

Quarzglasfasern in der instrumentellen UV-Analytik

Karl-Friedrich Klein*, Joachim Mannhardt**, Cornell P. Gonschior*, Mathias Belz***

*Kompetenzzentrum "Optische Technologien und Systeme",
Fachhochschule Gießen-Friedberg, W.-Leuschner-Str. 13, 61169 Friedberg

**JMC, Heergasse 3, 73569 Eschach

*** World Precision Instruments Inc., 175 Sarasota Center Blvd, Sarasota, FL (USA)

mailto:Karl-Friedrich.Klein@ots.fh-friedberg.de

Moderne Detektionsmethoden in der instrumentellen Analytik setzen auf faseroptische Systeme, um das Licht kontrolliert zu dem Probenvolumen und von dort zurück zum Detektor zu transportieren. Zur Langzeitstabilität des Gesamtsystems tragen hinsichtlich Transmission und Degradation verbesserte UV-Fasern und die Reinigung sowie Re-Kalibrierung von optischen Übergängen (Beobachtungsfenster) zwischen Fasern und Probenvolumen bei. Dadurch ist auch der vollautomatische Einsatz derartiger faseroptischer Instrumente bei schwierigen Umgebungsbedingungen möglich.

1 Einleitung

Die optischen, als auch die mechanischen Eigenschaften von optischen Spezialfasern haben sich im Laufe der letzten Jahre deutlich verbessert. In verschiedenen Gebieten der instrumentellen Analytik werden optische Methoden auf faseroptische Systeme übertragen, um das Licht von der Lichtquelle zur Probe und dann zum Detektorsystem zu transportieren. Dadurch wird das gesamte Detektionssystem deutlich vereinfacht.

Mit einer größeren Anzahl von Komponenten muss aber gewährleistet werden, dass das Gesamtsystem sich nicht oder nur kontrolliert verändert. Deshalb wird in diesem Beitrag ein Überblick über den aktuellen Stand von UV-Fasern hinsichtlich Transmission und Degradation gegeben. Vor allem die Reduktion von UV-Defekten im Wellenlängenbereich unter 230 nm [1,2], die zu einer wesentlich geringeren Drift des Systems führt, wird aufgezeigt.

Weitere Parameter müssen für die Langzeitstabilität beachtet werden. Deshalb wird eine faseroptische, prozessstaugliche Sonde vorgestellt die zu jedem Zeitpunkt während eines Prozesses gereinigt und re-kalibriert werden kann.

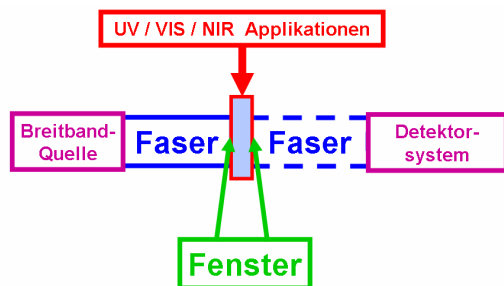


Fig.1: Prinzipieller Aufbau eines faseroptischen Mess-Systems

2 Faseroptisches Detektionssystem

Der prinzipielle Aufbau ist in Fig. 1 dargestellt [3,4]. Dabei wird auf die beiden Punkte UV-Fasern und

deren Stabilität als auch Stabile Transmission von Fenstern hingewiesen. Das Rausch- und Driftverhalten der breitbandigen Lichtquelle und Detektorsysteme werden auch in [3,5] genauer betrachtet.

3 UV-Fasern und deren Stabilität

Seit 1995 werden UV-Fasern hinsichtlich Ihrer Solarization [6,7], d.h. der Transmissionsverluste durch die Erzeugung von UV-Defekten (v.a. E'-Zentrum bei 215 nm), kontinuierlich verbessert. Seit ca. 2 Jahren wird die sog. FDP-Faser [2,8,9] angeboten; die Zusatzdämpfung bei 215 nm aufgrund des E'-Zentrums konnte von > 15 dB (1995) auf < 1,2 dB (2008) reduziert werden, bei einer Faserlänge von 2 m. Inzwischen sind typische Werte von < 0,8 dB realisierbar.

In Fig. 2 und 3 ist erkennbar, dass die Solarization zwei Komponenten hat, die zu einer permanenten und transienten Zusatzdämpfung führen. Vor allem die Zusatzdämpfung ist problematisch, da diese bei der Gesamtdrift des Systems berücksichtigt werden muss. Aber in [10] konnte gezeigt werden, dass die von der Faser verursachte Drift in GC-Systemen in der Größenordnung der Lampen- und Detektor-Drift liegt.

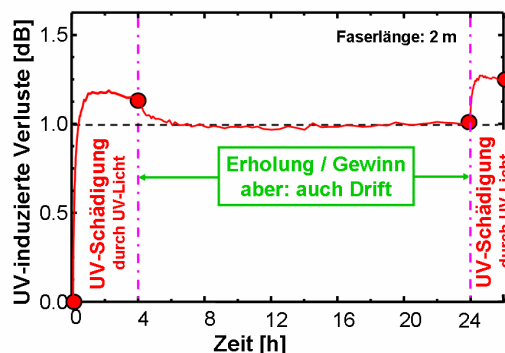


Fig.2: Zeitlicher Verlauf der Zusatzdämpfung bei 215 nm (Dämpfungsmaximum durch E'-Zentren) während und nach der UV-Bestrahlung

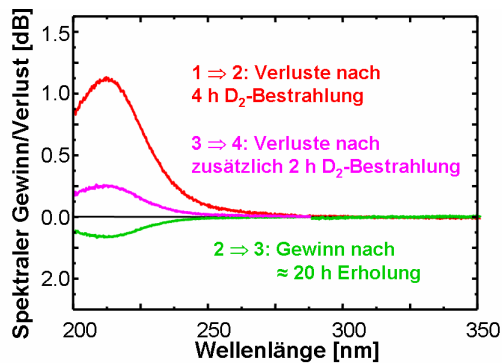


Fig.3: Spektraler Verlauf der Zusatzdämpfung nach UV-Schädigungen und Erholung (siehe Fig. 2)

4 Stabilität der Transmission an den optischen Übergängen (Fenstern)

In der optischen Prozesskontrolle sind die Übergänge zum Probenvolumen immer kritisch, vor allem durch die Verschmutzung die durch das zu untersuchende Medium (Feststoffe, Flüssigkeiten) verursacht werden kann.

Zu einer signifikanten Verlängerung der Betriebszeiten führt die *Lighthouse Probe*TM (Fig. 4, [11]), die durch den Einsatz von optischen Fasern und Umlenkspiegeln wie ein Leuchtturm das Licht radial nach außen abstrahlt.

Die Betriebssicherheit und Automation wird ermöglicht durch die Realisierung von 4 Betriebszuständen (Fig. 5). Neben dem „normalen“ Mess-Betrieb, bei dem verschiedene „klassische“ Methoden im UV-/vis/NIR-Wellenlängenbereich einsetzbar sind, kann das Beobachtungsfenster in einem Betriebszustand gereinigt werden; die Reinigungszeit ist dabei dem Prozess und dessen Regelung anzupassen. Des Weiteren kann das Gesamtsystem einschließlich des Beobachtungsfensters überprüft und zu jedem Zeitpunkt eine Nullpunktmessung durchgeführt werden.

Die 4. Position ermöglicht die Reinigung der produktberührenden Oberflächen (Dichtung, Waschgehäuse, etc.) zusammen mit der Reinigung der gesamten Produktionsanlage.



Fig.4: Bild der sog. *Lighthouse Probe*TM [10] (faser-optische Tauchsonde) für UV-Anwendungen in der instrumentellen Analytik

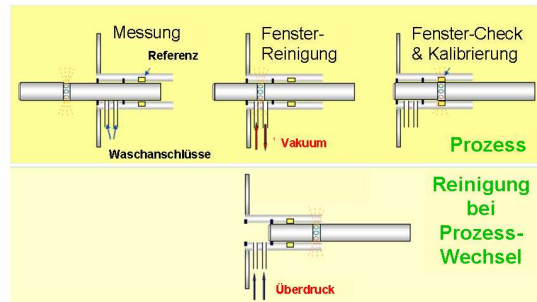


Fig.5: Betriebszustände der in Fig. 4 dargestellten *Lighthouse Probe*TM

5 Zusammenfassung

Durch die Entwicklung von faseroptischen Komponenten und die Weiterentwicklung von optischen Fasern im UV-Bereich, auch unterhalb von 230 nm, sind neuartige Anwendungen in der instrumentellen Analytik oder auch der Prozesskontrolle, möglich. Vor allem die Langzeit-Stabilität als auch die Drift, sowie die Robustheit des gesamten faseroptischen Systems konnte signifikant verbessert werden.

Literatur

- [1] M.Belz, H.-S.Eckhardt, C.P. Gonschior, G.Nelson, K.-F.Klein: "Quality control of UV resistant fibers for 200-300 nm spectroscopic applications". SPIE-Proc.Vol. 6852 (BIOS 08), Beitrag 6852-33 (San Jose, Jan. 2008)
- [2] V.Kh.Khalilov, K.-F.Klein, J.Belmahdi, R.Timmerman, G. Nelson: "High-OH fibers with higher stability in the UV-region". SPIE-Proc. BIOS'06, Vol. 6083, Beitrag 6083-08 (San Jose, USA, Jan.06)
- [3] M. Belz: "Pollutant monitoring with fibre optics in the deep ultraviolet". PhD-Thesis, CITY University, London, Dez. 1998
- [4] H.S.Eckhardt, K.-F.Klein, B.Spangenberg, T.Sun, K. T.V.Grattan: „Fibre-optic UV Systems for gas and vapour analysis“. Proc. ICOLAD, Journal Phys.: Conf. 85 (2007), Beitrag We12:20 (London, Mai 2007)
- [5] Heraeus Noblelight (Hanau): Datenblatt zu Deuteriumlampen (2002)
- [6] D.L.Griscom: „Defect structures of glasses“. J.Non-Cryst. Solids. Vol. 73, S. 51-78 (1985)
- [7] E.J.Friebele, D.L.Griscom: "Radiation effects in glass" in "Treatise on material science and technology". Acad.Press, New York, S. 257-351 (1979)
- [8] Polymicro Technologies (Phoenix, USA): Datenblatt zu Quarzglasfasern (2002)
- [9] TransMIT GmbH, Giessen: Zertifizierte UV-Fasern
- [10] Karl-Friedrich Klein, Joachim Mannhardt, Mathias Belz, Cornell Gonschior, Hanns S. Eckhardt: „Optical fibers in instrumental UV-analytics“. SPIE-Proc. BIOS'08, Vol. 7173, paper 7173-36 (San Jose, USA, Jan.09)
- [11] J.Mannhardt: „Freie Sicht auf den Prozess“. PharmaTEC 1-2007, S. 26-27