



(10) **DE 10 2010 061 481 A1** 2012.06.28

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2010 061 481.5**
(22) Anmeldetag: **22.12.2010**
(43) Offenlegungstag: **28.06.2012**

(51) Int Cl.: **G21K 1/06** (2006.01)
G01N 23/04 (2006.01)
B81C 1/00 (2006.01)

(71) Anmelder:
mircoworks GmbH, 76137, Karlsruhe, DE

(74) Vertreter:
**Dres. Fitzner und Partner Rechts- und
Patentanwälte, 40878, Ratingen, DE**

(72) Erfinder:
Schulz, Joachim, Dr., 76137, Karlsruhe, DE

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

DE 102005002434 B4

**Konferenz Bericht: Micro-Nano Mechatronics
and Human Science, 2007 (International
Symposium), Shimada, U.et al.: Fabrication of
X-ray Mask using Poly-Si Microstructure for
Diffraction Grating S.448-453)**

**Microsyst. Technol. (2010) 16: 1309-1313
(Published online: 17. April 2010)**

**Microsyst. Technol. (2003), Vol. 9, No. 6-7,
(2003), S. 409-412 (online preprint)S409-412**

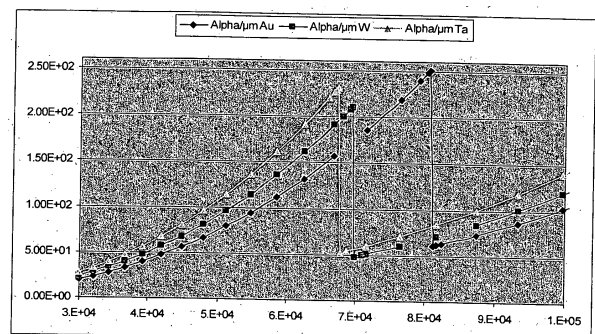
Rechercheantrag gemäß § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG ist gestellt.

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Gitter für Röntgenbildgebung**

(57) Zusammenfassung: Gitter umfassend eine primäre Struktur, die in einen Träger durch einen gerichteten Ätzschritt eingebracht wurde, und ein weiteres Material dadurch gekennzeichnet, dass die primäre Struktur mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat, gefüllt sind, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft neuartige Gitter für die Röntgenbildgebung mittels Phasenkontrastmethoden.

Stand der Technik:

[0002] Die Phasenkontrastbildgebung mit Röntgenstrahlen beruht auf einem gitterbasierten Interferometer, das den Talbotteneffekt zur Bildgebung nutzt. Dazu werden zwei Gitter senkrecht zum Röntgenstrahl parallel zueinander positioniert. Das Phasengitter G1 besteht aus Linien, die einen definierten Phasenschub üblicherweise von π oder $\pi/2$ und eine vernachlässigbare Röntgenabsorption verursachen.

[0003] Die gebeugten Strahlen interferieren gemäß dem Talbotteneffekt und es entsteht ein Interferenzmuster. Das zweite Gitter G2 dient zur Analyse des Interferenzbildes und soll die Röntgenstrahlung bestmöglich modulieren zwischen transparent und opak. In den opaken Bereichen ist eine Absorption größer 50% für eine Bildauswertung mindestens notwendig.

[0004] In der Veröffentlichung Franz Pfeiffer et al. nature physics (2006) Advanced Online Publication, werden die Möglichkeiten der Phasenkontrast-Röntgenbildgebung mit nicht-kohärenten Röntgenquellen beschrieben. Zur Realisierung dieser Bildgebungssysteme müssen Gitterstrukturen mit Perioden im Bereich von wenigen Mikrometern realisiert werden, deren Transmission in den opaken Bereichen über den relevanten Energiebereich kleiner als 50%, besser kleiner als 30% ist. Die nötige Strukturhöhe muss also gleich oder größer der Eindringtiefe der Photonen in das absorbierende Material sein, was zur Forderung nach einem hohen Aspektverhältnis führt. Heutige Untersuchungen zur Phasenkontrastbildgebung im Röntgenbereich konzentrieren sich weitgehend auf den Energiebereich bis 60 keV.

[0005] Heute verwendete Gitter verwenden Gold als Material, das die Röntgenstrahlen stark absorbiert und das technisch gut aus flüssigen Elektrolyten abgeschieden werden kann. Wegen der Atomstruktur steigt die Eindringtiefe der Röntgenstrahlen als Funktion der Energie in Gold kontinuierlich bis zur K-Schalenkante bei 80.7 keV Röntgenenergie massiv an.

[0006] Demgemäß führen insbesondere Aufnahmen mit Röntgenlicht in einem Bereich unterhalb von 80 keV Röntgenenergie heute noch nicht zu befriedigenden Ergebnissen.

[0007] Bislang ist die Herstellung von Gittern veröffentlicht unter Verwendung von Gold mit dem LIGA-Verfahren (Reznikova, E.; Mohr, J.; Boerner, M.; Nazmov, V.; Jakobs, P. J. Soft X-ray lithography of high aspect ratio SU8 submicron structures, Microsystems

Technologies, 14 (2008) p.1683–88) und von konformer Beschichtung von Si-Strukturen mit Gold aus einem elektrochemischen Goldbad (C. David, J. Bruder, T. Rohbeck, C. Grünzweig, C. Kottler, A. Diaz, O. Bunk, F. Pfeiffer, Fabrication of diffraction gratings for hard X-ray Phase contrast imaging, Microelectronic Engineering 84 (2007) 1172–1177), wobei die Si-Strukturen über einen Ätzprozess hergestellt werden.

[0008] Die Verwendung von CVD-Prozessen zur Abscheidung von Wolfram in Silizium Strukturen ist ebenfalls veröffentlicht (P. Ramm, M. J. Wolf, A. Klumpp, R. Wieland, B. Wunderle, B. Michel; Through Silicon Via Technology-Processes and Reliability for Wafer-Level 3D System Integration, Proc. 2008 Electronic Components and Technology Conference pp 841).

[0009] Das Problem sehr geringer Absorption von Gold unterhalb der 80.7 keV-Kante wurde bislang nicht adressiert.

Aufgabe:

[0010] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es demgemäß, Gitter zur Verfügung zu stellen, die bei der nötigen Kleinheit der Strukturen von wenigen Mikrometern hinreichend hohe Absorption von Röntgenstrahlen bis etwa 80 keV ermöglichen.

[0011] Ebenso ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, Gitter zur Verfügung zu stellen, die ein kostengünstigeres Absorbermaterial verwenden als es Gold ist.

Lösung:

[0012] Diese Aufgabe wird durch Gitter umfassend einen Träger, bevorzugt aus Silizium, in das eine primäre Gitterstruktur eingebracht ist und welches mit einem hochabsorbierenden Material mit geringerer Kernladungszahl als Gold aufgefüllt ist, gelöst.

Begriffsdefinitionen:

[0013] Die in der vorliegenden Erfindung verwendete Abkürzung „DRIE“ steht für „Deep reactive-ion etching“, d. h. reaktives Ionentiefätzen, und ist ein bekanntes Verfahren zur Bearbeitung von Mikrostrukturen.

[0014] Die in der vorliegenden Erfindung verwendete Abkürzung „CVD“ steht für „Chemical Vapor Deposition“ und ist ein bekanntes Verfahren zur oberflächenkonformen Stoffabscheidung aus der VLSI-Technik.

[0015] Die in der vorliegenden Erfindung verwendete Abkürzung SOI steht für „Silicon on Insulator“ und

ist eine bekannte Substratform, die in der Silizium Mikromechanik häufig verwendet wird.

[0016] Unter einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung ein Material verstanden, das eine Kernladungszahl zwischen einschließlich 72 und einschließlich 78 aufweist.

[0017] Gitter im Sinne der vorliegenden Erfindung sind Gitter zur Analyse des Interferenzbildes in Interferometern für die Röntgenbildgebung, mittels Phasenkontrastmethoden, insbesondere Absorptionsgitter.

Detaillierte Beschreibung:

[0018] Die vorliegende Erfindung nutzt spezifisch Materialien, deren Absorptionskante unterhalb der von Gold liegt. Dies sind alle Materialien mit (nur wenig) geringerer Atom-Ordnungszahl als Gold, bevorzugt Tantal und Wolfram. Durch Verwendung dieser Materialien wird der Energiebereich ab 67.4 keV (Ta) oder 69,5 keV (W) bei gleicher Schichtdicke wie Gold um ein mehrfaches besser abgeschwächt.

[0019] Für den Energiebereich zwischen 69,5 keV und 80,7 keV wird in der vorliegenden Erfindung insbesondere Wolfram eingesetzt, denn Goldstrukturen müssten etwa 200 µm hoch sein, um eine Resttransmission von weniger als 30% zu gewährleisten, Wolframstrukturen nur etwa 60 µm.

[0020] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind demgemäß Gitter umfassend oder bestehend aus einem Träger, bevorzugt aus Silizium, in das eine primäre Gitterstruktur eingebracht ist und welches mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat, aufgefüllt ist.

[0021] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind auch Gitter umfassend eine primäre Struktur, die in einen Träger durch einen gerichteten Ätzschritt eingebracht wurde, und ein weiteres Material dadurch gekennzeichnet, dass die primäre Struktur mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat, gefüllt sind.

[0022] Dabei ist das absorbierende Material im Rahmen der vorliegenden Erfindung insbesondere Wolfram oder Tantal.

[0023] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ebenfalls die Verwendung von Wolfram oder Tantal als Absorbermaterial für die genannten Gitter, insbesondere jeweils als alleinige Absorbermaterialien.

[0024] Ebenfalls Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der vorhandenen Technologie „Wolfram-CVD in DRIE Si-Gräben“ (siehe P. Ramm et al.), um solche Gitter herzustellen.

[0025] Ebenfalls Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der vorhandenen Technologie „makroporöses Silizium-Ätzen“ zur Herstellung der primären Gitterstruktur.

[0026] Ferner ist Gegenstand der vorliegenden Erfindung die Verwendung der erfindungsgemäßen Gitter.

[0027] Eine technologische Herausforderung war es, bei der nötigen Kleinheit der Strukturen (um 1 µm Linienbreite) eine ausreichende Absorption zu erzeugen, was eine große Höhe der Linien und damit ein großes Aspektverhältnis erfordert.

[0028] Diese konnte in einer Variante der vorliegenden Erfindung durch die Kombination von DRIE in Silizium mit anschließendem Füllen, insbesondere durch einen CVD-Prozess, bewältigt werden.

[0029] In einer Variante der vorliegenden Erfindung konnte diese durch die Kombination von makroporösem Silizium-Ätzen mit anschließendem Füllen, insbesondere durch einen CVD-Prozess, bewältigt werden.

[0030] In einer Variante der vorliegenden Erfindung wird <110> orientiertes Silizium, insbesondere mit KOH geätztes, als Träger eingesetzt.

[0031] In einer Variante der vorliegenden Erfindung wird das Gitter in ein Silicon-on-Insulator Substrat geätzt.

[0032] Die vorliegende Erfindung betrifft demgemäß in einer bevorzugten Ausgestaltung Gitter umfassend einen Träger aus Silizium und ein Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat.

[0033] Die Träger der erfindungsgemäßen Gitter sind ausgewählt aus der Gruppe von Materialien mit geringem Absorptionskoeffizient.

[0034] In einer Variante bestehen die Träger aus Silizium oder dessen Verbindungen wie Siliziumnitrid und Siliziumdioxid, bevorzugt Silizium.

[0035] Als absorbierendes Material kann im Rahmen der vorliegenden Erfindung bevorzugt das Material Tantal oder das Material Wolfram eingesetzt werden:

[0036] In einer Variante der vorliegenden Erfindung ist das Trägermaterial ein in dem relevanten Energiebereich hoch transmissives Material, das nicht Silizium ist.

[0037] In einer Variante der vorliegenden Erfindung liegen die Breiten der Stege des Trägers und der Luftbreite im Bereich von

0,5-Stegbreite < Luftbreite < 3-Stegbreite

[0038] In einer Variante der vorliegenden Erfindung können die erfindungsgemäßen Gitter zusätzlich Materialien enthalten, die auf die Absorptions- bzw. Beugungseffekte der erfindungsgemäßen Gitter keinen signifikanten, bevorzugt gar keinen, Einfluss nehmen. Solche Materialien sind dem Fachmann bekannt. Ein Beispiel solcher zusätzlicher Materialien ist Silizium, das dem Wolfram oder Tantal zur Vergrößerung der Sprödigkeit der Gitter beigemischt sein kann. Diese zusätzlichen Materialien sind dem Wolfram oder Tantal in Mengen von maximal 10 Gew.-%, bevorzugt maximal 5 Gew.-%, besonders bevorzugt maximal 2 Gew.-% und insbesondere bevorzugt maximal 1 Gew.-% beigemischt.

[0039] In einer Variante der vorliegenden Erfindung können die Materialien der erfindungsgemäßen Gitter, bevorzugt Wolfram oder Tantal, technisch bedingte Verunreinigungen in einer Menge von maximal 2 Gew.-%, bevorzugt maximal 1 Gew.-%, besonders bevorzugt maximal 0,5 Gew.-% und insbesondere bevorzugt maximal 0,2 Gew.-% enthalten.

[0040] Eine erfindungsgemäße Variante zur Herstellung der erfindungsgemäßen Gitter ist ein Verfahren umfassend die Schritte oder bestehend aus den Schritten:

- i) Einarbeitung, bevorzugt durch DRIE, einer Gitterstruktur/primären Struktur in eine Trägerscheibe, bevorzugt eine Siliziumscheibe,
- ii) Befüllen dieser Gitterstrukturen, bevorzugt über CVD, mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat, bevorzugt ausgewählt aus W oder Ta,
- iii) gegebenenfalls Entfernen, bevorzugt durch Rückspütern, von auf der Oberfläche abgeschiedenem Material.

[0041] In Ergänzung zur erfindungsgemäßen Variante zur Herstellung der Gitter kann die Struktur des Siliziums, also die primäre Struktur, zusätzlich auf die Rückseite des Wafers justiert zur Oberseite aufgebracht werden und auch die Rückseite mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert, bevorzugt Wolfram oder Tantal, befüllt werden.

[0042] In einer Variante der vorliegenden Erfindung werden bei dem Füllprozess die Gräben konform nur zu 1/3 der Grabenbreite von beiden Seiten gefüllt.

[0043] In einer Variante der vorliegenden Erfindung werden die geätzten Gräben mit Wolfram oder Tantal über Pulverspritzguss gefüllt.

[0044] In einer Variante der vorliegenden Erfindung wird die primäre Struktur durch anisotropes Ätzen, insbesondere mit KOH, in <110> orientiertes Silizium hergestellt.

[0045] Die erfindungsgemäßen Gitter können verwendet werden in röntgenbasierten Systemen der Medizintechnik, bei der zerstörungsfreien Prüfung von Materialien und Komponenten, im Pharmascreeing, in Gepäck und Briefscannern, in Gantry-Einheiten von Computertomographen, bei der Röntgenoptik in Mikro-CT-Geräten, in röntgenoptischen Systemen für die medizinische Radiographie.

[0046] Die verschiedenen Ausgestaltungen der vorliegenden Erfindung, z. B. aber nicht ausschließlich diejenigen der verschiedenen abhängigen Ansprüche, können dabei in beliebiger Art und Weise miteinander kombiniert werden.

Figurenbeschreibung:

[0047] Die Figuren sind nicht unbedingt maßstabgetreu. Aus Gründen der Klarheit und zur einfacheren Darstellung können einige Merkmale der Erfindung übertrieben groß oder in schematischer Form dargestellt sein, ebenso können demgemäß einige Details von konventionellen bzw. bekannten Elementen nicht dargestellt sein.

[0048] [Fig. 1](#) zeigt die Eindringtiefe Alpha von Röntgenstrahlung für die Materialien Gold, Wolfram und Tantal in Mikrometern. Ist der durchstrahlte Bereich so dick wie die Eindringtiefe, dann beträgt die Resttransmission 37%. Gewünscht für die hier diskutierten Anwendungen sind Resttransmissionen von 37% oder weniger, wofür die durchstrahlte Dicke so hoch oder höher als die hier dargestellte Eindringtiefe sein muss. Im Fall von Gold bei 70 keV also 170 µm und bei 80 keV sogar 250 µm. Im Falle von Wolfram sind nur 50 µm bzw. 75 µm und bei Tantal ebenfalls nur 50 µm bzw. 85 µm nötig.

[0049] [Fig. 2](#) zeigt eine Darstellung von erfindungsgemäßen Gittern aus einem Silizium/Wolfram-Verbund. Das hierin dargestellte Rückspütern kann erfindungsgemäß auch entfallen.

[0050] Die erste Zeile zeigt einen Silizium Standardwafer 4, 6, 8 oder 12 Zoll hergestellt mittels DRIE 30-120 µm und mit einer Periode von 5 µm. In der zweiten Zeile ist illustriert, wie Wolfram bzw. Tantal per CVD mit 3 µm abgeschieden wird (bis die Gräben seitlich zugewachsen sind) und in Zeile 3 ist illustriert, dass ein Rückspütern des Wolfram bzw. Tantal erfolgen kann.

[0051] [Fig. 3](#) zeigt eine Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung, bei der sowohl Vorder- als auch Rück-

seite des Trägers strukturiert und mit Wolfram bzw. Tantal gefüllt werden.

[0052] Die erste Zeile zeigt dabei eine DRIE-Struktur in Silizium, beidseitig hergestellt durch justierte Belichtung und die zweite Zeile beidseitig per CVD abgeschiedenes Wolfram mit $> 1/2$ Linienbreite des Siliziums.

[0053] Bei Bedarf ist ein Rückspütern möglich.

[0054] [Fig. 4](#) zeigt eine Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung, bei der die in den Träger eingearbeiteten Strukturen nicht vollständig durch Wolfram bzw. Tantal gefüllt sind.

[0055] Dabei ist in der ersten Zeile wieder ein Silizium Standardwafer von 4, 6, 8 oder 12 Zoll dargestellt, bearbeitet mit DRIE 30–120 μm und einer Periode von 5 μm . Danach erfolgte eine Abscheidung von Wolfram bzw. Tantal per CVD mit $1/3$ der Linienbreite des Silizium, illustriert in Zeile 2. In Zeile 3 ist das optionale Rückspütern des Wolframs bzw. Tantals dargestellt.

ZITATE ENHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- Franz Pfeiffer et al. nature physics (2006)
Advanced Online Publication [0004]
- Reznikova, E.; Mohr, J.; Boerner, M.;
Nazmov, V.; Jakobs, P. J. Soft X-ray
lithography of high aspect ratio SU8
submicron structures, Microsystem
Technologies, 14 (2008) p.1683–88 [0007]
- C. David, J. Bruder, T. Rohbeck, C.
Grünzweig, C. Kottler, A. Diaz, O. Bunk, F.
Pfeiffer, Fabrication of diffraction gratings
for hard X-ray Phase contrast imaging,
Microelectronic Engineering 84 (2007) 1172–
1177 [0007]
- P. Ramm, M. J. Wolf, A. Klumpp, R. Wieland,
B. Wunderle, B. Michel; Through Silicon Via
Technology-Processes and Reliability for
Wafer-Level 3D System Integration, Proc.
2008 Electronic Components and Technology
Conference pp 841 [0008]
- P. Ramm et al. [0024]

Patentansprüche

1. Gitter umfassend eine primäre Struktur, die in einen Träger durch einen gerichteten Ätzschritt eingebracht wurde, und ein weiteres Material **dadurch gekennzeichnet**, dass die primäre Struktur mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat, gefüllt ist.

2. Gitter nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass das Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat, Wolfram oder Tantal ist.

3. Gitter nach Anspruch 1 oder 2 dadurch gekennzeichnet, dass der Träger aus Silizium oder dessen Verbindungen besteht.

4. Gitter nach einem der Ansprüche 1 bis 3 dadurch gekennzeichnet, dass der Träger ein Silicon-on-Insulator-Substrat ist.

5. Gitter nach Anspruch 3 oder 4 dadurch gekennzeichnet, dass die primäre Struktur in $\langle 110 \rangle$ orientiertem Silizium hergestellt ist.

6. Gitter nach einem der Ansprüche 1 bis 5 dadurch gekennzeichnet, dass die Breiten der Stege des Trägers und der Luftbreite im Bereich von $0,5 \cdot \text{Stegbreite} < \text{Luftbreite} < 3 \cdot \text{Stegbreite}$ liegen.

7. Gitter nach einem der Ansprüche 1 bis 6 dadurch gekennzeichnet, dass das Trägermaterial ein in dem relevanten Energiebereich hoch transmissives Material ist, das nicht Silizium ist.

8. Verfahren zur Herstellung von Gittern gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7 umfassend die Schritte oder bestehend aus den Schritten

- i) Einarbeitung einer primären Gitterstruktur in eine Trägerscheibe
- ii) befüllen dieser Gitterstrukturen mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat,
- iii) gegebenenfalls Entfernen von auf der Oberfläche abgedecktem Material.

9. Verfahren nach Anspruch 8 dadurch gekennzeichnet, dass das Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert und eine geringere Kernladungszahl als Gold hat, ausgewählt ist aus W oder Ta.

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9 dadurch gekennzeichnet, dass

- a) die primäre Struktur auf beiden Seiten der Trägerscheibe justiert zueinander eingebracht wird und
- b) die Trägeroberfläche beidseitig mit einem Material, das Röntgenstrahlen gut absorbiert, beschichtet wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 10 dadurch gekennzeichnet, dass das Gitter durch DRIE in Silizium oder durch makroporöses Silizium-Ätzen hergestellt wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11 dadurch gekennzeichnet, dass der Füllprozess die Gräben konform nur zu $1/3$ der Grabenbreite von beiden Seiten füllt.

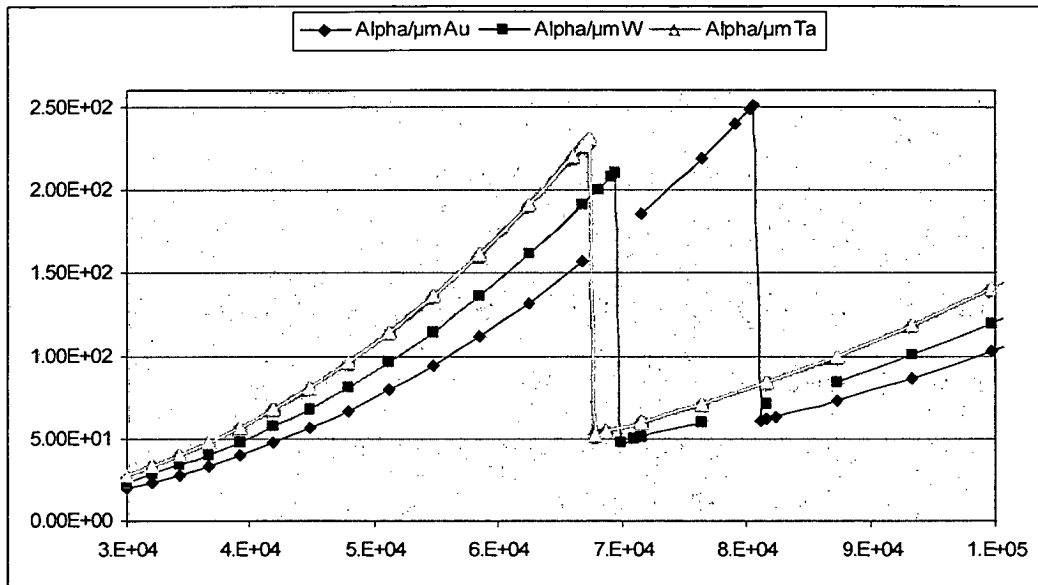
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12 dadurch gekennzeichnet, dass die geätzten Gräben mit Wolfram oder Tantal über Pulverspritzguss gefüllt werden.

14. Verwendung der Gitter gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7 oder der gemäß einem der Verfahren 8 bis 13 hergestellten Gitter in röntgenbasierten Systemen der Medizintechnik, bei der zerstörungsfreien Prüfung von Materialien und Komponenten, im Pharmascreeing, in Gepäck- und Briefscannern, in Gantry-Einheiten von Computertomographen, bei der Röntgenoptik in Mikro-CT-Geräten, in röntgenoptischen Systemen für die medizinische Radiographie

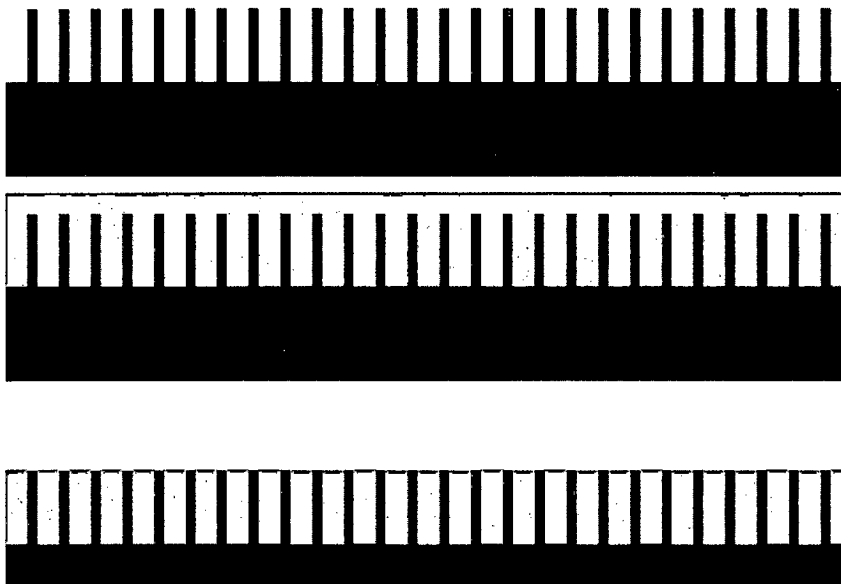
15. Verwendung von Wolfram oder Tantal als Absorbermaterial für Gitter.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

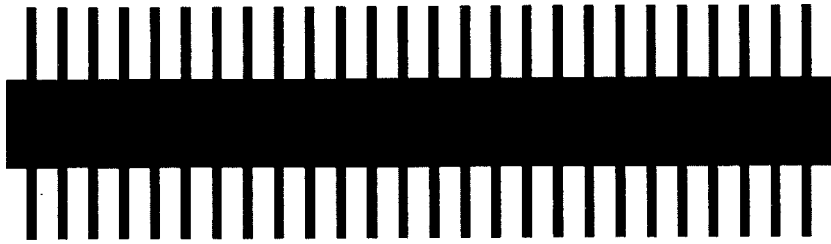
Anhängende Zeichnungen



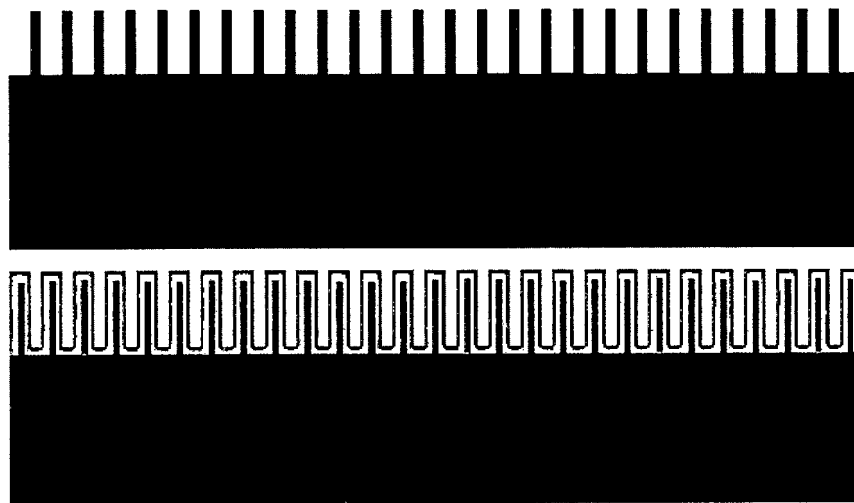
Figur 1



Figur 2



Figur 3



Figur 4