

# Resonante photoakustische Zellen zum laserbasierten Methannachweis

## Resonant photoacoustic cells for laser-based methane detection

Dr. Katrin Schmitt<sup>1,2</sup>, Mara Sendelbach<sup>1,a</sup>, Thomas Strahl<sup>1,2</sup>, Christian Weber<sup>1,2</sup>, Prof. Dr. Jürgen Wöllenstein<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Fraunhofer-Institut für Physikalische Messtechnik IPM, Georges-Köhler-Allee 301, 79110 Freiburg im Breisgau

<sup>2</sup>Institut für Mikrosystemtechnik - IMTEK, Professur für Gassensoren, Universität Freiburg, Deutschland

<sup>a</sup>present address: Diotec Semiconductor AG, Kreuzmattenstrasse 4, 79423 Heitersheim, Deutschland

thomas.strahl@ipm.fraunhofer.de

### Kurzfassung

In dieser Arbeit wurde ein photoakustisches Sensorsystem zur Methandetektion untersucht. Im Fokus stand ein spezielles Zellendesign, die sogenannte T-Zelle, eine Anordnung aus zwei senkrecht zueinanderstehenden Zylinderresonatoren. Es wurden unterschiedliche Designs von T-Zellen und der Einfluss auf das Sensorverhalten ermittelt. Für die Anregung wurde ein DFB-Interband-Cascade-Laser mit einer Wellenlänge von 3270 nm verwendet. Ein MEMS-Mikrofon diente als Detektor des photoakustischen Signals. Untersucht wurden sechs T-Zellen mit unterschiedlichen Zylindergeometrien. Mit den T-Zellen ist eine kompakte Bauweise, wie es z.B. für die Anwendung eines Leck-Detektionssystems wichtig ist, möglich. Die erreichten Detektionsgrenzen liegen unter dem Methangehalt in Luft von 1,8 ppm.

### Abstract

In this work a photoacoustic sensor system for methane detection was investigated. The focus was on a special cell design, the so-called T-cell, an arrangement of two cylindrical resonators arranged perpendicular to one another. Different designs of T-cells and the influence on the sensor performance were determined. A DFB interband cascade laser with a wavelength of 3270 nm was used for the excitation. A MEMS microphone served as a detector of the photoacoustic signal. Six T-cells with different cylinder geometries were examined. With the T-cells, a compact design is possible, as it is important for example for a leak detection system. The detection limits achieved are below the methane content in air of 1.8 ppm.

## 1 Einleitung

Die Photoakustik (PA) ist eine wichtige Methode zum Nachweis von Gasen in kleinen Konzentrationen. Unter anderem eignet sich diese Methode unter Verwendung eines geeigneten Lasers hervorragend zur Detektion von Methan. Methan ist ein brennbares, farb- und geruchsloses Treibhausgas und ist Hauptbestandteil von Erdgas. Kompakte Sensoren zur Ortung von Leckagen im Erdgasnetz erlangen aus Sicherheits- und Nachhaltigkeitsgründen eine immer größere Bedeutung [1].

Die Photoakustik nutzt die spezifische Absorption von Strahlung durch das Zielgas. Durch zeitlich modulierte Lichteinstrahlung wird dabei eine Schallwelle erzeugt, die mit akustischen Detektoren, z.B. einem Mikrofon, gemessen werden kann. Mit der PA sind kompakte Systeme mit hohen Sensitivitäten (zero background) realisierbar. Bei der resonanten PA dient eine in ihren Dimensionen passend ausgelegte PA-Zelle als Resonator, was das PA-Signal erheblich verstärkt. Häufig genutzt werden der sog. Helmholtzresonator, der Zylinderresonator oder Hohlraumresonatoren. Signifikante Steigerungen in der Sensitivität konnten unter anderem durch Verwendung einer differentiellen Zelle erreicht werden [2].

In dieser Arbeit wird eine weitere Zellenart, die sogenannte T-Zelle, näher untersucht. Diese wurde unter anderem von

Baumann diskutiert [3]. Sie besteht aus zwei Zylinderresonatoren, die senkrecht (T-förmig) zueinander angeordnet sind. Durch getrennte Zylinder für die Absorption und die Resonanz können diese beiden getrennt voneinander optimiert werden. Dazu wurden unterschiedliche Zellendesigns für T-Zellen betrachtet, mit Fokus auf die Anwendung der photoakustischen Methandetektion. Die verwendeten Zellen wurden hinsichtlich der auftretenden akustischen Moden in beiden Zylindern, der Abhängigkeit des PA-Signals vom Zellendesign, der Detektionsgrenze und der Langzeitstabilität untersucht.

## 2 Aufbau und Durchführung

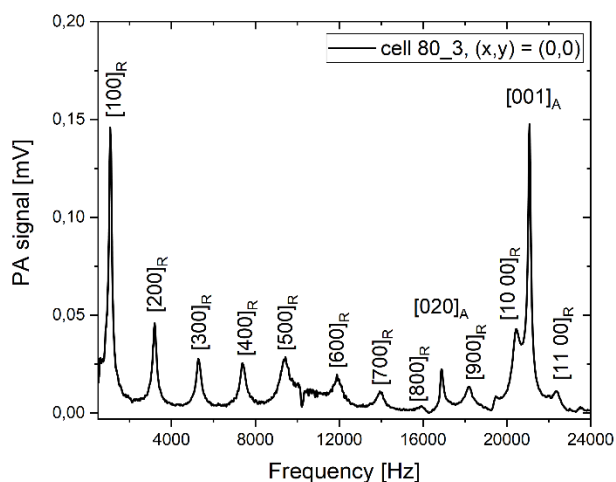
Zur Untersuchung des photoakustischen Signals in Abhängigkeit von unterschiedlichen Zellengeometrien ( $n = 6$ ) wurden Messungen mit Methan durchgeführt. Die verwendeten T-Zellen bestehen aus einer Aluminiumlegierung (AlMgSi1) mit Fenstern aus Calciumfluorid. Der Absorptionszylinder hat bei allen Zellen die gleichen Maße (Durchmesser und Länge jeweils 20mm). Beim Resonanzzylinder wurden zwei unterschiedliche Längen  $L_R = 40$  und  $80\text{mm}$  mit jeweils drei verschiedenen Durchmessern  $d_R = 3, 6$  und  $9\text{mm}$  untersucht.

Als Lichtquelle diente ein DFB Interband-Kaskaden-Laser (nanoplus,  $\lambda = 3270\text{ nm}$ ,  $P = 5,2\text{ mW}$ ). Es wurde eine 2f-

Wellenlängenmodulation durchgeführt. Über ein MEMS Mikrofon (InvenSense-40720) wurde das photoakustische Signal detektiert und mit Hilfe eines Lock-In-Verstärkers (SR830, Stanford Research) mit entsprechender LabVIEW Software ausgewertet. Die Resonanzen in den PA-Zellen wurden durch Aufnahme von Frequenzspektren bei einer Methankonzentration von 100 ppm in  $N_2$  ermittelt. Zur Ermittlung der Detektionsgrenze wurde weiterhin das PA-Signal für Methankonzentrationen von 0 bis 100 ppm in  $N_2$  aufgenommen.

### 3 Ergebnisse

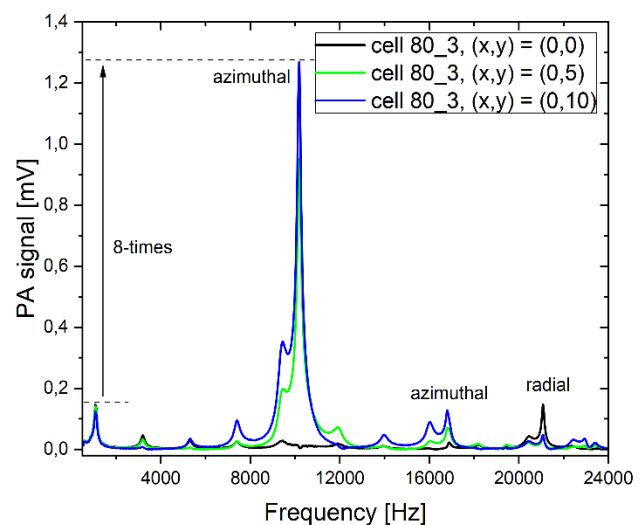
Das Frequenzspektrum der Zelle mit  $L_R = 80\text{ mm}$  und  $d_R = 3\text{ mm}$  ist in (Bild 1) dargestellt. Wie vom Zellenesign vorgesehen werden hauptsächlich longitudinale Moden im Resonanzzyylinder ( $[n00]_R$  mit  $n = 1, \dots, 11$ ) angeregt. Die Höhe des PA-Signals nimmt mit steigender Modenzahl wie erwartet ab. Ebenfalls zu beobachten sind eine azimuthale Mode  $[020]_A$  und eine radiale Mode  $[001]_A$  im Absorptionszyylinder. Die Signalhöhe der radialen Mode ist vergleichbar mit der ersten longitudinalen Mode.



**Bild 1** Frequenzspektrum der Zelle 80\_3 von 2 kHz bis 24 kHz. „R“ bezeichnet die Moden im Resonanzzyylinder, „A“ im Absorptionszyylinder. Der Laserstrahl verlief mittig im Absorptionszyylinder  $(x,y) = (0,0)$ . Die Methankonzentration betrug 100 ppm.

Weiterhin wurde im Absorptionszyylinder die Position des Laserstrahls in Bezug zur Zellenmitte  $(x,y) = (0,0)$  variiert. Die Anregung der Moden im Absorptionszyylinder ist im Gegensatz zur Anregung der Moden im Resonanzzyylinder von der Laserstrahlposition abhängig. Diese Abhängigkeit ist in (Bild 2) zu erkennen. Die azimuthalen Moden im Absorptionszyylinder werden bei Laserstrahlpositionen zum Rand hin stärker angeregt, die radialen Mode dagegen schwächer. Das größte PA-Signal wurde bei allen Zellen bei der ersten azimuthalen Mode im Absorptionszyylinder gemessen. Dieses ist 8x größer als das Signal bei  $[100]_R$ . Der Einfluss der Laserstrahlposition auf die Signalhöhe der einzelnen Moden ist auf der x-Achse deutlich geringer. Das

Verhalten ist auf beiden Achsen symmetrisch entlang der positiven und negativen Achse.



**Bild 2** Frequenzspektrum der Zelle 80\_3 von 2 kHz bis 24 kHz. mit variierender Laserstrahlposition im Absorptionszyylinder. Die Methankonzentration betrug 100 ppm. Eine deutliche Überhöhung der azimuthalen Mode bei ca. 9 kHz ist zu erkennen, wenn der Laserstrahl 5 bzw. 10 mm in Richtung des Resonanzzyinders positioniert wird.

### 4 Zusammenfassung und Ausblick

Es wurde ein photoakustischer Methansensor basierend auf resonanten T-Zellen realisiert und dabei verschiedene Zellenesigns untersucht. Resonanzen traten im Resonanz- und Absorptionszyylinder auf. Es hat sich gezeigt, dass die Moden im Absorptionszyylinder abhängig von der geometrischen Position des Laserstrahls in Richtung des Resonanzzyinders sind und eine starke Überhöhung des Signals bei der ersten azimuthalen Mode auftritt. Berechnete und gemessene Frequenzen für die verschiedenen Geometrien stimmten gut überein. Das Langzeitverhalten aller Zellen wurde bei Messungen bei der ersten azimuthalen Mode in Umgebungsluft geprüft. Im Allan-Plot zeigte sich eine Drift ab ca. 1000 s Mittelungszeit. Bei Nutzung der ersten azimuthalen Mode der Zelle 80\_3 und einer Laserstrahlposition von  $(x,y)=(0,10)$  konnte eine Nachweisgrenze von 0,07 ppm Methan ermittelt werden.

### 5 Literatur

- [1] Palzer: "Photoacoustic-based gas sensing: A review", *Sensors* **20** (9), 2745 (2020).
- [2] Miklós et al.: "Application of acoustic resonators in photoacoustic trace gas analysis and metrology", *Rev. Sci. Instrum.* **72**, 1937–1955 (2001).
- [3] Baumann et al.: "Modeling and Numerical Investigation of Photoacoustic Resonators. Modelling and Simulation", InTech, ISBN: 978-3-902613-25-7 (2008).