

Technisches zum CARS-Versuch

1. Thema:

Messung von Raman-Linien mit einem Farbstoff-Laser basierten CARS-Spektrometer

2. Versuchsdauer:

1 Tag (Laserschutzbelehrung, technische Vorführung und experimentelle Arbeiten)

3. Arbeitsschutz:

Der Nd:YAG-Pumplaser und die Farbstofflaser sind Systeme der höchsten Leistungsklasse 4:



- **Die Laserstrahlung ist sehr gefährlich für die Augen und gefährlich für die Haut.**
- **Auch diffus gestreute Strahlung kann gefährlich sein.**
- **Die Laserstrahlung kann Brand- und Explosionsgefahr verursachen.**

Es wird eine spezielle Laserschutzbelehrung durchgeführt!

4. Zur Verfügung stehende Geräte

- Gütegeschalteter Nd:YAG Laser mit Frequenzverdopplung
- Schmalband-Farbstofflaser und Breitband-Farbstofflaser
- Energiemeßgerät
- 640 mm Einfach-Monochromator mit Multiplier
- Oszilloskop (zeitintegrierend auf ns-Zeitskala)
- BOXCAR-Integrator
- PC-Steuerung mit DA-Wandler und Quarzzeitgeber

5. Experimentelle Hinweise

a) Nd:YAG-Laser: Nach Einschalten des Netzschalters erst 10 Sekunden warten (Auslesen des EEPROM's); dann erst Schlüsselschalter drehen. Der Laser ist nach 30 min betriebsbereit (Temperaturregelung für Etalon und Kristalle der Harmonischen-Erzeugung). Die 30 min Wartezeit ist laser-intern programmiert und kann nicht ohne weiteres umgangen werden; nach Ausschalten des Netzteils und Wiedereinschalten muß man wieder volle 30 min warten!

Hinweis: Das Lasernetzteil gibt Piep-Signale und startet nicht, wenn die Laserwarnlampe an der Tür nicht eingeschaltet ist. Die Anzeige am Lاسernetzteil zeigt 'E06'.

Abhilfe: Laserwarnlampe einschalten und Schlüsselschalter aus und wieder anschalten. Falls während des Betriebs das Netzteil piept und 'E07' anzeigt, dann gibt es ein Problem mit der Rechnersteuerung (siehe dort).

Der Laserkopf hat einen *mechanischen Shutter* (Schiebeschalter), der immer geschlossen sein sollte, wenn man nicht tatsächlich die Laserstrahlung braucht.

b) Farbstofflaser-Laser: Die Farbstofflaser dürfen *nur mit eingeschalteter Kreislaufpumpe* betrieben werden, da sonst die Farbstofflösung auf den Küvettenfenstern einbrennt. Die Farbstoffkreisläufe werden am Regeltrafo eingeschaltet, der auch zur Einstellung der Umpump-Geschwindigkeit dient. Die Kreislaufpumpen haben leider eine begrenzte Lebensdauer und sind recht teuer; man sollte sie daher auch nicht unnötig laufen lassen.

c) Geeignete Laserintensität: Für die eigentliche Messung sind bei Fokussierung mit 100 mm Brennweite Energien um 10-30 μJ am Probenort ausreichend (Energie-meßgerät). Bei zu hoher Intensität tritt Selbstfokussierung auf, welche die Probenküvette schnell zerstört (diffuses Streulicht wird erheblich stärker hinter der Küvette). Man erkennt das Auftreten der Selbstfokussierung an der damit verbundenen Aufweitung des Strahldurchmessers hinter der Küvette. Bei minimaler Pump-Spannung des Nd:YAG-Lasers ist eine Abschwächung mit 30 % bis 50 % mit Neutralfiltern erforderlich. Bei der Justierung des Strahlüberlapps wird eine kleine Blende verwendet (Aluminium-Aufdampfschicht mit kleinem Loch).

Die *Blende ist wesentlich empfindlicher:* Strahlungen um Faktor 100 abschwächen.

Bei Messung des Breitbandlaserpektrums mit Faktor 100 abschwächen und Strahl auf Streuscheibe fallen lassen. Bei Schmalbandlaser Faktor 1000 - 10000 abschwächen.

d) Monochromator: Die mechanische Wellenlängenanzeige des Monochromators ist nicht exakt. Falls die Computer-Anzeige von der mechanischen Anzeige jedoch um mehr als 0.3 nm abweicht, muß das Gerät kalibriert werden (Betreuer rufen; bitte nicht an der Computerschnittstelle herumspielen, nicht den schwarzen Kippschalter "<< >>" betätigen). Die mechanische Anzeige befindet sich an der Geräterückseite und ist nicht ohne weiteres einsehbar. Der Monochromator hat zwei Deckel. Diese sind dicht geschlossen zu halten, weil sonst das Gitter einstaubt. *Gitter können nicht gereinigt werden; jeder Versuch führt zur Zerstörung!*

e) Messung mit Multiplier am Monochromator: Eine geeignete Multiplierspannung ist 800-900 V; aber *Vorsicht:* die maximal zulässige Spannung (Durchschlagspannung) ist 1000 V. Die Spannung darf nur angelegt werden, wenn das Multipliergehäuse am Monochromator montiert ist. Selbst schwache Raumbeleuchtung zerstört den Multiplier, wenn er unter Spannung steht. Die CARS-Strahlung ist bei richtiger Justage intensiv, allerdings nur, wenn man exakt auf Resonanz steht! Immer erst den Signallevel am Oszilloskop kontrollieren. Das nichtresonante Signal ist um einen Faktor >10 schwächer. Falls ein Signal beobachtet wird, ist zu prüfen, ob es nur da ist, wenn weder die Pump- noch die Stokes-Laser-Strahlung abgeblendet ist (Streulicht-Test). Zum Abschwächen ist der Eintrittsspalt des Monochromators gut geeignet. Der Austrittsspalt bestimmt die spektrale Auflösung. Bedingt durch den technischen Aufbau erzielt man die höchste spektrale Auflösung für Spaltgrößen um 30 μm .

f) BOXCAR-Integrator: Ein BOXCAR-Integrator integriert die angelegte Spannung über eine vorgegebene Zeitdauer nach einem wählbaren Delay nach dem Triggerimpuls (gated integrator). Der BCI 280 hat ein ns-Gate und ein ps-Gate. Der Multiplier liefert langsame Signale, so daß das ns-Gate benutzt wird, das ns-Gate hat eine maximale zulässige Eingangsspannung von nur 20V (das ps-Gate ist noch sensibler). Diese Spannung kann in ungünstigen Fällen vom Multiplier überschritten werden. Deshalb immer erst am Oszilloskop testen. 20-50 mV Spannungshub am Oszilloskop ist sinnvoll (das langsamere Oszilloskop zeigt aber nicht den kurzen Spannungspuls an, der für den BOXCAR-Integrator gefährlich ist!). Die Delay-Einheit driftet mit der Temperatur; eine

Warmlaufzeit von 30 min ist ausreichend ist es, generell günstiger mit kleiner Verstärkungseinstellung und größeren Signalen zu arbeiten (große Multiplierspannung statt hohe Empfindlichkeit des BOXCAR-Integrators). Der volle Arbeitsbereich des BCI 280 ist ± 5 V-Ausgangsspannung. Die Ausgangsspannung für die über 16 Pulse gemittelten Werte sollten aber erfahrungsgemäß ± 3 V (= ± 15 Skt. an Analoganzeige des BCI = ± 3 Skt. am Computerbildschirm) nicht überschreiten.

Der BCI 280 hat zwei Mittelungseinstellungen. Zum einen wird die Anzahl der zu mittelnden Pulse digital bestimmt (8-16 Pulse ist realistisch). Zum anderen gibt es einen exponentiellen Output-Filter; da die Meßdaten ohnehin am Rechner nachbearbeitet werden, sollte der Output-Filter auf Null stehen.

g) Rechnersteuerung: Die Steuerung funktioniert mittels der visuell programmierbaren Labview Software. Ein angepasstes virtuelles Instrument übernimmt die Monochromatorsteuerung sowie die Aufnahme der Boxcar Werte.

- Im oberen Teil der Bedienoberfläche können spektrale Positionen mit dem Monochromator angefahren werden.

Wichtig ist, beim Durchstreifen einer Laserlinie den Detektor zu schützen (Schutter schliessen).

Sollte die Monochromatorposition (Wert von Monitor) nicht mit dem vom Programm vorgegebenen Wert übereinstimmen kann dort auch der Wert aktualisiert werden.

- Im unteren Teil der Bedienoberfläche können spektrale Scans zur Aufnahme der Laserlinien (!!!Intensität abschwächen!!!) sowie des CARS Peaks durchgeführt werden. Dabei gibt man die Mittenposition, Schrittweiten sowie die Integrationslänge in Pulsen vor. Die Messkurve wird im vorliegenden Graph direkt angezeigt (während der Messung auf Überlastung des Boxcars achten!).

Vorsicht: Falls die Kontrollleuchte in der unteren rechten Ecke der Bedienoberfläche *rot leuchtet*, dann ist die Initialisierung der Schnittstelle zum Monochromator nicht gelungen.

Dann das Labviewprogramm beenden, das Steuergerät aus- und wieder einschalten und das Messprogramm erneut starten. Anschliessend auf jeden Fall die Monochromatorposition aktualisieren.

Wenn das nicht hilft den Betreuer rufen!