(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) EP 1 198 820 B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
19.04.2006 Patentblatt 2006/16

(21) Anmeldenummer: **00958290.9**

(22) Anmeldetag: **24.07.2000**

(51) Int Cl.:
H01J 35/18 *(2006.01)*

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2000/007076

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2001/008195 (01.02.2001 Gazette 2001/05)

(54) **RÖNTGENANODE**

X-RAY ANODE

ANODE A RAYONS X

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

(30) Priorität: **26.07.1999 DE 19934987**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.04.2002 Patentblatt 2002/17

(73) Patentinhaber: **Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.**
80686 München (DE)

(72) Erfinder:
- **FRYDA, Matthias**
  D-38110 Braunschweig (DE)
- **SCHAEFER, Lothar**
  D-38527 Meine (DE)
- **MATTHEE, Thorsten**
  D-38527 Meine (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 432 568
EP-A- 0 676 772
US-A- 4 159 437
US-A- 4 583 243
US-A- 5 173 612

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 198 820 B1

Beschreibung

Technisches Gebiet

[0001] Die Erfindung betrifft eine Röntgenanode. Die erfindungsgemäße Röntgenanode wird bevorzugt bei Röntgenapparaturen eingesetzt, bei welchen eine möglichst hohe Strahlungsintensität erforderlich ist. Besonders bevorzugt ist der Einsatz bei Röntgenmikroskopen, bei denen eine hohe Strahlungsintensität höchste Auflösungen gewährleistet.

Stand der Technik

[0002] Bei der Erzeugung von Röntgenstrahlung wird meist metallisches Anodenmaterial mit Elektronen beaufschlagt. Die durch charakteristische elektronische Übergänge entstehende Strahlung verlässt die Apparatur durch ein für die Röntgenstrahlung transparentes Fenster. Die Röntgenerzeugung erfolgt dabei zur Vermeidung von Absorption bei niedrigen Gasdrücken. Das transparente Fenster dient dazu, den Niederdruckbereich vom Aussenbereich abzutrennen.

[0003] Bekannt sind metallische Röntgenanoden, zum Beispiel aus Kupfer oder Molybdän, und ein Fenster aus Beryllium in einer Winkeltargetanordnung. Hierbei weisen Anode und das Berylliumfenster einen gewissen räumlichen Abstand auf und sind gegeneinander verkippt. Wird die erzeugte Röntgenstrahlung für röntgenmikroskopische Zwecke eingesetzt, so haftet dieser Lösung der Nachteil an, dass wegen der unvermeidlichen Strahldivergenz zwischen Anode und abzubildendem Objekt die Auflösung nur recht mäßig ist. Auch ist Beryllium hoch toxisch und sollte daher als Fenstermaterial möglichst vermieden werden.

[0004] Aus US-A-4 622 688 ist eine Röntgenanode bekannt, bei der sich das Anodenmaterial auf einem Austrittsfenster (aus Beryllium) befindet.

[0005] Als Alternative zu Berylliumfenstern als Strahlaustrittsfenster von Röntgenapparaturen schlägt die US 5,173,612 den Einsatz eines Diamantfensters von wenigen 10 μm Dicke vor. Da dickere Diamantfenster wegen der erhöhten Absorption durch Diamant ausscheiden, kommt es bei diesen dünnen Diamantfenstern jedoch zu erheblichen mechanischen Problemen. Die dünnen Diamantfenster können den Druckunterschied von ungefähr 10^5 Pa zwischen Niederdruckbereich und Aussenbereich kaum standhalten und müssen durch entsprechende Stege aufwendig stabilisiert werden.

[0006] Bekannt sind ferner sogenannte Mikrofokusquellen, bei denen sich das Anodenmaterial als Schicht auf einem Berylliumienster befindet, und bei der die Anode mit einem möglichst stark fokussierten Elektronenstrahl beaufschlagt wird. Bei diesen Mikrofokusquellen rückt die Anode bei der optischen Abbildung näher zum Objekt und die optische Auflösung kann gesteigert werden. Die Auflösung fällt dabei um so besser aus, je schärfer der die Anode beaufschlagende Elektronenstrahl auf die Anode fokussiert wird. Unter Vernachlässigung von Beugungserscheinigungen wäre ein punktförmiger Fokus auf der Anode ideal. Bei einem punktförmigem Fokus tritt jedoch das Problem auf, dass die durch den Elektronenbeschuss eingekoppelte Energie zu einem Aufschmelzen und/oder Abdampfen der Materialien und damit zu einer Abnahme von deren Lebensdauer kommt. Um das Abdampfen von Anodenmaterial zu kompensieren muss die Anode dicker gewählt werden. Eine dicke Anode führt jedoch dazu, dass die Röntgenstrahlung durch das Anodenmaterial selbst absorbiert wird. Die Wahl eines dickeren Berylliumfensters scheidet aus dem gleichen Grund aus. Darüber hinaus weist diese Lösung den erheblichen Nachteil auf, dass es wegen der vorhandenen Druckunterschiede zu mechanischen Problemen kommen kann, bei der die Mikrofokusquelle leicht bersten kann. Dies ist bei dem toxischen Beryllium jedoch besonders nachteilig und führt bei einem Bruch der Mikrofokusquelle wegen der dann erforderlichen Sicherheitsmass-nahmen zur Sicherung des Personals zu unerwünschten Standzeiten der Apparatur. Aus diesen Gründen ist eine punktförmige Fokussierung nach dem Stand der Technik nur begrenzt möglich.

Darstellung der Erfindung

[0007] Der Erfindung liegt das technische Problem zugrunde, eine Röntgenanode bereitzustellen welche die Nachteile nach dem Stand der Technik weitestgehend vermeidet. Die Röntgenanode soll gesundheitlich unbedenklich sein und es insbesondere erlauben, mit einem wesentlich kleineren Fokus zu arbeiten als nach dem Stand der Technik.

[0008] Die Lösung dieses technischen Problems wird durch die im Anspruch 1 angegebenen Merkmale gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

[0009] Erfindungsgemäß wurde erkannt, dass sich die Probleme durch eine Röntgenanode lösen lassen, bei der sich das Anodenmaterial auf einem Diamantfenster befindet.

[0010] Diamant scheint als Material für eine Mikrofokusquelle zunächst ungeeignet zu sein. Diamant absorbiert mit einer Kernladungszahl von Z=6 die Röntgenstrahlung stärker als Beryllium mit Z=4. Damit sollte zu erwarten sein, dass Diamantfenster eingesetzt werden müssen die dünner als Berylliumfenster sind, und dies mit den oben genannten mechanischen Problemen. Zudem kam bisher einzig Beryllium als Fenstermaterial in Betracht, da Beryllium ein gut wälzbares Metall ist, aus dem sich leicht Berylliumfenster herstellen lassen. Dieses Fenster dient nach dem Stand der Technik als Substrat für eine aufzubringende Metallanode.

[0011] Durch Experimente konnte jedoch nachgewiesen werden, dass diese Nachteile bei einem Substrat aus Diamant überkompensiert werden können. Entgegen allen Erwartungen ist es möglich, bei einer Röntgenanode auf einem Diamantfenster mit einem wesentlich

kleineren Fokus zu arbeiten als bei einer Röntgenanode auf einem Berylliumfenster. Die Überkompensation liegt darin begründet, dass Diamant ein exzellenter Wärmeleiter ist, und dadurch die eingebrachte Wärmeenergie durch das Diamantsubstrat besonders effizient abtransportiert werden kann. Dadurch erwärmt sich der Fokusbereich weniger und es ist möglich stärker zu fokussieren. Dies führt wunschgemäß zu grösseren Strahlungsdichten. Umgekehrt erlaubt der Austausch des Berylliumfensters durch das Diamantsubstrat bei gleichbleibender Strahlungsdichte und Lebensdauer eine dünnere Anode mit geringerer Absorption von Röntgenstrahlung.

[0012] Es hat sich gezeigt, dass auch relativ dicke Diamantschichten mit sehr dünnen Anoden mit Vorteil eingesetzt werden können. In diesem Sinne eignen sich auch Diamantfenster von 50 μm bis 1000 μm Dicke, und noch besser zwischen 300 μm bis 700 μm Dicke. Bei derartigen Dicken ist ein effizienter Abtransport von Wärme und eine gute mechanische Stabilität gewährleistet.

[0013] Im Sinne der vorliegenden Erfindung kann ein polykristallines Diamantsubstrat bzw. Diamantfenster und auch ein Fenster aus einem Einkristall eingesetzt werden. Ein polykristallines Diamantsubstrat kann dabei besonders einfach über chemische Gasphasenabscheidung (englisch CVD: chemical vapour deposition) hergestellt werden, so zum Beispiel über Heissdraht-CVD oder Mikrowellen-CVD. Dies erlaubt auch die Herstellung grosser Diamantsubstrate zu mässigen Preisen. Die Abscheidung des Anodenmaterials erfolgt durch ein anderes Abscheideverfahren, so zum Beispiel mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (PVD).

[0014] Als Anodenmaterial kommen grundsätzlich Metalle, mehrere Lagen von Metall, oder Metalllegierungen in Betracht. Die Dicke des Anodenmaterials liegt bevorzugt im Bereich zwischen 1 μm und 25 μm, noch besser im Bereich zwischen 3 μm und 12 μm, und am besten bei 6 μm.

[0015] Die Schichten müssen keine konstanten Dikken aufweisen. Darunter soll verstanden werden, dass zum Beispiel für den Fall einer scheibenförmigen Mikrofokusquelle die Scheibendicke nicht einheitlich sein muss. Die Scheibe kann zum Beispiel an den Rändern eine grössere Dicke aufweisen. Die oben angegebenen Dicken für die Schichten sind daher dahingehend zu verstehen, dass dies Dicken im Fokusbereich sind.

[0016] Um sicherzustellen dass stets ausreichend Anodenmaterial auf dem Diamant vorhanden ist und nicht nach einer entsprechenden Anzahl von Betriebsstunden verdampft ist, kann für die erfindungsgemäße Röntgenanode ein Temperatursensor vorgesehen sein. Eine elegante Möglichkeit hierzu besteht in der Verwendung des Diamantfensters als Thermistor, d.h. in der Ausnutzung der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstands des Diamantfensters. Der Anwender hat dann nach entsprechender Eichung nur noch den optimalen Arbeitspunkt hinsichtlich gewünschter Strahlungsintensität bei minimaler Verdampfungsrate einzustellen. Dies erleichtert es, eine thermisch bedingte Beschädigung der erfindungsgemäßen Röntgenanode zu vermeiden. Selbst für den Fall, dass nach einer entsprechenden Anzahl von Betriebsstunden ein Teil des Anodenmaterials verdampft ist, wird das Diamantfenster als thermisch ungemein stabiles Material meist noch vollkommen in Takt sein. Für diesen Fall kann im Rahmen von Wartungsarbeiten das restliche Anodenmaterial chemisch entfernt und das Diamantfenster neu beschichtet werden. Die Wahl von Diamant als Fenstermaterial erlaubt damit eine preiswerte Instandsetzung der erfindungsgemäßen Röntgenanode bei gleichzeitiger Wiederverwendung des Diamantfensters.

[0017] In der einfachsten Ausführungsform befindet sich das Anodenmaterial vollflächig auf dem Diamantsubstrat. Je nach Besonderheiten der Herstellung oder des geplanten Einsatzes der Mikrofokusquelle kann es jedoch ausreichen, wenn nur ein Teil der Diamantschicht mit dem Anodenmaterial bedeckt ist. Abhängig von der Haftung des Anodenmaterials auf dem Diamantsubstrat kann es ausreichen, das Anodenmaterial direkt auf die Diamantschicht aufzubringen. Bei schlechterer Haftung kann jedoch eine haftungsvermittelnde Zwischenschicht vorteilhaft sein. Ebenso kann eine Zwischenschicht dann vorteilhaft sein, wenn möglichst monochromatische Strahlung die Röntgenanode verlassen soll. In diesem Fall übt die Zwischenschicht die Funktion eines Strahlungsfilters und/oder Monochromators aus.

[0018] Bei Untersuchungen hat sich ferner gezeigt, dass bei gleicher Strahlungsleistung mit der erfindungsgemäßen Röntgenanode temperaturempfindliche Proben besser untersucht werden können als mit dem Vergleichsanode mit Berylliumfenster. Wegen der exzellenten Wärmeleitung von Diamant liegen nämlich auf der dem Atmosphärenbereich zugewandten Seite geringere Temperaturen vor was es erlaubt, die Proben bei der Untersuchung näher am Fenster zu plazieren. Dies wiederum führt zu einer besseren optischen Auflösung.

[0019] Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird im folgenden näher beschrieben.

[0020] Auf einem Hilfssubstrat wird mittels Heissdraht-CVD eine polykristalline Diamantschicht (1) von 250 μm Dicke abgeschieden. Nach dem Entfernen des Hilfssubstrats wird auf dieser Diamantschicht mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (PVD) eine Wolframschicht (2) von 6 μm Dicke abgeschieden. Die Wolframschicht bedeckt die Diamantschicht vollflächig. Die Röntgenquelle wird mittels einer Klemmvorrichtung (3) in das Gehäuse (4) eines kommerziellen Röntgenmikroskops eingebaut, wobei zur Gewährleistung eines stabilen Vakuums Dichtringe (5) eingesetzt werden. Die einzige Fig. 1 zeigt diese Mikrofokusquelle in eingebauten Zustand. Durch punktuelle Beaufschlagung der Röntgenanode mit Elektronen e^- wird Röntgenstrahlung hv erzeugt. Mit dieser Röntgenanode wird die maximal erreichbare Strahlungsdichte gemessen. Ersetzt man die Diamantschicht mit einer 500 μm dicken Berylliumschicht, so sinkt unter sonst gleichen Bedingungen die Strahlungsdichte der erzeugten Röntgenstrahlung um einen Faktor 4. Bei einer

Diamantschichtdicke von ebenfalls 500 μm wäre die mit der erfindungsgemässen Röntgenanode erzielbare Strahlungsdichte wegen des dann noch besseren Wärmeabtransports noch besser.

Patentansprüche

1. Röntgenanode, bei der sich das Anodenmaterial (2) auf einem Austrittsfenster (1) befindet, **dadurch gekennzeichnet, dass** zwischen Röntgenanode und Austrittsfenster mindestens eine als Strahlungsfilter dienende Zwischenschicht vorgesehen ist und das Austrittsfenster Diamant enthält.

2. Röntgenanode nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Austrittsfenster (1) polykristallinen Diamant umfasst.

3. Röntgenanode nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Austrittsfenster (1) einkristallinen Diamant umfasst.

4. Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Dicke des Austrittsfenster (1) im Bereich von 300 μm bis 700 μm liegt.

5. Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Anodenmaterial (2) eine oder mehrere Schichten aus einem Metall oder einer Legierung umfasst.

6. Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Anodenmaterialdicke zwischen 1 μm und 25 μm beträgt.

7. Röntgenanode nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Anodenmaterialdicke zwischen 3 μm und 12 μm beträgt.

8. Röntgenanode nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Anodenmaterialdicke 6 μm ist.

9. Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Anodenmaterial (2) das Austrittsfenster (1) vollflächig bedeckt.

10. Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Anodenmaterial (2) das Austrittsfenster (1) teilweise bedeckt.

11. Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens eine haftvermittelnde Zwischenschicht vorgesehen ist.

12. Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Temperatursensor vorgesehen ist.

13. Röntgenanode nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** als Temperatursensor das Diamantfenster (1) vorgesehen ist.

14. Verwendung einer Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 13 für Röntgenapparaturen.

15. Verwendung einer Röntgenanode nach einem der Ansprüche 1 bis 13 für Röntgenmikroskope.

Revendications

1. Anode à rayons X dont un matériau d'anode (2) se trouve sur une fenêtre de sortie (1), **caractérisée par** au moins une couche intermédiaire servant de filtre antiradiation entre l'anode à rayons X et la fenêtre de sortie qui contient du diamant.

2. Anode à rayons X selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** la fenêtre de sortie (1) comprend du diamant polycristallin.

3. Anode à rayons X selon la revendication 1 **caractérisée en ce que** la fenêtre de sortie (1) comprend du diamant monocristallin.

4. Anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisée en ce que** la fenêtre de sortie (1) a une épaisseur comprise dans la plage de 300 μm à 700 μm.

5. Anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisée en ce que** le matériau d'anode (2) comprend une ou plusieurs couches composées d'un métal ou d'un alliage.

6. Anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisée en ce que** le matériau d'anode a une épaisseur comprise entre 1 μm et 25 μm.

7. Anode à rayons X selon la revendication 6, **caractérisée en ce que** le matériau d'anode a une épaisseur comprise entre 3 μm et 12 μm.

8. Anode à rayons X selon la revendication 7, **caractérisée en ce que** le matériau d'anode a une épaisseur de 6 μm.

9. Anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 8,
caractérisée en ce que le matériau d'anode (2) recouvre toute la surface de la fenêtre de sortie (1).

10. Anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 8,
caractérisée en ce que
le matériau d'anode (2) recouvre partiellement la fenêtre de sortie (1).

11. Anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 10,
caractérisée par
au moins une couche intermédiaire conférant l'adhérence.

12. Anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 11,
caractérisée par
un capteur de température.

13. Anode à rayons X selon la revendication 12,
caractérisé en ce que
le capteur de température est la fenêtre de diamant (1).

14. Utilisation d'une anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, pour des équipements à rayons X.

15. Utilisation d'une anode à rayons X selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, pour des microscopes à rayons X.

Claims

1. X-ray anode, in which the anode material (2) is located on an exit window (1), **characterized in that** at least one interlayer, which serves as a radiation filter, is provided between the X-ray anode and the exit window, and the exit window comprises diamond.

2. X-ray anode according to Claim 1, **characterized in that** the exit window (1) comprises polycrystalline diamond.

3. X-ray anode according to Claim 1, **characterized in that** the exit window (1) comprises single-crystal diamond.

4. X-ray anode according to one of Claims 1 to 3, **characterized in that** the thickness of the exit window (1) is in the range from 300 μm to 700 μm.

5. X-ray anode according to one of Claims 1 to 4, **characterized in that** the anode material (2) comprises one or more layers of a metal or an alloy.

6. X-ray anode according to one of Claims 1 to 5, **characterized in that** the anode material thickness is between 1 μm and 25 μm.

7. X-ray anode according to Claim 6, **characterized in that** the anode material thickness is between 3 μm and 12 μm.

8. X-ray anode according to Claim 7, **characterized in that** the anode material thickness is 6 μm.

9. X-ray anode according to one of Claims 1 to 8, **characterized in that** the anode material (2) covers the entire surface of the exit window (1).

10. X-ray anode according to one of Claims 1 to 8, **characterized in that** the anode material (2) partially covers the exit window (1).

11. X-ray anode according to one of Claims 1 to 10, **characterized in that** at least one adhesion-promoting interlayer is provided.

12. X-ray anode according to one of Claims 1 to 11, **characterized in that** a temperature sensor is provided.

13. X-ray anode according to Claim 12, **characterized in that** the diamond window (1) is provided as the temperature sensor.

14. Use of an X-ray anode according to one of Claims 1 to 13 for X-ray apparatus.

15. Use of an X-ray anode according to one of Claims 1 to 13 for X-ray microscopes.

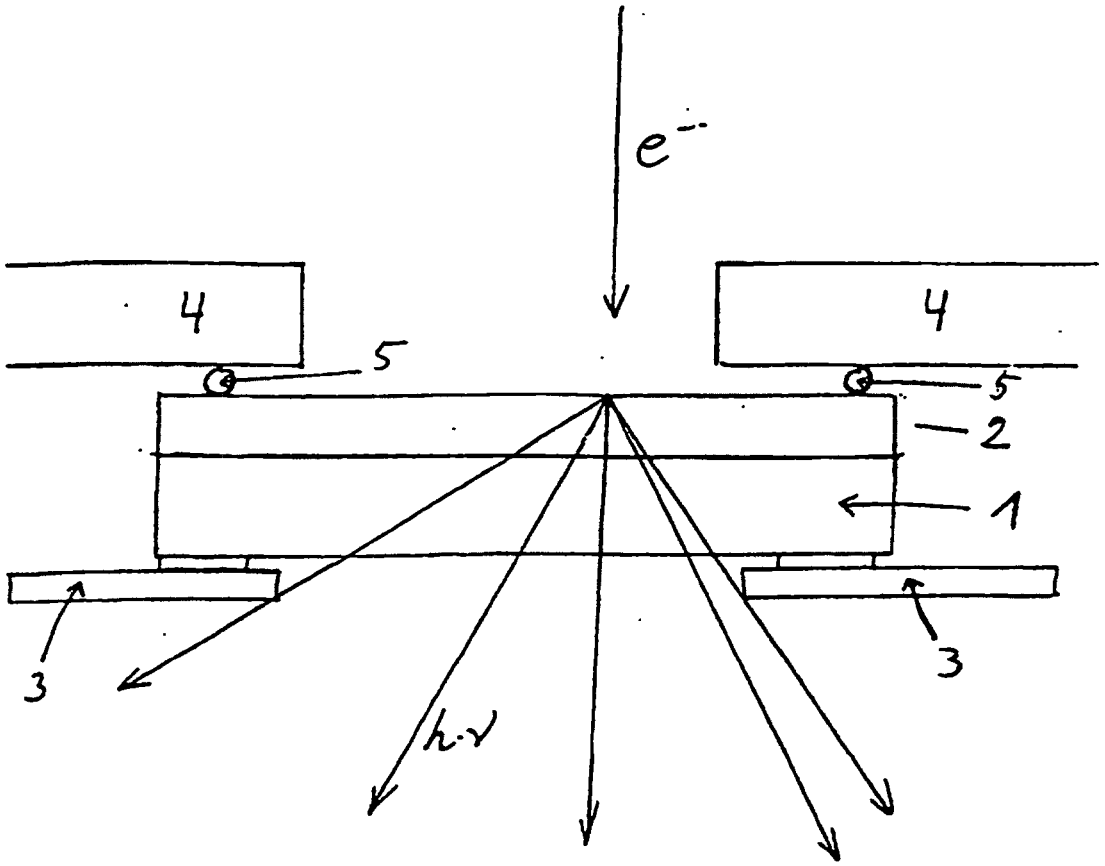

Fig. 1