

Vergleichsmessungen mit einem neuen schnellen Bispektralmessplatz zur Charakterisierung fluoreszierender Materialien

Maria-Teresa Hussels, Klaus-Peter Gründer, Bernd Muschik

Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM), Berlin

<mailto:maria-teresa.hussels@bam.de>

Die verbesserte Sichtbarkeit fluoreszierender Materialien erhöht die Sicherheit in vielen Bereichen. Mit der 2-Monochromatoren-Methode können diese bestrahlungsunabhängig charakterisiert werden. In Hinblick auf einen Einsatz im Prüflabor (DIN EN ISO/IEC 17025) werden Vergleichsmessungen mit dem modernisierten Messplatz der BAM unter Nutzung eines Arrayspektrometers präsentiert.

1 Einführung

Die verbesserte Signal- und Warnwirkung fluoreszierender Materialien gewinnt in vielen Bereichen zunehmend an Bedeutung. Um definierte Sicherheitsstandards (z.B. am Arbeitsplatz oder im Straßenverkehr) zu gewährleisten, ist daher die Charakterisierung ihrer spektralen und integraloptischen Eigenschaften unerlässlich. Aufgrund der Energieverschiebung im Spektrum fluoreszierender Materialien gegenüber dem Anregungsspektrum hängen die spektralen Gesamtstrahllichkeitsfaktoren und die daraus berechneten Farbmaßzahlen von der spektralen Energieverteilung der Bestrahlung ab. Eine Messung bei polychromatischer Beleuchtung erlaubt daher keine Aufteilung des Gesamtstrahllichkeitsfaktors in Fluoreszenz- und Reflexionsanteil. Daher muss bei der sogenannten 1-Monochromatoren-Methode die Messlichtart möglichst gut mit der gewünschten Auswertelichtart übereinstimmen, wie z.B. am D65-Messplatz der BAM realisiert.

Die Referenzmethode zur Charakterisierung fluoreszierender Materialien ist deshalb die bispektrale 2-Monochromatoren-Methode (2MM) [1], bei der sowohl Anregungswellenlänge μ als auch Detektionswellenlänge λ unabhängig voneinander durchgestimmt werden. Die Daten werden in einer zweidimensionalen sogenannten Donaldson-Matrix $D(\mu, \lambda)$ [2] zusammengefasst, welche eine bestrahlungsunabhängige materialcharakteristische Größe darstellt. Aus ihr gehen Reflexions- und Fluoreszenzstrahllichkeitsfaktoren, das Anregungsspektrum sowie Farbmaßzahlen für beliebige Bestrahlungsarten (Normlichtarten) und Normalbeobachter hervor. Der modernisierte Bispektralmessplatz der BAM [3] erlaubt u.a. den Einsatz eines Arrayspektrometers, was die Messzeit gegenüber dem Einsatz eines Detektionsmonochromators erheblich reduziert. Abhängig von der gewählten Integrationszeit verringert sich die Messdauer momentan auf durchschnittlich 25%. Voraussetzung für die Anwendung des neuen Aufbaus im akkreditierten Bereich ist nach DIN EN ISO/IEC 17025 eine um-

fassende Validierung. Im Folgenden werden Vergleichsmessungen zur bisherigen 2MM vorgestellt und mögliche Einflussgrößen auf die Messunsicherheit analysiert.

2 Experimentelle Bedingungen

Neben technischen Erweiterungen (Strahlungsquelle, Wellenlängenbereich, Geometrie etc.) besteht der Hauptunterschied zwischen der alten und der neuen 2MM der BAM in der Verwendung eines Arrayspektrometers anstelle eines Detektionsmonochromators und in einer geänderten Rückführungsmethodik [4]. Wurde zuvor eine in der physikalisch-technischen Bundesanstalt (PTB) kalibrierte Referenzlampe zusammen mit einem dort vermessenen Weißstandard (BaSO₄-Pressling) eingesetzt, erfolgt die Kalibrierung des Detektionsstrahlengangs nun mittels eines in der PTB kalibrierten Referenzdetektors anstelle der Referenzlampe. Zusammen mit der Kalibrierung des Anregungsstrahlenganges über einen Monitordetektor, der Schwankungen in der Bestrahlungsstärke auf der Probe registriert, werden so die vom Spektrometer gemessenen Rohdaten (vom Arrayspektrometer gezählte Counts) in Donaldson-Faktoren umgewandelt. Eine genaue Beschreibung des neuen Aufbaus findet sich in [3].

Für die Vergleichsmessungen wurde ein Satz fluoreszierender Folienstandards (Rot, Grün, Weiß) ausgewählt, welcher bereits langjährig in der BAM am vorherigen Bispektralmessplatz zur Qualitätssicherung Verwendung fand. Dabei wurde jeweils eine Messgeometrie von 45°/0° verwendet und im sichtbaren Spektralbereich in Schritten mit einer Bandbreite von je 10 nm gemessen. Für den Vergleich wurden spektrale Gesamtstrahllichkeitsfaktoren β_{ges} für D65-Beleuchtung und den CIE 2°-Normalbeobachter ausgewertet. Bei den gezeigten Spektren des alten Messplatzes handelt es sich um einen Mittelwert aus 5 Messungen über die Jahre 2004-2007. Am neuen Messplatz wurde 2013 eine Messreihe aus drei Messungen aufgenommen. Dabei wurde jeweils fünffach gemittelt und eine Integrationszeit von 750 ms verwendet.

Die angegebenen Messunsicherheiten sind komplexe Größen, die sich aus vielen Faktoren zusammensetzen. Die in die Donaldson-Matrix eingehenden Größen werden anhand dieser Faktoren variiert und so Unsicherheiten der Donaldson-Matrix bzw. der Strahllichtefaktoren für jede Fehlerquelle erzeugt. Diese werden anschließend nach GUM [5] zu einer Gesamtunsicherheit zusammengesetzt.

3 Ergebnisse und Diskussion

Die Abbildungen 1-3 zeigen jeweils die mit dem alten und dem neuen Bispektralmessplatz ermittelten spektralen Gesamtstrahllichtefaktoren für die

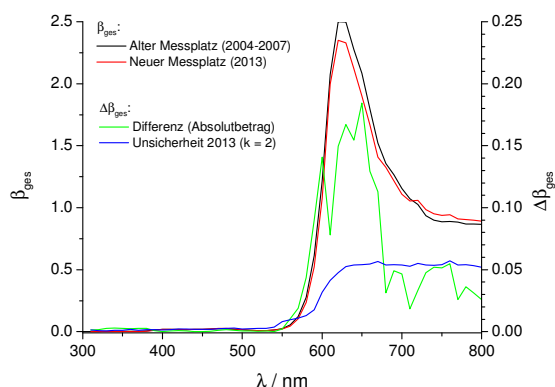


Abb. 1 Spektrale Strahllichtefaktoren der roten Probe.

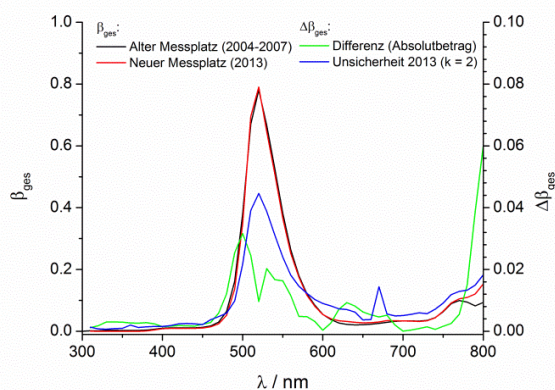


Abb. 2 Spektrale Strahllichtefaktoren der grünen Probe.

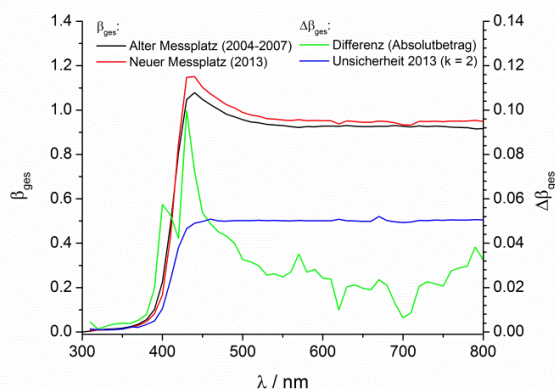


Abb. 3 Spektrale Strahllichtefaktoren der weißen Probe.

drei vermessenen Proben. Zusätzlich auf einer zweiten Achse dargestellt ist die Differenz der Strahllichtefaktoren im Vergleich zur erwarteten Messunsicherheit am neuen Bispektralmessplatz für einen Überdeckungsfaktor $k = 2$.

Man erkennt bei allen Proben eine recht gute Übereinstimmung der spektralen Kurvenverläufe für die beiden Messaufbauten. Allerdings zeigen sich jeweils an steilen Flanken – besonders bei der roten und der weißen Probe – Abweichungen, die über die erwartete Messunsicherheit herausgehen. Ein möglicher Grund hierfür könnte im Arrayspektrometer auftretendes Streulicht sein, das weniger gut als bei Einsatz eines Doppelmonochromators unterdrückt wird. Zusätzlich könnten das Linearitätsverhalten des Arrayspektrometers und auch seine Wellenlängengenauigkeit einen Einfluss haben. Um diese Faktoren zu überprüfen sind weitere Vergleichsmessungen mit dem neuen Messaufbau, aber unter Verwendung eines Detektionsmonochromators geplant. Zusätzlich soll auch die Methodik zur Abschätzung der Messunsicherheit weiter entwickelt werden.

4 Zusammenfassung und Ausblick

Anhand der Vergleichsmessungen zeigt sich, dass der neue Bispektralmessplatz der BAM einsatzfähig ist und mit dem vorherigen Messaufbau weitgehend übereinstimmende Ergebnisse liefert. Mögliche zusätzliche Effekte des Arrayspektrometers sollen im Folgenden noch untersucht werden. Zusätzlich sind weitere Vergleichsmessungen zu anderen Spektrometern der BAM und zu zwei weiteren international existierenden Bispektralmessplätzen geplant. Ein Ziel ist die intensiviertere Anwendung des neuen Messplatzes im akkreditierten Bereich nach (DIN EN ISO/IEC 17025).

5 Literatur

- [1] CIE 182:2007, *Calibration Methods and Photoluminescent Standards for Total Radiance Factor Measurements*, (CIE 2007)
- [2] R. Donaldson, "Spectrophotometry of fluorescent pigments" in: *Br. J. Appl. Phys.* **5**, 210-214 (1954)
- [3] A. Günther, K.-P. Gründer: "New bispectral measurement device for fluorescent materials" in *Proceedings of the 27th Session of the CIE* (Sun City, South Africa 2011), S. 974-978
- [4] H. Minato, M. Nanjo, Y. Nayatani, "Colorimetry and its Accuracy in the Measurement of Fluorescent Materials by the Two-Monochromator Method" in *Color Res. Appl.* **10**(2), 84-91 (1985)
- [5] JCGM 100:2008, *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement*, (JCGM 2008)