

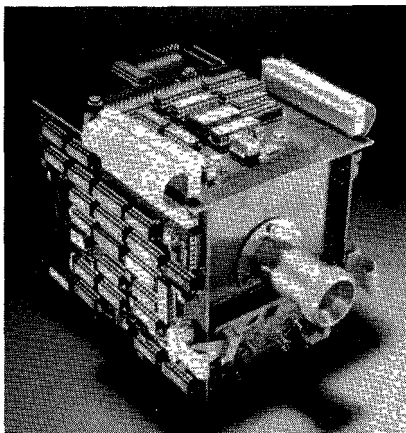
Simultaanspectrometer

Dipl.-Phys. Meinrad Mächler en Dr. Harry Schlemmer

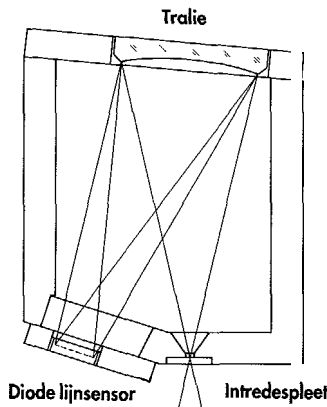
Sinds enkele jaren bestaat de eerste schakel in een nieuwe reeks van spectraal analytische meetinstrumenten: een simultaanspectrometer waarin het klassieke principe van de spectrograaf in de optiek wordt gecombineerd met de lichtgeleidertechnologie.

Voor het verkrijgen van de meetwaarden wordt van geavanceerde geïntegreerde digitale elektronica gebruik gemaakt, terwijl de constructieve opbouw berust op de nieuwste ontwikkelingen op keramisch terrein.

Het gaat hierom de simultaanspectrometer MCS (multi channel spectrometer) van Carl Zeiss, zie figuur 1. Kernstuk van deze simultaanspectrometer is een compacte miniaturespectrograaf waarvan de functionele bouwstenen tot het theoretisch niet meer te verminderen aantal van drie elementen is gereduceerd, namelijk een intredespleet, buigingsrooster en ontvanger (detector), zie figuur 2. Laatstgenoemde bestaat uit een lineaire opstelling van geminiaturiseerde fotodioden, aangebracht op een monokristallijne siliciumchip, een zogenaamde LID (lineair imaging device), zoals deze sedert 1975 in een groot aantal detectoren voorkomt (Reficon Photodiode Array RL 512G, met 512 dioden in afmetingen van $25 \times 250 \mu\text{m}$ op een lengte van 12,8 mm) [1].



Figuur 1. Spectrometer bouwsteen MCS.



Figuur 2. Optische opbouw van de simultaanspectrometer.

Met behulp van een op de chip geïntegreerde schakeling kunnen de meetsignalen van iedere diode stuk voor stuk worden afgetast en binnen een tijdsverloop van enkele microseconden aan digitale elektronica worden doorgegeven. De meetcyclus van de traditionele spectraalfotometer gaat met een mechanische beweging van de buigingstralie gepaard, maar wordt hier door een zuiver elektronische handeling vervangen. Deze is veel sneller en ook wat de nauwkeurigheid van de golfengete betreft onvergelijkbaar, beter.

Optiek

Met de lijnsensor als uitgangspunt voor de dimensionering van de spectrometer wordt er voor de eerste keer naar gestreefd de opbouw van de optiek met betrekking tot de afmetingen van de fotodioden te optimaliseren. Terwijl rekening gehouden wordt met de noodzakelijke dispersie (opsplitsing van golfengeten), moet een liefst foutloze afbeelding van de intredespleet op het vlak van de detector worden gevonden.

Bovendien moet de opening zo groot mogelijk zijn opdat er zo veel mogelijk licht op de lijnsensor terecht kan komen. Aangezien de detectorelementen in een vlak liggen is het bovendien wenselijk ook het spectrum te egaliseren, zodat over het totale verloop van dit spectrum een gelijkmatige en goede focussing van het licht op de lijnsensor wordt ver-

kregen. De elegante oplossing van deze afbeeldingsproblemen met behulp van slechts een enkele optische bouwsteen is pas mogelijk geworden door de ontwikkeling van langs holografische weg vervaardigde buigingstralies op een concaaf oppervlak [2]. Het optisch gedrag van een holografische concave tralie kan in een viertal functies worden opgedeeld, namelijk:

- Afbeeldingen van de intredespleet op schaal 1:1 in het detectorvlak, zoals bij een holle spiegel met een relatieve opening van 1:2,3.
- Dispersie van het invallende licht op grond van de buiging aan de groeven van de tralie. Aangezien het totale (zichtbare) spectrale gebied 361 tot 780 nm — iets meer dan het menselijk oog kan waarnemen — door de slechts 12,8 mm lange reeks dioden moet worden opgenomen bedraagt de lineaire dispersie slechts 33 nm/mm. Dientengevolge is de dichtheid van de groeven met 248 lijnen/mm ongewoon laag te noemen. Door de grote opening en de daaruit resulterende grote doorsnede van de tralie is het totaal aantal groeven voor de door de detector bedongen spectrale bandbreedte van 0,8 nm meer dan toereikend (theoretische oplossend vermogen 0,1 nm).
- Een correlatie van de afbeeldingsfouten, speciaal van het astigmatisme, wordt door het verloop van de traliegroeven bereikt. In tegenstelling tot de groeven van mechanisch verdeelde tralies, die parallel en zo veel mogelijk op gelijke afstand moeten liggen, maakt het holografische procédé het mogelijk een soort hyperbolisch groevenverloop te maken. De corrigerende werking van dit verloop kan door wiskundige modelberekeningen van te voren worden bepaald [3].
- De zogenaamde 'blazewerking' wordt veroorzaakt door een asymmetrisch groevenprofiel en reflecteert het grootste deel van de energie in het te meten spectrale gebied ten laste van de niet bruikbare 'nulde orde'. Dit leidt tot een hoge sterkte van het meetsignaal.

Simultaanspectrometer

Uit de voor de foutencorrectie gunstige afbeeldingsmaatstaf van 1:1 volgt dat in het ideale geval de afmetingen van de intredespleet gelijk moeten zijn aan die van een enkele diode, dus ongeveer 25 x 250 µm.

Uitgaande van dit zeer kleine oppervlak zou een spectrometer met lijnsensor in zijn 'gevoeligheid' ver de mindere van de gebruikelijke spectrometers zijn. Het is echter niet alleen de grootte van de intredespleet, maar ook de zogenaamde lichtgeleidingswaarde die de te bereiken lichtdoorgifte van een spectraal apparaat bepaalt. Men definieert hierbij de lichtgeleidingswaarde L_1 als het produkt van de oppervlakken van twee op elkaar volgende diafragma's die de lichtbundels begrenzen, gedeeld door het kwadraat van de afstand tussen de diafragma's:

$$L_1 = F_{sp} \cdot F_g / d^2$$

waarin F_{sp} = spleetoppervlak; F_g = tralieoppervlak; d = spleetruisterafstand. Indien men nu bijvoorbeeld de spectrometer met lijnsensor vergelijkt met de Zeiss monochromator M4QIII blijkt dat de lichtgeleidingswaarden van deze twee zeer uiteenlopende apparaten in het midden van het zichtbare spectraalgebied bij 600 nm bijna gelijk zijn.

Constructie

De hierboven geschetste aanpassing c.q. optimalisering van een holografische tralie in relatie tot de speciale eisen die een lijnsensor als detector stelt, heeft tot een buitengewoon compacte oplossing geleid [4].

Met het verkleinen van de geometrische afmetingen zijn de eisen aan precisie en constantheid van de justering echter aanmerkelijk hoger komen te liggen. Voor het doel waarvoor de simultaanspectrometer is ontworpen moet bij de justering van de golflengte een nauwkeurigheid en reproduceerbaarheid van +/- 0,1 nm over het totale spectrale gebied worden verlangd. Dit komt overeen met een verschuiving van slechts 3 µm. Dit heeft twee zwaarwegende consequenties:

1. Een conventionele constructie met een chassis van lichtmetaal leidt tot vervormingen die de toelaatbare tolerantiegrenzen overschrijden als gevolg van de verschillende thermische uitzettingscoëfficiënten van de materialen over het in de praktijk voorkomende temperatuurgebied;
2. Een justering achteraf door de gebruiker is nooit mogelijk omdat dit

niet nauwkeurig genoeg kan geschieden.

Voor deze problemen is de volgende oplossing gevonden. De houders voor de essentiële bouwstenen en het chassis van de simultaanspectrometer zijn uit een van te voren verdichte harde keramiek vervaardigd. Deze bezit dezelfde lage thermische uitzettingscoëfficiënt als de glasdelen van de optiek. Hierdoor blijft de ruimtelijke geometrie van de spectrometer over een temperatuurgebied van - 70 tot + 70 graden Celsius exact behouden. Sterkte en stijfheid tegen buiging van deze keramische constructie liggen vele malen hoger dan die van een metalen uitvoering en bovendien zijn er geen problemen met de corrosiebescherming.

Hoge nauwkeurigheid bij de eindmontage wordt bereikt door bij het justeren van de functie-elementen gebruik te maken van micromanipulators. Na het bereiken van de eindjustering, onder controle van een computer, worden de betreffende bouwstenen in hun houders met het keramische chassis vastgegoten. De op deze manier bereikte monolithische opbouw garandeert onder willekeurig wisselend omstandigheden een tot nu ongekende stabiliteit van de justering

Lichtgeleideroptiek

Zoals bekend worden flexibele lichtgeleiders met succes toegepast in de medische sector (endoscopie). De techniek wordt ook gebruikt in de vorm van 'koude lichtbronnen' en - in toenemende mate - bij glasvezelkabels in de communicatietechniek. Bij de simultaanspectrometer wordt gebruik gemaakt van het gegeven dat lichtgeleiders de karakteristieke openingsverhoudingen van de LID-spectrometer (diametervlak: 0,2 mm, numerieke apertuur: 0,21, dus problematisch voor traditionele optiek met lenzen) exact kunnen overbrengen, indien de fiberdiameters enerzijds en de brekingsindices van mantel en kern anderzijds goed op elkaar worden afgestemd.

Toepassing van flexibele lichtgeleiders geeft, voor het eerst bij een spectraalfotometer, het grote voordeel dat de meetplaats ruimtelijk kan worden gescheiden van de plek waar het meetinstrument staat. Aangezien afstanden tot 100 m met lichtgeleiders kunnen worden overbrugd, kan nu spectroscopisch onderzoek aan volumineuze objecten in explosie-gevaarlijke ruimten en aan in bedrijf zijnde machines of lopende banden zon-

der al te grote moeilijkheden worden verricht.

Elektronica

Kenmerkend voor het signaal van een enkele lijnsensordiode is een afgegeven spanning van ongeveer 10V bij een maximale ladingsequivalent van slechts 4 pC ($4 \cdot 10^{-12}$ Coulomb).

Dit komt overeen met een hoeveelheid lading van circa 10^7 elektronen. Daarbij moet men bedenken dat dit signaal slechts tussen 0,01 en 1 milliseconden ter beschikking staat.

Dit vereist, direct aan de uitgang van de lijnsensor, een optimaal aangepaste snelle ruisarme schakelketen van verschil-, sample- en hold-versterkers en AD-omzetters.

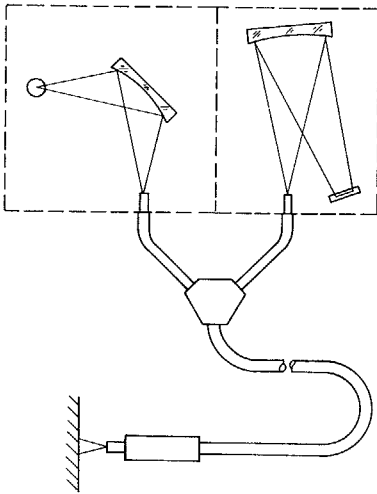
Het kleine uitgangssignaal heeft tot gevolg dat het theoretische dynamische bereik van 1 : 10^7 en het praktisch nuttige gebied 1 : $10^3 - 10^4$ bedraagt. Dit betekent dat voor de digitale conversie van de signalen 12 bit = 4096 tellingen nodig zijn. Voor een lijnsensor met 512 dioden, zoals in de simultaanspectrometer wordt toegepast, volgt uit het voorgaande een informatieinhoud en geheugencapaciteit van $512 \times 2 = 1$ kB voor een spectrum. De te verwerken overbrengselheid ligt tussen 2 kB/s in het langzaamste en 200 kB/s in het snelste geval.

Wat dit voor de praktijk betekent wordt duidelijk uit de standaardopgaven van iedere spectrale meting, namelijk het vormen van het quotiënt tussen het gemeten spectrum en een in een geheugen opgeslagen referentiespectrum. Deze gangbare normering elimineert de onvermijdelijke invloeden van de apparatuur. Bij een serie metingen van 100 spectra per seconde moeten voor het vormen van de bovengenoemde quotiënten 51.200 delingen per seconde worden uitgevoerd, een taak die met snelle 16 bit processors van de nieuwste PC generatie (Motorola 68000, Intel 80286 kan worden bereikt. Dit kan geschieden door een optimale keuze te maken uit het omvangrijke hardwareaanbod van de diverse fabrikanten.

Toepassingen

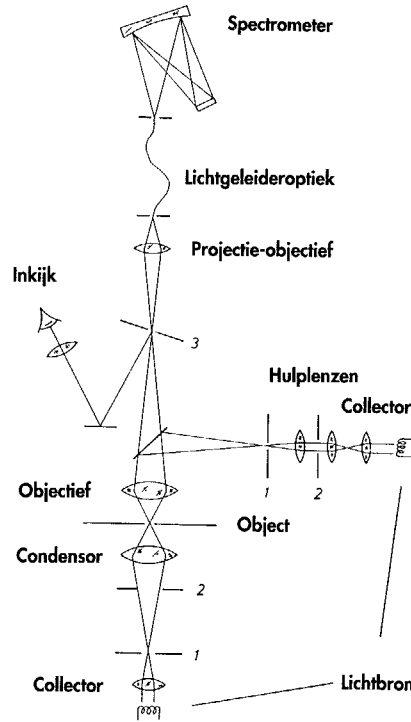
De simultaanspectrometer kan overal worden toegepast waar men tot dusver met spectrografen of monochromators heeft gewerkt, in het bijzonder in de absorptie-, emissie-, reflectie- en remissiespectroscopie. Zijn capaciteiten ontplooit het instrumenten daar waar het

Simultaanspectrometer



Figuur 5a. Meetopstelling voor laagdiktemeting met verlichtingseenheid (1), spectrometer met lijnsensor (2) en lichtgeleideroptiek (3).

zie figuur 6 Indien de laag zelf homogeen is, wordt de ligging van de maxima en minima uitsluitend bepaald door de brekingsindex en de geometrische dikte van de materiaallaag. Is de brekingsindex bekend dan kan uit het referentiespectrum de geometrische dikte van het proefobject met een nauwkeurigheid



Figuur 5b. Optische stralengang van de spectrometer-microscop combinatie voor transmissie- en reflectiemeting. 1 en 2 zijn respectievelijk veld- en apertuurdiafragma's in de betreffende stralengang van de verlichting (zogenaamde 'Köhlerse verlichting'). Het licht dat door het met 3 aangegeven meetdiafragma valt wordt via een optische

– vanwege de kleine afmetingen van de ter beschikking staande meetoppervlakken – is de diktemeting van de diverse lagen, die typerend zijn voor de productie van de moderne geïntegreerde bouwstenen in de halfgeleidertechniek [7]. Een oplossing wordt hier gegeven door de verbinding van een lichtmicroscop en een spectrometer met lijnsensor door middel van een lichtgeleider, zie figuur 5b.

Dispersiespectroscopie

De theorie leert dat niet alleen de gebruikelijke toegepaste absorptie-coëfficiënt k , maar ook de brekingsindex n van een materiaal op karakteristieke wijze van de golflengte λ afhangt. De van de golflengte afhankelijke grootheden zijn ieder voor zich eenduidige kenmerken voor het betreffende materiaal. Beide leveren gezamenlijk het complexe brekingsgetal. $\eta = n(1 + ik)$, met $i = \sqrt{-1}$ op. Indien men het bovengenoemde meetprincipe op een proefobject met bekende geometrische dikte (ca. 5 tot 10 μm) toepast, dan resulteert dit bij gegevensverwerking van het interferentiespectrum in de voor het materiaal typische golflengteafhankelijkheid van de brekingsindex, kortweg de dispersie, zie figuur 6. In de praktijk van de spectroscopie is de dispersie het reële deel van de complexe

spectrometers zijn weer op de bekende manier opgesteld. De dunne vloeistoflaag waarin de interferentie ontstaat wordt gerealiseerd door twee zeer vlakke sferische menisci, ingepolijst in planparallele saffierplaten. De beide menisci, die op elkaar gelegd een pijlhoogte van ca. 5 µm bezitten, vormen een cuvet met een nuttige inhoud van ca. 30 nanoliter. Toe- en afvoer geschiedt via ingeslepen kanalen met een diameter van 0,2 mm. Als materiaal is synthetische saffier gekozen, niet alleen vanwege de chemische bestendigheid maar ook met het oog op de hoge brekingsindex, die voor alle in aanmerking komende vloeistoffen een voldoende reflectie aan de grensvlakken garandeert. Diverse universiteitslaboratoria en ander onderzoeksinstituten houden zich intussen al bezig met dit volledig nieuwe meetprincipe.

Een voorbeeld van een vloeistofmeting is te zien in figuur 8. Deze geeft aan dat

ook anomale dispersies gemeten kunnen worden met een minimale hoeveelheid vloeistof.

Literatuur

- [1] Y. Talmi Appl. Spec. 36 (1982)
- Forschungsbericht T80-142 (2980), M. Mahler
BMFT-Forschungsbericht 184-32 (1984)
- [2] W. Opitz, H.A. Obermayer BMFT
- [3] R. Bittner Optik 64, 185 (1983)
- [4] H. Schlemmer, M. Mahler J. Phys. E. Sci. Instr. 18, 914 (1985)
- [5] K.J. Wannowius, F. Sattler, H. Elias GIT Fachz. Lab. 29, 1138 (1985)
- [6] M. Saito, A. Wada, K. Hibi, M. Takahashi Ing. Res. Dev. 4, (1983)
- [7] K.P. Koch, M. Mahler, F. Gluck Re. Sci. Instrum. 66, 2243 (1986)
- [8] H. Schlemmer, M. Mahler Farbe 32/33, 65 (1985/1986)
- [9] D.L. Larson, NBS. Forschungsbericht NBSIR 81-1652 (1981)

Dit artikel is eerder verschenen in Zeiss Information nr. 100, wat ongeveer identiek met het artikel "Simultanspectrometer met sterallures" uit PT-Elektronica/Elektrotechnik nr. 4, 1990.