

(12)

Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 377/2011
(22) Anmeldetag: 17.03.2011
(45) Veröffentlicht am: 15.09.2012

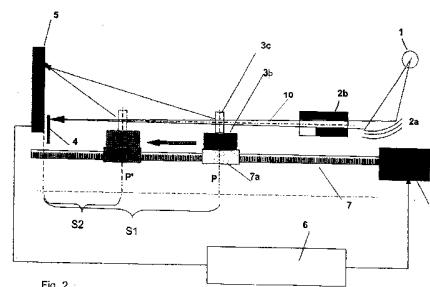
(51) Int. Cl. : G01N 23/201 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
EP 1477796 A2

(73) Patentinhaber:
ANTON PAAR GMBH
8054 GRAZ (AT)

(54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR UNTERSUCHUNG DER RÖNTGENOGRAFISCHEN EIGENSCHAFTEN VON PROBEN

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren sowie eine Vorrichtung zur Untersuchung der röntgenografischen Eigenschaften von Proben (3c), wobei die an einer Probe (3c) gestreuten Röntgenstrahlen von einem im Abstand zur Probe (3c) gelegenen Detektor (5) aufgenommen und bezüglich der Probeneigenschaften ausgewertet werden. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, dass bei einem vorgegebenen Abstand zwischen der Röntgenstrahlenquelle (1) oder dem Ausgangspunkt (2b) des auf die Probe (3c) gerichteten Röntgenstrahles (10) und dem Detektor (5) für eine vorgegebene Anzahl von aufeinander folgenden Messungen der Abstand (S1, S2) zwischen der Probe (3c) und dem Detektor (5) verändert und auf vorgegebene unterschiedliche Werte eingestellt wird.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Untersuchung der röntgenografischen Eigenschaften von Proben, wobei die an einer Probe gestreuten Röntgenstrahlen von einem im Abstand zur Probe gelegenen Detektor aufgenommen und bezüglich der Probeneigenschaften ausgewertet werden und des weiteren eine Vorrichtung zur Untersuchung der röntgenografischen Eigenschaften von Proben mit einer Röntgenstrahlenquelle, welche Vorrichtung einen Probenträger für eine Halterung der Probe und einen Detektor umfasst, der in einer festgelegten Entfernung von der Röntgenstrahlenquelle oder vom Ausgangspunkt des auf die Probe gerichteten Röntgenstrahles gelegen ist, wobei die von der Probe gestreuten Röntgenstrahlen von dem im Abstand zur Probe gelegenen Detektor aufgenommen werden und die erhaltenen Signale bezüglich Probeneigenschaften ausgewertet werden.

[0002] Die Erfindung betrifft somit ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Strukturcharakterisierung von Proben mittels Klein- und Groß- bzw. Weitwinkelstreuung von Röntgenstrahlung.

[0003] Die EP 1477796 A2 zeigt eine Vorrichtung zur Untersuchung mittels Röntgenstreuung. Der zentrale Strahl kann ausgeblendet werden. Die Probe ist in zwei Richtungen bewegbar, jedoch nicht in Strahlrichtung.

[0004] Die elastische Streuung von Röntgenstrahlung wird zur zerstörungsfreien Strukturcharakterisierung unterschiedlicher Probenmaterialien genutzt.

[0005] Röntgenstreuung tritt auf, wenn ein Bündel von Röntgenstrahlen auf ein inhomogenes, pulverförmiges, flüssiges und/oder festes Material trifft, dessen Strukturen in der Größenordnung der eingesetzten Wellenlänge der Röntgenstrahlung liegen. Die Röntgenstrahlen dringen in die Probe ein und das zu untersuchende Material wechselwirkt mit dem Strahl, wobei dieser gestreut wird. Dabei kommt es zu charakteristischen Interferenzbildern. Die Verteilungsform der gestreuten Wellen ist charakteristisch für die Größe und Symmetrie der streuenden Partikel. Streuexperimente können sowohl mittels Röntgenstrahlung als auch in vergleichbarer Weise mit Neutronenstrahlung durchgeführt werden.

[0006] Prinzipiell können Streuexperimente in zwei unterschiedlichen Geometrien gemacht werden: (1) Reflexionsgeometrie und (2) Transmissionsgeometrie. Die Proben werden entweder unter einem kleinen Einstrahlwinkel gegenüber dem Messstrahl positioniert, die Messung erfolgt bei streifendem Strahlungseinfall nahe dem Grenzwinkel der Totalreflexion und das Strahlungsmuster der gestreuten Strahlung wird aufgezeichnet (GISAXS), oder die Probe wird in Transmission durchleuchtet. Während erstere Methode Aussagen über die Oberflächenstruktur der Probe erlaubt, wird bei der Transmissionsmessung die Nanostruktur des gesamten durchstrahlten Probevolumens analysiert (SAXS). Als strahlerzeugende Quellen können beispielsweise feststehende Röntgenröhren, Drehanoden oder ein Synchrotron dienen.

[0007] Das Braggsche Gesetz bildet in der Röntgendiffraktion die Interpretationsgrundlage, es gilt $n\lambda = 2d\sin\theta$, wobei n die Ordnung des Reflexes und eine ganze Zahl, λ die Wellenlänge und θ der halbe Streuwinkel sind.

[0008] Oft wird bei der Interpretation der Impulsübertrag q verwendet, der definiert ist als $q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\theta)$.

[0009] Typische SAXS-Messungen erfolgen mit Röntgenwellenlängen in der Größenordnung von 0,1 nm und werden im Streuwinkelbereich von 0,1 bis 10° ausgewertet. Daraus ergeben sich Informationen über die Größe und Größenverteilung, Form und innere Struktur von Makromolekülen, charakteristische Abstände von partiell orientierten Materialien, Porengröße etc. im Größenbereich von 1 bis 100 nm. Damit deckt die Methode den Größenbereich vieler technologisch interessanter Nanostrukturen wie von Biopolymeren, Flüssigkristallen, nanoporösen Materialien, Mikroemulsionen, Nanokompositen etc. ab.

[0010] Je kleinere Streuwinkel 2θ dabei untersucht werden können, umso größer können ge-

mäß der Bragg - Gleichung die untersuchten Strukturdimensionen d sein.

[0011] Alternativ ermöglicht die Auswertung der in größeren Winkelbereichen gestreuten Intensitäten der Röntgenweitwinkelstreuung (WAXS) gemäß der Bragg-Gleichung Aufschluss über die kleineren atomar-kristallinen Strukturen der Materialien.

[0012] Im Bereich der Nanomaterialien wirken sich strukturelle Änderungen simultan in beiden Bereichen aus, es ist daher wünschenswert, auch beide Streubereiche möglichst simultan zu studieren.

[0013] In Durchstrahlung müssen kleinste Streuwinkel dabei möglichst nahe am einfallenden Strahl gemessen werden.

[0014] Figur 1 zeigt den bekannten, prinzipiellen Aufbau einer Messanordnung zur Kleinwinkelstreuung.

[0015] Die von einer beliebigen Quelle 1 emittierte Strahlung, z.B. von einem Synchrotron, einer Röntgenröhre oder einer Drehanode, wird in der anschließenden Optik 2, das sind unterschiedlichste Anordnungen von Kollimationsblöcken und /oder Spiegeln und anderen optischen Elementen, der Messstrahl geformt. Im Allgemeinen werden linien- und/oder punktfokussierte konvergente und/oder parallele monochromatische Strahlenbündel verwendet. Die für die jeweiligen Streugeometrien anzuwendenden Korrekturen, um die realen Abweichungen vom idealen Streuexperiment zu korrigieren, sind aus dem Stand der Technik bekannt.

[0016] Der konfektionierte Strahl trifft die Probe 3c und die gestreuten Intensitäten werden mit einem passenden Detektor 5 ortsaufgelöst detektiert. Im Stand der Technik sind eindimensionale Detektoren, z.B. ein Photodiodenarray, das die Intensitätsverteilung in einer Linie senkrecht zum Primärstrahl detektiert, ebenso bekannt, wie die Verwendung 2-dimensionaler Anordnungen, wie z.B. 2D Photodiodenarrays, CCD-Kameras oder Image Plates (IP).

[0017] Limitierende Faktoren sind neben der Art der verwendeten Röntgenoptik 2 zur Strahlkonditionierung vor der Bestrahlung der Probe auch die Auflösung des Detektors, insbesondere bedingt durch Pixelgröße und Cross-talk zwischen den Detektor-Pixeln, die richtige Proben-Detektor-Distanz und die Möglichkeit, den ungestreuten Primärstrahl mittels eines Strahlfängers 4 vor dem Detektor 5 auszublenden.

[0018] Durch restriktive Strahlkonditionierung minimierte Intensitäten führen zu hohen Registrierzeiten und zu starkem Rauschen im Signal.

[0019] Die kleinsten aufzulösenden Winkel hängen auch von der Ausdehnung des einfallenden Strahls und der Ortsauflösung des verwendeten Detektors ab. Häufig werden daher, um auswertbare Streumuster aufzzeichnen zu können, Messeinrichtungen im Meterbereich verwendet. Weil der Strahl immer relativ lange Strecken außerhalb der Probe durchläuft, müssen die Messkammern immer evakuiert sein, um die Untergrundstreuung der Luft zu eliminieren.

[0020] Bei großen Proben-Detektor-Abständen sinkt die gestreute Intensität am Detektor. Dies kann verhindert werden, indem die Probe näher am Detektor positioniert wird. Aus geometrischen Gründen kann dadurch auch gleichzeitig ein größerer Streuwinkelbereich abgedeckt werden.

[0021] Die DE 10 2006 029 449 B3 beschreibt ein derartiges Gerät mit der Möglichkeit, den Abstand zwischen Probe und Detektor mittels eines fahrbaren Detektors und Metallbalgabschnitten unter Vakuum für die Strahlführung zu verändern. Diese Membranbalg-Anordnung mit direkt verbundenem Detektor erlaubt kontinuierlich veränderbare Proben-Detektor-Abstände und erlaubt Messungen bis $\theta=40^\circ$. Die Handhabung und der Platzbedarf eines derartigen Systems machen eine Verwendung zur raschen und einfachen durchgehenden Charakterisierung einer Probe jedoch unmöglich. Der einfallende Strahl wird in solchen Systemen im allgemeinen als Parallelstrahl geführt.

[0022] N. Yagi, "simultaneous record of the SAXS/WAXS pattern which uses Shad-o-Box which added change", [online, URL:<http://www.ads-imq.co.ip/products/rad-icon/pdf/saxswaxs.pdf>

Nov.2011] zeigt die simultane Messung von SAXS und SWAXS mithilfe zweier ortsfester Detektoren, die jeweils auf die Intensität und Auflösungsbedürfnisse der Winkelbereiche abgestimmt sind. Die Messung der Intensität im WAXS-Bereich erfolgt mittels Fluoreszenzkonversion in sichtbares Licht. Gemäß der JP 2009-002805 von Rigaku erfolgt die Messung beider Winkelbereiche mithilfe zweier ortsfester Detektoren.

[0023] Gemäß der AT392160B wird ein schlitz- oder punktkollimierter Strahl ohne parasitäre Reflexionen erzeugt, der einen extrem kompakten Aufbau mit hohen Intensitäten bei allen Streuwinkeln zulässt. Dies ermöglicht ein kompaktes Design mit einem Probe-Detektor-Abstand in der Größenordnung von <10 - 30 cm. Dieses Gerät erlaubt mit einem passendem Detektor, einem sogenannten Imaging Plate, die zylindersymmetrisch um die im Zentrum dieses Zylinders befindliche Probe angeordnet ist, die Messung von kleinsten Streuwinkeln bis zu Streuwinkeln > 40°.

[0024] Diese zusammenhängende Messung des Klein- und Weitwinkelbereiches erfolgt allerdings mit Hilfe von Röntgenspeicherfolien bzw. Imaging Plates, die durch ein spezielles Verfahren in einem externen Gerät digitalisiert bzw. ausgelesen werden. Die hierbei erzielte Auflösung wird maßgeblich vom Ausleseprozess mit bestimmt, generell haben Imaging Plates den Nachteil einer offline-Digitalisierung des Streubildes. Die Möglichkeit, die Speicherfolie zylindersymmetrisch anzuordnen spielt dabei in Hinblick auf die Messgenauigkeit eine große Rolle, da für die, im SAXSess-System verwendeten, kleinen Abstände zwischen Probe und Detektor die Verzerrung durch eine planare Detektoroberfläche im Weitwinkelbereich, wie z.B. im Falle von CCDs, eine größere Rolle spielen. Die Auflösung solcher Speicherfolien ist jedoch begrenzt. Aufgrund der geringeren Intensitätswerte bei größeren Streuwinkeln erscheinen die Interferenzstrukturen bei kleinen Winkeln relativ intensiv, während bei großen Streuwinkeln die Streuintensitäten noch gering sind. Um große Streuwinkelbereiche zu messen müssen extrem lange IP oder eine Kombination von mehreren Diodenarrays zu einer polyedrischen Anordnung verwendet werden. Mit zylindersymmetrischen IP- oder Photodiodenarray-Detektoren sind so Streuwinkel bis 80 Grad messbar.

[0025] Gewünscht wäre hier die Messung mit alternativen, elektronisch auslesbaren Detektoren. Diese stehen aber nicht in Zylindersymmetrie und mit ausreichend großer Detektionsfläche zur Verfügung. Die simultane Messung im SAXS-WAXS-Bereich mittels flacher Detektoren ist auch durch den hier nötigen Abstand zur Probe limitiert. Der Abstand des Detektors zur strahlbildenden Einheit, das heißt zur Quelle, Spiegel bzw. Kollimationsblock, ist dabei durch den Fokus des Primärstrahls in der optischen Achse bestimmt. Daher können flache elektronische Detektoren wie CCDs wahlweise im Kleinoder Weitwinkelbereich aufgestellt werden. Der Fokus des eingestrahlten Strahls liegt dabei jeweils in der Detektorebene, aber eine lückenlose Messung wird auch damit nicht erreicht und der Umbau erfordert ein Öffnen der Messkammer.

[0026] Die beschriebenen Systeme können im Allgemeinen mit unterschiedlichsten Probenhaltern und Messzellen ausgestattet werden, um verschiedenste Proben zu charakterisieren. Für SAXS-Messsysteme sind beispielsweise Kapillarhalter für Flüssigkeiten, Probenhalter für Feststoffe, Pastenzellen für viskose Proben, Durchflusszellen für die automatische Messungen und Charakterisierung von Reaktionen von flüssigen Proben ebenso verfügbar wie eine sogenannte VarioStage zum Positionieren und Orientieren von Festproben. Mit diesem Probenhalter können mit der Probe im Strahl Rotationsbewegungen, Verkippungen und Rasterungen vorgenommen werden, um ortsaufgelöste Untersuchungen durchzuführen. Eine Feuchtezelle für Pulver- und Filmproben in einer Klimakammer steht genauso zur Verfügung wie ein Autosampler zur automatischen Beladung der Kapillarhalter über ein Gleitschienensystem. In allen diesen Fällen bleibt die eingenommene Messposition in Bezug auf den einfallenden Strahl annähernd gleich. Bewegungen der Probe mit der Probenhalterung senkrecht zum Gleitschienensystem dienen lediglich zur Justierung und kleinen Variation des Messbereichs auf der Probe.

[0027] Da die Chip-Arrays für die elektronischen Detektoren flache Platten sind, und mehrere angeordnete gleichartige Detektoren auch für Standardanwendungen in der Industrie zu aufwändig und teuer sind, ist ein Ersatz der Imaging Plates durch kompakte elektronische Detekto-

ren nicht einfach möglich. Zusätzlich ergibt sich hier auch das Problem, dass jeder Detektor seine eigene Charakteristik hat und die nötigen Korrekturen und Normierungen praktisch zu keinem durchgängig auswertbarem Bild führen.

[0028] Ziel der Erfindung ist es, eine Vorrichtung der eingangs genannten Art derart auszubilden, dass mit beliebigen Detektoren, so wie diese aus dem Stand der Technik bekannt sind, sowohl im Kleinwinkelmessbereich als auch im Weit- bzw. Großwinkelmessbereich Messungen durchgeführt werden können. Es sollen sich dabei im gewünschten Streuwinkelbereich von 0 Grad bis zu Winkeln größer als 40 Grad bzw. im Impulstransferbereich von 0 bis 28/nm überlappende Streubilder ergeben. Darüber hinaus sollen größere Streuwinkelbereiche mit möglichst kleinfächigen und nur wenig gebogenen IP- oder Photodiodenarray-Detektoren bis hin zu 80 Grad möglich sein. Es wird dabei der Kleinwinkelstreubereich im Bereich von 0 Grad bis etwas 10 Grad angenommen und der Großwinkelstreubereich mit etwa 10 Grad bis 50 Grad bzw. 80 Grad bei leicht gekrümmter Detektoroberfläche vorgegeben.

[0029] Zur Lösung dieser Aufgabe ist erfindungsgemäß bei einem Verfahren der eingangs genannten Art vorgesehen, dass bei einem vorgegebenen Abstand zwischen der Röntgenstrahlenquelle oder dem Ausgangspunkt des auf die Probe gerichteten Röntgenstrahles und dem Detektor für eine vorgegebene Anzahl von aufeinander folgenden Messungen der Abstand zwischen der Probe und dem Detektor verändert und auf vorgegebene unterschiedliche Werte eingestellt wird. Damit wird, abgesehen von einer einfachen Abänderung des Abstandes zwischen der Probe und dem Detektor, erreicht, dass im Zuge von Messungen ohne große Umrüstschwierigkeiten an ein und derselben Probe abwechselnd Messungen des Kleinwinkelstreubereiches und Messungen des Großwinkelstreubereiches vorgenommen werden können. Dabei bleibt die Charakteristik des Detektors unverändert und somit können sofort die Messergebnisse aus den beiden Streuwinkelbereichen ausgewertet und kombiniert werden. Die Position des Detektors bezüglich des Röntgenstrahles wird nicht verändert. Es ist wesentlich einfacher, die Probe längs des Röntgenstrahles zu verstetzen, als einen wesentlich massereicheren und bezüglich seiner Justierung komplexen Detektor zu bewegen. Des Weiteren ist es auch möglich, die Probe längs des Röntgenstrahles sehr exakt zu verfahren bzw. zu verstetzen, wogegen diese Verstellung für einen Detektor beträchtliche Einbußen an der Messgenauigkeit mit sich bringt. Abgesehen davon dauert das Umrüsten eines Detektors wesentlich länger, als das Verstellen bzw. Verlagern einer Probe, sodass Messungen, bei denen eine rasche Aufeinanderfolge von Messungen des Kleinwinkelstreubereiches und des Großwinkelstreubereiches erfolgen soll, nicht möglich sind.

[0030] Erfindungsgemäß ist es nunmehr möglich, die Probe zu verstetzen, wobei die Probe im Röntgenstrahl bzw. in der optischen Achse der Vorrichtung belassen wird, während die Probe mit einer Verstelleinrichtung in einen anderen Abstand bezüglich des Detektors verbracht wird. Eine Unterbrechung des Vakuums muss nicht erfolgen. Es sind allenfalls die Bildbearbeitung und die Skalierungen anzupassen und man erhält ein durchgängiges Streubild, ohne eine neue Justierung des Messstrahles und des Detektors vornehmen zu müssen.

[0031] Es ist von Vorteil, wenn bei vorgegebenem und vorzugsweise während der vorgenommenen Messungen unverändert beibehaltenem Abstand zwischen der Röntgenstrahlenquelle oder dem Ausgangspunkt des auf die Probe gerichteten Röntgenstrahles und dem Detektor für eine vorgegebene Anzahl von aufeinander folgenden Messungen der Abstand zwischen der Probe und dem Detektor verändert und auf vorgegebene unterschiedliche Werte eingestellt werden kann. Damit ist es möglich, für bestimmte Untersuchungen die gewünschten Abstände vorzugeben, die dann mit der Probe angefahren werden oder in die die Probe zur Durchführung der gewünschten Streuwinkelmessung gebracht wird.

[0032] Es ist möglich, dass zur Veränderung des Abstandes eine kontinuierliche Verlagerung der Probe in die oder gegen die Richtung des Röntgenstrahls in die vorgegebene Messposition vorgenommen wird, oder dass die Probe verlagert wird, indem die Probe in zumindest zwei längs des Röntgenstrahles im unterschiedlichem Abstand vom Detektor liegende Probeaufnahmen eingesetzt wird. Bei der ersten Möglichkeit kann die Probe auf einer Verstelleinrichtung

gelagert sein, welche die Probe längs des Röntgenstrahles in einer kontinuierlichen, insbesondere raschen, Bewegung zwischen den beiden vorgegebenen Abständen vom Detektor versteilt. Es ist auch möglich, dass händisch oder mit einer Greifeinrichtung die Probe von der einer Probeaufnahme in die andere Probeaufnahme versetzt wird, welche Probeaufnahmen in einem definierten, vorgegebenen Abstand vom Detektor gelegen sind.

[0033] Das erfindungsgemäße Verfahren wird besonders einfach, wenn vorgesehen ist, dass die Strahlen- und Messgeometrie bei einer Verlagerung der Probe unverändert gehalten wird und/oder während der Verlagerung der Probe diese in ihrer Position auf der bzw. bezüglich der Achse des Röntgenstrahls belassen wird. Damit ist eine Abänderung des Messaufbaus nicht erforderlich; es wird lediglich die Probe von einer Lage in eine andere Lage verbracht, wobei die beiden Lagen bezüglich ihres Abstandes vom Detektor bekannt und vorgegeben sind. In beiden Lagen wird die Probe in vorgegebener Weise vom Röntgenstrahl beaufschlagt und liefert ein auf den Detektor abgebildetes Strahlungsmuster.

[0034] Es kann dabei vorgesehen sein, dass auf den Detektor bei einer detektornahen Prüflage der Probe die bei der Großwinkelstreuung gestreuten Röntgenstrahlen und bei einer detektorfernen Prüflage der Probe die sich bei einer Kleinwinkelstreuung gestreuten Röntgenstrahlen abgebildet werden. In der Lage der Probe, in der auf den Detektor der Großwinkelstrebereich abgebildet wird, kann auch vorgesehen sein, dass die Kleinwinkelstreuung ausgeblendet ist, sofern bei längeren Aufnahmen die Kleinwinkelstreuung das aufgenommene Bild ungünstig beeinflussen würde.

[0035] Die erfindungsgemäße Vorgangsweise eignet sich insbesondere gut zur Aufnahme von gestreuten Röntgenstrahlen mit einem plattenförmigen CCD-Sensor. Derartige CCD-Sensoren sind nur mit großem Aufwand einjustierbar und eine Verstellung derartiger Sensoren längs der Achse des Röntgenstrahles bzw. der optischen Achse der Messanordnung bedingt einen großen Aufwand und ist langwierig.

[0036] Eine Vorrichtung der eingangs genannten Art ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet,

[0037] - dass eine Verstelleinheit vorgesehen ist, mit der die Probe parallel zur Achse des Röntgenstrahls in eine detektornahen Prüflage, in der auf den Detektor der Großwinkelstrebereich und gegebenenfalls auch der Kleinwinkelstrebereich abgebildet ist, und in eine detektorferne Prüflage verfahrbar ist, in der auf den Detektor der Kleinwinkelstrebereich abgebildet ist, oder

[0038] - dass längs der Achse der Röntgenstrahles an zumindest zwei voneinander beabstandeten Stellen Probeaufnahmen für die Probe gelegen sind, wobei bei Anordnung der Probe in der detektornahen Aufnahme auf den Detektor der Großwinkelstrebereich und gegebenenfalls auch der Kleinwinkelstrebereich abgebildet ist und bei Anordnung der Probe in der detektorfernen Aufnahme der Kleinwinkelstrebereich auf den Detektor abgebildet ist.

[0039] Diese Vorrichtung ermöglicht einen raschen Wechsel der Proben zur Aufnahme von Kleinwinkelstreuung und Großwinkelstreuung und ist einfach aufgebaut.

[0040] Im Folgenden wird die Erfindung anhand der Zeichnung beispielsweise näher erläutert. Fig. 2 zeigt schematisch den Aufbau einer Vorrichtung, bei der die Probe längs des Röntgenstrahles verfahren werden kann. Fig. 3 zeigt eine Ausführungsform einer Vorrichtung, bei der die Probe längs des Röntgenstrahles in verschiedene vorgegebene Aufnahmepositionen versteilt werden kann.

[0041] Fig. 2 zeigt eine schematische Ansicht einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Untersuchung der röntgenographischen Eigenschaften einer Probe 3c, die auf einem Probenhalter 3a angeordnet ist. Die von einer Röntgenstrahlenquelle 1 ausgehende Röntgenstrahlung wird in einem Röntgenspiegel 2a auf die Ebene eines Detektors 5 fokussiert. Die Strahlenbreite wird mit einem Kollimationsblock 2b eingestellt. Es ist selbstverständlich auch möglich, dass ein Parallelröntgenstrahl oder andere Strahlengeometrien zum Einsatz kommen. Es ist auch die

Ausbildung eines Punkt- oder Strichfokus möglich. Der Spiegel 2a sowie der Kollimationsblock 2b sind bezüglich der Röntgenstrahlenquelle 1 und des Detektors 5 justierbar, womit die Führung des Röntgenstrahles 10 unabhängig von der Probenposition wird. Die Position der Probe 3c kann nunmehr längs des Röntgenstrahles 10 bezüglich des Detektors 5 verändert werden. Dazu erfolgt eine Verschiebung bzw. Verstellung des Probenträgers 7a relativ zum Röntgenstrahl 10 entlang der optischen Achse der Vorrichtung. Die Probe 3c ist dazu auf einem Probenhalter 3a befestigt, der insbesondere lösbar mit einer den Probenträger 7a ausbildenden Spindelmutter verbunden ist, die mittels eines Schrittmotors 8, der eine Schraubenspindel 7 antreibt, längs des Röntgenstrahles 10 bewegt werden kann. Die Probe 3c ist damit kontinuierlich längs der optischen Achse bzw. des Röntgenstrahles 10 verstellbar. Eine Positionsmeßung kann, beispielsweise über eine definierte Ausgangsposition und Zählung der Verdrehschritte der Spindel in bzw. gegen den Uhrzeigersinn und Multiplikation mit dem Schrittewinkel, erfolgen. Zur Positionsbestimmung können auch Messeinrichtungen vorgesehen sein, die den Abstand zwischen dem Detektor 5 und der Probe 3c bestimmen, beispielsweise Potenziometer, inkrementale Wegaufnehmer, induktive Wegaufnehmer, Messuhren usw. In vergleichbarer Weise kann auch der Abstand zwischen der Spindelmutter und einer vorgegebenen Referenzposition vermessen werden. Insbesondere wird bei der Bestimmung des Abstandes zwischen der Probe 3c und dem Detektor 5 auf die Detektorebene Bezug genommen.

[0042] Es ist auch möglich, an Stelle einer Spindel andere Verstelleinrichtungen bzw. Vorschubeinrichtungen vorzusehen. Beispielsweise können mechanische Linearvorschubeinrichtungen parallel zur optischen Achse vorgesehen sein, wobei die Probe mittels Linearmotoren oder Zahnstangengetriebe verstellt wird.

[0043] Sobald der Schrittmotor 8 die Spindel verdreht, wird der Probenträger 7a längs des Röntgenstrahles 10 verschoben und die Probe 3c längs der optischen Achse der Vorrichtung in Richtung auf den Detektor 5 oder von diesem weg bewegt. Der in Fig. 2 dargestellte Abstand S1 zwischen der Probe 3c und dem Detektor 5 entspricht einem relativ großen Abstand und die Position P entspricht in der Praxis dem Abstand zur Abbildung des Kleinwinkelstrebereiches. Der Abstand S2, in dem die Probe 3c in der Position P' angeordnet ist, entspricht dem Großwinkelstrebereich, wobei aus Intensitätsgründen der Mittenstrahl- und/oder der Kleinwinkelstrebereich mittels einer Abschirmung 4 ausgeblendet werden können.

[0044] Es ist auch möglich, während der Bewegung der Probe 3c Aufnahmen zu tätigen, womit eine kontinuierliche Veränderung des aufgenommenen Streuwinkelmusters unter Zugrundelegung der verschiedenen sich verändernden Abstände der Probe 3c vom Detektor 5 aufgenommen werden kann. Die Bewegung der Probe 3c erfolgt gesteuert mittels einer Steuereinheit 6, die auch die Auswertung der Detektorsignale vornehmen kann. Es erfolgt dabei eine Aufnahme der Werte der Abstände, sowie der vom Detektor 5 festgestellten Streumesswerte.

[0045] Vorteilhafterweise erfolgt vor der Messung die Feststellung der Abstände für die vorzunehmenden Messungen der beiden Streuwinkelbereiche. Es ist durchaus möglich, auch nur Teilbereiche der beiden Streuwinkelbereiche festzulegen und zu kleine und zu große Grenzbereiche der Streuung bzw. des jeweiligen Bereiches nicht auf dem Detektor 5 abzubilden.

[0046] Eine alternative Vorgangsweise ist in Fig. 3 dargestellt. Hier werden definierte Messlagen bzw. Positionen P, P' durch Probeaufnahmen 9a, 9b vorgegeben, in welche die Probenträger 3b der Probe 3c eingesetzt werden können. Die Messlagen P, P' liegen in einem Abstand S1 bzw. S2 vom Detektor 5 bzw. von der Detektorebene. Damit ist eine exakt reproduzierbare Verstellung der Proben 3c in Bezug auf den Detektor 5 möglich. Auf den Probeaufnahmen 9a, 9b können, exakt gearbeitete Führungen für die Probenträger 3b vorgesehen sein, die eine exakte Positionierung der Probe 3c in Bezug auf den Detektor 5 sicherstellen.

[0047] Es ist auch möglich, die Verlagerung der Probenträger 3b mittels einer automatisch funktionierenden Einrichtung, beispielsweise einem Roboter, vorzunehmen und Erkennungssysteme vorzusehen, welche die Lagerung einer Probe 3c in der Position P oder in der Position P' erkennen.

[0048] Es kann auch vorgesehen sein, dass an den Probeaufnahmen 9a, 9b Adapter aufgesetzt werden können, welche unterschiedliche Probenträger 3b aufnehmen können. Es ist auch möglich, die Probenträger 3b in Form von Durchflusszellen oder Zellen mit kontrollierter Atmosphäre auszubilden. Die Auswahl der Probenträger ist prinzipiell beliebig.

[0049] Eine Einschränkung erfolgt durch die Möglichkeit, die Probe in unterschiedliche Abstände zum Detektor 5 zu verbringen, nicht. Vielmehr ist es möglich, dass ein Wechsel zwischen den Messpositionen P, P' automatisiert durch die Steuereinheit 6 vorgenommen werden kann. Eine Probenverstellung ist demzufolge auch ohne Unterbrechung eines Vakuums möglich.

[0050] Mit dem vorgesehenen Detektor 5 können somit unterschiedliche Winkelbereiche in unmittelbar aufeinanderfolgenden Messungen vermessen werden und eine Neukalibrierung des Detektors entfällt, da lediglich der Abstand zwischen der Probe 3c und dem Detektor 5 verstellt wird.

[0051] Die bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung erzielten Vorteile sind unabhängig davon, ob ein fokussierter Röntgenstrahl 10 oder ein parallel verlaufender Röntgenstrahl 10 eingesetzt wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Untersuchung der röntgenografischen Eigenschaften von Proben (3c), wobei die an einer Probe (3c) gestreuten Röntgenstrahlen von einem im Abstand zur Probe (3c) gelegenen Detektor (5) aufgenommen und bezüglich der Probeneigenschaften ausgewertet werden, **dadurch gekennzeichnet**, dass bei einem vorgegebenen Abstand zwischen der Röntgenstrahlenquelle (1) oder dem Ausgangspunkt (2b) des auf die Probe (3c) gerichteten Röntgenstrahles (10) und dem Detektor (5) für eine vorgegebene Anzahl von aufeinander folgenden Messungen der Abstand (S1, S2) zwischen der Probe (3c) und dem Detektor (5) verändert und auf vorgegebene unterschiedliche Werte eingestellt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Zuge der Veränderung des Abstandes (S1, S2) der Abstand (S1, S2) auf Werte eingestellt wird, für die der Kleinwinkelstrebereich und/oder der Groß- oder Weitwinkelstrebereich auf den Detektor (5) abgebildet werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Veränderung des Abstandes eine kontinuierliche Verlagerung der Probe (3c) in die oder gegen die Richtung des Röntgenstrahles (10) in die vorgegebene Messposition (P, P') vorgenommen wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Probe (3c) verlagert wird, indem die Probe in zumindest zwei längs des Röntgenstrahls (10) im unterschiedlichem Abstand (S1, S2) vom Detektor (5) liegende Probeaufnahmen (9b) eingesetzt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Strahlen- und Messgeometrie während einer Verlagerung der Probe (3c) unverändert gehalten wird und/oder während der Verlagerung der Probe (3c) diese in ihrer Position auf der bzw. bezüglich der Achse des Röntgenstrahls (10) belassen wird.
6. Vorrichtung zur Untersuchung der röntgenografischen Eigenschaften von Proben (3c) mit einer Röntgenstrahlenquelle (1), welche Vorrichtung einen Probenträger (3b) für eine Halterung der Probe (3c) und einen Detektor (5) umfasst, der in einer festgelegten Entfernung von der Röntgenstrahlenquelle (1) oder vom Ausgangspunkt (2) des auf die Probe (3c) gerichteten Röntgenstrahles (10) gelegen ist, wobei die von der Probe (3c) gestreuten Röntgenstrahlen von dem im Abstand (S1, S2) zur Probe (3c) gelegenen Detektor (5) aufgenommen werden und die erhaltenen Signale bezüglich Probeneigenschaften ausgewertet werden, **dadurch gekennzeichnet**,

- dass eine Verstelleinheit (8) vorgesehen ist, mit der die Probe (3c) parallel zur Achse des Röntgenstrahls (10) in eine detektornahe Prüflage (P'), in der auf den Detektor (5) der Großwinkelstrebereich und gegebenenfalls auch der Kleinwinkelstrebereich abgebildet ist, und in eine detektorferne Prüflage (P) verfahrbar ist, in der auf den Detektor (5) der Kleinwinkelstrebereich abgebildet ist, oder
 - dass längs der Achse der Röntgenstrahles (10) an zumindest zwei voneinander beabstandeten Stellen (P, P') Probeaufnahmen (9a, 9b) für die Probe (3c) gelegen sind, wobei bei Anordnung der Probe (3c) in der detektornahen Aufnahme (9b) auf den Detektor (5) der Großwinkelstrebereich und gegebenenfalls auch der Kleinwinkelstrebereich abgebildet ist und bei Anordnung der Probe (3c) in der detektorfernen Aufnahme (9a) der Kleinwinkelstrebereich auf den Detektor (5) abgebildet ist.
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Verstelleinheit (8) einen auf einer Spindel (7) verstellbar gelagerten Probenträger (7a) aufweist, wobei die Spindel (7) von einem Stell- oder Schrittmotor verdrehbar und damit der Probenträger (7a) längs der Achse des Röntgenstrahls (10) verstellbar ist.
 8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Detektor (5) ein plattenförmiger CCD-Sensor (5) oder eine gebogene Imaging Plate, ein Dioden-Detektor, ein CCD-, IP- oder Diodenarray-Sensor ist.

Hierzu 3 Blatt Zeichnungen

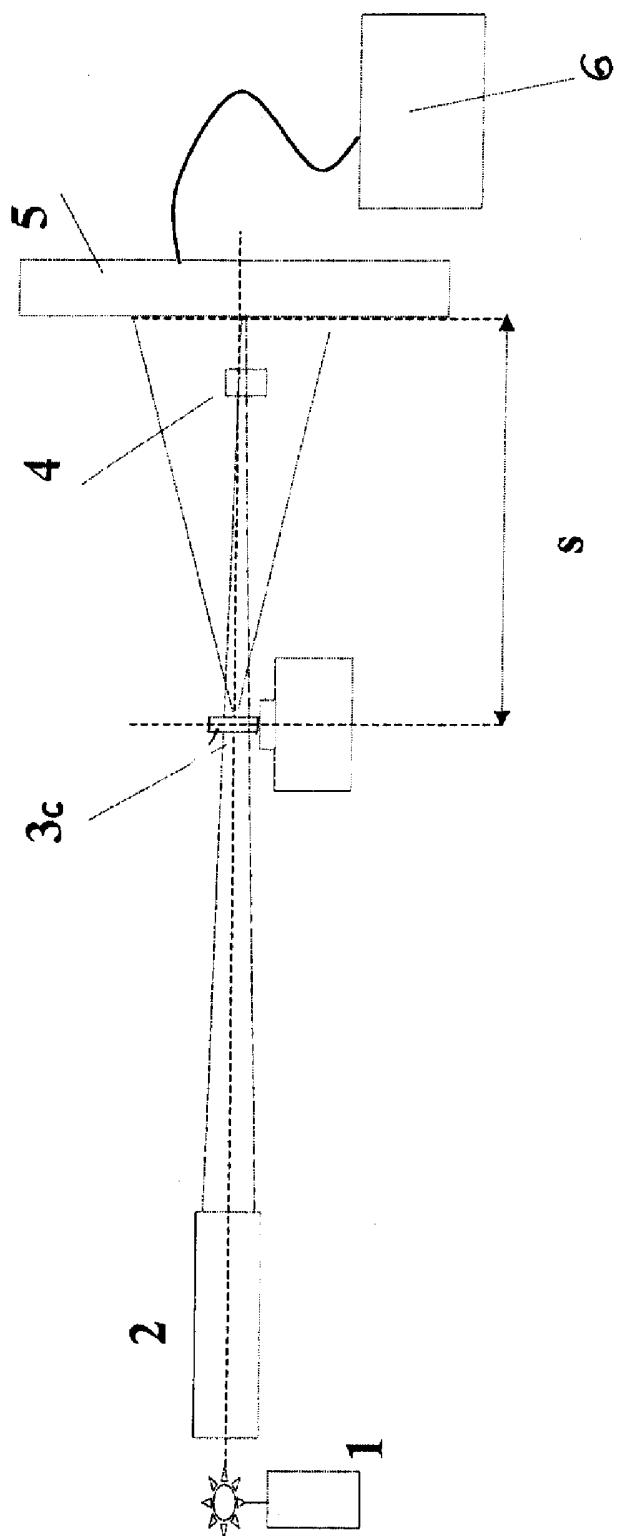


Fig. 1

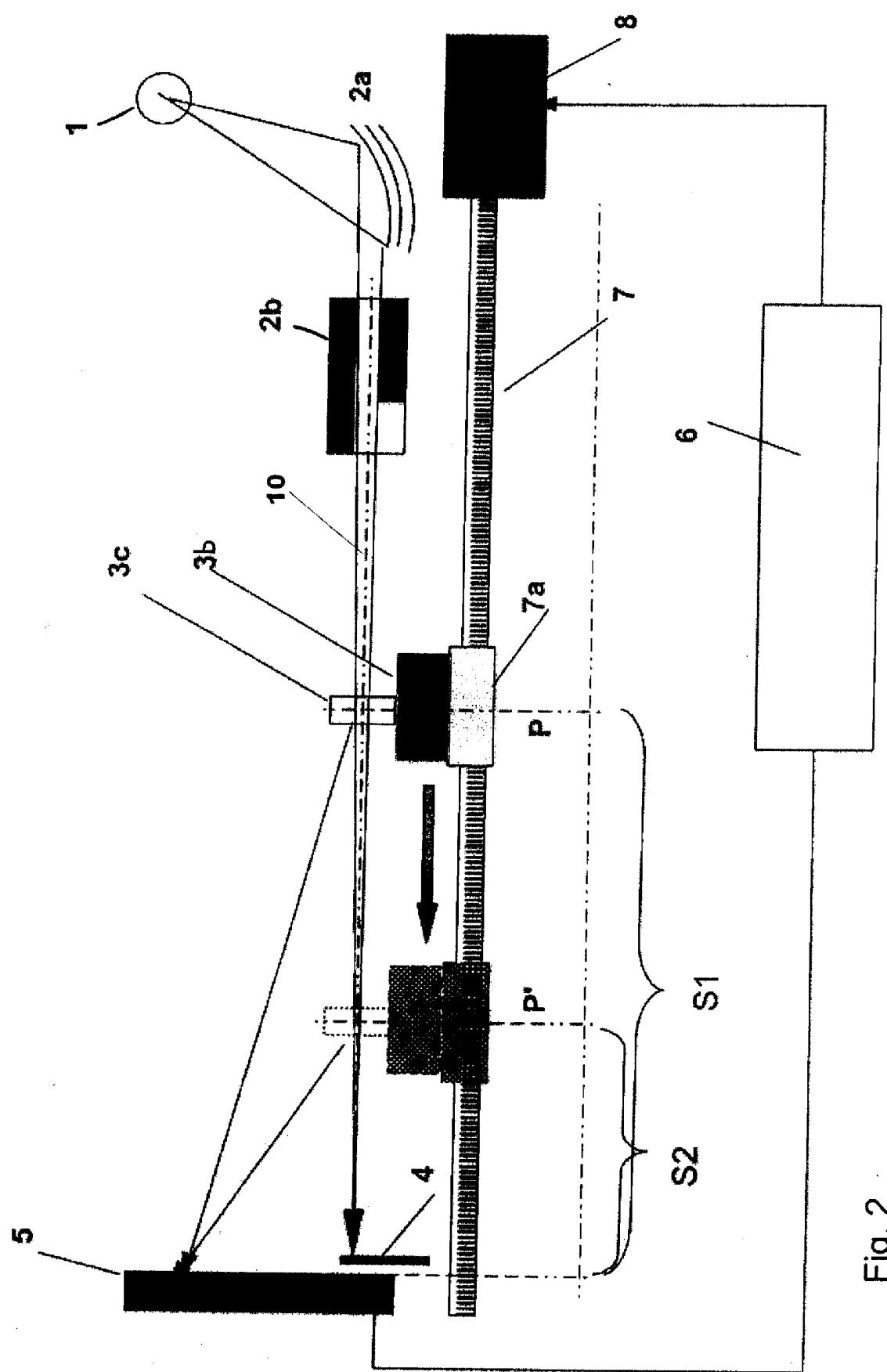


Fig. 2

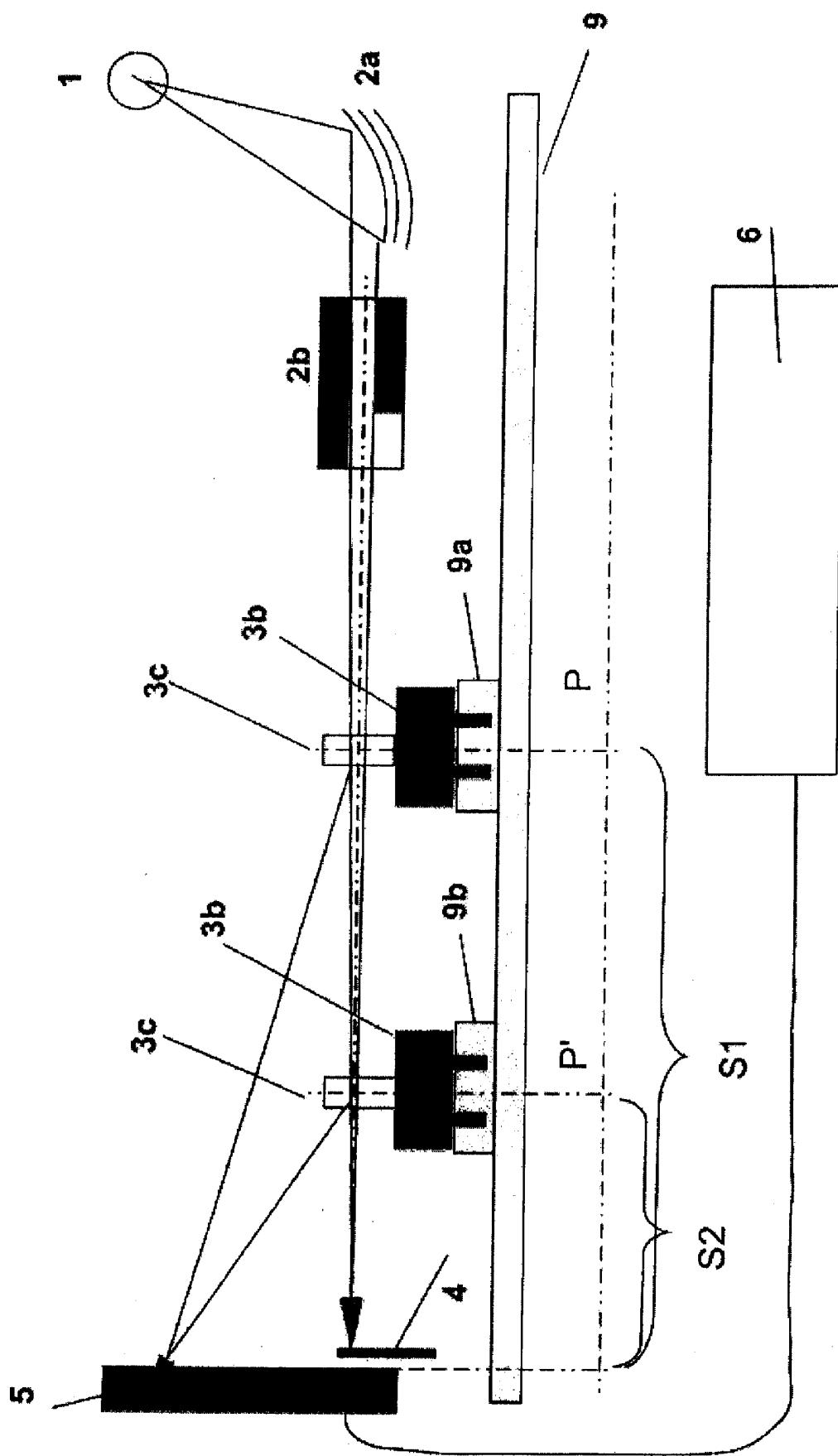


Fig. 3