DOKUMENTENNAME:

Pflichtenheft: RTK-Steuerprogramm
Teil: Diffraktometrie/Reflektometrie-Gesamtvorgang

FUNKTION:

Diffraktometrie/Reflektometrie-Gesamtvorgang - old

Autor: U.Sacklowski
Dokumentversion: v29.03.00

Fachlicher Hintergrund:

Einen Überblick über den fachlichen Hintergrund, als auch über wesentliche Anforderungen an das Systems finden Sie unter "II. Überblick - Datailüberblick".

Ablauf des Gesamtvorganges:

1. Justage des Gerätes (Referenzpunktlauf für den Detektor)
2. Probe auf dem Probenteller fixieren
3. Manuelle Justage der Probe
4. Diffraktometrie/Reflektometrie
4.1 StepScan für Diffraktometrie/Reflektometrie
4.2 AreaScan für Diffraktometrie/Reflektometrie
5. Diffraktometrie/Reflektometrie: Meßwerte darstellen und transformieren

1. Justage des Gerätes (Referenzpunktlauf für den Detektor)

Ausgangspunkt ist der reine Röntgenstrahl, d.h., die Probe befindet sich noch außerhalb des Röntgenstrahles. Ziel des Referenzpunktlaufes ist die genaue Positionierung des Detektors in diesem Röntgenstrahl (Primärstrahl (?)). Der angestrebte Punkt heißt Referenzpunkt. Er fällt normalerweise nicht mit dem absoluten Nullpunkt des für den Detektor zuständigen Motors (Theta) zusammen.

Der Realisierung des Referenzpunktlaufes dient die Dialogbox: "Grundstellung anfahren" bzw. "Reference_Point_Handling" (engl.) (Abb.).

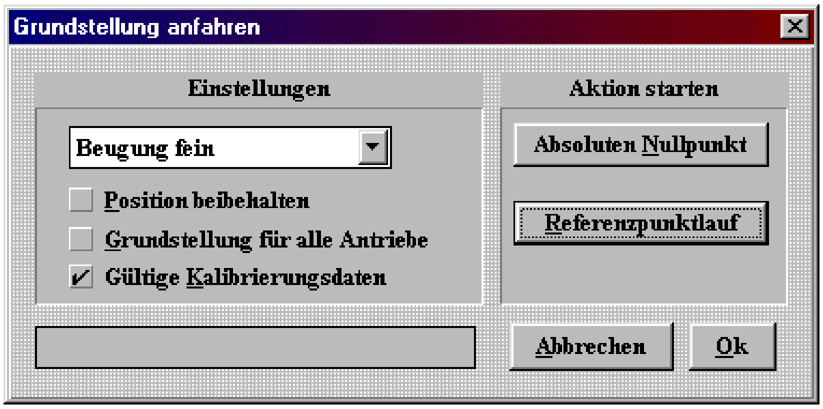


Abb.: Dialogbox für den Referenzpunktlauf (dt.)

Nach Auswahl des Detektor-Motors Theta wird nach der Betätigung des Referenzpunkt-Lauf - Knopfes der Refrenzpunkt angefahren (??, wieso ?, sucht er max, Intensität?).
Dieser Referenzpunkt stellt nun den Nullpunkt für Theta dar (?, rel Null? wo gesetzt?)

2. Probe auf dem Probenteller fixieren

Die Probe wird durch Kleben oder mit einer Folie an dem senkrecht stehenden Probenteller fixiert.

3. Manuelle Justage der Probe

Ziel der manuellen Justage ist es, die Probe "mittig" in den Röntgenstrahl zu bringen. Ein Beispiel einer möglichen Schrittfolge zeigt die nachfolgende Abbildung. Beteiligte Motoren hierbei können Y (Translation), Omega (Einfallswinkel), Psi (Verkippung) und Phi (Drehung) sein (siehe übernächste Abb.).

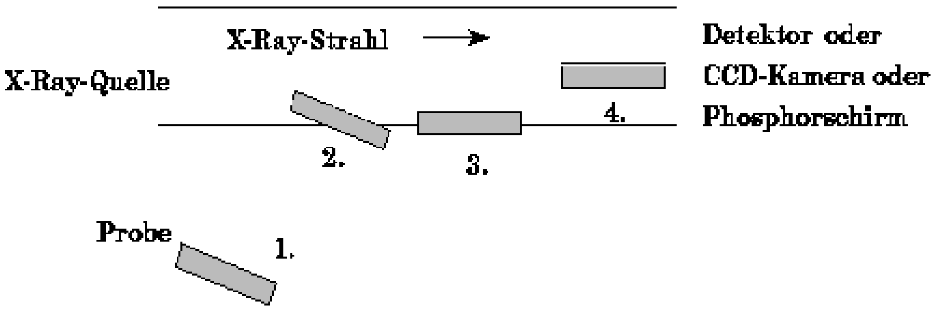


Abb.: Manuelle Justage: Beispiel einer Schrittfolge

Die Endlage (4.) wird durch zwei Y-Translationen (1 -> 2; 3 -> 4) und eine Omega-Drehung (2 -> 3) erreicht

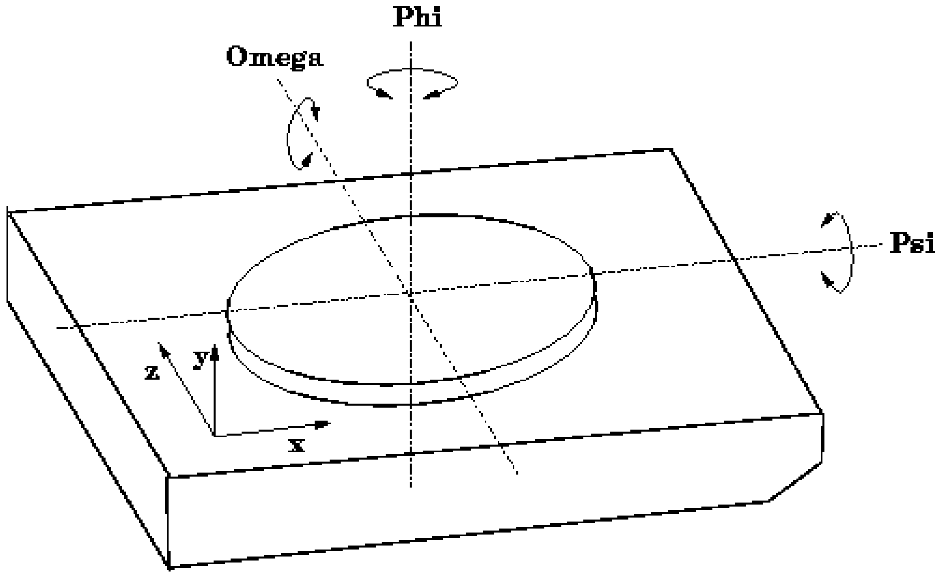


Abb.: Freiheitsgrade der Probe bei der Diffraktometrie/Reflektometrie (Probe auf Probenhalter liegend)

Omega, Phi, Psi: Dreh-Freiheitsgrade
x, y, z: Translations-Freiheitsgrade

Hinweis: Am Meßplatz steht die Probe senkrecht.

Der Realisierung der manuellen Justage dient die Dialogbox "Manuelle Justage" (Abb.).

Als aktueller Antrieb werden die Motoren Y (Translation), Omega (Einfallswinkel), Psi (Verkippung) und Phi (Drehung) benutzt. Zur Bewegung werden der Schritt- und der Fahrbetrieb verwendet. In der abschließenden Position wird für Omega die relative Null (Offset) gesetzt.

Nicht benötigt werden die Antriebs-Schnellwahl und die Funktion "Halbwertsbreite messen".

4. Diffraktometrie/Reflektometrie

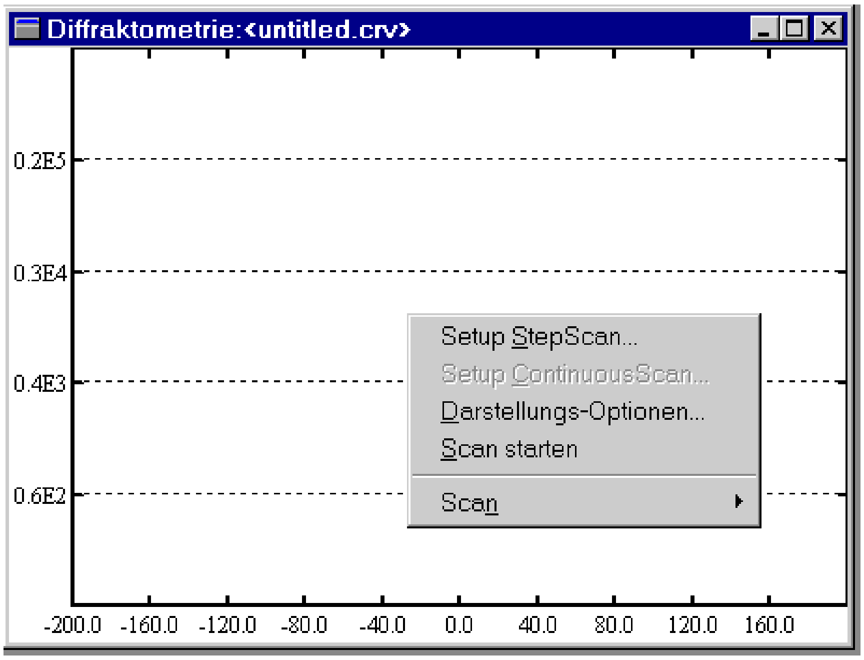
4.1 Stepscan für Diffraktomatrie/Reflektometrie

Im Unterschied zum AreaScan wird hier bei den Physikern vom StepScan gesprochen. In sofern ist die entsprechende Menüfunktion "Öffnen; Scan-Fenster" nicht konsistent.

4.1.1 Stepscan Öffnen
4.1.2 Meßparameter festlegen
4.1.3 Darstellung der Meßergebnisse festlegen
4.1.4 Stepscan starten und ausführen
4.1.5 Stepscan kontinuierlich fahren
4.1.6 Meßergebnisse aus der Meßergebnis-Datei anzeigen
4.1.7 Aufbau der Meßergebnis-Datei

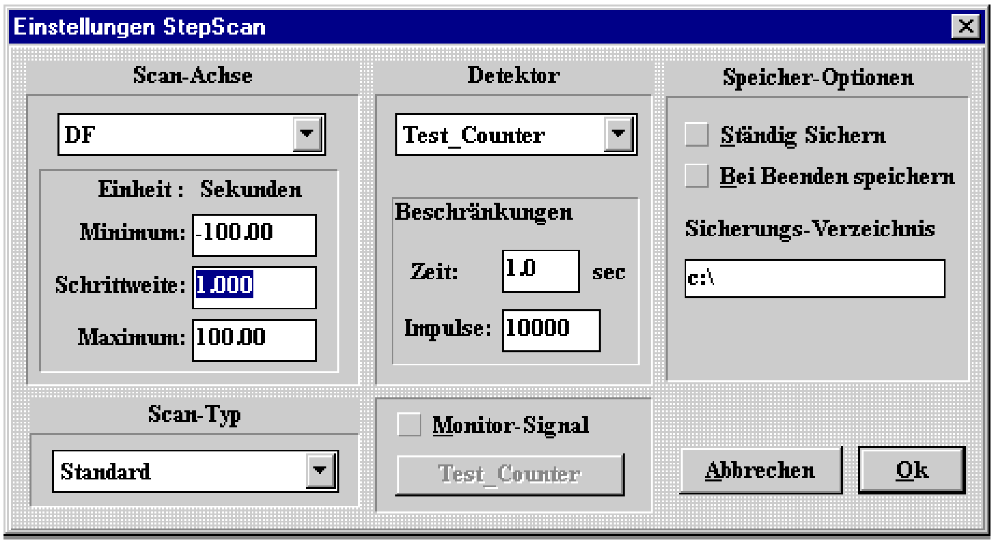
4.1.1 Stepscan Öffnen

Über die Funktion "Öffnen; Scan-Fenster" wird das Stepscan-Fenster geöffnet. Titel des Fensters: Diffraktometrie. (Diffraktometrie ist zu eng, besser "Diffraktometrie/Reflektometrie. Besser noch wäre der Titel "StepScan", als Gegenstück zu dem Fenster "AreaScan".). Über die rechte Maustaste erscheint ein PopUp-Menü (Abb.).



4.1.2 Meßparameter festlegen

Über die Funktion "Setup StepScan..." öffnet sich die Dialogbox:



Feld: Scan-Achse und Scan-Typ

Scan-Typ: Standard

Bewegt wird nur eine Achse (Einachsen-Scan). Diese wird im Scan-Achsen-Feld angegeben. Gewählt wird zwischen der Probenachse "Omega" oder der Detektorachse "Theta". Zu dieser Achse wird der Scanbereich (Minimum, Maximum) und die Scan-Schrittweite spezifiziert.

Scan-Typ: Omega-2Theta

Bewegt werden die Achsen Omega und Theta (Zweiachsen-Scan mit dem Verhältnis Omega:Theta = 1:2). Die Angaben zu Omega erfolgen im Scan-Achsen - Feld. Die Angaben zu Theta auch (?), dann das Verhältnis 1:2 beachten. Oder der Theta-Startpunkt wird über die Dialogbox "Manuelle Justage" angefahren. Schrittweite und Maximum ergeben sich dann aus dem Verhältnis 1:2.

Feld: Detektor

Auswahl des Detektors. Bei Wahl eines Psd's wird wohl nur der integrale Zählwert genommen (keine Unterteilung in Kanäle möglich). Die Beschränkungsbedingungen sind gleich, wie an anderer Stelle zu den Detektoren auch. Die Impulszahl ergibt sich mit Ablauf der Zählzeit, oder, falls vor Ablauf dieser Zeit die Zahl der vorgegebenen Impulse erreicht wird, so werden diese auf die Zählzeit hochgerechnet, und die Zählung beginnt von Neuem.

Feld: Monitor-Signal

Mit Aktivierung des Monitor-Signal - Buttons ist im darunter liegenden Feld die Auswahl eines Monitor-Detektors möglich. Dies ist dann ein zweiter Detektor. Er soll die Konstanz des Röntgenstrahles kontrollieren. Seine Installation erfolgt im rechten Winkel zum X-Strahl vor der Probe. Dabei wird ein geringer Teil der X-Strahlung durch Einbringen einer Folie (45 Grad) zum Monitor umgelenkt.

(Diese Funktion wird in der Physik nicht benutzt. Sie ist (war?) in Hamburg wegen starker Abweichungen nötig.)

Feld: Speicher-Optionen

Die vom Detektor gemessenen Daten können schritthaltend mit der Messung in einer Datei und/oder am Ende der Messung in einer zweiten Datei abgelegt werden. Im Feld "Sicherungs-Verzeichnis" ist ein Laufwerk spezifizierbar. Genauere Angaben werden vor dem Start des Scans "Scan Starten" über eine Windows-Dialogbox abgefragt. Hier ist auch das Laufwerk änderbar (siehe 4.1.4).
Dateiaufbau: siehe 4.1.7

Feld: Abbrechen

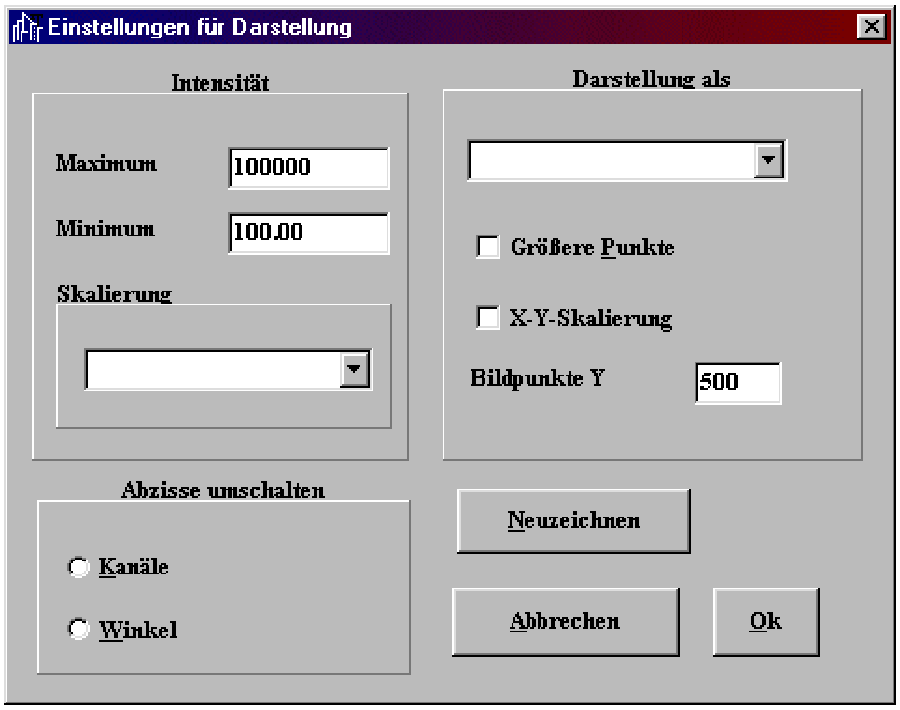
Abbruch des Dialoges.

Feld: OK

Beenden des Dialoges und Übernahme der Werte.

4.1.3 Darstellung der Meßergebnisse festlegen

Über die Funktion "Darstellungs-Optionen..." öffnet sich die Dialogbox:



Da beim StepScan nur Kurven dargestellt werden und der Psd nur integral mißt, ist hier nur eine eingeschränkte Auswahl möglich (volle Auswahl beim AreaScan, der die gleiche Dialogbox verwendet).

Feld: Intensität

Maximum, Minimum: Zahl der Impulse je Zeiteinheit
Hier kann der Bereich aus den gemessenen Daten ausgewählt werden, der auf dem Bildschirm dargestellt werden soll. Minimum und Maximum ergeben die Grenzwerte auf der Ordinate. (Abgespeichert in der Datei werden alle gemessenen Werte.)

Skalierung: Logarithmic, Linear, User
Einteilung der Ordinate. User (?), - kann entfallen.

Feld: Abzisse umschalten

(?). Nur für Psd relevant. Hat für StepScan wohl keine Bedeutung, da hier nur integrale Zählung möglich ist und damit keine Unterteilung des Psd-Drahtes in Winkel oder Kanäle erfolgen kann.

Feld: Darstellung als

Auswahl: Curve, RL-Bitmap, Raw Matrix

Für Stepscan ist nur die Form Curve möglich (Bsp. in der Abb. weiter unten). Alle übrigen Angaben sind hier nicht aktiv (sind ausgegraut).

Buttom: Neuzeichnen

Voraussetzung: es ist eine Kurve im Stepscan-Fenster abgebildet. Ändert man nun die Werte im Feld "Intensität", so wird die Kurve mit neuer Ordinatenskala gezeichnet.

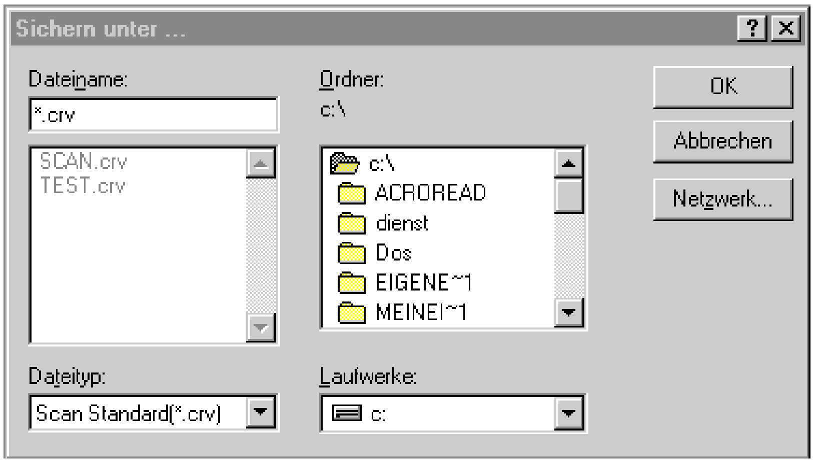
Buttoms: Abbrechen, OK

Siehe Dialogbox: Einstellungen StepScan (Pkt. 4.1.2)

4.1.4 Stepscan starten und ausführen

Funktionen "Scan starten" und "Scan Fixieren/Löschen/Speichern" (letzte Pop-Up - Funktion)

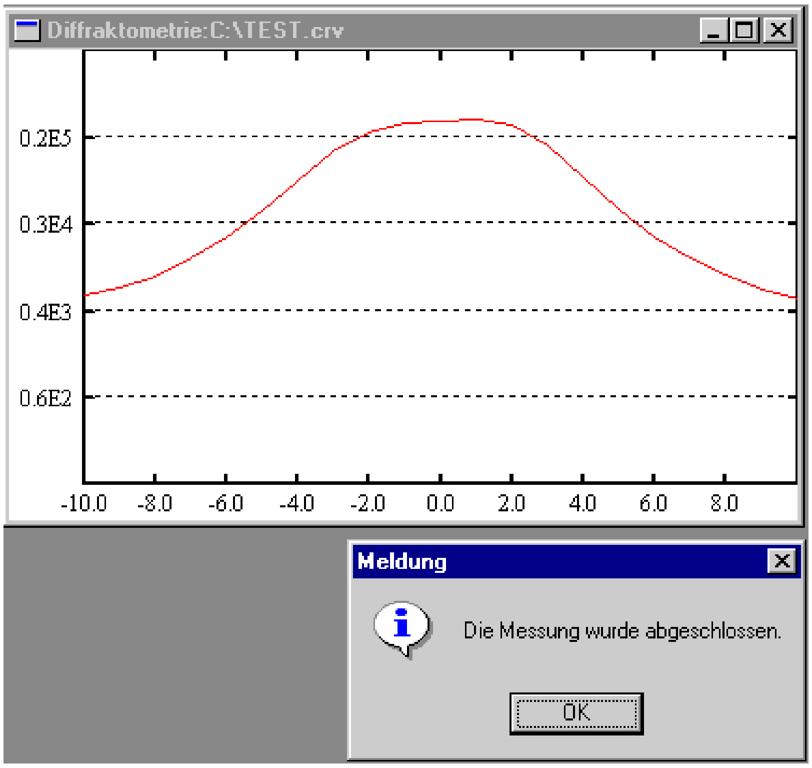
Funktion: **"Scan starten"**
Die Funktion bewirkt letztlich den Scan-Start. Zuvor werden jedoch, abhängig von den gewählten Speicheroptionen in der Dialogbox "Einstellungen StepScan", ein bzw. zwei Dateinamen mit Lw. und Pfad abgefragt. Beispiel für eine Dateiangabe ist aus den beiden nachfolgenden Abb. ersichtlich. Der Dateityp ist "crv".



Nach der Eingabe der Dateinamen muß der Start des Scans noch einmal bestätigt werden (Abb.). In dieser Messagebox "Start Scan" müßte statt DF dann Omega oder Theta stehen. Der Bereich gibt den zu scannenden Winkelbereich an.

Die Kurve wird nun schrittweise im StepScan-Fenster gezeichnet (rot) und ein mögliches Ergebnis zeigt nachfolgende Abb.
Ordinate: logarithmische Intensität
Abzisse: Gescannter Winkelbereich von -10 bis +10 Bogensekunden.
Titel: Daten werden unter C:\TEST.crv abgelegt

Abschließend erfolgt eine Endenachricht (Abb.).



Parallel zur Messung werden die Daten in der unter "Ständig Sichern" spezifizierten Datei abgelegt, nach Beendigung der Messung in der unter "Bei Beenden speichern" spezifizierten.

Es könnte nun ein weiterer Scanlauf folgen. Neue Sicherungsdateien sind wählbar. Die bereits dargestellte Kurve wird gelöscht.

Funktion: Scan Fixieren / Löschen / Speichern

Scan Fixieren:

Die bereits gemessenen und im Scan-Fenster dargestellten Kurven werden fixiert, d.h. ein nachfolgender weiterer Scan erzeugt eine weitere Kurve mit weiteren Sicherungsdateien. Die ursprünglich rote Kurve wird blau, die neue wieder rot.

Scan Löschen:

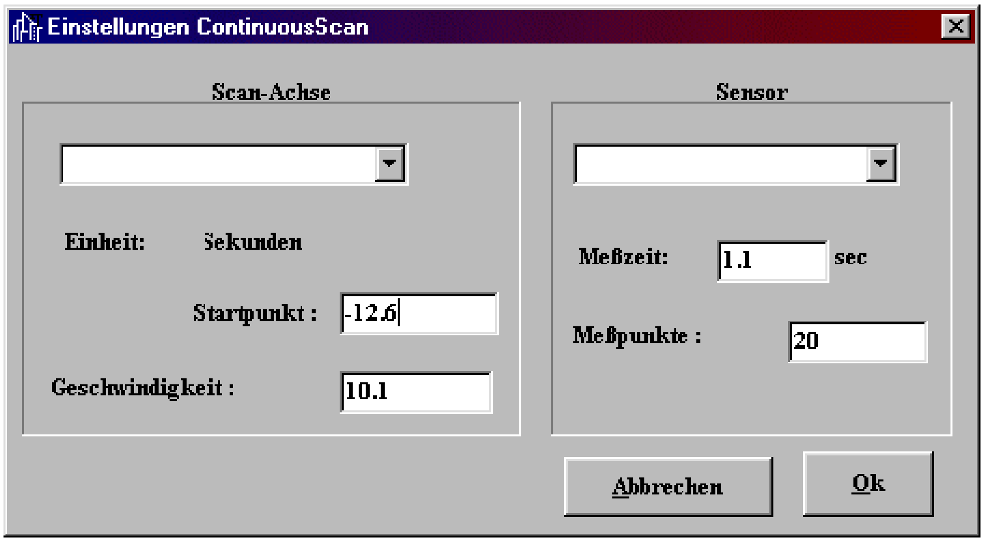
Der letzte im Scan-Fenster dargestellte Scan wird gelöscht. Die zugehörigen Sicherungsdateien bleiben erhalten.

Scan Speichern:

Zusätzlich zu den beiden Sicherungsdateien sind die Daten in einer weiteren Datei vom Typ "bk" speicherbar, - genannt auch "Vergleichsscan".

4.1.5 Stepscan kontinuierlich fahren

Im Unterschied zum "Setup StepScan", wo der Scanbereich durch Anfangs-, Endewinkel und Schrittweite festgelegt wird, erfolgt hier die Festlegung durch den Anfangswinkel, die Geschwindigkeit, die jeweilige Meßzeit und die Anzahl der Meßpunkte (Abb.).



4.1.6 Meßergebnisse aus der Meßergebnis-Datei anzeigen

Über die Funktion "Öffnen; Scan-Fenster" wird das StepScan-Fenster geöffnet. Anschließend kann über die Funktion "Datei; Nachladen ..." eine Meßergebnis-Datei ausgewählt werden. Als Ergebnis wird die entsprechende Kurve angezeigt.

4.1.7 Aufbau der Meßergebniss-Datei

Bsp. 1: Scan-Typ: Standard

```
Comment=Diffraktometrie-Meßplatz    /*AE*/
[Header]
User=Gartstein    /*AE*/
Date=15.05.2000 Time=17:42:08    /*BS*/
DataOffset=1000  /*?*/
Point_Number=21 /*errechnet aus: Min, Schrittweite, Max*/
FileType=1   /*?*/
Target=1445  Reflection=[000] Orientation=[001]    /*AE*/
ArgumentMin=-10.00  ArgumentWidth=1.000 ArgumentMax=10.00   /*ES: Scan-Achse*/
WaveLength=1.540 Current=25  HV=30   /*AE*/
TimePerScan=1.00   /*ES: Detektor*/
[Data]
-9.998   530.2849   0.0000   /* Winkel Omega;  Detektor-Meßwert; Winkel: 2 Theta */
-8.999   628.6367   0.0000
-7.995   849.3754   0.0000
```

-6.996   1173.1509   0.0000
-5.998   1869.6578   0.0000
-4.999   3324.6497   0.0000
-3.995   6308.4224   0.0000
-2.996   11779.9170   0.0000
-1.997   18131.5430   0.0000
-0.999   21413.2988   0.0000
0.000   22541.0898   0.0000
1.004   23267.3555   0.0000
2.003   20869.2754   0.0000
3.002   13469.2734   0.0000
4.000   6937.8330   0.0000
5.005   3470.7600   0.0000
6.004   1964.4679   0.0000
7.002   1231.4954   0.0000
8.001   886.4710   0.0000
9.005   617.1450   0.0000
10.004   499.9311   0.0000

/* ... */   Kommentare, nicht im Datenfile enthalten
AE: aus Dialogbox: "Allgemeine Einstellungen", über; Einstellungen, Programm ...
BS: aus Betriebssystem
ES: aus "Einstellungen StepScan"

Bsp. 2: Scan-Typ: Omega - 2 Theta

(Der einzige Unterschied scheint im Data-Teil mit den 2 Theta - Werten zu liegen.)

Comment=Diffraktometrie-Meßplatz
[Header]
User=Gartstein Date=15.05.2000 Time=17:51:50 DataOffset=1000
Point_Number=21 FileType=1
Target=1445 Reflection=[000] Orientation=[001]
ArgumentMin=-10.00 ArgumentWidth=1.000 ArgumentMax=10.00
WaveLength=1.540 Current=25 HV=30
TimePerScan=1.00
[Data]
-9.998   514.2849   -20.1857
-8.999   647.6367   -18.1047
-7.995   849.3754   -16.0237
...
-0.999 21382.2988 -2.0810
0.000 22541.0898 0.0000
1.004 23251.3555 1.8729
...
10.004 513.9311 19.9776