen nicht zur Theorie. Dadurch und durch die ebenfalls sehr hohen

Energiebereich [keV]	Schwerpunktswellenlänge λ_0 [pm]
$15 - 19$	72.81
$20 - 24$	56.69
$25 - 29$	45.95
$30 - 34$	38.75
$35 - 39$	33.54
$40 - 44$	29.61
$45 - 49$	26.52
$50 - 54$	24.05

Tabelle 10: Berechnete Schwerpunktswellenlängen λ_0 des Spektrums für die einzelnen Energiebins. Der Fehler, der sich aus der Fortpflanzung des Poissonfehlers der Detektorzahl im jeweiligen Energiebin zusammensetzt, war von der Größenordnung 1×10^{-4} pm und wurde deshalb nicht in der Tabelle dargestellt.

Standardabweichungen der mittleren Dunkelfeldwerte konnte kein Fit der Theoriefunktion an die Messwerte durchgeführt werden.

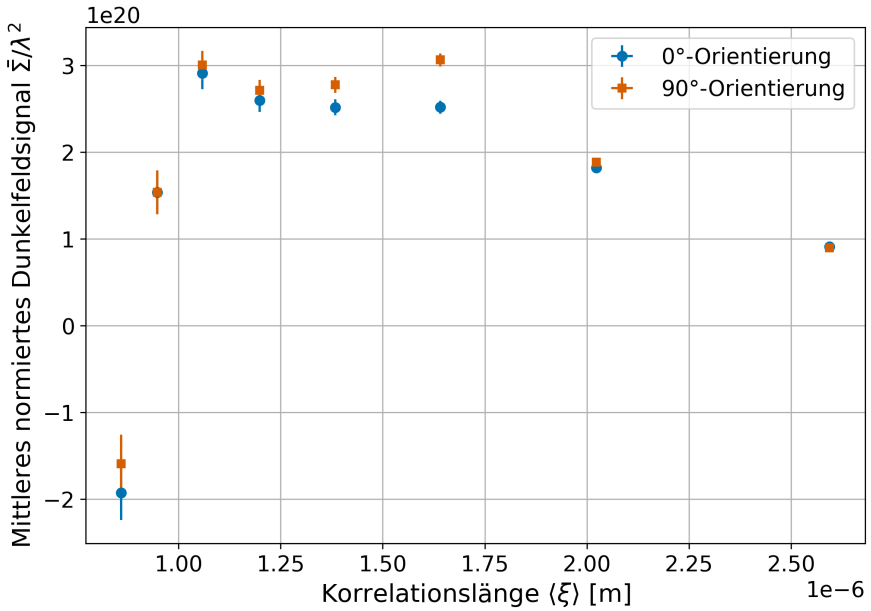


Abbildung 52: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem Timepix-Detektor für Probe 2 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 20$ Pixel).

Der Hauptgrund für die schlechte Qualität der mit dem Timepix-Detektor aufgenommenen Daten ist die sehr niedrige Messstatistik, die den einzelnen Dunkelfeldwerten zugrunde liegt. Das ist vor allem der bereits zuvor erläuterten sehr starken Absorption der Strahlung durch die Proben geschuldet. Die dadurch ohnehin schon geringe für die Bestimmung der phase-stepping-Kurve zur Verfügung stehende Photenzahl wird bei dieser Methode schließlich noch zusätzlich durch die Unterteilung der Energieachse in 5 keV schmale Energiebins reduziert. Dies hat zur Folge, dass der phase-stepping-Fit nahezu keine Aussagekraft mehr hat.

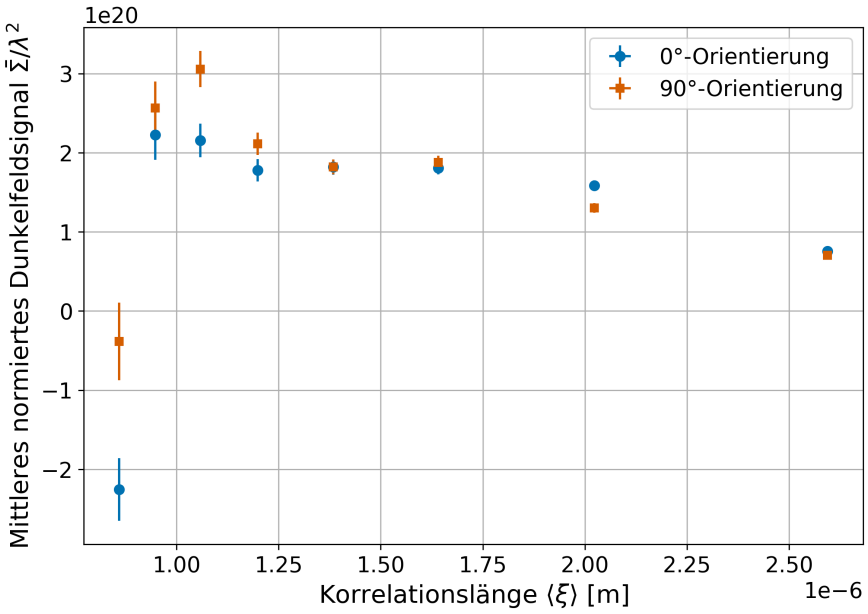


Abbildung 53: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem Timepix-Detektor für Probe 3 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 15$ Pixel).

Um dies zu veranschaulichen, wurde in allen Proben für alle Korrelationslängen und beide Orientierungen das CNR bestimmt. Diese sind in Abbildung 57 aufgetragen. Wie erkennbar, liegen die CNR-Werte fast alle unter 1 und teilweise sogar fast bei 0. Das bedeutet, dass das Dunkelfeldsignal in den Aufnahmen durch sehr starkes Rauschen verfälscht ist, sodass eine quantitative Analyse dieser Daten nicht möglich ist.

Der niedrigere CNR-Wert bei der niedrigsten Korrelationslänge ist vermutlich ebenfalls für die negativen Dunkelfeldwerte für diese Korrelationslänge mitverantwortlich. In diesem Energiebereich ist die Messstatistik aufgrund des starken Abfalls des Spektrums für hohe Energien (s. Abbildung 38) so niedrig, dass der phase-stepping-Fit für viele Bildpixel unzuverlässige beziehungsweise für manche Pixel schlicht gar kein Ergebnis mehr liefert. Dadurch ergeben sich vermutlich schon geringe Ausreißer in der phase-stepping-Kurve in den Pixeln, in denen der Fit noch funktioniert, eine scheinbar höhere Visibilität als in der Referenzaufnahme, wodurch das Dunkelfeld negativ wird. In Abbildung 58 sind zwei Dunkelfeldbilder von Probe 2 in verschiedenen Energiebins gegenübergestellt. Während man in der Aufnahme für 30 bis 34 keV zumindest einen eindeutigen Anstieg im Dunkelfeldsignal im Bereich der Probe sehen kann und das Freifeld kein Dunkelfeld verursacht, ist die Probe in der Aufnahme von 50 bis 54 keV fast gar nicht mehr erkennbar. Zudem ist die 50 bis 54 keV-Aufnahme auch im Freifeld sehr verrauscht, was dafür spricht, dass der phase-stepping-Fit keine sinnvollen Ergebnisse mehr liefert.

Eine Verbesserung der verwendeten Methode könnte vor allem durch eine starke Erhöhung der Messstatistik erreicht werden. Für einen einzelnen Scan wurden allerdings bereits alle Parameter zur Erhöhung der Statistik maximiert. Eine wesentlich höhere Frametime konnte, wie zuvor schon beschrieben, aufgrund der minimal einstellbaren Scanner-Tischgeschwindigkeit nicht realisiert werden. Zudem musste für die Aufnahmen mit dem Timepix-Detektor ein verringerter Röhrenstrom verwendet werden, da der Detektor aufgrund seiner begrenzten

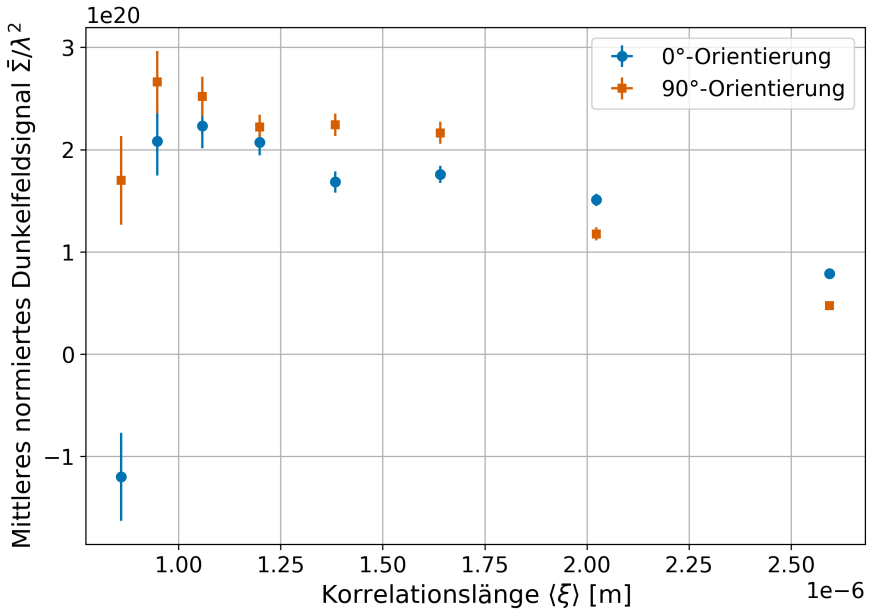


Abbildung 54: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem Timepix-Detektor für Probe 4 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 15\,\text{Pixel}$).

Datenübertragungsrate keine höheren Photonenflüsse verarbeiten konnte. Somit wäre die einzige Möglichkeit mit dem aktuellen Aufbau, die Messstatistik zu erhöhen, die Durchführung von vielen Scans und die Addition der Daten. Dies konnte jedoch in dieser Arbeit aus Zeitgründen nicht mehr umgesetzt werden.

Die für die Bestimmung der Strukturgröße durch eine energieaufgelöste Variation der Korrelationslänge verwendete Theorie ist zum Zeitpunkt der Anfertigung dieser Arbeit Gegenstand aktueller Gespräche. Gemäß [Str+16] sollte eine Normierung der Dunkelfeldwerte wie in Unterkapitel 9.1 beschrieben durch die Schwerpunktwellenlänge in den einzelnen Energiebins notwendig sein. Allerdings führt diese Normierung in anderen in der Arbeitsgruppe durchgeführten Versuchen aktuell noch zu deutlich schlechteren Ergebnissen als wenn für den Fit die Schwerpunktwellenlänge des gesamten Spektrums analog zum Vorgehen in Kapitel 8 verwendet wird. Der Grund für die schlechten Ergebnisse unter Anwendung der Normierung könnte eine Nichtberücksichtigung der Energieabhängigkeit der Streulängendichten der Materialien sein. Sofern es in Zukunft also gelingen würde, energieaufgelöste Aufnahmen der in dieser Arbeit untersuchten Proben mit ausreichender Qualität durchzuführen, müsste das Modell ebenfalls genauer untersucht und verbessert werden.

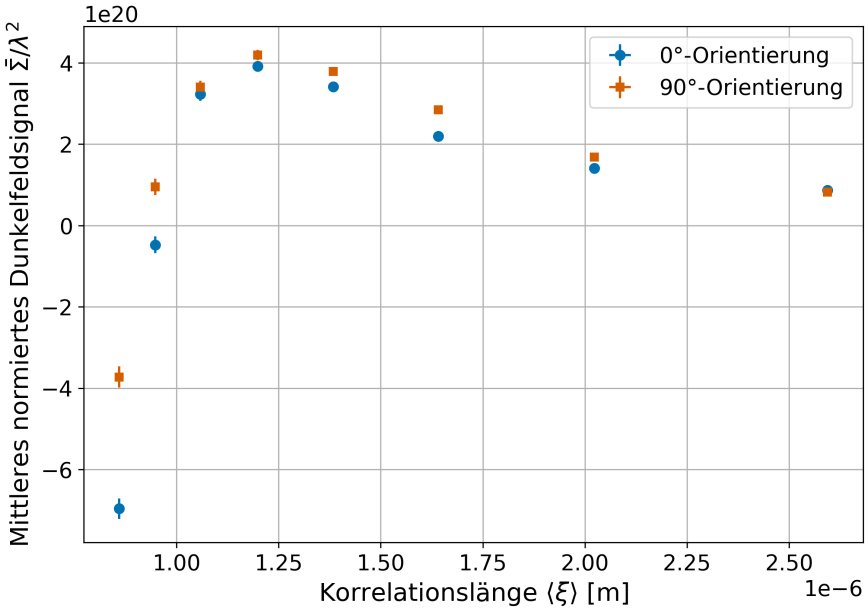


Abbildung 55: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem Timepix-Detektor für Probe 5 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 25\,\text{Pixel}$).

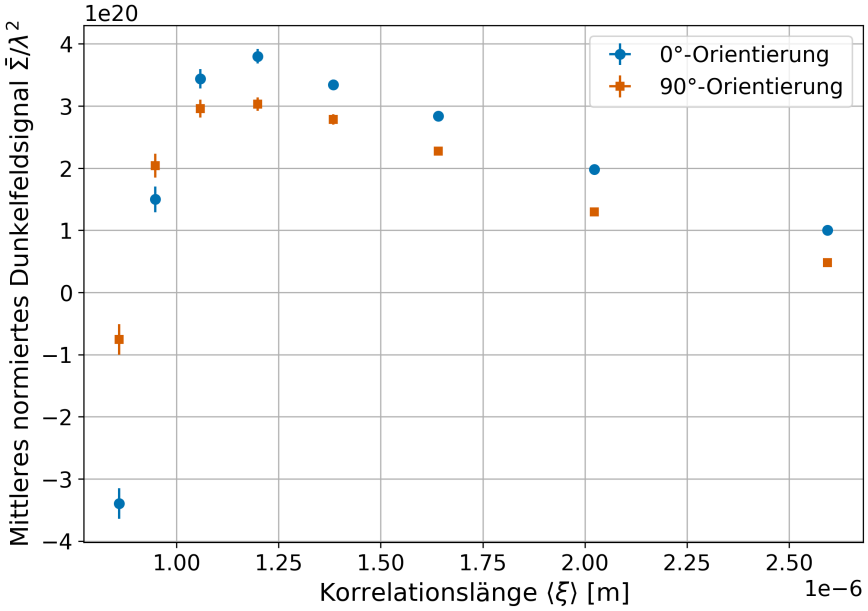


Abbildung 56: Ergebnisse der Strukturgrößenbestimmung mit dem Timepix-Detektor für Probe 6 (Radius des Mittelwertbereichs $r = 25\,\text{Pixel}$).

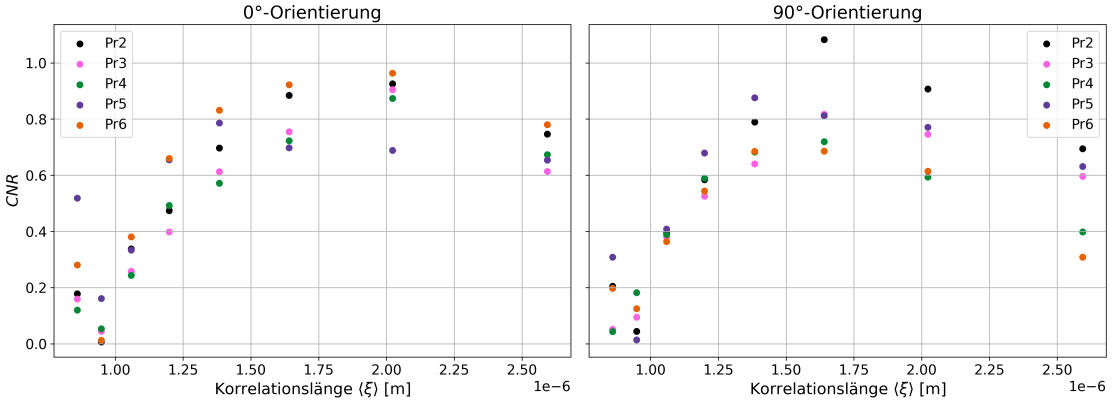


Abbildung 57: In den Proben nach Gleichung 64 bestimmte CNR-Werte: links für die 0°-Orientierung der Probe und rechts für die 90°-Orientierung der Probe. Man beachte hierbei erneut, dass die Korrelationslänge mit steigender Photonenenergie abnimmt.

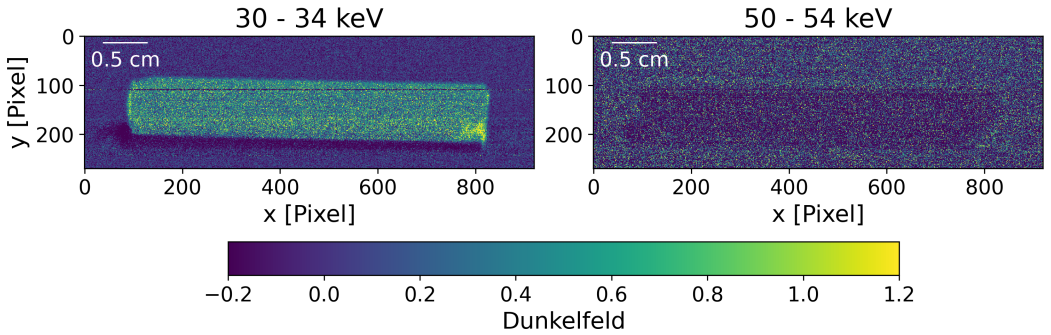


Abbildung 58: Vergleich der mit dem Timepix-Detektor aufgenommenen Dunkelfeldbilder von Probe 2 bei verschiedenen Energien: links bei 30 bis 34 keV und rechts bei 50 bis 54 keV.

10 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit werden zunächst die mittlere Ausrichtung sowie der Ordnungsgrad von eingebetteten Verstärkungspartikeln in von einem externen Unternehmen zur Verfügung gestellten Proben mittels winkelabhängiger Dunkelfeldbildgebung untersucht. Für die mit SiC-Partikeln versetzten Proben 2 und 3 ergibt sich ein geringer Ordnungsgrad von 6.4 ± 0.6 bzw. $(7.8 \pm 0.7)\,\%$ mit einer mittleren bevorzugten Orientierung von ungefähr 90° relativ zur Zylinderachse der Proben. Für die B_4C-Partikel enthaltende Probe 4 und Probe 5 lassen sich keine eindeutige Vorzugsrichtung bestimmen. Für die mit Kohlenstofffasern versetzte Probe 6 ergibt sich der höchste Ordnungsgrad von 19 % mit einer mittleren Vorzugsrichtung parallel zur Zylinderachse der Probe. Die Unterschiede in den bestimmten Ordnungsgraden lassen sich vermutlich vor allem durch die verschiedene Geometrie der Verstärkungspartikel erklären. Wie in REM-Bildern erkennbar, weisen die Kohlenstofffasern sowie die SiC-Partikel eine höhere Asymmetrie auf als die B_4C-PArtikel. In Probe 1, einer Kupferlegierung, konnte ebenfalls ein Ordnungsgrad von $(14.2 \pm 0.7)\,\%$ mit einer mittleren Vorzugsrichtung von 90° relativ zur längsten Kante der Probe festgestellt werden, obwohl in dieser keine Verstärkungspartikel enthalten sind. Eine mögliche Erklärung dafür könnten unterschiedliche Phasen mit unterschiedlichen Zinkanteilen in der Probe sein. Allerdings sind die Ergebnisse für Probe 1 aufgrund des hohen Absorptionsvermögens der Probe stark eingeschränkt.

Im Anschluss werden für die Strukturgrößenbestimmung die mit dem Aufbau erreichbaren Korrelationslängen bestimmt. Dazu wird mit dem energieauflösenden und photonenzählenden Timepix3-Detektor die energieabhängige Referenzvisibilität und das Energiedepositionsspektrum bestimmt und damit die Korrelationslänge für monochromatische Strahlung gewichtet. Zusätzlich werden die durch die Proben verursachten Strahlaufhärtungsdunkelfeldwerte für eine Strahlaufhärtungskorrektur bestimmt.

Danach wird mit dem energieintegrierenden ShadoScan-Detektor das Dunkelfeld in Abhängigkeit der Korrelationslänge für zwei unterschiedliche Probenorientierungen gemessen, um daraus die Strukturgröße der Verstärkungspartikel zu bestimmen. Die Variation der Korrelationslänge wird hierbei durch eine Veränderung des Proben-G1-Abstands erreicht. Für die Proben 2, 3, 4 und 6 ergeben sich Durchmesser der Verstärkungspartikel zwischen 1.4 und 4 µm, was unter den theoretisch erwarteten Durchmessern liegt. Diese liegen für Probe 2 bei (4.5 ± 0.8) µm, für Proben 3 und 4 bei (9.3 ± 1.0) µm und in Probe 6 bei 10 bis 20 µm. Für Probe 5 liegen keine genauen Erwartungswerte vor, wobei der Durchmesser im Experiment zu ≈ 145 µm bestimmt wird. Allerdings ist die Aussagekraft dieser Ergebnisse durch die geringe Anzahl an Datenpunkten für den Fit sowie durch ein stark vereinfachtes Theoriemodell eingeschränkt.

Zuletzt ist das Ziel ebenfalls eine Bestimmung der Strukturgröße durch eine Variation der Korrelationslänge, jedoch diesmal über eine Variation der Energie. Dafür wird der Timepix-Detektor verwendet. Es zeigt sich jedoch, dass durch die Unterteilung des Spektrums in schmale Energiebins und den aufgrund der begrenzten Datenübertragungsrate des Detektors limitierten Röhrenstrom die Photonenstatistik zu niedrig ist, um eine sinnvolle Strukturgrößenbestimmung zu ermöglichen.

Um zukünftig die Aussagekraft der Ergebnisse auch für stark absorbierende Proben zu erhöhen, muss eine deutlich höhere Photonenstatistik angestrebt werden. Dies lässt sich in erster Linie durch eine Erhöhung der Beschleunigungsspannung erreichen. Allerdings ist dies aufgrund der Optimierung des Aufbaus auf Beschleunigungsspannungen von 40 bis 50 kV nur mit

großen Einbußen in der Visibilität realisierbar, weshalb der Aufbau mit einer Optimierung auf höhere Beschleunigungsspannungen modifiziert werden müsste. Außerdem könnte eine höhere Frame-Time verwendet werden, um die Statistik für die phase-stepping-Kurve zu erhöhen. Dafür müsste allerdings ein präziserer stepping-Motor im Scanner-Tisch verbaut werden, da die fahrbare Geschwindigkeit des aktuell verbauten Motors nicht mehr wesentlich stärker verlangsamt werden kann. Eine Verbesserung der statistischen Aussagekraft der Ergebnisse sowie der darauf angegebenen Fehler ließe sich durch ein mehrfaches Wiederholen der einzelnen Messungen erreichen.

Für die Aufnahmen mit dem Timepix-Detektor könnte es in Zukunft möglich sein, durch eine starke Erhöhung der erreichbaren Datenübertragungsrate wesentlich höhere Röhrenströme bei derselben Beschleunigungsspannung zu verwenden, was die Photonenstatistik deutlich verbessern würde. Im besten Fall wäre dann der an der Röhre einstellbare Strom die einzige Limitierung für den Photonenfluss, welche eventuell durch eine Röhre mit höherer Stromgrenze noch verschoben werden könnte.

Ebenfalls negativ auf die Qualität der Ergebnisse wirken sich Gitterartefakte im Dunkelfeld aus. Der Einfluss dieser könnte entweder durch eine Korrektur reduziert werden, die jedoch ein genaues Untersuchen und Verständnis der Ursachen hierfür voraussetzen würde, oder durch eine Neuausrichtung der einzelnen G2-Teilgitter.

Um die Ergebnisse für die Strukturgrößenbestimmung zu verbessern, müsste ein genauer zu den Geometrien der Verstärkungspartikel passendes Modell für die Korrelationsfunktion entwickelt werden.

Literaturverzeichnis

[Ami09] I. Amidror. *The Theory of the Moiré Phenomenon: Volume I: Periodic Layers*. Computational Imaging and Vision. Springer London, 2009. ISBN: 9781848821811. URL: https://books.google.de/books?id=8H7pLEH_NbEC.

[And+08] Robert Andersson, Léon F. Van Heijkamp, Ignatz M. De Schepper und Wim G. Bouwman. „Analysis of spin-echo small-angle neutron scattering measurements“. In: *Journal of Applied Crystallography* 41.5 (2008), S. 868–885. DOI: https://doi.org/10.1107/S0021889808026770. URL: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1107/S0021889808026770.

[AS17] David Attwood und Anne Sakdinawat. *X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation: Principles and Applications*. 2. Aufl. Cambridge University Press, 2017.

[Bal+24] Manuel Ballester, Jaromir Kaspar, Francesc Massanés, Alexander Hans Vija und Aggelos K. Katsaggelos. „Charge Diffusion and Repulsion in Semiconductor Detectors“. In: *Sensors* 24.22 (2024). ISSN: 1424-8220. DOI: 10.3390/s24227123. URL: https://www.mdpi.com/1424-8220/24/22/7123.

[Bal25] Nora Balewski. „Qualitätsmessungen eines Talbot-Lau-Scanners und Strukturanalyse mittels Dunkelfeldbildgebung“. Bachelorarbeit. Erlangen: Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Naturwissenschaftliche Fakultät, Physik, Feb. 2025.

[Ber+10] M. J. Berger, J. H. Hubbell, S. M. Seltzer, J. Chang u. a. *XCOM: Photon Cross Sections Database*. NIST Standard Reference Database 8 (NIST SRD 8). Zugriff am 22. September 2026. 2010. DOI: 10.18434/T48G6X. URL: https://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1.html.

[BWW07] K. Bethge, G. Walter und B. Wiedemann. *Kernphysik: Eine Einführung*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, 2007. ISBN: 9783540745679. URL: https://books.google.de/books?id=K4QnBAAAQBAJ.

[Clo+97] P. Cloetens, J. P. Guigay, C. De Martino, J. Baruchel und M. Schlenker. „Fractional Talbot imaging of phase gratings with hard x rays“. In: *Opt. Lett.* 22.14 (1997), S. 1059–1061. DOI: 10.1364/OL.22.001059. URL: https://opg.optica.org/ol/abstract.cfm?URI=ol-22-14-1059.

[Dem16] W. Demtröder. *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, 2016. ISBN: 9783662490945. URL: https://books.google.de/books?id=tR5kDAAAQBAJ.

[Deu12] Deutsches Institut für Normung e. V. *Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel – Bestimmung und Bezeichnung der Korngrößenverteilung – Teil 2: Mikrokörnungen F230 bis F2000 (ISO 8486-2:2007)*. DIN-Norm DIN ISO 8486-2. Berlin: Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Apr. 2012.

[Din] *Aluminium und Aluminiumlegierungen – Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug – Teil 3: Chemische Zusammensetzung und Erzeugnisformen; Deutsche Fassung EN 573-3:2026*. Standard DIN EN 573-3:2026-05. Berlin: Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Mai 2026.

[Don+09] Tilman Donath, Michael Chabior, Franz Pfeiffer, Oliver Bunk u. a. „Inverse geometry for grating-based x-ray phase-contrast imaging“. In: *Journal of Applied Physics* 106.5 (Sep. 2009), S. 054703. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.3208052. eprint: https://pubs.aip.org/aip/jap/article-pdf/doi/10.1063/1.3208052/14797839/054703_1_online.pdf. URL: https://doi.org/10.1063/1.3208052.

[Erl] Erlangen Centre for Astroparticle Physics (ECAP). *Technology Transfer*. https://ecap.nat.fau.de/index.php/research/technologytransfer/. Online; Zuletzt aufgerufen am 05.08.2026. Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg (FAU).

[redacted]

[HS96] J. H. Hubbell und S. M. Seltzer. *X-Ray Mass Attenuation Coefficients - Table 3: Elemental Media*. National Institute of Standards and Technology (NIST), Physical Measurement Laboratory. Zugriff am 31. August 2026. 1996. URL: https://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/tab3.html.

[Jak11] Jan Jakubek. „Precise energy calibration of pixel detector working in time-over-threshold mode“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 633 (2011). 11th International Workshop on Radiation Imaging Detectors (IWORID), S262–S266. ISSN: 0168-9002. DOI: https://doi.org/10.1016/j.nima.2010.06.183. URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168900210013732.

[Jen+10a] Torben H Jensen, Martin Bech, Oliver Bunk, Tilman Donath u. a. „Directional x-ray dark-field imaging“. In: *Physics in Medicine and Biology* 55.12 (2010), S. 3317. DOI: 10.1088/0031-9155/55/12/004. URL: https://doi.org/10.1088/0031-9155/55/12/004.

[Jen+10b] Torben Haugaard Jensen, Martin Bech, Irene Zanette, Timm Weitkamp u. a. „Directional x-ray dark-field imaging of strongly ordered systems“. In: *Phys. Rev. B* 82 (21 2010), S. 214103. DOI: 10.1103/PhysRevB.82.214103. URL: https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.82.214103.

[JL79] J. Jahns und A.W. Lohmann. „The Lau effect (a diffraction experiment with incoherent illumination)“. In: *Optics Communications* 28.3 (1979), S. 263–267. ISSN: 0030-4018. DOI: https://doi.org/10.1016/0030-4018(79)90316-X. URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/003040187990316X.

[Kas+26] Lennard Kaster, Maximilian E. Lochschmidt, Anne M. Bauer, Tina Dorosti u. a. „Beam-hardening correction in clinical x-ray dark-field chest radiography using deep-learning-based bone segmentation“. In: *Medical Physics* 53.4 (Apr. 2026). ISSN: 2473-4209. DOI: 10.1002/mp.70422. URL: http://dx.doi.org/10.1002/mp.70422.

[Kri23] H. Krieger. *Strahlungsquellen für Physik, Technik und Medizin*. Springer Spektrum, 2023. ISBN: 9783662667453. URL: https://books.google.de/books?id=ImaLzwEACAAJ.

[Kro+03] Timofei Krouglov, Ignatz M. de Schepper, Wim G. Bouwman und M. Theo Rekveldt. „Real-space interpretation of spin-echo small-angle neutron scattering". In: *Journal of Applied Crystallography* 36.1 (2003), S. 117–124. DOI: 10.1107/S0021889802020368. URL: https://doi.org/10.1107/S0021889802020368.

[KW16] Hermann Kolanoski und Norbert Wermes. *Teilchendetektoren*. Springer Berlin Heidelberg, 2016. ISBN: 9783662453506. DOI: 10.1007/978-3-662-45350-6. URL: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-662-45350-6.

[Lau48] E. Lau. „Beugungserscheinungen an Doppelrastern". In: *Annalen der Physik* 437.7-8 (1948), S. 417–423. DOI: https://doi.org/10.1002/andp.19484370709. eprint: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/andp.19484370709. URL: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/andp.19484370709.

[Loc+26] Maximilian E. Lochschmidt, Theresa Urban, Lennard Kaster, Rafael C. Schick u. a. „Look-up table correction for beam hardening-induced signal of clinical dark-field chest radiographs". In: *Medical Physics* 53.2 (Jan. 2026). ISSN: 2473-4209. DOI: 10.1002/mp.70307. URL: http://dx.doi.org/10.1002/mp.70307.

[Lud20] Veronika Ludwig. „Development of image acquisition and alignment methods for X-ray dark-field and phase-contrast imaging". Entwicklung von Bildaufnahme- und Justagemethoden für Dunkelfeld- und Phasenkontrast-Röntgenbildgebung. Englisch. Dissertation. Erlangen, Germany: Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, 2020.

[Lyn+11] Susanna K. Lynch, Vinay Pai, Julie Auxier, Ashley F. Stein u. a. „Interpretation of dark-field contrast and particle-size selectivity in grating interferometers". In: *Appl. Opt.* 50.22 (2011), S. 4310–4319. DOI: 10.1364/AO.50.004310. URL: https://opg.optica.org/ao/abstract.cfm?URI=ao-50-22-4310.

[Mai+18] A. Maier, S. Steidl, V. Christlein und J. Hornegger. *Medical Imaging Systems: An Introductory Guide*. Lecture Notes in Computer Science. Springer International Publishing, 2018. ISBN: 9783319965208. URL: https://books.google.de/books?id=Bj1nDwAAQBAJ.

[Mata] MatWeb, LLC. *Aluminum 7075-T6; 7075-T651 Property Data Sheet*. Zugriff am: 14. August 2026. MatWeb, LLC. URL: https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=4f19a42be94546b686bbf43f79c51b7d.

[Matb] MatWeb, LLC. *Aluminum, Al; Pure Metal Property Data Sheet*. Zugriff am: 14. August 2026. MatWeb, LLC. URL: https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=0cd1edf33ac145ee93a0aa6fc666c0e0.

[Matc] MatWeb, LLC. *Boron Carbide, B4C Property Data Sheet*. Zugriff am: 14. August 2026. MatWeb, LLC. URL: https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=45fd34d496fe48e3ab513bcbc4079430.

[Matd] MatWeb, LLC. *Carbon Fiber Property Data Sheet*. Zugriff am: 14. August 2026. MatWeb, LLC. URL: https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=3f64b985402445c0a5af911135909344.

[Mate] MatWeb, LLC. *Silicon Carbide, SiC Property Data Sheet*. Zugriff am: 14. August 2026. MatWeb, LLC. URL: https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=a4a60a0e517e4a35b49c0fa374265266.

[Med+19] Lukáš Meduna, Benedikt Bergmann, Petr Burian, Petr Mánek u. a. *Real-time Timepix3 data clustering, visualization and classification with a new Clusterer framework*. 2019. DOI: 10.48550/ARXIV.1910.13356. URL: https://arxiv.org/abs/1910.13356.

[MHR25] Jawad R. Moussa, Desmond Harmon und Shraddha Rane. „Industrial Radiography: Trends, Market Drivers, and Alternatives to Gamma-based Devices“. In: *Health Physics* 129.3 (2025), S. 174–183. DOI: 10.1097/HP.0000000000002016.

[Nat05] National Institute of Standards and Technology. *X-Ray Transition Energies Database*. https://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayTrans/Html/search.html. Zugriff am 31. August 2026. 2005.

[Nat26] National Institute of Standards and Technology. *NCNR Activation and Scattering Calculator*. https://www.ncnr.nist.gov/resources/activation/. Zugriff am: 14. August 2026. 2026.

[Nol13] W. Nolting. *Grundkurs Theoretische Physik 3: Elektrodynamik*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, 2013. ISBN: 9783642379055. URL: https://books.google.de/books?id=eCAeBAAAQBAJ.

[Ots79] Nobuyuki Otsu. „A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms“. In: *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics* 9.1 (1979), S. 62–66. DOI: 10.1109/TSMC.1979.4310076.

[Pag06] D. Paganin. *Coherent X-Ray Optics*. Oxford Series on Synchrotron Radiation. OUP Oxford, 2006. ISBN: 9780191524318. URL: https://books.google.de/books?id=QwpREAAAQBAJ.

[Pfe+06] Franz Pfeiffer, Timm Weitkamp, Oliver Bunk und Christian David. „Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance X-ray sources“. In: *Nature Physics* 2 (März 2006). DOI: 10.1038/nphys265.

[Pfe+08] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft u. a. „Hard-X-ray dark-field imaging using a grating interferometer“. In: *Nature Materials* 7.2 (Feb. 2008), S. 134–137. ISSN: 1476-4660. DOI: 10.1038/nmat2096. URL: https://doi.org/10.1038/nmat2096.

[Poi+14] T Poikela, J Plosila, T Westerlund, M Campbell u. a. „Timepix3: a 65K channel hybrid pixel readout chip with simultaneous ToA/ToT and sparse readout“. In: *Journal of Instrumentation* 9.05 (Mai 2014), C05013–C05013. ISSN: 1748-0221. DOI: 10.1088/1748-0221/9/05/c05013. URL: http://dx.doi.org/10.1088/1748-0221/9/05/C05013.

[Pre07] W.H. Press. *Numerical Recipes 3rd Edition: The Art of Scientific Computing*. Numerical Recipes: The Art of Scientific Computing. Cambridge University Press, 2007. ISBN: 9780521880688. URL: https://books.google.de/books?id=1aAOdzK3FegC.

[Ray81] Lord Rayleigh. „XXV. On copying diffraction-gratings, and on some phenomena connected therewith“. In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 11.67 (1881), S. 196–205. DOI: 10.1080/14786448108626995. eprint: https://doi.org/10.1080/14786448108626995. URL: https://doi.org/10.1080/14786448108626995.



[Rev+12] V. Revol, C. Kottler, R. Kaufmann, A. Neels und A. Dommann. „Orientation-selective X-ray dark field imaging of ordered systems“. In: *Journal of Applied Physics* 112.11 (Dez. 2012), S. 114903. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.4768525. eprint: https://pubs.aip.org/aip/jap/article-pdf/doi/10.1063/1.4768525/15102711/114903_1_online.pdf. URL: https://doi.org/10.1063/1.4768525.

[Sch+14] Florian Schaff, Andreas Malecki, Guillaume Potdevin, Elena Eggl u. a. „Correlation of X-Ray Vector Radiography to Bone Micro-Architecture“. In: *Scientific Reports* 4.1 (2014), S. 3695. ISSN: 2045-2322. DOI: 10.1038/srep03695. URL: https://doi.org/10.1038/srep03695.

[Sci24] SciPy Development Team. *scipy.optimize.curve_fit — SciPy v1.13.0 Reference Guide*. Zugriff am 9. September 2026. 2024. URL: https://docs.scipy.org/doc/scipy/reference/generated/scipy.optimize.curve_fit.html.

[Sei+19] Maria Seifert, Veronika Ludwig, Sebastian Kaeppler, Florian Horn u. a. „Talbot-Lau x-ray phase-contrast setup for fast scanning of large samples“. In: *Scientific Reports* 9.1 (2019), S. 4199. ISSN: 2045-2322. DOI: 10.1038/s41598-018-38030-3. URL: https://doi.org/10.1038/s41598-018-38030-3.

[Str14] M. Strobl. „General solution for quantitative dark-field contrast imaging with grating interferometers“. In: *Scientific Reports* 4.1 (2014), S. 7243. ISSN: 2045-2322. DOI: 10.1038/srep07243. URL: https://doi.org/10.1038/srep07243.

[Str+16] M. Strobl, B. Betz, R. P. Harti, A. Hilger u. a. „Wavelength-dispersive dark-field contrast: micrometre structure resolution in neutron imaging with gratings“. In: *Journal of Applied Crystallography* 49.2 (2016), S. 569–573. DOI: 10.1107/S1600576716002922. URL: https://doi.org/10.1107/S1600576716002922.

[Tal36] H.F. Talbot. „LXXVI. Facts relating to optical science. No. IV“. In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 9.56 (1836), S. 401–407. DOI: 10.1080/14786443608649032. eprint: https://doi.org/10.1080/14786443608649032. URL: https://doi.org/10.1080/14786443608649032.

[Tap+20] Kirsten Taphorn, Fabio De Marco, Jana Andrejewski, Thorsten Sellerer u. a. „Grating-based spectral X-ray dark-field imaging for correlation with structural size measures“. In: *Scientific Reports* 10.1 (2020), S. 13195. ISSN: 2045-2322. DOI: 10.1038/s41598-020-70011-3. URL: https://doi.org/10.1038/s41598-020-70011-3.

[Tay97] J.R. Taylor. *An Introduction to Error Analysis: The Study of Uncertainties in Physical Measurements*. ASMSU/Spartans.4.Spartans Textbook. University Science Books, 1997. ISBN: 9780935702422. URL: https://books.google.de/books?id=ypNnQgAACAAJ.

[Tel] *Shad-o-Scan™ 1501/3001/4501 Datasheet: CMOS X-Ray Detectors*. Datasheet. Teledyne DALSA. 2022. URL: https://www.teledynedalsa.com/ndt.

[Vaz+22] Athanasios Vazdirvanidis, Andreas Rikos, Anagnostis I. Toulfatzis und George A. Pantazopoulos. „Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Analysis of Machinable Lead-Free Brass Alloys: Connecting Texture with Fracture“. In: *Metals* 12.4 (2022). ISSN: 2075-4701. DOI: 10.3390/met12040569. URL: https://www.mdpi.com/2075-4701/12/4/569.

[Waya] *ISOVOLT Titan neo: Robuste und zuverlässige stationäre Röntgengeneratoren*. BHFF34152DE. Fact Sheet (R1). Waygate Technologies. Jan. 2023. URL: https://www.bakerhughes.com.

[Wayb] *Seifert ISOVOLT X-Ray Tube Housings*. BHFF30241EN. Product Overview / Datasheet. Waygate Technologies. Feb. 2026. URL: https://www.waygate-tech.com.

[Web+12] T Weber, F Bayer, W Haas, G Pelzer u. a. „Energy-dependent visibility measurements, their simulation and optimisation of an X-ray Talbot-Lau Interferometer“. In: *Journal of Instrumentation* 7.02 (2012), P02003. DOI: 10.1088/1748-0221/7/02/P02003. URL: https://doi.org/10.1088/1748-0221/7/02/P02003.

[Wei+05] Timm Weitkamp, Ana Diaz, Christian David, Franz Pfeiffer u. a. „X-ray phase imaging with a grating interferometer“. In: *Opt. Express* 13.16 (2005), S. 6296–6304. DOI: 10.1364/OPEX.13.006296. URL: https://opg.optica.org/oe/abstract.cfm?URI=oe-13-16-6296.

[YWL15] Aimin Yan, Xizeng Wu und Hong Liu. „A general theory of interference fringes in x-ray phase grating imaging“. In: *Medical Physics* 42.6Part1 (2015), S. 3036–3047. DOI: https://doi.org/10.1118/1.4921124. eprint: https://aapm.onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1118/1.4921124. URL: https://aapm.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1118/1.4921124.

Danksagung

Zuletzt möchte ich hiermit einigen Personen danken, die mich bei der Anfertigung der Arbeit unterstützt haben. Ich danke

- Prof. Dr. Stefan Funk für die Überlassung des Themas und die Betreuung der Arbeit
- Markus Schneider für die Betreuung der Arbeit, die geduldige Beantwortung zahlreicher Fragen, das Korrekturlesen der Arbeit und die Bereitstellung des Rekonstruktionsalgorithmus
- Dr. Martin Rongen für das Korrekturlesen der Arbeit und sein umfangreiches Feedback
- Der gesamten PCI+Dosepix Arbeitsgruppe für das angenehme Arbeitsumfeld und die Beantwortung von Fragen während der Gruppenmeetings
- Dem externen Unternehmen für das zur Verfügung stellen der in der Arbeit untersuchten Proben
- Meinen Freunden Niko, Sofie, Sebastian und Benedikt für zahlreiche interessante und lustige Gespräche während der gemeinsamen Mittagessen sowie den gemeinsamen Sieg beim „Echt oder Fake“ der Fachschaft
- Meiner Familie und meiner Freundin Eli sowie meinen Freunden, für ihre Unterstützung während des Studiums

Eigenständigkeitserklärung

Hiermit versichere ich, Jonas Forster (23379123), die vorgelegte Arbeit selbstständig und ohne unzulässige Hilfe Dritter sowie ohne die Hinzuziehung nicht offengelegter und insbesondere nicht zugelassener Hilfsmittel angefertigt zu haben. Die Arbeit hat in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegen und wurde auch von keiner anderen Prüfungsbehörde bereits als Teil einer Prüfung angenommen.

Die Stellen der Arbeit, die anderen Quellen im Wortlaut oder dem Sinn nach entnommen wurden, sind durch Angaben der Herkunft kenntlich gemacht. Dies gilt auch für Zeichnungen, Skizzen, bildliche Darstellungen sowie für Quellen aus dem Internet.

Mir ist insbesondere bewusst, dass die Nutzung künstlicher Intelligenz verboten ist, sofern diese nicht ausdrücklich als Hilfsmittel von dem Prüfungsleiter bzw. der Prüfungsleiterin zugelassen wurde. Dies gilt insbesondere für Chatbots (insbesondere ChatGPT) bzw. allgemein solche Programme, die anstelle meiner Person die Aufgabenstellung der Prüfung bzw. Teile derselben bearbeiten könnten.

Verstöße gegen die o.g. Regeln sind als Täuschung bzw. Täuschungsversuch zu qualifizieren und führen zu einer Bewertung der Prüfung mit „nicht bestanden“.

Ort, Datum	Unterschrift