(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 694 34 366 T2** 2006.02.02

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 701 707 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **694 34 366.8**
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US94/05941**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **94 918 134.1**
(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 94/029762**
(86) PCT-Anmeldetag: **26.05.1994**
(87) Veröffentlichungstag der PCT-Anmeldung: **22.12.1994**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **20.03.1996**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **11.05.2005**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **02.02.2006**

(51) Int Cl.[8]: ***G02B 27/42*** (2006.01)
G01N 15/02 (2006.01)
G01N 21/00 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
73143 **04.06.1993** **US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, SE

(73) Patentinhaber:
Coulter International Corp., Miami, Fla., US

(74) Vertreter:
WAGNER & GEYER Partnerschaft Patent- und Rechtsanwälte, 80538 München

(72) Erfinder:
SCHMITZ, Donald, Brian, Pompano Beach, US; BOTT, Eric, Steven, Pembroke Pines, US; HART, Horward, William, Miami, US

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR MESSUNG DER TEILCHENGRÖSSENVERTEILUNG UNTER VERWENDUNG VON LASERSTREUUNG**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Technisches Gebiet

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft allgemein eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Teilchengrößenbestimmung der Art, welche eine Laserbeugung verwendet, um die Teilchengröße zu messen. Die vorliegende Erfindung verwendet im besonderen, zusammen mit andere Komponenten, einen Monomode-Lichtleiter zum Erzeugen eines Lichtstrahls mit einem hohen Grad an räumlicher Kohärenz in einem Raumfilter, der einfach auszurichten, ersetzbar, stabil und kosteneffektiv ist.

Stand der Technik

[0002] Die Verwendung einer Laserlichtbeugung, um eine Teilchengröße zu messen, ist eine weit bekannte Technik. Laserbeugung ist ein Verfahren zur Teilchengrößenbestimmung, welches die durchschnittliche relative Winkelintensität des gestreuten Lichts nutzt. Instrumente, welche eine Beugung von Laserlicht nutzen, um die Teilchengröße zu messen, sind seit vielen Jahren von einer Vielzahl unterschiedlicher Hersteller erhältlich. Alle Laserbeugungsinstrumente verwenden das gleiche grundsätzliche Verfahren, um die Teilchengröße zu messen. Alle Laserbeugungsinstrumente benötigen einen Strahl monochromatischen Lichts mit einer sehr gleichförmigen Wellenform. Dieser Strahl von Laserlicht wird auf die auszumessenden Probenteilchen gerichtet. Wenn das Licht auf die Teilchen trifft, wird das Licht von den Teilchen gebeugt oder gestreut. Detektoren werden verwendet, um die relative Durchschnittsintensität des Streulichts von dem Probenmaterial unter verschiedenen Winkeln zu messen. Sobald die relative Intensität des gestreuten Lichts von den Teilchen unter verschiedenen unterschiedlichen Winkeln bekannt ist, kann die Teilchengröße und Teilchenverteilung berechnet werden.

[0003] Die Fähigkeit, genaue Messungen der Teilchengröße durchzuführen, steht direkt mit der Qualität, seiner räumlichen Kohärenz, des Strahls in Beziehung, welcher die Probenteilchen beleuchtet. Dieser monochromatische Lichtstrahl muss hochgradig kollimiert bzw. parallelgerichtet sein, was bedeutet, dass alle Lichtstrahlen, die in dem Strahl laufen, parallel zueinander sind.

[0004] Damit ein Lichtstrahl hochgradig kollimiert ist, muss das Licht eine sehr gleichförmige Wellenfront von der Lichtquelle haben. Idealerweise würde die Lichtquelle ein perfekter Punktstrahler sein, der infinitesimal klein ist. Auch muss die Lichtquelle frei von einer Beugung sein, welche durch Staubpartikel in der Luft bewirkt werden könnte oder weil der Lichtstrahl teilweise verdeckt ist. Zusätzlich müssen jegliche optische Linsen, die zur Kollimierung bzw. Parallelrichtung des Lichtstrahls verwendet werden, frei von Oberflächen- und Materialfehlern bzw. – ungänzen sein, welche ebenfalls eine Lichtbeugung bewirken würden. Zu guter Letzt müssen jegliche optische Linsen zur Kollimierung des Strahls so ausgelegt sein, dass sie jegliche Aberration bzw. Abbildungsfehler, die durch die Linsen selbst bewirkt wird, minimieren. Diese Eigenschaften sind notwendig, um hochauflösende Größenmessungen zu erreichen.

[0005] Eine Vorrichtung und ein Verfahren unter Verwendung einer Laserbeugung, um Teilchen zu messen, ist wesentlich verschieden von einer Vorrichtung und einem Verfahren mit dynamischer Lichtstreuung zur Teilchenanalyse. Eine dynamische Lichtstreuung benötigt eine Messung der Zeitfluktuation bzw. des Zeitunterschieds oder des Leistungs- bzw. Energiespektrums des gestreuten Lichts. Dagegen benötigt die Laserbeugung eine Messung der durchschnittlichen bzw. gemittelten relativen Winkelintensität des gestreuten Lichts bei einer Mehrzahl von Messwinkeln, was keine zeit- oder frequenzbasierte Messung ist. Die grundsätzlichen Unterschiede zwischen Struktur, Verfahren und optischen Anforderungen von Laserbeugung im Gegensatz zur dynamischen Lichtstreuung sind den Fachleuten bekannt. Jedoch mögen einige komplizierte und feine Unterschiede der Laserbeugung den Fachleuten auf dem Gebiet der dynamischen Lichtstreutechnologie nicht so bekannt sein.

[0006] Bei Laserbeugungsgeräten, wie beispielsweise den COULTER® LS und Wettbewerbergeräten, wird ein räumliches Filtern des Laserstrahls verwendet, um den oben besprochenen Strahl mit hoher räumlicher Kohärenzqualität zu erzeugen, und dies ist einer der wichtigsten Aspekte des Instruments. Bei dem COULTER LS wird, um die kleine Winkelablenkung des Laserstrahls zu messen, die durch Beugung an sehr großen Teilchen, wie beispielsweise mit einer Größe von neunhundert Mikrometern (900 µm), erzeugt wird, das bei so kleinen Winkeln wie 0,05 Millirad (mR) gestreute Licht gemessen, und eine Winkelauflösung von ungefähr 0,05 mR ist wünschenswert. Um dieses Niveau an Strahlqualität zu erreichen, muss der Laserstrahl auf ungefähr dreizehn (13) mm aufgeweitet werden, und ein beugungsbegrenzter Strahl dieses Durchmessers muss durch die kollimierende Optik gebildet werden. Ein beugungsbegrenzter Gausscher Strahl von dreizehn (13) mm Durchmesser mit einer Wellenlänge von siebenhundertfünfzig Nanometern (750 nm) hat eine Divergenz von 0,04 mR. Jede ernsthafte Abweichung zwischen dem gewünschten Niveau an räumlicher Kohärenz und Kollimation und der tatsächlichen Leistung führt zu einer Verschlechterung in der Auflösung des Instruments.

[0007] Alle Instrumente zur Teilchengrößenbestimmung, die auf Laserbeugungstechniken basieren,

verwenden ein Raumfilter, um diese sehr hohe Laserlichtstrahlqualität bereitzustellen. All diese Raumfilter verwenden eine Lochblende zusammen mit anderen optischen Elementen, um den Lichtstrahl mit der benötigen Qualität zu erzeugen. Eine Lochblende ist ein kleines, kreisförmiges Loch in einem dünnen, ebenen Stück eines festen, lichtundurchlässigen Materials. Ein typisches Lochblenden-Raumfilter ist auf die folgende Weise aufgebaut. Eine Lichtquelle, wie beispielsweise eine Laserdiode, beleuchtet einen kreisförmigen Strahlstopper ("beam stop"), welcher den Lichtstrahl kreisförmig macht. Der kreisförmige Lichtstrahl durchläuft dann ein System optischer Linsen. Diese Linsen fokussieren den Laserstrahl weiter auf die Lochblende, welche typischerweise zwischen zwanzig und fünfzig (20 – 50) µm im Durchmesser misst, was es dem Großteil des Lichtstrahls erlaubt, die Lochblende zu passieren. Jegliche Verunreinigungen in dem Laserlicht, die durch Beugung oder eine Linsenaberration bewirkt werden, passieren die Lochblende nicht, sondern werden durch das die Lochblende umgebende lichtundurchlässige Material abgeblockt. Das durch die Lochblende hindurchgehende Licht ist dann "sauber", außer für einige durch die Lochblende selbst erzeugte Beugungsringe. Diese Beugungsringe werden durch einen weiteren Strahlstopper entfernt, welcher sich an dem genauen Minimum des ersten Beugungsrings befindet. Als letztes kollimiert eine Linse diesen divergierenden bzw. auseinanderlaufenden kreisförmigen Lichtstrahl an der Stelle, an welcher der gewünschte Strahldurchmesser, dreizehn (13) mm im Fall des COULTER LS, erreicht ist, wodurch ein hochgradig kollimierter Lichtstrahl mit einer gleichförmigen Wellenfront erzeugt wird, welcher zur Teilchengrößenbestimmung durch Laserbeugung verwendbar ist.

[0008] Während das Lochblendenverfahren zum Erzeugen dieses Lichtstrahls effizient arbeitet, hat es in der Praxis viele Probleme. Zunächst müssen, um den größten Teil des Lichts von der Laserquelle durch die Lochblende zu führen, die optischen Elemente, einschließlich der Quelle, des ersten Strahlstoppers, der Linsen und der Lochblende, genau fokussiert und innerhalb einiger Mikrometer ausgerichtet sein. Dies bedingt die Verwendung sehr komplizierter und teurer mechanischer Elemente, um die feine Auflösung bereitzustellen, die diese Justierungen benötigen. Zusätzlich kann die Zeit, die benötigt wird, um die Anordnung ausreichend zu justieren, viele Stunden betragen. Zweitens kann die Anordnung, wenn sie voll ausgerichtet ist, einfach durch mechanische Verformungen von einem Einspannen oder durch Temperaturänderungen verstellt werden, welche die verschiedenen Komponenten dazu bringen, sich entsprechend ihrer jeweiligen Wärmeausdehnungskoeffizienten auszudehnen. Auch können Stöße und Rütteln während eines Verschickens des Instruments bewirken, dass die Lochblendenanordnung verstellt wird, was zu einem teuren und zeitaufwendigen Außendiensteinsatz führt. Sobald sie sich in Verwendung in dem Labor befindet, muss die gesamte optische Anordnung für einen Teileaustausch und die dann folgende zeitaufwendige, teure optische Wiederausrichtung zur Fabrik zurückgeschickt werden, falls eine Komponente im optischen Pfad des Raumfilters ausbrennt oder beschädigt wird.

[0009] Daher wäre es für eine Laserbeugungs-Teilchenanalysevorrichtung vorteilhaft, die Lochblendenart der Raumfilteranordnung zu verbessern, um die oben angesprochenen Nachteile zu verringern oder zu beseitigen. Falls alternativ die Lochblende und andere zugehörige Komponenten ersetzt werden könnten, um eine Anordnung bereitzustellen, welche viel stabiler, viel unempfindlicher gegenüber Verformungen ist, die durch thermische Effekte, Stoß und Rütteln auftreten, sehr wenig Ausrichtung benötigt und kostengünstiger ist, würde eine solche Ersetzung ein lange bestehendes Bedürfnis befriedigen.

[0010] Viele Geräte, beispielsweise diejenigen, die in einer oder mehreren der im folgenden aufgelisteten Veröffentlichungen beschrieben werden, verwenden unterschiedliche Formen von Lichtleitern, einschließlich monomodalen und multimodalen Leitern, in Licht übertragenden und Licht detektierenden Anordnungen. Jedoch beschreibt keine der Geräte nach dem Stand der Technik eine Monomodelichtleiter-Vorrichtung in einem Raumfilter, welche in der Lage ist, den hochqualitativen Lichtstrahl bereitzustellen, welcher für eine Teilchengrößenbestimmung unter Verwendung von Laserbeugungstechniken verlangt ist.

US-Patent 4,953,978, Steven E. Bott et al., Coulter: Electronics of New England, Inc., PARTICLE SIZE ANALYSIS UTILIZING POLARIZATION INTENSITY DIFFERENTIAL SCATTERING.
US-Patent 4,975,237, Robert G.W. Brown, The Secretary of State for Defence in Her Britannic Majesty's Government of the United Kingdom of Great Britain and Northern Ireland: DYNAMIC LIGHT SCATTERING APPARATUS.
US-Patent 5,056,918, Steven E. Bott et al., Coulter, Electronics of New England, Inc., METHOD AND APPARATUS FOR PARTICLE SIZE ANALYSIS.
Juskaitis, R., et al., 1992, Electronics Letters Band 28(11), FIBRE-OPTIC BASED CONFOCAL SCANNING MICROSCOPY WITH SEMICONDUCTOR LASER EXCITATION AND DETECTION.
Brown, R.G.W., et al., 1987, J.Physics E., Band 20, MONOMODE FIBRE COMPONENTS FOR DYNAMIC LIGHT SCATTERING.
Brown, R.G.W., 1988, HMSO, MINIATURE INSTRUMENTATION FOR LASER LIGHT SCATTERING EXPERIMENTS.
Knuhtsen, J., et al., 1982, The Institute of Physics, FIBRE OPTIC LASER DOPPLER ANEMOMETER WITH BRAGG FREQUENCY SHIFT UTILISING PO-

LARISATION-PRESERVING SINGLE-MODE FIBRE.
Brown, R.G.W., 1987, Applied Optics, Band 26(22), DYNAMIC LIGHT SCATTERING USING MONOMODE OPTICAL FIBERS.
Dabbs, T., et al., 1992, Applied Optics, Band 31(16), FIBER OPTIC CONFOCAL MICROSCOPE: FOCON.
Brown, R.G.W., 1987, DESIGNS OF FIBRE OPTIC PROBES FOR LASER ANEMOMETRY: Paper 9, Second International Conference on Laser Anemometry – Advances and Applications, Strathclyde, UK.
Siehe auch US-Patent 4,871,251.

[0011] US-Patent 4,975,237 an Brown bezieht sich auf die Verwendung von Monomode-Lichtleitern in einer Lichtdetektoranordnung in einer Vorrichtung zur dynamischen Lichtstreuung. Brown beschreibt die Ersetzung einer Lochblende vor einem Photodetektor durch einen Monomode-Lichtleiter, dessen Zweck es ist, eine kleine Lichtfläche von einer großen Menge von den Teilchen gestreuten Lichts zu isolierten. Brown verwendet einen Monomode-Lichtleiter einfach deshalb, weil der Kerndurchmesser des Monomode-Lichtleiter ungefähr der richtigen Größe entspricht, um eine einzelne Kohärenzfläche des gestreuten Lichts zu isolieren. Brown verwendet einen Lichtleiter nicht als Lichtzuführungs- und Filtergerät, das für eine Laserbeugung geeignet ist. In Fig. 1 von Brown ist ein Monomode-Lichtleiter in einem Strahlzuführungspfad gezeigt. Brown lehrt jedoch keine Vorteile eines Raumfilterns unter Verwendung des Monomode-Lichtleiters, noch legt er dieses nahe, weil das Verfahren zur dynamischen Lichtstreuung dieses Geräts nicht die für eine Vorrichtung zur Größenbestimmung durch Laserbeugung benötigte Qualität benötigt.

[0012] Andere Vorrichtungen, wie beispielsweise das konfokale Mikroskop von Juskaitis et al., verwenden Monomode-Lichtleiter sowohl für die Zuführung als auch die Detektion von Licht. Solche Geräte und ihre Verfahren beziehen sich nicht auf eine Teilchengrößenbestimmung mittels Laserbeugung und lehren nicht die Verwendung von Monomode-Lichtleitern in Raumfilteranordnungen für dieselben.

Offenbarung der Erfindung

[0013] Erfindungsgemäß werden ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Teilchengrößenbestimmung mittels Laserbeugung gemäß der Patentansprüche 1 bzw. 2 bereitgestellt. Bevorzugte Ausführungsformen lassen sich den abhängigen Ansprüchen entnehmen.

[0014] Es wurde entdeckt und gezeigt, dass ein Monomode-Lichtleiter in einer Raumfilteranordnung verwendet werden kann, um die Filtervorteile herkömmlicher, Lochblenden-basierter Raumfilteranordnungen bereitzustellen, um die räumlich saubere, mit einer gleichförmigen Wellenfront versehene Punktquelle monochromatischen Lichts zu erzeugen, welche für Laserbeugungstechniken der Teilchengrößenbestimmung benötigt wird. Die erlangte Lichtpunktquelle ist näher an der idealen Punktquelle. Die räumliche Kohärenz ist insbesondere hochgradig. Die Lichtleiter-basierende Filteranordnung stellt die zusätzlichen Vorteile bereit, dass sie preiswerter, stabiler, einfacher auszurichten und widerstandsfähiger gegenüber thermischen und Vibrations-Effekten ist.

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

[0015] Die bevorzugten Ausführungsformen dieser Erfindung werden nun beispielhaft mit Bezug auf die zu dieser Beschreibung gehörigen Zeichnungen beschrieben, in welchen:

[0016] Fig. 1 eine schematische Darstellung eines typischen herkömmlichen Lochblenden-Raumfilters nach dem Stand der Technik ist;

[0017] Fig. 2 eine Teilschnittdarstellung in Seitenansicht eines Lichtleiter-basierten Raumfilters unter Verwendung der vorliegenden Erfindung ist;

[0018] Fig. 3 eine schematische Darstellung einer Laserbeugungsvorrichtung unter Verwendung der Lichtleiter-basierten Raumfilteranordnung unter Verwendung der Erfindung ist; und

[0019] Fig. 4 eine schematische Darstellung, ähnlich zu Fig. 3, ist, welche eine Umkehr-Fourier-Linse verwendet.

Arten zum Durchführen der Erfindung

[0020] Wie in der schematischen Ansicht von Fig. 1 der Zeichnungen dargestellt, umfasst ein herkömmliches, Lochblenden-basiertes Raumfilter **10** nach dem Stand der Technik allgemein: eine lichterzeugende Laserdiode **12**, den Strahl **14**, welcher zu einem ersten kreisförmigen Strahlstopper **16** weitergeleitet wird, welcher so arbeitet, dass er unerwünschte Umgebungslichtstrahlen beseitigt und den Lichtstrahl kreisförmig macht; Fokussierlinsen **18** und **20**, ein Lochblendenelement **22**; einen zweiten Strahlstopper **24**, um Beugungsringe zu entfernen, welche durch Teile des Strahls **14** erzeugt werden, welche die Kanten der Lochblende **22** treffen; und letztlich wird der Laserlichtstrahl durch eine Linse **26** kollimiert und zu einer eine Probe enthaltenen Zelle, Durchgang oder Flusspfad (nicht gezeigt) zur Größenbestimmung bestimmter darin enthaltener Materie weitergeführt. Der zweite Strahlstopper **24** und die kollimierender Linse **26** sind notwendige Teile der Raumfilteranordnung nach dem Stand der Technik. Verunreinigungen in den Linsen **18** und **20** und Staubteilchen zwischen der Laserquelle und der Lochblende kann einige Beugung des Strahls **14** be-

wirken und unerwünschte oder "schmutzige" Lichtstrahlen erzeugen, welche die Lochblende **22** nicht passieren, sondern abgeblockt werden.

[0021] Im Gegensatz zum oben aufgeführten Stand der Technik wird in Fig. 2 der erfindungsgemäße Lichtleiter-basierte Raumfilter der Vorrichtung zur Teilchengrößenbestimmung mittels Laserbeugung gezeigt und nun beschrieben. Die Vorrichtung zur Teilchengrößenbestimmung mittels Laserbeugung, welche die neuartige Wellenleiter-basierte Raumfilteranordnung gemäß dieser Erfindung umfasst, ist in den Fig. 3 und Fig. 4 der Zeichnungen dargestellt.

[0022] Wie in Fig. 2 gezeigt, umfasst eine Monomode-Lichtleiter-basierte Raumfilteranordnung **30** gemäß der bevorzugten Ausführungsform viele Elemente. Ein erstes steifes, vertikales Halterungselement **32** hält eine Laserdiode an einem Lichtleiterkoppler **34**, welcher das Licht von einer Laserdiode (nicht gezeigt) in ein Monomode-Lichtleiterkabel **36** einkoppelt. Der Aufbau von Lichtleiterkopplern ist weit verfügbar, wie sie auch in der Telekommunikationsindustrie verwendet werden. Das Lichtleiterkabel **36** wird auf ungefähr 6 m Länge zugeschnitten. Die bestimmte Länge ist für die Erfindung nicht kritisch, muss aber ausreichend lang sein, so dass das durch den Mantel (nicht gezeigt) des Leiters hindurchgehende Fremdlicht so weit gedämpft wird, dass es der Ausgabe eines sauberen, räumlich gefilterten Strahls nicht abträglich ist. Der Lichtleiter-Optokoppler **34** wird durch eine Leiterplatte **38** gehalten, welches ein Einbau- bzw. Montageelement für individuelle Schaltkreiskomponenten **40** bereitstellt, die nicht weiter beschrieben werden, welche einen elektrischen Strom bzw. eine elektrische Leistung an die Laserdiode anlegen (nicht gezeigt). Die Leiterplatte **38** wird durch das erste steife Halterungselement **32** gestützt, welches selbst auf einem steifen Trägerelement **42** aufliegt. Das Halterungselement **32** hält auch eine kurze zylindrische Schale oder Rohr **44**. Die 6 m Länge des Lichtleiterkabels **36** werden um das zylindrische Rohr **44** herum gewickelt, um eine vergleichsweise kleine und kompakte Anordnung **46** zu schaffen, welche im folgenden durch eine Einschweiß- bzw. Schrumpffolien-Abdeckung **48** abgedeckt ist, welche das Kabel vor einer Beschädigung durch eine Handhabung schützt. Ein sich nach vorne erstreckendes Ende **50** des Lichtleiterkabels **36** schließt mit einer Lichtleiterverbindung **52** ab, um es der Anordnung **46** zu erlauben, im Feld ersetzt zu werden, falls Teile davon beschädigt werden oder ausbrennen.

[0023] Der Lichtleiter **36** ist ein Monomode- (Einzelmoden-) Lichtleiter mit einem Kerndurchmesser von ungefähr fünf (5) µm und einem Manteldurchmesser von einhundertfünfundzwanzig (125) µm. Ein Lichtleiter ist als ein Einzelmode für eine gegebene Lichtwellenlänge definiert, wenn die normalisierte Frequenz (V-Zahl) des Leiters geringer oder gleich 2,405 ist. Die V-Zahl wird folgendermaßen berechnet:

$$V = \frac{2\pi \quad (NA) \quad a}{\lambda}$$

wobei:

NA =	numerischer Blendendurchmesser des Leiters (dimensionslos)
a =	Radium des Leiterkerns (µm)
λ =	Lichtwellenlänge (µm).

[0024] In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung betrug der numerische Blendendurchmesser des Lichtleiters 0,11, die Wellenlänge des Laserlichts 750 nm und der Radius des Leiterkerns 2,5 µm. Diese Ausgestaltung erreicht eine V-Zahl von 2,30.

[0025] Leiterkoppler, wie beispielsweise der Koppler **34**, weisen typischerweise Mittel zum Befestigen der Laserdiode relativ zu einer Linse auf, welche das Licht auf die Eintrittsfläche des Lichtleiters fokussiert. Leiterkoppler können mit unterschiedlichen Graden an Kopplungseffizienz besorgt werden, im Allgemeinen aber mit weniger als 45 %; dies bedeutet, dass nur 45 % der Ausgabe- bzw. Austrittsleistung der Laserdiode in den Lichtleiter eingekoppelt wird. Jedoch ist diese Kopplungseffizienz ein- bis dreimal besser als die für eine typische Lochblenden-basierte Filteranordnung aufgefundene Effizienz. In der bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird eine Laserdiode mit einer fünf Milliwatt (5 mW) Ausgangsleistung in den Lichtleiter **26** mit ungefähr **20** Effizienz eingekoppelt, um eine Ausgabeleistung des Leiters von ungefähr einem (1) mW zu erzeugen.

[0026] Das meiste Licht, das in den Lichtleiter eingekoppelt wird, läuft durch den Kern des Lichtleiters, aber ein Teil des Lichts wird in den Mantel des Lichtleiters eingekoppelt. Dieses "Mantellicht" kann eine Quelle für eine sehr schlechte Leistung des Raumfilters sein, falls es nicht adäquat ausgelöscht wird. In der Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird ein Lichtleiter vergleichsweise langer Länge verwendet, nämlich von ungefähr 6 m, um es dem durch den Mantel laufenden Licht zu erlauben, aufgrund der inhärenten hohen Dämpfungsverluste des Mantels ausgelöscht zu werden. Alternativ könnte dieses Mantelmodenlicht aus dem Mantel durch Verwendung eines Brechungsindex abgestimmten Gels entfernt werden, welches den Mantel entlang des Leiters umgibt.

[0027] Nachdem das durch den Leiter laufende Mantellicht ausreichend abgedämpft worden ist, verlässt das Licht das Ende des Leiters bzw. der Faser durch seinen Kern (5 µm Durchmesser). Dieser Kerndurchmesser, der mit Licht von siebenhundertfünfzig (750) nm verwendet wird, bewirkt, dass die Lichtausgabe des Monomode-Lichtleiters näher an einer idealen Punktlichtquelle ist als das typische Lochblen-

denraumfilter, welches eine Lochblende von zwanzig bis fünfzig (20 – 50) µm Durchmesser verwendet. Auch besteht aufgrund des Kerndurchmessers und der begrenzten numerischen Blendenöffnung bzw. Apertur der Lichtausgabe von einem Monomode-Lichtleiter keine Notwendigkeit für den zweiten Strahlstopper **24**, der in dem Lochblenden-artigen Filter aus Fig. 1 nach dem Stand der Technik benötigt wird.

[0028] Die Lichtleiterverbindung **52** ist durch ein zweites steifes, vertikales Halterungselement **54** angebracht, welches ebenfalls an dem Trägerelement **42** befestigt ist. Der Laserlichtstrahl **56** tritt aus dem Ende oder der Spitze **58** des Lichtleiters **36** aus. Aufgrund der Natur des Monomode-Lichtleiters hat das aus dem Lichtleiter austretende Licht eine Wellenfrontenverzerrung von typischerweise weniger als λ/10, ist kreisförmig, hat ein Gauss'sches Intensitätsprofil und divergiert gemäß der numerischen Blendenöffnung des Leiters, welche in der bevorzugten Ausführungsform 0,11 betrug. In der bevorzugten Ausführungsform hat der Ausgabestrahl **56** einen hohen Grad räumlicher Kohärenz und kann auf ungefähr dreizehn (13) mm im Durchmesser ausgedehnt werden, bevor er kollimiert bzw. parallelgerichtet wird.

[0029] Die Lichtwellenverbindung **52** wird mit einem weiblichen Verbindungselement **60** verbunden, welches wiederum an einer steifen Positionierscheibe **62** angebracht ist. Während eines Zusammenbaus erlaubt es die Scheibe **62** der Spitze **58** des Lichtleiters **36**, statisch zur nominalen Mittenposition eines Paars kollimierender oder strahlformender Linsen **64** und **66** zentriert zu werden. Die Positionierscheibe **62** wird durch Anziehen von Schrauben **67** an einem zweiten, vertikalen Haltungselement **68** an ihrem Platz gehalten, welches ebenfalls auf dem Trägerelement **42** montiert ist.

[0030] Die Positionierscheibe **62** befindet sich innerhalb eines Positionierrings **70**, welcher eine Einbaumöglichkeit für zwei Justierschrauben **72** (von denen nur eine gezeigt ist) vorsieht. Die Justierschrauben **72** bewegen die Positionierscheibe **62** und dadurch die Leiterspitze **58** sowohl in X- als auch in Y-Achsenrichtung, wodurch der Lichtstrahl **56** auf die nominelle Mitte der strahlformenden Linsen **64** und **66** zentriert werden kann. Sobald die Positionierscheibe **62** zentriert ist, werden die Verschlussschrauben **67** angezogen, wodurch sie die Position der Scheibe **62** an dem vertikalen Halterungselement **68** und dem Trägerelement **42** festsetzen.

[0031] Die Linsen **64** und **66** sind in einer Linsenfassung **74** angeordnet, welche an einem Linsenrohr **76** befestigt ist, welches entlang der Z-Achse durch ein blockähnliches Halterungselement **78** hindurch verschiebbar ist, wobei es ein solches Verschieben den Linsen erlaubt, fokussiert zu werden. Sobald das Fokussieren durchgeführt wurde, hält eine Feststellschraube (nicht gezeigt) das Linsenrohr **76** in Bezug auf das Halterungsblockelement **78** fest an seinem Platz.

[0032] Die Linsen **64** und **66** werden relativ zu den X- und Y-Achsen durch Bewegen des Blocks **78** positioniert. Dieser Block **78** wird von dem Halterungselement **54** durch vier gleichbeabstandete, an Ecken aufgelegte und flexiblen drahtähnliche Elementen **80** flexibel gehalten, welche sich von dem ersten Halterungselement **54** in Vorwärtsrichtung durch Durchgangslöcher bzw. Durchsteckbohrungen in dem zweiten vertikalen Halterungselement **68** zum Block **78** erstrecken. Durch Verwendung von zwei Schrittmotoren **82** (von denen nur einer gezeigt ist) wird der Block **78** in einer X-Y-Ausrichtung und Kombinationen daraus positioniert. Dieser flexible Aufbau erlaubt es der Laserbeugungsvorrichtung, den Lichtstrahl **56** in Bezug auf den Rest der Vorrichtung dynamisch auszurichten.

[0033] Wie in der schematischen Ansicht von Fig. 3 zu sehen, wird die Vorrichtung zur Teilchengrößenbestimmung mittels Laserbeugung, welche die vorliegende Einzelmoden-Lichtleiter-basierte Filteranordnung **30** enthält, mit dem kollimierten Laserlichtstrahl **56** gezeigt, welcher in einen Probendurchgang **84** hinein und hindurch geht, durch welchen sich Feststoffe bzw. Partikel enthaltende Materie **86** mit verschieden großen Teilchen in Richtung des Pfeils **88** bewegt oder strömt. Der Durchgang **84** kann eine Strömungszelle, ein in Luft strömender Probenstrom oder ein Strom von Proben sein, die von einem anderen Medium überzogen sind. Es ist für die Teilchenprobe nicht notwendig, dass sie strömt. Die Teilchen **86** (die in dieser Figur aus Vereinfachungsgründen die gleiche Größe aufweisen) beugen bzw. brechen etwas des einfallenden Laserlichtstrahls gemäß der gut bekannten Fraunhofer-Beugung und anderer Streutheorien. Das aus dem Strahl gebrochene Licht besteht aus einer Vielzahl von gebeugten bzw. gebrochenen Lichtstrahlen **90**, die sich von den Teilchen weg ausbreiten, wie es in Fig. 3 dargestellt ist. Der Winkel des bezüglich des kollimierten Lichtstrahls **56** gebrochenen Lichts **90** ist im groben invers proportional zur Größe der Teilchen **86**.

[0034] Das gebrochene Licht **90** läuft dann durch eine Fourier-Linse **92**, welche unter einem gegebenen Winkel **94** auf die Linse einfallendes Licht dazu bringt, auf eine Fourier-Oberfläche oder -Ebene **96** fokussiert zu werden, welche um einen Abstand von der Fourier-Linse **92** verschoben ist, welcher gleich der Brennweite dieser Linse ist. Ein Photodetektor **98** ist übereinstimmend mit der Fourier-Ebene **96** positioniert. Das Photodetektorfeld **98** besteht aus einer großen Zahl einzelner Photodetektoren, welche eine Lichtintensität messen. Durch Messen der Lichtinten-

sität an einer großen Zahl von Detektorplätzen an dem Photodetektorfeld **98** erlangt man ein genaues Profil der gestreuten Lichtintensität gegen den Streuwinkel. Ein Computer (nicht gezeigt), der in Wirkverbindung mit der Laserbeugungs-Größenbestimmungsvorrichtung steht, kann die tatsächliche Größe und Größenverteilung der Probenteilchen **86** bestimmen.

[0035] Fig. 4 zeigt eine Ausführungsform der Erfindung, in welcher die kollimierenden Linsen **64** und **66** durch eine Umkehr-Fourier-Linse **100** ersetzt werden, welche aus dem Stand der Technik gut bekannt ist,. Die Umkehr-Fourier-Linse **100** umgeht die Notwendigkeit für die Fourier-Linse **92** aus Fig. 3, aber hat als ihre Fourier-Ebene die gleiche Ebene **96** wie die Fourier-Linse **92** aus Fig. 3. Die Umkehr-Fourier-Linse **100** erzeugt einen konvergenten Strahl **102**, welcher an einem Punkt **104** auf der Fourier-Ebene konvergiert; der Konvergenzpunkt **104** ist auch der gleiche für die Fourier-Linse **92**. Die Umkehr-Fourier-Linse **100** und die Kollimatorlinsen **64** und **66** werden allgemein als "Strahlbildemittel" angezeigt.

[0036] Zusammenfassend stellt die vorliegende Erfindung die gleichen Funktionen wie herkömmliche Lochblenden-basierte Raumfilteranordnungen bereit, aber ohne deren zweiten Strahlstopper, teure Ausrichtungsanordnungen, die mit dem zeitaufwendigen Ausrichtungsvorgehen verbundenen hohen Kosten und den mit dem Versenden der empfindlichen Lochblenden-basierten Filter zusammenhängenden Außendienst-Wartungsprobleme. Der Laserlicht-Ausgabestrahl des Monomode-Lichtleiter-basierten Filters ist von besserer Qualität, räumlicher Kohärenz, als die typischen Lochblenden-basierten Filter, weil die Größe der effektiven lichtaussendenden Quelle näher an derjenigen der idealen Punktlichtquelle ist. Beispielsweise kann mit der Lichtleiter-basierten Technologie ein 5-µm-Kerndurchmesser ziemlich einfach erreicht werden; wobei ein Lochblendenbasiertes Filter entsprechender Größe praktisch unmöglich auszurichten und erfolgreich in einem kommerziellen Produkt zu versenden wäre.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Teilchengrößenbestimmung mittels Laserbeugung, um die Größen und die Größenverteilung von Teilchen in einer Fluidsuspension zu bestimmen, wobei das Verfahren folgende Schritte aufweist:
(a) Vorsehen eines monochromatischen Laserstrahls;
(b) Formen des Laserstrahls zum Vorsehen eines räumlich kohärenten, im Wesentlichen beugungsbegrenzten Strahls (**56**; **102**);
(c) Halten eines Teils der Teilchensuspension in dem beugungsbegrenzten Strahl (**56**; **102**), wobei jedes der Teilchen der Suspension die Beugung des einfallenden Strahlenlichtes unter unterschiedlichen Winkeln bewirkt, um eine Vielzahl gebeugter Strahlen (**90**) zu erzeugen;
(d) Fokussierung der teilchengebeugten Strahlen an einer Fourierebene (**96**);
(e) Detektieren der Lichtintensität der teilchengebeugten Strahlen an einer großen Anzahl von Stellen in der Fourierebene mit Feld aus Photodetektoren, wobei das Photodetektorfeld eine Ausgangsgröße erzeugt, welche die gemittelte bzw. durchschnittliche relative Winkelintensität des gebeugten Lichtes an einer Anzahl von Detektionswinkeln repräsentierend, wobei die Ausgangsgröße zur Bestimmung der Größen und der Größenverteilung von Teilchen innerhalb der Suspension geeignet ist, dadurch gekennzeichnet, dass:
der Schritt (b) folgende Schritte aufweist:
(i) optisches Einkoppeln von Licht von dem Laserstrahl in einen langgestreckte Monomode-Lichtleiter (**36**) mit einem zentralen Kernbereich und einem umgebenden Mantelbereich,
(ii) Gestatten, dass das Laserlicht sich in Lichtleiter fortpflanzt, bis jegliches Fremdlicht, welches in der Mantelschicht läuft, welches für die Ausgabe eines sauberen, räumlich kohärenten Lichtstrahls vom Kernbereich der optischen Faser schädlich sein kann, ausgelöscht ist;
(iii) Sammeln des sich vom Kernbereich des freien Endes oder der Spitze (**58**) der optische Faser fortpflanzenden Laserlichtes, und
(iv) Formen des gesammelten Laserlichtes zur Bildung des erwähnten beugungsbegrenzten Strahls.

2. Vorrichtung zur Teilchengrößenbestimmung mittels Laserbeugung zum Durchführen des Verfahrens nach Anspruch 1, wobei die Vorrichtung Folgendes aufweist:
(a) einen Laser zur Erzeugung eines monochromatischen Laserstrahls;
(b) erste optische Mittel zur Formung des Laserstrahls, um einen räumlich kohärenten, im Wesentlichen beugungs-begrenzten Strahl (**56**; **102**) bereitzustellen;
(c) einen Probendurchgang (**84**) zum Halten oder Tragen eines Teils der Teilchensuspension in dem beugungsbegrenzten Strahl (**56**; **102**), wobei jedes der Teilchen in der Suspension die Beugung des einfallenden Strahllichts bewirkt, um eine Vielzahl von gebeugter Strahlen (**90**) zu erzeugen;
(d) ein zweites optisches System (**92**; **100**) zum Fokussieren der teilchengebeugten Strahlen an einer Fourierebene (**96**)
(e) ein Feld von Photodetektoren (**98**), positioniert in der Fourierebene, zum Detektieren der Lichtintensität der teilchengebeugten Strahlen an einer großen Anzahl von Stellen, wobei das Feld von Photodetektoren eine Ausgangsgröße erzeugt, welche die durchschnittliche relative Winkelintensität des gebrochenen Lichtes an einer Anzahl von Detektionswin-

keln repräsentiert, wobei die Ausgangsgröße brauchbar ist zur Bestimmung der Größen und der Größenverteilung der Teilchen innerhalb der Suspension, dadurch gekennzeichnet dass,
die ersten optischen Mittel Folgendes aufweisen:
(i) einen langgestreckten Monomode-Lichtleiter (**36**), der einen zentralen Kernbereich und einen umgebenden Mantelbereich aufweist,
(ii) einen optischen Koppler (**34**) zum Einkoppeln des Laserstrahls in ein Ende der optischen Faser und
(iii) Linsenmittel (**64**, **66**; **100**) zum Sammeln des Laserlichtes, welches von dem Kernbereich des freien Endes oder der Spitze (**58**) des Lichtleiters ausgeht, und zum Formen des gesammelten Laserlichts zur Bildung eines räumlich kohärenten Strahls, wobei der Lichtleiter eine hinreichende Länge besitzt, um jedwedes Fremdlicht, das in der Mantelschicht läuft, auszulöschen, so dass es die Ausgangsgröße oder die Ausgabe eines sauberen, räumlich gefilterten Lichtpunktes, der aus dem Kernbereich des Lichtleiters austritt, nicht beinträchtigt.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, wobei der Kernbereich der optischen Faser (**36**) einen Durchmesser von ungefähr 5 Mikrometern oder weniger besitzt.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2, wobei der beugungsbegrenzte Strahl einen Durchmesser von ungefähr 13 mm besitzt.

5. Vorrichtung nach Anspruch 2, wobei der langgestreckte Lichtleiter (**36**) mindestens ungefähr 6 Meter Länge besitzt.

6. Vorrichtung nach Anspruch 2, wobei der Lichtleiter (**36**) in einer Spule um ein zylindrisches Rohr (**44**) herum gewickelt ist, um eine kompakte Anordnung (**46**) vorzusehen.

7. Vorrichtung nach Anspruch 2, wobei bewegliche Positioniermittel (**62**) vorgesehen sind, und zwar zum Positionieren der optischen Faserspitze (**58**) relativ zu den Linsenmitteln (**64**, **66**; **100**) zur Steuerung des Zentrierens oder der Mittellage der erwähnten Spitze relativ zu den Linsenmitteln.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, wobei die Antriebsmittel (**82**) zur Steuerung der Axialposition der Linsenmittel (**64**, **66**; **100**) relativ zu den Positioniermitteln (**62**) vorgesehen sind, um die Ausrichtung des beugungsbegrenzten Lichtstrahls (**56**, **102**) bezüglich des Probendurchgangs (**84**) einzustellen.

Es folgen 4 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

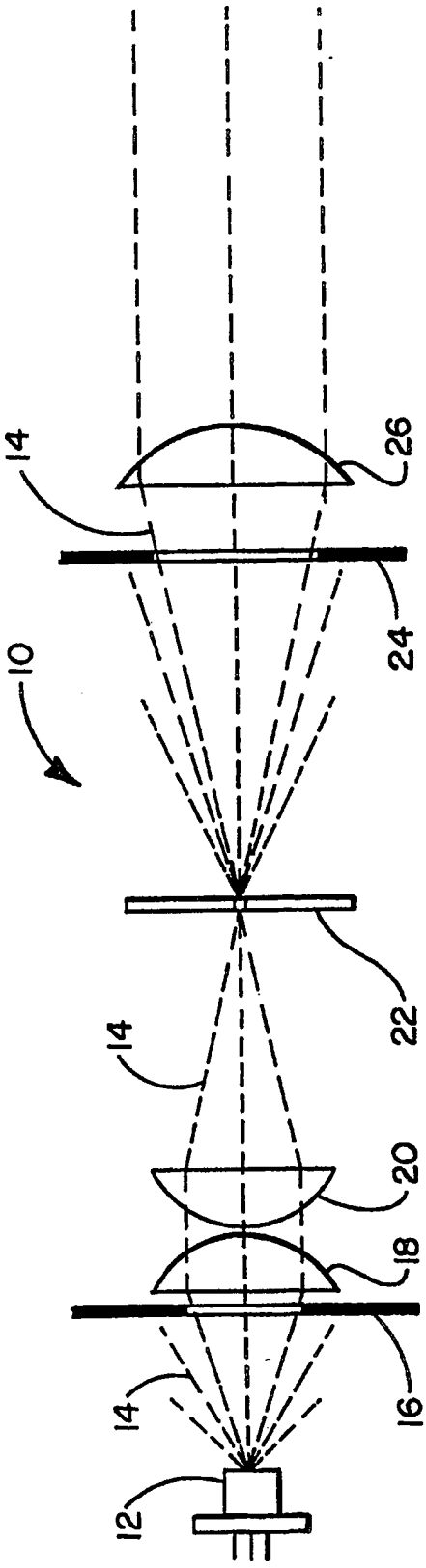

FIG. 1
STAND DER TECHNIK

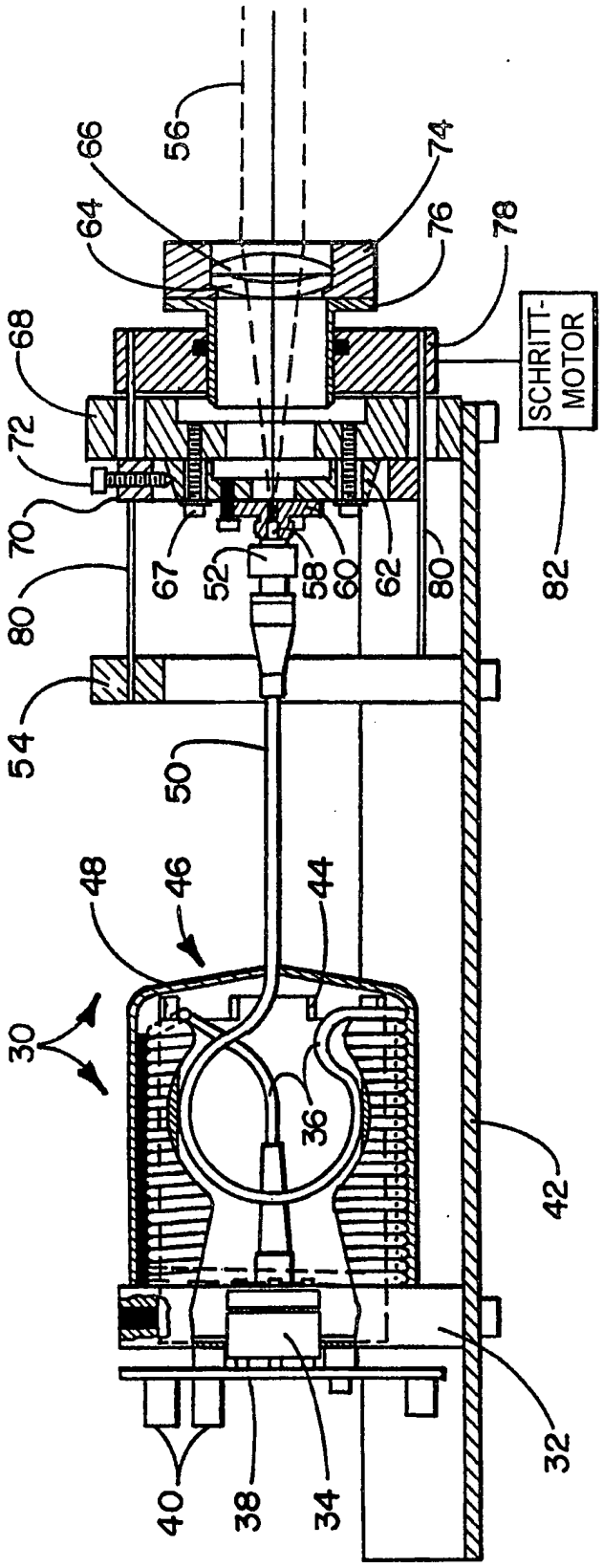
56
66
64
74
76
78
SCHRITT-
MOTOR
68
72
70
80
67
52
58
60
62
80
82
54
50
48
46
44
30
36
42
32
40
38
34

FIG. 2

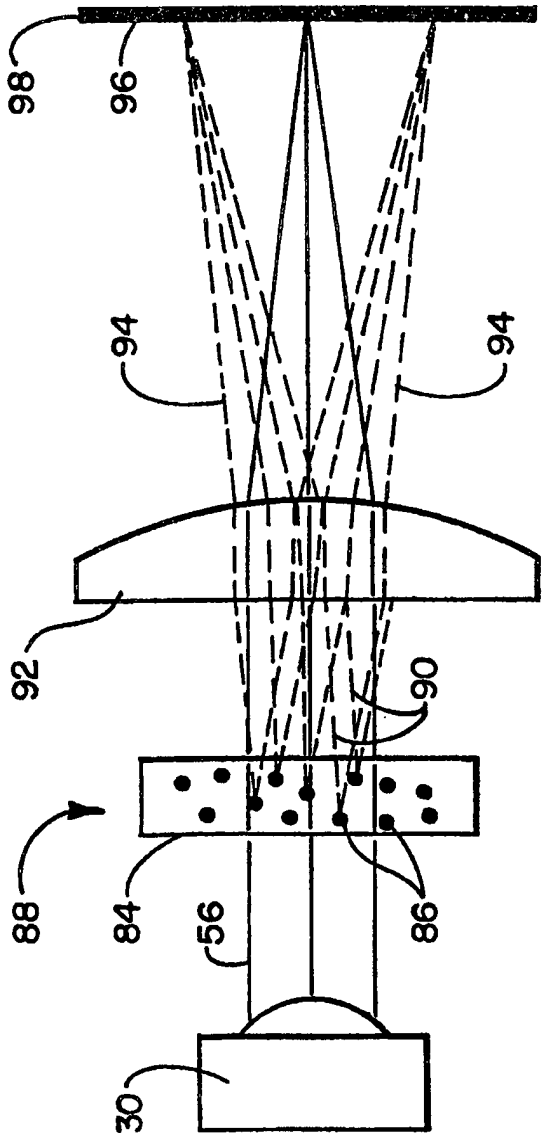

FIG. 3

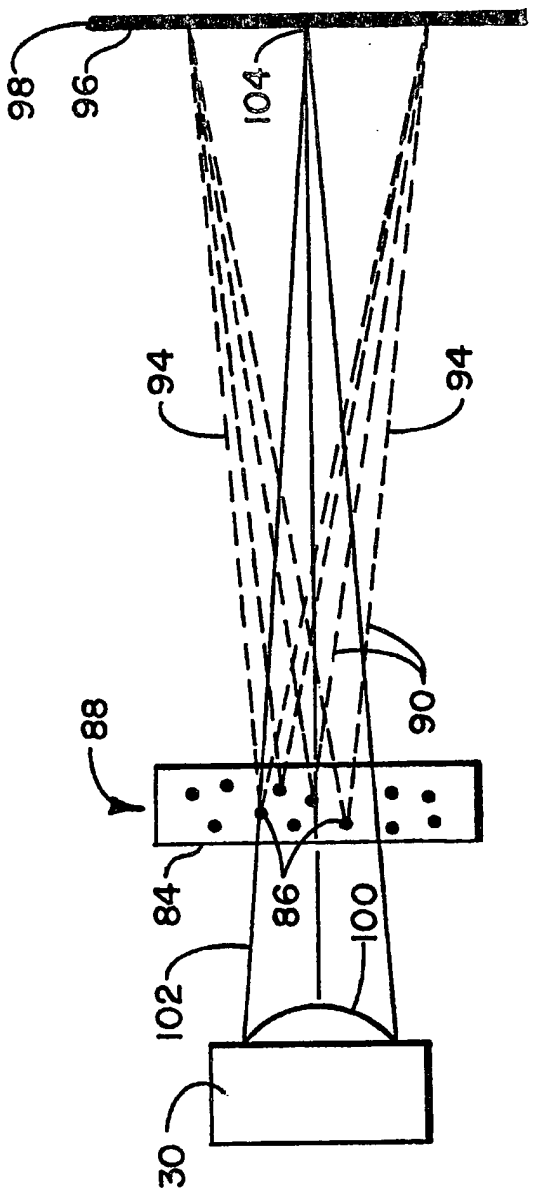

FIG. 4