

## Sensoren auf Basis der Laserinduzierten Breakdown-Spektroskopie (LIBS) für industrielle Anwendungen

Dr. Christian Bohling, Andreas John, Lothar Cordts, Secopta GmbH, Berlin, Germany, christian.bohling@secopta.de

### Kurzfassung

Die Laserinduzierte Breakdown-Spektroskopie (LIBS) ist eine bekannte Laserspektroskopische Methode zur Erfassung der atomaren Zusammensetzung einer Probe. Neue Entwicklungen im Bereich der Hochleistungsmikrochip-Laser und schnelle Echtzeit-Datenanalyse ermöglichen den Einsatz LIBS-basierter Sensoren im industriellen Umfeld. Neben den Grundlagen der LIBS werden Beispiele aus Recycling, Prozessüberwachung und Qualitätskontrolle angesprochen.

### 1 Einleitung

Optische Verfahren bilden seit langer Zeit die Grundlage für eine Vielzahl von Sensoren. Von der Lichtschranke über die Laserentfernungsmessung hin zu extrem schnellen Kamerasystemen zur Identifizierung von Objekten erfüllen optische Sensoren die unterschiedlichsten Aufgaben.

Die Wechselwirkungsmechanismen zwischen optischer Strahlung und einem bestrahlten Material können sehr vielfältig sein. Wechselwirkungen, wie Streuung, Reflex-/Absorption oder Emission eines Sekundärteilchens, sind dabei abhängig von der Beschaffenheit der einfallenden optischen Strahlung und der wechselwirkenden Materie. Dieser Zusammenhang lässt sich zur Untersuchung eines (unbekannten) Stoffes einsetzen. Durch geeignete Wahl der Anregungsstrahlung und die Untersuchung spezifischer Eigenschaften der Emission, wie Intensität, räumliche Verteilung und Spektrum, lassen sich die Stoffeigenschaften charakterisieren. Mit derartigen spektroskopischen Untersuchungsmethoden wird der Anwendungsbereich optischer Sensoren entscheidend vergrößert. Es ist nunmehr möglich, Materialien und Objekte, die sich rein visuell nicht voneinander unterscheiden lassen, hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung zu charakterisieren. Solche Sensoren lassen sich sowohl zur Klassifizierung (Sortieraufgaben) als auch zur quantitativen Analyse (z.B. in der Qualitätskontrolle) einsetzen.

Für die meisten spektroskopischen Untersuchungsmethoden werden ganz spezielle Anforderungen an die anregende Strahlung gestellt. Mit herkömmlichen inkohärenten Strahlquellen können diese Anwendungen nicht realisiert werden. Lasersysteme bieten einen weiten Spielraum hinsichtlich der möglichen Strahleigenschaften. Spezielle Anforderungen, wie exakte Wellenlängen, große Kohärenzlängen, Schmalbandigkeit, kurze Pulsdauer oder gute Strahlqualität lassen sich mit Lasern realisieren.

Durch die zunehmende Verfügbarkeit geeigneter Strahlquellen hat die *Laserspektroskopie* in den letzten Jahren Einzug in viele neue Anwendungsfelder gehalten. Laserspektroskopische Methoden ermöglichen berührungslose Analysen, oftmals in Echtzeit.

Eine besonders interessante Laserspektroskopische Methode, die Laserinduzierte Plasma-Spektroskopie (englisch: laser-induced breakdown spectroscopy) LIBS und einige Anwendungen aus der Industrie werden im Folgenden vorgestellt.

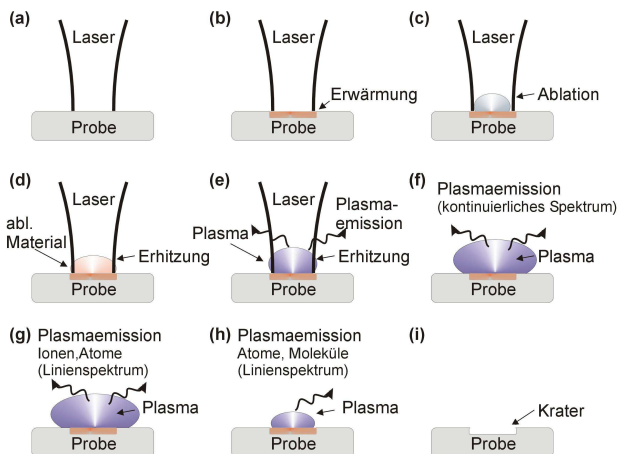
### 2 Laserinduzierte Breakdown-Spektroskopie (LIBS)

Die LIBS gehört zu den Atomemissionsspektroskopieverfahren. Die zu untersuchenden Atome werden angeregt, dabei findet ein Übergang zu energetisch höheren Zuständen statt. Das angeregte Atom hat das Bestreben in den Grundzustand zurückzukehren und muss dazu Energie abgeben. Unter bestimmten Voraussetzungen erfolgt die Energieabgabe durch Emission charakteristischer elektromagnetischer Strahlung. Die Analyse der Emission hinsichtlich der Energieverteilung (Spektrum) ermöglicht den Rückschluss auf die in der Probe enthaltenen Elemente.

Eine gute Übersicht über die LIBS-Methode und Ihre Anwendungen sind in den Büchern von *A. W. Miziolek et al.* [1] bzw. *D.A. Cremers* und *L.J. Radziemski* zu finden [2].

#### 2.1 Arbeitsprinzip der LIBS

Bei der LIBS wird zur Anregung ein hochenergetischer Laserpuls auf die zu untersuchende Oberfläche eingestrahlt, wie in Bild 1 (a) dargestellt. Aufgrund der hohen Intensität der anregenden Strahlung wird ein Teil der Probenoberfläche erhitzt (b,d), verdampft (c) und teilweise ionisiert (e). Es treten dabei kurzzeitig Temperaturen von einigen 10.000K auf.



**Bild 1**

Phasen des laserinduzierten dielektrischen Durchbruchs („Breakdown“) auf einer Probenoberfläche.

Aufgrund der kurzen Wechselwirkungsdauer und der Ablation des erhitzten Materials tritt jedoch kaum Wärmetransport in das Medium hinein statt. Die Intensitäten bei der Anregungen liegen im Bereich einiger  $100 \text{ GW/cm}^2$ , Pulsdauern typischerweise bei einigen 10ns, der Durchmesser der beleuchteten Fläche bei einigen  $10 \mu\text{m}$ .

Durch die hohen Temperaturen werden Molekularbindungen aufgebrochen und die einzelnen Atome ionisiert. Es kommt zur Ausbildung eines Plasmas, welches im Inneren ionisierte Atome und Elektronen enthält, nach außen hin jedoch elektrisch neutral ist. Nach Beendigung des Anregungspulses beginnt das Plasma sich abzukühlen. In der ersten Phase von einigen Mikrosekunden rekombinieren freie Elektronen. Dabei emittiert das Plasma vorwiegend breitbandige Bremsstrahlung, vergl. Bild 1 (f). Im weiteren Verlauf entsteht ein diskretes Linienspektrum, zunächst von Ionen und Atomen (g), später auch von Molekülen (h). Die spektrale Analyse der Plasmaemission, z.B. mittels eines Gitter-Spektrometers, erlaubt Rückschlüsse auf die stöchiometrische Zusammensetzung der Probe.

Der Schwellwert für die zur Erzeugung eines Plasmas benötigte Leistungsdichte ist materialabhängig. Aufgrund der freien Elektronen in Metallen können die Photonen des anregenden Laserpulses direkt absorbiert werden. Die Plasmaschwelle ist vergleichsweise gering. Bei Kunststoffen ist hingegen entweder eine starke thermische Erwärmung oder ein Multiphotonenprozess über ein virtuelles Zwischenniveau zur Ionisation erforderlich. Der Schwellwert zur Plasmaerzeugung liegt dementsprechend höher.

Zur Anregung wird eine besonders hohe Intensität  $I$  benötigt. Die Intensität ergibt sich aus der Pulsenergie  $E_p$  und Pulsdauer  $t_p$  des Anregungspulses und der bestrahlten Fläche  $A$  (indirekt abhängig von der Strahlqualität des eingesetzten Lasers):

$$I = \frac{E_p}{t_p A}$$

Es werden daher für die LIBS Kurzpuls laser mit hohen Pulsenergien und guter Strahlqualität (gute Fokussierbarkeit) benötigt.

Von besonderer Bedeutung ist neben der Intensität des Laserpulses auch die Wellenlänge der Anregung. Ist die Wellenlänge optimal an die Absorptionseigenschaften des zu untersuchenden Materials angepasst, so ist die Eindringtiefe in das Material am geringsten. Die für die Plasmabildung entscheidende Energiedichte ist dann maximal.

Zur Detektion der Plasmaemission werden üblicherweise Gitter-Spektrometer in Czerny-Turner-Konfiguration oder für hochauflösende Messungen *Echelle-Spektrometer* mit CCD- oder ICCD-Zeilen- oder Flächensensoren eingesetzt. In einfachen Anwendungen, bei denen die Messgeschwindigkeit im Vordergrund steht, werden auch einzelne Photodioden oder Photomultiplier in Kombination mit schmalbandigen Passfiltern verwendet.

Die Analyse der gewonnenen Daten erfolgt klassisch durch Kalibrierung einzelner Emissionslinien auf unterschiedliche Konzentrationen eines Elements oder über chemometrische Methoden, wie die Hauptkomponentenanalyse (*Principal Components Analysis, PCA*) oder Hauptkomponentenregression (*Principal Components Regression, PCR*). Auch der Einsatz *Neuronaler Netze*, z.B. bei Klassifizierungsapplikationen, gewinnt zunehmend an Bedeutung.

Die LIBS weist gegenüber anderen analytischen Verfahren eine Reihe von Vorteilen auf. Das im Ansatz einfache Konzept erlaubt eine Adaption an viele Messszenarien. Simultane Multielementanalytik und hohe Nachweisempfindlichkeit auch für Elemente, die mit anderen atomemissionsspektroskopischen (ASE) Verfahren nur schwer zu analysieren sind. Die nahezu zerstörungsfreie Messung erlaubt schnelle, berührungslose Messungen ohne Probenaufbereitung direkt im Prozess – online, inline und insitu.

## 2.2 Historisches

Die erste LIBS-Messung wurde bereits Mitte der 60er Jahre kurz nach der Erfindung des dazu benötigten Lasers durchgeführt. Nachdem 1960 das erste laserinduzierte Plasma auf einer Oberfläche erzeugt wurde, konnte 1963 erstmals die Zusammensetzung einer Probe durch Spektroskopie der emittierten Strahlung bestimmt werden. Der Weg der neuen Methode aus dem Labor in eine industriell nutzbare Technologie sollte jedoch noch viele Jahre dauern.

Es sind im Wesentlichen drei Entwicklungen, die heute den Einsatz von LIBS-Sensoren ermöglichen. Da ist zum einen die fortschreitende Entwicklung geeigneter Laserstrahlquellen. Entscheidend ist die Erzeugung kurzer Pulse, um die zur Plasmabildung benötigten Spitzenleistungen zur Verfügung zu stellen. Die Entwicklung von kompakten Spektrometern auf Basis von CCD-Zeilen oder Arraydetektoren erlaubt die simultane Multielementanalytik und die Verfügbarkeit hoher Rechenleistungen in modernen Computern erlaubt die schnelle Analyse der gewonnenen Datenmengen, so dass eine Echtzeitanalytik ermöglicht wird.

## 2.3 Anwendungen

LIBS ist für eine Vielzahl unterschiedlicher Anwendungen im Einsatz. Diese reichen von der allgemeinen Laboranalytik, über Feldanwendungen aus der Geologie und Umwelttechnik bis hin zu speziellen Anwendungen in der Sicherheitstechnik. So lassen sich Gefahr- und Explosivstoffe mittels LIBS sicher identifizieren [3,4]. Von besonderer Bedeutung für das sichere Arbeiten ist hier die Abstandsfähigkeit der LIBS-Technologie.

Mit fasergekoppelten LIBS-Sonden können auch an schwer zugänglichen Stellen Messungen durchgeführt werden. So lassen sich beispielsweise im Boden verborgenen Landminen identifizieren und von harmlosen Objekten unterscheiden [5].

Besondere Ausführungen von LIBS-Systemen ermöglichen bildgebende Verfahren, bei denen die Elementverteilung auf einer Oberfläche kartografiert wird oder Fasersondensenoren für Messungen an schwer zugänglichen Punkten, etwa zur Kontrolle der Reinheit in Sacklöchern.

Auch außerhalb unseres Planeten kam LIBS bereits zum Einsatz: Bei der Mars-Rover-Mission der Nasa erlaubte ein LIBS-System die Analyse des Marsgesteins[6].

## 3 LIBS als Sensor in industriellen Anwendungen

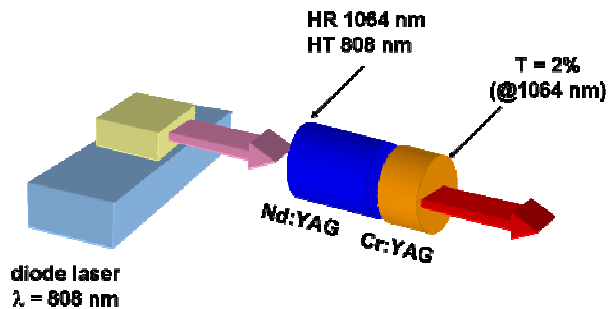
Für den Einsatz eines in der Laboranalytik erfolgreichen Messverfahrens in einer industriellen Umgebung ergeben sich neben den Anforderungen an Sensitivität, Selektivität und Reproduzierbarkeit weitere Rahmenbedingungen. Abmessungen, Langzeitstabilität auch unter rauen Einsatzbedingungen, kurze Wartungsintervalle und nicht zuletzt niedrige Anschaffungs- und Betriebskosten sind entscheidende Größen für den wirtschaftlichen Erfolg eines Sensorkonzepts.

Wie für die meisten laserspektroskopischen Verfahren ist der Schlüssel zur industriellen Umsetzung die Verfügbarkeit geeigneter Strahlquellen. Auf der anderen Seite werden schnelle mathematische Analysealgorithmen für Online-Anwendungen benötigt.

### 3.1 Strahlquelle

Klassische blitzlampengepumpte Festkörperlaser sind auf Grund Ihrer kurzen Wartungsintervalle und den damit verbundenen hohen Betriebskosten und langen Ausfallzeiten nur bedingt für schnelle industrielle LIBS-Anwendungen im Dauerbetrieb geeignet.

Ein vielversprechender Ansatz ist die Verwendung sogenannter *Mikrochiplaser* als Strahlquelle in LIBS-Systemen. Bei Mikrochiplasern handelt es sich um passiv gütegeschaltete, diodengepumpte Festkörperlaser in einer besonders kompakten und stabilen Bauform. Bild 2 zeigt den schematischen Aufbau eines Mikrochiplasers.



**Bild 2**

Schematischer Aufbau eines Mikrochiplasers. Dielektrisch beschichtete Endflächen bilden den Resonator.

Ein Großteil verfügbarer Mikrochiplaser verwenden als aktives Medium Nd:YAG mit seiner effizienten Laseremissionslinie bei  $\lambda = 1064 \text{ nm}$ . Gepumpt wird der Mikrochipkristall mit einem Diodenlaser bei  $\lambda = 808 \text{ nm}$ . Ein direkt an das aktive Medium angesprengter sättigbarer Absorber in Form eines Cr:YAG-Kristalls fungiert als passiver Güteschalter. Im Ausgangszustand ist der Schalter geschlossen. Erst ab einem bestimmten Schwellwert öffnet der Absorber. Dabei bildet sich ein sehr kurzer (ns), intensiver Laserpuls mit einer Pulsspitzenleistung im MW-Bereich. Durch Auftragen von dielektrischen Schichten auf den  $\text{Cr}^{4+}:\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}$ -Kristall entsteht ein hochkompakter, monolithischer Laseraufbau. Typische Leistungswerte eines für LIBS eingesetzten Mikrochiplasers (DPSS-3000 der Fa. CryLaS GmbH) sind: Wiederholrate  $f_{\text{rep}} = 100 \text{ Hz}$ , Pulsdauer  $t_p = 1 \text{ ns}$ , Pulsspitzenleistung  $P_{\text{Peak}} > 2 \text{ MW}$  bei hervorragender Strahlqualität. Im Fokus lassen sich Intensitäten von einigen  $100 \text{ GW/cm}^2$  erzeugen.

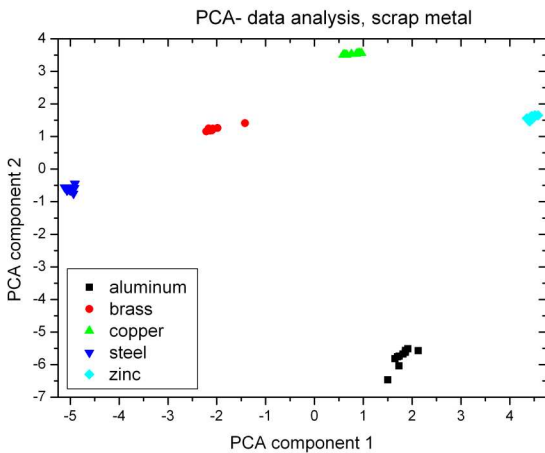
Der monolithische Aufbau bewirkt eine hohe mechanische Stabilität gegen Erschütterungen und Vibrationen. Durch ihre hohe Langzeitstabilität (Wartungsintervall  $> 8000\text{h}$ ), günstige Anschaffungs- und Betriebskosten und geringe Leistungsaufnahme ist diese Strahlquelle in idealer Weise für kompakte Industrie-LIBS-Systeme geeignet.

### 3.2 Analysealgorithmen

Während in der wissenschaftlichen Anwendung oftmals die Ausgabe eines aussagekräftigen LIBS-Spektrums ausreichend ist, sind in der automatisierten Anwendung als Industriesensor weiterführende Datenanalysen zu integrieren. Je nach Aufgabenstellung müssen aus den LIBS-Spektren qualitative oder quantitative Größen, etwa die Konzentrationen von einzelnen Elementen in der Probe abgeleitet werden.

Zum Teil reicht zur Bestimmung einer Konzentration die Auswertung einer einzelnen atomaren Emissionslinie aus. Wird eine zweite Linie eines in der Konzentration bekannten Elements als Referenz hinzugefügt, so lässt sich die Auswertung in gewissen Grenzen von der Variation der Messbedingungen (z.B. Oberflächenbeschaffenheit, Messabstand) entkoppeln.

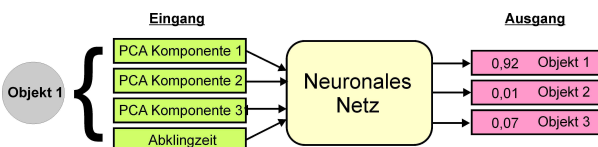
Vielfach besteht die Messaufgabe in der Zuordnung eines unbekanntes Objektes zu einer bekannten Gruppe. Solche Klassifikationsaufgaben treten z.B. im Recycling auf, wenn es gilt, verschiedene NE-Metalle sortenrein zu trennen. Zur Klassifikation eines unbekanntes Objektes wird zunächst eine Datenreduktion auf wesentliche Bestandteile durchgeführt. Die sogenannte Hauptkomponentenanalyse ermöglicht die Reduktion eines LIBS-Spektrums auf wenige Datenpunkte (*Principal Components, PC*), die einen Großteil der Information beinhalten. Bild 3 zeigt eine PCA einer Gruppe von Objekten.



**Bild 3**  
Datenanalyse mittels PCA. Jede Messung wird durch einen Punkt (Koordinaten PCs repräsentiert).

Klar ersichtlich ist die Gruppenbildung, so dass eine genaue Zuordnung möglich ist. In einfachen Fällen kann die PCA alleine als Klassifikationsmethode eingesetzt werden.

Bei komplexeren Fragestellungen, wenn beispielsweise sehr ähnliche Stoffe identifiziert werden sollen (verschiedene Edelmehle) oder sehr viel Gruppen existieren, werden deutlich mehr als zwei Hauptkomponenten zur klaren Unterscheidung benötigt. Eine Möglichkeit, bei solchen Anwendungen eine Klassifikation durchzuführen, ist durch den Einsatz *Neuronaler Netze* gegeben. Ein Neuronales Netz (Bild 4) enthält eine Reihe von Ein- und Ausgängen.



**Bild 4**  
Ein Neuronales Netz verknüpft Eingänge mit Ausgängen. Die Verknüpfung erfolgt in einem Lernprozess.

Die Ausgänge sind über mathematische Funktionen mit den Eingängen verknüpft. In den meisten Fällen besteht die Verbindung dabei nicht direkt sondern wird über Neuronen in mehreren Zwischenschichten, die wiederum mit mathematischen Funktionen untereinander verknüpft sind, hergestellt.

In einem Lernprozess werden die Eingangsdaten (z.B. die PCs einer PCA einer LIBS-Messung) von vielen Objekten aller Gruppen zur Erstellung eines Neuronales Netzes eingesetzt. In einem sogenannten *Backpropagation-Algorithmus* wird das Neuronale Netz solange iterativ optimiert (d.h. die Parameter der mathematischen Verknüpfung zwischen Ein- und Ausgang variiert), bis die gewünschten Verknüpfungen hergestellt sind.

Im eigentlichen Anwendungsfall wird dem Netz ein Satz von PCs eines unbekanntes Objektes zugeführt. Das Ergebnis am Ausgang  $i$ , die Signifikanz  $S_i$  spiegelt die „Ähnlichkeit“ des neuen Objektes mit den zuvor erlernten Gruppen wieder. Ein Wert von  $S_i = 0$  entspricht keinerlei Übereinstimmung, ein  $S_i = 1$  einer vollständigen Übereinstimmung. Jeder Ausgang entspricht dabei einer einzelnen Gruppe. Durch setzen eines Schwellwertes für die Mindestsignifikanz  $S_{th}$  kann eine Klassifikation mit der gewünschten Trenngüte durchgeführt werden.

### 3.3 LIBS-SORT, Beispiel einer Umsetzung

Bild 4 zeigt das LIBS-System für industrielle Anwendungen LIBS-SORT der Fa. Secopta. Durch Einsatz eines Mikrochiplasers, eines Kompaktgitterspektrometers und einer universell anpassbaren Analysesoftware wird ein kompaktes, langzeitstabiles LIBS-System bereitgestellt.



**Bild 4**  
Analysesystem LIBS-SORT.  
Schnelle Inline-Elementanalytik bei hoher Langzeitstabilität.

Mit dem Messsystem lassen sich in der Standardausführung 100 Messungen je Sekunde durchführen. Die Messung erfolgt berührungslos mit einem Abstand von bis zu 30 cm. Die schnellen Auswertelgorithmen ermöglichen eine Auswertung in Echtzeit. Wenige Millisekunden nach der Messung steht ein Klassifikationsergebnis oder eine Stoffkonzentration als Signal für die Anwendungssteuerung zur Verfügung.

## 4 Anwendungsbeispiele

Da das LIBS-Prinzip mit der Bestimmung der atomaren Zusammensetzung nahezu jeder Probe eine Vielzahl von Anwendungsmöglichkeiten bietet, lässt sich hier nur eine kleine Auswahl darstellen. Im Folgenden werden drei Beispiele für Applikationen aus unterschiedlichen Bereichen zusammengestellt.

### 4.1 Sortieraufgaben im Recycling

Mit zunehmendem Umweltbewusstsein und steigenden Rohstoff- und Energiepreisen wird das Thema Recycling immer bedeutender. Während in der Vergangenheit vor allem einfache Sortierungen mit hohem Durchsatz (Beispiel Bunt/Weißgläser) umgesetzt wurden, sind heute auch komplexere Problemstellungen wirtschaftlich interessant.

Ein Beispiel ist das Sortieren einer Buntmetallfraktion, bestehend aus Zink, Kupfer und Messing. Während diese Stoffe zuvor gemeinsam zu einem minderwertigen Messingprodukt weiterverarbeitet wurden, ist mit steigenden Zink- und Kupferpreisen die sortenreine Aufbereitung auch mit relativ hohem apparativem Aufwand wirtschaftlich interessant.

Die Pellets (Bild 5) mit einem Durchmesser von 5-20 mm und einem Gewicht von einigen Gramm werden vereinzelt und nacheinander auf einer Transportschiene am Sensor vorbeigeführt.



**Bild 5**  
Typische Sortieranwendung im Recyclingbereich:  
Trennung von NE-Metallpellets.

Die LIBS-Messung erlaubt die Klassifizierung der einzelnen Pellets in die Fraktionen Zink / Kupfer / Messing. Eine Austrageeinheit führt die Sortierung der einzelnen Fraktionen durch. In diesem einfachen Fall ist der Vergleich einer Zink- und einer Kupferemissionslinie als Klassifikationskriterium ausreichend. Der Einsatz einer Kombination von Chemometrie und Neuronalen Netzen erhöht die Reinheit der Sortierfraktionen, insbesondere bei der Anwesenheit von vielen Fremdkörpern, wie z.B. Aluminium und Edelstahl deutlich [7,8].

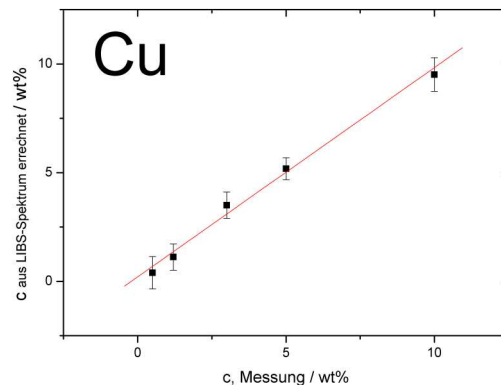
### 4.2 Quantitative Elementanalyse in der Prozesskontrolle

Für die Regelung eines Prozesses lassen sich LIBS-Sensoren zur Überwachung vorgegebener Parameter der stöchiometrischen Zusammensetzung einsetzen. Sowohl die Überwachung des Bulk-Materials, als auch einer dünnen Oberflächenbeschichtung, etwa von Korrosionsschutzschichten ist möglich.

In dem hier vorgestellten Beispiel soll die Kupferkonzentration in Aluminiumbauteilen einen bestimmten Wert nicht überschreiten. Zum Erstellen einer Kalibrierkurve wird

zunächst eine Reihe von Aluminiumwerkstoffen mit bekannten Kupferkonzentrationen im Bereich 0 bis 10 Gewichtsprozent in einer Datenbank hinterlegt. Mit einem multivariaten Regressionsverfahren wird eine Kalibrierkurve für das Messsystem erstellt.

In Bild 6 ist der Zusammenhang zwischen den Laborwerten der Kupferkonzentrationen und den mit LIBS bestimmten Werten dargestellt.



**Bild 6**  
Kalibrierkurve zur Bestimmung der Kupferkonzentrationen  
in Aluminiumlegierungen

Der Sensor kann nun mit den hinterlegten Kalibrierdaten als Inline-Sensor für die Kupferkonzentrationen mit einer Messrate von 100 Hz direkt in den zu überwachenden Prozess eingesetzt werden.

### 4.3 Spurenanalytik in der Qualitätskontrolle

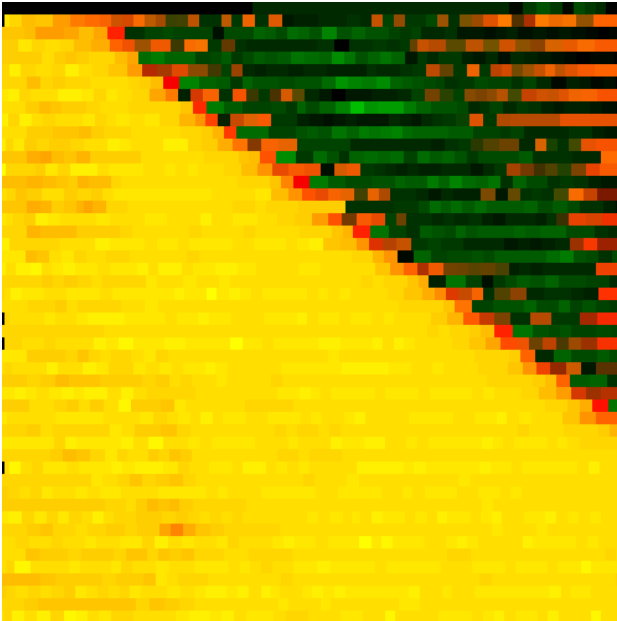
Ein weiteres Anwendungsfeld für LIBS ist die Qualitätskontrolle, sowohl im Wareneingang als auch die des fertigen Produktes. Neben der Überprüfung der korrekten Zusammensetzung eines Werkstoffes (z.B. Verwechslungskontrolle beim Einsatz verschiedener Edelstähle) ist die zuverlässige Detektion von Oberflächenkontaminationen ein wichtiges Thema. Im einfachsten Fall ist die Oberflächenkontamination nahezu gleichförmig über das zu beurteilende Werkstück verteilt. Das Detektionslimit wird durch die Empfindlichkeit des Sensors gegeben. Ist die Oberflächenkontamination jedoch sehr ungleichmäßig, so reicht eine Messung an einem einzelnen Messpunkt für die Bewertung der Gesamtprobe nicht aus. Für solche Anwendungen können LIBS-Systeme mit hohen Messraten im Scanning-Modus eingesetzt werden. Das LIBS System misst in dabei in einem Raster die atomare Zusammensetzung der Oberfläche und erzeugt dabei eine zweidimensionale Darstellung der Elementverteilung auf der Oberfläche.

Das Scanverfahren kann durch eine variable Optik, die Bewegung der Probe oder bei großen Objekten der Bewegung des Lasers realisiert werden.

In Bild 7 ist eine solche Elementkarte für den Ausschnitt eines vernickelten Bauteils aus der Laserindustrie dargestellt. Abgebildet ist ein Scanbereich von 5x5mm mit einer lateralen Auflösung von 100 µm.

In der Darstellung deutlich zu Erkennen ist die Grenze zwischen zwei unterschiedlichen Materialien (diagonaler Farbwechsel) und die Kontamination auf der Kupferfläche oben rechts. Die Kontamination wurde hier durch einen Fingerabdruck erzeugt.

Für die Aufnahme des Bildes wurde bei einer 100 Hz-Wiederholrate eine Messzeit von unter 30s benötigt.



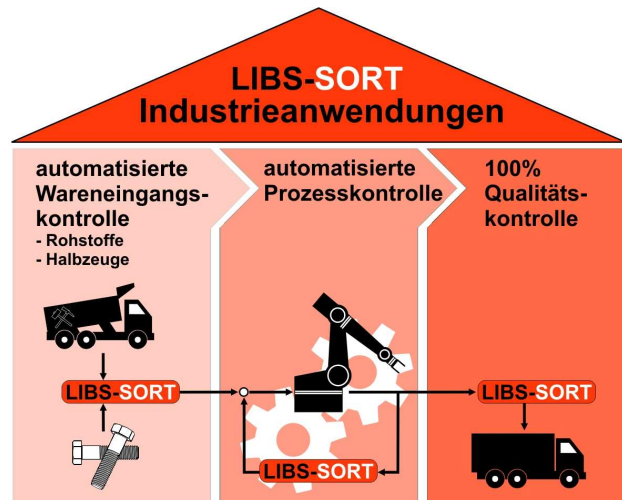
**Bild 7**  
Elementkarte zur Detektion von ungleichmäßig verteilten Oberflächenkontaminationen.

Das Verfahren stößt bei sehr weit auseinander liegenden *Hotspots* und begrenzter Messzeit an seine Grenzen.

Vorteil der LIBS-Methode gegenüber anderen Verfahren zur Reinheitskontrolle, wie etwa der Laserinduzierten Fluoreszenz ist die Unabhängigkeit von der molekularen Struktur der Kontamination. Es werden sowohl Mineralöle, als auch in Hochtemperaturprozessen erzeugter atomarer Kohlenstoff als Summenparameter erfasst. Dies ist zum Beispiel bei der Beurteilung von metallischen Werkstoffen hinsichtlich Verunreinigungen durch Kühlmittel nach der mechanischen Bearbeitung interessant.

## 5 Zusammenfassung

LIBS ist ein universell einsetzbares analytisches Verfahren zur Bestimmung der Elementkonzentration. Durch Einsatz kompakter Strahlquellen, sogenannter Mikrochiplaser, können langzeitstabile, wartungsarme LIBS-Sensoren für industrielle Anwendungen bereitgestellt werden. Spezielle Analysefunktionen erlauben die vollautomatisierte Datenauswertung in Echtzeit. Es ist keine Probenaufbereitung notwendig, die Messung erfolgt berührungslos. Das Verfahren arbeitet somit online, inline und insitu. Die Liste der Anwendungsmöglichkeiten reichen dabei neben Sortieranwendungen im Recyclingbereich von der Wareneingangskontrolle über die Prozessüberwachung bis zur abschließenden Qualitätskontrolle. Bild 8 zeigt mögliche Anwendungsszenarien für LIBS Sensoren im industriellen Prozess.



**Bild 8**  
Einsatzmöglichkeiten von LIBS-Sensoren im Fertigungsprozess.

Die schnell voranschreitenden Entwicklungen in der Lasertechnologie lassen für die nähere Zukunft weitere Fortschritte erwarten. So werden Anwendungen, wie beispielsweise Stand-Off Messsysteme zur berührungslosen Analyse von Oberflächen über viele Meter hinweg kostengünstig verfügbar sein.

## 6 Literatur

- [1] Miziolek, A.W.; et al.: Laser Induced Breakdown Spectroscopy. Cambridge University Press, 2008
- [2] Cremers, D.A.; Radziemski, L.J.: Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy: Methods and Applications. John Wiley & Sons, 2006
- [3] Bohling, C.,; et al.: All fiber coupled LIBS sensor for hazardous material analysis. Spectrochimica Acta B 62, 1519-1527, 2007
- [4] De Lucia, F.C.: Laser-induced breakdown spectroscopy analysis of energetic materials. Applied Optics 42(30), 6148-6152, 2003
- [5] Bohling, C.; et al.: Fiber-optic laser sensor for mine detection and verification. Applied Optics 45, 3817-3825, 2006
- [6] Salle, B.; et al.: Laser-induced breakdown spectroscopy for Mars surface analysis: capabilities at stand-off distances and detection of chlorine and sulfur elements. Spectrochimica Acta Part B-Atomic Spectroscopy 9(9), 1413-1422, 2004
- [7] Bohling, C.; John, A.: Microchip-Lasers revolutionieren LIBS-Spektroskopie. Laser+ Photonik 5, 46-49, 2009
- [8] Bohling C.; John, A.: Schnell und Selektiv – Materialerkennung mit Hilfe der Laserspektroskopie. Wasser Luft Boden WLB 9, 40-41, 2009

Kontakte:

Dr. Christian Bohling, Produktmanager, T: 030-5304-1350

Lothar Cordts, Vertriebsleiter Industrie, T: 030-5304-1354