

# Hard- und Software zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung von mineralischen Baustoffen

Christian BOHLING<sup>1</sup> Jens-Uwe GÜNTHER<sup>1</sup> Tobias JOCHUM<sup>1</sup> Constanze SCHILDER<sup>1</sup>  
Andreas JOHN<sup>1</sup> SECOPTA analytics GmbH, Teltow

Kontakt E-Mail: christian.bohling@secopta.de

## Kurzfassung

Die genaue Kenntnis der quantitativen Elementverteilung hat bei der Prüfung und Untersuchung von mineralischen Baustoffen eine herausragende Bedeutung. So können beispielsweise Schädigungsprozesse in Beton durch die Bestimmung von Chlorid-Konzentrationen bewertet werden.

Bei der laserinduzierten Breakdownspektroskopie (LIBS) wird ein Laserpuls hoher Intensität auf einen kleinen Spottdurchmesser fokussiert. Kurze Pulsdauer und gute Strahlqualität ermöglichen den Einsatz von robusten und kostengünstigen Strahlquellen mit relativ moderaten Pulsennergien. Ein kleiner Teil der Probenoberfläche wird ablatiert, verdampft und auf >8.000°K erhitzt. Dabei werden Kristall und Molekülverbände aufgelöst und es kommt zur Ionisierung und somit zur Ausbildung eines Plasmas. Die Anregungsphase dauert entsprechend der Laserpulsdauer nur wenige Nanosekunden. In der anschließenden Abkühlphase emittieren die einzelnen Elemente Photonen unterschiedlicher Wellenlängen. Diese Emission wird über eine spektral breitbandige Optik aufgesammelt und über optische Fasern an ein oder mehrere Spektrometer geleitet.

Das Grundprinzip der LIBS ist seit den 1960 Jahren bekannt und es wurden im Laufe der Jahre eine Vielzahl von Anwendungen im Labor entwickelt. Mit der Verfügbarkeit robuster optischer Komponenten, wie Lasern und Spektrometern hält die LIBS nunmehr Einzug in die industrielle Anwendung. Notwendig für den Einsatz außerhalb von reiner Forschungstätigkeit ist dabei:

- Kompakte und langzeitstabile optische Komponenten
- Temperaturstabilisierte Spektrometer
- Spülgassystem und Schnellwechselfenster
- Stabile chemometrische Auswertealgorithmen

Die heute verfügbaren hohen Rechenleistungen erlauben eine schnelle Auswertung der LIBS-Signale in Echtzeit. In Kombination mit schnellen Kompaktspektrometern und Lasern mit hohen Repetitionsraten werden sehr schnelle Messsysteme möglich. So lassen sich mit dem FiberLIBS lab System der Secopta Aufnahmegeschwindigkeiten von mehreren hundert Messungen je Sekunde realisieren.



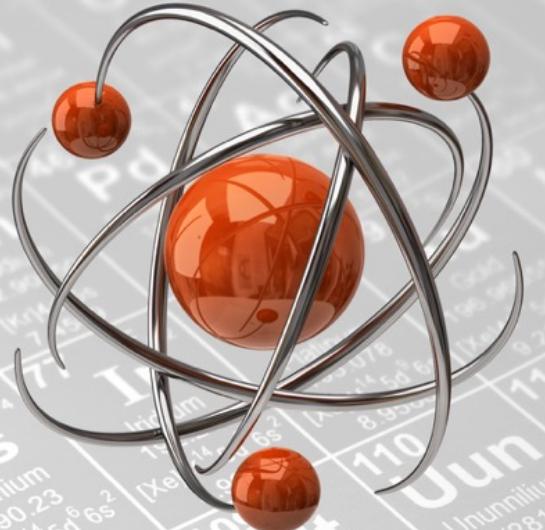
Der Messkopf wird dabei in drei Dimensionen über die Probenoberfläche geführt. Die stabile und präzise CNC-Technik erlaubt hohe Verfahrgeschwindigkeiten bei größter Positioniergenauigkeit. Es besteht die Möglichkeit, Prozessgase zielgenau einzusetzen und den entstandenen Materialabtrag abzusaugen. Die gesamte Messkammer verschließt während der Messung sicher und ist mit einer zertifizierten Laserschutzscheibe ausgestattet, so dass das Gesamtsystem als Laser Klasse 1 betrieben werden kann.

Ein umfangreiches Softwarepaket (LIBS Software Suite, LSS) ermöglicht die Steuerung des Systems und die vollautomatisierte Auswertung der gewonnenen Daten. Es können 1D, 2D- und 3D-Elementkarten der Oberflächen erstellt werden. Durch Mausklick oder zeigen am Touchscreenmonitor auf eine einzelne Messposition kann das Spektrum im ausgewählten Punkte angezeigt werden, sowie quantitative oder qualitative Analytik durchgeführt werden. Für die spezielle Anwendung der Tiefenprofilmessung lassen sich alle Messwerte einer Reihe kombinieren und als Tiefenverteilungskurve darstellen. Mit dem zusätzlich erhältlichen SEC Analysis Tool lassen sich eigene chemometrische Modelle auf Basis uni- oder multivariater Methoden erstellen und auf das System laden.

# Hard- und Software zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung von mineralischen Baustoffen

**Christian Bohling, Jens-Uwe Günther, Tobias Jochum, Constanze Schilder, Andreas John**

Contact: [christian.bohling@secopta.de](mailto:christian.bohling@secopta.de)



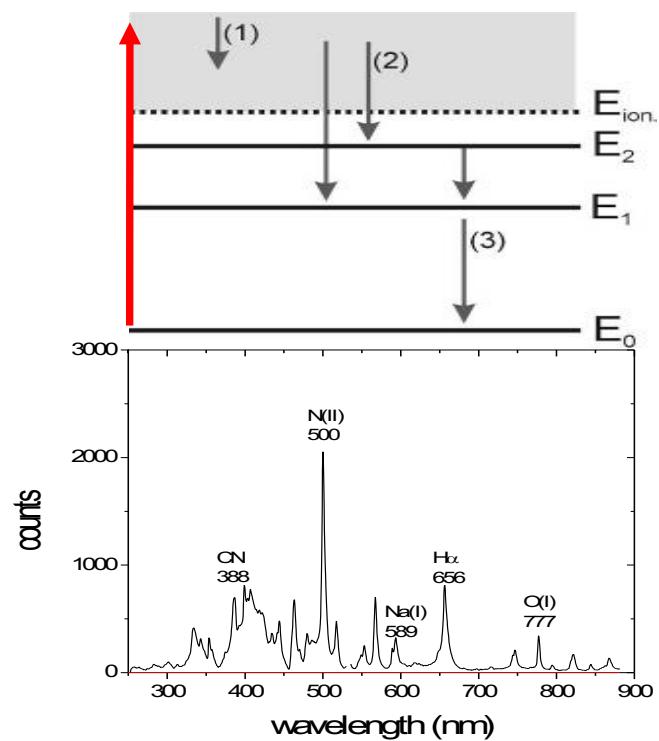
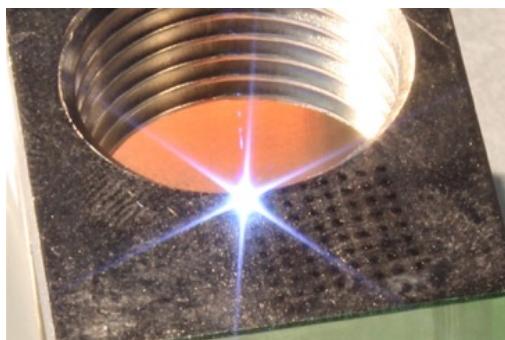
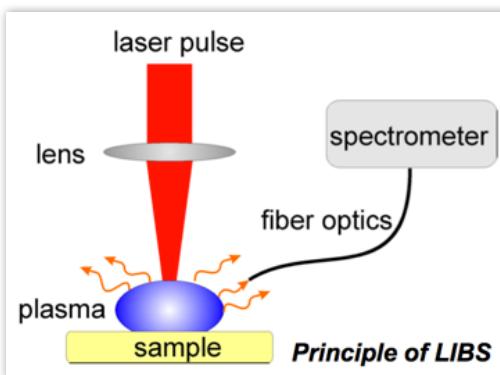
**SECOPTA**

laser based sensor systems

Fachtagung Bauwerksdiagnose 2018

Analytics of Minerals	Offline analytics	Inline XRF (Gamma in, Gamma out)	Inline Neutrons (Neutron in Gamma out)	Inline LIBS (Heat in Photons out)
Speed of result	Very slow	fast	slow	fast
elements	all	Light difficulty	Heavy difficulty	all
precision	Very good	Semi quantitative	qualitative	Typ. 5% rel.
Lateral resolution	meters	>5mm	meters	100µm
Measurements/min	< 1	60	1-2	6000
Safety regulations	no	high	high	Low if in housing
others	Sampling error, sampling costs	Distance sensitive	much material needed	Just point by point

# LIBS Basics

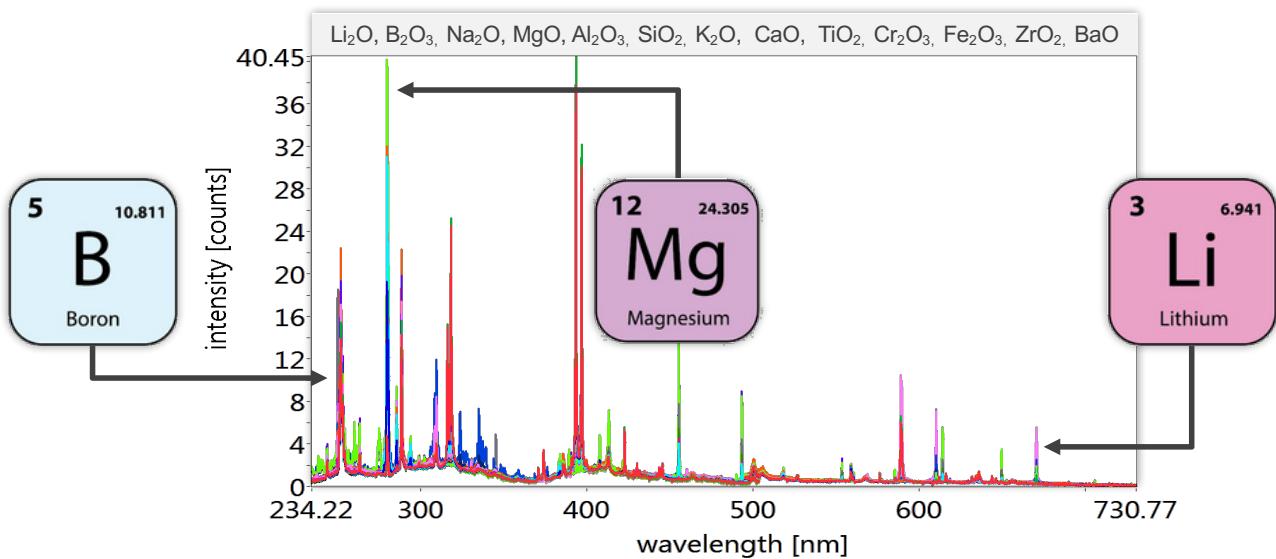


**SECOPTA**  
laser based sensor systems

Fachtagung Bauwerksdiagnose 2018

3

## Each Element has a unique fingerprint



**SECOPTA**  
laser based sensor systems

Fachtagung Bauwerksdiagnose 2018

4

# LIBS Basics – Advantages of the method

## Universal and flexible

- each element is detected, even lightweight
- identification of complex objects by “fingerprint”
- adjustable by software



Quantitative



Qualitative



Process qualified

## Fast and straight forward

- **Online** – full automated data analysis in ~1 ms  
FiberLIBS with up to 100 measurements per second  
applicable for monitoring und process control
- **Inline** – compact sensor head for integration directly into machinery
- **Insitu** – no sampling and no sample preparation

## USPs SECOPTA LIBS Technology

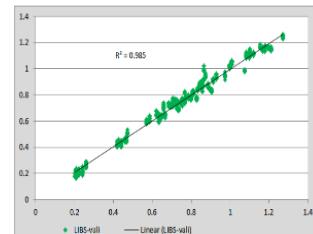
fast.

- Results within milliseconds
- > 350 measurements / s
- Up to 20.000 measurement points / s



precise.

- Quantitative Measurements <0,1 wt%
- Typical error of approx. 5% rel. possible @ 3m/s
- Simultaneous measurement of all elements (even lightweight)



robust.

- SECOPTA sensors in industry quality
- IP67, sealed in clean room environment, air stream
- Connection to PLC via common industrial interfaces



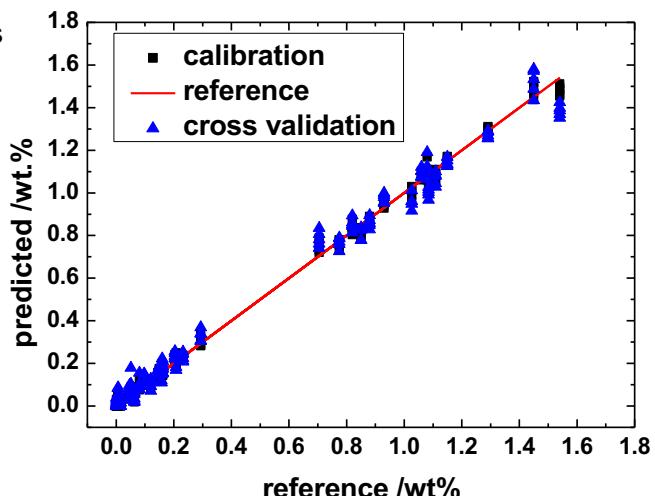
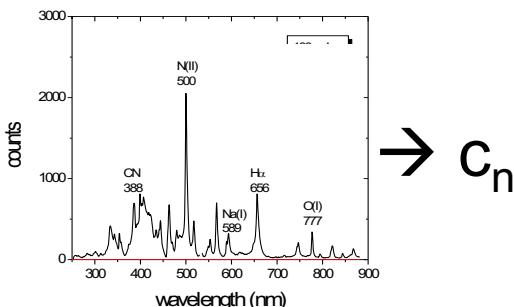
# LIBS solutions from SECOPTA: Even more USPs

- Non-contact-measuring
- Product feature: autofocus
- Works under extreme conditions (e.g. directly on liquid metal)
- Directly on conveyor belt / in motion
- No sample preparation
- Element mapping: additional source of information
- Continuous , **100% quality control** (diversification!)
- Cleaning and measuring may be one production step (PA feature)
- Ready for industry 4.0
- Team of experts
- SECOPTA team and Japanese Partners provides exceptional service
- Consistent product quality Made in Germany



## Quantitative calibration

- Quantitative calibration
  - ✓ Multivariate: Use the hole spectrum, PLS (Partial least square regression)
  - ✓ Pattern recognition in complex data (fingerprints)
- Advantages over conventional methods
  - ✓ Using all lines – fingerprint
  - ✓ Solving problems with matrix effects



# LIBS solutions from Secopta



**SECOPTA**  
laser based sensor systems

Fachtagung Bauwerksdiagnose 2018

9

## Comparision Spectrometers for LIBS

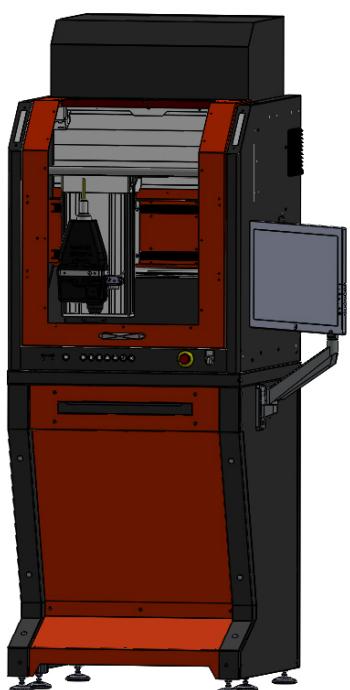
Spectrometers for LIBS	Echelle + ICCD	Paschen-Runge	Compact (Tscherney Turner)
Speed	20 Hz	1 kHz	800 Hz
resolution	< 20 pm	50 pm	0.15 nm
Stability under industrial conditions	poor	ok	good
Price	high	mid	low
others	High sensitive	Combination of photomultipliers and CCD lines	easy to stabilize temperature

**SECOPTA**  
laser based sensor systems

Fachtagung Bauwerksdiagnose 2018

Laser for LIBS	High Power (NdYAG)	Low Power / short pulse	FiberLaser (1ns)	FiberLaser (100ns) + Sparc
Repetition rate	80Hz	100Hz	10kHz	<b>20kHz</b>
Pulse energy	25-1000mJ	3mJ	1mJ	1mJ
Beam quality	good	Very good	good	good
Size/weight	big / >10kg	3kg	4kg	2 kg
Long Term stability	< 1year	1-3 years	?	<b>10 years</b>
Price	high	middle	high	<b>low</b>
others	Degeneration while working	Not stable within first shots	Not a standard product yet	<b>Well establish in laser marking</b>

## FiberLIBS lab – MK II



- Offline material analysis
- Detection of contaminations
- Determination of layer thickness 1D – 2D – 3D Scans
- Element-Mapping
- Depth- profiles

### Features



Laser Distance Measurement  
Full automated 3D-Scanning



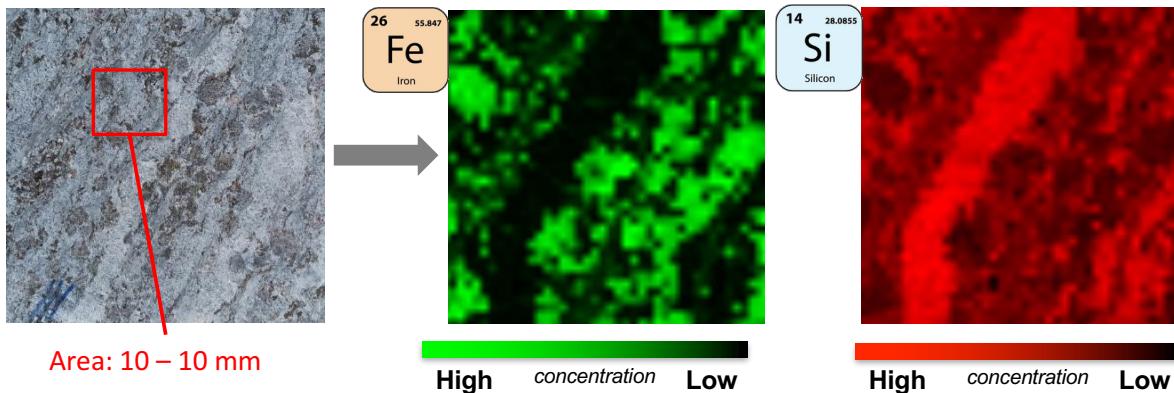
Software Package: Chemometrics  
2D-Elemental Mapping



No problems with Laser Safety

## Example: 2D- Element mapping

**Analysis of Fe and Si concentration  
depending on mineralic composition of the sample**



## Summary

-  LIBS is an innovative universal elemental analysis technique
-  fast. LIBS is extreme fast, results within ms, >350 measurements/s
-  precise. LIBS is much more precise than other process measurement techniques like XRF or neutrons
-  robust. LIBS systems from Secopta are extremely robust: Low maintenance
-  LIBS can be used under harsh industrial environmental conditions, e.g. for primary raw materials - sorting or quality control
-  LIBS can be used quantitative or qualitative (classification), Secopta provides standard applications as well as individual chemometric models

## Customers Benefit



High add Value for the Customer  
Low Cost of Ownership



Reliable long term Partnership is our Key Value



Our local Partners are essential for our sales approach



Professional Service together with our  
Japanese - German Service Team



Easy and mediate Remote maintenance possible upon request



High Quality - Made in Germany

**SECOPTA**

laser based sensor systems

Fachtagung Bauwerksdiagnose 2018

15

Thank You! Contact us...



**SECOPTA**  
laser based sensor systems

Fachtagung Bauwerksdiagnose 2018

16