

北京同步辐射装置 X射线成像技术介绍

黄万霞

2013-11-21

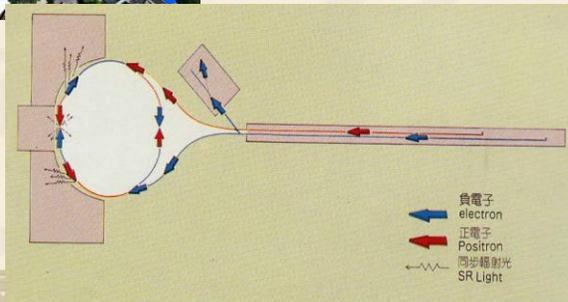
北京正负电子对撞机



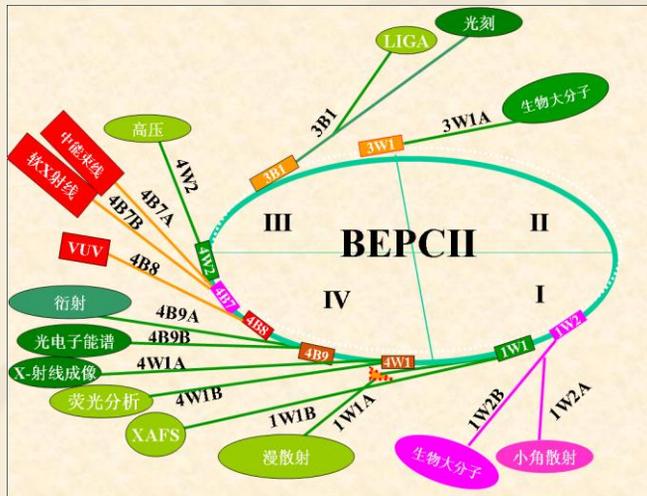
一机两用：

对撞模式，研究高能物理，6个月
同步模式，3个月

- ❖ 环周长：240m
- ❖ 能量：2.5GeV

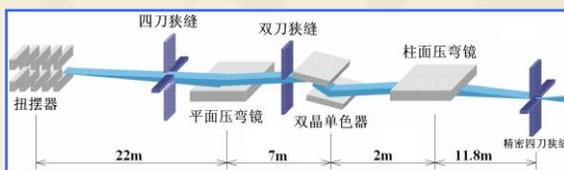


北京同步辐射装置



❖ 14条光束线和15个实验站

4W1A光束线（两种模式）



单色聚焦光束模式

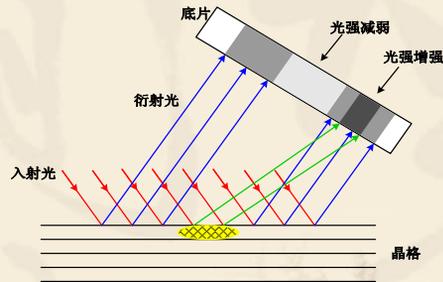
1. 纳米分辨三维成像
成像视场10 μ m~60 μ m
分辨率50nm~100nm



白光模式

2. X射线形貌术
成像视场10mm内可调
分辨率3~5 μ m
3. 相位衬度三维成像
成像视场约10mm可调
分辨率3~15 μ m

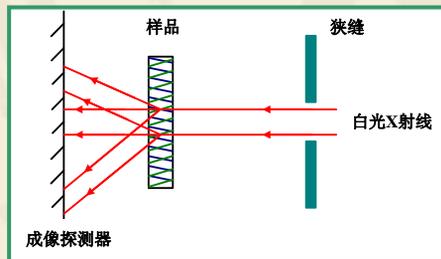
一、X射线形貌术—原理



衍射成像：晶格缺陷 → 衍射异常 → 光强分布改变 → 产生衬度

点缺陷（微缺陷）、位错、层错、晶界、畴壁、亚晶粒、杂质分凝、裂缝等

X射线形貌术—实验方法 同步辐射白光形貌术（透射）



实验原理：当一束同步辐射白光X射线束入射到晶体样品上时，根据布拉格衍射公式 $2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$ ($n=1,2,3,\dots$)，晶体中不同指数面各自分别选择相应波长的X射线，衍射形成相应的劳厄衍射斑（图5.8-1），每个劳厄斑点就代表了相应衍射面的信息。

X射线形貌术—样品

- ❖ 研究对象：晶体（单晶体）
- ❖ 单晶样品先经过切割、磨抛成薄片状
- ❖ 样品尺寸：通常5mm左右
- ❖ 样品厚度：通常几百微米

☞ 吸收衰减公式 $I = I_0 e^{-\mu t}$

μ : 线衰减系数，即样品厚度中每厘米的吸收几率，具有 cm^{-1} 的量纲。

t : 样品厚度

样品厚度根据 $\mu t \sim 1$ 计算，此时出射X射线强度约为入射X射线的0.37。

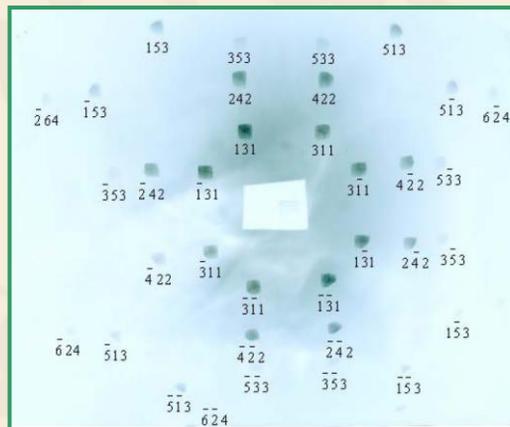
☞ The Center for X-Ray Optics



<http://www.cxro.lbl.gov>

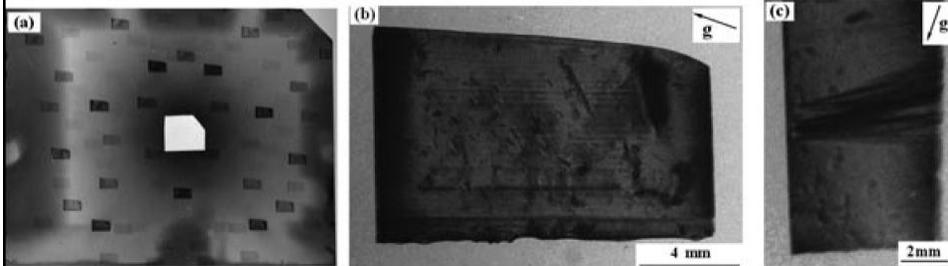
X射线形貌术--应用实例

1、一次曝光拍摄多组晶面的衍射图像---白光形貌术



透射式白光形貌术获得的金刚石晶体的白光形貌像（入射光沿[100]方向）

2. KDP晶体的形貌研究

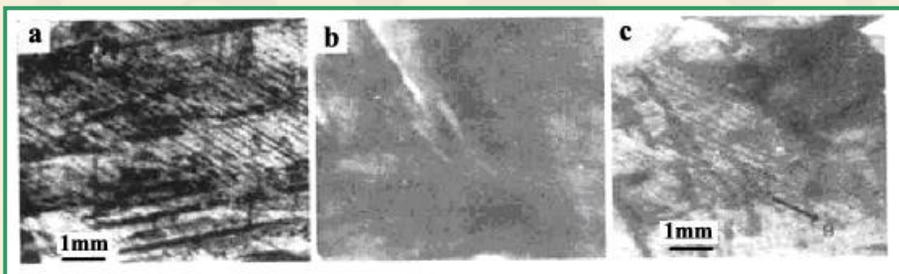


KDP晶体的劳厄斑点

$[10\bar{3}]$ 晶面的衍射斑点

$[13\bar{2}]$ 晶面的衍射斑点

3. 晶体相变过程的实时观察---铌酸钾 (KNbO₃) 晶体相变过程的实时研究

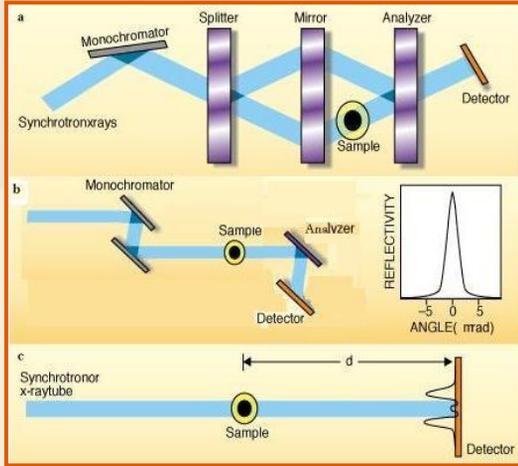


铌酸钾晶体的相变过程为：三方相 $\xrightarrow{-10^{\circ}\text{C}}$ 正交相 $\xrightarrow{225^{\circ}\text{C}}$ 四方相 $\xrightarrow{435^{\circ}\text{C}}$ 立方相

图(a)是室温下的形貌像，晶体为正交相。图(b)是相变温度附近的形貌像，显示晶体正发生相的转变。图(c)为相变后的形貌像，晶体为四方相。

二、X射线相位衬度成像

ϕ , 干涉法 $\nabla\phi$, 衍射增强成像、光栅成像 $\nabla^2\phi$, 同轴相位衬度成像



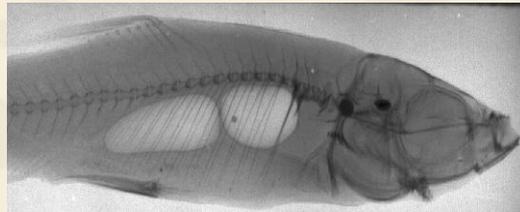
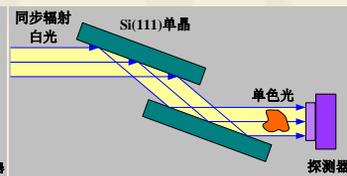
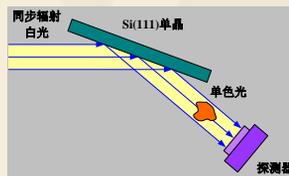
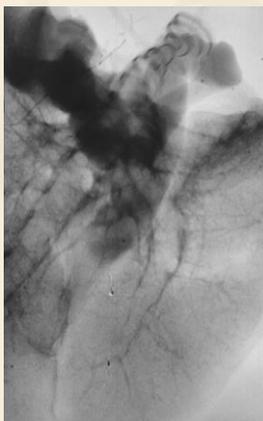
>干涉法

>衍射增强成像

>同轴相位衬度成像
(菲涅尔衍射成像)

提供比吸收成像更高的分辨率和衬度的一种成像方法

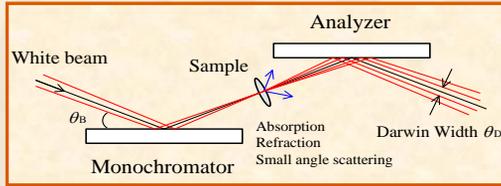
同轴相位衬度成像



SD大鼠的肺组织

可看出肺组织气管和动脉管

衍射增强成像方法



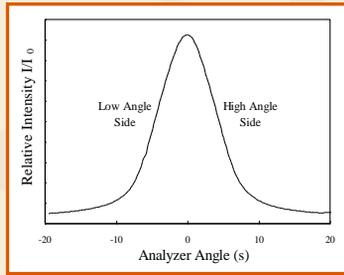
同步辐射白光经单色器
反射成单一能量光束



该单色光束在样品中发生
吸收、折射和小角散射



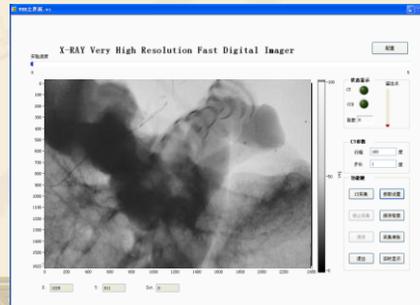
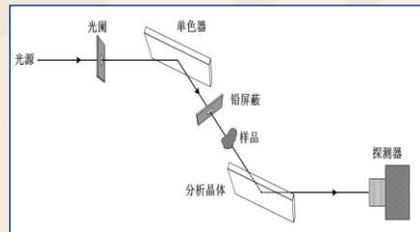
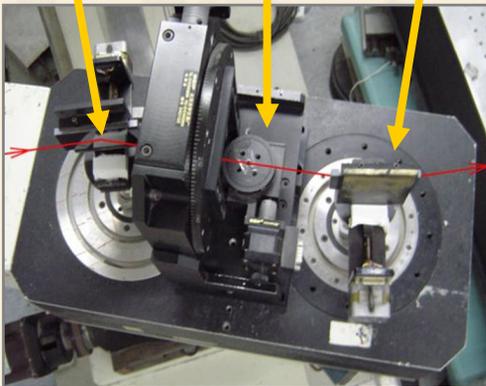
分析晶体的作用相当于一个
角度过滤器和衬度放大器，
从而得到消光衬度和
折射衬度



Si(111)晶体摇摆曲线 (8 keV)

相位衬度三维成像实验平台

单色晶体 样品转台 分析晶体



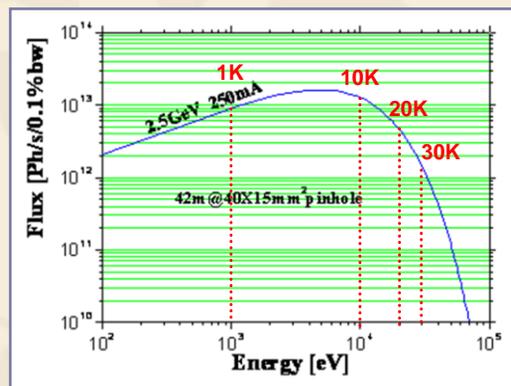
研究对象

- ❖ 动、植物；医学材料；复合材料；合金材料，岩石矿石类等

研究范围

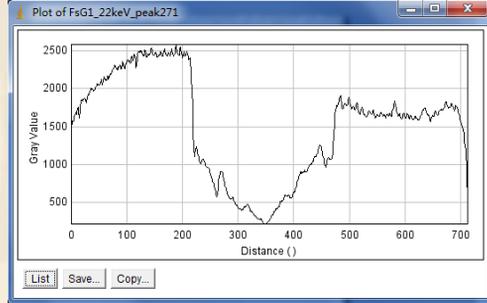
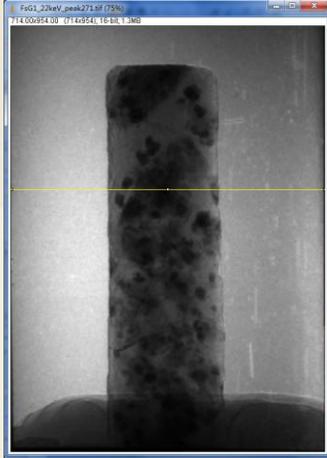
- ❖ 生物医学材料、复合材料等各种材料的内部精细结构；
- ❖ 原位观察材料在加载或加温等外界环境条件下的动态行为；
- ❖ 相位衬度成像及CT的原理和方法学研究；

能量范围：



5~20keV

成像能量的选择

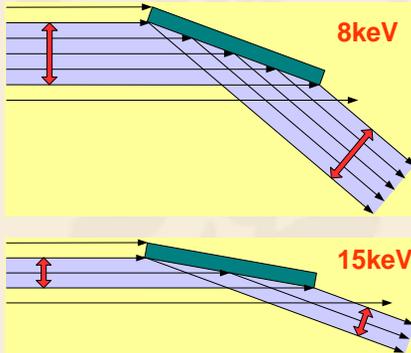


透过率： $T = \frac{N_s}{N_0}$ 20~30%

吸收衰减公式 $I = I_0 e^{-\mu t}$ 计算

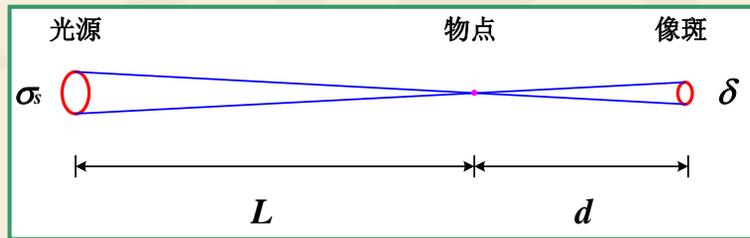
成像视场及样品尺寸

- ❖ 成像视场：探测器能接收到的X射线照射的区域，即探测器视场和光斑视场的交集
- ❖ 光斑视场主要由晶体长度决定



能量keV	布拉格角	光斑视场mm
8	14.3	20×12
12	9.5	14×12
16	7.1	11×12
20	5.6	8×12
24	4.7	7×12

空间分辨率



空间分辨率主要由三个因素决定：

光源尺寸 σ_s 光源到物的距离 L 物到像的距离 d

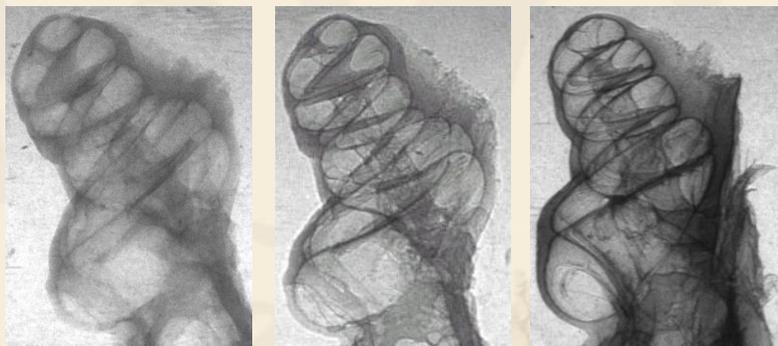
$$\left\{ \begin{array}{l} \delta_h = \frac{2\sigma_x \cdot d}{L} \approx 5\mu m \quad (\text{水平}) \\ \delta_v = \frac{2\sigma_y \cdot d}{L} \approx 1.8\mu m \quad (\text{竖直}) \end{array} \right.$$

探测器

- ❖ 英国Photonic Science公司 FDI-18mm X射线CCD探测器
像素尺寸：10.9 $\mu m \times 10.9\mu m$ ，像素阵列：1300 \times 1030
视场范围：14mm \times 11mm
- ❖ 英国Photonic Science公司 VHR-16M X射线CCD探测器
像素尺寸：7.4 $\mu m \times 7.4\mu m$ ，像素阵列4872 \times 3248
视场范围：36mm \times 24mm（可选区成像）
- ❖ 美国Xradia公司分辨率可调X射线CCD探测器
可选像素尺寸3.25 μm ，视场范围3.3mm \times 3.3mm
可选像素尺寸0.65 μm ，视场范围0.66mm \times 0.66mm
像素阵列1024 \times 1024。



豚鼠耳蜗的相位衬度成像——与首都医科大学合作

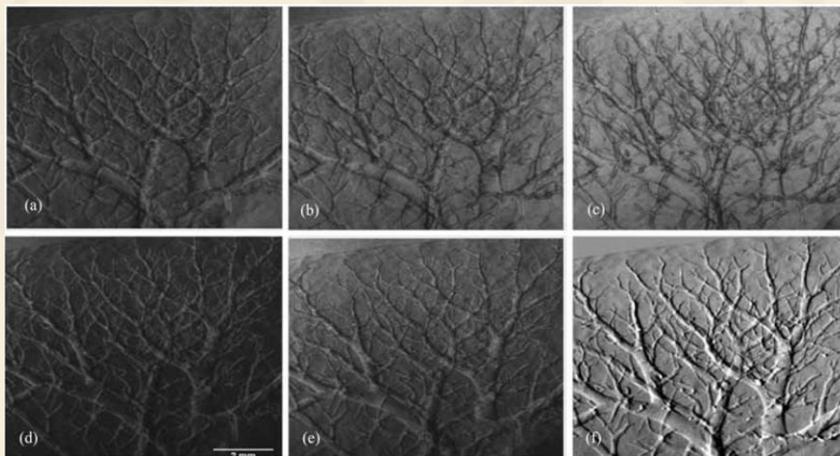


吸收衬度成像

同轴相位衬度成像

衍射增强相位衬度成像

大鼠肝血管的衍射增强成像



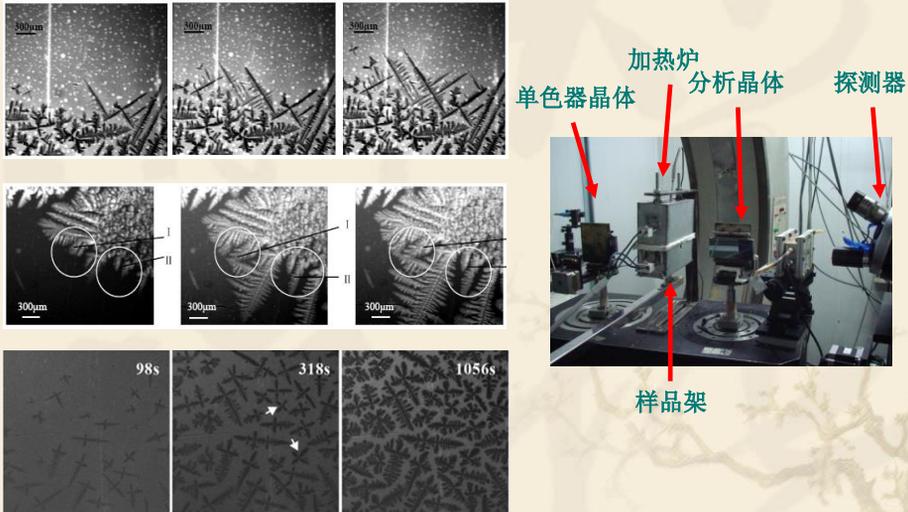
左右趾位图像

左右腰位图像

上图：峰位图像

下图：计算的折射像

原位观察合金生长过程枝晶生长形态的动态过程。

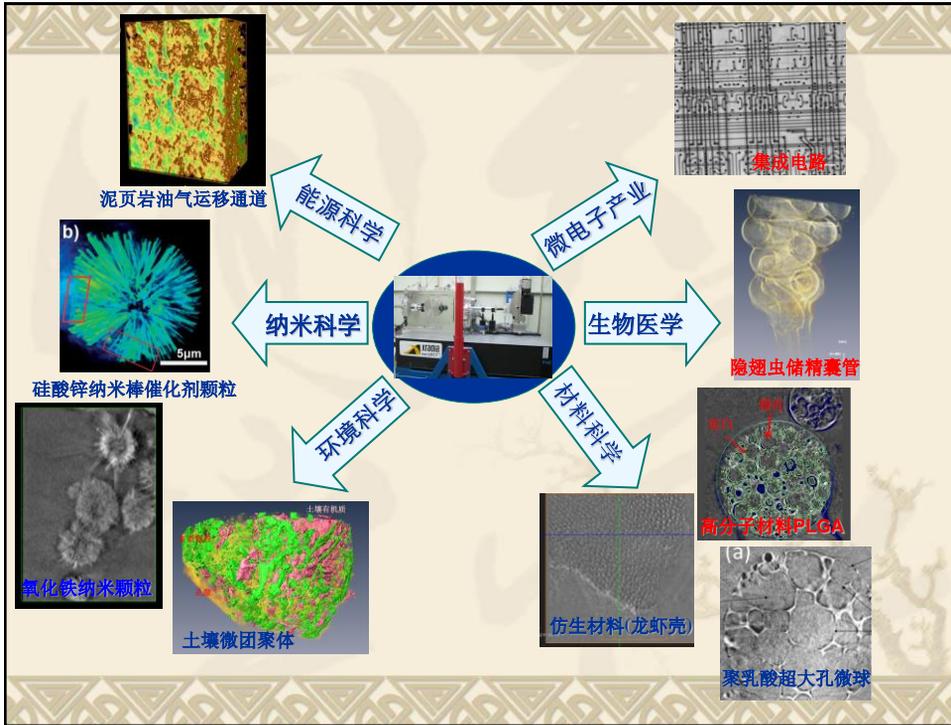


——大连理工大学王同敏课题组合作

三、纳米分辨成像系统

项目概述

- ❖ 由科学院和财政部联合支持的重大科研装备研制项目，研制经费2300万元，研制周期为30个月
- ❖ 项目承担单位：中国科学院高能物理所
- ❖ 2007年7月1日启动
- ❖ 2010年10月22日获得26nm的二维空间分辨率
- ❖ 2010年10月26日通过测试验收
- ❖ 2010年10月正式向用户开放
- ❖ 经过两年的稳定运行，于2012年12月20日通过验收专家组验收



纳米CT成像技术的应用领域

研究领域	研究内容	课题	单位
纳米科学	微纳结构材料	铁系磁性空心微纳米材料的结构与性质研究	北京航空航天大学
		微纳多级结构材料的三维成像	中科院化学所
		新型生化微载体的制备与结构表征	中国科学院过程工程研究所
		催化剂材料的生长机理研究	中科院高能所
功能材料	仿生材料 人工关节材料 复合材料、高分子材料	仿生轻质高强纳米复合材料的功能与结构研究	北京大学
		摩擦腐蚀多场耦合对医用钴合金纳米晶化的影响	北京科技大学
		金属添加剂颗粒在聚合物基质中分散行为的研究	北京大学
		纳米材料及结构的力学新原理及精细表征技术研究	中国科技大学
		压力诱导流动场在通用高分子中构筑多级有序层状微观结构	东华大学
纺织化工		尼龙材料的三维纳米结构研究	北京大学
		在线可控多功能聚酯纤维制备技术	中国纺织科学研究院
		高性能聚合物纤维的显微成像研究	中石化北京化工研究院

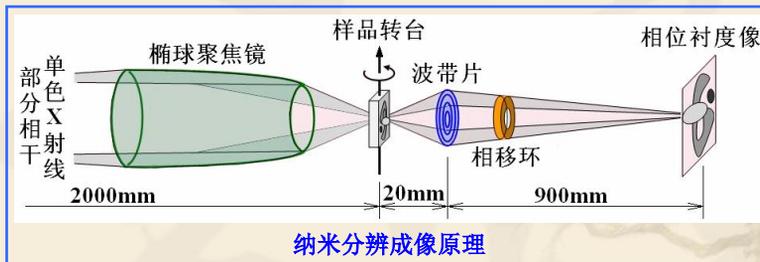
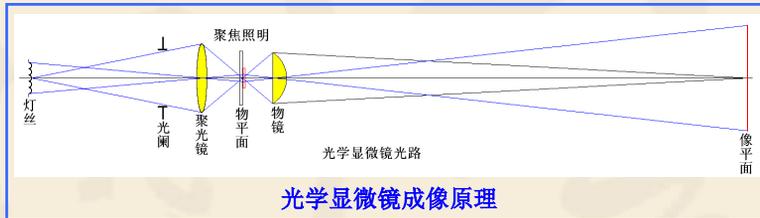
纳米CT成像技术的应用领域

研究领域	研究内容	课题	单位
能源材料	电极、电池材料等	电极材料的三维纳米结构研究	中科院物理所
		锂电池材料的三维结构研究	北京大学
		基于X射线成像技术研究SOFC电极的三维微结构	中科大国家同步辐射实验室
		利用微生物燃料电池研究典型复合污染对根际微生物的生态毒理效应	南开大学
		中温固体氧化物燃料电池阴极铬沉积和铬毒化机理研究	中科院上海应用物理所
石油勘探	油页岩、泥页岩、煤岩等	天然气生成机理、资源潜力评价与战略选区	中国石油勘探开发研究院
		页岩三维结构成像研究	中科院地质与地球物理研究所
		不同变形机制下煤岩纳米级孔隙结构演化过程及其机理	中国科学院大学
		中国华北地区中上元古界古油藏的成藏潜力	中国石油勘探开发研究院
		页岩气储层特征研究与目标优选	中国石油大学

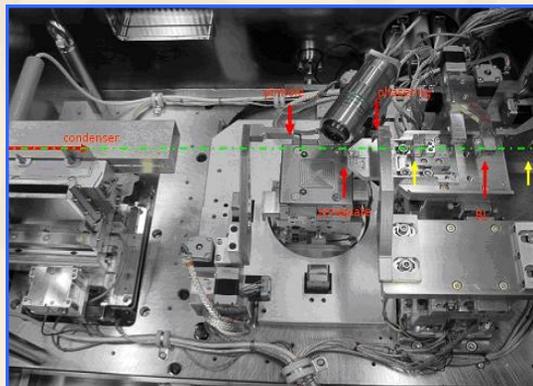
纳米CT成像技术的应用领域

研究领域	研究内容	课题	单位
生物形态学	动植物或体内微系统	甲虫后翅的纳米级三维结构研究	中科院动物所
		尘螨的显微CT成像	北京协和医院
		水稻扇型植硅体的三维形态结构研究	中国科学院大学
细胞生物学	细胞	利用同步辐射技术研究金属纳米材料与生物体系的作用	中科院高能所
		含钨、铈类多阴离子药物与细胞作用成像研究	苏州大学
		利用纳米成像技术研究纳米材料与细胞的相互作用	中科院高能所
		细胞及组织内金属Zn分布硬X-射线成像	南京大学
环境科学	土壤	微观尺度上土壤有机质稳定机理的研究	中国科学院大学
其它	太空灰尘	太空灰尘的内部结构研究	意大利INFN

纳米分辨成像设备



纳米分辨CT装置及内部结构

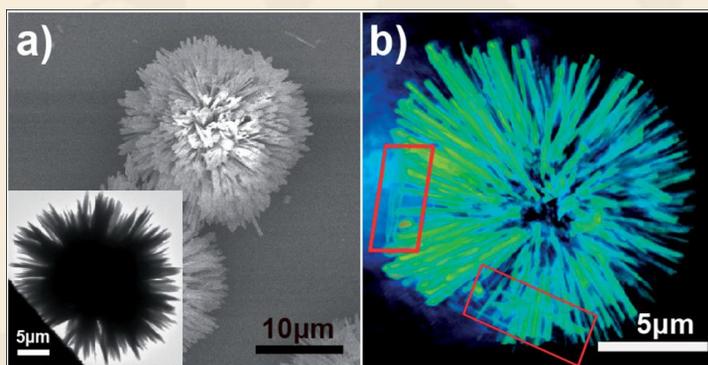


纳米分辨成像系统主要性能指标

❖ 分辨率: 30~100 nm, 视场范围: 10 ~ 60 μm , 能量覆盖范围: 5~12keV

常规X光源	视场/分辨率
8 keV (铜靶)	15×15 μm^2 /50 nm 60×60 μm^2 /100 nm
5.4 keV (铬靶)	15×15 μm^2 /50 nm
同步辐射光源	视场/分辨率
5~7 keV	15×15 μm^2 /50 nm
7~9 keV	10×10 μm^2 /30 nm 15×15 μm^2 /50 nm 60×60 μm^2 /100 nm
9~12 keV	15×15 μm^2 /50 nm

海胆状自组装硅酸锌纳米棒催化剂颗粒三维成像

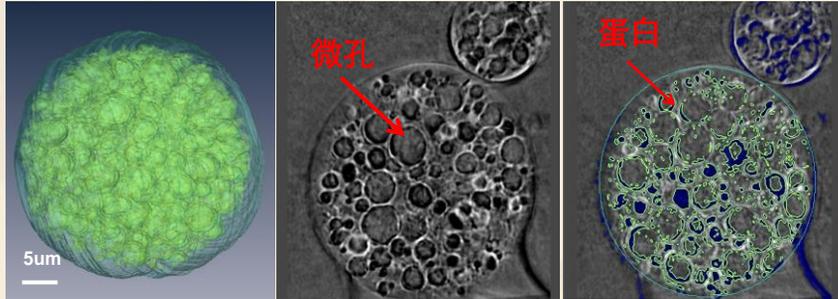


TEM和SEM结果

纳米成像三维重建结果

——中科院化学所宋卫国课题组合作

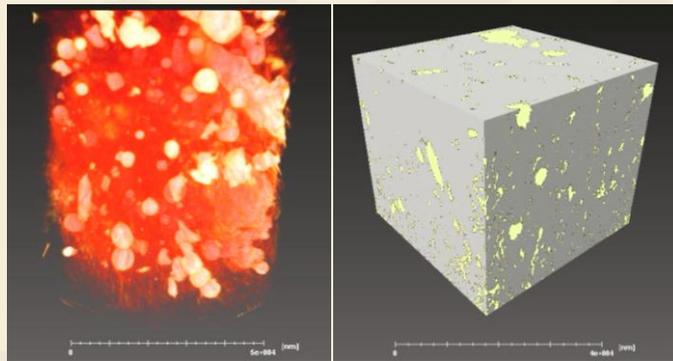
高分子材料PLGA微球三维成像



微球内部含孔隙，并附着有牛血清蛋白，纳米三维成像可准确探明蛋白在微球内部的分布及体积比等，阐明微球携带蛋白的能力。

——中山大学张永明课题组合作

油页岩纳米分辨三维成像



左图：三维透视显示

右图：成份分割显示

油页岩中孔的体积、形状和连通性等特性对评估油页岩储油量及开采价值等具有重要意义。

Thanks!

