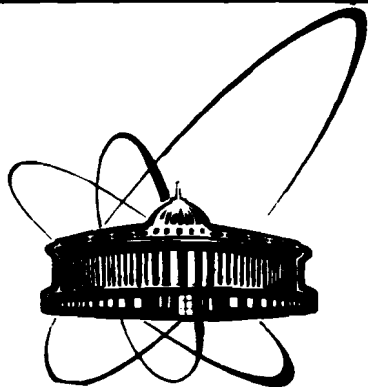


89-841



ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

Т 82

10-89-841

А.Б. Тулаев

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ
РЕНТГЕНОВСКИМ ДИФРАКТОМЕТРОМ ДРОН-ЗМ
НА БАЗЕ ПК ТИПА ИВМ РС/ХТ/АТ

Направлено в журнал "Приборы и техника эксперимента"

1989

Описанию этой системы и предоставляемых ею возможностей для проведения рентгеноструктурных исследований и посвящается данная работа.

1. ВВЕДЕНИЕ

Рентгеноструктурный анализ находит широкое применение в научно-исследовательской работе и в промышленности как быстрый и надежный метод контроля качества материалов¹. Промышленно выпускаемые стационарные рентгеновские дифрактометры типа ДРОН-3М позволяют производить прецизионные измерения структуры и параметров монокристаллических и поликристаллических материалов при различных температурах и внешних условиях, определять углы среза монокристаллических пластин, текстуры (преимущественные ориентации) поликристаллических образцов и полимерных веществ.

Дифрактометры оснащены достаточным набором рентгеновских трубок с хорошей интенсивностью пучков рентгеновского излучения и малыми размерами излучающего фокуса. Электромеханические узлы дифрактометров (гониометр ГУР-8, высоковольтный источник питания рентгеновской трубки ИРИС) надежны и стабильны в эксплуатации.

Однако с позиций современной измерительной техники совершенно неудовлетворительной частью дифрактометра является его комплекс управляющей электроники КУД-1 и устройства вывода информации, не обеспечивающие ни наглядного диалога с пользователем, ни удобного представления данных, ни средств их обработки и переноса в современные ЭВМ, но обладающие, помимо прочего, низкой надежностью, что не позволяет реализовать большие возможности, заложенные в рентгеновскую и гониометрическую части дифрактометра.

Поскольку для получения качественных результатов требуется значительная математическая обработка измеренных дифрактограмм (коррекция положений отражений, нормализация спектров и вычисление интенсивностей рефлексов, расшифровка спектров и другие, более сложные виды обработки типа анализа по Ритвельду), существенной частью дифрактометра становится система сбора и регистрации данных, позволяющая провести все эти операции на линии с достаточно производительной и универсальной ЭВМ, имеющей внешние накопители, возможности работы с графикой и развитое программное обеспечение.

Поэтому было решено полностью отказаться от комплекса управляющей электроники и создать автоматизированную систему управления рентгеновским дифрактометром ДРОН-3М на линии с ПК типа IBM PC/XT/AT.

2. СТРУКТУРА СИСТЕМЫ

Автоматизированная система управления рентгеновским дифрактометром выполняет функции управления электромеханическими узлами гониометра ГУР-8, измерения и накопления данных, а также представления информации.

Объектами управления системы являются:

- 1) привод гониометра — синхронный двигатель переменного тока типа СД-54;
- 2) приставка (головка) гониометра — двигатель постоянного тока типа ДПМ-20;
- 3) электромагнитная заслонка рентгеновского пучка — типа СКР-2.

Предметом измерения являются:

- 1) регистрация средней скорости счета (интенсивности) импульсов с блока детектирования типа БДС-6 (содержащего детектор NAI (TI) Д106-02, фотоэлектронный умножитель ФЭУ-85 и предусилитель) в заданном амплитудном диапазоне при следующих характеристиках входного сигнала:
 - полярность — отрицательная;
 - амплитуда — от 0,5 до 1000 мВ;
 - мертвое время — не менее 2 мкс;
- 2) счет синхроимпульсов с фотодатчиков привода с целью идентификации углового положения детектора.

Функционально система (рис. 1) состоит из следующих частей: крейта КАМАК с расположенными в нем

- усилителем детекторного сигнала и амплитудным дискриминатором;
- модулем управления (приводом) гониометром МУГ;
- системой питания блока детектирования и исполнительных механизмов

и ПК типа IBM PC/XT/AT с периферийными устройствами (накопителем на магнитном диске, принтером и пр.) и установленным в нем модулем управления и организации измерений.

Модули системы, размещенные в крейте КАМАК, используют лишь его механический конструктив и источники питания, магистраль КАМАК не используется.

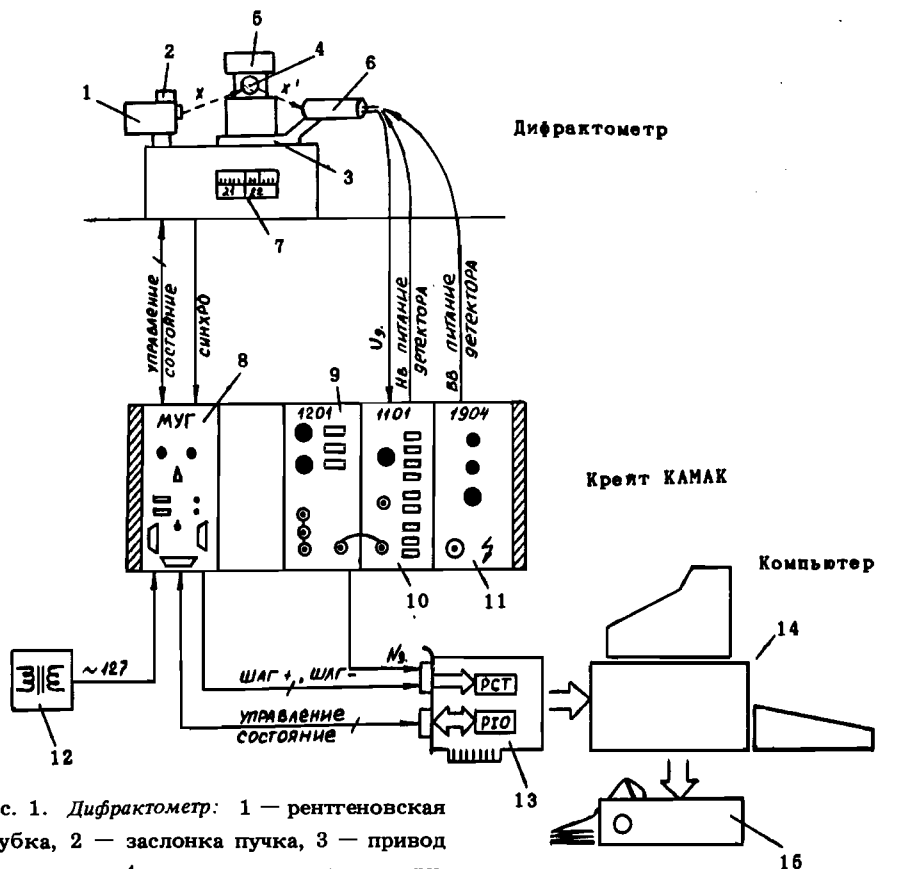


Рис. 1. Дифрактометр: 1 — рентгеновская трубка, 2 — заслонка пучка, 3 — привод гониометра, 4 — гониометрическая приставка, 5 — двигатель приставки, 6 — детектор, 7 — шкала гониометра. Крейт КАМАК: 8 — модуль управления гониометром, 9 — дискриминатор, 10 — усилитель, 11 — источник высокого напряжения, 12 — трансформатор. Компьютер: 13 — модуль управления и организации измерений, 14 — ПК типа IBM PC/XT/AT или совместимый, 15 — принтер типа EPSON или совместимый.

3. ЭЛЕКТРОННЫЕ МОДУЛИ КОМПЛЕКСА

Спектрометрический усилитель и амплитудный дискриминатор

Спектрометрический усилитель и дискриминатор предназначены для усиления и селекции детекторного сигнала по амплитуде, а также формирования счетных TTL-импульсов для модуля управления и организации измерений.

В качестве спектрометрического усилителя используется усилитель с активными фильтрами типа 1101 производства POLON (ПНР), характеризующийся

- допустимым входным напряжением ± 15 В;
- максимальным коэффициентом передачи 1900 В/В с возможностью шаговой и плавной регулировки;
- интегральной нелинейностью менее 0,2%.

Усилитель имеет дополнительный выходной разъем для низковольтного питания предусилителя блока детектирования.

В качестве амплитудного дискриминатора используется интегрально-дифференциальный дискриминатор типа 1201 производства POLON (ПНР), имеющий следующие параметры входного сигнала:

- максимальная амплитуда ± 15 В;
- диапазон рабочих амплитуд от 0,1 В до 10,0 В;

параметры выходного сигнала:

- уровень: TTL-совместимый;
- ширина импульса: 0,5 мкс;
- задержка выходного импульса: $1 \pm 0,2$ мкс;

режимы работы:

- однопороговый с диапазоном дискриминации амплитуды от 0,1 до 10,0 В;
- двухпороговый с диапазоном регулировки порогов от 0,1 до 10,0 В;
- "окошечный" с диапазоном регулировки порога от 0,1 до 10,0 В и диапазоном регулировки окна от 0,1 до 2,0 В.

Источник высоковольтного питания детектора

В качестве источника высоковольтного питания детектора используется блок типа 1904 производства POLON (ПНР), имеющий

- выходное напряжение от 250 до 2500 В положительной или отрицательной полярности, с возможностью ступенчатой или плавной регулировки при точности установки 1%;
- выходной ток — не менее 1,2 мА.

Очевидно, что в качестве спектрометрического усилителя, дискриминатора и источника высоковольтного питания детектора могут быть использованы какие-либо другие блоки КАМАК, близкие по техническим данным к описанным.

Модуль управления гониометром

Модуль управления гониометром (привод) МУГ содержит силовую часть управления электромеханическими узлами гониометра и реализует как TTL-интерфейс между ГУР-8 и компьютером, так и функции ручного управления приводом, приставкой и заслонкой.

Переменное напряжение питания двигателя привода 127 В, формируемое дополнительным трансформатором, а также питание лампы подсветки шкалы (6 В — 5 А), поступающее непосредственно с шины — 6 В магистрали крейта, вводятся в МУГ через отдельный разъем.

Модуль управления и организации измерений

Модуль управления и организации измерений представляет собой плату, выполненную в конструктиве электроники ПК и установленную в один из разъемов системного блока. Он содержит БИС счетчиков-таймеров типа К580ВИ53 и параллельного интерфейса типа К580ВВ55^{1/2}, при помощи которых осуществляются функции накопления данных и управления гониометром.

Две БИС К580ВИ53 содержат в себе шесть многорежимных независимо программируемых 16-разрядных декрементных счетчиков. Функционально каналы распределяются следующим образом:

- два последовательно включенных счетчика, тактируемые сигналами СЛОК или ОСС системной шины (с возможностью их предварительного деления на 2, 4, 8, 16), образуют таймерный канал, задающий время экспозиции в пределах от 2 мкс до 55 мин;
- два последовательно включенных счетчика образуют счетный канал для счета детекторных импульсов;
- два счетчика используются для счета импульсов ШАГ+, ШАГ-, формируемых из синхроимпульсов фотодатчиков привода гониометра модулем МУГ, согласно которым определяется текущее угловое положение детектора.

БИС параллельного интерфейса К580ВВ55 имеет 3 независимо программируемых байтовых порта ввода-вывода, два из которых используются для связи с модулем МУГ:

Порт А (выходной) — служит для отправки в МУГ управляющих сигналов (команд);

Порт В (входной) — служит для идентификации состояния гониометра.

4. ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Основой программного обеспечения измерений является программа XDIF, которая предоставляет возможности осуществлять оперативное управление установкой, производить съем рентгенограмм в полуавтоматическом и автоматическом режимах с отображением данных на экране и накоплением их в памяти и на внешнем носителе, представлять инфор-

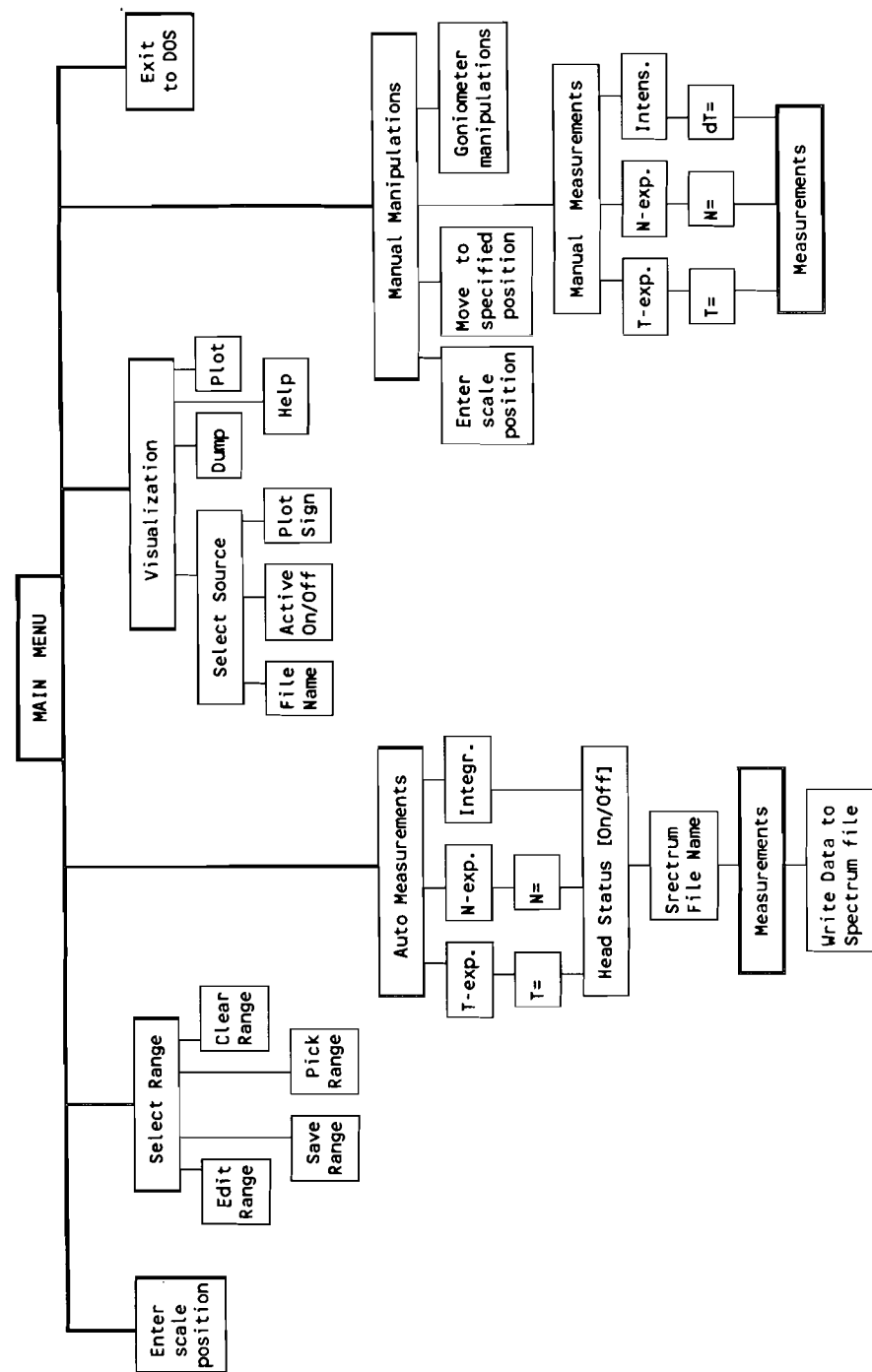


Рис. 2

мацию в графическом виде с возможностью получения "твердой" копии".

Пользовательский интерфейс реализован в виде вложенных экранных меню, имеющих оконную структуру (рис. 2).

Из главного меню (MAIN MENU) возможен выбор следующих основных режимов:

1. Enter Scale Position (ввод текущей позиции шкалы гониометра)

После того как вращением ручек привода было выбрано определенное угловое положение гониометра, его значение следует считать со шкалы и ввести в программу, после этого оно будет отслеживаться автоматически при всех программно управляемых перемещениях. Программа также определяет момент достижения приводом крайних положений (концевых выключателей).

2. Select Range (выбор диапазонов измерений)

При работе в автоматическом режиме измерения производятся последовательно в каждом из 12 возможных угловых диапазонов. Каждый из диапазонов, определяемый начальным и конечным положением и интервалом сканирования, может быть введен с клавиатуры в режиме экранного редактирования (Edit Range).

Список диапазонов может быть сохранен (Scale Range) в файле, имя которого выбирается пользователем в диалоге произвольно, а расширение RNG фиксировано, а также считан (Pick Range) из ранее созданного файла.

3. Auto Measurements (автоматический режим измерений)

При работе в автоматическом режиме работы в заданных диапазонах реализуются следующие возможности:

3.1. Измерение суммарного числа детекторных импульсов за заданный временной интервал T (T-exposure);

3.2. Измерения времени набора заданного числа детекторных импульсов N (N-exposure);

3.3. Измерения числа детекторных импульсов в определенных для данного диапазона равных угловых интервалах при непрерывном сканировании (движении детектора) (Integral). Данный режим удобен для экспресс-анализа образца в широком угловом диапазоне.

При работе в любом из этих режимов пользователем в диалоге определяется состояние гониометрической приставки (головки) — включенное или выключенное (Head Status [On/Off]) и имя файла, в который будут записываться данные (Spectrum File Name). Спектр-файл имеет фиксированное расширение XSP. В случае, когда запоминание данных на внешнем носителе не требуется, имя спектр-файла может быть определено как NUL.

Во время измерения на экране отображаются данные в виде текстовых строк, показывающих порядковый номер точки диапазона, угловое положение детектора и результат измерения в данной точке.

Данные текущего (последнего) измерения хранятся в буфере в оперативной памяти ПК.

4. Visualization (визуализация данных)

В режиме визуализации данных возможно отображение на экране данных в текстовом или графическом виде. Программа может оперировать одновременно с несколькими источниками данных, а именно: с буфером в оперативной памяти ПК и одним или двумя файлами, хранящимися на внешнем носителе.

В этом режиме осуществляются следующие функции:

4.1. Select Source (выбор источников данных)

4.1.1. File name (выбор файла)

Имя файла либо вводится с клавиатуры, либо при использовании знаков *, % в спецификации файла выбирается из изображаемого на экране каталога при помощи маркера. После того как имя определено, происходит загрузка спектр-файла с диска.

4.1.2. Active On/Off (источник активен — не активен)

Каждый из источников данных, если он определен, может быть "включен" либо "выключен" для графической визуализации.

4.1.3. Plot Sign (выбор вида графического маркера)

Чтобы различать графики разных спектров, точки каждого из них маркируются различного вида значками (+, x, o, * и т.п.). Данный режим позволяет изменить установленные по умолчанию виды маркеров.

4.2. Dump (распечатка на экране в текстовом виде)

Каждый из источников данных, если он определен, может быть распечатан на экране в виде текстовых строк в том же формате, в котором данные выводятся в режиме измерений (см. п.3).

4.3. Plot (построение графиков)

В этом режиме данные из источников, определенных как активные, изображаются на экране в графическом виде. При помощи команд с клавиатуры возможно преобразование графиков (сдвиг, сжатие, масштабирование и вывод образа экрана на принтер).

4.4. Help (подсказка)

Выводит на экран краткое описание команд режима визуализации.

5. Manual Manipulations (режим ручного управления гониометром и измерениями)

При работе в этом режиме осуществляются следующие функции:

5.1. Enter Scale Position (ввод текущей позиции шкалы гониометра) — см. п. 1

5.2. Move to Specified Position (вывод гониометра в определенное угловое положение)

5.3. Goniometer manipulations (ручное управление узлами гониометра с клавиатуры)

В этом режиме пользователь может при помощи клавиш функциональной клавиатуры в соответствии с изображаемой на экране таблицей-подсказкой вручную манипулировать электромеханическими узлами гониометра: запускать привод в прямом и обратном направлении, открывать и закрывать заслонку пучка, включать постоянно либо на короткий момент (шаг) и выключать двигатель гониометрической приставки.

5.4. Manual Measurements (измерения "вручную")

5.4.1. Измерение суммарного числа детекторных импульсов за заданный временной интервал T (T-exposure) в данном положении детектора.

5.4.2. Измерение времени набора заданного числа детекторных импульсов N (N-exposure) в данном положении детектора.

5.4.3. Измерение интенсивности детекторных импульсов, усредненное за заданный интервал времени dT (Intensity). В режиме измерения интенсивности привод гониометра может быть приведен в движение при помощи клавиш функциональной клавиатуры, что позволяет "вручную" пройти некоторый угловой диапазон. Этот режим весьма полезен для качественной экспресс-оценки характера интенсивности (загрузки), установки коэффициента усиления преусилителя и порогов дискриминатора.

Результаты измерений отображаются на экране, записи их на внешний носитель не производится. Измерение с заданными параметрами повторяется циклически, пока пользователь командой с клавиатуры не пожелает изменить параметры либо закончить измерения.

6. Exit to DOS (выход в ДОС)

Работа программы завершается выходом в операционную систему, все программные установки и данные в буфере теряются.

Оконная структура, наличие меню и контекстных подсказок делает процесс общения с программой XDIF простым для обучения, наглядным и удобным.

Из дополнительного программного обеспечения, используемого при исследованиях на рентгеновском дифрактометре, следует отметить такие пакеты, как GRAFER, используемый для графического представления данных на экране и имеющего широкий набор драйверов для раз-

личных принтеров и плоттеров, и STATGRAF, используемый для статистической обработки экспериментальных данных и также имеющий большие возможности управления выводом.

5. ПРИМЕНЕНИЕ ДРОН-ЗМ ДЛЯ СТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Модернизированный дифрактометр ДРОН-ЗМ использовался для измерения порошковых дифрактограмм высокотемпературных сверхпроводников, палеонтологических образцов и различных пленочных материалов¹³.

В качестве примера на рис. 3 приведена рентгенограмма высокотемпературного сверхпроводника $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, на которой помимо основных рефлексов исследуемой структуры видны линии примесей BaCO_3 ($2\theta = 28^\circ$) и $\text{Ho}_2\text{BaCuO}_5$ ($2\theta = 34,7^\circ$), а также калибровочные линии меди ($2\theta = 50,756^\circ$ и $2\theta = 59,325^\circ$). Измерения выполнены на K_α -излучении Co с 10-микронным фильтром Fe. Шаг измерений $0,05^\circ$, время экспозиции каждой точки 5 с.

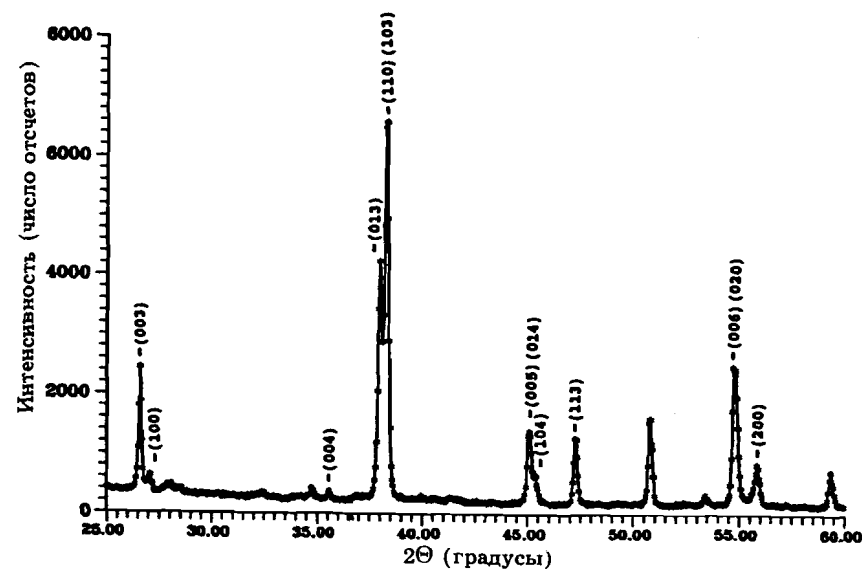


Рис. 3

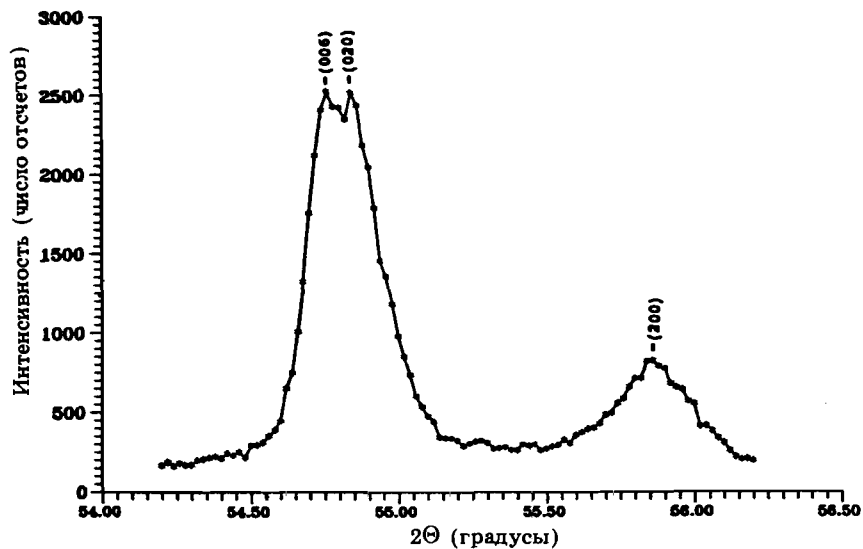


Рис. 4

На рис. 4 приведен участок спектра от 54° до $56,5^\circ$, измеренный с шагом $0,02^\circ$. Хорошо видно наличие в этом интервале трех основных для данной структуры рефлексов: (200), (020) и (006), отчетливо наблюдать которые практически невозможно при измерениях на ДРОНе заводской комплектации.

Анализ спектров и их математическая обработка производится как на ПК, так и на ЭВМ типа PDP 11/70 и VAX, куда данные могут быть легко перенесены по существующим каналам связи.

6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Описанная система управления рентгеновским дифрактометром ДРОН-3М на базе ПК типа IBM PC/XT/AT обеспечивает накопление дифракционных спектров объемом до 4К в диапазоне углов от -100° до 160° с точностью $0,01^\circ$, мертвым временем не более 1 мкс и временем экспозиции от долей секунды до десятков минут, а также позволяет обрабатывать экспериментальные данные непосредственно на ПК или переносить их в другие ЭВМ.

Общий вид модернизированной установки приведен на рис. 5.



Рис. 5

Аппаратура и программное обеспечение системы эксплуатировались в течение года и показали высокую надежность и простоту в использовании.

В заключение автор считает своим приятным долгом выразить благодарность С.С.Павлову, М.Л.Коробченко, А.П.Сиротину, А.А.Богдзелю, Г.Ф.Жиронкину и А.С.Островному за ряд полезных обсуждений, Н.В.Хомутову за консультации и большую практическую помощь при разработке программного обеспечения, Ж.Г.Ни за техническое содействие, В.И.Лушикову и Г.П.Жукову за руководство разработкой.

Работа выполнена в рамках проекта №421 государственной программы "Высокотемпературная сверхпроводимость".

ЛИТЕРАТУРА

1. Хейкер Д.М., Зевин Л.С. — Рентгеновская дифрактометрия. М.: Государственное издательство физико-математической литературы, 1963.
2. Component Data Catalog. — Intel Corp., 1982.
3. Зайцев С.Л. и др. — ОИЯИ, P18-89-855, Дубна, 1989.

Рукопись поступила в издательский отдел
20 декабря 1989 года.

Тулаев А.Б.

10-89-841

Автоматизированная система управления рентгеновским дифрактометром ДРОН-3М на базе ПК типа IBM PC/XT/AT

Описывается автоматизированная система управления рентгеновским дифрактометром ДРОН-3М на базе ПК типа IBM PC/XT/AT, позволяющая производить управление установкой, автоматический съем и накопление рентгенограмм, а также обработку экспериментальных данных. Электроника системы состоит из крейта КАМАК с расположенными в нем аналоговыми и силовыми блоками и модуля управления и организации измерений, выполненного в стандарте электроники ПК и устанавливаемого в один из разъемов системного блока ПК. Система обеспечивает накопление дифракционных спектров объемом до 4К в диапазоне углов от -100 до 160 градусов с точностью 0,01 градуса, мертвым временем не более 1 мкс и временем экспозиции от долей секунды до десятков минут.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ. Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1989

Перевод автора

Tulaev A.B.

10-89-841

An Automated IBM PC/XT/AT Based Measurement and Control System for X-Ray Diffractometer of DRON-3M Type

An automated IBM PC/XT/AT based measurement and control system for X-ray diffractometer of DRON-3M type is described. The system permits carrying out real time diffractometer control, automatic X-spectra measurement and data acquisition, as well as experimental information computing and representation. The electronic of the system consists of a CAMAC crate with analog and power modules, and a control and measurement organization module, performed as a single board in standard of PC electronics. The system provides X-spectra acquisition up to 4K in the angle range from -100 to 160 degrees with a resolution of 0.01 degree, a dead time less than 1 mks and an exposition time from tenths of a second to dozens of minutes.

The investigation has been performed at the Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1989