

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 Lasernetzteil 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 Breitbandlaserspektrum 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 Raumbelichtung 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. Die maximale Auflösung beträgt dann 30-40 pm für die Wellenlänge. Die Dispersion ist 1.2 nm/mm am Austrittsspalt.



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 langsame 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 (warum?). 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 nur unter Windows3.11. Nach Einschalten des Rechners erscheint das Hauptmenü. Nach Starten von Windows benutzt man das Programm CARS-Vers. 6.7. Nach dem Starten vergeht einige Zeit bis das Steuermenü erscheint (Schnittstellen-Initialisierung: Meldung: 'Checking systems configuration'). Das Programm erlaubt die Steuerung komplizierterer Versuchsaufbauten und ist nicht sehr fehlertolerant. Nur ein Bruchteil der Steuerung wird für das Experiment benötigt.



- Das Menü enthält drei Spalten; vertikal bewegt man sich mit den Cursortasten;
- Aktivierung mit Enter-Taste.

Nach dem Starten des Programms befindet man sich in der linken Spalte; in diesem Menü wird der Aufbau gesteuert und eine einfache Dateiverwaltung ausgeführt:



move stepper	wird nicht benötigt
move Inchwo.	wird nicht benötigt
change Direction	wird nicht benötigt
change measure direction	wird nicht benötigt
change parameters	wechselt zur mittleren Spalte
laser a on 	<p>Startet den Nd:YAG-Laser; nach ca. 10 Sekunden öffnet der resonator-interne Shutter und Laserstrahlung wird emittiert. Hinweis: Gelegentlich startet der Laser nicht, sondern piept nur. Am Lasernetzteil wird 'E07' angezeigt. Der Fehler wird durch eine Totzeit in der Synchronisation des externen Quarzzeitgebers und dem Lasernetzteil verursacht. Abhilfe: Schlüsselschalter (nicht Netzschalter!) ausschalten und nach einer Sekunde wieder einschalten.</p> <p>Der Startversuch kann nun wiederholt werden.</p>
laser b on	startet den zweiten Laser
lasers off 	<p>Stoppt den Nd:YAG-Laser. Falls die Laserblitzlampe weiter tickert, gleich nochmal 'laser off' wählen. Hinweis: Man kann den Laser weder ein noch ausschalten, wenn der Rechner anderweitig beschäftigt ist (z.B. fahren des Monochromators). Notfalls einfach die Laser-emission durch eine der drei folgenden Maßnahmen unterbrechen:</p>

gehört zum Punkt 'lasers off	(a) Schließen des mechanischen Shutters am Laserkopf; (b) Drehen des Schlüsselschalters; (c) Laserwarnlampe an der Tür ausschalten (nicht den Notausknopf drücken: den nur im Katastrophenfall, denn er bewirkt gleichzeitigen Stromausfall in mehrere Labors).
triggermodus	wird nicht benötigt; bei unbeabsichtigter Betätigung fällt der Trigger aus und es wird kein Signal registriert
live on screen	dient zum testweisen Anschauen des zu messenden Signals: Wenn der Laser an ist, werden die vier Kanäle des Analog-Digital-Wandlers graphisch darstellt.

CARS-measure 	Startet den Nd:YAG-Laser und die komplette Messung (siehe unten 'Measure Parameters'). Siehe auch den Hinweis bei 'laser a on'.
Save parameters	speichert die aktuell eingestellten Parameter
load data file	Erlaubt ein schon vorhandenes Datenfile aus C:\CARS\DATA1*.dat zu laden. Hinweis: Laden eines Datenfiles bewirkt gleichzeitig Laden der Parametereinstellungen; insbesondere wird die Laserspannung neu eingestellt und der Monochromator gefahren (und das kann dauern!).
show data file	Zeigt das zuletzt gemessene bzw. geladene Datenfile grafisch an; Daten können manuell mit Cursor-Tasten abgefahren werden.
show directory	Zeigt den kompletten Inhalt von C:\CARS\DATA1\
file convert	Gespeichert werden die gemessene Daten in einem komprimierten File *.dat. Diese Option erlaubt die Umwandlung in eine Tabelle *.txt, die allerdings die Meßparameter nicht mehr enthält. Die *.txt-files können vom Steuerprogramm nicht geladen werden sind aber für programm-externe Datenbearbeitung erforderlich.
exit 	Verläßt das Steuerprogramm. Niemals den Rechner ausschalten ohne vorher das Programm mit exit zu verlassen!!! Falls es doch passiert, den Betreuer rufen. Es ist keine Katastrophe, bedeutet aber, daß bei Wiedereinschalten Vorsicht geboten ist. Das System kann dabei dejustiert werden.
LASER A --- lampvoltage (kV)	Stellt die Lampenspannung des Nd.YAG-Lasers ein und damit seine Ausgangsenergie. Absolutes Maximum ist 1.19 kV. Werte zwischen 0.90 kV und 0.92KkV sind realistisch. Zu hohe Werte zerstören die Farbstofflaser.
LASER B --- lampvoltage (kV)	wird nicht benötigt
DYELASER --- wavelength (nm)	wird nicht benötigt
INCHWOR. ----- move inchw. (µm)----- pos. inchw. (µm)	wird nicht benötigt
STEPPER ----- move step. (mm)-, pos. step. (mm)	wird nicht benötigt
SPECTROMETER wavelength(nm)	Stellt die Position des Monochromators ein. Für die Messung ist das die Mittenwellenlänge um die gescannt wird

MEASURE PARAMETERS

measure cycles	Anzahl der Meßpunkte im Scan
pulse/cycle	Anzahl der Laserimpulse über die für einen Meßpunkt (= 'cycle') gemittelt wird. Dieser Wert sollte der Einstellung am BOXCAR-Integrator angepaßt sein.
dyescan	wird nicht benötigt
shift/cyc (μm)	wird nicht benötigt
step/cyc (mm)	wird nicht benötigt
scanwavelength	Schrittweite des Monochromators zwischen zwei Meßpunkten
gains	Empfindlichkeitseinstellung des ADC; die Einstellung sollte lauten 1,1,1,1 und der BOXCAR-Integrator muß bei der Messung mit Kanal 1 verbunden sein.
exit	Erscheint erst, wenn man sich in der mittleren Spalte befindet; bewirkt die Rückkehr in das Menü der linken Spalte

In der rechten Spalte finden sich Systemanzeigen.



Vorsicht: Falls nach dem Starten die Meldung '*HR640 NOT CONNECTED*' erscheint, dann ist die Initialisierung der Schnittstelle zum Monochromator nicht gelungen. Dann das Steuerprogramm sofort mit EXIT verlassen. Nicht versuchen den Monochromator zu fahren oder eine alte Meßdatei zu laden; beides wäre fatal. Nun den Netzschalter der Schnittstelle des Monochromators ausschalten und wieder einschalten; Steuerprogramm nochmal starten. Wenn das nicht hilft den Betreuer rufen!