
ПРИБОРЫ
И АППАРАТУРА

УДК 535-34; 548.732

**МОДЕРНИЗИРОВАННАЯ СТАНЦИЯ “РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ
И МИКРОТОМОГРАФИЯ” НА КУРЧАТОВСКОМ ИСТОЧНИКЕ
СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

© 2013 г. Р. А. Сенин¹, А. С. Хлебников¹, А. Е. Вязовецкова¹, И. А. Блинов¹, А. О. Голубицкий¹,
И. В. Казаков¹, А. А. Воробьев¹, А. В. Бузмаков², В. Е. Асадчиков², В. А. Шишков²,
Э. Х. Мухамеджанов¹, М. В. Ковальчук^{1,2}

¹Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва
E-mail: senin_ra@rrcki.ru

²Институт кристаллографии РАН, Москва

Поступила в редакцию 27.04.2012 г.

Описывается модернизированная станция РТ-МТ, приведены параметры оптических схем, используемых детекторов и кратко представлены экспериментальные возможности станции. Даны примеры томографических реконструкций, демонстрирующих пространственное разрешение – 2.5 мкм при поле зрения 2.5 мм, 10 мкм при поле зрения 10 мм.

DOI: 10.7868/S002347611303020X

ВВЕДЕНИЕ

История получения рентгеновских изображений восходит своими корнями к Вильяму Конраду Рентгену и его первой работе [1]. Данное направление активно развивалось на протяжении всего XX в., достигнутые результаты кратко отражены в [2]. Существенный сдвиг в этой области произошел с вводом в строй специализированных источников излучения на базе синхротронов. Рентгеновское излучение, источником для которого является синхротрон, приобрело собственное имя – синхротронное излучение (СИ).

Однако простые изображения далеко не всегда достаточно информативны для прикладных исследований. Большая глубина проникновения излучения, с одной стороны, позволяет получать информацию о строении объекта со всей его глубины, а с другой стороны, приводит к взаимному наложению изображений, что существенно затрудняет интерпретацию полученных результатов. Решением этой проблемы может быть не просто получение изображений объектов, а трехмерная реконструкция распределения поглощающей плотности – рентгеновская томография. Высокая интенсивность потоков СИ, а также успехи в развитии детекторов и рентгеновской оптики позволяют выполнять томографические исследования с разрешением на уровне единиц микрон и выше – микротомографические исследования. При этом, как указывалось в [3], повышение разрешения на порядок требует возрастания дозы облучения образца на 3 порядка.

Несмотря на значительную радиационную нагрузку, синхротронная микротомография широко используется в биологических исследованиях. Например, в [4] описана визуализация пространственной организации центральной нервной системы дрозофил, а в [5] приведены исследования препаратов коры головного мозга человека.

В связи с созданием Курчатовского НБИК-Центра и вхождением в его состав Курчатовского источника СИ (КИСИ) у синхротронных станций появилось значительное количество внутренних пользователей, в том числе и у станции рентгеновской топографии и микротомографии (РТ-МТ). Задачи комплекса когнитивных исследований, в частности необходимость получать изображения нервных тканей с клеточным разрешением, послужили основным толчком к модернизации станции.

Станция РТ-МТ, созданная в 2004 г., располагается на канале 1.6 в большом экспериментальном зале КИСИ. В период с 2010 по 2011 г. была осуществлена глубокая модернизация станции, существенно улучшившая ее характеристики для работ в области микротомографии. После проведенной модернизации на станции возможно получение томографических измерений с пространственным разрешением (размером реконструированного элемента) до 2.5 мкм. В работе сформулированы цели и задачи модернизации, представлена оптическая схема, основные характеристики и текущий статус модернизированной станции РТ-МТ, а также приведены некоторые

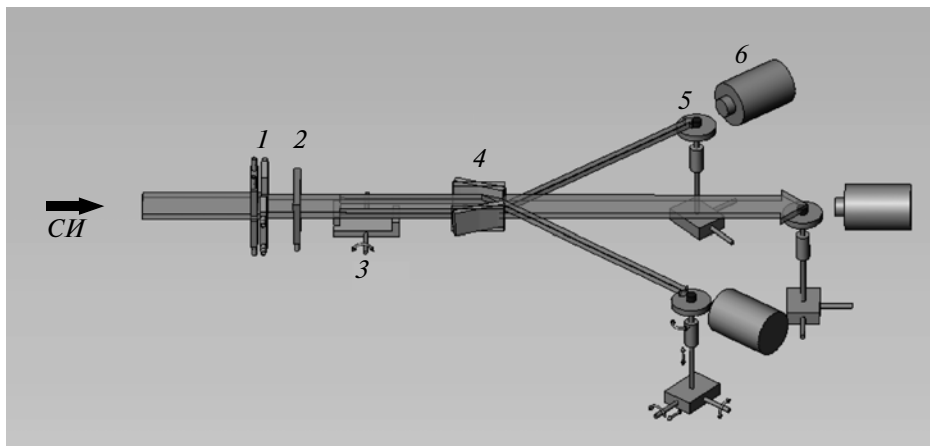


Рис. 1. Схема модернизированной станции РТ-МТ: 1 – коллимирующие щели, 2 – фильтр, 3 – диафрагма, 4 – кристалл-монокроматор, 5 – гониометр образца, 6 – детектор.

полученные на ней результаты, иллюстрирующие ее возможности.

МОДЕРНИЗАЦИЯ И ЗАМЕНА УЗЛОВ СТАНЦИИ

Базовая конфигурация станции РТ-МТ включала в себя системы входных и выходных щелей, двухкристальный монокроматор с фиксированным выходом и гониометрическое устройство, позволяющее проводить как томографические, так и топографические эксперименты. Все базовые элементы станции были разработаны и изготовлены в СКБ Института кристаллографии РАН им. А.В. Шубникова. Узлы системы формирования пучка (щели, монокроматор) аналогичны установленным на станции “Белковая кристаллография” КИСИ [6]. Аппаратура станции была установлена на едином сварном стальном каркасе. Позиционно-чувствительные детекторы в составе станции отсутствовали, и реальное проведение томографических экспериментов было невозможно. Система управления станцией представляла собой монолитное Windows-приложение, разработанное ООО “Систал”, и его модернизация силами наших сотрудников была невозможна.

Программа модернизации определялась основными требованиями к современному томографическому эксперименту. Необходимо было ввести в состав станции новые детекторы, обеспечить возможность быстрого выбора разрешения и поля зрения в зависимости от объекта исследований, возможность перестройки по энергиям и переконфигурирования установки. Программы управления должны позволять исследователю управлять всеми элементами станции, в том числе и новыми, гибко изменять алгоритмы выполнения измере-

ний и давать возможность включать в состав станции новые устройства. При проведении модернизации сохранялась возможность вернуться к топографическому режиму съемок.

На рис. 1 представлена схема модернизированной станции, в ее составе: система входных коллимирующих щелей, блок монохроматизации и три экспериментальных канала, каждый из которых включает в себя узел образца и детектор. На схеме не показан альтернативный вариант конфигурации системы, переход к которому также возможен, с двухкристальной схемой монохроматизации и установкой топографической приставки на гониометре центрального канала.

В процессе модернизации были предприняты следующие шаги.

Защитный домик-хатч удлинен почти в 2 раза – с 3.5 до 6 м. В хатч помещен дополнительный сварной каркас, накрытый стальной плитой толщиной 90 мм, массой около 1 т. Для удобства размещения всего нового оборудования и обеспечения гибкости в экспериментальных методиках в защитном домике-хатче установлены два оптических стола. Для подавления вибраций столы установлены на каркасы – старый и новый – в чашках, заполненных песком, и стянуты между собой шпильками.

Входившее ранее в состав станции гониометрическое устройство, позволяющее проводить эксперименты как по топографии (имелась соответствующая приставка), так и по томографии, перенесено на дальний от источника конец каркаса. При этом гониометр находится на линии выхода из монокроматора прямого пучка и пучка в режиме двукратной дифракции. Такое расположение позволяет использовать его и топографии, и для томографии больших объектов.

Параметры детекторов станции РТ-МТ

	Hamamatsu AA 40	Hamamatsu AA 50	Princeton RO4096
Материал сцинтиллятора	Порошок P43 ($Gd_2O_2S : Tb$)	Монокристалл LSO ($Lu_2SiO_5 : Ce$)	Порошок P43 ($Gd_2O_2S : Tb$)
Диаметр сцинтиллятора	17 мм	10 мм	95 мм
Число элементов матрицы	1024 × 1024	1024 × 1024	4096 × 4096
Размер поля зрения по рентгеновскому излучению	10 × 10 мм	∅ ~ 2.5 мм	62.5 × 62.5 мм
Разрешающая способность (размер детали)	10 мкм	2.5 мкм	40 мкм

В состав станции введены два новых детектора Princeton RO4096 [7] и рентгеновский детектор фирмы Hamamatsu [8]. Характеристики детекторов приведены в таблице.

Выбор детектора, соответствующего объекту исследований, позволяет оптимальным образом получать информацию о внутренней структуре исследуемых объектов. Данные детекторы перекрывают диапазон размеров объектов от 60 до 2 мм при разрешениях от 40 до 2.5 мкм.

Детектор Princeton 4096 обладает большой апертурой — размер чувствительной области 62 × 62 мм, остальные данные в таблице. Однако, хотя размер пикселя детектора и составляет 15 × 15 мкм, из-за особенностей изготовления сцинтиллятора и конвертора его пространственное разрешение, по калибровочным измерениям сеток, не превышает 40 мкм. Конвертор данного детектора — оптоволоконная шайба с переносом изображения 1 : 1 и нанесенным на него порошкообразным люминофором — оксисульфидом гадолиния. Оптоволоконная шайба служит для защиты матрицы детектора от повреждения рентгеновскими квантами.

Детектор Hamamatsu оснащен двумя конверторами, один из которых позволяет получить более высокое пространственное разрешение — размер детали 2.5 мкм при поле зрения около 2.5 мм, а другой — большее поле зрения — до 10 мм при разрешении 10 мкм. Конверторы этого детектора — линзовые оптические системы. Кратко опишем конверторы. Оптическая камера детектора оснащена фотообъективом Nikon Nikkor 50F 1.4D, настроенным на бесконечность. Каждый из конверторов формирует на бесконечности увеличенное изображение люминофора. В случае конвертора AA40 изображение формируется вторым точно таким же объективом Nikkor 50F 1.4D, при этом для защиты электроники от действия СИ между люминофором и объективом помещено зеркало, поворачивающее оптическое излучение на 90° по отношению к направлению падения

СИ. В конструкцию второго конвертора AA50 входит уже не фото, а микроскопический объектив Nikon CF Plan 20x EPI ELWD [9], формирующий увеличенное изображение на бесконечности, а также поворачивающее изображение зеркала, размещенное за объективом.

Были изготовлены узлы для крепления детекторов, а также новые гониометры образца, обеспечивающие вращение небольших (размером до нескольких сантиметров) образцов с минимальными (менее 1 мкм, менее размера пикселя) вертикальными биениями. Требования на биения задаются тем, что при решении задачи томографической реконструкции для восстановления распределений плотности необходимо, чтобы при повороте объекта изображение каждой точки объекта перемещалось по некоторой эллиптической траектории, в идеальном случае — по прямой линии. Эллиптическая траектория должна быть сведена к прямой линии наклоном оси вращения образца в плоскости оси пучка — колонки детектора. При движении проекции всех точек по прямым линиям хорошо работают стандартные алгоритмы томографической реконструкции. Однако, если точки движутся по эллипсам, необходимо знать наклон оси вращения к направлению падения излучения, тогда после некоторой модификации вычислительной схемы реконструкция также возможна — это используется для исследования плоских объектов, и называется рентгеновской ламинографией. Если существуют нерегулярные скачки положения объекта на изображениях, то разрешение реконструкций ухудшается вплоть до полной потери возможности восстановить изображение.

Для уменьшения биений до величины, сравнимой с размером пикселя, в качестве опорного подшипника взят подшипник от жесткого диска компьютера. Данные подшипники хорошо зарекомендовали себя при создании гониометров для лабораторных установок [10].

В томографических экспериментах, как правило, необходимо измерение профиля пучка при

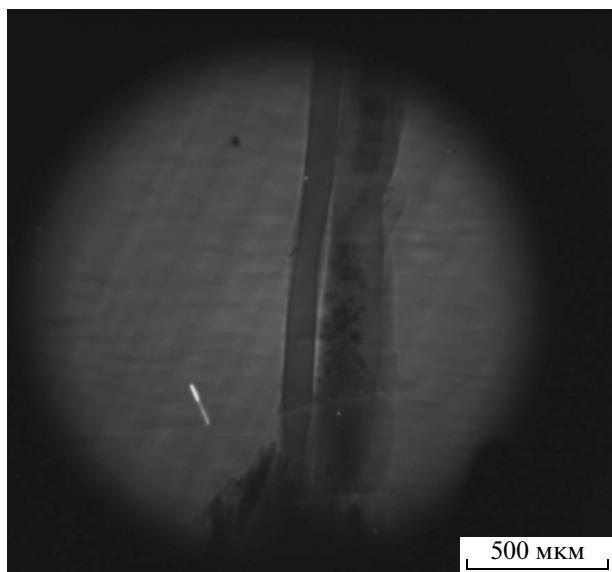


Рис. 2. Пример изображения с детектора AA50. Вид сбоку препарата нервной ткани (справа) на полимерной подложке. Профиль прямого пучка (в отсутствие объекта) — произведение шероховатости и неоднородности толщины окна, неровностей поверхности кристалла и неоднородности сцинтиллятора.

отсутствии образца. С этой целью в состав узла образца введена поперечная подвижка, обеспечивающая вывод гониометра образца из пучка и последующий возврат его в исходное положение.

Изначально на станции был установлен двухкристальный монохроматор с фиксированным смещением пучка, разработанный в СКБ Института кристаллографии. Была проведена модернизация вакуумной системы монохроматора — установлены новые клапаны, датчик вакуума, откачной пост на основе спирального и турбомолекулярного насосов Varian TPS-Compact. Это позволило улучшить вакуум в существующей конструкции до 10^{-1} Па.

При проведении измерений в схеме двухкристальной монохроматизации обнаружено то, что чрезмерно высокая чувствительность такой схемы к различного рода нестабильностям — тепловым, дрейфу пучка в ускорителе — делает невозможным получение набора томографических данных приемлемого качества. В задачах получения томографических изображений критичным оказывается обеспечение постоянства интенсивности каждой точки первичного (после монохроматизации) пучка с точностью порядка 0.1% и выше, принимая во внимание известную нормировку на падение тока в ускорителе. В качестве решения проблемы стабильности пучка было решено отказаться от двухкристальной системы с вертикальной плоскостью дифракции и перейти

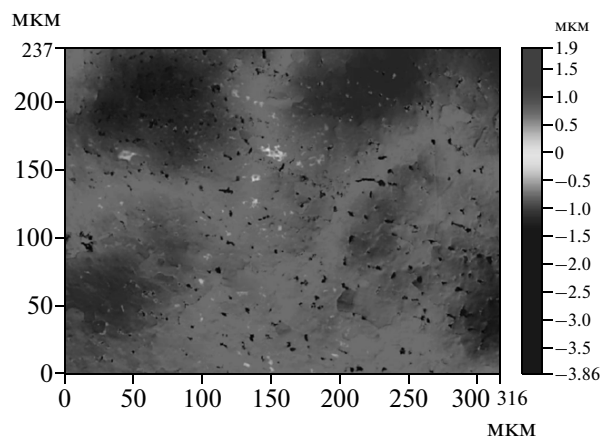


Рис. 3. Карта высот поверхности бериллиевого окна.

при работах в режимах высокого разрешения к однокристальной с горизонтальной плоскостью дифракции. Некоторое ухудшение селективности по энергии не является критичным для существующих томографических задач при исследованиях химических элементов в составе образца, находящихся далеко от краев поглощения.

Использование однокристальной схемы позволило одновременно смонтировать в хатче три канала исследований. Схема позволяет иметь одновременно три настроенных установки и осуществлять переключение канала только вращением кристалла и переносом оптической части детектора Hamamatsu.

На правом и левом канале размещены высокостабильные гониометры с малыми биениями и два конвертора AA40 и AA50, описанные выше.

На прямом пучке был установлен старый гониометр станции, не обладающий малыми биениями, но позволяющий размещать большие (до 200 мм в диаметре) и тяжелые (до 5 кг) объекты. При этом возможно сканировать их по вертикали в диапазоне до 400 мм. Далее на прямом канале разместили самый большой из детекторов Princeton 4096, что позволило исследовать в объектах области диаметром ~ 120 мм с разрешением ~ 400 мкм.

Одним из факторов, влияющих на качество изображений, является качество вакуумных окон. На изображении биологического препарата (рис. 2) в части, не занятой объектом, можно наблюдать сложное распределение пятен различной интенсивности. Исследовался профиль пучка, регистрируемый на детекторе, и выяснилось, что наклонные полосы связаны с детектором и остаются неподвижными на изображении при перемещении детектора. Напротив, неоднородности, ориентированные горизонтально, перемещаются при перемещении детектора. Эти неоднородно-

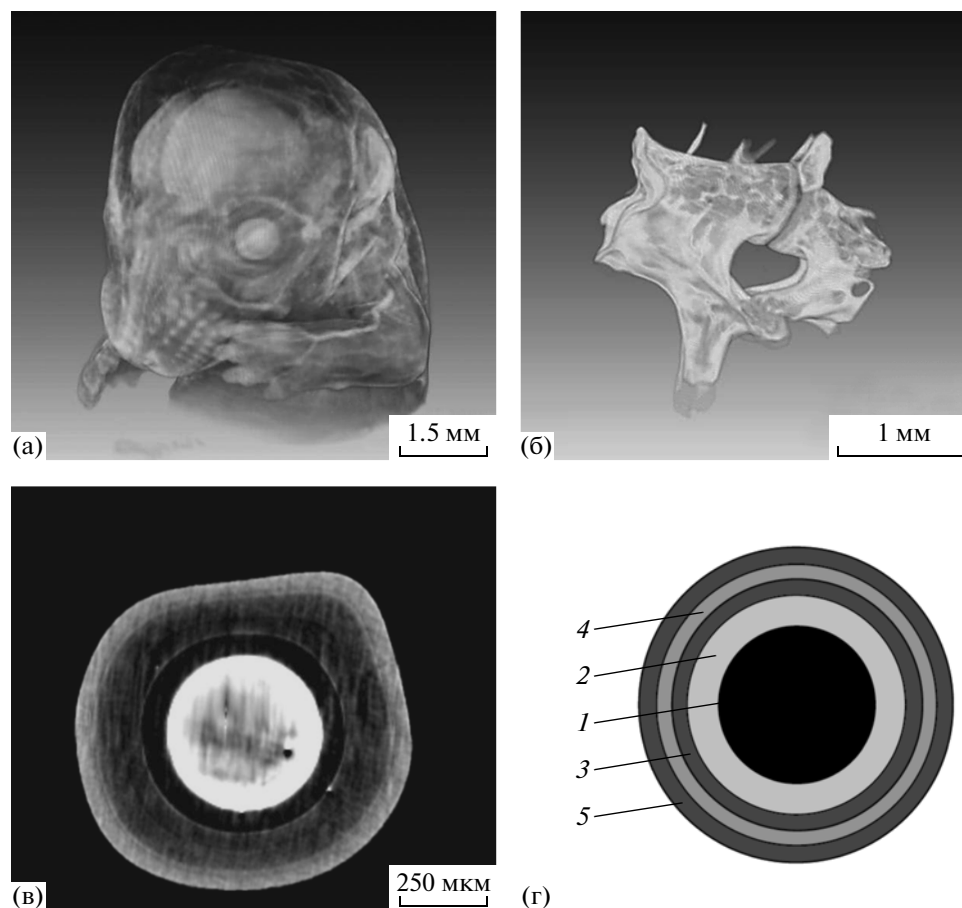


Рис. 4. Примеры полученных томографических реконструкций: а – контрастированный йодом 18-дневный эмбрион мыши; б – томографическая реконструкция позвонка геккона *Pachydactylus bibroni*; в – томографическая реконструкция микротвэла. Показано отдельное сечение реконструкции, проходящее вблизи центра образца; г – схема внутреннего устройства микротвэла: 1 – диоксид урана, $d = 500$ мкм, 2 – пиролитический углерод низкой плотности, толщина 100 мкм, 3 – пиролитический углерод высокой плотности, 50 мкм, 4 – слой карбида кремния, 50 мкм, 5 – пиролитический углерод высокой плотности, 50 мкм.

сти, возможно, составляют сочетание фазовых набегов в бериллиевых окнах (на канале установлены четыре окна на пути от ускорителя до детектора) и дефектов на поверхности кристалла. Для характеристики поверхности провели оптические измерения карты высот бериллиевых окон, аналогичных установленным на канале. Показано, что изменение толщины окон в разных частях превышает 7%, при этом характерный латеральный масштаб неоднородностей соответствует масштабу неоднородностей рентгеновского изображения. Пример карты высот поверхности окна приведен на рис. 3. Вероятно, некоторое улучшение профиля пучка можно получить при замене окон в канале на полированные с масштабом высот шероховатости поверхности в диапазоне порядка долей микрометра. Этот вопрос требует дополнительного исследования, необходимо выяснить степень совершенства поверхности и

кристаллической структуры кристалла-монохроматора и его вклад в качество пучка.

СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ СТАНЦИЕЙ

Для управления новыми устройствами провели модернизацию системы управления станцией.

Новая система управления построена с использованием программной платформы TANGO [11, 12] по клиент-серверной модели. Были разработаны программы-серверы для контроллеров шаговых двигателей, детекторов Princeton, Namamatsu и сервер, считывающий режимы работы ускорителя, так как при обработке данных используется нормировка на ток электронов в ускорителе.

В качестве клиента, обеспечивающего согласованное управление серверами и получение от них информации, на станции используется ин-

терпретатор языка Python 2.6. Такой клиент позволяет добиться необходимой гибкости (можно обратиться непосредственно к каждому устройству) и известной степени легкости использования — для выполнения стандартных измерений на языке Python заранее написаны программы, вызываемые с указанием параметров.

Результаты измерений сохраняются в процессе эксперимента кадр за кадром на FTP-сервере. Имена файлов, порождаемых серверами детекторов — текущее время в формате ГГГММДДЧЧММССмС. Параллельно программа эксперимента создает YAML логфайл [13] описания этого эксперимента, где для каждого из кадров с детектора указывается время экспозиции, текущий ток накопителя и значения координат некоторых узлов станции — как правило, угол гониометра образца.

После набора теневых проекций проводится математическая реконструкция внутренней структуры с использованием методов свертки и обратной проекции либо алгебраического метода реконструкции RegART [14]. Созданная программная реализация этого метода позволяет задействовать в процессе обработки все ядра центрального процессора, что уменьшает время реконструкции в несколько раз.

ПРИМЕРЫ ПОЛУЧЕННЫХ РЕКОНСТРУКЦИЙ

За прошедший год после модернизации на станции проведено большое количество исследований. На рис. 4 приведено несколько примеров полученных реконструкций.

На рис. 4а представлен один из экспериментов по визуализации мягких тканей позвоночных, в том числе нервных. На реконструкции представлена визуализация 18-дневного эмбриона мыши, контрастированного раствором йода.

Рисунок 4б иллюстрирует реконструкцию плотности в позвонке геккона *Pachydactylus bibroni*, перенесшего космический полет. Распределение плотности отражает содержание кальция в структуре кости.

На рис. 4в показана внутренняя структура микротвэла для ядерных реакторов. Ранее измерения микротвэлов проводились в КИСИ в режиме фазочувствительной радиографии и нейтронографии [15]. На томографической реконструкции хорошо видны все слои, изображенные на схеме образца (рис. 4г), а также возможно оценить однородность и проверить характерные размеры.

Работы на станции имеют широкую направленность, например совместно с А.К. Шиковым, Курчатовский НБИКС-центр, и Е.А. Дергуно-

вой, ГНЦ РФ ВНИИНМ им. А.А. Бочвара, выполнялись измерения шлифов стрендов — проводников в составе сверхпроводящего кабеля Nb₃Sn.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Осуществлена всесторонняя модернизация станции рентгеновской топографии и микрофотографии Курчатовского источника синхротронного излучения. Благодаря этому стало возможно проводить томографические измерения и реконструкции объектов различных масштабов — от средних объектов диаметром до 60 мм с характерным размером разрешимой детали до 40 мкм до объектов с характерными размерами менее миллиметра при размере разрешимой детали до 2.5 мкм. Измерения можно проводить в диапазоне энергий от 5 до 40 кэВ, что определяет характер исследуемых объектов.

По-видимому, наибольшее число исследований на станции в дальнейшем будет проводиться на биообъектах, что не исключает исследования других образцов, в том числе образцов промышленных изделий.

Авторы выражают благодарность М.Л. Занавескину и Ю.В. Грищенко за получение оптических изображений бериллиевых окон, О.И. Ефимовой и К.В. Анохину, Курчатовский НБИКС-Центр, за разрешение использовать в качестве иллюстративного материала реконструкцию образца эмбриона мыши из серии исследованных на станции с целью выявления особенностей развития нервной системы, С.В. Савельеву и В.И. Гулимовой, НИИ Морфологии человека РАН, за предоставленные кости гекконов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках ФЦП “Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2007–2013 годы” (государственный контракт № 16.552.11.7055) на оборудовании ЦКП “Курчатовский центр синхротронного излучения и нанотехнологий”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Röntgen W.C.* // Sitzungsberichte der Würzburger Physik-medice Gesellschaft, 1895. В. 137. С. 41.
2. *Kirz J., Jacobsen C.* // J. Phys. Conf. Ser. 2009. V. 186 P. 012001.
3. *Асадчиков В.Е., Бузмаков А.В., Золотов Д.А. и др.* // Кристаллография. 2010. Т. 55. № 1. С. 167.
4. *Mizutani R., Takeuchi A., Hara T. et al.* // J. Synchrotron Rad. 2007. V. 14. P. 282.
5. *Mizutani R., Takeuchi A., Uesugi K. et al.* // Brain Res. 2008. V. 1199. P. 53.

6. Хейкер Д.М., Ковальчук М.В., Шилин Ю.Н. и др. // Кристаллография. 2007. Т. 52. № 2. С. 374.
7. http://www.princetoninstruments.com/Uploads/Princeton/Documents/Datasheets/Princeton_Instruments_Quad-RO_4096_M1_6.09.pdf
8. http://jp.hamamatsu.com/products/x-ray/pd450/xrayimag/index_en.html
9. Uesugi K., Takeuchi A., Suzuki Y. // J. Phys. Conf. Ser. 2009. V. 186. P. 012050.
10. Золотов Д.А. Дисс. “Абсорбционная микротомография и топо-томография слабопоглощающих кристаллов с использованием лабораторных рентгеновских источников” к-та физ.-мат. наук. М.: ИК РАН, 2011.
11. www.tango-controls.org
12. Duval P., Kakucs Z., Golob D. et al. // Proceedings of ICALEPCS2003, Gyeongju, Korea. 2003. P. 583.
13. www.yaml.org.
14. Чукалина М.В., Бузмаков А.В., Николаев Д.П. и др. // Измерительная техника. 2008. № 2. С. 19.
15. Momot G.V., Podurets K.M., Pogorelyi D.K. et al. // Crystallography Reports. 2011. V. 56. № 7. P. 1104.

Сдано в набор 10.01.2013 г.	Подписано к печати 26.03.2013 г.	Дата выхода в свет 15 нечетн.	Формат 60 × 88 ¹ / ₈
Цифровая печать	Усл. печ. л. 20.5 + 0.3 цв. вклейка	Усл. кр.-отг. 2.6 тыс.	Уч.-изд. л. 20.7
	Тираж 126 экз.	Зак. 1209	Бум. л. 10.25
		Цена свободная	

Учредители: Российская академия наук,
Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН

Издатель: Российская академия наук. Издательство “Наука”, 117997 Москва, Профсоюзная ул., 90
Оригинал-макет подготовлен МАИК “Наука/Интерпериодика”
Отпечатано в ППП “Типография “Наука”, 121099 Москва, Шубинский пер., 6