



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 603 02 383 T2** 2006.08.24

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 365 231 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **603 02 383.5**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **03 253 166.7**

(96) Europäischer Anmeldetag: **21.05.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **26.11.2003**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **23.11.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **24.08.2006**

(51) Int Cl.⁸: **G01N 23/207** (2006.01)

G21K 1/06 (2006.01)

G01N 23/04 (2006.01)

G01N 23/20 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

0211691 **21.05.2002** **GB**

(73) Patentinhaber:

**Oxford Diffraction Ltd., Abingdon, Oxfordshire,
GB**

(74) Vertreter:

Hoefler & Partner, 81545 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,
GR, HU, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,
TR**

(72) Erfinder:

Kucharczyk, Damian, Wroclaw 50018, PL

(54) Bezeichnung: **Röntgendiffraktometer**

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).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Feld der Erfindung

[0001] Eine Röntgenstrahl-Diffraktion ist ein analytisches Verfahren, um eine Information über die Struktur von Atomen oder Molekülen in einem Kristall aus dem Beugungsbild zu erhalten, das durch Beugung von Röntgenstrahlen durch die atomaren Ebenen von Kristallen erzeugt wird. Die vorliegende Erfindung betrifft eine verbesserte Vorrichtung für eine Röntgendiffraktion und insbesondere eine verbesserte Optik-Anordnung, um die maximale Durchflussmenge, die von einer Röntgenstrahlenquelle erhalten werden kann, zu erhöhen.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Ein Röntgendiffraktometer umfasst typischerweise eine Röntgenstrahl-Quelle, die eine abgedichtete Röhre aufweist, die eine Elektronenkanone und ein Target, wie z. B. Molybdän oder Kupfer, beinhaltet, das Röntgenstrahlen erzeugt, wenn es von der Elektronenkanone mit Elektronen bombardiert wird. Die Röntgenstrahlen treten aus einem Nadelloch in der abgedichteten Quell-Einheit aus und eine gesonderte Blendeneinheit ist im Allgemeinen an der Quell-Einheit angrenzend angeordnet, um die Quell-Einheit, falls erforderlich, aus Sicherheitsgründen abzuschalten. Die Blendeneinheit ist zwischen der Quelle und einem Monochromator angeordnet. Die Röntgenstrahl-Quelle erzeugt üblicherweise ein breites Frequenzspektrum und der Monochromator ist ein Filter, der bereitgestellt ist, um die Röntgenstrahlen zu filtern, um einen Strahl einer einzigen Frequenz zur Bestrahlung der Materialprobe zu erhalten. Ein Kollimator mit einer Metallröhre kollimiert und richtet den Strahl auf die Materialprobe. Der Kollimator steuert/regelt die Durchflussmenge und Divergenz des auf die Materialprobe einfallenden Strahls.

[0003] Die Quelle und die Blende sind typisch befestigt und die Quelle ist um eine Achse drehbar. Die Quelle und die Blende sind außerdem entlang der Drehachse beweglich. Die Quelle kann dadurch bewegt werden, um ihren Angriffswinkel zu variieren und die Durchflussmenge, die auf die Materialprobe einfällt, zu maximieren. Wenn jedoch die Quelle einmal auf die optimale Position für eine maximale Durchflussmenge eingestellt wurde, ist es erforderlich, den Monochromator und den Kollimator auszurichten, um die Durchflussmenge auf die Materialprobe zu richten. Der Kollimator muss in zwei Richtungen ausgerichtet werden und genau winklig sein. Das bekannte System ist aufgrund der großen Anzahl unterschiedlicher Variablen, die eingestellt werden müssen, um die optimale Durchflussmenge auf die Materialprobe zu erhalten, schwierig exakt und zuverlässig einzustellen.

[0004] Ein Beispiel einer bekannten Röntgen-Vorrichtung zur Verwendung in einer Röntgen-Fluoreszenz ist in US 5,778,039 beschrieben. Die Vorrichtung verfügt über eine Hochleistungs-Drehanodenquelle von polychromatischen Röntgenstrahlen, die von einem ersten Kollimator vor einer Reflexion durch einen mehrschichtigen Kristall kollimiert werden, um einen monochromatischen Röntgenstrahl bereitzustellen. Dieser Strahl von primären Röntgenstrahlen wird danach durch eine Fokussierungskapillare auf ein Halbleiter-Substrat fokussiert, wo eine atomare Erregung zur Emission eines polychromatischen Sekundär-Röntgenstrahls führt. Ein zweiter Kollimator und ein mehrschichtiger Kristall werden verwendet, um diese Sekundär-Röntgenstrahlen auf einen Bereich von Röntgenstrahlen-Detektoren zu kollimieren, zu filtern und zu richten.

[0005] Gemäß der vorliegenden Erfindung weist ein Röntgendiffraktometer auf:
eine Röntgenstrahl-Quelle, zur Erzeugung eines Röntgenstrahls;
einen Monochromator, zur Erzeugung eines monochromatischen Röntgenstrahls aus dem durch die Röntgenstrahl-Quelle erzeugten Röntgenstrahl; und
einen Kollimator, von dem zumindest ein Bereich einen monokapillaren Kollimator aufweist, der so angeordnet ist, dass ein äußerer divergierender Bereich des monochromatischen Röntgenstrahls nur einmal von einer inneren Oberfläche des monochromatischen Kollimators reflektiert wird, um so auf eine Materialprobe-Position gerichtet zu werden, und
worin der Monochromator von der Röntgenstrahl-Quelle getrennt ist und zwischen ihr und dem monokapillaren Kollimator angeordnet ist und die Röntgenstrahl-Quelle und der Monochromator vormontiert und in Beziehung zueinander in einer integrierten Einheit befestigt sind, sodass bei Verwendung die Weglänge des Röntgenstrahls von der Quelle zum Monochromator im wesentlichen konstant aufrechterhalten wird.

[0006] Die Anordnung der vorliegenden Erfindung besitzt den Vorteil einer Kompaktheit, die dadurch den Abstand zwischen der Röntgenstrahl-Quelle und dem Monochromator und den Abstand zwischen dem Monochromator und der Materialprobe minimiert. Dies reduziert den Sammlungsverlust der Röntgen-Durchflussmenge infolge einer Strahl-Divergenz.

[0007] Die Anordnung besitzt außerdem den Vorteil, dass weniger Einstellungen benötigt werden, um die durch Durchflussmenge des Röntgenstrahls zu maximieren und dann den Strahl auf die Materialprobe zu richten. Einstellungen können sequenziell, ohne die Notwendigkeit einer Wiederholung, im Gegensatz zur Anordnung des Standes der Technik ausgeführt werden, bei dem eine Veränderung einer Einstellung gewöhnlich eine Neueinstellung aller anderen Ein-

stellungen erfordert. Die Anordnung des Standes der Technik benötigt dabei eine Einrichtung durch einen qualifizierten Techniker.

[0008] Letztlich erlaubt die Verwendung eines monokapillaren Kollimators die Sammlung eines divergierenden Anteils des monochromatischen Röntgenstrahls, der ansonsten verloren gehen würde. Eine streifende Einfallreflexion von der inneren Oberfläche der Monokapillaren gestattet diesem Bereich des Strahls, zurück zur Materialprobe gelenkt zu werden und vereinigt sich mit dem Bereich des Strahls, der geradlinig durch den Kollimator ohne Reflektion hindurch tritt. Da eine Röntgen-Durchflussmenge mit jedem Aufprall verloren geht, ist es daher wünschenswert, dass der Röntgenstrahl nur einer einzigen Reflektion ausgesetzt ist.

[0009] Vorzugsweise befindet sich der monokapillare Bereich des Kollimators in Richtung des der Materialprobe benachbarten Endes.

[0010] Diese Anordnung vermeidet eine Sammlung desjenigen Teils des Röntgenstrahls, der am Eingang in den Kollimator reflektiert würde und erfährt daher eine nachfolgende Reflektion weiter längsseits des Kollimators, wobei er dadurch zu einer unerwünschten Hintergrund-Durchflussmenge beiträgt, die die beleuchtete Materialprobe umgibt.

[0011] Vorzugsweise erstreckt sich der monokapillare Abschnitt über weniger als die Hälfte der Gesamtlänge des Kollimators.

[0012] Es ist ebenfalls vorzuziehen, dass die Vorrichtung so angeordnet wird, dass der Einfallswinkel des Röntgenstrahls auf den Monochromator variiert werden kann. Dies wird dadurch erreicht, dass die Röntgenstrahl-Quelle so angebracht wird, dass sie um eine Achse drehbar ist, die durch den Monochromator verläuft, aber vorzugsweise ist der Monochromator um eine Achse drehbar, die durch ihn verläuft. Durch Variation des Winkels des Monochromators bezüglich der Röntgenstrahl-Quelle, können Feineinstellungen erreicht werden, um die Durchflussmenge des monochromatischen Röntgenstrahls, der vom Monochromator erzeugt wird, zu maximieren.

[0013] Vorzugsweise umfasst die integrierte Einheit aus Sicherheitsgründen auch eine Blende, die zwischen der Röntgenstrahl-Quelle und dem Monochromator so angeordnet ist, dass die Röntgenstrahl-Quelle isoliert werden kann.

[0014] Vorzugsweise ist der Kollimator so angebracht, dass der Winkel der Längsachse des Kollimators bezüglich des Monochromators variabel ist.

[0015] Vorzugsweise kann dieser Winkel in zwei orthogonalen Ebenen variiert werden. Der Kollimator

ist so angebracht, dass die Richtung seiner Längsachse im Wesentlichen durch den Mittelpunkt des Monochromators verläuft. Dies kann dadurch erreicht werden, dass der Kollimator in einem Sockel in einer Kollimator-Halterung befestigt wird.

[0016] Die Durchflussmenge des Röntgenstrahls kann durch zwei Einstellvorgänge maximiert werden. Zuerst wird der Einfallswinkel des Röntgenstrahls auf den Monochromator variiert. Danach wird der Winkel des Kollimators zum Monochromator variiert.

[0017] Vorzugsweise ist die Kollimator-Halterung in die Einheit integriert, die die Quelle, den Monochromator und die Blende aufweist. Wenn einmal die Durchflussmenge des Röntgenstrahls durch die oben genannten beiden Einstellungen maximiert wurde, kann die gesamte integrierte Einheit bewegt werden, um den Strahl von Kollimator auf die Materialprobe zu richten.

[0018] Daher stellt die vorliegende Erfindung eine Röntgenstrahl-Vorrichtung bereit, die während der Herstellung weitgehend in einer integrierten Einheit ausgerichtet und befestigt wird. Eine nachfolgende Einstellung und Optimierung der Ausrichtung kann auf eine einfache, schrittweise Art und Weise ausgeführt werden. Die kompakte Beschaffenheit der Einheit maximiert die Sammlung der Röntgen-Durchflussmenge, die ansonsten infolge Strahldivergenz verloren würde und die Verwendung eines teilweise monokapillaren Kollimators verbessert ferner die Röntgen-Durchflussmenge an der Materialproben-Position, während eine unerwünschte Hintergrund-Beleuchtung minimiert wird.

Kurzbeschreibung der Zeichnung

[0019] Beispiele des Standes der Technik und der vorliegenden Erfindung werden nun detailliert mit Bezug auf die anliegende Zeichnung beschrieben, in der:

[0020] [Fig. 1](#) eine schematische Draufsicht einer Röntgenstrahl-Optikanordnung des Standes der Technik ist;

[0021] [Fig. 2](#) eine Seitenansicht einer Röntgenstrahl-Optikanordnung des Standes der Technik ist;

[0022] [Fig. 3](#) eine schematische Draufsicht einer Anordnung entsprechend der vorliegenden Erfindung ist;

[0023] [Fig. 4](#) eine Seitenansicht einer Anordnung entsprechend der vorliegenden Erfindung ist;

[0024] [Fig. 5](#) eine Draufsicht mit einem teilweisen Querschnitt einer Anordnung gemäß der vorliegenden Erfindung ist;

[0025] [Fig. 6](#) ein Querschnitt des Kollimatoraufbaus ist;

[0026] die [Fig. 7A](#) und [Fig. 7B](#) zwei monokapillare Geometrien darstellen; und

[0027] [Fig. 8](#) Intensitätsprofile an der Materialproben-Position für unterschiedliche monokapillare Geometrien darstellt;

[0028] [Fig. 9](#) eine experimentelle Anordnung zur Beobachtung der Röntgenstrahl-Intensitätsprofile darstellt;

[0029] [Fig. 10A](#) einen Vergleich von Intensitätsprofilen für einen Kollimator mit 0,5 mm Bohrungsdurchmesser zeigt;

[0030] [Fig. 10B](#) ein Vergleich von Intensitätsprofilen für einen Kollimator mit 0,8mm Bohrungsdurchmesser zeigt;

[0031] die [Fig. 11A](#) bis [Fig. 11E](#) grafisch die Intensitätsprofile an variierenden Abständen für einen Kollimator mit 0,5mm Bohrungsdurchmesser in einer Anordnung gemäß der vorliegenden Erfindung zeigen;

[0032] die [Fig. 12A](#) bis [Fig. 12E](#) grafisch die Intensitätsprofile an variierenden Abständen für einen Kollimator mit 0,8mm Bohrungsdurchmesser in einer Anordnung gemäß der vorliegenden Erfindung zeigen; und

[0033] die [Fig. 13A](#) bis [Fig. 13E](#) grafisch die Intensitätsprofile an variierenden Abständen für eine Anordnung des Standes der Technik mit einem Kollimator mit 0,5mm Bohrungsdurchmesser zeigen.

Detaillierte Beschreibung

[0034] Die [Fig. 1](#) und [Fig. 2](#) stellen eine Anordnung des Standes der Technik von Röntgenstrahl-Optikbaugruppen dar. Die Anordnung umfasst eine Röntgenstrahl-Quelle **1**, die einen Röntgenstrahl von einem Brennfleck **2** emittiert; eine Blende **3**, um die Quelle zu isolieren; einen Monochromator **4**, um einen monochromatischen Röntgenstrahl aus dem von der Quelle **1** erzeugten einfallenden Strahl zu erzeugen; einen Kollimator **5**, der eingerichtet ist, um den Strahl vom Monochromator **4** auf eine Materialprobe **6** zu kollimieren; und einen Strahl-Anschlag **7**.

[0035] Die Röntgenstrahl-Quelle **1** ist eine abgedichtete Röhre, die eine Elektronenkanone und ein Ziel, wie z. B. Molybdän oder Kupfer beinhaltet, das Röntgenstrahlen erzeugt, wenn es von der Elektronenkanone mit Elektronen bombardiert wird. Die Röntgenstrahl-Quelle **1** erzeugt einen Röntgenstrahl von einem Brennfleck **2**, der durch die Blende **3** hindurchtritt und vom Monochromator **4** als monochromatischer Strahl reflektiert wird, der in den Kollimator **5** eintritt und auf die Materialprobe **6** gerichtet wird. Der Kollimator **5** ist ein Standard-Kollimator des Nadelloch-Typs mit einem Eingangs-Nadelloch **8** und einem Ausgangs-Nadelloch **9**. Der Betrag an Durchflussmenge, die auf Grund einer Divergenz des Strahls verloren geht, ist abhängig von den Abständen, wobei DM der Abstand vom Brennfleck **2** zum Monochromator **4** und DS der Abstand vom Monochromator **4** zur Materialprobe **6** ist.

[0036] [Fig. 2](#) zeigt detaillierter die Neigungs- und Drehsteuerung/Regelung der Anordnung des Standes der Technik (die in [Fig. 1](#) gezeigten Richtungen sind lediglich hinweisend). Die Röntgenstrahl-Quelle **1** ist linear, sowohl in der X-Y-Ebene als auch der Z-Richtung mittels einer Verstellung **10** bzw. einer Z-Verstellung (nicht gezeigt) beweglich. Die Quelle **1** ist ebenfalls um ihre Z-Achse drehbar, um den Einfallswinkel des Röntgenstrahls auf den Monochromator **4** zu variieren, der so angebracht ist, dass er um die X-Achse mittels Schrauben **12**, **13** geneigt werden kann, um eine Y-Z-Neigung zu erhalten und um die Z-Achse durch eine Schraube **14**, um eine X-Y-Neigung zu erhalten. Der Monochromator **4** kann auch linear in beide, die Y- und Z-Richtungen, bewegt werden. Der Kollimator **5** kann durch die Schrauben **15** in der Z-Richtung und durch die Schrauben **16** in der Y-Richtung verstellt werden.

[0037] Die [Fig. 3](#) bis [Fig. 6](#) stellen eine Anordnung einer Röntgenstrahl-Optik entsprechend der vorliegenden Erfindung dar. In dieser Anordnung sind die Quelle **1**, die Blende **3**, der Monochromator **4** und eine Kollimator-Halterung **20** werkseitig integriert und entsprechend aneinander befestigt. Der Kollimator **5** ist ein Kollimator eines monokapillaren Typs und der Kollimator **5** passt sich in die Kollimator-Halterung **20** ein, ist aber demontierbar, um zu gestatten, durch Kollimatoren mit unterschiedlichen Bohrungsdurchmessern oder Längen ausgetauscht zu werden. In dieser Anordnung sind die Quelle **1** und der Monochromator **4** entsprechend aneinander befestigt, obwohl der Monochromator **4** durch Stifte **26** eingestellt werden kann, um sich um die Z-Achse zu neigen, um den Einfallswinkel des Strahls auf den Monochromator **4** zu variieren. Der Kollimator **5** ist in der Kollimator-Halterung **20** in einer Art Joy-Stick-Anordnung befestigt und wird durch die Schrauben **17**, **18** eingestellt, um sich in den X-Z- bzw. X-Y-Ebenen zu neigen. Im Betrieb kann die Durchflussmenge durch Einstellung des Winkels des Monochromators **4** und der Richtung des Kollimators **5** maximiert werden. Die gesamte Vorrichtung kann dann verschoben werden, um den Strahl auf die Materialprobe **6** zu richten. Die gesamte Anordnung kann entlang der Z-Achse durch die Schrauben **24**, **25** verschoben werden und um die Y-Achse durch die Schrauben **22**, **23** und die Z-Achse durch die Schrauben **24,25** geneigt werden. Die Sicherungsschraube **27** sperrt die Z-Verschiebung und

Y-Neigung, nachdem diese Einstellungen vorgenommen wurden.

[0038] Wie ersichtlich, sind die Abstände DM und DS in dieser Anordnung, aufgrund der Integration der Komponenten, viel kürzer als beim Stand der Technik. Darüber hinaus werden viel weniger Einstellungen benötigt, um die Durchflussmenge zu maximieren und den Strahl auf die Materialprobe **6** zu richten und die Einstellungen können schrittweise, wie folgt, ausgeführt werden:

- 1.) Der Monochromator **4** wird ohne den in der Kollimator-Halterung **20** montierten Kollimator eingestellt, um die maximale Durchflussmenge unter Verwendung der Stifte **26** zu erzielen;
- 2.) Der Kollimator **5** ist in der Kollimator-Halterung **20** montiert und unter Verwendung der Schrauben **17** und **18** eingestellt, um die maximale Durchflussmenge durch den Kollimator zu erzielen;
- 3.) Der Strahl wird unter Verwendung der Strahl-Neigungsschrauben **22**, **23**, **24**, **25** und der Strahlverschiebung **21** auf die Materialprobe gerichtet.

[0039] Der monokapillare Kollimator **5** besitzt eine bestimmte Länge, Öffnung und Position, sodass der äußerste Kranz des in die Monokapillare eintretenden Strahls durch einen einzigen Aufprall, bei weniger als einem kritischen Winkel, zum Mittelpunkt des unabgefangenen Mittelteils des Strahls zurückgelenkt wird, sodass der Schnittpunkt auf der Probenposition **6** ist. Auf diese Art und Weise addiert sich der äußere Kranz des Strahls, der normalerweise beim Experiment verloren geht, zur Durchflussmenge, die die Divergenz erhält.

[0040] Streifende Einfalloptiken, die Kapillaren verwenden, wurden früher für eine Röntgenstrahl-Bearbeitung in anderen Bereichen, wie z. B. medizinischen Anwendungen, dem Studium langer Wellenlängen u.s.w. verwendet. Das Prinzip ist altbekannt und in **Fig. 12** für seine Anwendung bei einer Röntgenstrahl-Kristallographie dargestellt. Für dieses Beispiel werden die Berechnungen auf eine Kupfer-Strahlungsquelle ($\text{CuK}\alpha = 1,5\text{\AA}$) bezogen. Der externe Brechungswinkel für Quarzglas ist $\theta = 0,22^\circ$ und der Durchmesser der Kapillare $d_0 = 0,5\text{mm}$. Um einen einzigen Aufprall in der Monokapillare vor Fokussierung des äußeren Strahls auf die Materialprobe **S** zu erreichen, ist

$$L_0 = d_0 / \tan\theta$$

was für die obigen Werte ein L_0 von ungefähr gleich 130mm ergibt. Obwohl der Fokussierungseffekt durch mehrfache Reflektionen in der Monokapillare erreicht werden könnte, ist es vorzuziehen, nur eine einzige Reflektion zu haben, da mit jeder Reflektion, aufgrund einer Absorption, Energie verloren geht. Es ist wünschenswert, dass nur ein Bereich L des Kollimators,

wie in **Fig. 7A** gezeigt, eine Monokapillare ist. **Fig. 7B** stellt einen Kollimator dar, in dem die gesamte Länge L_0 eine Monokapillare ist und es ist ersichtlich, dass Strahlen, die am Anfang des Kollimators eintreten, reflektiert werden. In der Ausführungsform von **Fig. 7A** werden die Strahlen, die am Anfang des Kollimators eintreten, nicht reflektiert und gehen verloren, sodass sie sich nicht zum Strahl addieren. Jedoch ist die zusätzliche Intensität nicht erforderlich, da sie um die Materialprobe herum addiert wird und dadurch einen überflüssigen Hintergrund erzeugt.

[0041] **Fig. 8** zeigt die Gauss-Verteilungen des Strahls, die unter Verwendung unterschiedlicher Werte von L_0 erhalten werden. Das Profil, das einen Standard-Nadellochkollimator verwendet, ist ebenfalls gezeigt. Es ist ersichtlich, dass der Bestwert von L zwischen einem Drittel von L_0 und einer Hälfte von L_0 liegt.

[0042] Der Abstand L_0 der Probe bis zum Ende der Kapillare wird so optimiert, dass die Materialprobe sich etwas vor dem Brennfleck des Strahls befindet. Die Auswahl des/der Kapillarendurchmessers/Kapillarenlänge hängt von der benötigten Anwendung ab und welche Kristallgrößen evaluiert werden sollen.

[0043] Die Vorrichtung wurde, wie in **Fig. 9** gezeigt, mit der Röntgenstrahl-Optikanordnung mit dem Kollimator **5**, der auf eine CCD-Kamera **30** gerichtet ist, aufgebaut. Der Abstand ds repräsentiert den Abstand der Kamera vom Mittelpunkt des Goniometers. Der Goniometer ist ein Teil des Diffraktometers, der verwendet wird, um die Kristallprobe auszurichten, sodass ein ausgewählter, gebeugter Röntgenstrahl vom Detektor empfangen werden kann und er besteht aus vier Achsen, die erlauben, dass die Kristallprobe innerhalb eines festgelegten Bereichs des 3D-Raums gedreht werden kann, sodass der Röntgenstrahl auftrifft und durch jede definierte Fläche der Materialprobe hindurchtritt. Der Goniometer ist gewöhnlich computergesteuert/-geregelt. Der Abstand vom Ende des Kollimators **5** bis zum Mittelpunkt des Goniometers dx wurde auf ca. 15mm eingestellt und die Länge dl des Kollimators **5** betrug ungefähr 120mm. Die verwendete CCD-Kamera besaß eine Auflösung von 1024×1024 Pixel, wobei jeder Pixel ein Quadrat mit Abmessungen von $0,06\text{mm} \times 0,06\text{mm}$ war. **Fig. 10** zeigt einen Vergleich von Intensitätsprofilen des Strahls bei unterschiedlichen Abständen dc für den Aufbau des Standes der Technik (REF) und der vorliegenden Erfindung (ENOX), wobei beide einen Kollimator mit einer Öffnung von 0,5mm verwenden. **Fig. 10B** zeigt die entsprechenden Ergebnisse für einen Kollimator mit einer Öffnung von 0,8mm. Wie klar ersichtlich, wird mit der Vorrichtung der vorliegenden Erfindung die Intensität des Strahls im Mittelbereich bei viel größeren Abständen aufrechterhalten, als bei der Anordnung des Standes der Technik. Es wurde herausgefunden,

dass der Zugewinn bei der monochromatischen Röntgenstrahl-Durchflussmenge an der Kristallproben-Position des Systems gemäß der vorliegenden Erfindung, verglichen mit dem System des Standes der Technik, zwischen einem Faktor 2 bis 2,5, für Kollimator-Öffnungen zwischen 0,5 und 0,8mm, liegt.

[0044] Die [Fig. 11A](#) bis [Fig. 11E](#) stellen die Intensitätsprofile des Strahls bei Abständen von 30mm, 60mm, 90mm, 120mm bzw. 150mm für das System der vorliegenden Erfindung mit einem Kollimator mit 0,5 mm grafisch dar. Die [Fig. 12A](#) bis [Fig. 12E](#) zeigen die entsprechenden Ergebnisse für einen Kollimator mit 0,8mm und die [Fig. 13A](#) bis [Fig. 13E](#) die Ergebnisse für einen Kollimator mit 0,5 mm in einer Standardanordnung des Standes der Technik.

Patentansprüche

1. Röntgendiffraktometer mit:
einer Röntgenstrahlenquelle (1) zur Erzeugung eines Röntgenstrahls;
einem Monochromator (4) zur Erzeugung eines monochromatischen Röntgenstrahls aus dem von der Röntgenstrahlenquelle erzeugten Röntgenstrahl; und
einem Kollimator (5), zumindest einen Bereich, der einen monokapillaren Kollimator aufweist, der so angeordnet ist, dass ein äußerer divergierender Bereich des monochromatischen Röntgenstrahls nur einmal von einer inneren Oberfläche des monokapillaren Kollimators reflektiert wird, um so zu einer Probenposition (20) geleitet zu werden und
wobei der Monochromator (4) getrennt von und zwischen der Röntgenstrahlenquelle (1) und dem monokapillaren Kollimator (5) angeordnet ist und die Röntgenstrahlenquelle (1) und der Monochromator (4) vormontiert und entsprechend in einer integrierten Einheit aneinander befestigt sind, sodass die Weglänge des Röntgenstrahls von der Quelle (1) zum Monochromator (1) im wesentlichen konstant beibehalten wird.

2. Röntgendiffraktometer gemäß Anspruch 1, bei dem der monokapillare Bereich des Kollimators (5) dem Ende zu der Probenposition benachbart ist (20).

3. Röntgendiffraktometer gemäß Anspruch 1 oder Anspruch 2, bei dem der monokapillare Bereich des Kollimators (5) sich über weniger als die Hälfte der Gesamtlänge des Kollimators erstreckt.

4. Vorrichtung gemäß jedem vorstehenden Anspruch, die angepasst ist, dass der Einfallwinkel des Röntgenstrahls auf den Monochromator (4) variiert werden kann.

5. Vorrichtung gemäß jedem vorstehenden Anspruch, bei der der Monochromator (4) auf einer durch ihn gehenden Achse drehbar ist.

6. Vorrichtung gemäß jedem vorstehenden Anspruch, bei der die integrierte Einheit auch eine zwischen der Röntgenstrahlenquelle (1) und dem Monochromator (4) angeordnete Blende umfasst, sodass die Laserstrahlquelle (1) isoliert werden kann.

7. Vorrichtung gemäß jedem vorstehenden Anspruch, bei der der Kollimator (5) so montiert ist, dass der Winkel der Längsachse des Kollimators bezüglich dem Monochromator variabel ist.

8. eine Vorrichtung gemäß Anspruch 7, bei der der Winkel in zwei rechtwinkligen Ebenen variiert werden kann.

9. Vorrichtung gemäß jedem vorstehenden Anspruch, bei dem der Kollimator (5) so montiert ist, dass die Richtung seiner Längsachse im Wesentlichen durch den Mittelpunkt des Monochromators (4) verläuft.

10. Vorrichtung gemäß Anspruch 9, bei der der Kollimator (5) in einem Sockel einer Kollimatorhalterung (20) befestigt ist.

11. Vorrichtung gemäß Anspruch 10, wenn abhängig von Anspruch 6, bei der die Kollimatorhalterung (20) in der Einheit, die die Quelle (1), den Monochromator (4) und die Blende (3) aufweist, integriert ist.

Es folgen 15 Blatt Zeichnungen

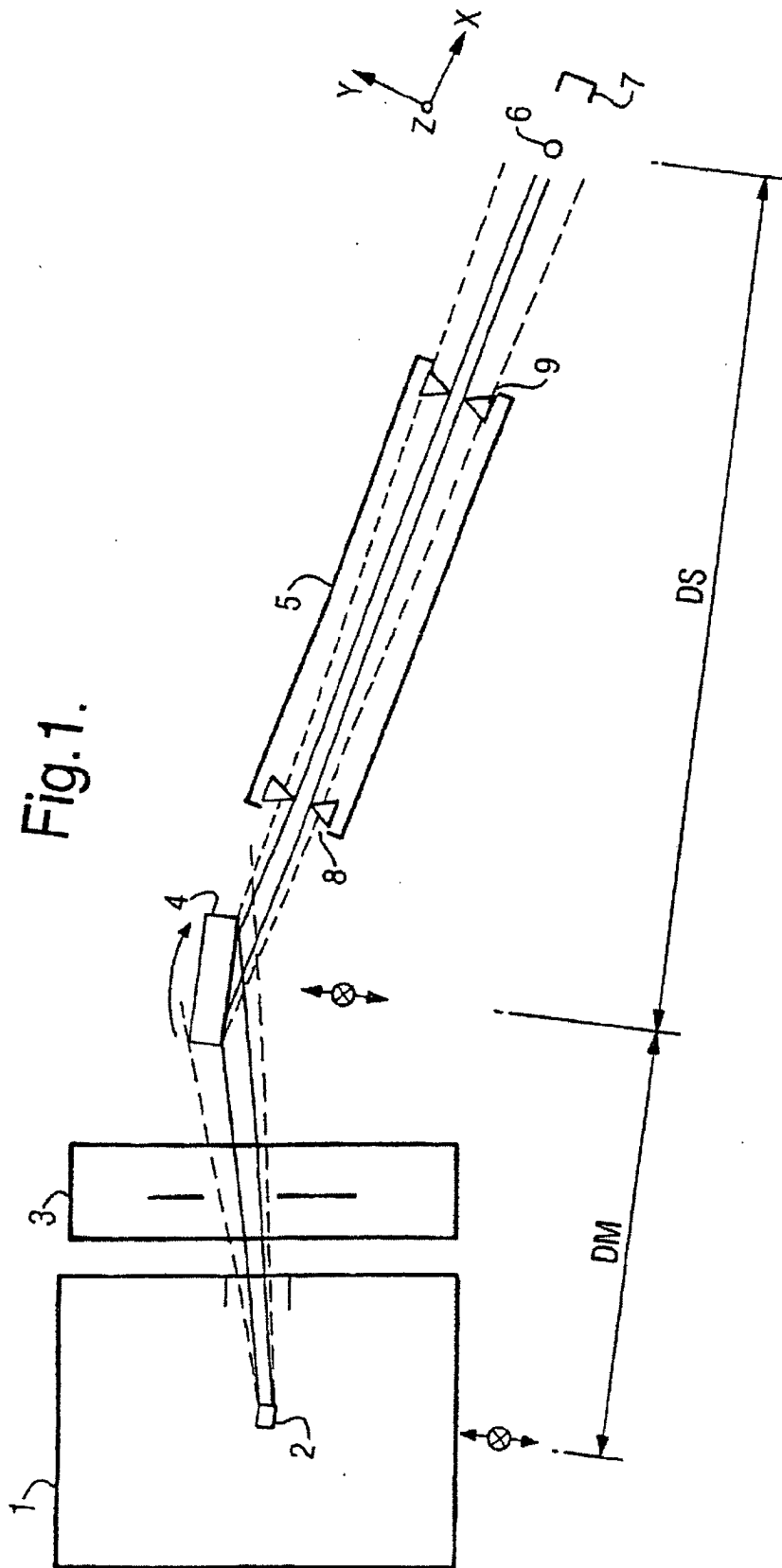


Fig.2.

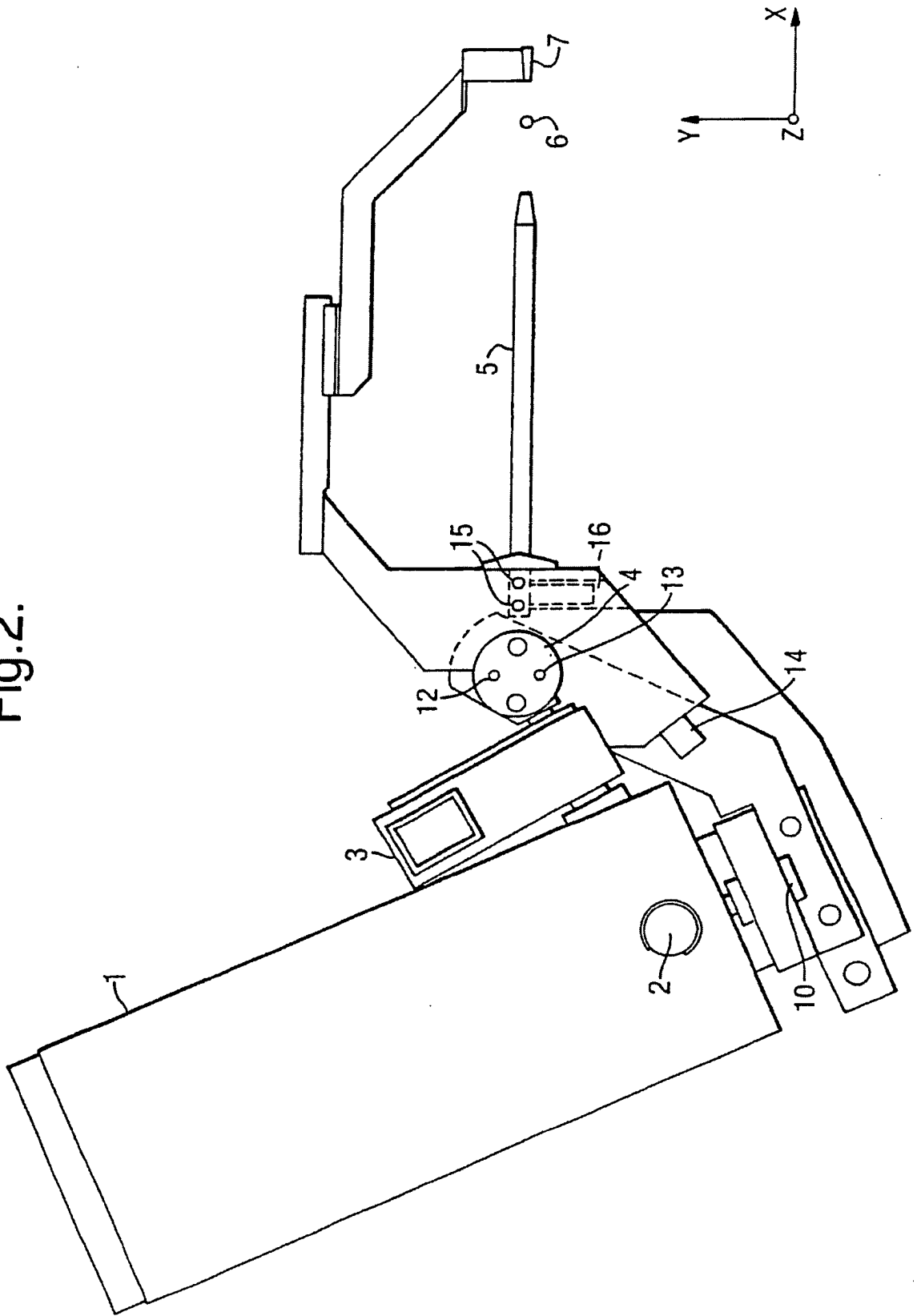


Fig.3.

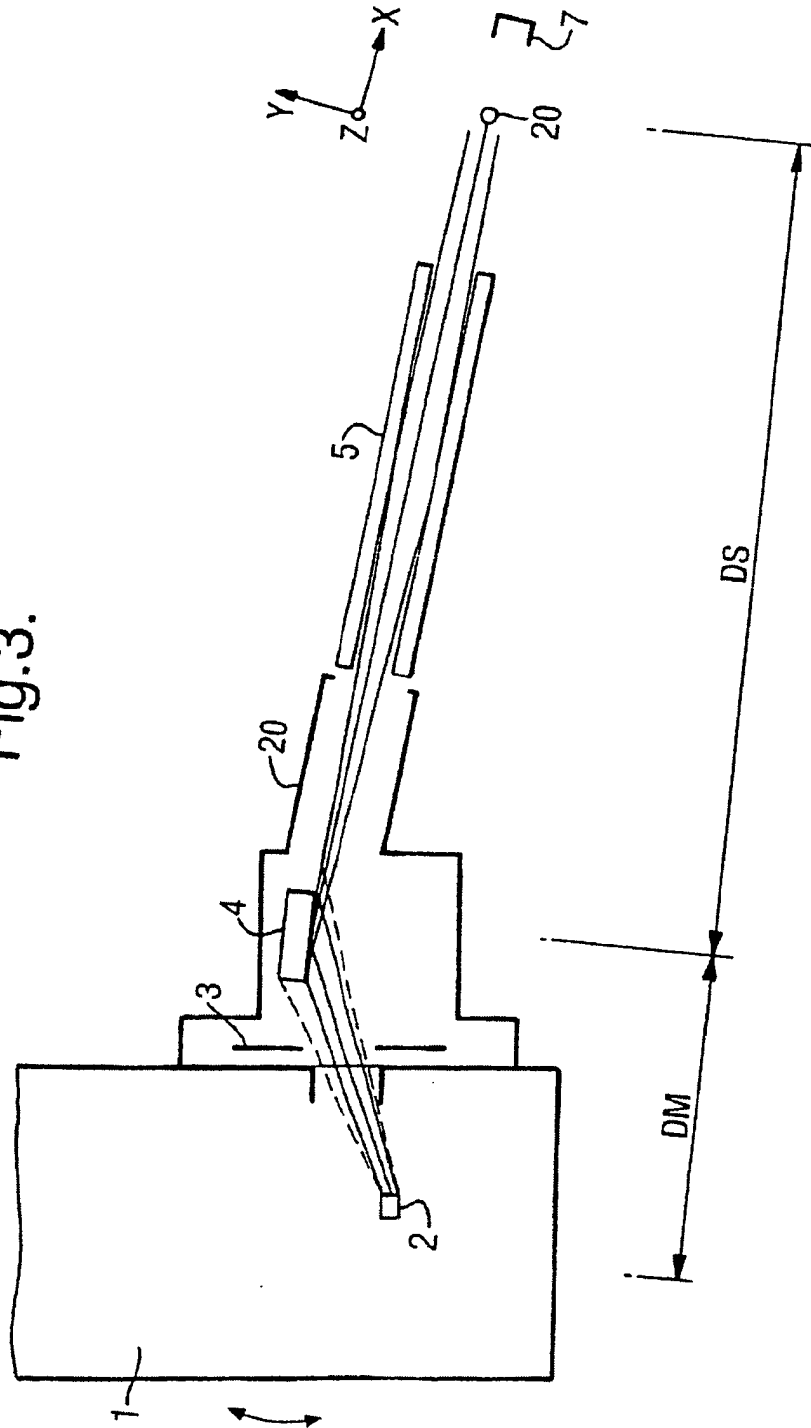


Fig.4.

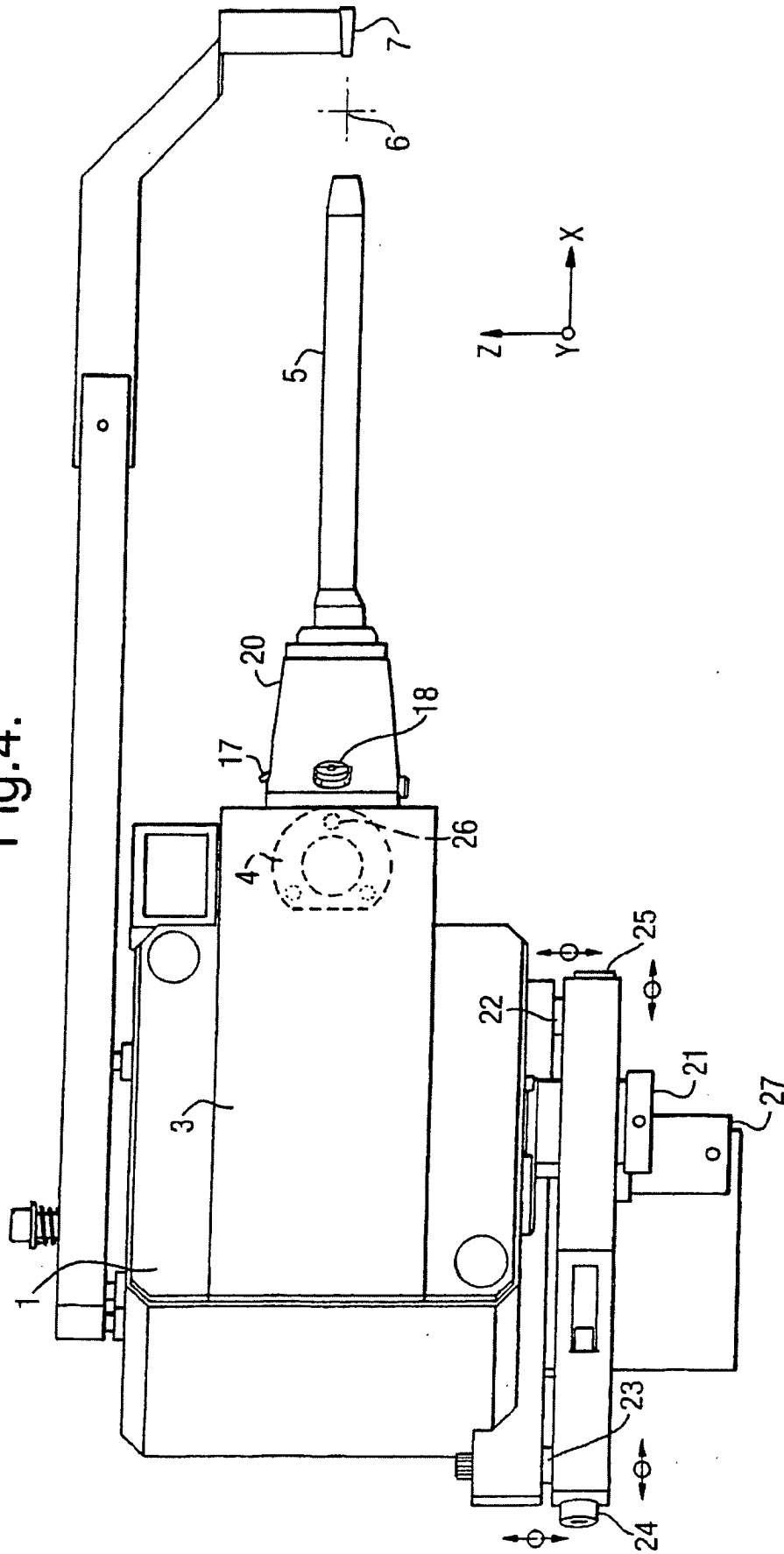


Fig.5.

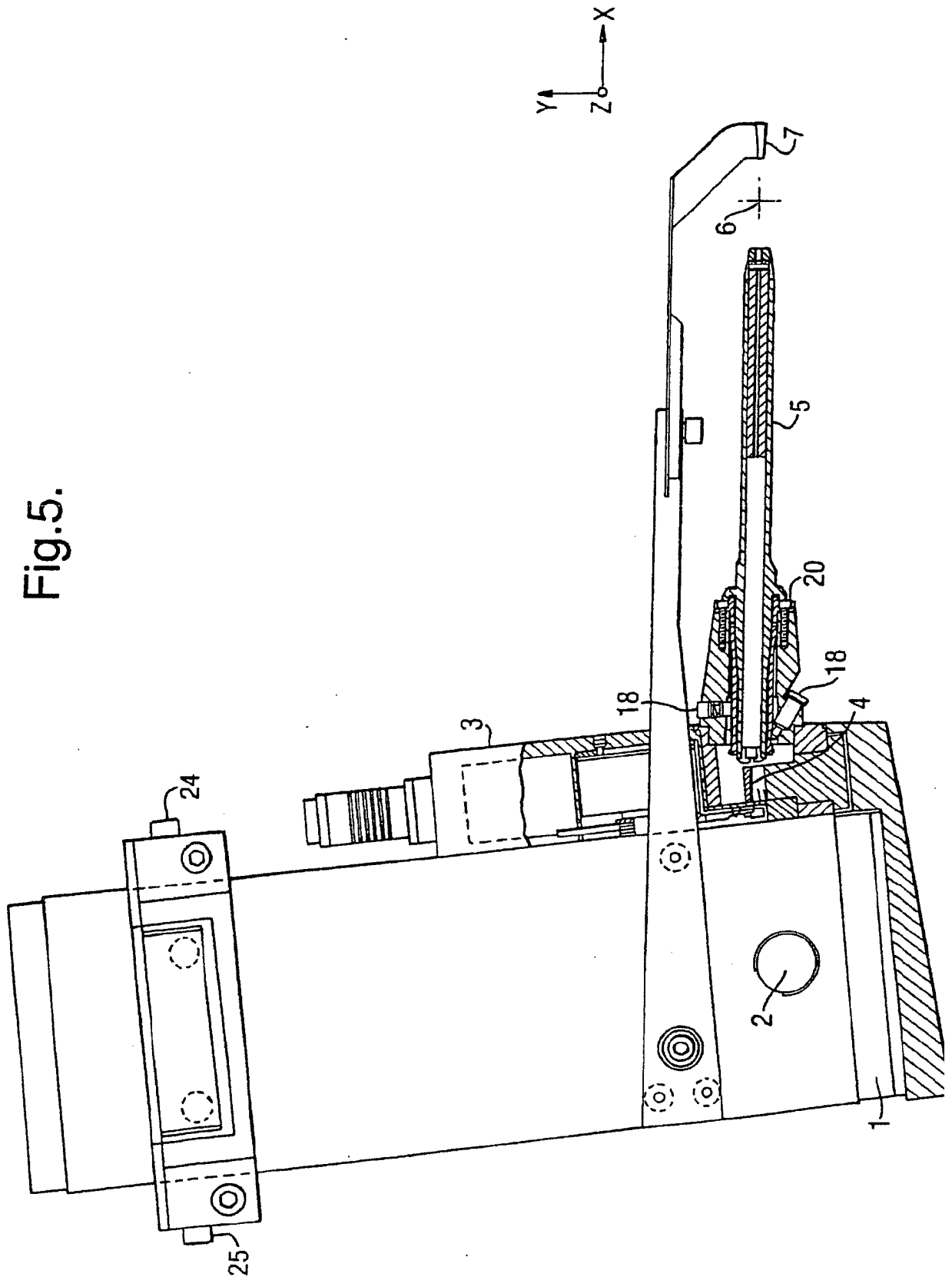


Fig.6.

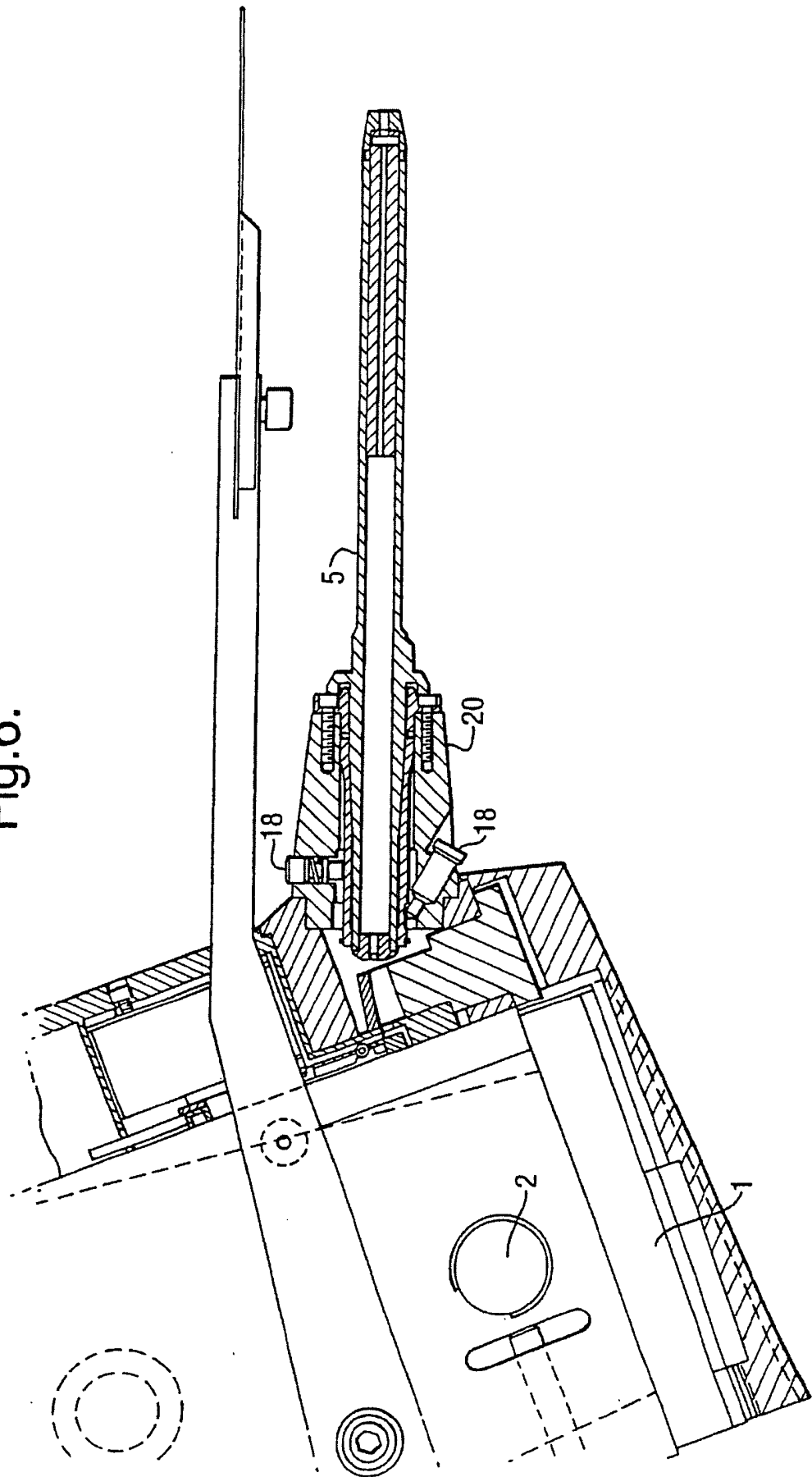


Fig.7A.

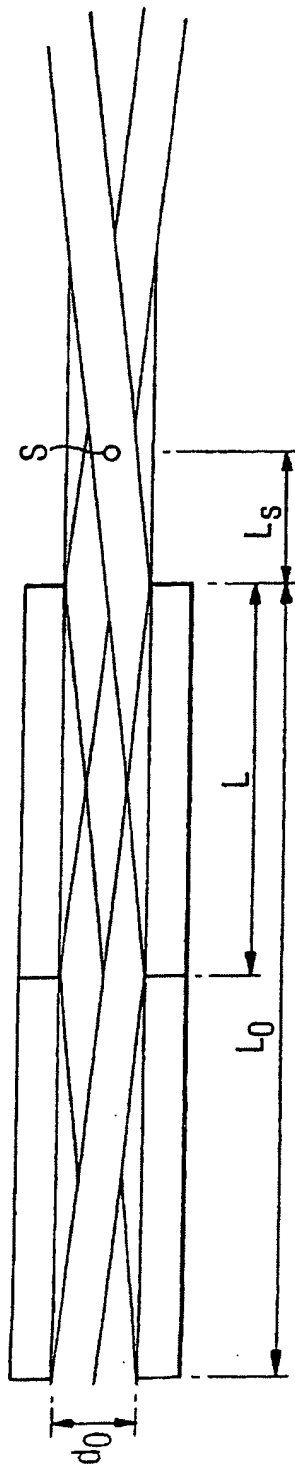
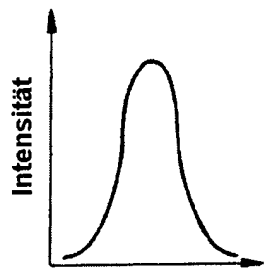


Fig.7B.

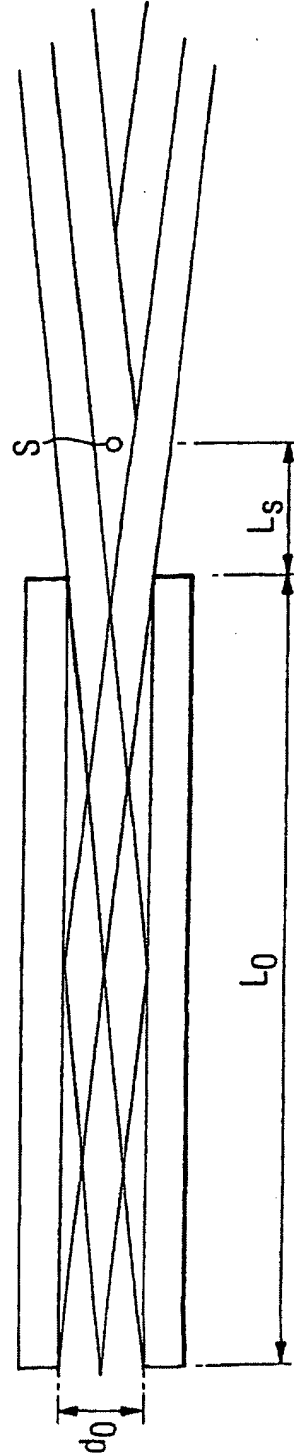
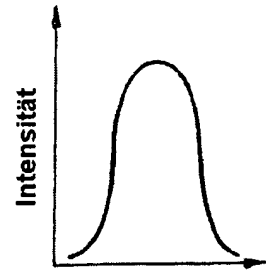


Fig.8.

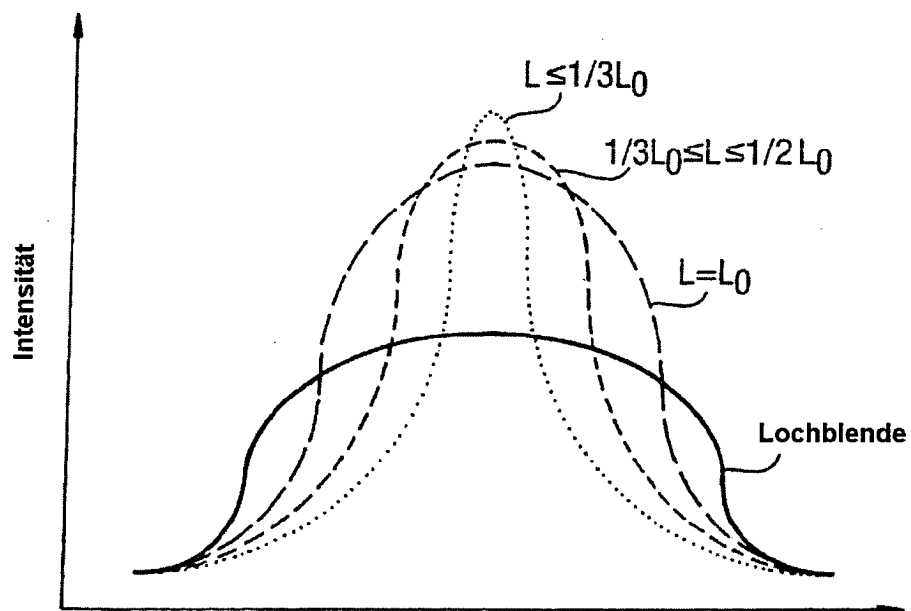


Fig.9.

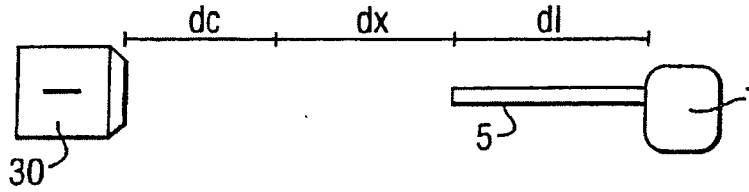


Fig.10A.

		dc/mm				
		30	60	90	120	150
REF	0.5mm					
ENOX	0.5mm					

Fig.10B.

		dc/mm				
		30	60	90	120	150
REF	0.8mm					
ENOX	0.8mm					

Fig.11A.

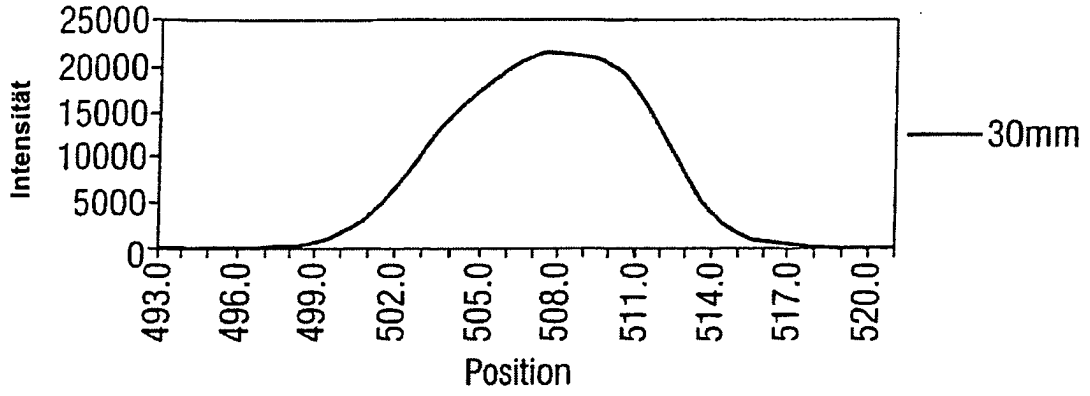


Fig.11B.

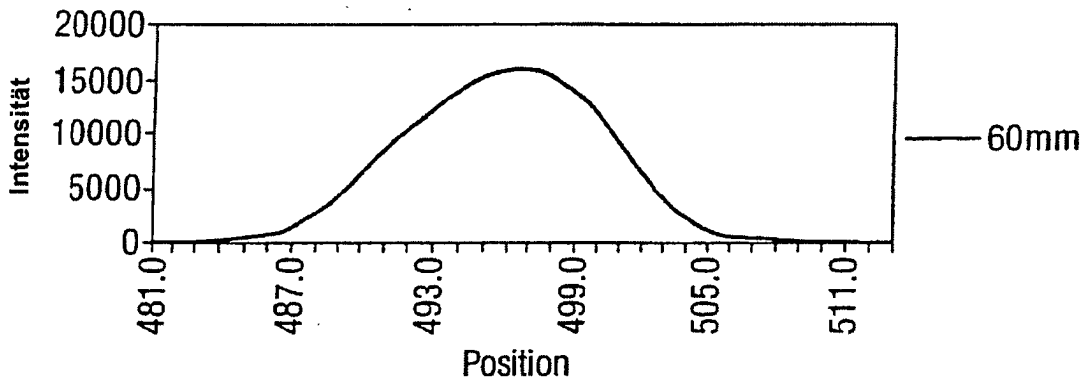


Fig.11C.

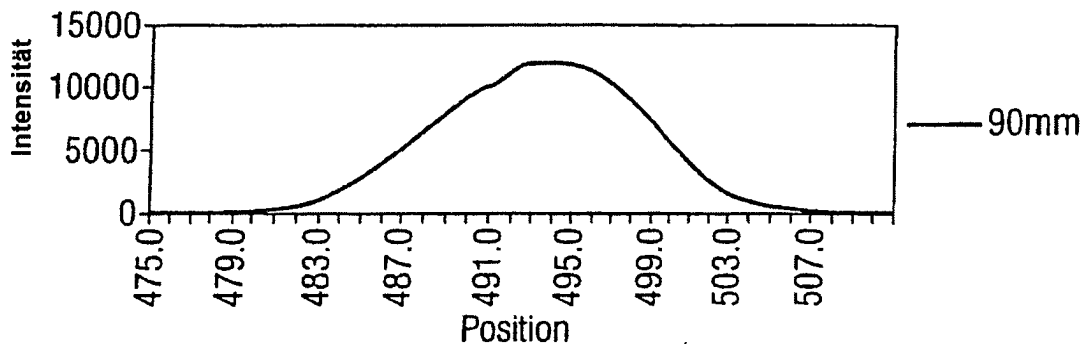


Fig.11D.

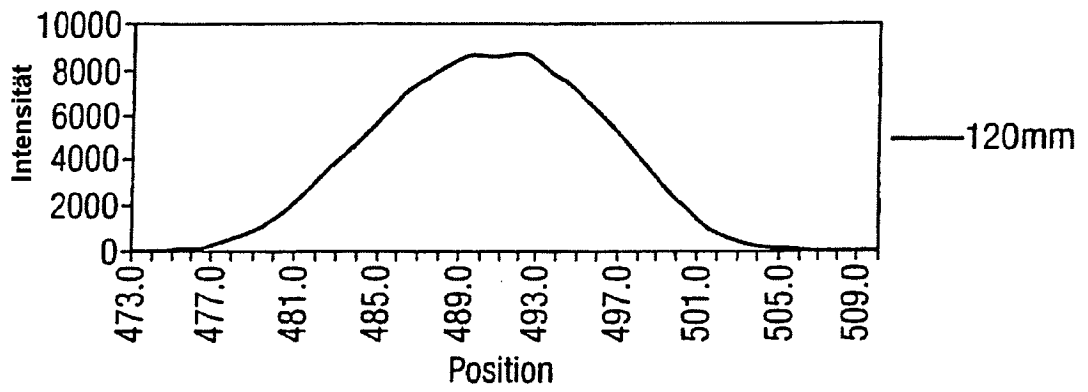


Fig.11E.

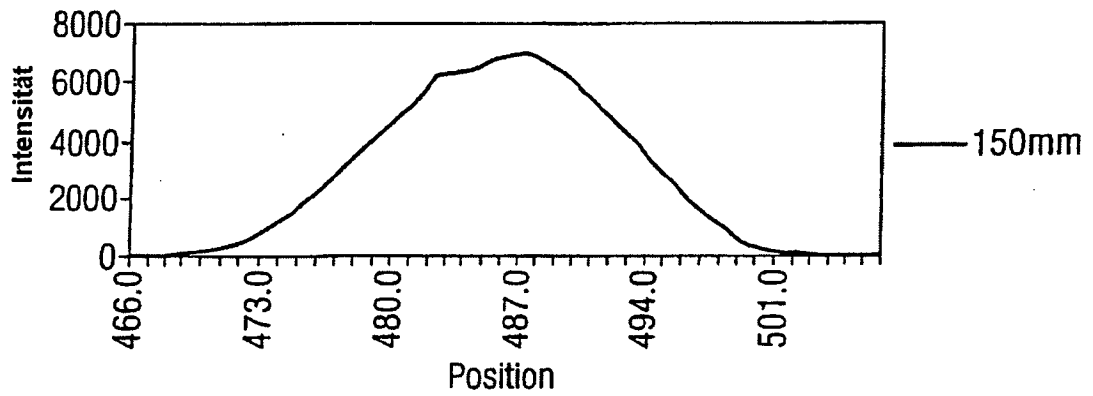


Fig.12A.

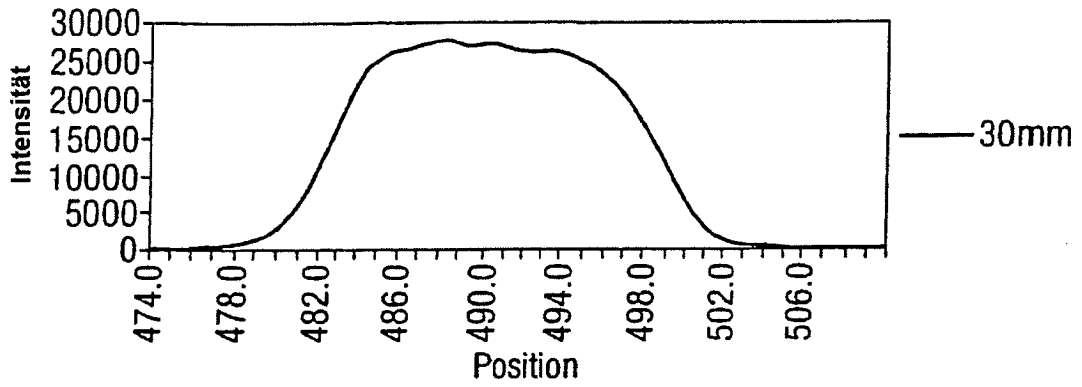


Fig.12B.

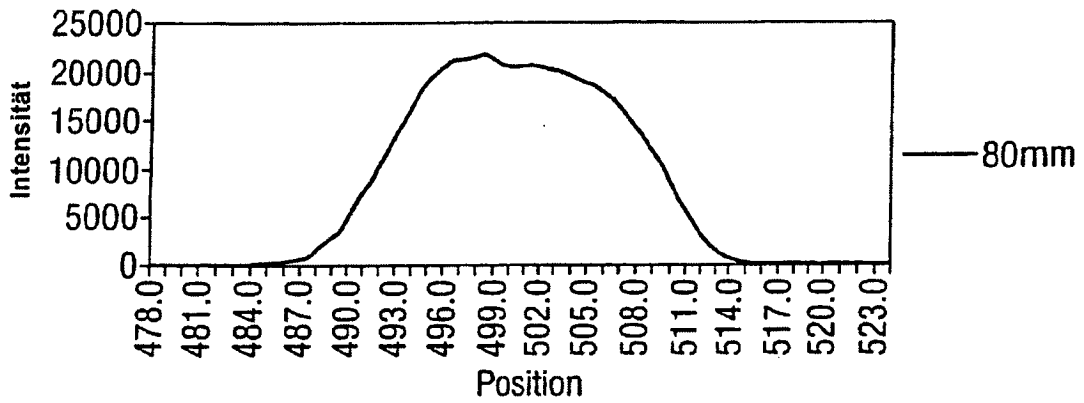


Fig.12C.

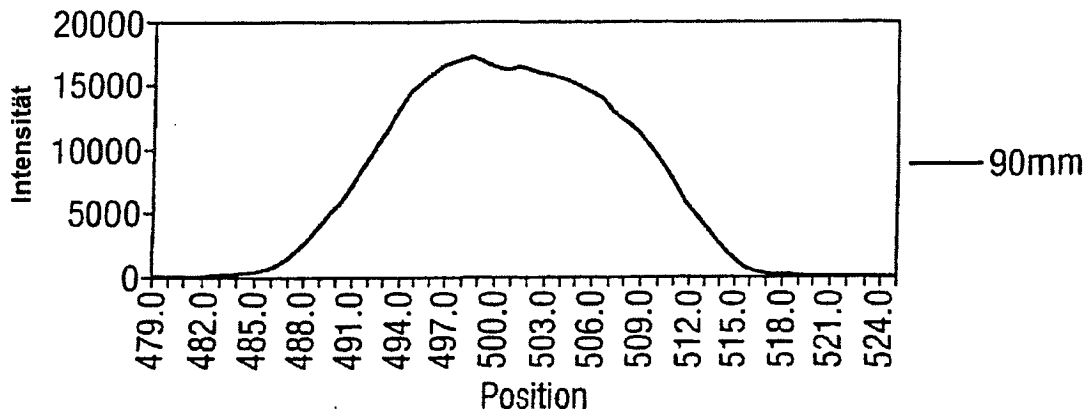


Fig.12D.

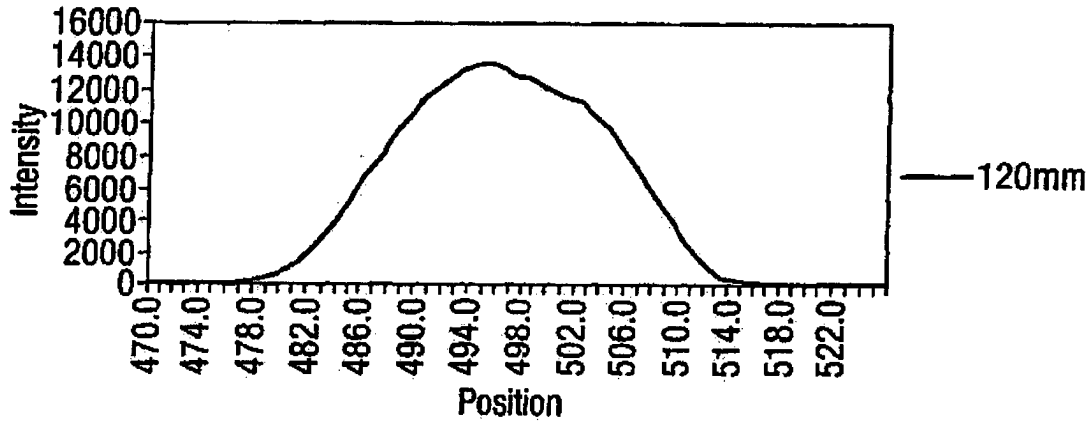


Fig.12E.

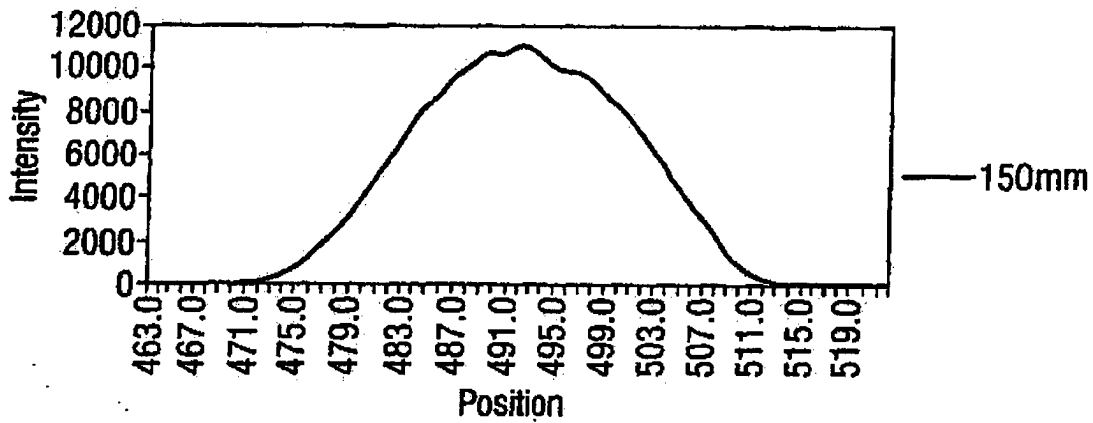


Fig.13A.

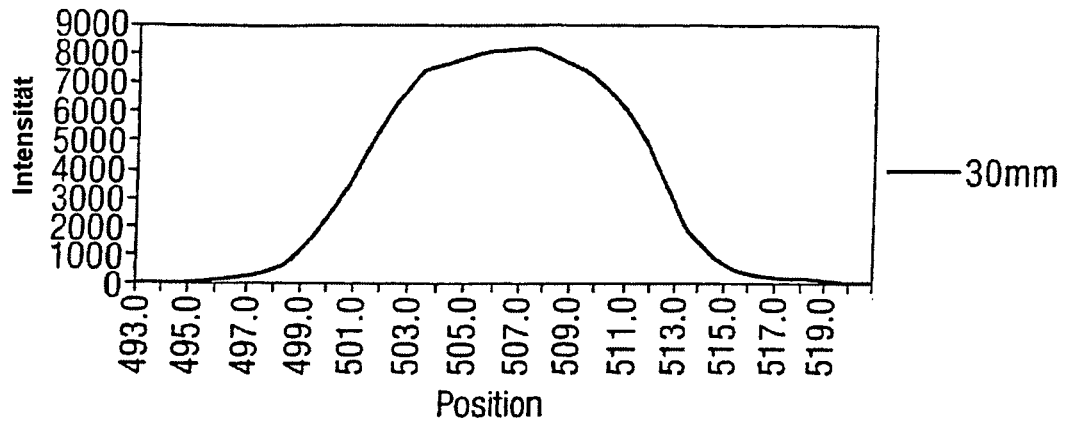


Fig.13B.

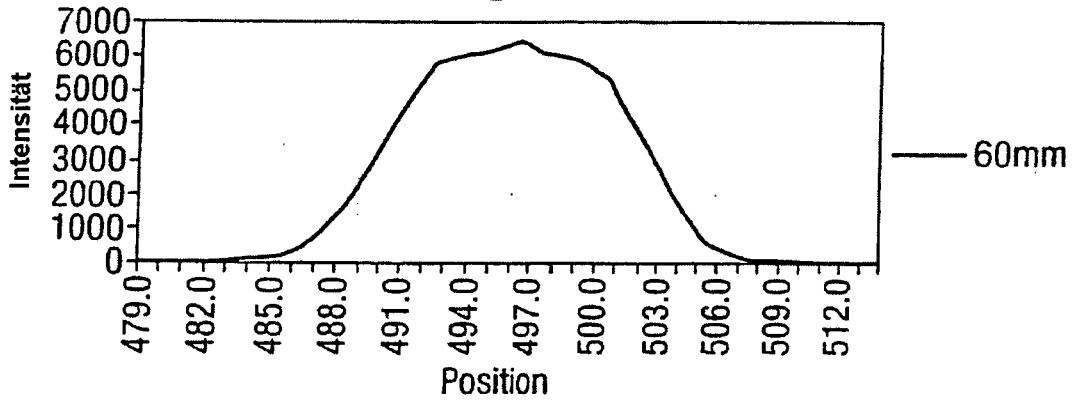


Fig.13C.

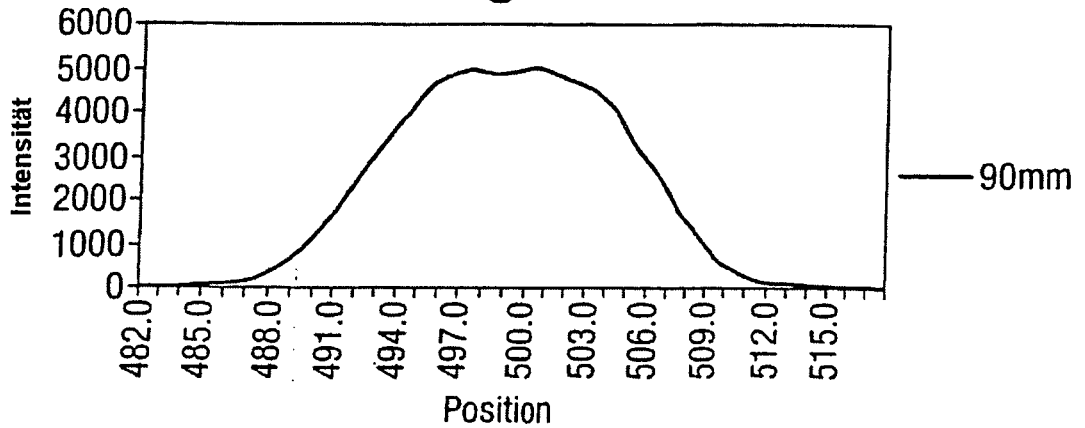


Fig.13D.

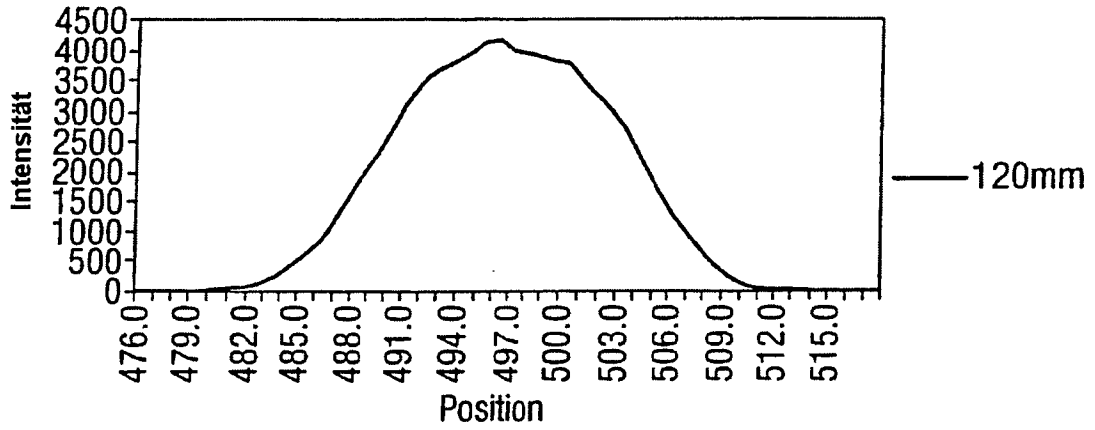


Fig.13E.

