

Foto: M. Alexander/2014

#### Forfatterne



Henning Friis Poulsen,  
professor  
Institut for Fysik, DTU  
hfpo@fysik.dtu.dk



Jens Wenzel Andreasen,  
seniorforsker  
Institut for Energikonver-  
tering og -lagring, DTU  
jewa@dtu.dk;



Søren Schmidt,  
seniorforsker,  
Institut for Fysik, DTU  
ssch@fysik.dtu.dk



Robert Feidenhans'l,  
professor  
Niels Bohr Institutet,  
Københavns Universitet  
robert@nbi.ku.dk

# På opdagelse i materialernes indre

Grænserne for, hvad det er muligt at visualisere af materials indre, har flyttet sig langt siden de første røntgenbilleder. Med de nyeste røntgen- og neutronteknikker har forskerne fået kraftfulde redskaber til at lave 3D-billeder og 3D film af de fineste strukturer i alt fra fødevarer til metaller.

Det er velkendt fra tandlægen og lufthavnen, at røntgenstråler kan bruges til at gennemlyse et objekt. Med medicinske skannere er det videre muligt at danne tredimensionale (3D) billeder af patienten. I vores arbejde beskæftiger vi os med tilsvarende 3D-visualiseringer i materialeforskningen. Med disse kan vi studere, hvordan materialer og komponenter er bygget op. Da man ikke skal skære prøven op for at gøre det, kan man endvidere følge, hvordan strukturen ændrer sig med tiden under fremstilling eller brug.

Ved at bruge en synkrotron som røntgenkilde i stedet for dem, der fx bruges på hospitaler og i lufthavne, kan man have op til en milliard gange flere røntgenstråler til rådighed i hvert punkt, der skal afbil-

des. For de fleste ikke-biologiske prøver er strålings-skade ikke noget problem, og man kan derfor fuldt udnytte den kraftigere stråling. Det betyder fx, at opløsningen i billederne konstant forbedres, og i dag kan være bedre end 10 nanometer (nm). Disse "live"-film i 3D er en meget kraftfuld måde at forstå materialer på og bliver derfor i dag brugt indenfor alle tekniske og naturvidenskabelige discipliner. Fx til studier af, hvordan olie og vand flyder gennem prøver af undergrunden, og af hvordan en ydre belastning leder til start af en revne i en jernbaneskinne.

## Røntgentomografi

Ved den klassiske metode til at lave røntgenbilleder i 3D (røntgentomografi) tages der en række 2D-skyggebilleder af en prøve, mens den roteres om

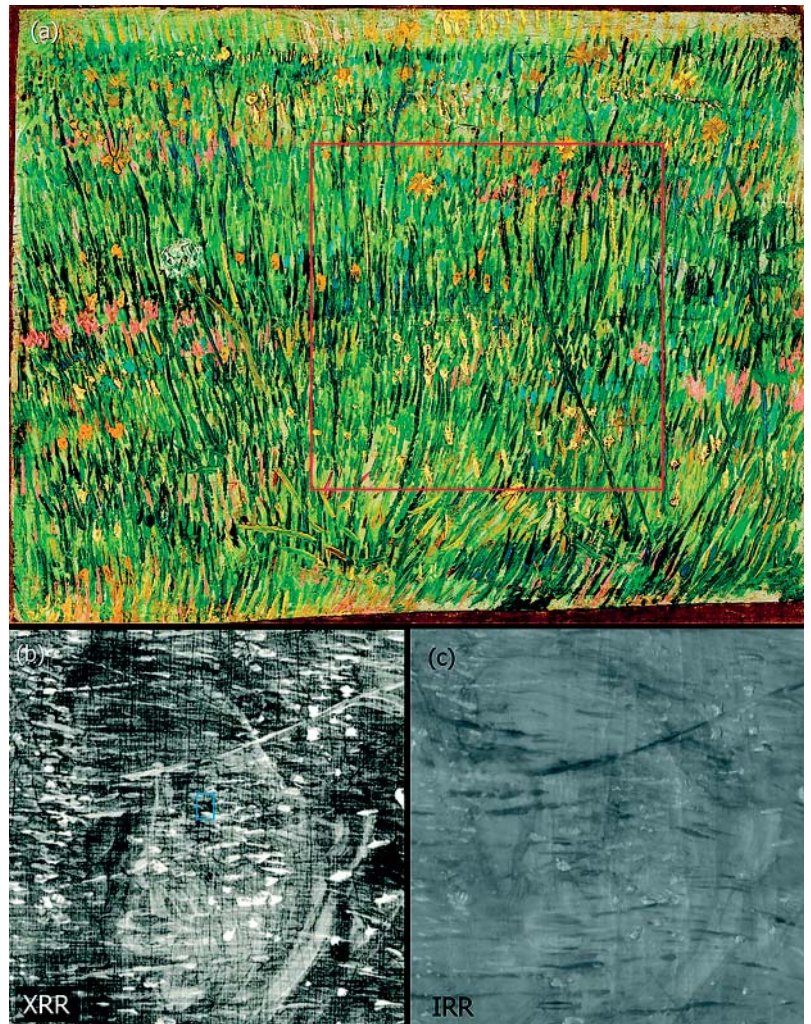
en akse vinkelret på belysningsretningen. På vejen igennem objektet absorberes strålerne mere eller mindre, afhængigt af den atomare sammensætning af materialet. Absorptionsgraden vokser med atomnummeret og med densiteten af materialet. Hullet i tanden kan således ses, fordi luften har en mindre densitet end tanden og derfor giver anledning til mindre skygge. Med kraftfulde matematiske algoritmer kan man herudfra danne et 3D-billede af prøven, som i dag kan have  $2.000 \times 2.000 \times 2.000$  punkter. I et sådant 3D-kort kan man se hundre-tusindevis af mindre objekter på én gang og lave en nøjagtig statistik på deres geometri, og hvordan de er placeret i forhold til hinanden.

Adgangen til synkrotronstråling har betydet et kvantespring for røntgentomografien. Tomografi med sædvanligt røntgenudstyr tager typisk en time. Med en synkrotron går det langt hurtigere, og de fleste processer kan følges live. Med en total eksponeringstid på under 1/1.000 sekund har man fx visualiseret, hvordan en dieselstråle injiceres indeni en motor, og hvordan kemiske processer udbreder sig under en eksplosion.

Røntgenstrålingen fra en synkrotron kommer desuden fra et kildepunkt, der er meget lille og praktisk taget kun udsendes i én retning. Det betyder, at synkrotronstråling egner sig fremragende til alle former for mikroskopi. Grænsen for, hvad man kan måle i 3D, ændrer sig drastisk i disse år. En opløsning på 5 nm er rapporteret. Til sammenligning er den maksimale opløsning i et optisk mikroskop ca. 300 nm.

### Nye former for kontrast

Som nævnt giver standard-tomografi kun information om forskelle i densitet. Evnen til at adskille materialer med næsten samme densitet er imidlertid ikke særlig god, hvorfor man i den medicinske verden ofte indsprøjter tunge kontraststoffer som

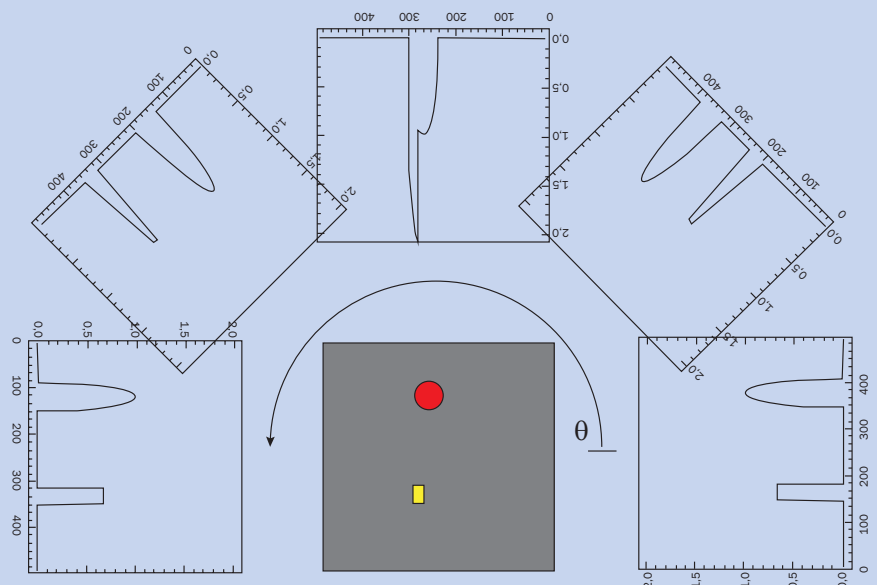


Maleren Vincent van Gogh genbrugte ofte sine lærreder og overmalede dermed tidligere malerier. Således dukkede der et portræt af en kvinde op under dette maleri af en blomstereng, da forskere undersøgte det med røntgenstråling. Den røde ramme på billedet viser placeringen af portrættet.

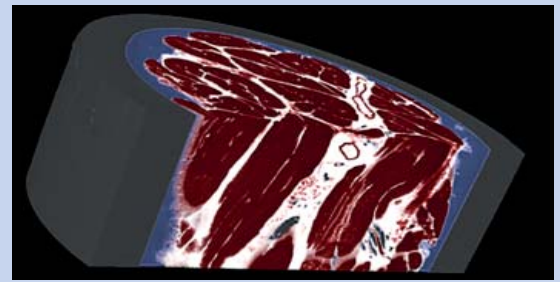
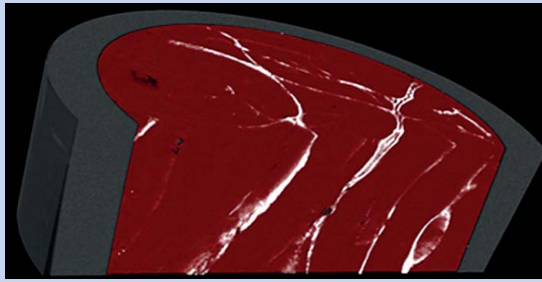
Gengivet med tilladelse. Joris dik et al: Anal. Chem., 80 (16), pp 6436–6442. Copyright 2008, American Chemical Society.

## Tomografisk rekonstruktion

Matematikeren Johan Radon opdagede i 1917 at man i teorien kan rekonstruere (beregne) et 3D kort af et objekt ud fra en række 2D-skyggebilleder, der er taget fra mange vinkler. Opdagelsen gik upåagtet hen, indtil Sir Godfrey Hounsfield og Allan Cormack lavede det første computerprogram, som i praksis kunne udføre beregningen. For dette fik de Nobelprisen i medicin i 1979. Vist er et 2D-objekt bestående af en firkant og en skive. Når vi sender Røntgenstråler igennem objektet, dannes en 1D-projektion af absorptionen. Projektionen ændres som funktion af vinklen theta ( $\theta$ ).



→ Et stykke oksekød målt med Røntgenfasekontrast. Billederne viser et snit gennem en 3D-rekonstruktion af oksekødet henholdsvis før (tv) og efter kogning (th). Farvelægningen er foretaget ved hjælp af en segmentering af rekonstruktionen. Bindevævet ses tydeligt i begge billeder, og kan ikke detekteres så tydeligt med sædvanlige Røntgenabsorptionsmålinger.



Et fasekontrastbillede af en  $2 \times 2 \mu\text{m}$  solcelle og et snit ned gennem 3D-rekonstruktionen. Til venstre ses en fasekontrast-projektion af en tandem-polymersolcelle, dvs. en "gen-nemlysning". Ud fra sådanne gennemlysninger fra mange forskellige vinkler kan man rekonstruere fordelingen af elek-

trontæthed i 3D. Til højre ses et snit gennem 3D-rekonstruktionen, som viser fordelingen af materiale og porøsitet i de forskellige lag i solcellen med en opløsning helt ned til 20 nm. Denne viden kan bruges til at finde fejl i solcellens opbygning og til at bestemme, hvordan den kan forbedres.

rod. Indsprøjtning er ikke så meningsfyldt for de fleste materialestudier, da der ikke er nogen blodårer. Men der er i de senere år udviklet nye former for røntgentomografi, hvor man langt bedre kan skelne mellem forskellige materialer indeni prøven og også kortlægge helt nye egenskaber.

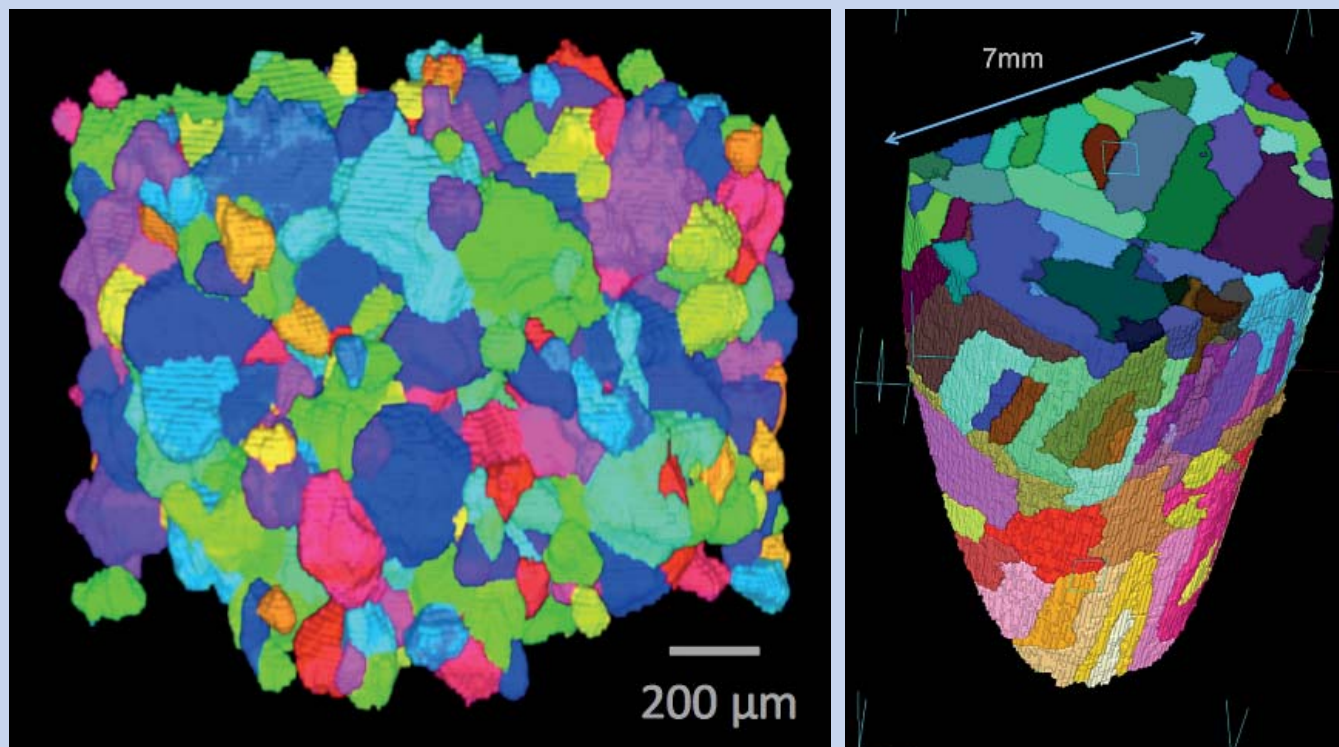
Et eksempel er *fasekontrast*, hvor man udnytter, at røntgenstråling er elektromagnetiske bølger ligesom synligt lys og derfor brydes ligesom lys i et prisme. Måler man denne afbøjning, som for røntgenstråling er ganske lille, får man en direkte måling af elektrontætheden i et materiale. Densiteten kan dermed bestemmes med langt større nøjagtighed end med den sædvanlige måling baseret på absorption.

Et andet eksempel er *diffraktions- eller spredningskontrast*. I stedet for at se på absorptionen af røntgenstråler, optager man med denne teknik billeder af det diffrakterede eller spredte signal fra en prøve – dette indeholder en mængde krystallografisk og strukturel information. Ved hjælp af nye rekonstruktionsalgoritmer er det muligt at kombinere disse billeder til en 3D-kortlægning af mange andre egenskaber end densitet. Det kan være korn, domæner, fibre i fiberforstærkede materialer eller de lokale spændinger i materialet.

### Brug af fasekontrast

Fasekontrast er særdeles velegnet til biologiske prøver og har et stort potentiale til undersøgelser af fødevarer. I fødevarer er det ofte vanskeligt at adskille de enkelte dele ved almindelig røntgenabsorption, da forskellene i absorption er ganske små. Forskningen kan fx dreje sig om sammensætningen af fedtindholdet, om udviklingen af nye typer emulsioner til pølser, om detektering af fremmedlegemer eller om at undersøge, hvordan en fødevarer udvikler sig under frysning, fremstilling eller tilberedning. Sådanne målinger i 3D er vigtige, da man dermed ikke behøver at skære fødevarerne op for at følge med i, hvad der sker i det indre.

Et andet område, hvor vi bruger fasekontrast er til at studere solceller. Solceller, som trykkes på plastik i lange baner, er et af buddene på hvordan vi skal høste energi i en fremtid uden fossile brændsler. De er billige at fremstille, og med de rette blække til fremstilling af solcellerne er trykkeprocessen meget enkel. Men plastsolcellerne har også en række udfordringer, både i effektivitet og i holdbarhed, sammenlignet med konventionelle solceller. De problemer kan vi måske løse ved at undersøge og styre strukturen af solcellerne på nanometer-skala. Her viser især fasekontrast-røntgentomografi sin styrke, da vi med denne metode kan afbilde strukturer mindre end 20 nm, også i bløde materialer som plastik.



Til venstre et 3D-kort over korn indeni en aluminiumsprøve (med 1 vægt% magnesium), til højre et 3D-kort over magnetiske domæner i jern-silicium. Farverne viser, hvordan krystalgitteret i korn og domæner er orienteret i rummet. De er lavet ved brug af hhv. en synkrotron og en neutronkilde.

Venstre: Ikke publiceret (Krill, Gundlach og Schmidt).

Højre: Gengivet med tilladelse fra HZB/Manke, Grothausmann. Reference: Nature Communications (DOI: 10.1038/ncomms1125)

Med en nyudviklet metode til højopløst fasekontrast-røntgentomografi (såkaldt ptychografisk tomografi) kan vi nu afbilde hele solcellestrukturen i 3D, og vi håber snart at kunne undersøge strukturen i det fotoaktive lag med en opløsning, der er bedre end 5 nm.

### Studier af metaller

Metaller består ligesom mange andre materialer (herunder keramik, ben, sten, jord og is) af mange små krystaller kaldet korn. De fleste egenskaber af et metal, såsom dets styrke og evnen til at blive formet, afhænger kritisk af størrelsen og formen på disse korn samt af, hvilke korn der er naboer til hinanden. Med diffraktionskontrast kan vi for første gang direkte visualisere denne 3D-morfologi, og vi kan studere, hvordan nogle korn "spiser" andre, når man varmer på metallet, og hvordan helt nye korn opstår indeni gamle, når man deformerer det. Det er hermed blevet klart, at mange gængse teorier om metaller, som ikke inkluderer beskrivelsen af den lokale mikrostruktur, ikke er fyldestgørende, og nye målinger er essentielle for formuleringen af nye forbedrede modeller.

### Visualisering med neutroner

Der er stor forskel på, hvordan materialer vekselvirker med neutron- og røntgenstråling. Neutron-tomografi kan derfor med fordel benyttes til

at visualisere en lang række materialestrukturer i 3D indenfor fx biologi, geologi, arkæologi, industri- og energimaterialer. Alene neutronens kraftige spredning på brint gør den velegnet til at følge fx vandoptag i planter eller følge vandfordelingen i en brændselscelle. Da neutroner ifølge kvantemekanikken også er bølger, kan de brydes og spredes. Derfor er der i lighed med røntgenstråling også muligheder for at lave fase-, diffraktions- og spredningskontrast-målinger med neutroner. Disse nye teknikker forventes at få et stort gennembrud med European Spallation Source (ESS) i Lund. Neutroner er også følsomme overfor magnetfelter, så det er muligt at studere magnetiske domæner, fx i metallegeringer.

### Nye muligheder i Lund

Den danske beamlinje på MAX IV-synkrotronen, DANMAX, vil blive udstyret med et tomografi-instrument, der gør det muligt at bruge alle de nævnte kontrastmekanismer. Danske forskere er også stærkt involveret i udviklingen af dataanalysemetoder til 3D-instrumentet ODIN på ESS. Med de to instrumenter på de to førende kilder vil vi og mange andre danske forskere få helt nye muligheder for at gå på opdagelse i det indre af materialer på mange forskellige længdeskalaer og under realistiske prøveomgivelser. ■

### Videre læsning

Kak & Skaney. (2001) Principles of Computerized Tomographic Imaging. <http://www.slaney.org/pct/pct-toc.html>

Banhardt (2008). Advanced Tomographic Methods in Materials Research and Engineering. Oxford University Press

Grünzweig (et al.), Progress in Industrial Applications using Modern Neutron Imaging Techniques, Physics Procedia 43 (2013), 231 (Open access).