# (11) **EP 2 175 456 A2**

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:

14.04.2010 Patentblatt 2010/15

(51) Int Cl.:

G21K 1/04 (2006.01)

G01N 23/00 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: 09000179.3

(22) Anmeldetag: 09.01.2009

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO SE SI SK TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

**AL BA RS** 

(30) Priorität: 08.10.2008 DE 102008050851

(71) Anmelder: Incoatec GmbH 21502 Geesthacht (DE)

(72) Erfinder:

- Michaelsen, Carsten 21502 Geesthacht (DE)
- Belgard, Stefanie
   23909 Ratzeburg (DE)
- Graf, Jürgen
   21224 Rosengarten (DE)
- (74) Vertreter: Kohler Schmid Möbus Patentanwälte Ruppmannstraße 27 70565 Stuttgart (DE)

# (54) Röntgenanalyseinstrument mit verfahrbarem Aperturfenster

- (57) Ein Röntgenanalyseinstrument, insbesondere Röntgendiffraktometer (21), umfassend
- eine Röntgenquelle (22), welche einen Röntgenstrahl (23) emittiert,
- eine Röntgenoptik (24), insbesondere einen Multischicht-Röntgenspiegel,
- und eine Blendenmechanik, wobei die Blendenmechanik ein Aperturfenster (2) mit einer Aperturöffnung (3) ausbildet, durch welche zumindest ein Teil (26) des Röntgenstrahls (23) tritt, ist dadurch gekennzeichnet, dass die Blendenmechanik Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters (2) in mindestens eine Richtung (x,
- y) quer zum Röntgenstrahl (23) umfasst,

dass die Aperturöffnung (3) wenigstens so groß ist wie der Querschnitt des Röntgenstrahls (23) am Ort des Aperturfensters (2),

und dass der durch die Blendenmechanik zugängliche Verfahrweg ( $VW_x$ , $VW_y$ ) des Aperturfensters (2) in der mindestens einen Richtung (x,y) wenigstens doppelt so groß ist wie die Ausdehnung ( $RS_x$ , $RS_y$ ) des Röntgenstrahls (23) am Ort des Aperturfensters (2) in dieser Richtung (x,y). Durch das erfindungsgemäße Röntgenanalyseinstrument besteht eine größere Breite an möglichen Strahlkonditionierungen.

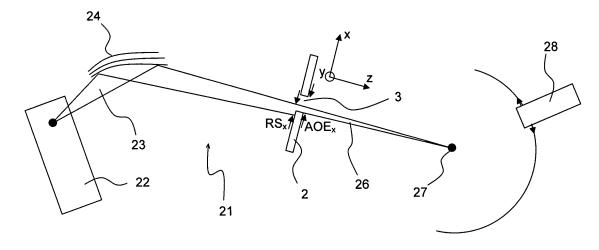


Fig. 18a

EP 2 175 456 A2

#### **Beschreibung**

20

30

35

40

55

[0001] Die Erfindung betrifft ein Röntgenanalyseinstrument, insbesondere Röntgendiffraktometer, umfassend

- eine Röntgenquelle, welche einen Röntgenstrahl emittiert,
  - eine Röntgenoptik, insbesondere einen Multischicht-Röntgenspiegel,
  - und eine Blendenmechanik, wobei die Blendenmechanik ein Aperturfenster mit einer Aperturöffnung ausbildet, durch welche zumindest ein Teil des Röntgenstrahls tritt.
- [0002] Eine solches Röntgenanalyseinstrument ist beispielsweise bekannt geworden durch die DE 10 2004 052 350 A1.

**[0003]** Röntgendiffraktometrie ist ein effizientes Verfahren zur zerstörungsfreien chemischen Analyse von insbesondere kristallinen Proben. In modernen Röntgendiffraktometern wird der von einer Röntgenquelle erzeugte Röntgenstrahl über eine Multischicht-Optik auf eine Probe gerichtet, und die gebeugte Röntgenstrahlung wird mit einem Detektor analysiert.

[0004] Mit Multischicht-Röntgenoptiken erfolgt eine Monochromatisierung und vor allem eine Strahlformung des Röntgenstrahls in einer Röntgenanalyseapparatur mit guter Effizienz. Allerdings liegen durch den Aufbau der Multischicht-Röntgenoptik auch die Strahleigenschaften ausgangsseitig der Multischicht-Optik fest. Physikalische Größen wie die Ein- und Ausgangskonvergenz, die Fokuslängen zwischen Quell- und Bildfokus, und das Vergrößerungsverhältnis und damit auch die Größe des Röntgenstrahls im Bildfokus müssen vor der Herstellung der Multischicht-Optik festliegen. Es ist insbesondere nicht möglich, nachträglich die Oberflächenkrümmung eines Multischicht-Röntgenspiegels oder die Schichtabstände in dessen Multischichten zu variieren. Dadurch sind Multischicht-Röntgenoptiken grundsätzlich unflezibel

[0005] Eine besonders wichtige Eigenschaft in der Röntgendiffraktometrie ist der Konvergenzwinkel  $\beta$ , da die Auflösung eines Diffraktometers mit zunehmendem Konvergenzwinkel abnimmt. Zur Anpassung an wechselnde Messanforderungen sind Konvergenzblenden bekannt geworden.

[0006] Die DE 10 2004 052 350 A1 beschreibt mehrere Löcher gleichen Durchmessers auf einer drehbar gelagerten Scheibe eines Röntgen-Analysegeräts, mit der eine Blendenfunktion erreicht wird. Durch geringfügiges Drehen der Scheibe kann eine Blende kontinuierlich in eine erste Richtung, und durch Wechsel zu einem anderen Loch auf einem anderen Radius der Scheibe kann eine Blende in diskreten Schritten in eine zweite Richtung verfahren werden. Es sind verschiedene Löchersets mit unterschiedlichen Lochdurchmessern vorgesehen. Eine ähnliche Funktionalität kann mit einem Band mit mehreren Löchern erzielt werden.

**[0007]** Aus der US 7,245,699 B2 ist eine Montel-Optik mit einer an dieser befestigten variablen Blende, umfassend zwei L-förmige Blendenabschnitte, von denen einer entlang der Winkelhalbierenden zwischen den beiden Spiegelflächen verfahrbar ist, bekannt.

[0008] In beiden Fällen sind die Möglichkeiten der Strahlkonditionierung eingeschränkt. Die Lochscheibe der DE 10 2004 052 350 A1 ermöglicht nur eine gestufte Einstellung der Strahldivergenz (entsprechend der Lochdurchmesser der verschiedenen Löchersets) und in einer Richtung auch nur eine gestufte Blendenverschiebung; zudem ist der mechanische Aufbau hier sehr aufwändig. Die Blendenmechanik der US 7,245,699 B2 blendet grundsätzlich stets einen quellfernen Teil der Röntgenstrahlung aus.

# Aufgabe der vorliegenden Erfindung

[0009] Es ist die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Röntgenanalyseinstrument vorzustellen, bei dem die eine größere Breite an möglichen Strahlkonditionierungen besteht, um so die Einsatzmöglichkeiten von Multischicht-Röntgenoptiken zu verbessern.

#### Kurze Beschreibung der Erfindung

50 [0010] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Röntgenanalyseinstrument der eingangs genannten Art, das dadurch gekennzeichnet ist.

dass die Blendenmechanik Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters in mindestens eine Richtung quer zum Röntgenstrahl umfasst, dass die Aperturöffnung wenigstens so groß ist wie der Querschnitt des Röntgenstrahls am Ort des Aperturfensters,

und dass der durch die Blendenmechanik zugängliche Verfahrweg des Aperturfensters in der mindestens einen Richtung wenigstens doppelt so groß ist wie die Ausdehnung des Röntgenstrahls am Ort des Aperturfensters in dieser Richtung. [0011] Mit der erfindungsgemäßen Blendenmechanik ist es möglich, mit der Aperturöffnung bezüglich des Flächenverhältnisses einen beliebigen Anteil des Röntgenstrahlquerschnitts am Ort des Aperturfensters auszuwählen und einem

nachgeordenten Röntgenexperiment zuzuführen. Zur Einstellung des Anteils des Röntgenstrahlquerschnitts wird die Aperturöffnung entsprechend anteilig mit dem Röntgenstrahlquerschnitt in Überlappung gebracht. Wird der volle Strahlquerschnitt gewünscht, wird die Aperturöffnung in vollständigen Überlapp mit dem Röntgenstrahlquerschnitt gebracht; da die Aperturöffnung wenigstens so groß ist wie der Röntgenstrahlquerschnitt, wird dabei der Röntgenstrahl in keiner Weise abgeschattet.

[0012] Durch die weite Verfahrbarkeit des Aperturfensters kann von zwei gegenüberliegenden Seiten aus ein Teilbereich des Röntgenstrahlquerschnitts ausgewählt werden. In der Regel weist der Röntgenstrahl in verschiedenen Regionen seines Querschnitts unterschiedliche Eigenschaften auf, so dass durch die erfindungsgemäße Blendenmechanik auf einfache Weise auch die Eigenschaften des transmittierten Röntgenstrahlanteils ausgewählt werden können. Im Falle einer Aperturöffnung, die größer ist als der Röntgenstrahl, gilt bevorzugt in der mindestens einen Richtung VW >= AOE+RS, mit VW: Verfahrweg des Aperturfensters; AOE: Ausdehnung der Aperturöffnung; RS: Ausdehnung des Röntgenstrahls.

**[0013]** Bevorzugt verläuft die mindestens eine Richtung, in der das Aperturfenster stufenlos und über wenigstens die doppelte Strahlausdehnung verfahrbar ist, vom quellnahen zum quellfernen Anteil des Röntgenstrahlquerschnitts. Dadurch können besonders relevante Eigenschaften des transmittierten Röntgenstrahls beeinflusst werden.

**[0014]** Besonders bevorzugt ist eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstruments, die vorsieht, dass die Blendenmechanik Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters in zwei unabhängige Richtungen quer zum Röntgenstrahl umfasst,

und dass der jeweilige, durch die Blendenmechanik zugängliche Verfahrweg des Aperturfensters in jede der unabhängigen Richtungen wenigstens doppelt so groß ist wie die Ausdehnung des Röntgenstrahls am Ort des Aperturfensters in der jeweiligen unabhängigen Richtung.

20

30

35

40

45

50

55

**[0015]** Die Blendenmechanik in der Ausbildung mit zwei unabhängigen Verfahrrichtungen (Verstellmöglichkeiten) ermöglicht eine noch größere, fast beliebige Auswahl eines zusammenhängenden Teilbereichs des Querschnitts eines Röntgenstrahls. Dazu wird die Aperturöffnung, die wenigstens so groß ist wie die Ausdehnung des Röntgenstrahls, nur so weit in Überlappung mit dem Röntgenstrahl gebracht, wie der Querschnitt des Röntgenstrahls in das nachfolgende Röntgenexperiment (typischerweise die Bestrahlung einer Probe) eingehen soll.

**[0016]** In den meisten Stellungen des Aperturfensters wird also nur ein Teil der Aperturöffnung von Röntgenstrahlung durchstrahlt, und der übrige Teil der Aperturöffnung ist unausgeleuchtet. Um die Aperturöffnung herum weist das Aperturfenster eine ausreichend breiten Abschattungsrahmen auf, von dem der Teil der Röntgenstrahlung, die nicht durch die Aperturöffnung tritt, vollständig abgeschattet wird.

**[0017]** In einer zentrierten (oder vollständig geöffneten) Verfahrposition des Aperturfensters kann jedoch der gesamte Röntgenstrahl durch das Aperturfenster treten, da die Aperturöffnung (ggf. nach entsprechender Einstellung der Fenstergröße, falls diese verstellbar ist) größer ist als oder wenigstens gleich groß ist wie die Ausdehnung des Röntgenstrahls am Ort des Aperturfensters.

[0018] Der Verfahrweg des Aperturfensters in der Ausführungsform mit zwei unabhängigen Verfahrrichtungen ist ausreichend groß, so dass jeder Punkt auf dem Rand der Aperturblende mit jedem Punkt auf dem Rand des Strahlquerschnitts des Röntgenstrahls (am Ort des Aperturfensters) in Überlapp gebracht werden kann. Dadurch kann von jeder beliebigen Richtung aus kommend ein Teilbereich des Strahlquerschnitts des Röntgenstrahls ausgewählt werden. Erfindungsgemäß gilt in den beiden unabhängigen Richtungen zumindest VW >= 2\*RS, mit VW: Verfahrweg des Aperturfensters, und RS: Ausdehnung des Röntgenstrahls. Im Falle einer Aperturöffnung, die größer ist als der Röntgenstrahl, gilt bevorzugt auch in jede der unabhängigen Raumrichtungen VW >= AOE+RS, mit AOE: Ausdehnung der Aperturöffnung.

[0019] Aufgrund der stufenlos verfahrbaren Blendenmechanik ist die Fläche des ausgewählten (transmittierten) Teilbereichs des Röntgenstrahlquerschnitts ebenfalls stufenlos wählbar. Im Rahmen der Erfindung kann dieser Teilbereich mit einem Flächenanteil beliebig zwischen 0% und 100% des Röntgenstrahlquerschnitts gewählt werden. Man beachte, dass für diese stufenlose Auswahl des Teilbereichs eine feste, unveränderliche Größe der Aperturöffnung beibehalten werden kann.

[0020] Die Auswahl eines bestimmten Teilbereichs eines Röntgenstrahls erfolgt im Rahmen der Erfindung insbesondere dazu, die Datenqualität in einer röntgendiffraktometrischen Messung, insbesondere ein Signal-Zu-Rausch-Verhältnis, zu verbessern. Die Auswahl eines optimalen Teilbereichs kann insbesondere mittels Raytracing-Methoden unter Berücksichtigung der Eigenschaften der (Multischicht-)Röntgenoptik in einer Simulation bestimmt werden, insbesondere wobei die Verteilung der Röntgen-Flussdichte über den Querschnitt des Röntgenstrahls berechnet wird, und die Auswirkungen der Auswahl verschiedener Teilbereiche des Querschnitts für die Intensitätsverteilung in einer Detektionsebene bestimmt wird.

**[0021]** Die mindestens eine Richtung bzw. die beiden unabhängigen Richtungen liegen bevorzugt zumindest näherungsweise senkrecht zur Ausbreitungsrichtung des Röntgenstrahls; bevorzugt sind weiterhin die beiden unabhängigen Richtungen zueinander zumindest näherungsweise senkrecht. Der "Ort des Aperturfensters" bezieht sich auf die Position in Bezug auf die Ausbreitungsrichtung des Röntgenstrahls.

# Weitere, bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung

20

30

35

40

45

50

55

**[0022]** Bei einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstruments ist die Größe der Aperturöffnung nicht verstellbar. Ein Aperturfenster mit fester Aperturöffnung besitzt einen besonders einfachen und damit kostengünstigen Aufbau.

**[0023]** Bei einer alternativen, vorteilhaften Ausführungsform der Blendenmechanik ist die Größe der Aperturöffnung verstellbar, wobei die Aperturöffnung auf eine Größe einstellbar ist, die wenigstens so groß ist wie der Querschnitt des Röntgenstrahls am Ort des Aperturfensters. Andere auswählbare Größen des Aperturfensters sind dann typischerweise kleiner als der Querschnitt des Röntgenstrahls. Bei dieser Ausführungsform besteht eine noch größere Freiheit bezüglich der Auswahl des Teilbereichs des Querschnitts des Röntgenstrahls; insbesondere können Teilbereiche im Inneren des Querschnitts (also Teilbereiche ohne Randanteil) ausgewählt werden.

**[0024]** Bei einer bevorzugten Weiterbildung dieser Ausführungsform weist die Blendenmechanik zur Einstellung der Größe der Aperturöffnung zwei gegeneinander bewegliche, L-förmige Aperturteilstücke auf. Dieser einfache Aufbau hat sich in der Praxis bewährt.

**[0025]** Bevorzugt ist weiterhin eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstruments, bei dem die Blendenmechanik ausgangsseitig der Röntgenoptik angeordnet ist. Dadurch kann die Strahlgeometrie, insbesondere eine Strahlkonvergenz an einer beleuchteten Probe, am besten kontrolliert werden.

[0026] Besonders bevorzugt ist eine Ausführungsform, die vorsieht, dass das Aperturfenster eine quadratische Aperturöffnung aufweist, dass der Röntgenstrahl am Ort der Aperturblende einen näherungsweise quadratischen Querschnitt aufweist, wobei die Seitenkanten der quadratischen Aperturöffnung und des quadratischen Querschnitts des Röntgenstrahls zueinander parallel orientiert sind, und dass die mindestens eine Richtung, in die das Aperturfenster verfahrbar ist, entlang einer Diagonalen der quadratischen Aperturöffnung orientiert ist. In diesem Fall kann durch Verfahren entlang nur einer Diagonalen effektiv ein quadratischer Teilbereich des Röntgenstrahls in der Größe variiert werden. Auch variiert die Strahlqualität oftmals zu den Eckbereichen eines quadratischen Röntgenstrahlquerschnitts hin besonders stark, und die obige Einrichtung der Verfahrwege macht diese Eckbereiche besonders leicht zugänglich. Bevorzugt verläuft die mindestens eine Richtung entlang der Diagonalen des Röntgenstrahlquerschnitts, entlang der vom quellnahen zum quellfernen Anteil des Röntgenstrahls übergegangen wird. Bei zwei unabhängigen Verfahrrichtungen verlaufen diese typischerweise an den beiden Diagonalen des quadratischen Röntgenstrahlquerschnitts.

**[0027]** Bevorzugt ist auch eine Ausführungsform, die dadurch gekennzeichnet ist, dass die Röntgenoptik in einem gasdichten Optikgehäuse und die Blendenmechanik in einem gasdichten Blendengehäuse angeordnet sind, wobei die beiden Gehäuse evakuiert sind oder mit einem Schutzgas geflutet sind,

oder dass die Röntgenoptik und die Blendenmechanik in einem gemeinsamen, gasdichten Gehäuse angeordnet sind, wobei das gemeinsame Gehäuse evakuiert oder mit einem Schutzgas geflutet ist. In beiden Fällen kann durch das Schutzgas eine Korrosion an und eine Verschmutzung auf den Oberflächen der Röntgenoptik und der Blendenmechanik sowie die Luftabsorption vermindert werden.

**[0028]** Vorteilhaft ist weiterhin eine Ausführungsform, bei der die Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters mindestens eine Mikrometerschraube und/oder mindestens einen Feingewindebolzen umfassen. Diese Mittel haben sich in der Praxis bewährt. Die Mikrometerschraube bietet sich vor allem für eine häufig zu verstellende Richtung an.

**[0029]** Bei einer weiteren, vorteilhaften Ausführungsform ist vorgesehen, dass die Blendenmechanik eine Halterung für ein austauschbares Aperturfenster-Element aufweist, und dass durch die Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters die Halterung verfahrbar ist. Dadurch ist die Röntgenanalyseeinrichtung leicht an verschiedene Anforderungen, insbesondere lokale Ausdehnungen des Röntgenstrahls, anpassbar.

[0030] Ein erfindungsgemäßes Röntgenanalyseinstrument kann, insbesondere in der Röntgendiffraktometrie, dazu verwendet werden, zur Verbesserung der Reflextrennung mittels der Aperturöffnung des Aperturfensters einen Anteil des Röntgenstrahls auszuwählen und auf eine Probe zu richten. Mit der erfindungsgemäßen Röntgenanalyseeinrichtung ist die Auswahl des Anteils (oder Teilbereichs) gezielt und dabei besonders einfach und flexibel möglich.

[0031] In den Rahmen der vorliegenden Erfindung fällt auch die Verwendung einer Blendenmechanik, umfassend ein Aperturfenster mit einer Aperturöffnung, zur Auswahl eines Anteils eines Röntgenstrahls, wobei der Röntgenstrahl von einer Röntgenquelle emittiert wird und durch eine Röntgenoptik, insbesondere einen Multischicht-Röntgenspiegel, auf eine Probe abgebildet wird, insbesondere wobei diese Verwendung mit einem erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstrument erfolgt,

dadurch gekennzeichnet, dass zur Einstellung, insbesondere Reduzierung, der Fokusgröße des Röntgenstrahls am Ort der Probe mittels der Aperturöffnung des Aperturfensters ein an der Röntgenoptik quellferner Anteil des Röntgenstrahls ausgewählt wird. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wurde herausgefunden, dass ein quellferner Anteil eines Röntgenstrahls eine bessere Datenqualität, insbesondere ein besseres Signal-zu-Untergrundverhältnis bei Röntgenexperimenten, ergeben kann, insbesondere bei Röntgenbeugungsexperimenten an im Vergleich zum gesamten Röntgenstrahl am Probenort kleineren Proben. Insbesondere kann Streuung an Luft, Probenhalterung oder anderen Teilen des Röntgenanalyseinstruments durch eine optimierte Fokusgröße vermindert werden. Der ausgewählte, quell-

ferne Anteil des Röntgenstrahls erstreckt sich mit seiner Querschnittsfläche am Ort des Aperturfensters im Falle einer Einfach-Reflektion an der Röntgenoptik (etwa einem Göbelspiegel) erfindungsgemäß bis maximal zur Mittellinie des Querschnitts des gesamten Röntgenstrahls, wobei diese Mittellinie den Röntgenstrahl am Ort des Aperturfensters in eine (bezüglich der Reflektion an der Röntgenoptik) quellnahe und eine quellferne Hälfte mit jeweils gleichen Flächenanteilen unterteilt. Im Falle einer Zweifach-Reflektion an der Röntgenoptik (etwa einer Monteloptik) erstreckt sich erfindungsgemäß der ausgewählte, quellferne Anteil des Röntgenstrahls bis maximal zu den beiden Mittellinien des Querschnitts des gesamten Röntgenstrahls, wobei diese Mittellinien den Röntgenstrahl am Ort des Aperturfensters jeweils in eine (bezüglich der jeweiligen Reflektion an der Röntgenoptik) quellnahe und quellferne Hälfte mit jeweils gleichem Flächenanteil unterteilen; mit anderen Worten, der ausgewählte, quellferne Anteil des Röntgenstrahls liegt dann in demjenigen Flächenbereich (typischerweise "Viertel") des Röntgenstrahlquerschnitts, bezüglich dessen beide Reflektionen an der Röntgenoptik der quellfernen Seite zuzurechnen sind. Der quellferne Anteil des Röntgenstrahls umfasst im Falle einer Einfachreflektion 50% oder weniger, und bevorzugt 40% oder weniger, der Querschnittsfläche des gesamten Röntgenstrahls. Im Falle einer Zweifachreflektion umfasst der quellferne Anteil des Röntgenstrahls typischerweise 25% oder weniger, und bevorzugt 20% oder weniger, der Querschnittsfläche des gesamten Röntgenstrahls.

[0032] Bei einer bevorzugten Variante der erfindungsgemäßen Verwendung wird die Fokusgröße des Röntgenstrahls am Ort der Probe auf die Größe der Probe eingestellt. Durch (möglichst) vollständige Ausleuchtung der Probe, aber auch nur der Probe, kann das Signal-zu-Untergrund-Verhältnis optimiert werden. Die Einstellung der Fokusgröße erfolgt insbesondere durch die relative Positionierung der Aperturöffnung zum Röntgenstrahl in Hinblick auf Quellnähe und Quellferne (also quer zur Ausbreitungsrichtung des Röntgenstrahls), wodurch die Fokusgröße am Probenort auch bei unveränderlicher Größe der Aperturöffnung bzw. gleicher Fläche des ausgewählten Strahlquerschnitts eingestellt werden kann

[0033] Bei einer vorteilhaften Variante der erfindungsgemäßen Verwendung weist der ausgewählte, quellferne Anteil des Röntgenstrahls eine im Vergleich zum übrigen Röntgenstrahl unterdurchschnittliche mittlere Photonenflussdichte auf. Überraschender Weise ist in manchen Fällen trotz einer geringeren mittleren Flussdichte im ausgewählten Anteil als im übrigen (oder auch im gesamten) Röntgenstrahl eine Verbesserung der Reflextrennung bzw. des Signal-zu-Untergrundverhältnisses möglich, verglichen mit beispielsweise der Verwendung eines quellnahen Anteils mit regelmäßig größerer mittlerer Flussdichte als im übrigen (oder auch im gesamten) Röntgenstrahl. Die mittlere Flussdichte in einem ausgewählten Anteil des Röntgenstrahls wird ermittelt über den gesamten (integrierten) Photonenfluss im ausgewählten Anteil dividiert durch die Querschnittsfläche des ausgewählten Anteils; entsprechendes gilt für den übrigen Röntgenstrahl.

[0034] Bevorzugt ist auch noch eine Verwendungsvariante, bei der das Aperturfenster so positioniert ist, dass durch einen Teil der Aperturöffnung des Aperturfensters keine Röntgenstrahlung tritt. Mit anderen Worten, nur ein Teil der Aperturöffnung wird in den Röntgenstrahl gehalten (bzw. mit dem Röntgenstrahl in Überlapp gebracht). Dadurch kann mit geringem Aufwand auch mit einer großen Aperturöffnung ein Anteil eines Röntgenstrahlquerschnitts, der kleiner ist als die Aperturöffnung, zur Transmission ausgewählt werden.

**[0035]** Schließlich ist auch bevorzugt eine Verwendungsvariante, bei der das Aperturfenster im Röntgenstrahl zwischen der Röntgenoptik und der Probe angeordnet wird. Dadurch kann wiederum die Strahlgeometrie, insbesondere eine Strahlkonvergenz an der beleuchteten Probe, gut kontrolliert werden.

**[0036]** Weitere Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der Beschreibung und der Zeichnung. Ebenso können die vorstehend genannten und die noch weiter ausgeführten Merkmale erfindungsgemäß jeweils einzeln für sich oder zu mehreren in beliebigen Kombinationen Verwendung finden. Die gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen sind nicht als abschließende Aufzählung zu verstehen, sondern haben vielmehr beispielhaften Charakter für die Schilderung der Erfindung.

# 45 Detaillierte Beschreibung der Erfindung und Zeichnung

20

30

35

40

[0037] Die Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen:

- <sup>50</sup> Fig. 1 eine schematische Darstellung der Strahlgeometrie im Bereich einer Multischicht-Röntgenoptik;
  - Fig. 2 ein Strahlprofil senkrecht zur Ausbreitungsrichtung eines Röntgenstrahls ausgangsseitig einer Monteloptik, berechnet mittels ray-tracing;
- Fig. 3 das Strahlprofil von Fig. 2, mit einem eingeschobenen Aperturfenster eines erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstruments, mit zentrierter Aperturöffnung;
  - Fig. 4 das Strahlprofil von Fig. 3, mit in diagonaler Richtung A verschobener Aperturöffnung;

	Fig. 5	das Strahlprofil von Fig. 3, mit in diagonaler Richtung B verschobener Aperturöffnung;			
5	Fig. 6	Diagrammdarstellung der Fokusgröße als Funktion des Photonenflusses für verschiedene Verfahrpositionen des Aperturfensters von Fig. 3;			
	Fig. 7	Diagrammdarstellung des Photonenflusses als Funktion der Strahldivergenz für verschiedene Verfahrpositionen des Aperturfensters von Fig. 3;			
10	Fig. 8	Diagrammdarstellung der Photonenflussdichte als Funktion des Photonenflusses für verschiedene Verfahrpositionen des Aperturfensters von Fig. 3;			
	Fig. 9	eine schematische Darstellung einer vollständig montierten Blendenmechanik eines erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstruments, in Vorderseitenansicht;			
15	Fig. 10	eine schematische Darstellung der Blendenmechanik von Fig. 9 in schräger Rückansicht;			
	Fig. 11	eine schematische Darstellung der Blendenmechanik von Fig. 9, jedoch ohne Gehäuse und Verstellschrauben;			
20	Fig. 12	eine schematische Darstellung der Blendenmechanik von Fig. 9, jedoch ohne Gehäuse, aber mit Verstellschrauben;			
25	Fig. 13	eine schematische Darstellung eines austauschbaren Apertur-Fenster-Elements in einer Halterung (Blendenaufnahme) für die Erfindung, in Aufsicht;			
	Fig. 14	die Halterung von Fig. 13 mit herausgenommenem Aperturfenster-Element, in schematischer Schrägansicht;			
30	Fig. 15a, 15b	schematische Aufsichtsdarstellungen auf eine Blendenmechanik mit verstellbarer Größe der Apertur- öffnung für die Erfindung, mit zwei verschiedenen, eingestellten Fenstergrößen;			
0.5	Fig. 16	Baugruppe umfassend eine Blendenmechanik in einem Blendengehäuse und eine Röntgenoptik in einem mit dem Blendengehäuse zusammengebauten Optikgehäuse, für die Erfindung, in schematischer Schrägansicht;			
35	Fig. 17a-17b	experimentell ermittelte Beugungsmuster von einem kleinen Thaumatinkristall, mit einem Strahl mit Fokusgröße am Probenort von 0,25 mm (Fig. 17a) und mit einem Strahl mit erfindungsgemäß verkleinerter Fokusgröße am Probenort von 0,12 mm (Fig. 17b);			
40	Fig. 18a	eine schematische Darstellung eines erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstruments;			
	Fig. 18b	eine schematische Querschnittsdarstellung zu Fig. 18a senkrecht zur Strahlausbreitungsrichtung am Ort des Aperturfensters;			
45	Fig. 19a-19c	eine schematische Darstellung verschiedener Verfahrpositionen eines Aperturfensters relativ zu einem Röntgenstrahl, zur Illustration der erfindungsgemäßen Verfahrwege des Aperturfensters.			
50	[0038] Die Erfindung betrifft ein Röntgenanalyseinstrument, insbesondere ein Röntgendiffraktometer, mit einer Röntgenquelle, einer Röntgenoptik, insbesondere einem Multischicht-Röntgenspiegel, und einer variablen Blendenmechanik. [0039] Multischicht-Röntgenoptiken und ihre Anwendungen in der Röntgendiffraktometrie sind z.B. aus der DE 198				

[0038] Die Erfindung betrifft ein Röntgenanalyseinstrument, insbesondere ein Röntgendiffraktometer, mit einer Röntgenquelle, einer Röntgenoptik, insbesondere einem Multischicht-Röntgenspiegel, und einer variablen Blendenmechanik. [0039] Multischicht-Röntgenoptiken und ihre Anwendungen in der Röntgendiffraktometrie sind z.B. aus der DE 198 33 524 A1 für so genannte Göbelspiegel, und aus der US 6,041,099 für Montelspiegel (auch genannt Monteloptiken) bekannt. In diesen Multischicht-Röntgenspiegeln werden künstlich hergestellte Multischicht-Systeme verwendet, um Röntgenstrahlen für Anwendungen in der Röntgenanalytik zu monochromatisieren sowie zu parallelisieren oder zu fokussieren. Zur Bereitstellung eines Parallelstrahles ist der Spiegel parabolisch, zur Bereitstellung eines fokussierten Strahls elliptisch geformt. Die Multischichten müssen entlang des Spiegels in ihrer Schichtperiode ("d-spacing") variieren, um an jeder Position des Spiegels die Bragg-Beziehung für eine einzige Wellenlänge (z.B. Cu-K-alpha-Strahlung) zu erfüllen. Der mathematische Verlauf dieser Schichtdickenvariation ist aus früheren Arbeiten bekannt (Laterally d-spacing graded multilayers, siehe z.B. M. Schuster et al., Proc. SPIE 3767, 1999, S. 183 - 198).

55

[0040] Fig. 1 zeigt exemplarisch die wesentlichen geometrischen Größen eines fokussierenden (elliptischen) Göbelspiegels. Fig.1 zeigt einen Göbelspiegel mit der Länge L, dem Abstand f1 zur Quelle SC, und dem Abstand f2 zum Bildfokus IM und mit den Halbachsen a und b.  $\alpha$  ist der Lichtsammelwinkel und  $\beta$  ist die Konvergenz (bzw. Divergenz) des Nutzstrahles. Das Einsatzgebiet der in dieser Erfindung beschriebenen Spiegel ist die Röntgendiffraktometrie, mit typischen Photonenenergien > 5000 eV. Unter diesen Bedingungen sind die Braggwinkel  $\theta$  für typische Göbelspiegel im Bereich weniger Grad, so dass b « a gilt. Daher ist f1' ungefähr gleich f1, und f2' ungefähr gleich f2. Das Verhältnis f2/f1 nennt man das Vergrößerungsverhältnis der Optik.

**[0041]** Monteloptiken bestehen im Wesentlichen aus zwei Göbelspiegeln, die senkrecht aufeinander angebracht sind. Während Göbelspiegel den Röntgenstrahl nur in einer Dimension parallelisieren oder fokussieren, bewirken Montelspiegel die Parallelisierung oder Fokussierung in zwei Dimensionen.

[0042] Ein Nachteil dieser Röntgenspiegel liegt darin, dass die Strahleigenschaften ausgangsseitig der Spiegel durch das Design der Optik festliegen. Bei der Herstellung z.B. eines fokussierenden Göbelspiegels müssen daher physikalische Größen wie die Ausgangskonvergenz, die Fokuslängen zwischen Quell- und Bildfokus, die Vergrößerung und damit die Größe des Röntgenstrahles im Bildfokus vor der Herstellung festgelegt werden. Die Größen f1, f2, a, b, θ, L müssen vor der Herstellung festlegt werden und können nachträglich nicht mehr variiert werden. Eine Änderung an die Anforderungen macht die aufwendige und kostspielige Herstellung eines neuen Spiegeltyps nötig. Dies macht den Einsatz für unterschiedliche Probenanforderungen unflexibel. Andere Probenanforderungen müssen unter suboptimalen Bedingungen durchgeführt werden, oder machen den Wechsel der Optik erforderlich, was teuer ist und einen erheblichen Umbau und eine aufwendige Justierung des Systems erforderlich machen. Auch ein nachträgliches Verbiegen des Spiegels auf eine andere Form kommt nicht in Frage, da in diesem Fall auch die Beschichtung zur Erfüllung der Braggbedingung geändert werden müsste, was nachträglich in der Regel nicht mehr möglich ist.

20

30

35

40

45

50

55

[0043] Eine wesentliche Strahleigenschaft ist die Konvergenz  $\beta$ , da die Auflösung des Diffraktometers mit zunehmendem  $\beta$  abnimmt: Die Trennung eng benachbarter Beugungsreflexe der Probe erfordert ein nicht zu großes  $\beta$ . Sollte die Probe eine höhere Auflösung erfordern, muss der Spiegel gewechselt werden.

[0044] Zur Anpassung an wechselnde Messanforderungen wurden daher Wechselaperturen (siehe DE 10 2004 052 350 A1) oder eine justierbare Konvergenzblende (siehe US 7,245,699 B2) vorgeschlagen. DE 10 2004 052 350 A1 beschreibt im Wesentlichen eine Nipkowscheibe oder alternativ bewegliche Bänder. Die Herstellung dieser Komponenten mit der erforderlichen Qualität ist schwierig, und ihre baulichen Abmessungen sind recht groß. Eine Integration in den zum Schutz der Optik üblicherweise evakuierbar oder mit inertem Schutzgas spülbar gestalteten Strahlenweg scheint nicht möglich. In US 7,245,699 B2 besteht die Apertur immer aus einem feststehenden und einem beweglichen Teil. Der bewegliche Teil blockiert in dem Design der US 7,245,699 B2 immer nur den quellfernen Teil der von der Optik reflektierten Strahlung; dieser Anteil ist laut US 7,245,699 B2 weniger effizient als der quellnahe Anteil.

[0045] Bei diesen aus dem Stand der Technik bekannten Vorrichtungen zur Begrenzung der Divergenz sind die Möglichkeiten zur Strahlkonditionierung jedoch stark begrenzt. In US 7,245,699 B2 besteht die Apertur aus einer starren und einer beweglichen Komponente. Diese kann insbesondere nur den quellfernen Teil der Strahlung ausblenden. Bei den Wechselaperturen nach DE 10 2004 052 350 ist die Strahldivergenz nur gestuft, aber nicht kontinuierlich einstellbar. [0046] Das Ziel der vorliegenden Erfindung ist es, die Einsatzmöglichkeiten von Röntgenoptiken durch die Verwendung eines verbesserten, sehr kompakten Blendenmechanismus zu verbreitern und somit die Datenqualität von Röntgendiffraktometern im Allgemeinen zu verbessern.

[0047] Die vorliegende Erfindung schlägt ein Röntgenanalyseinstrument, insbesondere Röntgendiffraktometer, vor, mit einer Röntgenoptik und einer Blendenmechanik, welche aus einer oder mehreren Aperturen besteht, welche sich alle stufenlos in mindestens eine Richtung, und bevorzugt in jeweils zwei unabhängigen Richtungen, senkrecht zur optischen Achse verfahren lassen, und deren Verfahrwege mindestens doppelt so groß sind wie der aus der Röntgenoptik austretende Röntgenstrahl, so dass jeder denkbare Anteil des aus der Röntgenoptik austretenden Röntgenstrahls zum Ausleuchten der Probe ausgewählt werden kann. Vorzugsweise soll mit der Blendenmechanik mindestens eine vollständig geöffnete Position erreichbar sein. Die Blendenmechanik wird vorzugsweise ausgangsseitig der Röntgenoptik angebracht.

**[0048]** Die erfindungsgemäße Konstruktion ist gegenüber dem Stand der Technik einfach bedienbar, von kompakter Bauweise und daher kostengünstig herstellbar, ermöglicht jedoch eine wesentliche Flexibilisierung in den Einsatzmöglichkeiten der Röntgenoptiken sowie eine äußerst einfache und reproduzierbare Handhabbarkeit. Sie kann sogar in vorhandene, evakuierbare Optikgehäuse, z.B. entsprechend DE 10 2006 015933 B3, vollständig integriert werden. Dies wird im Folgenden näher erläutert.

[0049] Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wurde ein ray tracing Programm entwickelt, welches für Röntgenoptiken optimiert wurde. Vergleiche mit Experimenten zeigten, dass dieses ray tracing Programm exzellente, exakte Vorhersagen macht. Bei derartigen ray tracing Berechnungen wurde durch die Erfinder festgestellt, dass das Strahlprofil ausgangsseitig typischer Röntgenspiegel häufig nicht homogen bezüglich der Intensität ist. Fig. 2 zeigt das mit ray tracing bestimmte Intensitätsprofil eines 150 mm langen Multischicht-Montelspiegels. Bereiche hoher Intensität sind dunkel, und Bereiche geringer Intensität sind hell dargestellt. Aus Fig. 2 ist erkennbar, dass das quadratische Strahlprofil nicht

homogen mit Intensität gefüllt ist, sondern in der linken oberen Ecke besonders dunkel (und damit intensitätsreich) ist. Der intensitätsreiche Strahlbereich links oben in Fig. 2 wurde zwei Mal jeweils von einem quellnahen Abschnitt des Montelspiegels reflektiert, und der intensitätsschwächere Strahlbereich rechts unten wurde zwei Mal jeweils von einem quellfernen Abschnitt des Montelspiegels reflektiert. Der Querschnitt des Röntgenstrahls kann durch die beiden gestrichelt eingezeichneten Mittellinien M1 und M2 jeweils flächenmäßig in eine quellnahe und eine quellferne Hälfte bezüglich jeder der beiden Reflektionen eingeteilt werden. Aus dem Quadranten links oben kann ein (bezüglich beider Reflektionen) quellnaher Strahlanteil des Röntgenstrahls ausgewählt werden, und aus dem Quadranten rechts unten kann ein (bezüglich beider Reflektionen) quellferner Anteil ausgewählt werden. Man beachte, dass Strahlteile der Quadranten rechts oben und links unten jeweils einmal quellnah und einmal quellfern reflektiert wurden. Die Körnigkeit in Fig. 2 kommt dadurch zu Stande, dass die Zahl der Strahlen im ray tracing Programm endlich ist.

[0050] Auf der Basis von Fig. 2 erscheint es auf den ersten Blick vorteilhaft, diesen besonders dunklen Anteil in der linken oberen Ecke des Strahls so wie in Fig. 4 gezeigt zur Beleuchtung der Probe zu verwenden und den Rest des Strahles auszublenden, für den Fall, dass z.B. zur Reduzierung der Divergenz ein Teil des Strahles ausgeblendet werden sollte. Dies entspricht der Vorgehensweise nach dem Stand der Technik nach der US 7,245,699 B2. Die linke obere Ecke enthält offenbar den nach der US 7,245,699 B2 besonders effizienten Anteil. Die Erfinder haben aber mit ray tracing Berechnungen und anschließenden experimentellen Untersuchungen weitere, unerwartete Effekte beobachtet, die auch die Verwendung anderer Teile als nach US 7,245,699 B2 vorgeschlagen oder gar nach der US 7,245,699 B2 möglich, z.B. des unteren rechten Teils des Strahles wie in Fig. 5 skizziert, von Interesse erscheinen lassen. Um die Blende (bezüglich der mindestens einen Verfahrrichtung) in ein vollständig geschlossene Position bringen zu können, muss der Verfahrweg der Blende mindestens doppelt so groß sein wie der aus der Röntgenoptik austretende Röntgenstrahl.

20

30

35

40

50

55

[0051] In den folgenden Abbildungen wurde bei den ray tracing Berechnungen eine quadratische Blende (Aperturfenster 2) wie in den Figuren 3 bis 5 skizziert entweder in Richtung A oder in Richtung B schrittweise verfahren, und anschließend wurden die Strahleigenschaften bestimmt; die bestimmten Strahleigenschaften sind in den Figuren 6 bis 8 dargestellt. Man beachte, dass das die Richtungen A und B gegengleich sind, und somit im Rahmen der Erfindung das Richtungspaar A/B zusammen nur einer Verfahrrichtung (Verfahrmöglichkeit) des Aperturfensters 2 quer zum Röntgenstrahl entspricht. Verfahrweg A entspricht in seiner Wirkung dem Stand der Technik entsprechend US 7,245,699 B2; Verfahrweg B ist in der Ausbildung nach der US 7,245,699 B2 nicht möglich bzw. nicht vorgesehen, da hier der angeblich weniger effiziente Strahlanteil liegt. In Fig. 6 steht die Blende bei 100% entlang der x-Achse auf vollständig geöffneter Position. Bei der betrachteten Beispieloptik beträgt die Strahlgröße im Fokus bei vollständig geöffneter Blende ungefähr 0.2 mm. Beim Verfahren der Blende zeigt sich nun, dass der Strahl beim Verfahren in Richtung A größer, und beim Verfahren in Richtung B kleiner wird. Man hat also die Möglichkeit, durch die Wahl der Verfahrrichtung die Strahlgröße zu variieren und der Probengröße anzupassen. Dies ist äußerst interessant für Anwendungen in der Einkristalidiffraktometrie zur Strukturbestimmung von Proteinen und kleinen organischen Molekülen, bei der die Proben häufig eine Größe im Bereich 0.1 - 0.3 mm besitzen. Durch die geeignete Wahl der Verfahrrichtung der Blende kann man die beste Strahlabmessung einstellen, bei der nur die Probe beleuchtet wird. Ist die Probe kleiner als 0.2 mm, so können Strahlen, die die Probe nicht treffen, und die nur zu Luftstreuung führen und damit einen erhöhten Untergrund in der Diffraktionsmessung generieren, vermieden werden. Ist die Probe größer 0.2 mm, so kann der Strahl durch Verfahrrichtung A vergrößert werden, so dass die Probe homogen ausgeleuchtet wird, was ebenfalls vorteilhaft für die Messung

**[0052]** Fig. 7 zeigt, dass Verfahrrichtung A vorteilhaft ist, wenn die Divergenz reduziert werden soll, während der Fluss (Photonen/sec) möglichst hoch bleiben soll.

[0053] Fig. 8 zeigt, dass Verfahrrichtung B vorteilhaft ist, wenn die Flussdichte (Photonen/sec/mm²) möglichst hoch bleiben soll.

[0054] Diese Ergebnisse zeigen, dass unterschiedliche Verfahrrichtungen der Blende die Strahleigenschaften in unterschiedlicher Weise verändern, und somit eine erhöhte Flexibilität in der Optimierung der Strahleigenschaften bei wechselnden Messanforderungen ermöglichen.

[0055] Die Figuren 6 bis 8 können gleichzeitig als Kalibrierkurven beim Verfahren der Blende genutzt werden. Alle drei Kurven enthalten absichtlich den Fluss als x-oder y-Achse, nicht aber den Verfahrweg der Blende. Die exakte Position des Röntgenstrahls im Raum ist eventuell nicht exakt bekannt, und kann sich auch durch Neujustieren der Optik oder andere Umstände verändern. Den Fluss ausgangsseitig der Blende kann man aber sehr einfach z.B. mit einer Fotodiode messen. Wenn man also die Blende z.B. in Richtung A verfährt, bis der Fluss sich halbiert, so kann man mit den Figuren 6 bis 8 sofort die resultierende Strahlgröße, Divergenz, und Flussdichte ablesen. Umgekehrt kann man zur Einstellung einer bestimmten Divergenz ablesen, wie weit man den Fluss reduzieren muss.

[0056] Neben den hier gezeigten Verfahrrichtungen A und B diagonal durch den quadratischen Strahl sind natürlich andere Strahlquerschnitte, Verfahrrichtungen (bzw. Verfahr-Richtungspaare) und Positionierungen der Blende möglich.
[0057] Eine auf Basis der Berechnungen konstruierte Blendenmechanik BM (siehe **Figuren 9 und 10**) für ein erfindungsgemäßes Röntgenanalyseinstrument ist in einem Blenden-Gehäuse 1 mit optionalem Be-Fenster 7 und optionalen

Vakuumanschluss 4 angeordnet, wobei die Blendenmechanik BM ausgestattet ist mit einer Blende (d.h. einem Aperturfenster 2 mit Aperturöffnung 3) sowie einem Verstellmechanismus mit zwei Stellgliedern (hier Mikrometerschraube 5 und Feingewindebolzen 6). In den Figuren 9 bis 14 ist die Optik um 45 Grad gedreht, so dass das quadratische Strahlprofil und somit auch die quadratische Aperturöffnung 3 auf der Spitze stehen. Unter diesen Bedingungen werden die diagonalen Bewegungen der Figuren 3 bis 5 zu horizontalen bzw. vertikalen Bewegungen. **Fig. 11** zeigt den zentralen Verstellmechanismus mit Blendenaufnahme (Halterung) 11, noch nicht im Gehäuse montiert. Die Blende kann durch zwei Verstellungen senkrecht zur Strahlrichtung in X-Richtung und in Y-Richtung bewegt werden. Dabei ist sie im gezeigten Ausführungsbeispiel in X-Richtung über eine Mikrometerschraube 5 und in Y-Richtung durch einen Feingewindebolzen 6 einstellbar, vgl. **Fig. 12**. Die Blende ist in einer auf zwei Achsen 12 gelagerten Halterung 11 befestigt, welche mit zwei Federn 13 gegen die Mikrometerschraube 5 gedrückt wird. So ist ein selbsttätiges Rückstellen der Blende (bzw. des Aperturfensters 2) in dieser Richtung gewährleistet. Die Aufhängung des Verstellmechanismus, vgl. Fig. 11, erfolgt über zwei Führungsstifte 14 und den im Blendengehäuse drehbar gelagerten Feingewindebolzen 6; somit lässt sich ein gesamter Rahmen 15 des Verstellmechanismus bewegen, vgl. Fig. 12.

[0058] Die Bewegung der Blende in X- und Y-Richtung könnte auch mittels anderer Verstellmechanismen erfolgen, beispielsweise über zwei Mikrometerschrauben, zwei einfache Stellschrauben, Langlöcher mit Schrauben usw. Eine Ausführung mit nur einer Mikrometerschraube und einem Feingewindebolzen ist dann von Vorteil, wenn die Blende nur einmalig in ihrer Höhe auf einen auf der Spitze stehenden quadratischen Strahl ausgerichtet werden soll, während die Verstellung zum Ausblenden unerwünschter Strahlanteile überwiegend horizontal erfolgen soll.

[0059] Um eine optimale Blendengröße und -form zu gewährleisten, kann die Blende austauschbar gestaltet werden, vgl. Figuren 13 und 14. In diesem Fall ist in einer Halterung 11 ein Aperturfenster-Element 16, in welchem die Aperturfenung ausgebildet ist, austauschbar gehalten. In Figur 14 ist ein herausgenommenes Aperturfenster-Element 16 vor der zugehörigen Halterung 11 gezeigt.

**[0060]** Im Rahmen der vorliegenden Erfindung können Blenden mit Löchern (Aperturöffnungen 3) verschiedener Formen wie Rechtecke, Rauten, Quadrate oder Kreisen verwendet werden. Eine bevorzugte Bauform nutzt ein auf der Spitze stehendes Quadrat. Eine weitere Bauart ist die in den **Figuren 15a und 15b** gezeigte Rechteckblende, bei der die Seitenverhältnisse sowie die Größe eingestellt werden können, insbesondere mit zwei L-förmigen Aperturteilstücken 18a, 18b. Auch eine variable Irisblende ist auf diese Weise realisierbar.

[0061] Das Blendengehäuse 1 kann vor oder hinter einem Optikgehäuse 17 z.B. entsprechend DE 10 2006 015933 B3 montiert werden, vgl. Fig. 16, welches über den im Blendengehäuse 1 befindlichen Vakuumanschluss 4 evakuiert werden kann. So kann die Blende im Vakuum betrieben oder mit Schutzgas gespült werden, welches Intensitätsverluste des Strahls verhindert und die Optik vor Korrosion schützt. Die Vorrichtung ist sehr kompakt. Der Strahl verlässt das Gehäuse 1 dann durch ein im Blendengehäuse 1 befindliches Beryllium-Fenster 7.

[0062] Die Bedienrichtung der Mikrometerschraube 5 kann geändert werden, in dem der Verstellmechanismus in einer anderen Orientierung eingebaut wird und die Mikrometerschraube 5 auf der gegenüberliegenden Seite montiert wird. Dies erleichtert den Praxiseinsatz in links- und rechtsseitigen Systemlösungen. Um das Gehäuse 1 weiterhin unter Vakuum betreiben zu können, wird das nicht durch die Mikrometerschraube genutzte Loch mit einem Blindstopfen 8 versehen.

# Anwendungsbeispiel:

20

30

35

40

45

50

55

**[0063]** Ein Kristall einer definierten Größe und mit bekannten Gitterkonstanten wurde in einem festen Abstand zur Quelle und zum Detektor auf einem Röntgendiffraktometer (Smart Apex-11, Bruker AXS) montiert. Der Kristall verfügte über eine lange Zellachse, die bei dem gewählten Detektorabstand die Tendenz zu Reflexüberlagerungen zeigte. Der Kristall wurde so orientiert, dass die eng benachbarten Reflexe der langen Zellachse auf dem Detektor gut zu erkennen waren.

[0064] Als Referenzmessung wurden mehrere Scans mit vollständig geöffneter Apertur durchgeführt und ausgewertet. Der Gesamtfluss der Quelle mit geöffneter Apertur wurde mit einer Fotodiode gemessen und notiert. Nun wurden die Scans an demselben Kristall mit auf halbierten Fluss gestellter Blende wiederholt und auf identische Art ausgewertet. Mit der Apertur wurde zunächst in Verfahrrichtung A bis auf Flusshalbierung ausgeblendet (setting 1). Die Auswertung der gemessenen Scans ergab, dass die mittlere normalisierte gebeugte Intensität auf 33 % zurückgegangen ist. Das Verhältnis aus Signal zu Untergrund verringerte sich auf knapp 60 %. Nun wurde mit der Apertur in Verfahrrichtung B bis auf Flusshalbierung ausgeblendet (setting 2). Die Auswertung der Scans ergab, dass sich die mittlere normalisierte gebeugte Intensität bei setting 2 auf 45 % verringerte und das Verhältnis aus Signal zu Untergrund auf 74 %. Also ergab setting 2 bessere Daten als setting 1.

[0065] Durch das Verfahren der Blende auf Positionen mit reduziertem Fluss wurde weiterhin die Reflextrennung vorteilhaft verbessert. Es konnten mehr Reflexe bei der Auswertung erfasst werden als mit vollständig geöffneter Blende, wie **Tabelle 1** zu entnehmen ist. Dieser Befund deckte sich qualitativ mit den Vorhersagen der ray tracing Rechnungen, in die keine probenspezifische Eigenschaften wie die Mosaizität des Kristalls eingingen. Zwar ist der Effekt der besseren

Reflextrennung in diesem Anwendungsbeispiel nicht dramatisch, wird aber bei kürzerem Detektorabstand oder bei Proben mit noch längeren Zellachsen für die Strukturbestimmung stärker.

**[0066]** Zusammengefasst ergab setting 2 (Verfahrrichtung B) die besseren Ergebnisse, im Gegensatz zum Stand der Technik nach der US 7,245,699 B2. Nach einer Vorrichtung der US 7,245,699 B2 ist dieser Strahlanteil nicht zugänglich. Offenbar führt der nach der US 7,245,699 B2 als weniger effizient beschriebene Strahlanteil überraschenderweise aber zu einem besseren Signal-Rausch-Verhältnis.

Tabelle: 1

10

15

20

30

35

40

45

50

55

Aperture Setting (Blendenstellung)	open (geöffnet)	setting 1	setting 2
relative flux (relativer Photonenfluss)	1	0.49	0.48
# data (Anzahl Datenpunkte)	32051	32421	32411
resolution range (Auflösungsbereich)	31.67 - 1.61 Å		
mean norm. I (mittlere normierte Intensität)	418.6	135.9	187.2
mean I/sig (mittleres Signal-zu-Untergrund-Verhältnis)	22.6	14.2	16.8

[0067] Die Figuren 17a und 17b zeigen zwei Beugungsmuster an einem kleinen Thaumatin-Kristall, einmal mit einen etwa 0.25 mm großem Strahl (Fig. 17a), und einmal mit einem etwa 0.12 mm großem Strahl (Fig. 17b). Obwohl der Photonenfluss im Falle des kleineren Strahles nur noch einen Bruchteil des gesamten Flusses betrug, ergab sich ein deutlich besseres Beugungsmuster, also wesentlich bessere Daten. Das liegt im wesentlichen daran, dass der kleinere Strahl im wesentlichen nur die Probe trifft, während der größere Strahl zusätzlich einen Teil der Probenhalterung sowie die umgebende Luft trifft und zu Streuung anregt. Diese Streuung führt zu einem erhöhten Untergrund, der die Beugungsreflexe überdeckt.

**[0068]** Eine derartige Änderung der Fokusgröße hat bisher einen Wechsel der Optik erforderlich gemacht. Mit dem erfindungsgemäßen Blendenmechanismus ist dies nun auf sehr einfache und kostengünstige Weise ohne Optikwechsel möglich. Nach der US 7,245,699 B2 ist nur der Verfahrweg B möglich, der immer zu einer Strahlvergrößerung führt. Dies ist, wie die experimentellen Ergebnisse der Figuren 17a und 17b zeigen, aber ungünstig für kleine Proben.

[0069] Die Fig. 18a zeigt schematisch ein erfindungsgemäßes Röntgenanalyseinstrument, hier ein Röntgendiffratometer 21. Aus einer Röntgenquelle 22 wird ein Röntgenstrahl 23 emittiert, welcher von einer Röntgenoptik 24, hier einem Göbelspiegel, reflektiert und dabei fokussiert wird. Ausgangsseitig des Göbelspiegels ist ein Aperturfenster 2 mit einer Aperturöffnung 3 im Röntgenstrahl 23 angeordnet. Das Aperturfenster 2 ist Teil einer Blendenmechanik, und kann senkrecht zur Ausbreitungsrichtung des Röntgenstrahls 23 in zwei unabhängige Richtungen x und y stufenlos verfahren werden. Man beachte, dass die y-Richtung senkrecht zur Zeichenebene verläuft, und im Bereich des Aperturfensters 2 die z-Richtung parallel zur Ausbreitungsrichtung der Röntgenstrahlung verläuft. Zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters 2 sind nicht näher dargestellte Mittel, etwa eine Mikrometerschraube und ein Feingewindebolzen, in der Blendenmechanik ausgebildet.

**[0070]** Am Ort (bezüglich der z-Richtung) des Aperturfensters 2 besitzt der Röntgenstrahl 23 in x-Richtung eine Ausdehnung  $RS_x$  und die Aperturöffnung 2 weist eine Ausdehnung  $AOE_x$  in x-Richtung auf. Erfindungsgemäß gilt  $RS_x \le AOE_x$  (im gezeigten Ausführungsbeispiel ist  $RS_x$  geringfügig kleiner als  $AOE_x$ ); gleiches gilt für die entsprechenden Größen in y-Richtung.

[0071] In der gezeigten Situation wird das Aperturfenster 2 dazu eingesetzt, einen ersten Teilbereich des Röntgenstrahls 23, nämlich einen in Fig. 18 oberen Teilbereich des Röntgenstrahls 23, durch die Aperturöffnung 3 durchzulassen (vgl. transmittierter Röntgen-Teilstrahl oder Anteil 26), und einen zweiten (in Fig. 18a unteren) Teilbereich des Röntgenstrahls 23 abzuschatten. Durch einen oberen Teil der Aperturöffnung 3 tritt dabei keine Röntgenstrahlung. Der transmittierte Teilstrahl 26 wurde an der Röntgenoptik 24 an einem weiter von der Röntgenquelle 22 entfernten, in der Figur 18a rechts liegenden Bereich der Röntgenoptik 24 reflektiert, und wird daher als ein quellferner Anteil des Röntgenstrahls 23 bezeichnet. Der abgeschattete untere Teilbereich des Röntgenstrahls 23 wurde hingegen an einem näher an der Röntgenquelle 1 liegenden, in der Figur 18a linken Bereich der Röntgenoptik 24 reflektiert und wird daher als ein quellnah bezeichnet. Man beachte, dass im dargestellten Fall eine Verstellmöglichkeit des Aperturfensters 2 allein in x-Richtung genügen würde, um einen quellfernen oder quellnahen Anteil des Röntgenstrahls 23 auszuwählen. In einer Variante der gezeigten Ausführungsform kann daher auch die Verstellmöglichkeit des Aperturfensters 2 in y-Richtung entfallen, so dass das Aperturfenster 2 nur in einer Richtung, nämlich der x-Richtung, quer zur Ausbreitungsrichtung (hier z-Richtung) des Röntgenstrahls 23 verfahrbar ist.

**[0072]** Nur der Teilstrahl 26 erreicht die Probe 27, um mit dieser zu wechselwirken. Von der Probe 27 gebeugte Strahlung kann mittels eines Detektors 28 registriert werden; der Detektor 28 ist hier auf einem Kreisbogen um die Probe

27 verfahrbar.

10

20

30

35

40

45

50

55

[0073] In der Fig. 18b werden die Verhältnisse im Querschnitt 32 des Röntgenstrahls am Ort (d.h. der z-Position) des Aperturfensters von Fig. 18a detaillierter illustriert. Der hier im Wesentlichen kreisrunde Querschnitt 32 wird durch die Mittellinie M in zwei Teile (oder Hälften) QNH, QFH mit gleichem Flächeninhalt geteilt. Der in Fig. 18b rechte Teil QNH ("quellnahe Hälfte") wurde an der Röntgenoptik quellnäher reflektiert als der in Fig. 18b linke Teil QFH ("quellferne Hälfte"). Mit der Aperturöffnung 3 wird durch Überlappung mit dem Querschnitt 32 des Röntgenstrahls ein Teilstrahl 26 ausgewählt. Um einen quellfernen Teilstrahl (Anteil) 26 auszuwählen, wird dabei die Aperturöffnung 3 bis maximal zur Mittellinie M vorgeschoben; in Fig. 18b ist die Aperturöffnung 3 nicht ganz bis zur Mittellinie M vorgeschoben.

[0074] In den Figuren 18a, 18b wird mit einem erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstrument ein quellferner Anteil eines Röntgenstrahls ausgewählt, wodurch verbesserte Reflextrennungen und verbesserte Signal-Untergrund-Verhältnisse erreicht werden können. Mit einem erfindungsgemäßen Röntgenanalyseinstrument können jedoch auch beliebige andere Strahlanteile des Röntgenstrahls, etwa ein quellnaher Anteil, je nach den Anforderungen des jeweiligen Röntgenexperiments, ausgewählt werden. Weiterhin kann erfindungsgemäß ein quellferner Strahlanteil des Röntgenstrahls auch mit einer herkömmlichen Blende, insbesondere einer Blende mit geringerer Größe als der Strahlquerschnitt oder einer Verfahrbarkeit geringer als die zweifache Strahlausdehnung, ausgewählt werden.

[0075] Die Figuren 19a bis 19c illustrieren die erfindungsgemäße Verfahrbarkeit eines Aperturfensters 2 in einer Ebene senkrecht zur Ausbreitungsrichtung (hier z-Richtung) eines Röntgenstrahls, typischerweise ausgangsseitig (hinter) einer Multischicht-Röntgenoptik. Das Aperturfenster 2 ist im dargestellten Beispiel in zwei unabhängige (und hier auch orthogonale) Richtungen x und y jeweils über einen Verfahrweg entsprechend der doppelten Ausdehnung des Röntgenstrahlquerschnitts in der jeweiligen Richtung verfahrbar; erfindungsgemäß kann aber auch nur eine Verfahrrichtung (etwa nur die gezeigte Verfahrbarkeit in x-Richtung) vorgesehen sein, oder die Verfahrmöglichkeit in einer zweiten Richtung (etwa der y-Richtung) kann auf einen Verfahrweg kleiner als die doppelte Ausdehnung des Röntgenstrahls in der zweiten Richtung reduziert sein und nur einer Feinjustage des Aperturfensters dienen.

**[0076]** Fig. 19a zeigt zunächst eine vollständig geöffnete (zentrierte) Verfahrposition des Aperturfensters 2. Das Aperturfenster 2 umfasst einen Abschattungsrahmen 31 und eine (hier) rechteckförmige Aperturöffnung 3. Die Aperturöffnung 3 hat in x-Richtung die Ausdehnung  $AOE_x$ , und in y-Richtung die Ausdehnung  $AOE_x$ . Der Röntgenstrahl hat in der gezeigten Ausführungsform am Ort des Aperturfensters 2 (unabgeschattet) einen ovalen Querschnitt 32 mit einer Ausdehnung  $RS_x$  in x-Richtung und  $RS_y$  in y-Richtung.

[0077] Gemäß der vorliegenden Erfindung ist die Aperturöffnung 3 wenigstens so groß wie der Querschnitt 32 des Röntgenstrahls, d.h. der Querschnitt 32 des Röntgenstrahls liegt (in der vollständig geöffneten Position) vollständig innerhalb der Aperturöffnung 3. In der gezeigten Ausführungsform gilt genau  $RS_x = AOE_x$  und  $RS_y = AOE_y$ ; im Rahmen der Erfindung dürfte jedoch auch  $RS_x < AOE_x$  und/oder  $RS_y < AOE_y$  eingerichtet sein.

[0078] Fig. 19b illustriert die Verfahrbarkeit des Aperturfensters 2 in x-Richtung. Das Aperturfenster 2 kann in positive x-Richtung zumindest soweit verschoben werden, dass die Aperturöffnung 3 gerade nicht mehr mit dem Querschnitt 32 des Röntgenstrahls überlappt. Gleiches gilt in negativer x-Richtung, vgl. gestricheltes Aperturfenster 2' mit Aperturöffnung 3'. Dazu ist der Verfahrweg VW<sub>x</sub> des Aperturfensters 2 (eingezeichnet für die untere Kante der Aperturöffnung 3) in x-Richtung in der gezeigten Ausführungsform wenigstens doppelt so groß wie die Ausdehnung RS<sub>x</sub> des Röntgenstrahls in x-Richtung. Im Falle von RS<sub>x</sub> < AOE<sub>x</sub> ist ein Verfahrweg VW<sub>x</sub> >= RS<sub>x</sub> + AOE<sub>x</sub> einzurichten, um das Aperturfenster 2 erfindungsgemäß sowohl in positive als auch negative x-Richtung aus dem Röntgenstrahl verfahren zu können.

**[0079] Fig. 19c** illustriert die Verfahrbarkeit des Aperturfensters 2 in y-Richtung. Das Aperturfenster 2 kann in positive y-Richtung wiederum zumindest soweit verschoben werden, dass die Aperturöffnung 3 gerade nicht mehr mit dem Querschnitt 32 des Röntgenstrahls überlappt. Gleiches gilt in negativer y-Richtung, vgl. gestricheltes Aperturfenster 2' mit Aperturöffnung 3'. Dazu ist der Verfahrweg VWy des Aperturfensters 2 (eingezeichnet für die linke Kante der Aperturöffnung 3) in y-Richtung in der gezeigten Ausführungsform wenigstens doppelt so groß wie die Ausdehnung RS $_y$  des Röntgenstrahls in y-Richtung. Im Falle von RS $_y$  < AOE $_y$  ist ein Verfahrweg VW $_y$  >= RS $_y$  + AOE $_y$  einzurichten, um das Aperturfenster 2 erfindungsgemäß sowohl in positive als auch negative y-Richtung aus dem Röntgenstrahl verfahren zu können.

[0080] Dadurch, dass die Aperturöffnung 3 in die zwei unabhängigen Raumrichtungen x und y zumindest geradeso aus dem Querschnitt 32 des Röntgenstrahls herausgefahren kann, kann von jeder Annäherungsrichtung aus ein randständiger Teilbereich des Querschnitts 32 für eine Überlappung mit der Aperturöffnung 3 ausgewählt und einem nachfolgenden Röntgenexperiment zugeführt werden. Der restliche Teilbereich des Querschnitts 32 wird dann vom Abschattungsrahmen 31 abgeblockt. Der Flächenanteil des ausgewählten Teilbereichs kann aufgrund der stufenlosen Verfahrbarkeit des Aperturfensters 2 in die beiden Richtungen x und y ebenfalls stufenlos gewählt werden, insbesondere um Photonenfluss, Photonenflussdichte und/oder die Strahldivergenz im nachfolgenden Röntgenanalyseexperiment zu optimieren. Zusätzlich kann der gesamte Röntgenstrahl in der vollständig geöffneten Verfahrposition des Aperturfensters 2 dem nachfolgenden Experiment zugeführt werden. Optional kann auch die Größe der Aperturöffnung des Aperturfensters durch die Blendenmechanik verstellbar, insbesondere verkleinerbar, und bevorzugt stufenlos verkleinerbar sein, so dass auch nichtrandständige Teilbereiche des Querschnitts des Röntgenstrahls ausgewählt werden können (vgl.

dazu Fig. 15a und Fig. 15b).

[0081] Die vorliegende Erfindung gestattet eine größtmögliche Freiheit in der Auswahl eines Teilbereichs eines Röntgenstrahlquerschnitts für ein Röntgenanalyseexperiment.

# Patentansprüche

5

10

20

25

30

35

40

55

- 1. Röntgenanalyseinstrument, insbesondere Röntgendiffraktometer (21), umfassend
  - eine Röntgenquelle (22; SC), welche einen Röntgenstrahl (23) emittiert,
  - eine Röntgenoptik (24), insbesondere einen Multischicht-Röntgenspiegel,
  - und eine Blendenmechanik (BM), wobei die Blendenmechanik (BM) ein Aperturfenster (2, 2') mit einer Aperturöffnung (3, 3') ausbildet, durch welche zumindest ein Teil (26) des Röntgenstrahls (23) tritt,

# dadurch gekennzeichnet,

dass die Blendenmechanik (BM) Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters (2, 2') in mindestens eine Richtung (A/B, x, y) quer zum Röntgenstrahl (23) umfasst,

dass die Aperturöffnung (3, 3') wenigstens so groß ist wie der Querschnitt (32) des Röntgenstrahls (23) am Ort des Aperturfensters (2, 2'),

und **dass** der durch die Blendenmechanik (BM) zugängliche Verfahrweg (VW<sub>x</sub>, VW<sub>y</sub>) des Aperturfensters (2, 2') in der mindestens einen Richtung (A/B, x, y) wenigstens doppelt so groß ist wie die Ausdehnung (RS<sub>x</sub>, RS<sub>y</sub>) des Röntgenstrahls (23) am Ort des Aperturfensters (2, 2') in dieser Richtung (A/B, x, y).

- 2. Röntgenanalyseinstrument nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** die Blendenmechanik (BM) Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters (2, 2') in zwei unabhängige Richtungen (x, y) quer zum Röntgenstrahl (23) umfasst,
  - und dass der jeweilige, durch die Blendenmechanik (BM) zugängliche Verfahrweg (VW $_x$ , VW $_y$ ) des Aperturfensters (2, 2') in jede der unabhängigen Richtungen (x, y) wenigstens doppelt so groß ist wie die Ausdehnung (RS $_x$ , RS $_y$ ) des Röntgenstrahls (23) am Ort des Aperturfensters (2, 2') in der jeweiligen unabhängigen Richtung (x, y).
  - 3. Röntgenanalyseinstrument nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Größe der Aperturöffnung (3, 3') nicht verstellbar ist.
- 4. Röntgenanalyseinstrument nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass mittels der Blendenmechanik (BM) die Größe der Aperturöffnung (3, 3') verstellbar ist, wobei die Aperturöffnung (3, 3') auf eine Größe einstellbar ist, die wenigstens so groß ist wie der Querschnitt (32) des Röntgenstrahls (23) am Ort des Aperturfensters (2, 2').
- 5. Röntgenanalyseinstrument nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Blendenmechanik (BM) zur Einstellung der Größe der Aperturöffnung (3, 3') zwei gegeneinander bewegliche, L-förmige Aperturteilstücke (18a, 18b) aufweist.
  - **6.** Röntgenanalyseinstrument nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** die Blendenmechanik (BM) ausgangsseitig der Röntgenoptik (24) angeordnet ist.
- 7. Röntgenanalyseinstrument nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Aperturfenster (2, 2') eine quadratische Aperturöffnung (3, 3') aufweist, dass der Röntgenstrahl (23) am Ort der Aperturblende (2, 2') einen näherungsweise quadratischen Querschnitt aufweist, wobei die Seitenkanten der quadratischen Aperturöffnung (3, 3') und des quadratischen Querschnitts des Röntgenstrahls (23) zueinander parallel orientiert sind, und dass die mindestens eine Richtung (A/B, x, y), in die das Aperturfenster (2, 2') verfahrbar ist, entlang einer Diagonalen der quadratischen Aperturöffnung (3, 3') orientiert ist.
  - 8. Röntgenanalyseinstrument nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Röntgenoptik (24) in einem gasdichten Optikgehäuse (17) und die Blendenmechanik (BM) in einem gasdichten Blendengehäuse (1) angeordnet sind, wobei die beiden Gehäuse (1, 17) evakuiert sind oder mit einem Schutzgas geflutet sind, oder dass die Röntgenoptik (24) und die Blendenmechanik (BM) in einem gemeinsamen, gasdichten Gehäuse angeordnet sind, wobei das gemeinsame Gehäuse evakuiert oder mit einem Schutzgas geflutet ist.
  - 9. Röntgenanalyseinstrument nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Mittel

zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters (2, 2') mindestens eine Mikrometerschraube (5) und/oder mindestens einen Feingewindebolzen (6) umfassen.

- 10. Röntgenanalyseinstrument nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Blendenmechanik (BM) eine Halterung (11) für ein austauschbares Aperturfenster-Element (16) aufweist, und dass durch die Mittel zum stufenlosen Verfahren des Aperturfensters (2, 2') die Halterung (11) verfahrbar ist.
  - 11. Verwendung einer Blendenmechanik (BM), umfassend ein Aperturfenster (2, 2') mit einer Aperturöffnung (3, 3'), zur Auswahl eines Anteils (26) eines Röntgenstrahls (23),
- wobei der Röntgenstrahl (23) von einer Röntgenquelle (22; SC) emittiert wird und durch eine Röntgenoptik (24), insbesondere einen Multischicht-Röntgenspiegel, auf eine Probe (27) abgebildet wird, insbesondere wobei diese Verwendung mit einem Röntgenanalyseinstrument nach einem der vorhergehenden

# dadurch gekennzeichnet,

Ansprüche erfolgt,

15

20

25

35

40

45

50

55

- dass zur Einstellung, insbesondere Reduzierung, der Fokusgröße des Röntgenstrahls (23) am Ort der Probe (27) mittels der Aperturöffnung (3, 3') des Aperturfensters (2, 2') ein an der Röntgenoptik (24) quellferner Anteil (26) des Röntgenstrahls (23) ausgewählt wird.
- **12.** Verwendung nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** die Fokusgröße des Röntgenstrahls (23) am Ort der Probe (27) auf die Größe der Probe (27) eingestellt wird.
- **13.** Verwendung nach Anspruch 11 oder 12, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** der ausgewählte, quellferne Anteil (26) des Röntgenstrahls (23) eine im Vergleich zum übrigen Röntgenstrahl (23) unterdurchschnittliche mittlere Photonenflussdichte aufweist.
- **14.** Verwendung nach einem der Ansprüche 11 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** das Aperturfenster (2, 2') so positioniert ist, dass durch einen Teil der Aperturöffnung (3, 3') des Aperturfensters (2, 2') keine Röntgenstrahlung (23) tritt.
- 15. Verwendung nach einem der Ansprüche 11 bis 14, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Aperturfenster (2, 2') im Röntgenstrahl (23) zwischen der Röntgenoptik (24) und der Probe (27) angeordnet wird.

13

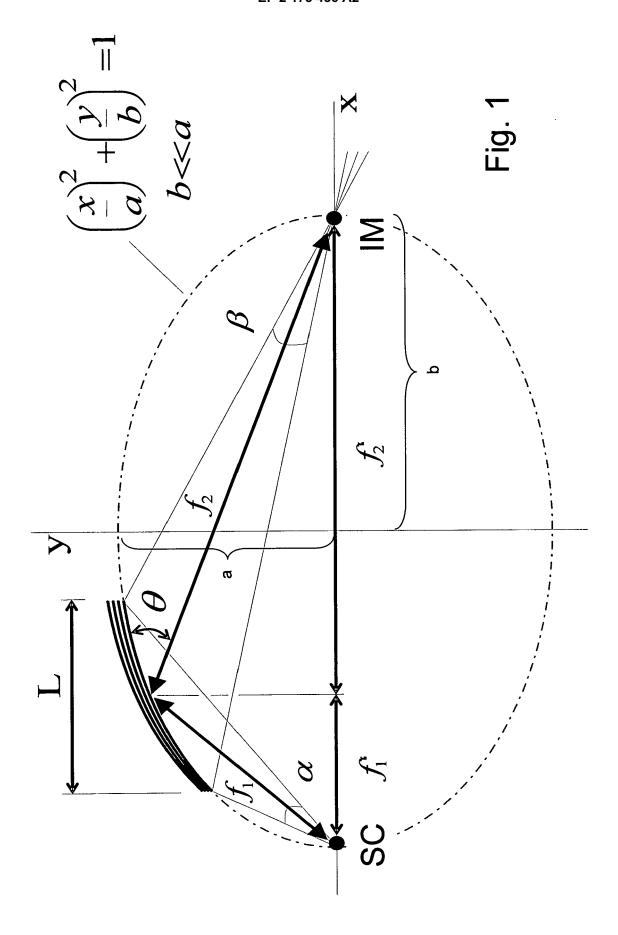
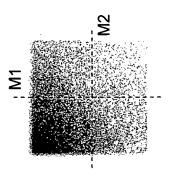
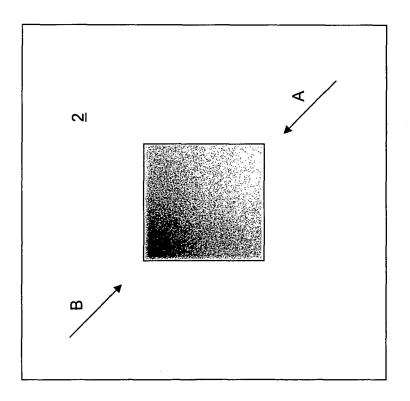


Fig. 2









**N** 

# Fig. 5

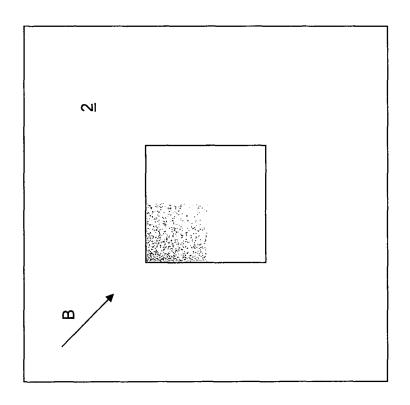


Fig. 6

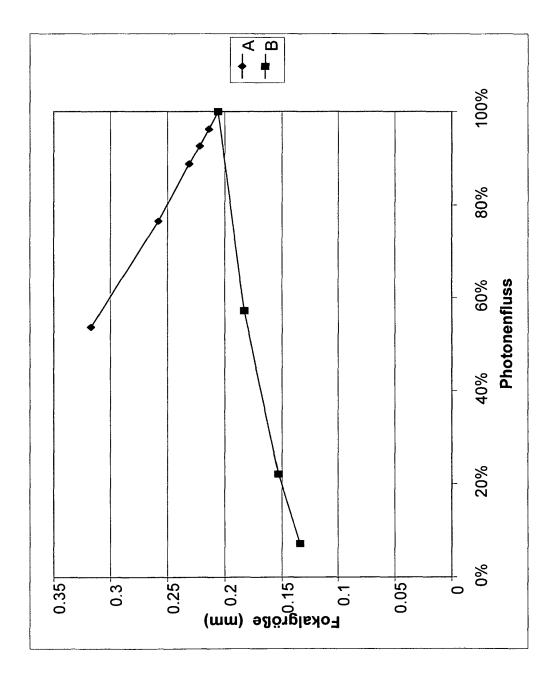


Fig. 7

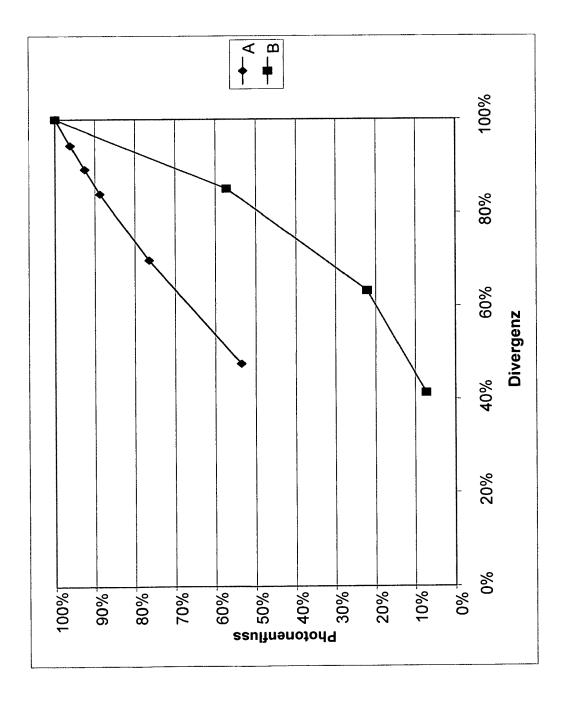
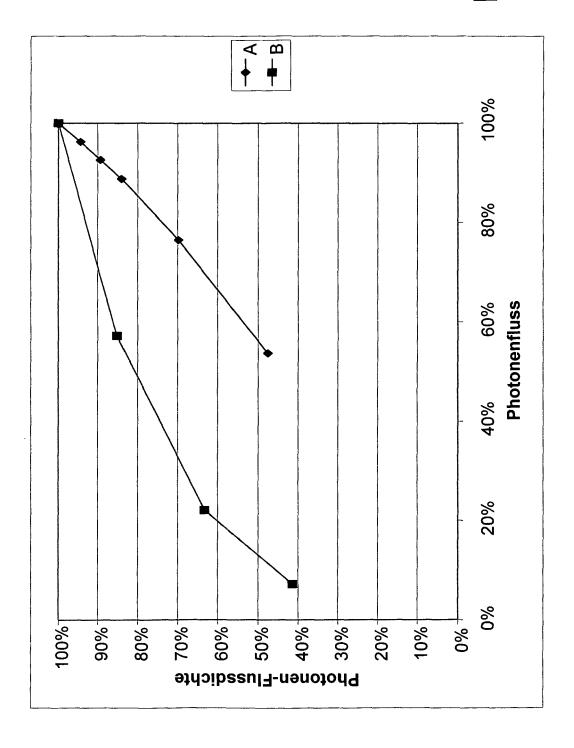
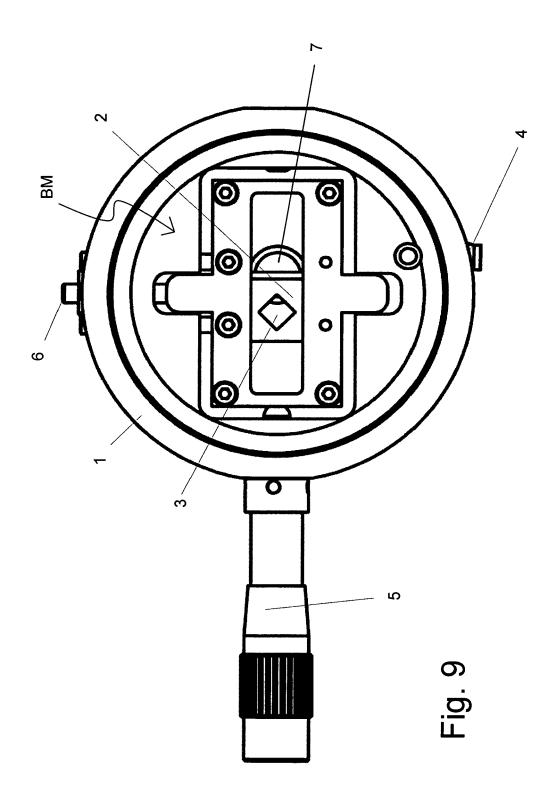
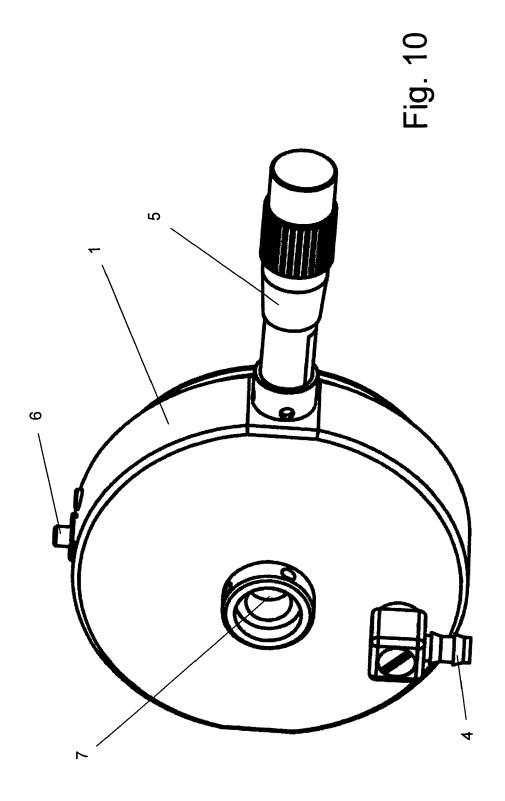
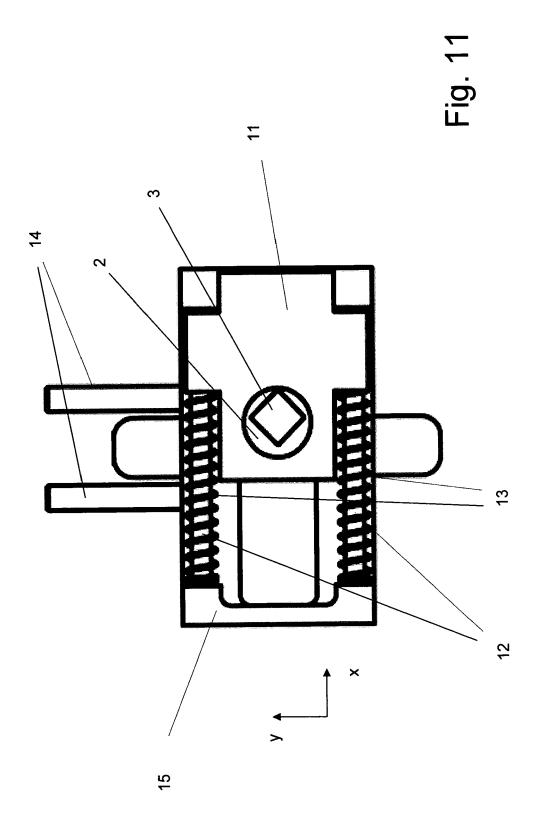


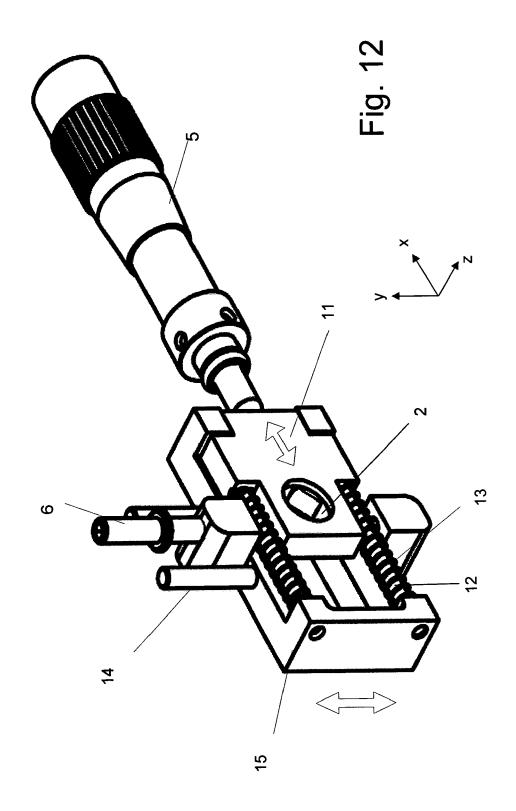
Fig. 8

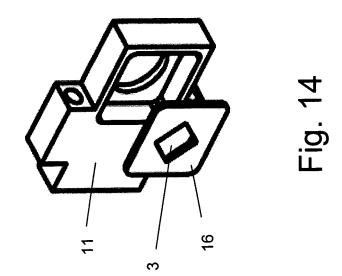


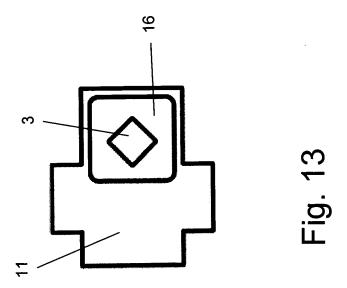












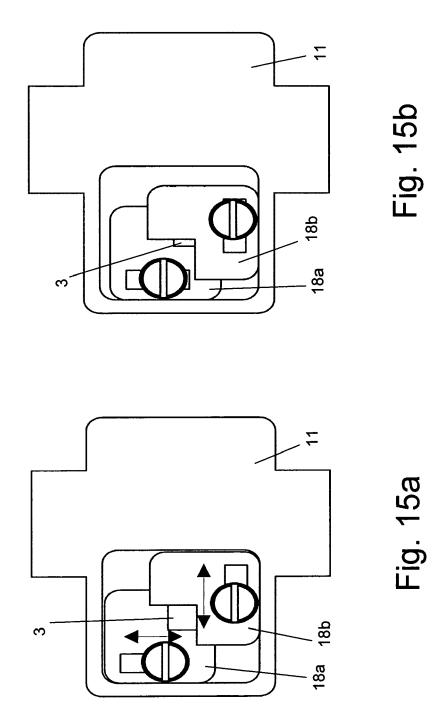
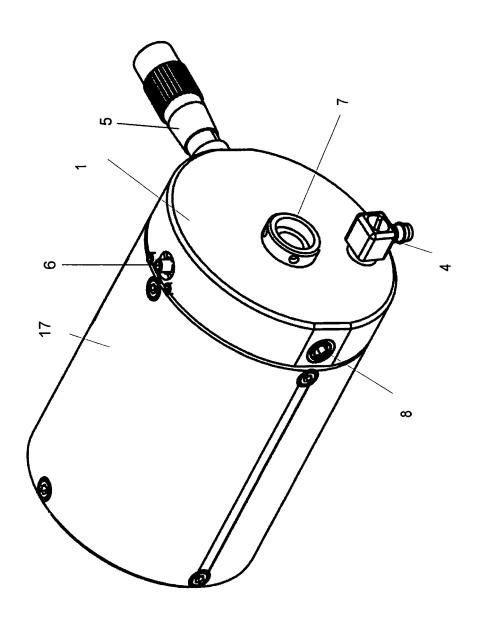


Fig. 16



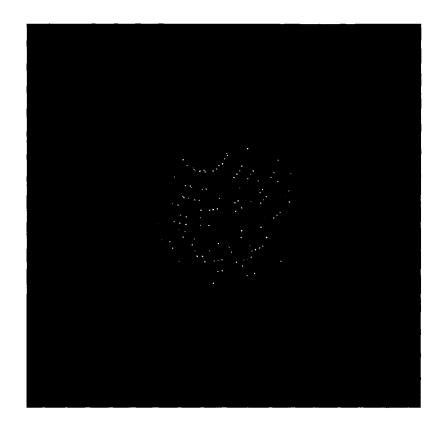


Fig. 17b

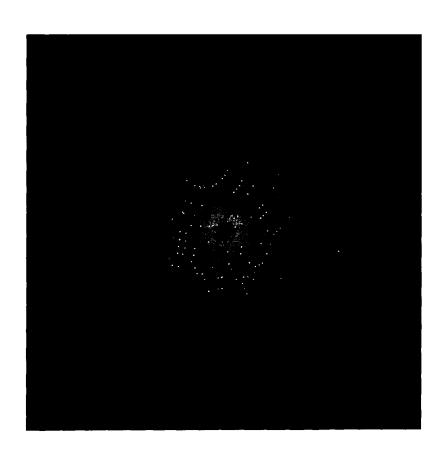
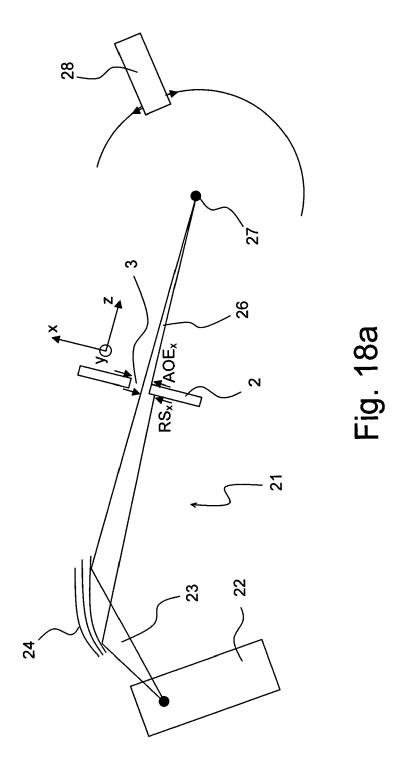
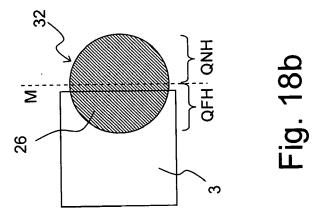
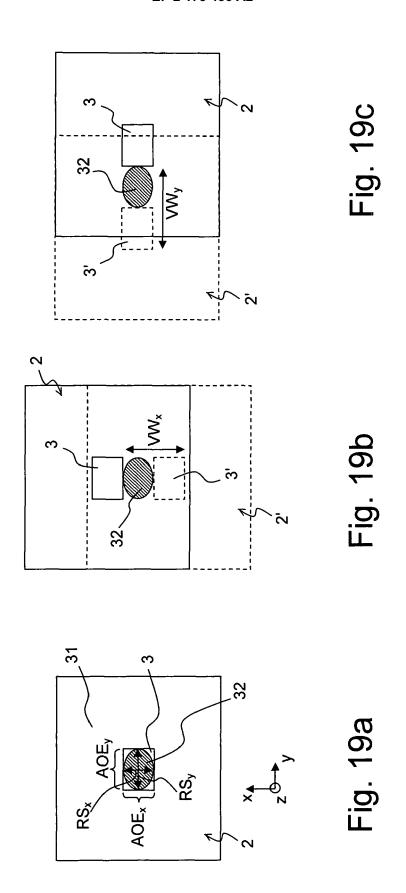


Fig. 17a







# IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

# In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 102004052350 A1 [0002] [0006] [0008] [0044]
- US 7245699 B2 [0007] [0008] [0044] [0045] [0050] [0051] [0066] [0068]
- DE 19833524 A1 [0039]

- US 6041099 F [0039]
- DE 102004052350 **[0045]**
- DE 102006015933 B3 [0048] [0061]

# In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

 M. Schuster et al. Proc. SPIE, 1999, vol. 3767, 183-198 [0039]