

Marek Gąsiorowski *

Aleksy Patryn

Leszek Bychto

Wydział Elektroniki i Informatyki

Politechnika Koszalińska

*gasiorowski.marek@o2.pl

**aleksy.patryn@tu.koszalin.pl

***leszek.bychto@tu.koszalin.pl

Możliwości oraz obszar zastosowań małowagarytowego spektrometru DLP NIRScan Nano do błyskawicznych pomiarów spektralnych

Słowa kluczowe: DLP, NIRScan, Nano EVM, mobilność pomiarów, spektroskopia

1. Wprowadzenie

Spektroskopia to potężne narzędzie do analizy różnych materiałów poprzez oświetlanie próbek za pomocą światła, które w zależności od właściwości fizycznych materiałów badanych jest pochłonięte, odbite bądź powoduje emisję innego światła [1-3]. Wszystkie te zmiany w funkcji długości fali świetlnej są rejestrowane przez aparaturę pomiarową i charakteryzują dany materiał. W zależności od urządzenia przedział pomiarowy długości fal świetlnych próbki jest zróżnicowany. Ze względu na typ wykorzystywanych detektorów spektrometry dzielą się na działające w zakresie ultrafioletu (UV), światła widzialnego (VIS), bliskiej, średniej i dalekiej podczerwieni (NIR, MIR i IR). Bardziej rozbudowane urządzenia umożliwiają pomiar w kilku zakresach np. UV-VIS, UV-VIS-NIR. Tradycyjnie badania różnorodnych obiektów organicznych lub nieorganicznych znajdujących się w różnym stanie fazowym odbywa się w następujący sposób – zbieranie materiału, przygotowanie próbek, dostarczenie ich do laboratorium gdzie znajduje się specjalistyczna aparatura pomiarowa [1-3]. Tradycyjne laboratoryjne spektrometry są zwykle duże i drogie.

W ostatnich latach progres w rozwoju spektroskopii doprowadził do powstania na rynku nowej klasy zminiaturyzowanych spektrometrów, w tym na zakresy widzialny i bliskiej podczerwieni (VS, NIR) [4]. Miniaturyzacja urządzeń i systemów jest powiązana z tendencją do dokonywania pomiaru w fizycznej lokalizacji „próbki”, niezależnie od tego, czy jest to gotowy produkt, proces produkcyjny, czy środowisko.

Ważnym atutem stosowania mniejszych przyrządów jest potencjalna możliwość realizacji rozproszonych schematów pomiarowych (wiele lokalizacji w procesach) i podejściu do „zdalnego” monitorowania pomiarów środowiskowych i „polowych”.

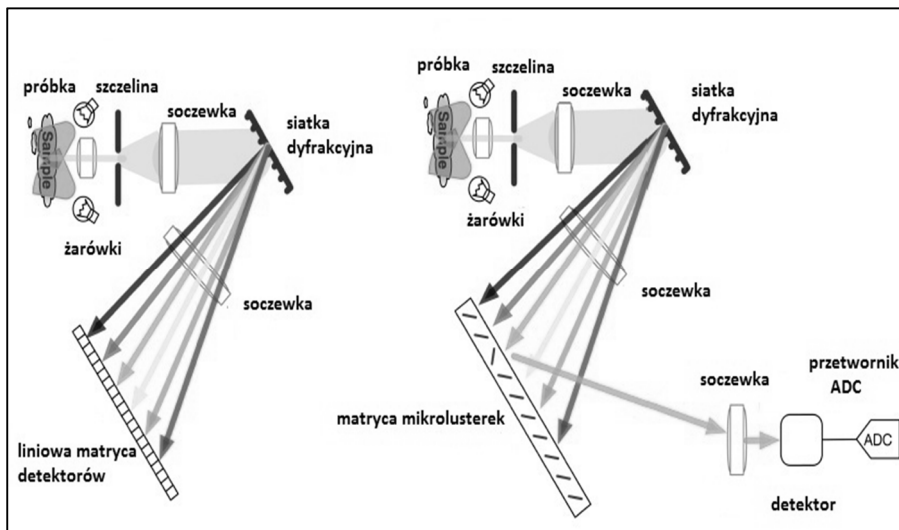
Mikrominiaturowe spektrometry na zakres NIR spowodowały aktywny wzrost badań w zakresie ich zastosowań do analizy różnorodnych obiektów z punktu widzenia kontroli parametrów i procesów dot. różnych obiektów, np. nanokompozytów [5-6], półprzewodników, w tym cienkowarstwowych [7-8] oraz obiektów organicznych (rośliny) [9-13].

W niniejszej pracy została przeprowadzona analiza działania miniaturowego „*fullintegrated*” spektrometru z takiej grupy urządzeń, mianowicie marki DLP NIRscan Nano EVM [14], zaprezentowano wyniki pewnej modernizacji jego konstrukcji w celu usprawnienia pomiarów i zwiększenia wydajności oraz zaprezentowano wyniki pomiarów testowych widma refleksyjności i absorpcyjności serii wybranych obiektów testowych przeprowadzonych w celu oszacowania możliwości i skuteczności dalszych badań.

2. Opis urządzenia, dane techniczne, zasada pracy, oprogramowanie

Koncepcja działania urządzenia i zastosowania matrycy mikro-lusterek pozwalająca na wykorzystanie tylko pojedynczego detektora a nie całej linii (matrycy) detektorów została przedstawiona na rys. 1.

Pomiary w tym, jednopikselowym spektrometrze są realizowane w inny sposób niż w „klasycznym” siatkowym, w tym matrycowym spektrometrze. Zasada pracy polega na mikromechanicznym sterowaniu zestawem mikrolusterek i kierowaniu kolejno wybranej wiązki światła o odpowiedniej długości do okna detektora. Wykorzystywany jest tylko pojedynczy detektor, a nie cała linia detektorów. Przez takie rozwiązanie koszt urządzenia jest znacznie niższy.

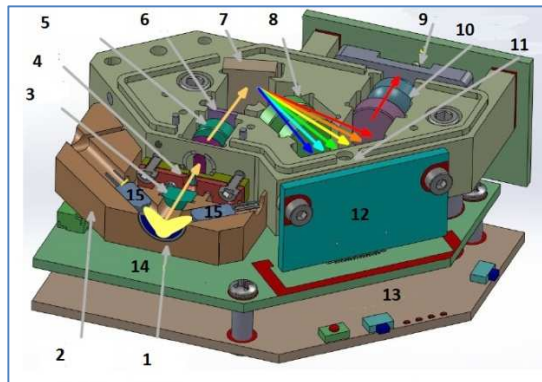


Rys. 1. Zasada pracy „klasycznego” siatkowego spektrometru z detektorem matrycowym (po lewej) oraz spektrometru wykorzystujące matryce ruchomych lusterek (po prawej), wg [14].

Ważnym atutem spektrometru DLP NIRScan Nano EVM jest prędkość realizacji pomiarów oraz ich dokładność. Zasadniczy tryb konfiguracji pracy polega na połączeniu przewodem USB urządzenia wraz z komputerem. Za pomocą oprogramowania przystosowanego do obsługi, można przeprowadzać pomiary, konfigurować ilość pomiarów, tryb oraz implementować własne algorytmy oświetlania próbek. Urządzenie może również współpracować z smartfonami za pomocą specjalnej aplikacji ogólnodostępnej. Komunikacja pomiędzy urządzeniami realizowana jest za pomocą modułów Bluetooth. Po krótkim opisie łatwo można dostrzec największe zalety – prosta obsługa, mobilność dzięki niewielkim rozmiarom (wymiary: 58x62x36 mm – rys. 3) oraz prostota wykonywania pomiarów co umożliwia wachlarz potencjalnych zastosowań.

Oświetlanie badanych obiektów odbywa się za pomocą dwóch żarówek typu ILT 1088-1 o mocy 1,4 W zasilanych napięciem 5 V. Przesłona toru optycznego ma wymiary 1,8 x 25 μm , liczba falowa „f” przesłony wynosi 2,5. Urządzenie uzyskuje widmo odbiciowe fali świetlnej próbek w zakresie od 900 do 1700 nm z rozdzielczością optyczną co 10 nm. Zastosowano detektor półprzewodnikowy oparty na arsenie indu galu (InGaAs), niechłodzony, o średnicy okna 1 mm [14].

Urządzenie składa się z następujących podstawowych elementów, które wyróżniono na rys. 2 [14]:



Rys. 2. Widok podstawowych elementów składowych urządzenia (1 – okno spektrometru; 2 – oświetleniowo-odbiciowy moduł; 3 – soczewka skupiająca; 4 – szczelina; 5 – soczewki kolimacyjne; 6 – filtr szerokopasmowy; 7 – siatka dyfrakcyjna; 8 – soczewki skupiające; 9 – detektor; 10 - soczewki kondensujące; 11 – DMD (ang. Digital Micromirror Device); 12 – płytka DMD; 13 – płytka mikrokontrolera; 14 – płytka sterownika spektrometru DLP; 15 – żarówki oświetlające)

Jak można zauważyć z poglądowego rysunku, mikro-lusterka pojedynczo nakierowują odpowiednie wiązki światła o danej długości fali do detektora. Transmisja światła odbywa się szeregowo do okna detektora co wydłuża czas analizy badanego widma światła. Jest to pewnego rodzaju ograniczenie. Nie możliwe jest jednoczesna analiza całego przedziału pomiarowego ze względu na pojedynczy detektor.

Zasadniczo urządzenie udostępnia przeprowadzenie badań w trzech podstawowych trybach pomiarowych: absorbancja, reflektancja oraz intensywność światła, które to zmieniają się w funkcji długość fali świetlnej z krokiem co 10 nm w zakresie pomiarowym urządzenia.

Po uruchomieniu pomiaru za pomocą aplikacji służącej do obsługi urządzenia następuje oświetlenie próbki. Fotorezystor umieszczony przed szczeliną wejściową dokonuje automatycznej kalibracji i dostosowania zakresu intensywności światła. Następnie odbite światło przenika przez soczewkę skupiającą, przechodząc przez szczelinę trafiając na kolejne soczewki skupiające oraz filtr szerokopasmowy. Światło dociera do siatki dyfrakcyjnej i ulega dyspersji na składowe o różnej długości fali świetlnej. Za pomocą soczewek skupiających trafia na matrycę cyfrowo sterowanych mikro-lusterek (ang. Digital Mirror Device - DMD). Jest to innowacyjne rozwiązanie, które ma pewne zalety oraz kilka wad. Zastosowanie takiego rozwiązania pozwala na obniżenie kosztów produkcji urządzenia oraz znaczne zmniejszenie jego rozmiarów w porównaniu do klasycznych spektrometrów, w których wykorzystuje się matrycę detektorów, jednak powoduje to zwiększenie czasu realizacji pomiaru gdyż zakres pomiarowy jest analizowany

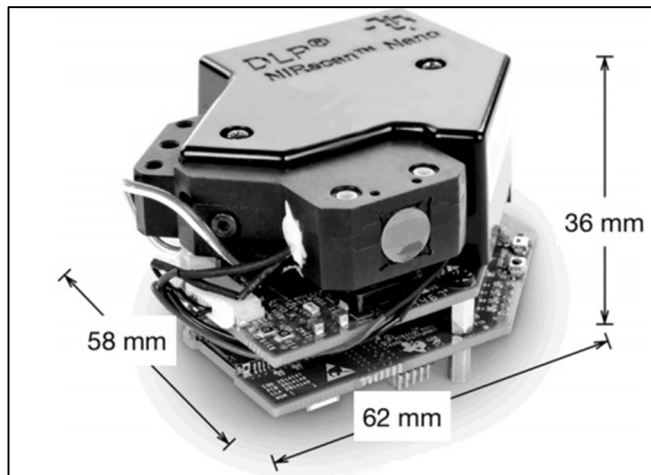
szeregowo podpaszami. Na rysunku numer 1 przedstawiono różnicę w działaniu tych dwóch trybów.

Producent zapewnia dostęp do oprogramowania działającego na komputerze z systemem operacyjnym Windows. Do uruchomienia spektrometru potrzebny jest kabel USB z wtyczką mini USB oraz odpowiednie sterowniki udostępniane przez producenta. Możliwe jest również pobranie aplikacji na smartfon lub tablet, która łączy się z urządzeniem DLP za pomocą wbudowanego modułu Bluetooth w konfiguracji pracy „slave”. Tak więc sterowanie urządzeniem możliwe jest na różny sposób.

Po podłączeniu spektrometru do komputera za pomocą kabla USB oraz uruchomieniu oprogramowania „DLP NIRscan Nano GUI v2.1.0 urządzenie jest gotowe do pracy – należy tylko wybrać źródło kalibracji urządzenia oraz pozostawić domyślne ustawienia realizacji pomiarów bądź zmienić je. Można wybrać zapisany wzorcowy pomiar kalibracyjny lub przeprowadzić własny pomiar kalibracyjny (odniesienia).

3. Rozszerzenia funkcjonalności urządzenia

Spektrometr został opracowany przez producenta w wersji „otwartej”, bez żadnej obudowy i elementów mocujących. Jego widok zewnętrzny zaprezentowano na rys. 3.



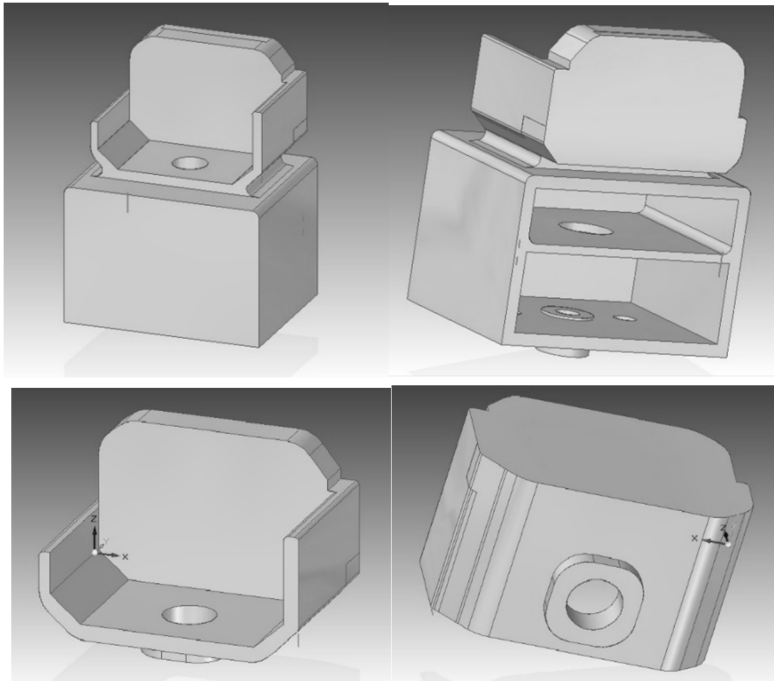
Rys. 3. Widok zewnętrzny DLP NIRScan Nano EVM, wg. [15]

Po wstępnej analizie konstrukcji była opracowana własna konstrukcja dodatkowych elementów umożliwiająca rozszerzenie jego funkcjonalności. Opracowano dwa typy nasadek (rys. 4), pierwszy typ służy do wykorzystania

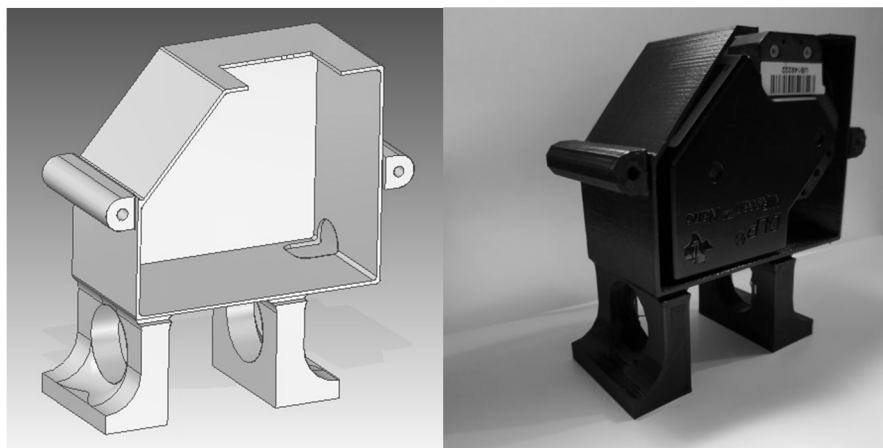
światłowodu w torze pomiarowym, który może być wykorzystany do realizacji badań w trudno dostępnych miejscach jak przedłużenie szczeliny. Drugi typ opracowanej nasadki umożliwia badanie różnego rodzaju materiałów pomiaru tłumienia (ilościowe tłumienie obiektów przezroczystych). Nasadka mocowana jest bezpośrednio na urządzeniu, wykonane jest w postaci małego pudełka z przysłoną. W górnej części umieszczono źródło światła – jest to żarówka ILT 1088-1 o mocy 0,7 W zasilana napięciem stałym wynoszącym 5 V i kompatybilna z układem zasilania i sterowania DLP NIRScan Nano [14, 15].

W opracowanym układzie z dodatkowymi elementami badanie polega na oświetlaniu przedmiotu umieszczonego w komorze za pomocą żarówki, w zależności od badanego materiału część światła ulega odbiciu, część jest absorbowana a w niektórych przypadkach światło penetruje próbkę i dociera do szczeliny spektrometru. Dodatkowo zaprojektowano i wykonano specjalną obudowę (rys. 5), która zabezpiecza układy elektroniczne urządzenia (standardowo płytkę elektroniczną sterownika urządzenia jest odłożona, istnieje możliwość jej dotknięcia a co za tym idzie uszkodzenia obwodów sterowania) oraz gwarantuje ergonomiczną pozycję spektrometru podczas pracy z nasadką z rysunku nr 4 – badanie przezroczca.

Wszystkie elementy te zostały wykonane w technice druku 3d.



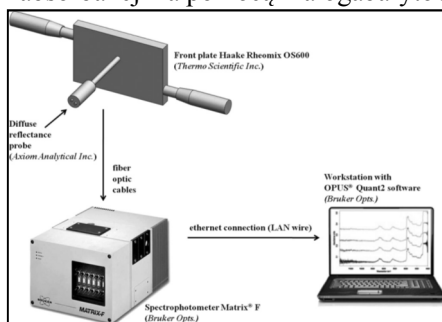
Rys. 4. Projekt nasadek umożliwiających podłączenie światłowodu lub badania przezroczca



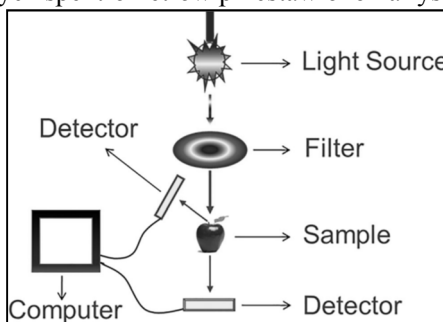
Rys. 5. Projekt (a) i realizacja fizyczna obudowy spektrometru DLP, spektrometr w opracowanej obudowie (b).

4. Testowy próby zastosowań

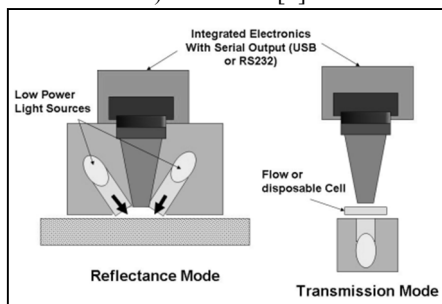
Zestawienie porównawcze konfiguracji do pomiaru widm refleksyjności i absorpcyjności za pomocą małowabarytowych spektrometrów przestawiono na rys. 6.



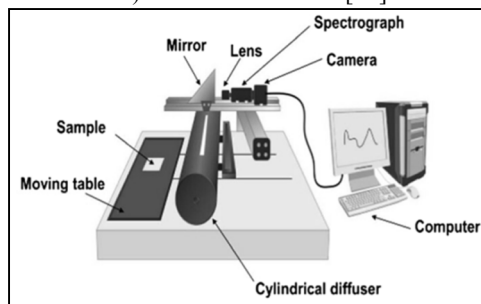
a) Barbas [6]



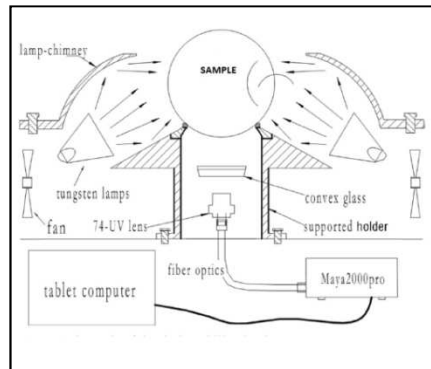
b) Chandrasekaran [13]



c) Coates [4]



d) Yuan-Yuan Pu [9]



e) Lei-Ming Yuan [10]

Rys. 6. Zestawienie porównawcze. Konfiguracja widma reflektancji i absorbancji za pomocą małogabarytowych spektrometrów

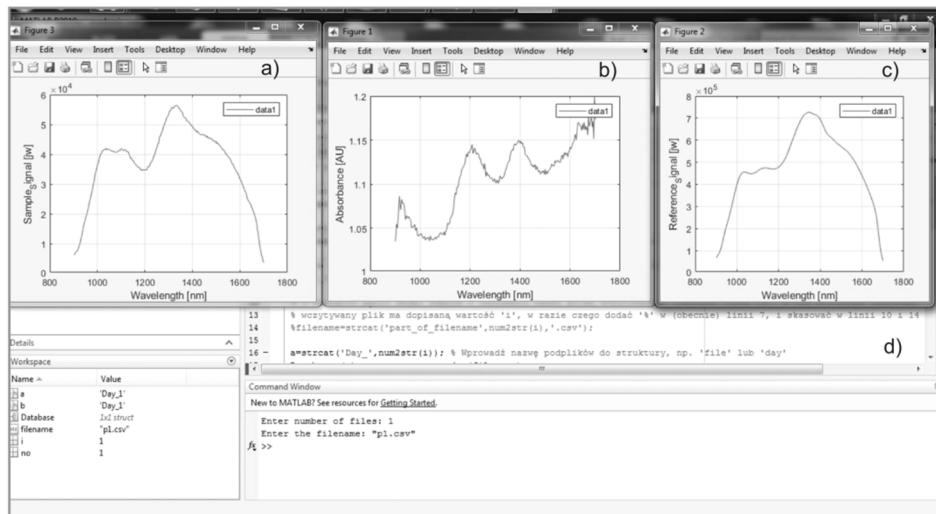
Do realizacji pomiarów została wybrana metoda zbliżona do wariantu rys. 6(c) z ustawieniem okna spektrometru praktycznie w bezpośrednim kontakcie z badaną powierzchnią. Badania zapisywane są w plikach o formacie .dat lub .xlms, który jest łatwy do przetwarzania za pomocą programu Matlab bądź Orgin.

Ważnym aspektem pozwalającym kontrolować powtarzalność warunków powtarzania i wiarygodność wyników jest możliwość stałego kontrolowania temperatury nie tylko systemu w całości, ale też temperaturę detektora oraz wilgotności w obszarze pomiarowym. W trakcie pomiarów testowych prezentowanych w tej serii pomiarowej nie było konieczności dążyć do unifikacji warunków pomiarowych, jednak na dalszych etapach badawczych jak i przy opracowaniu zaawansowanych algorytmach obróbki danych to może być konieczne.

Wszystkie pomiary były wykonane w następującym trybie: ekspozycja do pomiaru w pojedynczym punkcie – 0,635 ms, ilość powtórzeń pomiaru w każdym punkcie widma – 6, ilość punktów pomiarowych na widmie – 227, rozdzielczość na punkt pomiarowy – 7,07 nm, ogólny czas pomiaru jednego widma w obszarze 900-1700 nm – 2,70 s. Do analizy uzyskanych pomiarów wykorzystano oprogramowanie Matlab ze względu na duży wachlarz możliwości implementacji różnego rodzaju algorytmów przetwarzających dane. Dzięki oprogramowaniu istnieje możliwość porównywania serii pomiarowych między poszczególnymi pomiarami. Program umożliwi również wizualizację danych, określanie współczynników korelacji, wskazywanie charakterystycznych punktów w zależności od zastosowania urządzenia.

Na rys. 7 przedstawiono wizualizację wyników pomiaru i obróbki widma dla przykładowej próbki (a - sygnał bezpośrednio mierzony, b - widmo absorbancji

otrzymane po obróbce mierzonego sygnału i uwzględnienia widma referencyjnego (c) oraz fragment programu do wizualizacji wyników za pomocą programu Matlab.



Rys. 7. Wizualizacja wyników pomiaru i obróbki widma dla przykładowej próbki (a - sygnał bezpośrednio mierzony, b - widmo absorpcji otrzymane po obróbce mierzonego sygnału i uwzględnienia widma referencyjnego (c) oraz fragment programu (d) do wizualizacji wyników za pomocą programu Matlab.

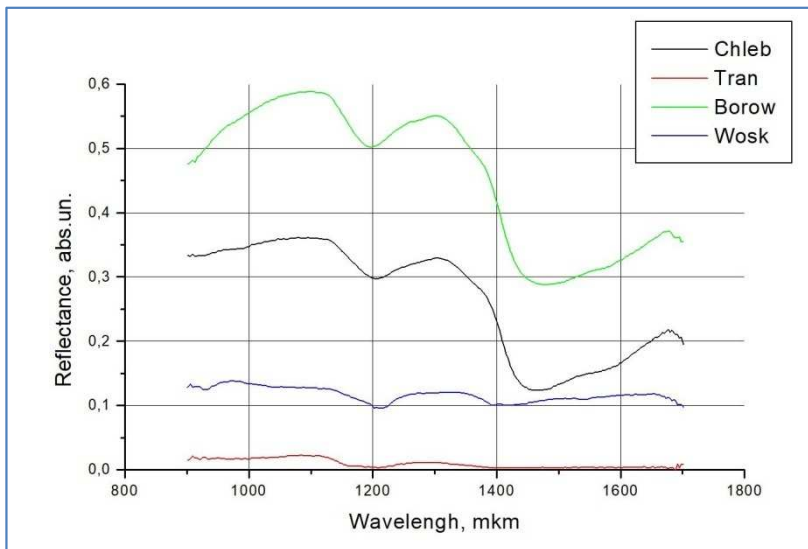
Do serii pomiarowej testowej zostały wybrane obiekty o różnym charakterze powierzchni i składu wewnętrznego. Typ obiektów i wybrane parametry i warunki w trakcie pomiarów przedstawiono w Tab. 1.

Tab. 1. Typ obiektów i wybrane parametry i warunki w trakcie pomiarów.

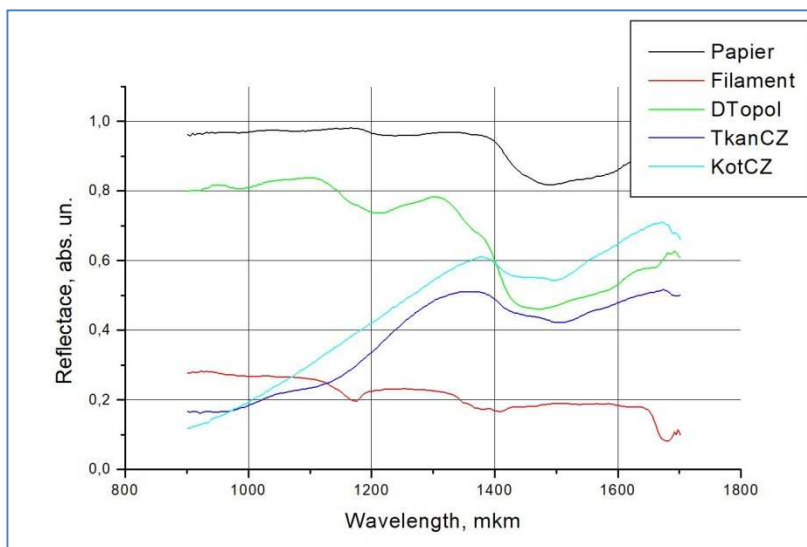
Nr	Opis obiektu	Temperatura systemu, °C	Temperatura detektora widma, °C	Parametr warunkowy lampy, „Lamp PD”	Wilgotność otoczenia, %	Uwagi
1	Sierść kota	31,65	27,53	3813	43,77	Struktura 3D
2	Tkanina	30,27	27,93	3814	36,4	Makroskopowo płaska
3	Papryka niedojrzała	29,61	25,55	3817	42,23	Makroskopowo nie płaska
4	Papryka dojrzała	28,39	24,84	3820	45,35	Makroskopowo nie płaska
5	Chleb świeży	31,64	27,64	3812	36,65	Struktura chropowata

6	Deska topola	31,36	28,14	3812	31,36	Makroskopowo płaska (gładka)
7	Kartka papieru	30,71	26,61	3811	30,19	Makroskopowo płaska
8	Kapsułka tranu	31,37	27,73	3809	31,37	Makroskopowo nie płaska
9	Filament 1 mm czerwony	30,35	26,16	3811	37,63	Makroskopowo płaska (gładka)
10	Wosk pszczeli	38,64	24,68	3812	36,64	Struktura z powietrzną makroskopowo nierówna
11	Borowik suszony	31,59	27,75	3812	31,59	Struktura z powietrzną nierówna

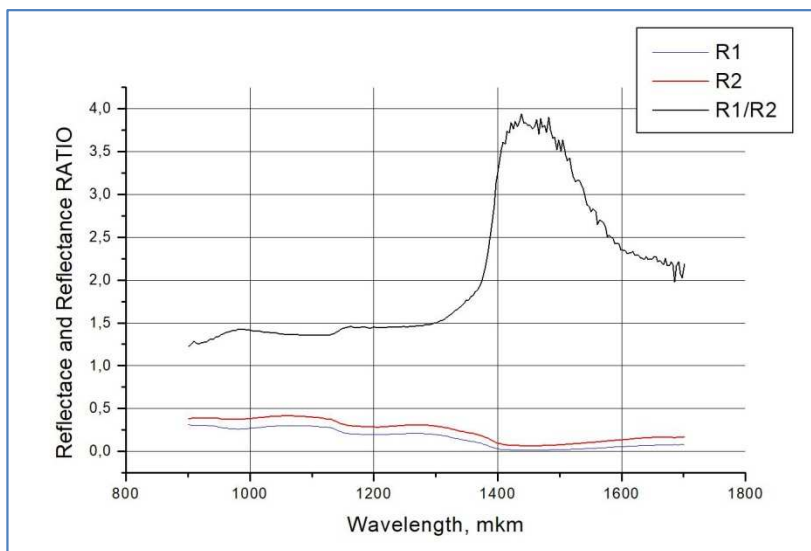
Na rys. 8-9 przedstawiono wyniki pomiarów widma reflektancji i absorpcji testowej serii obiektów badań.



Rys. 8. Widmo reflektancji próbek serii 1: Chleb – chleb jasny, Tran – kapsuła tranu, Borow – borowik suszony, Wosk – wosk pszczeli.



Rys. 9. Widmo reflektancji próbek serii 2: Papier – papier biały, Filament – filament o grubości 1 mm czerwony gładki, DTopol – deska topola sucha, TkanCZ – tkanina czarna, KotCZ – sierść kota czarna



Rys. 10. Widmo reflektancji papryki niedojrzałej (R1), papryki dojrzałej (R2) oraz widmo parametru $R2(\lambda)/R1(\lambda)$.

Przedstawione wyniki ilustrują różnorodność możliwości zastosowania ekspres-metody pomiarowej do różnorodnych obiektów. Ilustrację zastosowania metody do analizy zmian widma „w dziedzinie” czasu wybranego obiektu przedstawia rys. 10, na którym przedstawiono widma refleksyjności papryki niedojrzałej $R1(\lambda)$, dojrzałej $R2(\lambda)$ oraz wynik obliczenia widma stosunku parametrów $R2(\lambda)/R1(\lambda)$.

5. Podsumowanie

Jak wynika z przeprowadzonej analizy, urządzenie typu DPL NIR Scan może być zastosowane w laboratoriach oraz w warunkach mobilnych do analizy różnych materiałów.

Jako testowa została wybrana seria obiektów badawczych w postaci głównie obiektów organicznych, głównie z powodu dostępu do dużej bazy znanych porównawczych widm różnych obiektów tego rodzaju. Metoda pomiarowa i zastosowane urządzenie z powodzeniem może być zastosowane również do badania różnorodnych cienkowarstwowych materiałów półprzewodnikowych, ze względu na zakres pomiarowy. Badania wstępne już wykonane na innych obiektach, w tym z grupy materiałów stosowanych w elektronice, m.in. filmów półprzewodnikowych i nanokompozytowych, rokuje perspektywistyczność poszerzenia grupy obiektów pomiarowych też i na materiały z tej grupy.

Za pomocą urządzenia można tworzyć bazy danych pomiarowych, które później mogą być wykorzystywane do diagnostyki badanych obiektów, w tym zmian w funkcji czasu lub na etapach obróbki technologicznej.

Bibliografia

1. Handbook of Spectroscopy, Volume 1. Edited by Günter Gauglitz and Tuan Vo-Dinh. Copyright © 2003 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim ISBN 3-527-29782-0
2. Near-Infrared Spectroscopy. Principles, Instruments, Applications, ed. Siesler H. W., Ozaki Y., Kawata S., Heise H. M., Wiley-VCH, Weinheim 2001.
3. Burns D. A., Ciurczak E. W., Handbook of Near-Infrared Analysis, Marcel Dekker, New York 1992.
4. John Coates, A Review of New Small-Scale Technologies for Near Infrared Measurements, American Pharmaceutical Review 17(4) · 2014
5. Stefan Laske et. Al., In-line quality control of polymer nanocomposites using near-infrared spectroscopy, nanoconConf, Roznov pod Radhostem, Czech Republic, EU, 20. - 22. 10. 2009

6. J.M. Barbas, A.V. Machado, J.A. Covas, In-line near-infrared spectrometry for the characterization of dispersion in polimer-clay nanocomposites, *Polimer Tisting v.31*, 527-536, 2012
7. Grolik Benno, Kopp Joachim, Optical Properties of Thin Semiconductor Films, Raport Fermi Lab, 2003, https://home.fnal.gov/~jkopp/tum/pdf/F/hl_spekt.pdf
8. Z. Sultan and N. Sultana, Analysis of Reflectance and Transmittance Characteristics of Optical Thin Film for Various Film Materials, Thicknesses and Substrates, *J Electr Electron Syst.* 2015, V.4 (3), 2015, DOI: 10.4172/2332-0796.1000160
9. Yuan-Yuan Pu, Calibration Transfer from Micro NIR Spectrometer to Hyperspectral Imaging: a Case Study on Predicting Soluble Solids Content of Bananito Fruit (*Musa acuminata*), *Food Analitical Methods* (2018) 11:1021–1033, <https://doi.org/10.1007/s12161-017-1055-3>
10. Lei-Ming Yuan, et al., Nondestructive Measurement of Soluble Solids Content in Apples by a Portable Fruit Analyzer, *Food Analitical Methods*, Published online, 2015, DOI 10.1007/s12161-015-0251-2
11. Claudia Santos et al., A review on Application of Portable Near-Infrared Spectrometers in Agro-Food Industry, *Applied Spectroscopy*, 2013, 1215-1233, DOI: 10.1366/13-07228
12. M. Smiga-Kout, L. Bychto et al., Use of buckwheat straw to produce ethyl alcohol using ionic liquids, *Energy*, Volume 12, Issue 10, 2019, Article number 2014
13. I. Chandrasekaran, S.S. Panigrahi, L. Ravikanth, C.B. Singh, Potential of Near-Infrared (NIR) Spectroscopy and Hyperspectral Imaging for Quality and Safety Assessment of Fruits: an Overview, *Food Analytical Methods*, (2019) 12, 2438–2458, doi.org/10.1007/s12161-019-01609-1
14. P. Gelabert, E. Pruet, et al., DLP NIRscan Nano: An ultra-mobile DLP-based near-infrared Bluetooth spectrometer, *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering* Volume 9761, 2016, Article number 97610B
15. P. Gelabert. DLP NIRscan Nano EVM User's Guide User's Guide; Texas Instrument, TI, 2015

Streszczenie

Zmodyfikowana wersja minispektrometru typu DPL NIR Scan została testowo zastosowana w laboratoriach oraz w warunkach mobilnych do analizy różnych materiałów.

Jako testowa została wybrana seria obiektów badawczych w postaci głównie obiektów organicznych. Metoda pomiarowa i zastosowane urządzenie z powodzeniem może być zastosowane również do badania różnorodnych

cienkowarstwowych materiałów półprzewodnikowych, ze względu na zakres pomiarowy.

Badania wstępne już wykonane na innych obiektach, w tym z grupy materiałów stosowanych w elektronice, m.in. filmów półprzewodnikowych i nanokompozytowych, rokuje perspektywistyczność poszerzenia grupy obiektów pomiarowych też i na materiały z tej grupy.

Za pomocą urządzenia można tworzyć bazy danych pomiarowych, które później mogą być wykorzystywane do diagnostyki badanych obiektów, w tym zmian w dziedzinie czasu lub na etapach obróbki technologicznej.

Abstract

A modified version of the DPL NIR Scan type mini-spectrometer was tested in laboratories and in mobile conditions for the analysis of various materials. A series of research objects in the form of mainly organic objects was chosen as the testing probes. The measuring method and the device used can also be successfully used for testing various thin-film semiconductor materials, due to the measuring range. Preliminary tests already performed on other objects, including from the group of materials used in electronics, among others semiconductor and nanocomposite films, promising the prospect of expanding the group of measurement objects also for materials from this group. Using the device, it is possible to create measurement databases that can later be used to diagnose the examined objects, including changes in the time domain or at the stages of technological processing.

Keywords: DLP, NIRScan, Nano EVM, measurement mobility, spectroscopy