

Diss. ETH Nr. 14884

A novel approach towards hard X-ray submicrometer computer tomography with synchrotron radiation

Dissertation for the degree of

DOCTOR OF THE NATURAL SCIENCES

of the

SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY
ZÜRICH, SWITZERLAND

presented by

MARCO STAMPANONI
Dipl. Phys. ETH

Born on May 10, 1974
Citizen of Sonvico - TI, Switzerland

Accepted on the recommendation of

Prof. Dr. P. Niederer, examiner

Prof. Dr. P. Rügsegger, co-examiner

Prof. Dr. G. L. Borchert, co-examiner

2002

Abstract

The peculiarity of X-ray tomography is to provide three dimensional volumetric information of a sample non-destructively. This is of particular interest when studying the physical and chemical composition of biological and technical materials. With the advent of high brilliant, third generation synchrotron radiation sources, the spatial resolution of X-ray tomographic investigations can be scaled down to the micrometer or even submicrometer range while the coherent nature of the radiation extends the traditional absorption imaging techniques towards edge-enhanced or phase-sensitive measurements. Nowadays, the scientific trend is to investigate millimeter-sized specimens at micrometer resolution with both soft (8–15 keV) as well as hard (> 20 keV) X-rays within minutes. The requirements on the detectors in terms of spatial resolution and efficiency are therefore very high.

In this work two high performance X-ray detectors are presented, which have been developed and successfully installed at the microtomography station of the Materials Science Beamline at the Swiss Light Source.

The first one, based on a scintillating screen optically coupled to a CCD camera, is being used for routine investigations. Different configurations are available, covering a field of view ranging from $715 \times 715 \mu\text{m}^2$ to $7.15 \times 7.15 \text{mm}^2$ with magnifications from 4x to 40x. With the highest magnification 480 lp/mm have been achieved at 10% MTF which corresponds to a spatial resolution of $1.04 \mu\text{m}$. A low-noise fast-readout CCD camera transfers 2048×2048 pixels in 250 ms at a dynamic range of 12-14 bits to the file server. Several sinograms and slices are reconstructed “on-line” for quality control purposes.

The performance of optically based detectors is restricted by scintillation properties, optical light transfer and CCD granularity to a practical limit of one micrometer and a few percent efficiency. The second detector presented in this work, called *Bragg Magnifier*, achieves a breakthrough in this respect. The novel device performs two dimensional magnification in the X-ray regime exploiting the well-known principle of asymmetrical Bragg diffraction from two crossed flat crystals. The instrument has been designed to achieve 2500 lp/mm at 22.75 keV and this goal, which is actually a world first, has been reached

with a Si(220) crystal pair with an asymmetrical cut of 8° . The integrated reflected power is higher than 90% at energies higher than 20 keV, which means that almost no flux is lost in the optics. The bright, magnified X-ray image is converted to visible light by a thick scintillator, increasing the efficiency dramatically without deterring the spatial resolution. The *Bragg Magnifier* has been successfully operated at energies ranging from 21.1 keV to 22.75 keV producing hard X-rays two-dimensional radiographic projections with magnification factors of 20x20 to 100x100 making submicrometer (voxel-size 100-350 nm³) computer tomography possible.

Riassunto

La peculiarità della tomografia a raggi X è quella di fornire informazioni volumetriche tridimensionali di un campione in maniera non-distruttiva. Questa caratteristica è di estrema utilità quando si procede allo studio della composizione fisica e chimica di materiali biologici e tecnici. Con l'avvento di sorgenti di radiazione di sincrotrone ad alta brillantezza, la risoluzione spaziale degli esperimenti di tomografia a raggi X ha potuto essere spinta fino a raggiungere il limite del micrometro od addirittura a superarlo. Inoltre, la natura coerente della radiazione ha esteso le tecniche tradizionali basate sull'assorbimento verso la semplice quanto efficiente "evidenziazione degli spigoli" e verso i più complessi contrasti di fase. Oggigiorno il trend scientifico propende per l'analisi di campioni di alcuni millimetri di grandezza, con risoluzioni attorno al micrometro, utilizzando sia raggi X soffici (8-15 keV) che duri (> 20 keV) da concludersi nel giro di alcuni minuti. Queste richieste costituiscono una vera sfida per lo sviluppo di rivelatori corrispondenti alle aspettative.

In questo lavoro vengono presentati due detettori ad alte prestazioni per raggi X che sono stati sviluppati e successivamente installati con successo alla stazione di microtomografia della linea di fascio per lo studio dei materiali della sorgente svizzera di radiazione di sincrotrone.

Il primo detettore, che consiste in un sottile schermo scintillante connesso otticamente ad una camera CCD ad alte prestazioni, è usato attualmente per esperimenti di routine. A disposizione ci sono differenti configurazioni che rendono accessibili campi visivi varianti da $715 \times 715 \mu\text{m}^2$ a $7.15 \times 7.15 \text{mm}^2$ con ingrandimenti da 4x a 40x. Con l'ingrandimento più potente sono stati registrati 480 lp/mm al 10% MTF corrispondenti ad una risoluzione spaziale di $1.04 \mu\text{m}$. Una camera CCD ad alta velocità di lettura e con un basso livello di rumore trasferisce 2048×2048 pixels in 250 ms con una gamma dinamica di 12-14 bits al server d'archiviazione centrale per mezzo del quale vengono ricostruiti "on-line" alcuni sinogrammi e sezioni tomografiche al fine di controllare la qualità dell'esperimento appena effettuato.

Le prestazioni di detettori basati su di un sistema ottico sono limitate dalle proprietà di

scintillazione degli schermi impiegati, dal trasferimento ottico della luce e dalla granularità della camera CCD ad una soglia pratica di un micrometro ed ad un' efficienza attorno all' 1-5%. Il secondo detettore presentato in questo lavoro, chiamato *Bragg Magnifier*, è innovativo rispetto a questo aspetto. Esso produce un ingrandimento bidimensionale nel regime a raggi X sfruttando il ben noto principio della diffrazione asimmetrica di Bragg prodotta da due cristalli piatti incrociati. Lo strumento è stato concepito per risolvere 2500 lp/mm a 22.75 keV e questo obiettivo, che è una prima mondiale, è stato raggiunto con un paio di cristalli di Si(220) con un taglio asimmetrico di 8°. L'efficienza di riflessione integrale è superiore al 90% a 20 keV, e ciò significa che di fatto non sussiste perdita di flusso fotonico attraverso le ottiche. L'immagine a raggi X ingrandita viene convertita a luce visibile grazie ad uno scintillatore decisamente più spesso: questo aumenta sensibilmente l'efficienza del rivelatore senza ridurne la risoluzione spaziale. Il *Bragg Magnifier* è stato utilizzato con successo ad energie tra 21.1 keV e 22.75 keV ed ha prodotto proiezioni radiografiche bidimensionali a raggi X con ingrandimenti tra 20x20 e 100x100 aprendo le porte alla tomografia computerizzata sub-micrometrica con elementi volumetrici di 100-350 nm³.