



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-8461

(11)

160 523

Int.Cl.³ 3(51) G 01 J 3/30

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 J/ 2019 27

(22) 08.11.77

(44) 17.08.83

(71) siehe (72)

(72) QUILLFELDT, WINFRIED, DIPL.-PHYS.; DD;

(73) siehe (72)

(74) VEB CARL ZEISS JENA, PATENTABTEILUNG, 6900 JENA

(54) VERFAHREN ZUR VERBESSERUNG DES SPEKTROCHEMISCHEN NACHWEISVERMÖGENS BEI
LASER-SPEKTRALANALYSATOREN

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung des spektrochemischen Nachweisvermögens bei Laser-Spektralanalysatoren. In der Laserspektralanalyse wird die spektrochemisch zu untersuchende Substanz durch einen fokussierten Laserstrahl verdampft und dieser Dampf zum Leuchten angeregt. Die emittierte Strahlung wird spektroskopisch analysiert. Die Erfindung bewirkt eine Verminderung der bei dieser Analyse unerwünschten, die Nachweisempfindlichkeit beeinträchtigenden Untergrundstrahlung, die wiederum durch Vorgänge bei der Absorption von Laserstrahlung durch das Plasma der verdampften Substanz hervorgerufen wird. Gemäß der Erfindung wird eine Laser-Güteschaltung zur spektralen Analyse verwendet, die Laserspikes mit einer Halbwertsbreite kleiner als 25 ns bei einem zeitlichen Abstand der aufeinanderfolgenden Einzelimpulse von größer oder gleich 1 μ s emittiert. Man erreicht dadurch eine verbesserte Qualität der Spektren bei vermindertem Spektrununtergrund. Das Verfahren findet bei spektralanalytischen Untersuchungen, z. B. auf den Gebieten der Metallographie, Chemie, Mineralogie und Biologie Anwendung.

Titel: Verfahren zur Verbesserung des spektrochemischen Nachweisvermögens bei Laser-Spektralanalysatoren

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung des spektrochemischen Nachweisvermögens bei Laser-Spektralanalysatoren.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

In der Laserspektralanalyse wird die spektrochemisch zu untersuchende Substanz durch einen fokussierten Laserstrahl verdampft und dieser Dampf zum Leuchten angeregt. Die Anregung der verdampften Substanz erfolgt häufig durch eine zusätzlich im Bereich der entstehenden Dampf Wolke angebrachte Querfunkenstrecke. Die Analyse der emittierten Strahlung wird in der üblichen Weise mittels eines Spektrographen vorgenommen. Wesentliche Vorteile dieser Analyse-methode bestehen vor allem darin, daß sie eine gezielte Lokalanalyse der Probensubstanzen gestattet, wobei keine besondere Probenvorbereitung notwendig ist.

Durch die Intensitäten der aufgenommenen Spektrallinien sowie des Spektrenuntergrundes wird wesentlich die Nachweisempfindlichkeit bzw. die untere Nachweisgrenze dieser Methode bestimmt. Aber gerade die häufig recht beträchtliche spektrale Untergrundstrahlung, besonders bei der Verwendung von gütegeschalteten Lasern wirkt sich entsprechend ungünstig auf das spektrochemische Nachweisvermögen aus.

Ziel der Erfindung:

Mit der vorgeschlagenen Erfindung soll die Empfindlichkeit und Richtigkeit dieser Analysenmethode verbessert werden.

5 Darlegung des Wesens der Erfindung:

Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, die Spektrenuntergrundstrahlung durch geeignete Maßnahmen zu unterdrücken.

10 Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß zur Verdampfung der zu analysierenden Probensubstanz Laserspikes verwendet werden, deren Impulsdauer kleiner als 25 ns ist, wobei der zeitliche Abstand zweier aufeinanderfolgender Einzelimpulse größer oder gleich $1/\mu\text{s}$ ist.

15 Die bisher bekannten Laser-Spektralanalysatoren verwenden Laser-Güteschaltungen, bei denen die Laserspikedauer zwischen 30 und 100 ns beträgt. Diese Impulse bewirken, daß das von ihnen bestrahlte Volumenelement innerhalb von 2 bis 3 ns erhitzt und in den Plasmazustand überführt wird. Dieses Laserplasma hat im Augenblick seiner Entstehung eine 20 beträchtliche Teilchen- und Elektronendichte sowie eine hohe Temperatur. Das Plasma expandiert mit einer Anfangsgeschwindigkeit von ca. 10^7 cm/sec über eine Zeitdauer von etwa 25 bis 30 ns. Da gütegeschaltete Laser z.T. Laserspikes mit einer Impulsdauer zwischen 50 ns und mehreren Hundert 25 Nanosekunden emittieren, kommt es zur Absorption von Laserstrahlung durch das expandierende Mikroplasma. Bei der hohen Bestrahlungsdichte im Mikroplasma absorbieren die vorhandenen freien Elektronen mehr Strahlungsenergie als sie durch Wärmeabgabe und Stoßprozesse mit den Atomen und 30 Ionen verlieren, so daß sie die Ionisationsenergie der Plasmaatome erreichen. Es kommt zur Entstehung eines dielektrischen Durchschlags, der mit einer lawinenartigen Vermehrung der Zahl der Ionen und Elektronen verbunden ist. Das Mikroplasma emittiert nach einem dielektrischen Durchschlag eine starke Rekombinationsstrahlung, die zusammen 35 mit der bei der Strahlungsabsorption der Laserstrahlung im

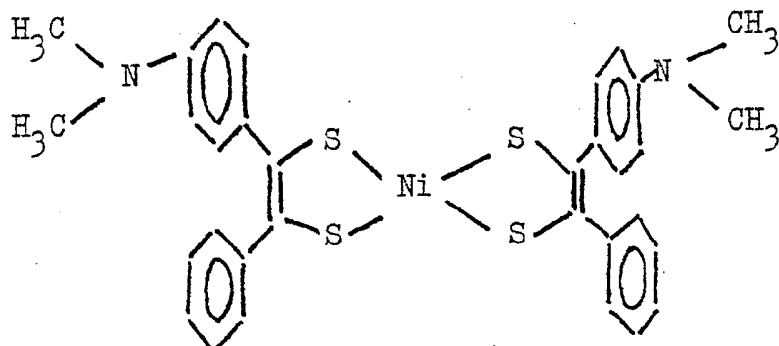
Plasma entstehenden Bremsstrahlung die Spektrenuntergrundstrahlung darstellt. Das wegen der großen Ionendichte im Plasma vorwiegend als Ionenspektrum vorliegende Probenspektrum erscheint infolge des elektrischen Feldes der Ionen mit stark verbreiterten Spektrallinien.

Dadurch, daß man zur Verdampfung der Probensubstanz erfindungsgemäß Laserspikes mit Impulsdauern kleiner als 25 ns verwendet werden, reicht die vom expandierenden Plasma absorbierte Strahlungsenergie nicht aus, um einen dielektrischen Durchschlag auszulösen. Vorausgesetzt wird dabei, daß auch der zeitliche Abstand zwischen zwei aufeinanderfolgenden Einzelimpulsen genügend groß ($\geq 1/\mu\text{s}$) ist, damit sich das Plasma bis zum Einsetzen des nächsten Laserimpulses schon weitestgehend verdünnt hat. Man verhindert auf diese Weise das Entstehen einer intensiven Rekombinationsstrahlung (Untergrundstrahlung). Die Einstellung der Laserspike-Dauer erfolgt in bekannter Weise mit Hilfe der Güteschaltung der Laseranordnung. Der Güteschalter kann ein elektrooptischer Schalter (aktiver Schalter), wie zum Beispiel eine Pockelzelle oder ein Absorptionsschalter (passiver Schalter), wie z.B. eine organische Farbstofflösung sein. Sie kann aber auch aus einer Kombination eines aktiven mit einem passiven Schalter bestehen.

Ausführungsbeispiel:

Die Abbildung zeigt schematisch eine Ausführungsform der Anordnung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einem Impulslaser und einem Güteschalter. Der Impulslaser besteht aus einem aktiven Medium 1, das zwischen einem totalreflektierenden Prisma 2 und einem Auskoppelspiegel 4 angeordnet ist und einer Farbstoffküvette 3, die wiederum als passiver Schalter dient. Als Pumplichtquelle wird eine Blitzlampe 5 mit zugehörigem Stromversorgungsgerät 6 verwendet. Die Farbstoff-

küvette 3 ist mit einer Farbstofflösung, bestehend aus einem in organischem Lösungsmittel gelösten Dithiolen-Nickel-Komplex mit der Strukturformel



Die Lichttransmission der Farbstofflösung beträgt bei einer Laserlicht-Wellenlänge von 1060 nm 40%.

Mit dieser Güteschaltung werden Laserspikes mit einer Halbwertsbreite $t_H = 17$ ns erzeugt. Der zeitliche Abstand s zwischen den benachbarten Laserspikes beträgt $t_s > 1/\mu s$.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Verbesserung des spektrochemischen Nachweisvermögens bei Laser-Spektralanalysatoren, dadurch gekennzeichnet, daß zur Verdampfung der zu analysierenden Probensubstanz Laserspikes verwendet werden, deren Impulsdauer kleiner als 25 ns ist, wobei der zeitliche Abstand zweier aufeinanderfolgender Einzelimpulse größer bzw. gleich $1/\mu\text{s}$ ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

ly
13.02.1978
Wg/Thi

