Kalibrierung von DVGW Sensoren für die Wasserentkeimung – Messunsicherheiten in der UV-Radiometrie

N. Papathanasiou[1*]

[1]sglux GmbH, Richard-Willstätter-Str. 8, 12489 Berlin, Germany

*Email: papathanasiou@sglux.de

Agenda

- UV-Radiometrie
  - Wellenlängenbereiche
  - UV Messtechnik
  - UV Kalibrierung
- Wasserentkeimung nach DIN 19294
  - UV Desinfektion
  - Referenzradiometer / Gerätesensor
- Kalibrierung & Messunsicherheiten Referenzradiometer
  - Quellen gestützt
  - Radiometer gestützt

UV-Radiometrie - Wellenlängenbereiche

Bezeichnung	Wellenlängenbereich	UV-Quellen	Anwendung
UV-A	315 – 400 nm	Sonne, UV-LED-Strahler	Lackhärtung
UV-B	280 - 315 nm	Sonne, Hg-Fluoreszenz-Strahler, Excimer	Medizin (Psoriasis)
UV-C	200 - 280 nm	Hg-Niederdruck-Strahler (254nm)	UV-Desinfektion
V-UV	100 – 200 nm	Vakuum-UV da O_2 Absorption / Excimer	Lackhärtung
E-UV	10 – 100 nm	Excimer / Synchrotron-Strahlung	Fotolithographie

UV-Radiometrie – UV-Messtechnik

sglux
The UV Experts

Spektroradiometer

- Doppelmonochromator + Detektor
  - Geringes Streulicht (10e-8)
  - Hohe Wellenlängenauflösung, abhängig von Gitter und optischen Weg
  - Nur eine Wellenlänge kommt durch
  - Messung mir absolut-kalibrierten Sensoren möglich
- Array Spektrometer
  - Hohes Streulicht (10e-4)
  - Wellenlängenauflösung abhängig von Pixel-Anzahl und Gitter
  - Alle Wellenlängen werden gleichzeitig gemessen
  - Array muss kalibriert werden bzgl. Wellenlängen und Empfindlichkeit

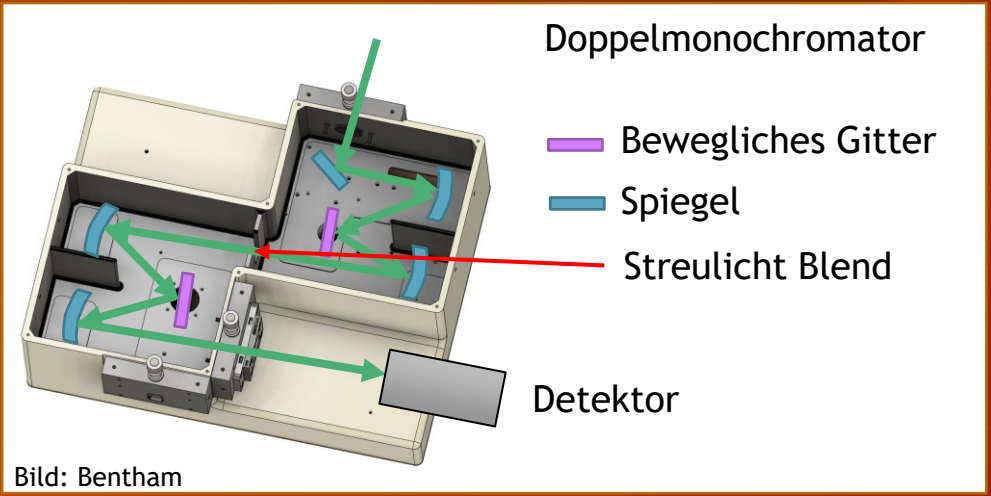


Bild: Bentham

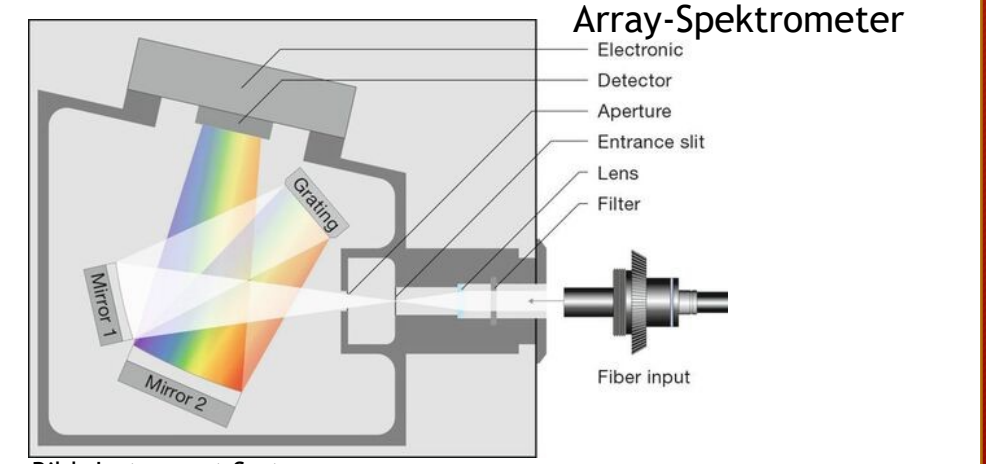
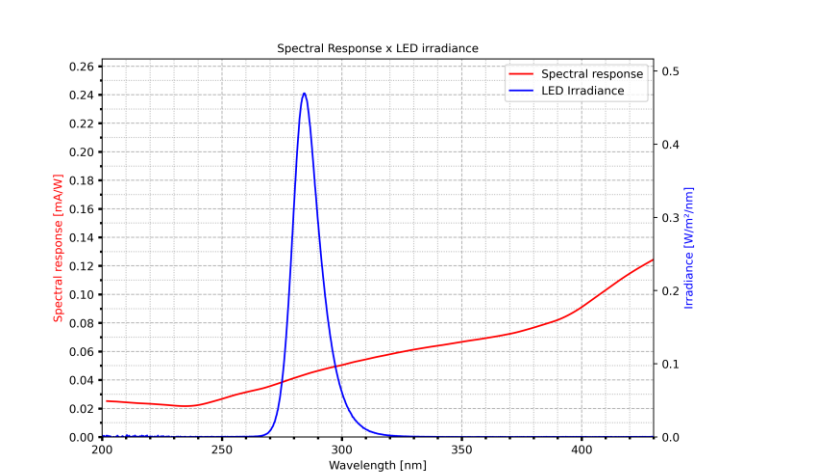


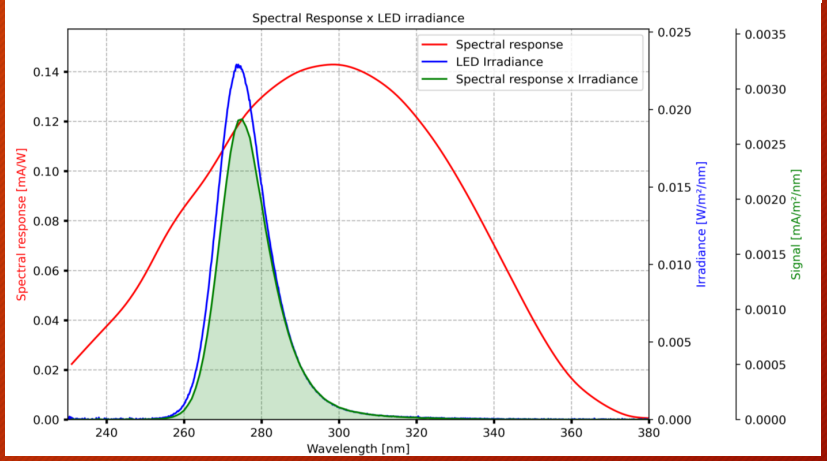
Bild: Instrument Systems

UV-Radiometrie – UV-Messtechnik

Integrale UV-Radiometer

- Si-basiert
  - Degradiert unter UV-Strahlung
  - Empfindlich gegenüber VIS
- SiC-basierte
  - UV-Stabil
  - Temperatur-stabil
  - Hohe UV-Empfindlichkeit
- Andere Halbleiter
  - Degradieren unter UV-Strahlung
- Vakuum-Röhren
  - Hohe Betriebsspannung
  - Kurze Lebensdauer



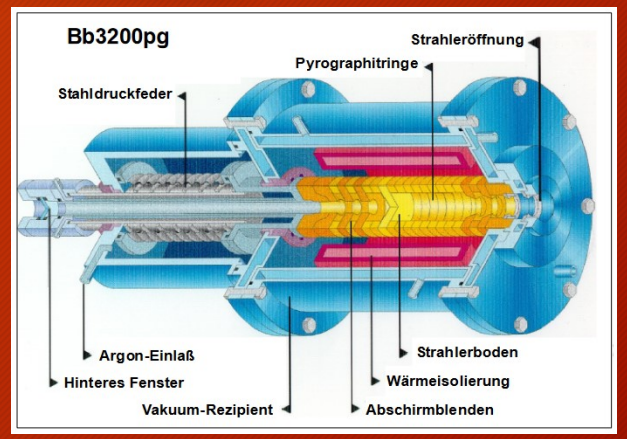


UV-Radiometrie - Kalibrierung

Kalibrierkette Bestrahlungsstärke PTB für Bestrahlungsstärke W/m² 200 – 2500 nm

- Primärnormal: Schwarzer Strahler
- Sekundärnormal: Doppelmonochromator + Detektor
- Kalibrierung von Strahler-Transfernormalen durch Substitution
- **Transfernormale:**
  - **Deuterium Lampe (200 - 400 nm)**
  - **Quarz-Glühfaden Lampe in Halogen-Atmosphäre (FEL) (250 - 1100 nm)**

© PTB Abt. 4 FB4.1 AG4.11
https://www.ptb.de/cms/ptb/fachabteilungen/abt4/fb-41/ag-411.html



UV-Radiometrie - Kalibrierung

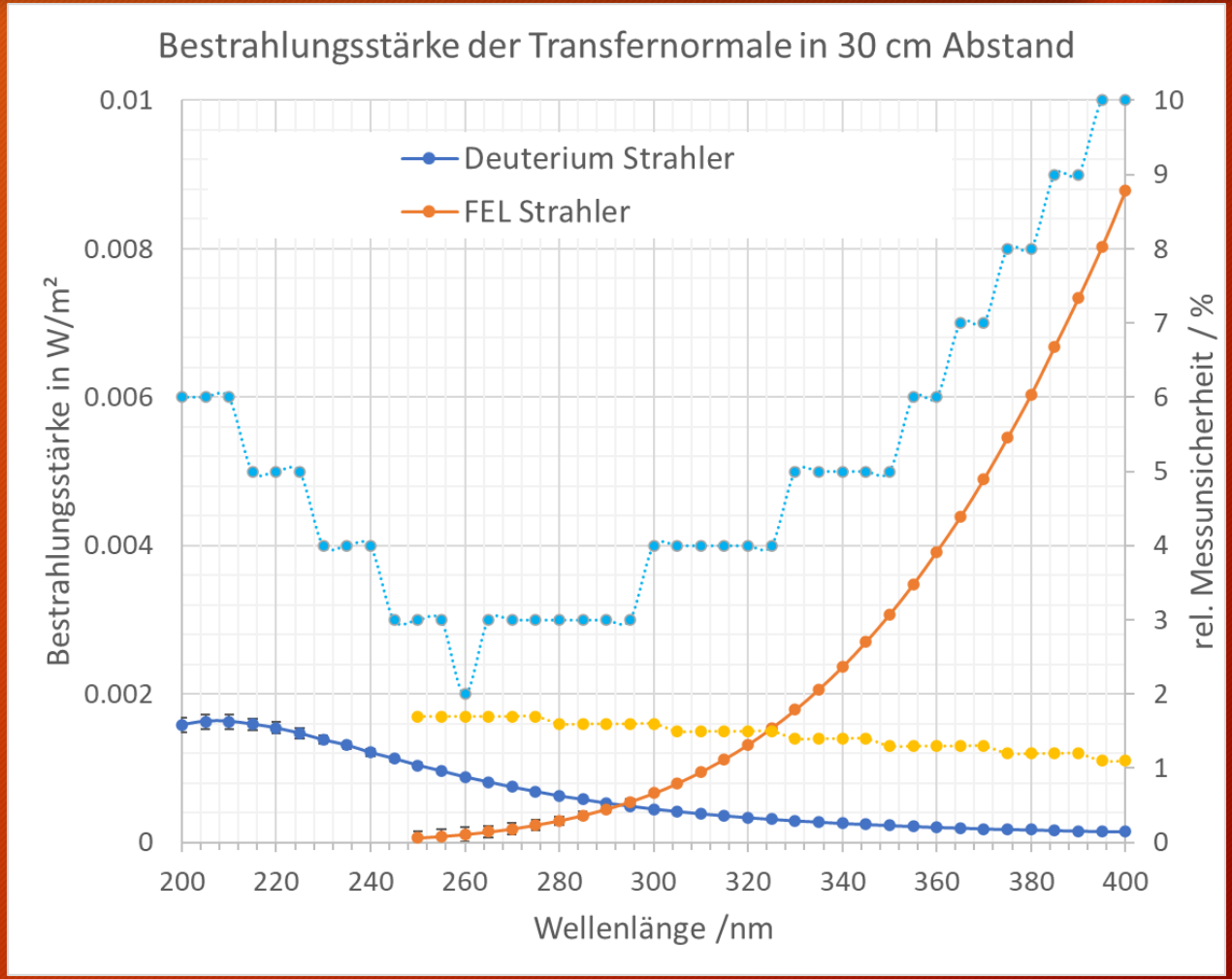
sglux
The UV Experts

Transfernormale

UV-Quelle	Wellenlängen	Messung-sicherheit
Deuterium Strahler	200 – 300 nm	2-6%
FEL Strahler	300 – 400 nm	1-2%

Hohe Messunsicherheiten unterhalb von 240nm

- Bandbreite der Messung
- Niedrige Messignale beim Schwarzem Strahler (<0.1mW/m²)
- Beginn der O_2 Absorption



UV-Radiometrie - Kalibrierung

sglux
The UV Experts

Spektroradiometer

- Kalibrieren durch Vergleich mit UV-Quellen bekannter spektraler Bestrahlungsstärke (Transfernormal)

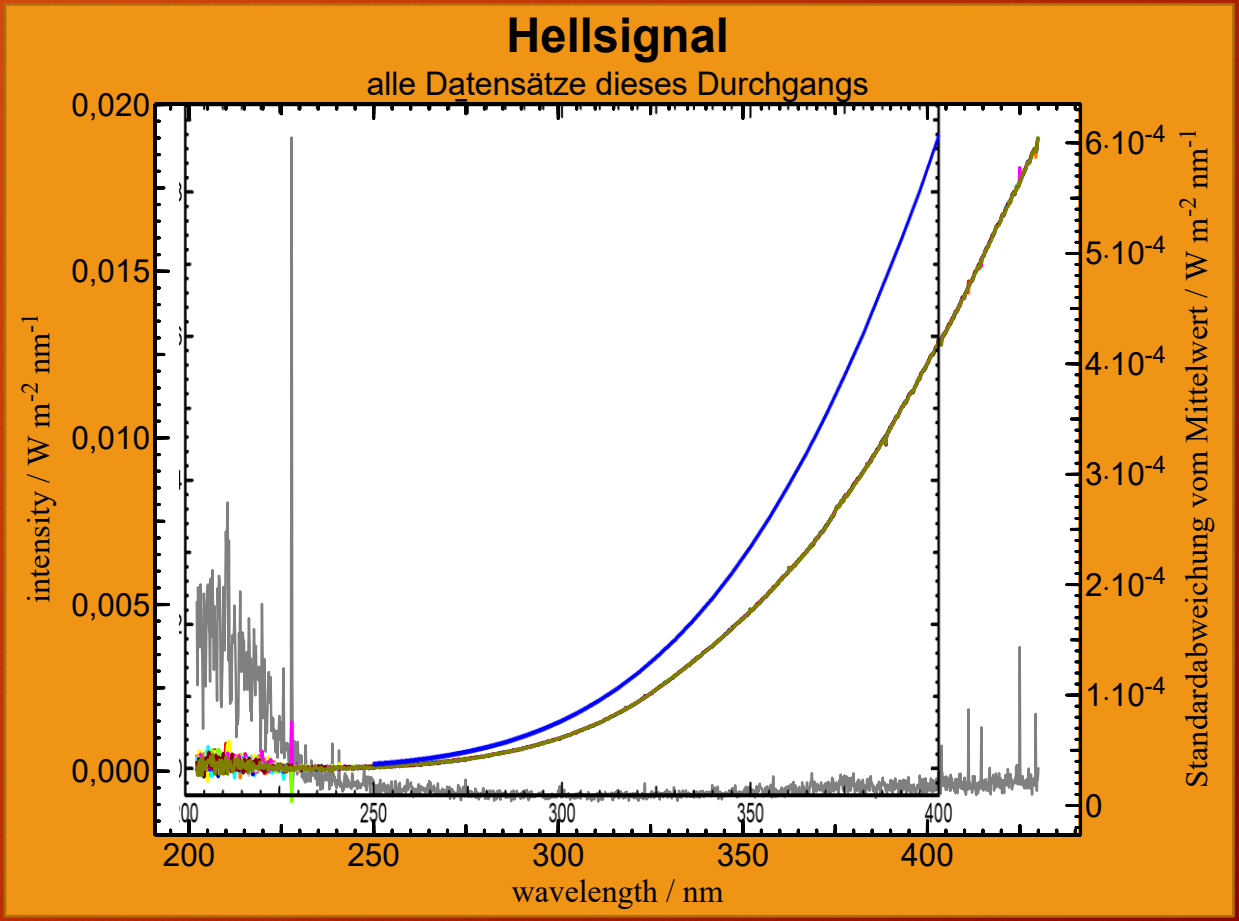
Messunsicherheit (wellenlängen-/pixelabhängig)

$$u(R_{E,i}) = \sqrt{u^2(E_S(\lambda_i)) + u^2(Y_{S,i}) + \sum_{j=1}^{N} u^2\left(a_{S,j}(\lambda_i)\right)}$$

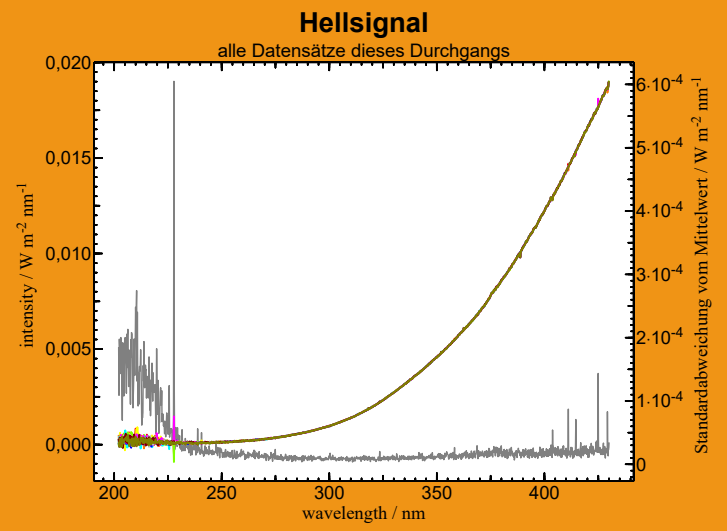
$u^2(E_S(\lambda_i))$ Standardmessunsicherheit des Transfernormals

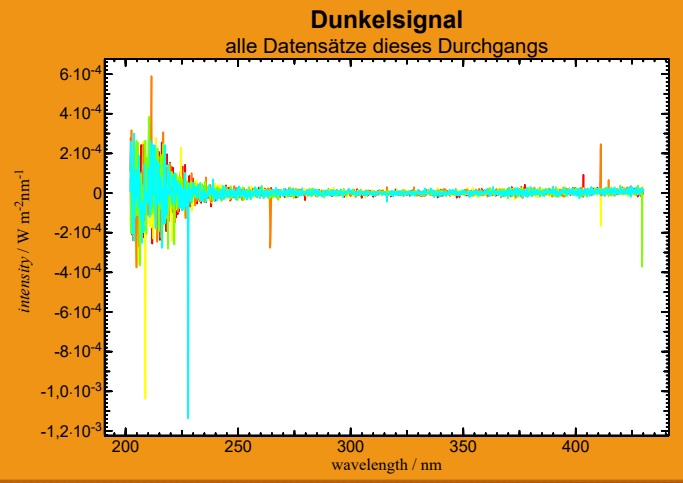
$u^2(Y_{S,i})$ Standardabweichung der Messungen des zu kalibierenden Spektroradiometers

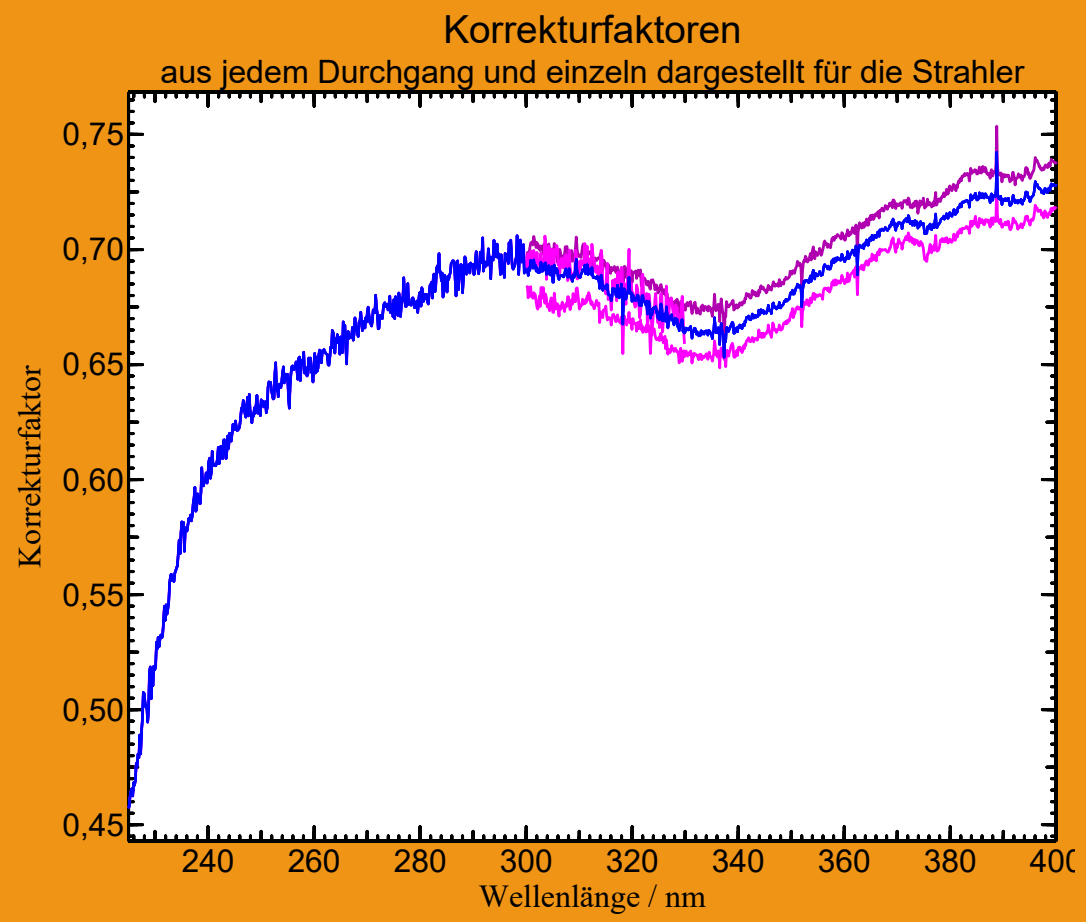
$u^2\left(a_{S,j}(\lambda_i)\right)$ Relative Standardmessunsicherheit der Anpasssungsfaktoren



UV-Radiometrie - Kalibrierung



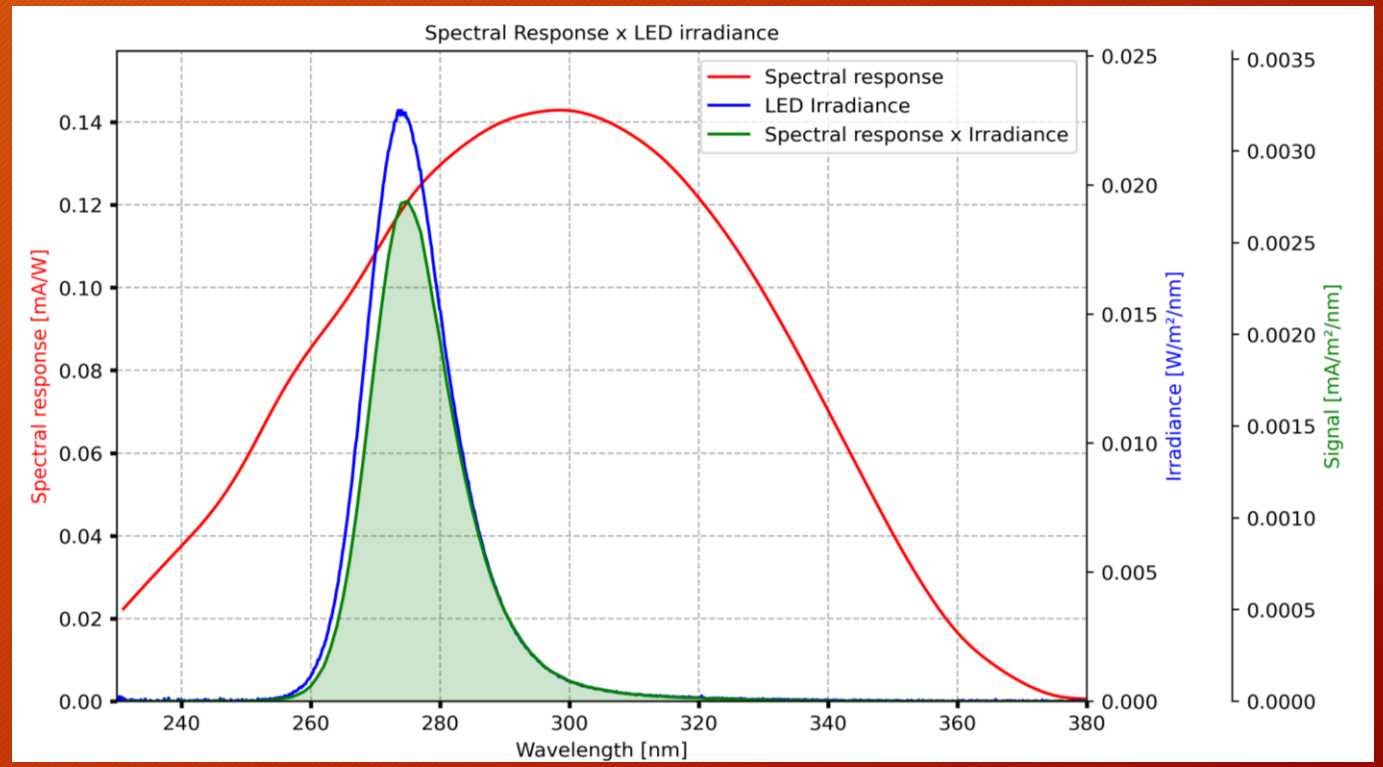




UV-Radiometrie - Kalibrierung

Integrale Radiometer

- Emission der UV-Quelle wird mit spektraler Empfindlichkeit des Empfängers gewichtet und integriert
- Kalibrieren durch Subsitution mit:
  - Spektroradiometermessung
  - Kalibriertem integralen Radiometer
- Kalibrierung und Messunsicherheit immer nur für Kombination aus Quelle und Sensor gültig



UV-Radiometrie - Kalibrierung

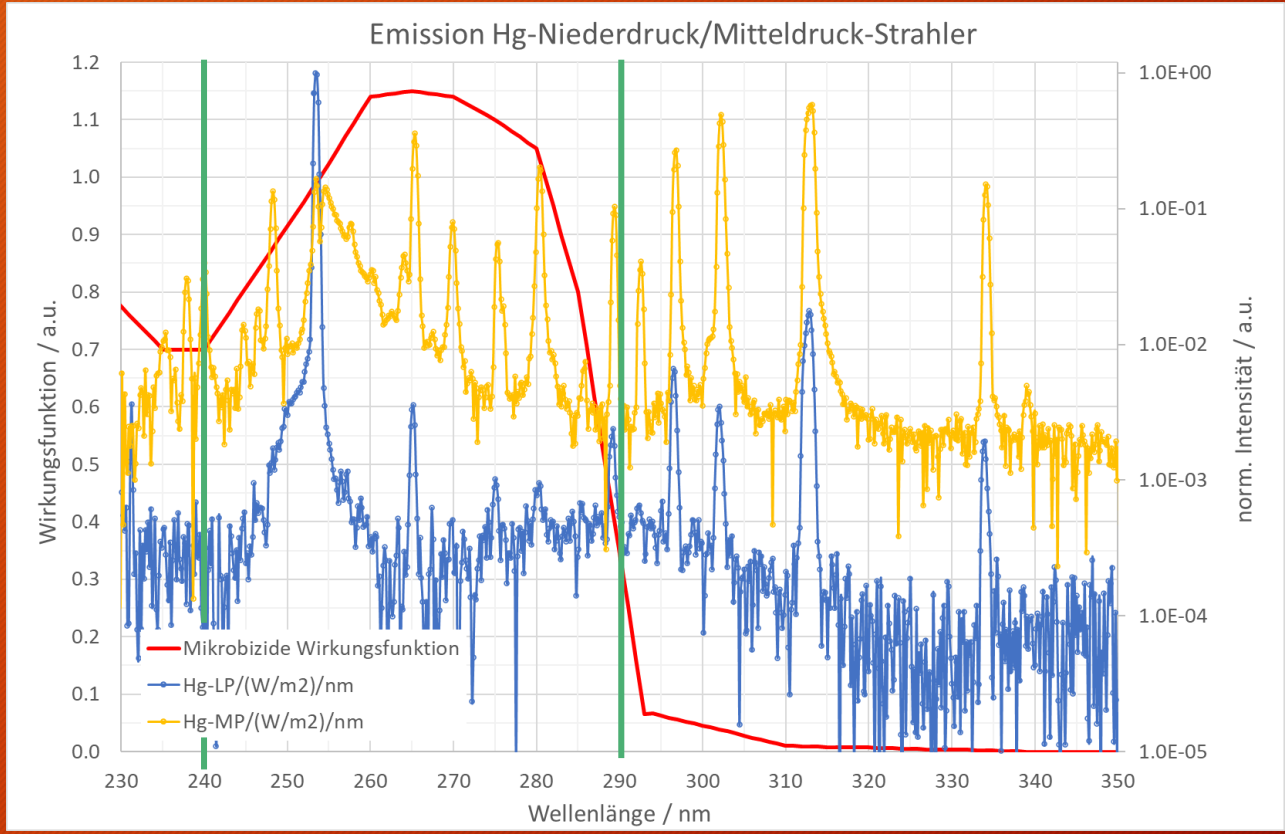
sglux
The UV Experts

Messunsicherheitsfaktoren (Auswahl)

- Abstand : $1/r^2$
- Ausrichtung: senkrechte Einstrahlung -> Verkippung -> Abstand und Einstrahlungswinkel
- Eingangsoptik: Cosinus gewichtete Einstrahlung
- Temperatur: abhängig von Material und Wellenlänge
- Luftfeuchtigkeit: geringe Auswirkung, Absorption kann verändert sein
- Wellenlänge: spektrale Empfindlichkeit
- Streulicht: für Spektroradiometer sehr wichtig
- Spektrale Empfindlichkeiten: Unterschied zwischen kalibriertem Radiometer und zu kalibrierendem Radiometer

Wasserentkeimung nach DIN 19294 - UV-Desinfektion

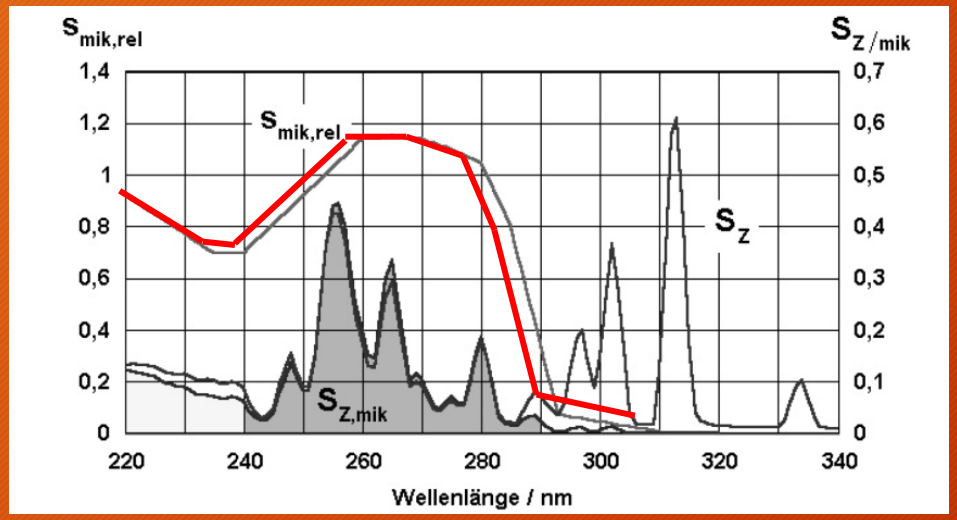
- Wirkungsweise UV-Strahlung
  - DNA / Protein wird gestört
  - Reproduktion gestoppt
- Mikrobizide Wirkungsfunktion
  - Effektivität von UV-Strahlung auf den Testorganismus *Baccilus Subtilis* Sporen
- UV-Quellen
  - Quecksilber Niederdruck Röhren
  - Quecksilber Mitteldruck Strahlern
  - NEU: UVC-LED

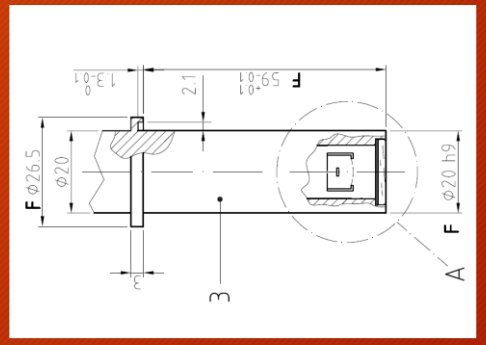


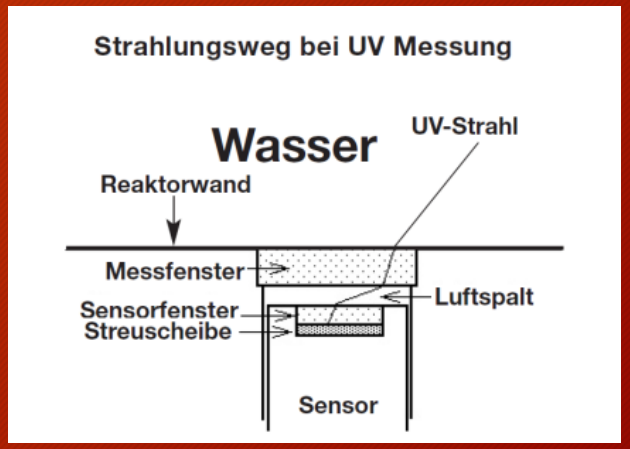
Wasserentkeimung nach DIN 19294 - Referenzradiometer / Gerätesensor

Referenzradiometer:

- mikrobizid wirkende Bestrahlungsstärke im Wellenlängenbereich von 240 nm bis 290 nm
- Anzeige der Bestrahlungsstärke in W/m²
- Messfeldwinkel im Wasser auf maximal 93,2°







Wasserentkeimung nach DIN 19294 - Kenngrößen

- **Abweichung relativen spektralen Empfindlichkeit zur mikrobiziden Wirkungsfunktion $f_{1,z}$**
- **Kalibrierungsicherheit u_{cal}**
- Fehlstrahlungsantwort r_λ
- Abweichung von der Kosinusantwort f_2
- Linearität f_3
- Anzeigeunsicherheit f_4
- Temperaturabhängigkeit f_6
- Zeitlich irreversible Änderung der Empfindlichkeit f_{10} (Alterung)

$$r_s = \frac{Y_0 - Y_S}{Y_S - Y_L}$$

$$r_L = \frac{Y_L}{Y_S - Y_L}$$

$$f_2 = \int_0^{\frac{\alpha}{2}} \left| f_2^*(\epsilon, \varphi = 0) \right| \times \sin(2\epsilon) \times d\epsilon$$

$$f_2^*(\epsilon, \varphi) = \frac{Y(\epsilon, \varphi)}{Y(\epsilon = 0°, \varphi) \times \cos\epsilon} - 1$$

$$f_4 = f_{Anzeige} + \frac{k \times d}{P_{max}} \times 100\ \%$$

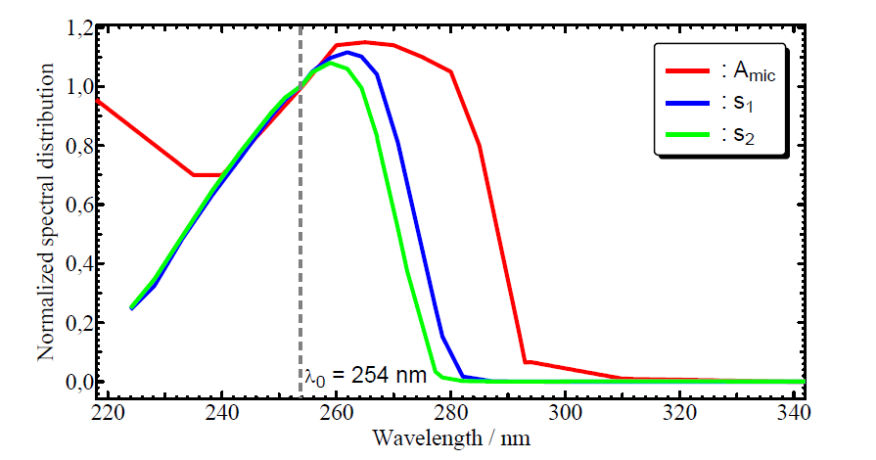
$$f_6 = \left| \frac{Y_T}{Y_{T_0}} - 1 \right|$$

$$f_{10} = \left| \frac{Y_t / Y_{Bez,\,t}}{Y_0 / Y_{Bez,\,0}} - 1 \right|$$

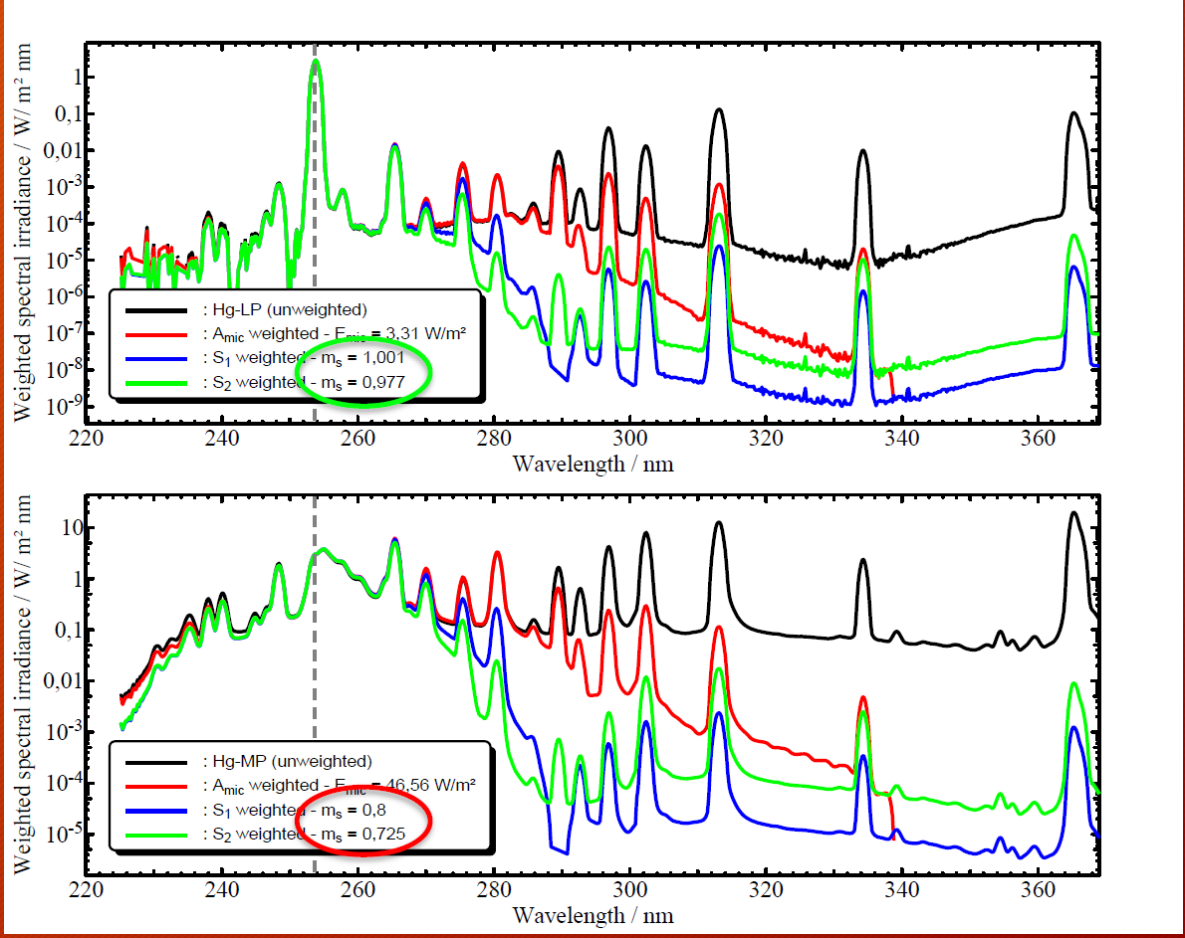
Wasserentkeimung nach DIN 19294 - spektrale Abweichung

- **Abweichung relativen spektralen Empfindlichkeit zur mikrobiziden Wirkungsfunktion $f_{1,z}$**

$$f_{1,z} = \frac{\int_{220}^{340} \left| s(\lambda)_{rel} - s(\lambda)_{mik,\,rel} \right| \times S_{\lambda Z}(\lambda) \times d\lambda}{\int_{220}^{340} s(\lambda)_{mik,\,rel} \times S_{\lambda Z} \times d\lambda}$$



Mit Dank an P.Sperfeld, PTB 4.11



Mit Dank an P.Sperfeld, PTB 4.11

Wasserentkeimung nach DIN 19294 - Kalibrierunsicherheit – Quellen-basiert

$$f_{S,mic,DUT} = \frac{E_{S,mic} \cdot \prod_{j=1}^{n} a_{s,j}}{Y_{S,mic,DUT} \cdot \prod_{k=1}^{n} a_{DUT,k}}$$

$$u(f_{S,mic,DUT}) = \sqrt{u^2(E_{S,mic}) + u^2(Y_{S,DUT,mic}) + \sum_{j=1}^{N} u^2(a_{S,j}) + \sum_{k=1}^{N} u^2(a_{DUT,k})}$$

$u^2(E_{S,mic})$	Standardmessunsicherheit der UV-Quelle
$u^2(Y_{S,mic,DUT})$	Standardabweichung der Messungen des zu kalibierenden Radiometers (DUT)
$u^2(a_{S,j})$	Relative Standardmessunsicherheit der Anpassungsfaktoren des Strahlers
$u^2(a_{DUT,k})$	Relative Standardabweichung der Anpasssungsfaktoren des zu kalibierenden Radiometers (DUT)

Wasserentkeimung nach DIN 19294 - Kalibrierunsicherheit – Detektor-basiert

$$f_{S,mic,DUT} = f_{S,mic,Ref} \cdot \frac{Y_{S,mic,Ref} \cdot \prod_{j=1}^{n} a_{Ref,j}}{Y_{S,mic,DUT} \cdot \prod_{k=1}^{n} a_{DUT,k}}$$

$$u(f_{S,mic,DUT}) = \sqrt{u^2(f_{S,mic,Ref}) + u^2(Y_{S,mic,Ref}) + u^2(Y_{S,mic,DUT}) + \sum_{j=1}^{N} u^2(a_{S,j}) + \sum_{k=1}^{N} u^2(a_{DUT,k})}$$

$u^2(f_{S,mic,Ref})$	Standardmessunsicherheit des Kalibrierfaktors f des kalibrierten Referenzradiometers
$u^2(Y_{S,mic,Ref})$	Standardabweichung der Messungen mit kalibrierten Referenzradiometer
$u^2(Y_{S,mic,DUT})$	Standardabweichung der Messungen des zu kalibierenden Radiometers (DUT)
$u^2(a_{S,j})$	Relative Standardmessunsicherheit der Anpassungsfaktoren des Strahlers
$u^2(a_{DUT,k})$	Relative Standardmessunsicherheit der Anpassungsfaktoren des zu kalibierenden Radiometers (DUT)

Messunsicherheit - Abstand

$$a_{S,d} = \frac{(d + \Delta d)^2}{(d' + \Delta d)^2}$$

Wird der vorgeschriebene Abstand d eingestellt, so ist der Anpassungsfaktor $a_{S,d} = 1$.

Der Messunsicherheitsbeitrag ist dann abhängig von der Messunsicherheit der Einstellung des Abstandes. Dieser Messunsicherheitsbeitrag ist spektral unabhängig.

Abstand d	Unsicherheit Einstellung	Beitrag
50 mm	0.5 mm	1.99%
100 mm	0.5 mm	1%
300 mm	0.5 mm	0.33%
50 mm	1.0 mm	3.96%
100 mm	1.0 mm	1.99%
300 mm	1.0 mm	0.67%

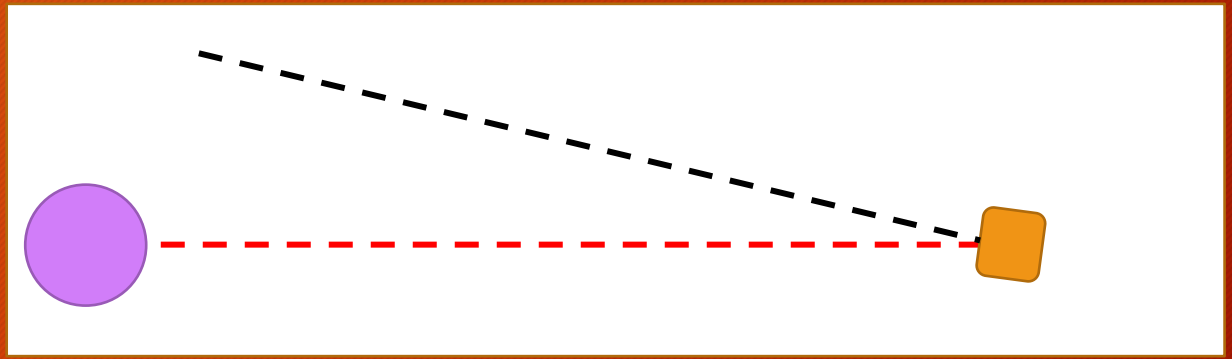
Messunsicherheit - Ausrichtung

Strahlernormal und Eingangsoptik müssen senkrecht und zentrisch zueinander ausgerichtet werden. Hierbei können sowohl Strahler als auch Eingangsoptik gegeneinander verkippt sein.

Wenn man jedoch die optische Achse als zentrische Normale auf die Referenzebene definiert, muss man das Strahlernormal darauf ausrichten. Hierbei wird häufig eine Kosinusabhängigkeit der Drehung und Kippung angenommmen.

Dennoch ist die Abschätzung des Messunsicherheitsbeitrages mit dem Kosinus des Verdrehungswinkels eine sinnvolle und sichere Näherung.

$$a_{S,\theta} = \cos\theta$$



Verkippung [°]	Beitrag
1	-0.015%
2	-0.061%
5	-0.381%
10	-1.519%

Messunsicherheit – Externes Streulicht

Externen Streulichts kann durch eine Hilfsmessung abgeschätzt werden.

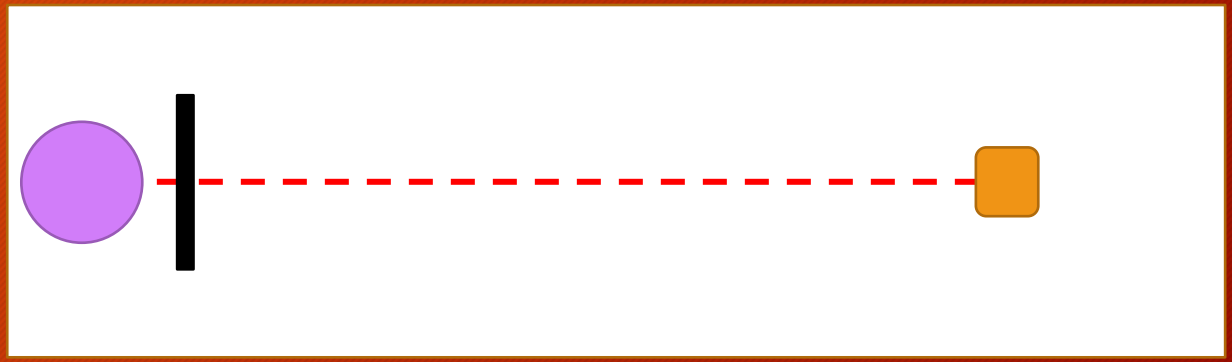
Hierzu wird die direkte Strahlung des Strahlernormales auf die Referenzebene der Eingangsoptik abgeschattet.

Nun lässt sich das Messsignal $Y_{S,dunkel}$ aufnehmen, dass vom externen Streulicht herrührt.

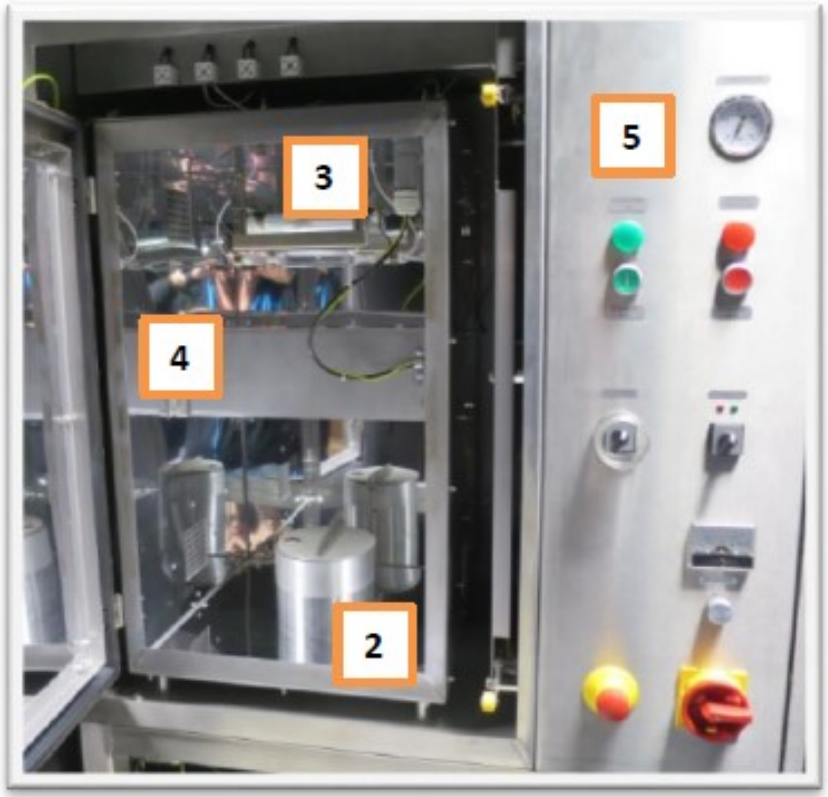
$$Y_S = Y_{S,hell} - Y_{S,dunkel}$$

Diese Korrektur lässt sich auch über einen Anpassungsfaktor festlegen:

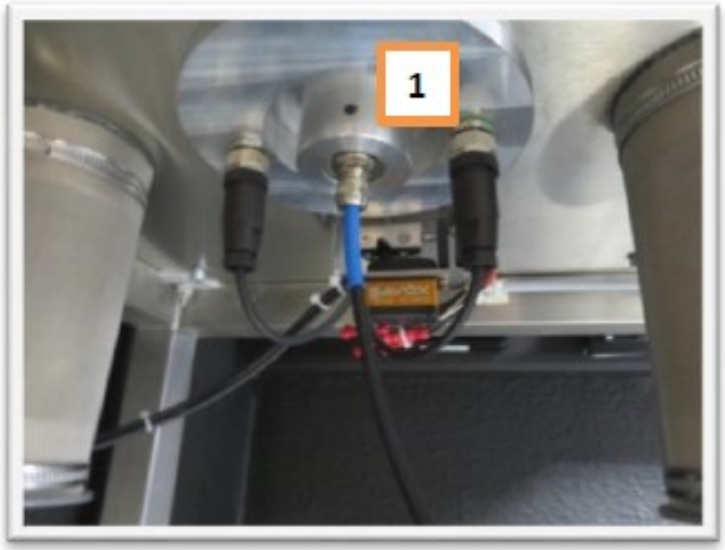
$$a_\lambda = \left(1 - \frac{Y_{S,dunkel}}{Y_{S,hell}}\right)$$



Kalibrier Messstand – Quellen-basiert



1. Sensor Halterung mit Monitor Diode und Temperatur Messung
2. Shutter
3. Hg-Mitteldruck Strahler
4. Hg-Niederdruck Strahler
5. Steuerung
6. Abstand Sensor Quelle d=420mm



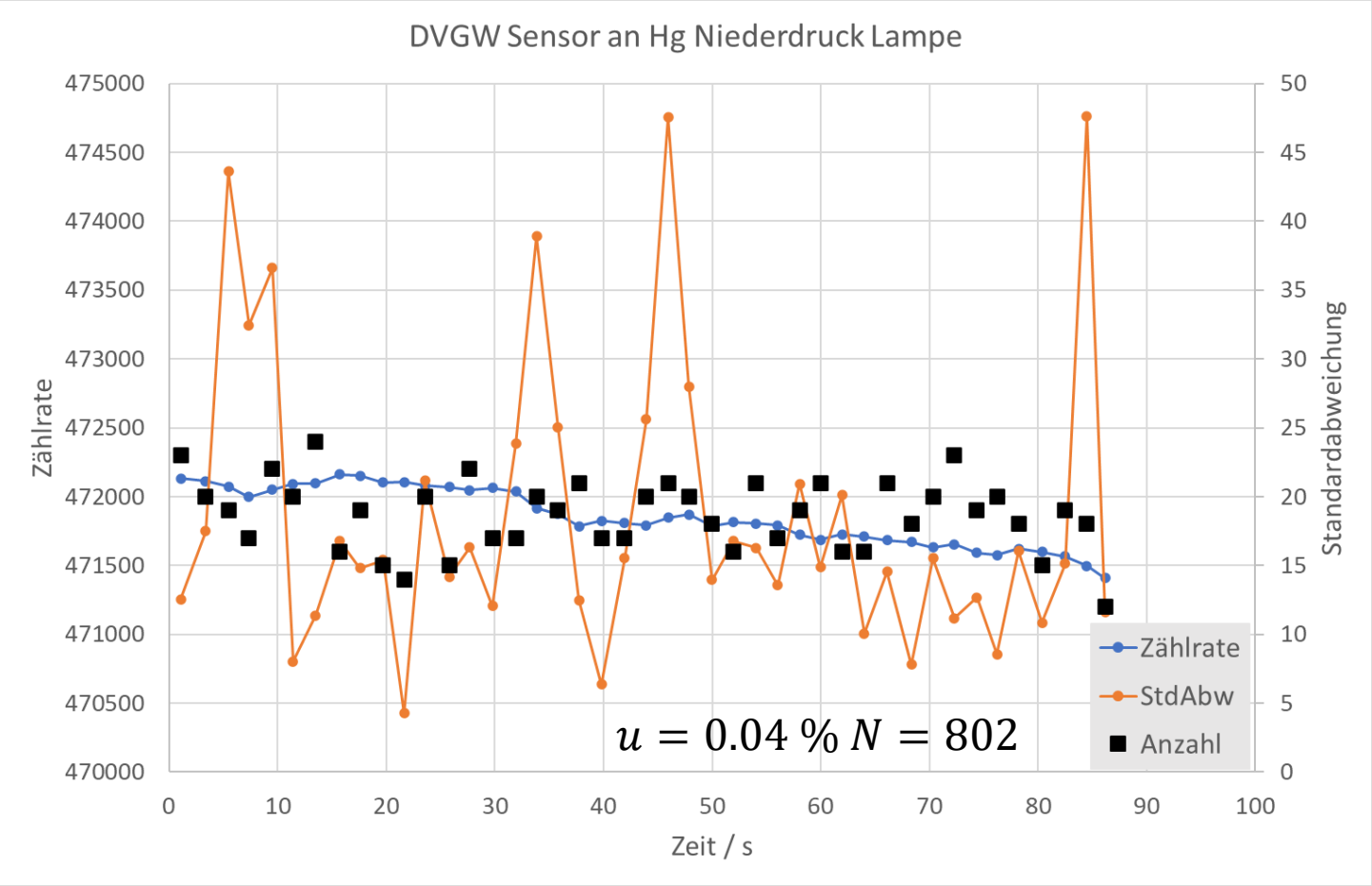
Messunsicherheit – Wiederholbarkeit

Wiederholbarkeit

Die Standardabweichung des Mittelwertes dieser Wiederholungsmessungen ergibt den Messunsicherheitsbeitrag für die Wiederholbarkeit, vorausgesetzt, die Einzelmessungen sind nicht über eine zeitliche Drift miteinander korreliert.

Reproduzierbarkeit

Wenn eine Messung zu unterschiedlichen Zeiten und gegebenenfalls mit verschiedenen Operatoren und vergleichbaren Aufbauten durchgeführt wird, erhält man ein Maß für die Reproduzierbarkeit einer Messung. Die statistische Standardabweichung des Mittelwertes der reproduzierten Messungen dem Messunsicherheitsbeitrag.



Messunsicherheiten Budget Hg-Niederdruck-Strahler

sglux
The UV Experts

Quellen gestützt

Faktor	Beitrag
Transfer Strahler	1.5%
Stabilität Strahler	0.5%
Position DUT	0.05%
Ausrichtung DUT	0.015%
Wiederholbarkeit DUT	0.04%
Spektrale Fehlanpassung DUT	0.1%
Streulicht DUT	0%
Summe	**3.171%**

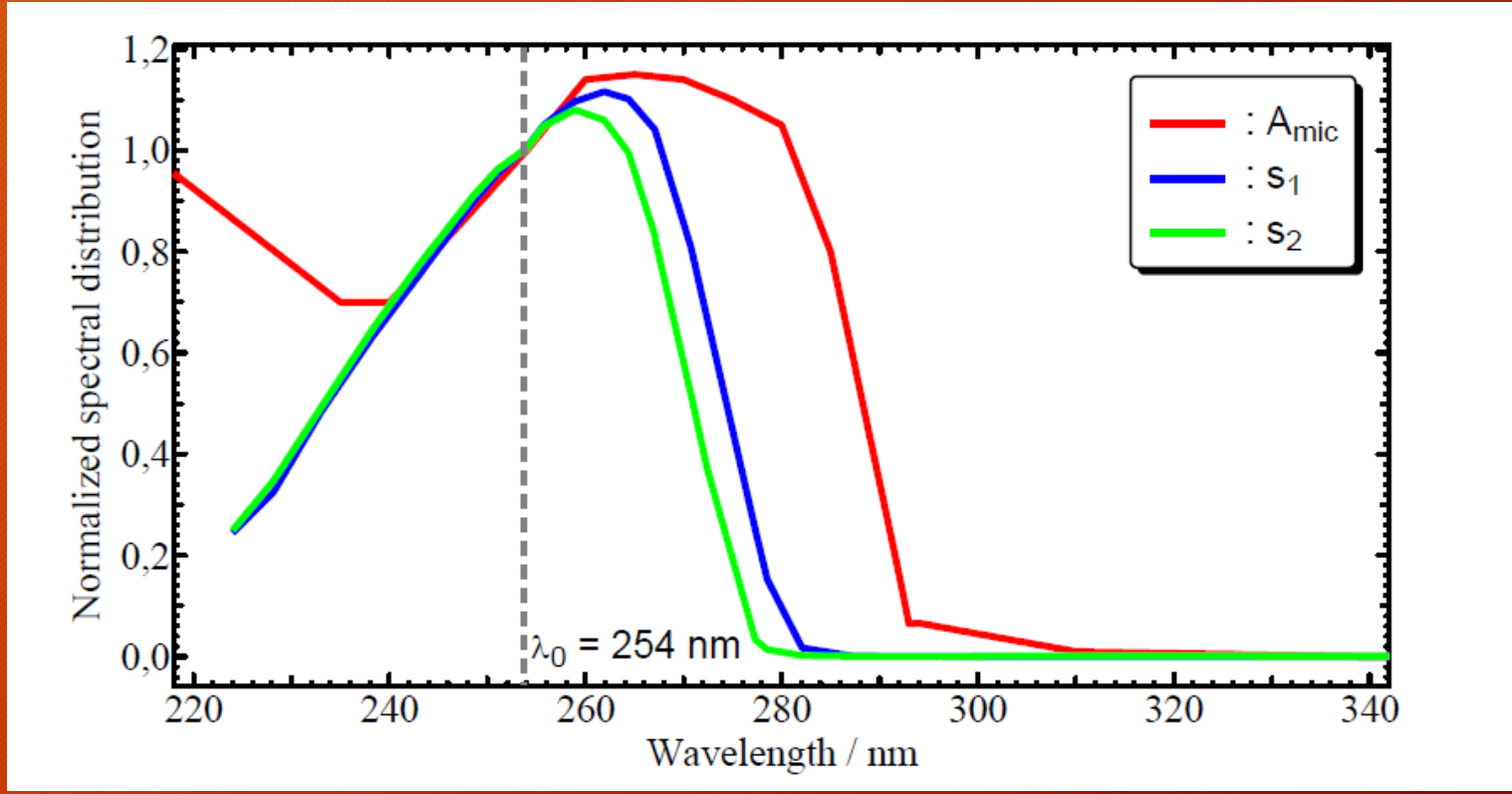
Radiometer gestützt

Faktor	Beitrag
Transfer REF	2%
Stabilität Strahler	0.5%
Position REF/DUT	0.10%
Ausrichtung REF/DUT	0.03%
Wiederholbarkeit REF/DUT	0.08%
Spektrale Fehlanpassung REF/DUT	0.20%
Streulicht REF/DUT	0%
Summe	**4.151%**

Messunsicherheit hängt hauptsächlich an der Unsicherheit der Referenz

Messunsicherheiten Budget
Hg-Mitteldruck-Strahler – Spektrale Fehlanpassung

- Unterschied in der SR zur Wirkungsfunktion kann durch Kalibrierung korrigiert warden
- Gilt dann aber nur für ähnliche Spektren
- Unterschied zwischen der SR REF und DUT kann zu deutlichen Unterschieden führen



Messunsicherheiten Budget Hg-Mitteldruck-Strahler

sglux
The UV Experts

Quellen gestützt

Faktor	Beitrag
Transfer Strahler	3%
Stabilität Strahler	0.5%
Position DUT	0.05%
Ausrichtung DUT	0.015%
Wiederholbarkeit DUT	0.04%
Spektrale Fehlanpassung DUT	0.1%
Streulicht DUT	0%
Summe	**6.087%**

Radiometer gestützt

Faktor	Beitrag
Transfer REF	4%
Stabilität Strahler	0.5%
Position REF/DUT	0.10%
Ausrichtung REF/DUT	0.03%
Wiederholbarkeit REF/DUT	0.08%
Spektrale Fehlanpassung REF/DUT	8%
Streulicht REF/DUT	0%
Summe	**17.918%**

Messunsicherheit hängt hauptsächlich an spektralen Fehlanpassung zwischen Referenz und DUT

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

sglux
The UV Experts

Haben Sie noch Fragen?

papathanasiou@sglux.de

Sglux GmbH
Richard-Willstätter-Str. 8
12489 Berlin