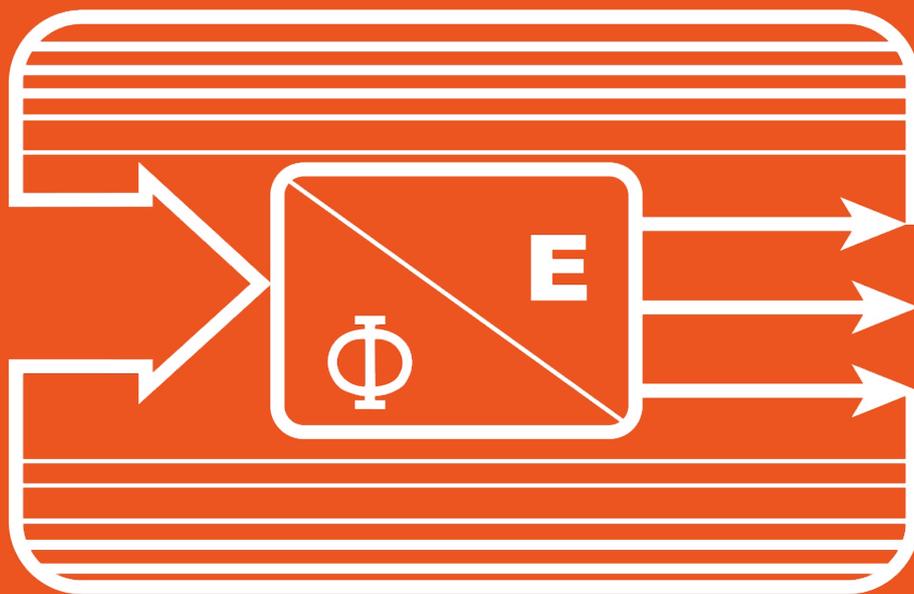


22. GMA/ITG-Fachtagung

# **Sensoren und Messsysteme 2024**



NürnbergConvention Center  
11. und 12. Juni 2024

# Tagungsband

## 22. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2024

Bei diesem Band handelt es sich um den Kongressband der 22. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2024.

Dieser Band beinhaltet die Manuskripte zu den jeweiligen Vorträgen und Posterbeiträgen.

Für Form und Inhalt der Beiträge zeichnen sich die Autoren verantwortlich. Die AMA Service GmbH übernimmt keine Gewähr für die Richtigkeit, Genauigkeit und Vollständigkeit der Angaben sowie die Beachtung privater Rechte Dritter.

### Herausgeber / Publisher:

AMA Service GmbH  
Von-Münchhausen-Str. 49 • 31515 Wunstorf / Germany  
Tel. +49 5033 9639-0  
info@ama-service.com • www.ama-service.com /  
www.sensor-test.com / www.ama-science.org



ISBN 978-3-910600-01-0

© AMA Service GmbH, 2024



## Willkommen zur 22. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2024

Ein herzliches Willkommen zur 22. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2024 in Nürnberg. In fast schon guter Tradition wird diese etablierte Veranstaltung jetzt am Standort Nürnberg realisiert und eröffnet Ihnen als Teilnehmende nicht nur die Wahrnehmung exzellenter Vorträge aus Forschung, Wissenschaft und Industrie, sondern bietet zusätzlich die Möglichkeit zum Messebesuch auf der SENSOR+TEST. Die Kombination bietet vielfältige Möglichkeiten sich über den Stand der Forschung sowie über aktuelle Produkte aus dem Bereich der Messtechnik zu informieren.

In diesem Jahr ist es uns im Programmkomitee unter der Leitung von Prof. Dr.-Ing. Rainer Tutsch (TU Braunschweig) sowie Prof. Dr. Andreas Schütze (Universität des Saarlandes) wieder gelungen, ein spannendes Programm zusammenzustellen. In vier parallelen Sessions werden aktuelle Lösungen aus der Sensorik und Messtechnik aufgezeigt. In der Postersession und Job Lounge kommen Referentinnen und Referenten sowie Tagungsteilnehmende ins Gespräch. Auf dieser Tagung ist die Community der Messtechnik vertreten.

Die Themenschwerpunkte reichen von Infrarot und optischen Sensoren über die mechanischen Messgrößen bis hin zur Mikrosensorik. Außerdem werden Sensorlösungen für interessante Anwendungsgebiete wie Medizintechnik und Energiewende vorgestellt. Gerade diese Vielfalt der Themen bietet gebündelt an einem Ort die Chance einen Überblick über das heute Machbare zu bekommen und daraus eigene Lösungen für aktuelle und kommende Aufgabenstellungen ableiten zu können.

Sie sind herzlich eingeladen, vom umfassenden Erfahrungsschatz der Referentinnen und Referenten zu profitieren und freuen uns, Sie in Nürnberg begrüßen zu können.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'S. Dessel'.

Sascha Dessel, M.Sc.  
VDI/VDE-Gesellschaft Mess- und Automatisierungstechnik

Wir leben in turbulenten Zeiten – wer hätte vor 10 Jahren eine weltweite Pandemie, blockierte globale Lieferketten und geopolitische Verwerfungen mit Krieg in Europa und Nahost vorhergesehen? Industrieunternehmen sehen sich neuen Herausforderungen gegenüber: Ersatz für wegfallende Absatzmärkte muss erschlossen werden und der Druck zur Einsparung von Energie steigt ebenso wie der Wettbewerb um qualifizierte Fachkräfte. Agilität und Resilienz sind nun überlebenswichtig.

Umso bemerkenswerter ist die wirtschaftliche Entwicklung der Unternehmen der Sensorik und Messtechnik. Die aktuelle Statistik der AMA zu ihren Mitgliedsunternehmen zeigt ein Umsatzwachstum von ca. 70% im Zeitraum von 2015 bis 2023. Einem Corona-bedingten Einbruch zwischen 2018 und 2020 folgte eine schnelle Erholung. Was macht die Branche so erfolgreich? Viele Sensorhersteller in Deutschland sind mittelständisch geprägt, von Unternehmerpersönlichkeiten geführt und aufgrund kurzer Entscheidungswege in der Lage, sich schnell an neue Bedingungen anzupassen.

Entscheidend dürfte aber auch sein, dass die Sensorik und Messtechnik ein Musterbeispiel einer „enabling technology“ ist. Kaum ein technisches Produkt und wohl kein Produktionsprozess ist heute ohne integrierte Sensoren denkbar. Fahrzeuge zu Land, zu Wasser und in der Luft, Haushaltsgeräte, Smartphones, Maschinen und Roboter mit Anwendungen z. B. in Fertigungstechnik, Landwirtschaft, Pharmazie, Logistik, Medizintechnik und nicht zuletzt im Leben jedes Einzelnen.

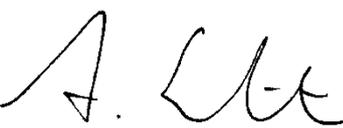
Diese Fülle von Einsatzbereichen spiegelt sich im Programm der diesjährigen Tagung „Sensoren und Messsysteme“ wider. Traditionell stark vertreten sind Gassensorik, die Messung mechanischer Größen und optische Messtechnik. Auch zur Ultraschallmesstechnik, zur industriellen Prüftechnik und zu medizinischen Anwendungen werden interessante Entwicklungen präsentiert. KI-Methoden haben Anwendungsreife erlangt und eine eigene Session erhalten.

Die Tagung bietet 80 Vorträge und 33 Posterbeiträge sowie vier außergewöhnliche Plenarvorträge. In bewährter Weise kommen die Beiträge nicht nur von Forschungseinrichtungen, sondern auch aus der Industrie. Die Anbindung an die Messe „SENSOR+TEST“ erlaubt zudem einen einzigartigen Überblick über das aktuelle Marktangebot der Sensorik und Messtechnik.

Das Team der AMA Service GmbH hat mit großem Einsatz und hoher Professionalität diese Tagung möglich gemacht und uns bei der Vorbereitung hervorragend unterstützt. Dafür und für die gute Zusammenarbeit mit der GMA wollen wir uns an dieser Stelle herzlich bedanken.



  
Prof. Dr.-Ing. Rainer Tutsch  
TU Braunschweig

  
Prof. Dr. Andreas Schütze  
Universität des Saarlandes



---

## Kongresskomitee

### Wissenschaftliche Tagungsleiter

|                      |   |
|----------------------|---|
| Prof. Dr. R. Tutsch  | TU Braunschweig                         |
| Prof. Dr. A. Schütze | Universität des Saarlandes, Saarbrücken |

### Programmausschuss

|                             |   |
|-----------------------------|---|
| Prof. Dr.-Ing. J. Auge      | Hochschule Magdeburg-Stendal  |
| Dr. H. Bosse                | PTB Braunschweig  |
| Prof. Dr. J. Czarske        | TU Dresden  |
| Dr.-Ing. M. Bartholmai      | BAM Berlin  |
| S. Dessel                   | VDI/VDE-Gesellschaft Mess- und Automatisierungstechnik,<br>Düsseldorf |
| Prof. Dr. H. Fritze         | TU Clausthal  |
| Prof. Dr.-Ing. T. Fröhlich  | TU Ilmenau  |
| Prof. Dr. R. Gerhard        | Universität Potsdam   |
| Prof. Dr. M. Gerken         | Christian-Albrechts-Universität Kiel                                  |
| Prof. Dr.-Ing. G. Gerlach   | TU Dresden  |
| Prof. Dr.-Ing. M. Heizmann  | Karlsruher Institut für Technologie KIT                               |
| Prof. Dr.-Ing. B. Henning   | Universität Paderborn   |
| Dr.-Ing. D. Imkamp          | Carl Zeiss IMT GmbH, Oberkochen                                       |
| Prof. Dr.-Ing. Y. Joseph    | TU Bergakademie Freiberg  |
| Dr. U. Kaiser               | Endress+Hauser Management AG, Reinach (Schweiz)                       |
| Prof. Dr.-Ing. O. Kanoun    | TU Chemnitz   |
| Dr.-Ing. R. Kümme           | PTB Braunschweig  |
| Prof. Dr.-Ing. P. Lehmann   | Universität Kassel  |
| Prof. Dr.-Ing. E. Manske    | TU Ilmenau  |
| Prof. Dr.-Ing. R. Moos      | Universität Bayreuth  |
| Dr.-Ing. U. Neuschäfer-Rube | PTB Braunschweig  |
| Dr.-Ing. A. Nocke           | TU Dresden  |
| Dr. R. Page                 | Endress+Hauser, Reinach (Schweiz)                                     |
| Prof. Dr.-Ing C. Rembe      | TU Clausthal  |

---

|                                 |  |
|---------------------------------|--|
| Prof. Dr. techn. S. Rupitsch    | Friedrich-Alexander-Universität Erlangen |
| Dr. T. Sauerwald                | Universität des Saarlandes, Saarbrücken  |
| Dr. A. Schäfer Hottinger        | Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt      |
| Prof. Dr. U. Schmid             | TU Wien                                  |
| Univ.-Prof. Dr.-Ing G. Scholl   | Helmut-Schmidt-Universität Hamburg       |
| Prof. Dr. G. Schrag             | TU München                               |
| Prof. Dr. A. Schütze            | Universität des Saarlandes, Saarbrücken  |
| Prof. Dr.-Ing. K.-D. Sommer     | TU Ilmenau                               |
| Dr. E. Starke                   | SICK Engineering GmbH, Ottendorf-Okrilla |
| Prof. Dr.-Ing. U. Steinmann     | OvGU Magdeburg                           |
| Prof. Dr.-Ing. R. Tutsch        | TU Braunschweig                          |
| Prof. Dr. M. Kreuzbruck         | Universität Stuttgart                    |
| Prof. Dr.-Ing. R. Werthschützky | TU Darmstadt                             |
| Prof. Dr. J. Wöllenstein        | Fraunhofer IPM, Freiburg                 |
| Prof. Dr.-Ing. S. Zimmermann    | Universität Hannover                     |
| Dr. J. Zosel                    | KSI Meinsberg                            |

# Sessions

## A1 Maschinelles Lernen

Chair: Dr. Rebecca Page, Endress+Hauser Process Solutions AG, Reinach (Schweiz)

|   |           |
|---|-----------|
| <b>A1.1 Merkmalsbasierte luftakustische Diagnose von Druckluftleckage mithilfe maschineller Lernverfahren</b> .....   | <b>18</b> |
| D. Diaz Ocampo, M. Heizmann, Institut für Industrielle Informationstechnik, Karlsruhe, M. Lyashenko, S. von Dosky, Siemens AG, Karlsruhe                      |           |
| <b>A1.2 Prototyping und Validierung intelligenter Sensorik für die industrielle Zustandsüberwachung</b> . . .   | <b>26</b> |
| M. Lehmann, A. Schneider, V. Beyer, D. Mayer, P. Schneider, Fraunhofer IIS/EAS, Dresden, R. Gastmeier, Coderitter GmbH, Dresden                               |           |
| <b>A1.3 Differentiation of Human and Robots with Thermal Images and Convolutional Neural Network for Human-Robot Collaboration</b> .....                      | <b>32</b> |
| S. Süme, K.-M. Ponomarjova, T. M. Wendt, Hochschule Offenburg, Offenburg, S. J. Rupitsch, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg                       |           |
| <b>A1.4 Deep Neural Network Repräsentation für interpretierbare Machine Learning Algorithmen: Eine Methode zur effizienten Hardware Implementierung</b> ..... | <b>37</b> |
| J. Schauer, P. Goodarzi, A. Schütze, T. Schneider, Universität des Saarlandes, Saarbrücken  |           |

## A2 Innovative Sensorik für mechanische Messgrößen

Chair: Dr. André Schäfer, Hottinger Brüel & Kjaer GmbH, Darmstadt

|  |           |
|--|-----------|
| <b>A2.1 Neues Sensorkonzept für magnetostriktive Kraftmessung in kostenorientierten Anwendungen</b> .....  | <b>45</b> |
| A. Hofmann, M. Heusinger, Technische Hochschule Würzburg-Schweinfurt, Schweinfurt  |           |
| <b>A2.2 Drucksensorkonzept basierend auf NV-Zentren in Diamant</b> .....   | <b>52</b> |
| M. Bähr, A. Grün, T. Frank, T. Ortlepp, CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik GmbH, Erfurt, R. Kuhnen, Endress+Hauser SE+Co. KG, Maulburg, C. Wild, Diamond Materials GmbH & Co. KG, Freiburg, W. Knolle, Leibniz-Institut für Oberflächenmodifizierung e.V., Leipzig |           |
| <b>A2.3 Kontinuierliche Überwachung der Ausdehnung von Lithium-Ionen Zellen mittels dielektrischer Elastomer Sensoren DES</b> .....  | <b>58</b> |
| J. Ziegler, G. Domann, Fraunhofer ISC, Würzburg  |           |
| <b>A2.4 Nichtinvasiver kapazitiver Füllstandsensoren für den Einsatz an transportablen Behältern</b> .....   | <b>62</b> |
| S. von Dosky, S. Klehr, Siemens AG, Karlsruhe  |           |

## A3 Gassensorik

Chair: Dr. Tilman Sauerwald, Fraunhofer IVV, Freising

|   |           |
|---|-----------|
| <b>A3.1 Stabilisierung von O<sub>2</sub>-sensitiven Photolumineszenzsignalen durch Temperaturvariation</b> .....  | <b>66</b> |
| L. Kothe, M. Tiemann, Universität Paderborn, Paderborn, S. Ester, M. Poeplau, M. Wengenroth, Wöhler Technik GmbH, Bad Wünnenberg  |           |
| <b>A3.2 Aufklärung des Sensormechanismus von chemoresistiven Metalloxidgassensoren mittels transients IR-Spektroskopie am Beispiel von goldbeladenem Zinnoxid</b> ..... | <b>72</b> |
| M. Pfeiffer, C. Hess, Technische Universität Darmstadt, Darmstadt   |           |
| <b>A3.3 H-ZSM5-Zeolith für Ammoniak-Sensoren bei Reststoff-Feuerungen mit SCR-Abgasnachbehandlungssystemen</b> .....  | <b>80</b> |
| T. Wöhrl, J. Kita, R. Moos, G. Hagen, Universität Bayreuth, Bayreuth  |           |
| <b>A3.4 Optimierung von Hochtemperatur-Abgassensoren bei der Holzfeuerung: Korrektur der Sensorantwort durch ein internes Heizleistungssignal</b> .....                 | <b>83</b> |
| J. Herrmann, T. Wöhrl, R. Moos, G. Hagen, Universität Bayreuth, Bayreuth  |           |

## A4 Gasmesstechnik

Chair: Prof. Dr. Ralf Moos, Universität Bayreuth, Bayreuth

|  |            |
|--|------------|
| <b>A4.1 Photoakustische Detektion von BTEX-Komponenten im UV-Bereich</b> .....   | <b>87</b>  |
| M. Hamburger, J. Herbst, T. Strahl, R. Brunner, C. Weber, K. Schmitt, J. Wöllenstein, Fraunhofer IPM, Freiburg, R. Kondziella, CS INSTRUMENTS GmbH & Co. KG, VS-Tannheim |            |
| <b>A4.2 Signalverarbeitung in der direkten Absorptionsspektroskopie zur Gaskonzentrationsbestimmung</b> .....  | <b>93</b>  |
| T. Strahl, J. Herbst, E. Maier, S. Rademacher, J. Wöllenstein, K. Schmitt, Fraunhofer IPM, Freiburg  |            |
| <b>A4.3 PC-MOS-Sensorsysteme zur Detektion von flüchtigen organischen Verbindungen in Luft</b> .....   | <b>101</b> |
| O. Penagos Carrascal, G. Zeh, T. Sauerwald, Fraunhofer IVV, Freising   |            |
| <b>A4.4 Probennahmeverrichtung zur Kontaminantenüberwachung im Polyolefinrecycling</b> .....   | <b>108</b> |
| W. Reimringer, T. Sauerwald, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, Helen Haug, Fraunhofer IVV, Freising, L. Seifert, RWTH Aachen, Aachen                              |            |

## A5 Sensorik für Wasserstoffwirtschaft

Chair: Dr. Jens Zosel, Kurt-Schwabe-Institut für Mess- und Sensortechnik e.V. Meinsberg, Waldheim

|  |            |
|--|------------|
| <b>A5.1 Hochtemperatur-Wärmeleitfähigkeitssensor für die Wasserstoffüberwachung in rauen Umgebungen</b> .....  | <b>112</b> |
| B. Bierer, L. Engel, A. Eberhardt, Y. Hespos, A. Kürzinger, J. Wöllenstein, Fraunhofer IPM, Freiburg   |            |
| <b>A5.2 Auf dem Weg zu einem funktional sicheren Sensorsystem für die Wasserstoff-Detektion im Automobilbereich Schwerpunkt</b> .....                          | <b>117</b> |
| M. Benkendorf, Fraunhofer IPM, Freiburg  |            |
| <b>A5.3 H<sub>2</sub>-Sensoren für Automotive Applikationen</b> .....  | <b>124</b> |
| O. Kiesewetter, A. Kraußner, N. Kiesewetter, J. Müller, M. May, B. Widmann, Umweltsensortechnik GmbH, Geratal  |            |
| <b>A5.4 Machine Learning Model Based on Signal Difference Features for Damage Localization on Hydrogen Pressure Vessel Using Ultrasonic Guided Waves</b> ..... | <b>130</b> |
| H. El Moutaouakil, A. Schütze, T. Schneider, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, J. Prager, Bundesanstalt für Materialforschung- und Prüfung, Berlin      |            |

## B1 Optische Messtechnik

Chair: Prof. Dr. Christian Rembe, Technische Universität Clausthal, Clausthal-Zellerfeld

|  |            |
|--|------------|
| <b>B1.2 Comparative Analysis of Pulse Amplitude Modulated Chlorophyll Fluorometer Detector Circuits</b> .....                            | <b>137</b> |
| S. Baghbani, S. J. Rupitsch, Universität Freiburg  |            |
| <b>B1.3 Differenzierung von Lebensmitteln und Kunststoffen durch FD-FLIM</b> .....   | <b>142</b> |
| N. Leiter, M. Wohlschläger, M. Versen, Technische Hochschule Rosenheim, Rosenheim, M. Löder, C. Laforsch, Universität Bayreuth, Bayreuth |            |
| <b>B1.4 Entwicklung eines optischen Echtzeit-Messverfahrens für Luftwechselraten in Innenräumen</b> ..                                   | <b>149</b> |
| C. Friebe, R. Grüttner, Institut für Luft- und Kältetechnik gemeinnützige Gesellschaft mbH, Dresden                                      |            |

## B2 Optische Geometrie- und Dehnungsmessung

Chair: Dr. Ulrich Neuschaefer-Rube, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig

- B2.1 Flexible Edge Detection of Cuboidal Containers with a Wire Frame Model for Robot Based Plastic Welding** ..... 154  
P. Gawron, S. Klug, T. M. Wendt, N. Hangst, University of Applied Sciences Offenburg, Offenburg, S. Rupitsch, University of Freiburg, Freiburg
- B2.3 Laser-Doppler-Dehnungssensor zur berührungslosen Dehnungsmessung, insbesondere im Hochgeschwindigkeitsbereich oder für kleine Messobjekte** ..... 158  
F. Wang, C. Rembe, Technische Universität Clausthal, Clausthal-Zellerfeld, J. Wölck, M. Hess, SincoTec Test Systems GmbH, Clausthal-Zellerfeld
- B2.4 Warum sind glänzende Oberflächen optisch nicht kooperativ?** ..... 165  
R. Tutsch, M. Petz, Technische Universität Braunschweig, Braunschweig

## B3 IRS2 Teil I

Chair: Dr. Helmut Budzier, Technische Universität Dresden, Dresden

- B3.4 Schnelle IR-MEMS-Strahler für NDIR-Anwendungen** ..... 169  
T. Schildhauer, M. Schädel, A. T. Winzer, CiS Forschungsinstitut GmbH, Erfurt

## B4 IRS2 Teil II

Chair: Prof. Dr. Andreas Schütze, Universität des Saarlandes, Saarbrücken

- B4.1 Signalverarbeitung in Infrarotmesssystemen mit pyroelektrischen Sensoren – gestern, heute und morgen** ..... 176  
R. Lehmkau, M. Ebermann, InfraTec GmbH, Dresden
- B4.3 Kalibrierung und Justage von durchstimmbaren IR-Detektoren mit Hilfe von Festkörperetalons** ..... 184  
M. Wetterer, M. Ebermann, InfraTec GmbH, Dresden, Jens Lienig, Technische Universität Dresden, Dresden
- B4.4 Optimierung dünner Quarzresonatoren zur Anwendung in thermischen Infrarotsensoren** ..... 192  
A. Eydam, V. Norkus, G. Gerlach, Technische Universität Dresden, Dresden

## B5 IRS2 Teil III

Chair: Prof. Dr. Jürgen Wöllenstein, Fraunhofer IPM, Freiburg

- B5.1 Technological Concepts and Applications for Uncooled MWIR Imagers** ..... 197  
M. Michel, T. Geruschke, A. Litke, E. Zakizade, S. Blaeser, S. Weyers, D. Weiler, Fraunhofer IMS, Duisburg
- B5.2 Analysis of front side dynamics in laser flash analysis: modeling and adjustment for enhanced thermophysical insights** ..... 200  
A. Narymany Shandy, M. Zipf, Technische Hochschule Würzburg-Schweinfurt, Würzburg, J. Manara, F. Hemberger, J. Hartmann, T. Stark, Center for Applied Energy Research, Würzburg
- B5.4 Erweiterung eines Wasserstoff-Hochdruckprüfstands zur Kalibrierung von Wasserstoffqualitätssensoren mit Gasgemischen unterschiedlicher Schadstoffkonzentration** . . 204  
S. Pültz, A. Schütze, T. Schneider, Universität des Saarlandes, Saarbrücken

## C1 Kraft, Druck, Drehmoment 1

Chair: Prof. Dr. Rainer Tutsch, Technische Universität Braunschweig, Braunschweig

|   |            |
|---|------------|
| <b>C1.1 Efficiency determination of wind turbines by better capturing huge torque - a crucial factor of energy transition</b> .....   | <b>209</b> |
| A. Schäfer, Hottinger Brüel and Kjaer GmbH, Darmstadt   |            |
| <b>C1.2 A guideline for the fabrication of fully 3D-printed torque sensor elements - demonstrated based on a real example</b> .....   | <b>213</b> |
| L. Stiglmeier, T. M. Wendt, N. Hangst, P. Gawron, Hochschule Offenburg, Offenburg,<br>S. Rupitsch Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg   |            |
| <b>C1.3 Digitale Kraftmessdosen: Der Schritt von passiven Messgrößenaufnehmern zur intelligenter Sensorik</b> .....   | <b>221</b> |
| T. Kleckers, Hottinger Brüel und Kjaer, Darmstadt   |            |
| <b>C1.4 Different Ways to Simplify a Simulation Model of an Additively Manufactured Force Sensor with Embedded Constantan Wires as Sensing Elements in the Field of Robot Gripping Technology</b> ..... | <b>225</b> |
| N. Hangst, T. M. Wendt, L. Stiglmeier, P. Gawron, Hochschule Offenburg, Offenburg,<br>S. Rupitsch, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg  |            |

## C2 Instrumental Odor Monitoring Systems

Chair: Dr. Richard Fix, Bosch Sensortec GmbH, Reutlingen

|  |            |
|--|------------|
| <b>C2.3 Entwicklungsplattform für Geruchsmesssysteme</b> ..... | <b>230</b> |
| M. Köhne, Fraunhofer IVV, Freiburg                             |            |

## C3 Mikrosensorik

Chair: Prof. Dr. Ulrich Schmid, Technische Universität Wien, Wien (Österreich)

|   |            |
|---|------------|
| <b>C3.2 Piezoelektrische MEMS-Mikrofone mit Regelung durch Krafrückkopplung</b> .....   | <b>236</b> |
| T. Friebe, G. Schrag, Technische Universität München, München , G. Bosetti, C. Bretthauer,<br>Infineon Technologies AG, Neubiberg     |            |
| <b>C3.3 Miniaturisierter resonanter Wägesensor für die Simultane Thermische Analyse (STA)</b> .....                                   | <b>241</b> |
| J. Baumgärtner, R. Moos, J. Kita, Universität Bayreuth, Bayreuth  |            |
| <b>C3.4 Batch-Fabrikation und Schwingungscharakterisierung ko-resonant gekoppelter Cantilever-Systeme für Sensoranwendungen</b> ..... | <b>244</b> |
| I. Lampouras, J. Körner, Leibniz University Hannover, Hannover  |            |

## C4 Prüftechnik

Chair: Dr. Eric Starke, SICK Engineering GmbH, Ottendorf-Okrilla

|  |            |
|--|------------|
| <b>C4.1 Inline-Monitoring der Aushärtung von applizierten Klebstoffen mittels kostengünstiger Terahertz-Methoden</b> ..... | <b>248</b> |
| M. Mayr, L. Wachter, M. Heilig, L. Mittelberg, B. Baudrit, SKZ – KFE gGmbH, Würzburg                                       |            |
| <b>C4.2 Produktionsnahe Messtechnik für Sensor- und Motormagnete</b> .....   | <b>255</b> |
| R. Slatter, B. Böhle, ELSOMA GmbH, Schwerte  |            |
| <b>C4.3 Zustandsüberwachung der Altsandregeneration über die komplexe Permittivität von Formstoffen</b> .....              | <b>260</b> |
| L. Bifano, G. Fischerauer, Universität Bayreuth, Bayreuth  |            |
| <b>C4.4 Dichtheit von Sensorsystemen</b> .....   | <b>266</b> |
| J. Lapsien, CETA Testsysteme GmbH, Hilden  |            |

## C5 Sicherheit, Betriebssicherheit

Chair: Prof. Dr. Gerd Scholl, Universität der Bundeswehr Hamburg, Hamburg

|  |            |
|--|------------|
| <b>C5.1 Towards Technology-Independent Software Requirements in Legal Metrology</b> .....  | <b>273</b> |
| M. Esche, M. Nischwitz, F. Salwiczek, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Berlin,<br>P. Eekhout, Dutch Authority for Digital Infrastructure, Groningen (Netherlands)  |            |
| <b>C5.2 Auswahl geeigneter Sicherheitselemente aus LTCC für eine vertrauenswürdigerer Elektronik</b> .....   | <b>280</b> |
| A. Schroeter, U. Krieger, VIA electronic GmbH, Hermsdorf, G. Hagen,<br>KMS Technology Center GmbH, Dresden, C. Lehnberger, ANDUS ELECTRONIC GmbH, Berlin,<br>P. Uhlig, IMST GmbH, Kamp-Lintfort, H. Stoltenberg, PRIGNITZ Mikrosystemtechnik GmbH,<br>Wittenberge, A. Goldberg, Fraunhofer IKTS, Dresden |            |
| <b>C5.4 Test Plan of Collision Warning for Road Traffic in Smart Cities</b> .....  | <b>288</b> |
| M.-S. Schlotter, T-Systems International GmbH, Leinfelden-Echterdingen , M. Mousavi,<br>S. Ludwig, Hochschule Aalen, Aalen , C. Cammin, Helmut-Schmidt-Universität, Hamburg,<br>C. Beutelspacher, Zentrum für Digitale Entwicklung GmbH  |            |

## D1 Ultraschallmesstechnik

Chair: Prof. Dr. Stefan J. Rupitsch, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg

|  |            |
|--|------------|
| <b>D1.1 Ultrasound-based Detection of Objects in Grain Fields</b> .....  | <b>296</b> |
| F. Tröndle, B. George, F. Hubert, S. J. Rupitsch, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg  |            |
| <b>D1.2 Auswertung der modalen Dämpfung von geführten akustischen Wellen in faserverstärkten Kunststoffplatten</b> .....   | <b>300</b> |
| L. Claes, T. Hetkämper, H. Zeipert, B. Henning, Universität Paderborn, Paderborn   |            |
| <b>D1.3 Bestimmung der Materialeigenschaften von Rohren und innen liegenden Schichten mittels geführten akustischen Wellen</b> .....   | <b>306</b> |
| A. Backer, S. Tietze, K. Drese, Hochschule für angewandte Wissenschaften Coburg , Coburg   |            |
| <b>D1.4 Modelling and Construction of Complex Shaped Polyvinyl Alcohol based Ultrasound Phantoms for Inverse Magnetomotive Ultrasound Imaging</b> .....  | <b>313</b> |
| C. Heim, T. Saleem, S. J. Rupitsch, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg, C. Huber,<br>S. Lyer, H. Ermert, Universitätsklinikum Erlangen, Erlangen , I. Ullmann, Friedrich-Alexander-Universität<br>Erlangen-Nürnberg |            |

## D2 Mikromechanische Ultraschallwandler (MUT)

Chair: Prof. Dr. Ulrike Steinmann, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Magdeburg

|   |            |
|---|------------|
| <b>D2.1 Entwicklungsplattform für mikromechanische Ultraschallwandler</b> .....   | <b>319</b> |
| S. Koch, Fraunhofer IPMS, Dresden   |            |
| <b>D2.2 Capacitive Micromachined Ultrasonic transducers: overview and application example underwater object detection</b> ..... | <b>321</b> |
| N. Saeidi, Fraunhofer ENAS, Chemnitz  |            |
| <b>D2.4 Multichannel CMUT Evaluation Kit</b> .....  | <b>325</b> |
| B. Betz, Fraunhofer IPMS, Dresden   |            |

## D3 Medizintechnik

Chair: Prof. Dr. Olfa Kanoun, Technische Universität Chemnitz, Chemnitz

|  |            |
|--|------------|
| <b>D3.1 Sensor zur Echtzeitüberwachung des Sauerstoffgehalts der Atemluft mittels Fluoreszenzlöschung</b> .....  | <b>329</b> |
| M. El-Safoury, M. Dold, H. Bremer, C. Weber, N. Layer, J. Wöllenstein, Fraunhofer IPM, Freiburg  |            |
| <b>D3.2 Magnetisches Sensor-Array zur Lageüberwachung des Tubus bei der Langzeitbeatmung</b> .....   | <b>335</b> |
| T. Schüthe, Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg, Hamburg , T. Riemschneider, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Magdeburg   |            |
| <b>D3.3 Magnetically Enhanced Ultrasound Strain Elastography to Visualize Magnetic Nanoparticles</b> ..  | <b>343</b> |
| C. Huber, S. Lyer, H. Ermert, Universitätsklinikum Erlangen, Erlangen , M. Müller, I. Ullmann, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Erlangen C. Heim, S. Rupitsch, Universität Freiburg, Freiburg                              |            |
| <b>D3.4 Druckmessstrumpf zur Prävention und Therapieunterstützung bei diabetischen Fußulzera</b> .....   | <b>350</b> |
| B. Brunner, Fraunhofer ISC, Würzburg, G. Betz, M. Fischer, Strick Zella GmbH & Co.KG, Dingelstädt , N. Pfeiffer, Fraunhofer IIS, Erlangen, S. Sesselmann, Technische Hochschule für angewandte Wissenschaften Würzburg-Schweinfurt, Nürnberg |            |

## D4 Messdatenanalyse

Chair: Prof. Dr. Michael Heizmann, Karlsruher Institut für Technologie KIT, Karlsruhe

|  |            |
|--|------------|
| <b>D4.1 Verschleißfreie Impedanzspektroskopie von Wälzlagern</b> .....   | <b>356</b> |
| D. Riehl, T. Oster, S. Zisch, K. Hofmann, F. Keil, Technische Universität Darmstadt, Darmstadt, T. Schirra, G. Martin, HCP Sense GmbH, Darmstadt                   |            |
| <b>D4.2 Visualisierung tomographischer Daten aus Schlierenabbildungen mittels 3D Gaussian Splatting</b> .....  | <b>362</b> |
| T. Hetkämpfer, T. Nellius, L. Claes, B. Henning, Universität Paderborn, Paderborn  |            |
| <b>D4.3 Determination of the dynamic iron content in magnetorheological fluids using an indirect measurement method based on an equivalent circuit model</b> ..... | <b>368</b> |
| T. Wiener, C. Offenzeller, STIWA Advanced Products GmbH, Gampern (Austria), B. Jakoby, Johannes Kepler University, Linz (Austria)                                  |            |
| <b>D4.4 Vehicle Data Analysing System (VeDAS)</b> .....  | <b>374</b> |
| M. Bussas, Trout GmbH, Kassel  |            |

## D5 Modellierung

Chair: Prof. Dr. Klaus-Dieter Sommer, Technische Universität Ilmenau, Ilmenau

|  |            |
|--|------------|
| <b>D5.1 Uncertainty Modeling of a Cyber-Physical Finite Element Sensor Network for Surface Measurements</b> .....                          | <b>380</b> |
| L. Bretthauer, R. Heynicke, G. Scholl, Helmut Schmidt University, Hamburg  |            |
| <b>D5.3 Bayesscher Ansatz für die thermografische Messung von Strömungsübergängen an Rotorblättern von Windenergieanlagen</b> .....        | <b>388</b> |
| J. Dieckmann, C. Dorszewski, A. von Freyberg, A. Fischer, University of Bremen, Bremen, N. Balaesque, Deutsche WindGuard, Varel            |            |
| <b>D5.4 Development of an Optimization Tool for Advanced Magnet Design in Sensor Accuracy Enhancement for Automotive Application</b> ..... | <b>396</b> |
| J. Zhou, M. Dietrich, F. Zeller, W.-W. Buchet, Schaeffler Automotive Bühl GmbH & Co. KG, Bühl  |            |

# Postersession

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>P01</b> | <b>Kombination der Verfahren Pupillographie, Elektroretinographie sowie Visuell evozierte Potentiale in einem Handgerät für die erweiterte ophthalmologische Diagnose am Großtier . . . .</b> | <b>403</b> |
|            | T. Reuter, A. Grundmann, S. Walther, Institut Chemnitzer Maschinen- und Anlagenbau e.V., Chemnitz, D. Barnewitz, Research Centre of Medical Technique and Biotechnology, Bad Langensalza      |            |
| <b>P02</b> | <b>Experimental study of hydrogen pipeline leakage using rGO and Pd-NP decorated H2-Sensors . . . . .</b>   | <b>411</b> |
|            | H. Ngo, Hochschule für Technik und Wirtschaft Berlin, Berlin  |            |
| <b>P03</b> | <b>Magnetic Flow Metering with Optically Pumped Magnetometers . . . . .</b>   | <b>419</b> |
|            | L. Schmieder, P. Koss, Fraunhofer IPM, Freiburg   |            |
| <b>P04</b> | <b>Entwicklung eines autarken Alarmmoduls innerhalb der Isolierverglasung mit integriertem Solarmodul und Datenübertragung zur Gebäudesicherung . . . . .</b>                                 | <b>422</b> |
|            | S. Walther, A. Kunert, Institut Chemnitzer Maschinen- und Anlagenbau e.V., Chemnitz   |            |
| <b>P06</b> | <b>A Portable Platform for Low Power Electrochemical Impedance Measurements of Biosensors . . . . .</b>   | <b>426</b> |
|            | E. Korek, M. Lang, T. Döttling, M. Schulz, R. Brederlow, Technische Universität München, München (Germany)  |            |
| <b>P07</b> | <b>Design of a highly accurate low-cost thermistor-based sensor for the measurement of water surface temperatures in maritime research . . . . .</b>  | <b>430</b> |
|            | F. Klar, N. Torz, T. Kern, Technische Universität Hamburg, Hamburg  |            |
| <b>P08</b> | <b>Eye on Water RPI – ein Do It Yourself maker Sensorsystem Projekt zur Messung von Wasserfarben für Citizen Science . . . . .</b>  | <b>438</b> |
|            | N. Rüssmeier, Jade Hochschule, Wilhelmshaven, J. Wollschläger, Universität Oldenburg, Oldenburg, F. Becker, Deutsches Forschungszentrum für Künstliche Intelligenz GmbH, Oldenburg            |            |
| <b>P09</b> | <b>Kontinuierliche Ammoniakbestimmung durch Leitfähigkeitsmessungen im Kondensat . . . . .</b>  | <b>446</b> |
|            | H. Wünscher, S. Herbst, T. Frank, CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik, Erfurt, A. Frank, J. M. Zapf, Umwelttechnik MCZ GmbH, Bad Nauheim, M. Schnider, Lukeneder GmbH, Zwickau           |            |
| <b>P10</b> | <b>Advanced Self-X Architecture for Improved Angle Accuracy Restoration in TMR-Based Angular Decoders . . . . .</b>   | <b>452</b> |
|            | E. Gerken, Q. Zaman, S. Alraho, A. König, Universität Kaiserslautern-Landau, Kaiserslautern   |            |
| <b>P11</b> | <b>Siliziumdehnungssensoren zur Werkzeuginnendruckmessung . . . . .</b>   | <b>460</b> |
|            | T. Frank, S. Hermann, A. Grün, D. Hanig, M. Kermann, M. Hintz, A. Cyriax, H. Wünscher, T. Ortlepp, CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik, Erfurt   |            |
| <b>P12</b> | <b>Entwicklung einer industriell nutzbaren Herstelltechnologie für dielektrische Elastomersensoren mit strukturierten Metallelektroden . . . . .</b>  | <b>465</b> |
|            | J. Krohn, T. Koch, W. Kaal, Fraunhofer LBF, Darmstadt   |            |
| <b>P13</b> | <b>Histogramm-Verfahren für die Signalaussteuerung bei der Impedanzspektroskopie für Fahrzeugbatterien . . . . .</b>  | <b>473</b> |
|            | H. El Moutaouakil, A. Schütze, T. Schneider, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, J. Prager, Bundesanstalt für Materialforschung- und Prüfung, Berlin                                     |            |
| <b>P14</b> | <b>Improving sensor performance of gas sensors by micropumps . . . . .</b>  | <b>480</b> |
|            | O. Zett, M. Henfling, A. Bußmann, Fraunhofer EMFT, München  |            |
| <b>P17</b> | <b>Laserbasiertes Verfahren zur Herstellung monolithisch-vertikalintegrierter MEMS-Sensoren . . .</b>   | <b>486</b> |
|            | T. Brunner, Fraunhofer ILT, Aachen  |            |
| <b>P18</b> | <b>Herstellung von Halbleitersensoren auf SnO<sub>2</sub>-Basis für die photoaktivierte Messung von Wasserstoff bei niedrigen Betriebstemperaturen . . . . .</b>                              | <b>492</b> |
|            | I. Weyrauch, R. Breuch, K. Konstantynovski, DLR, Sankt Augustin, P. Kaul, Hochschule Bonn-Rhein-Sieg, Rheinbach   |            |
| <b>P19</b> | <b>Entwicklung eines Operando Raman Aufbaus zur Analyse eines In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Halbleitersensors für die Detektion von Triacetontriperoxid (TATP) . . . . .</b>                    | <b>495</b> |
|            | R. Breuch, J. Warmer, S. Maurer, P. Kaul, DLR, Sankt Augustin   |            |

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>P20</b> | <b>Eine integrierte Datenstromverarbeitung zur Erfassung von Umweltlagebildern</b> .....  | <b>499</b> |
|            | A. Lejman, N. Rüssmeier, O. Ferdinand, F. Stahl, Deutsches Forschungszentrum für Künstliche Intelligenz GmbH, Oldenburg   |            |
| <b>P22</b> | <b>Investigation of Application-Specific Assembly Technologies and Metrological Influencing Factors of MEMS-based NIR Spectral Sensors</b> .....  | <b>505</b> |
|            | J. Otto, K. Krieger, Universität Bremen (ITEM), Bremen  |            |
| <b>P23</b> | <b>DisDAQ - A Modular and Distributed Measurement and Processing System for Industrial Process Optimization</b> .....   | <b>510</b> |
|            | L. Hörmann, C. Helmel, V. Putz, C. Kastl, Linz Center of Mechatronics GmbH, Linz (Austria)  |            |
| <b>P24</b> | <b>Datenanalyse beim automatisierten Gewindeschneiden mit einem vertikalen Knickarmroboter</b> .....  | <b>516</b> |
|            | M. Gapp, J. Blöchle, T. Wendt, Hochschule Offenburg, Offenburg, S. Rupitsch, Universität Freiburg (IMTEK), Freiburg   |            |
| <b>P25</b> | <b>Road Traffic Safety Measures: Lab Testing on Collision Avoidance</b> .....   | <b>520</b> |
|            | N. Ravishankar, C. Cammin, Universität der Bundeswehr Hamburg, Hamburg  |            |
| <b>P26</b> | <b>Solarrollstuhl - Laderegelung mit PV-Modul für Rollstuhlintegration</b> .....  | <b>528</b> |
|            | F. Liebold, A. Dick, C. Torreck, Duale-Hochschule Gera-Eisenach, Gera, P. Habasch, DMSG Landesverband Berlin e. V., Berlin  |            |
| <b>P27</b> | <b>Sensorboard für die Phasenanschnitt- und Wellenpaketsteuerung</b> .....  | <b>532</b> |
|            | F. Liebold, J. Helmerich, Duale-Hochschule Gera-Eisenach, Gera  |            |
| <b>P29</b> | <b>Additive Manufactured Capacitive Displacement Sensor Concept, for Adaptive Pin-Array Gripper</b> .....   | <b>536</b> |
|            | S. Schröder, T. Wendt, Hochschule Offenburg, Offenburg, S. Rupitsch, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg (IMTEK), Freiburg  |            |
| <b>P30</b> | <b>Development and Setup of an Optical Dynamic Scanning Calorimetry Setup for Modern Material Science at High Temperatures</b> .....  | <b>541</b> |
|            | M. Zipf, A. Narymany Shandy, Technische Hochschule Würzburg-Schweinfurt, Würzburg, J. Manara, F. Hemberger, J. Hartmann, Center for Applied Energy Research, Würzburg   |            |
| <b>P31</b> | <b>Multigassensoren - Standardisierte Prüfanweisung und Prüfgase für VOC-Detektoren zur Innenraumluftgütemessung</b> .....  | <b>545</b> |
|            | C. Tiebe, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin, R. Fix, Bosch Sensortec GmbH, Reutlingen, A. Schütze, Universität des Saarlandes, Saarbrücken   |            |
| <b>P32</b> | <b>Gasfeuchtemessung in der Normung</b> .....   | <b>547</b> |
|            | C. Tiebe, J. Davenport, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin, A. Lorek, S. Garland, Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V., Berlin, V. Schwanke, R. Wernecke, dr. wernecke Feuchtemesstechnik GmbH, Potsdam |            |
| <b>P35</b> | <b>IoT-Feedback-System zur Analyse und Optimierung von Bewegungsabläufen im Sport mittels E-Textiles und KI</b> .....   | <b>550</b> |
|            | B. Keune, H. Welp, A. Niski, Technische Hochschule Georg Agricola, Bochum   |            |
| <b>P36</b> | <b>Eine Methode zur erklärbaren Merkmalsextraktion aus dem Zeit- und Frequenzbereich für Condition Monitoring</b> .....   | <b>556</b> |
|            | C. Fuchs, S. Klein, J. Fischer, A. Schütze, T. Schneider, Universität des Saarlandes, Saarbrücken   |            |
|            | <b>Keynotes</b> .....   | <b>563</b> |

# Sessions

# Merkmalsbasierte luftakustische Diagnose von Druckluftleckage mithilfe maschineller Lernverfahren

*Daniel Diaz Ocampo<sup>1</sup>, Mariya Lyashenko<sup>2</sup>, Stefan von Dosky<sup>2</sup> Michael Heizmann<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Institut für Industrielle Informationstechnik, KIT, Hertzstraße 16, Geb. 06.35, 76187 Karlsruhe Deutschland

<sup>2</sup>Siemens AG, Digital Industries, DI PA TI DPO, Östliche Rheinbrückenstr. 50, 76187 Karlsruhe Deutschland

## Zusammenfassung

Druckluftsysteme sind ein wichtiger Bestandteil der technischen Infrastruktur in einer industriellen Anlage. Druckluft ist ein sehr teurer Energieträger in der Industrie. In jedem Druckluffterzeugungs- und -verteilssystem treten Leckagen auf, die den Energieverbrauch und somit die entstehenden Kosten unnötig erhöhen können. Die frühzeitige Erkennung von Leckagen und die Minimierung von Leckagemengen ist daher essenziell für den wirtschaftlichen Betrieb von Anlagen.

Im Beitrag wird eine universelle Methode zur Erkennung von Druckluftleckagen vorgestellt. Auf Grundlage von Merkmalen, die aus luftakustischen Signalen gewonnen werden, findet die Klassifikation von Leckagen statt. Dabei kommen u.a. statistische Merkmale und Merkmale zur Beschreibung der spektralen Energieverteilung zum Einsatz. Für die Auswahl, der am besten geeigneten Merkmale wird eine Varianzanalyse verwendet. Für die Klassifikation erweist sich ein Random-Forest als geeignet. Ergebnisse an Testdaten aus einer experimentellen Anlage zeigen die prinzipielle Eignung der Vorgehensweise.

**Keywords:** Druckluftleckage, Mikrofonsensor, Machine Learning, Frequenzanalyse

## Einleitung

Die effiziente Nutzung von Ressourcen und die Gewährleistung der Wirtschaftlichkeit sind in der heutigen Geschäftswelt von entscheidender Bedeutung. Insbesondere beim Umgang mit Druckluftsystemen ist es unerlässlich, Lecks zu identifizieren und zu reparieren, um sowohl finanzielle Verluste zu minimieren als auch einen verantwortungsvollen Umgang mit Ressourcen sicherzustellen. Dieser Aspekt wird in Abbildung 1 anschaulich verdeutlicht. Darüber hinaus spielt die Sicherheit der Mitarbeiter eine maßgebliche Rolle, da Druckluftlecks auch potenzielle Gefahrenquellen für den Menschen darstellen können.

Um diesen Herausforderungen zu begegnen, wird in diesem Paper ein Ansatz vorgestellt, der maschinelles Lernen auf der Grundlage von akustischen Daten nutzt, um eine Aussage darüber zu treffen, ob es eine Leckage in einem Druckluftsystem gibt oder nicht. Durch die Analyse von akustischen Signalen, die von Anlagenteilen mit potenziellen Leckstellen erfasst werden, kann das vorgestellte System frühzeitig auf mögliche Lecks hinweisen und Unternehmen die Möglichkeit geben, proaktiv Maßnahmen zu ergreifen. Dieser Ansatz bietet

nicht nur eine effiziente Methode zur Überwachung von Druckluftsystemen, sondern ermöglicht es auch, wirtschaftliche Schäden zu minimieren und die Sicherheit am Arbeitsplatz zu gewährleisten.

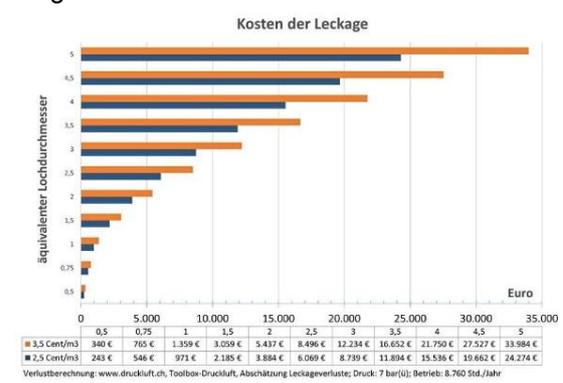


Abbildung 1: Mögliche wirtschaftliche Verluste, die bei einer Leckage entstehen können, entnommen aus [1].

In diesem Beitrag werden zunächst die Datenerfassung unter verschiedenen Anlagenbedingungen und die dadurch erzeugten Testdaten vorgestellt. Die angewandte Methode zur Leckageerkennung, einschließlich der Merkmalsauswahl und der Datenverarbeitung, wird beschrieben. Zudem werden verschiedene Klassifikationsmethoden und eine Spektral-

analyse verwendet, um die Leckstellen zu detektieren und zu analysieren. Die Ergebnisse der Studie werden präsentiert, diskutiert und mögliche Herausforderungen sowie alternative Ansätze werden erörtert. Das Paper trägt dazu bei, das Verständnis für die Überwachung von Druckluftsystemen zu erweitern und effektive Strategien zur Leckageerkennung und -behebung zu entwickeln.

### **Sensor und Setup**

Zur Erfassung der luftakustischen Messsignale kommen batteriegespeiste Mikrofonsensoren zum Einsatz, die in verfahrenstechnischen Anlagen räumlich verteilt angeordnet werden können. Es werden wiederholt kurze Schallsignale erfasst (16384 samples, 144,1 kS/s sample rate), welche als Vektoren der Länge 16384 interpretiert werden können. Sie werden drahtlos an eine Cloud übertragen und dort ausgewertet.

Es wird vermutet, dass es eine umgekehrt proportionale Abhängigkeit der Mittenfrequenz des Leckagegeräusches vom Durchmesser des Loches, aus dem die Druckluft entweicht, existiert. Dies lässt sich aus der akustischen Theorie von Düsen vermuten. Gleichzeitig ist die Dämpfung des Leckagegeräusches in Luft proportional zur Frequenz.

### **Datensatz**

Die vorliegende Aufgabenstellung ist es, in einem industriellen Umfeld mithilfe von luftakustischen Signalen Leckagen in pneumatischen Systemen zu erkennen. In einer solchen Umgebung treten viele verschiedene Störgeräusche auf. Des Weiteren kommt es oftmals zu einem regulären Austritt von Luft, beispielsweise zur Bewegung von Stellventilen, welche einer Leckage sehr ähnlich ist. Der Ansatz dieser Arbeit ist, mithilfe von maschinellem Lernen die Leckage von anderen Störungen zu unterscheiden. Zu diesem Zweck wurde ein Datensatz erstellt, der neben Beispielen zu Leckage auch andere Störungen wie Anlagengeräusche oder Ventilstellvorgänge enthält. Es wurden verschiedene Durchmesser der Leckage getestet (0,18; 0,3; 0,45; 0,5 mm). Im Trainingsdatensatz sind Messungen mit bzw. ohne Leckage enthalten. Aus diesen Messungen wurden 70% dem Trainings- und 30% dem Testdatensatz zugeordnet. Die Aufteilung erfolgte zufällig, um sicherzustellen, dass ausreichend Leckagen in beiden Datensätzen vorhanden sind. Zudem wurden weitere Daten unter denselben und unter anderen Rahmenbedingungen

aufgenommen, um die Generalisierbarkeit der erstellten Modelle zu überprüfen. Diese weiteren Datensätze wurden nur zum Testen des Modells verwendet. Dabei wurde unter anderem eine Industrieanlage eingesetzt, um übliche Störgeräusche zu simulieren. Diese Störgeräusche enthalten unter anderem Ventilgeräusche, bei denen es zum Luftaustritt kommt. Diese sind einer Leckage besonders ähnlich und stellen eine große Herausforderung für die Klassifikation dar. Des Weiteren wurde der Abstand zur Leckagestelle (1; 6; 10 m) variiert.

### **Methode**

Es bietet sich an, die Erkennung der Leckage mithilfe maschineller Lernmethoden zu realisieren. Dabei ist ein etablierter Ansatz, die Klassifikation nicht anhand der Rohsignale, sondern anhand aus den Signalen extrahierter Merkmale durchzuführen. Dazu werden Merkmale aus kurzen Teilsignalen mit definierter Länge berechnet und anschließend die damit erzielte Performanz bei der Klassifikation bewertet. Diese Bewertung wird als Grundlage verwendet, um die besten Merkmale auszuwählen und mit diesen verschiedene Klassifikatoren in dem so erstellten Merkmalsraum zu trainieren. Es wurden verschiedene etablierte Methoden getestet, wobei der Random-Forest die besten Ergebnisse liefert. Im Folgenden wird zuerst ein Überblick über die verwendeten Merkmale gegeben, dann die Auswahl der besten Merkmale beschrieben und zu guter Letzt die Klassifikation mittels Random-Forest erklärt.

### **Merkmale**

Für diese Arbeit wurden über 100 unterschiedlichste Merkmale beispielsweise aus der Statistik oder dem Frequenzbereich berechnet und anschließend mithilfe einer Varianzanalyse auf ihre Tauglichkeit zur Klassifikation untersucht. Im Folgenden werden lediglich die besten, welche auch später zur Anwendung kommen, vorgestellt.

### **Vorverarbeitung**

Untersuchungen haben ergeben, dass die Klassifikationsgüte steigt, wenn nicht das gesamte Signal verarbeitet wird, sondern wenn es vorher in Teilsignale konstanter Länge unterteilt wird. Diese Teilsignale werden im Folgenden Segmente genannt und überlappen sich nicht. Da viele Merkmale auf der Fourier-Transformation beruhen, ergeben für eine effiziente Realisierung Zweierpotenzen als Segmentlänge am meisten Sinn. Unter-

suchungen haben gezeigt, dass eine Segment-Größe von  $N_x = 8192$  Samples, was einer Zeitspanne von ca. 57 ms entspricht, optimale Ergebnisse mit den nachfolgenden Algorithmen liefert. Die Aufgabe besteht nun darin, den Maschinenzustand für jedes einzelne Segment zu klassifizieren. Zu diesem Zweck werden aus jedem Segment Merkmale berechnet, welche die Grundlage für die anschließende Klassifikation bilden.

### Fourier-Koeffizienten

Um grundlegende Eigenschaften des Spektrogramms dem Klassifikator zu vermitteln, wird die Fast-Fourier-Transformation

$$X_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n e^{-j2\pi k \frac{n}{N}}, \quad k = 0, \dots, N_x - 1 \quad (1)$$

gemäß [2] aus den Segmenten berechnet. Die zugehörigen Frequenzen sind durch

$$f_k = \frac{k - \frac{N_x}{2}}{N_x} f_A$$

definiert. Da es sich hier um reelle Signale handelt, weisen diese ein symmetrisches Spektrum auf, weswegen für die weiteren Merkmale die nicht negativen Frequenzen ( $k = 0, \dots, N_f - 1$  mit  $N_f = \frac{N_x}{2}$ ) verwendet werden.

Um weniger, aber robustere Merkmale im Hinblick auf Signalrauschen zu erhalten, wird das Ergebnis in  $N_B = 20$  gleich große Frequenzbänder unterteilt und die entsprechenden relativen Absolutwerte

$$\bar{X}_i = \sum_{k=iB}^{(i+1)B-1} \frac{|X_k|}{\sum_{n=0}^{N_f-1} |X_n|}, \quad i = 0, \dots, N_B - 1,$$

mit  $B = \frac{N_f}{20}$ , werden für jedes Band summiert. Diese Werte werden normiert, so dass ihre Summe eins ergibt, wodurch das Ergebnis den prozentualen Beitrag jedes Frequenzbandes zur Gesamtsumme repräsentiert. Diese Herangehensweise ermöglicht eine recheneffiziente Darstellung des Spektrogramms und gleicht geringfügige Frequenzvariationen in Frequenzbändern aus.

### Rolloff-Frequenz

Um die Lage der Signalenergie über einem Spektrum zu beschreiben, können die sogenannten „Rolloff-Frequenzen“ berechnet werden, wie sie in [3] beschrieben werden. Diese beschreiben, unterhalb welcher Frequenz ein bestimmter Teil der Signalenergie liegt. Es wird dazu das Spektrum mittels Gleichung (1) berechnet und daraus die Energieanteile des Spektrums aufsummiert

$$E_{x,J} = \sum_{k=0}^{N_f-1} |X_k|^2 / \|X\|^2.$$

Anschließend wird durch das Quadrat der Gesamtenergie  $\|X\|^2$  geteilt, um die prozentuale Verteilung der spektralen Energie zu erhalten. Als  $x\%$ -Rolloff-Frequenz wird die zu  $N_j$  gehörige Frequenz  $f_j$  bezeichnet, unterhalb welcher  $x\%$  der prozentualen Signalenergie  $E_{x,J}$  liegt.

### Spektraler Kontrast

Der spektrale Kontrast [4] bildet den Vergleich zwischen den Frequenzbereichen mit der meisten Signalenergie und den Frequenzbereichen mit der niedrigsten Signalenergie. Dazu werden die Ergebnisse der Fourier-Transformation wie in Gleichung (1) berechnet und anschließend in  $Q = 6$  Bänder mit jeweils  $N_Q = \frac{N_f}{Q}$  spektralen Werten eingeteilt. Dann werden die Werte der Größe nach sortiert

$$|\tilde{X}_{q,0}| \leq |\tilde{X}_{q,1}| \leq \dots \leq |\tilde{X}_{q,N_Q-1}|$$

und anschließend die niedrigsten mit den höchsten Werten verglichen. Um Rauscheinflüsse zu unterdrücken und ein robusteres Merkmal zu erhalten, wird der Mittelwert über die  $\alpha$  niedrigsten Werte

$$V_{q,\alpha} = \frac{1}{\alpha} \sum_{k=0}^{\alpha-1} |\tilde{X}_{q,k}|,$$

bzw. höchsten Werte

$$P_{q,\alpha} = \frac{1}{\alpha} \sum_{k=N_f-\alpha}^{N_f-1} |\tilde{X}_{q,k}|$$

gebildet. Im Anschluss wird, laut Definition, der Logarithmus des Verhältnisses gebildet:

$$S_q = \log\left(\frac{P_{q,\alpha}}{V_{q,\alpha}}\right) = \log\left(\frac{\sum_{k=\alpha}^{N_f-1} |\tilde{X}_{q,k}|}{\sum_{k=0}^{\alpha-1} |\tilde{X}_{q,k}|}\right).$$

Da der Logarithmus eine streng monotone Funktion ist, kann sie, um Rechenaufwand zu sparen, für eine Klassifikation mittels Schwellwertbildung, wie sie in dieser Arbeit eingesetzt wird, vernachlässigt werden. Dieses Merkmal enthält Informationen darüber, wie sehr die stark auftretenden Frequenzen das Gesamtsignal dominieren. Dies ist insbesondere bei der Unterscheidung verschiedener Rauschprozesse von Vorteil.

### Spektrale Bandbreite

Als ein weiteres Merkmal kann die spektrale Bandbreite, wie sie in [5] beschrieben wird, verwendet werden. Sie ist durch

$$W = \sqrt{\frac{\sum_{k=0}^{N_f-1} |X_k| (f_k - f_{SP})^2}{\sum_{k=0}^{N_f-1} |X_k|}}$$

definiert, wobei

$$f_{SP} = \sum_{k=0}^{N_f-1} f_k \frac{|X_k|}{\sum_{k=0}^{N_f-1} |X_k|}$$

der spektrale Schwerpunkt ist. Dieser kann auch als eigenständiges Merkmal berechnet werden, wobei er allerdings für diese Arbeit keine Relevanz hat. Rauschprozesse wie eine Leckage besitzen oftmals ein breitbandiges Spektrum, daher eignet sich die spektrale Bandbreite gut dazu, die Leckage von anderen schmalbandigen Ereignissen zu unterscheiden.

### MFCCs

Mel-Frequency Cepstral Coefficients (MFCCs), wie sie in [6] beschrieben werden, werden verwendet, um ein Spektrum in wenige Schlüsselparameter zu kondensieren. Um dies zu erreichen, wird ein Spektrum wie nachfolgend beschrieben auf der Mel-Skala berechnet und dann mithilfe einer Kosinustransformation in eine Reihe von Koeffizienten umgewandelt.

Im ersten Schritt wird eine diskrete Fourier-Transformation berechnet, wobei jedoch zuvor die Teilsignale mit einem Hanning-Fenster multipliziert werden. Das Ergebnis dieser Transformation kann auch als Kurzzeit-Fourier-Transformation des gesamten Signals interpretiert werden und liefert die Amplituden  $X_k$  mit den entsprechenden Frequenzen  $f_k$ . Um nun die Anzahl der Merkmale zu reduzieren, wird die Energie des Spektrums mithilfe von  $J$  Dreiecksfiltern  $\varphi_{j,k}$  zu einzelnen Kanälen

$$E_j = \sum_{k=0}^{N_f-1} \varphi_{j,k} |X_k|, \quad j = 0, \dots, J-1$$

zusammengefasst. Die Filter überlappen sich und besitzen bei höheren Frequenzen eine höhere Bandbreite. Die Aufteilung in diese Kanäle kann als Zuordnung der Frequenzen auf eine Mel-Skala interpretiert werden. Die Anzahl der berechneten Merkmale pro Abschnitt hängt von der Anzahl der für diesen Schritt gewählten Kanäle ab.

Im letzten Schritt wird eine diskrete Kosinustransformation

$$c_l = \sum_{j=0}^{J-1} \cos\left(l \frac{\pi}{J} (j + 0,5)\right) \log_{10} E_j,$$

$$l = 0, \dots, L-1$$

über den Logarithmus der Energien durchgeführt mit  $L = 20$ .

### Ableitungen

Da eine Leckage, sowie verschiedene andere Störeffekte, charakteristische breitbandige Rauscheinflüsse sind, zeigen sich in den Signalen meist sehr steile Flanken bzw. Sprünge. Daher kann es für einige Merkmale sinnvoll sein, sie nicht nur aus dem eigentlichen Signal, sondern aus der ersten bzw. zweiten Ableitung zu berechnen. Diese lässt sich durch

$$x_n^{(1)} = \frac{x_{n+1} - x_{n-1}}{2h}$$

berechnen, wobei der Abstand zwischen zwei Samples  $h$  nicht der inversen Abtastrate entspricht, sondern auf 1 gesetzt wird. Dies vereinfacht die Berechnung und hat keine Auswirkung auf die Methodik, da es sich lediglich um einen Vorfaktor handelt, welcher in den Merkmalen ebenfalls nur ein Vorfaktor ergibt. Da die Entscheidungsgrenzen im Klassifikationsschritt anhand von Testdaten gelernt werden, hat das keinen Einfluss auf die Klassifikationsleistung.

Die zweite Ableitung lässt sich entsprechend durch zweifaches Anwenden der Gleichung berechnen.

### Merkmalsauswahl

Aus einem Teilsignal wurden für diese Arbeit 104 verschiedene Merkmale berechnet. Es ist nicht sinnvoll, alle von ihnen zu verwenden, da manche Merkmale beispielsweise stark mit Rauschen überlagert sein können, wodurch ihr Einsatz in einem Klassifikator zu fehlerhaften Ergebnissen führen kann. Es wird auch einzelne Merkmale geben, die überhaupt nicht zur Klassifikation der Leckage geeignet sind. Außerdem enthalten Merkmale oft dieselben Informationen und sind daher redundant. Daher sollen im nächsten Schritt die Merkmale bewertet und die besten ausgewählt werden, mit welchen die Klassifikation durchgeführt wird.

Die Analyse der Varianzen (ANOVA) umfasst Methoden zur Untersuchung der Streuung von Variablen in Datensätzen und kann dabei helfen, die besten Merkmale auszuwählen, wie in [7] beschrieben wird. Ziel ist es, Variablen zu identifizieren, die hohe Informationsgehalte über die Klassenzugehörigkeit liefern. Unter Verwendung der Varianzen zwischen den Klassen  $\sigma_b$  und innerhalb der Klassen  $\sigma_w$  kann die Fähigkeit von Variablen, den Datensatz in Klassen zu partitionieren, bewertet werden. Für eine Anzahl von  $M$  Klassen  $C_1, \dots, C_M$  mit jeweils  $N_m$  Trainingsbeispielen pro Klasse wird der sogenannte  $F$ -Score berechnet durch:

$$F = \frac{\sigma_b^2}{\sigma_w^2}$$

$$= \frac{\sum_{m=1}^M N_m (\bar{x}_m - \bar{x}) / (M-1)}{\sum_{m=1}^M \sum_{n=1}^{N_m} (x_{mn} - \bar{x}_m)^2 / \sum_{m=1}^M (N_m - 1)} \quad (2)$$

Hierbei ist  $\bar{x}$  der Gesamtdurchschnitt und  $\bar{x}_m$  der Durchschnitt einer einzelnen Klasse  $C_m$ .  $F$  gibt den Anteil der Streuung innerhalb der Klassen zur Gesamtvarianz an. Das Ziel besteht darin, eine Gruppe von Variablen mit minimaler Streuung innerhalb der Klassen zu finden und gleichzeitig die Trennung der Klassenmittelpunkte zu maximieren. Nach der Berechnung des  $F$ -Scores für jedes einzelne Merkmal können die  $k$  Merkmale mit den höchsten  $F$ -Scores für die Klassifikationsaufgabe verwendet werden.

### Klassifikation

Die besten, aus den einzelnen Segmenten berechneten Merkmale sollen im Anschluss verwendet werden, um eine Klassifikation durchzuführen. Die größte Herausforderung besteht dabei darin, dass die Leckage auch dann erkannt werden soll, wenn sie durch andere Effekte überlagert auftritt. Solche Beispiele sind im (Test-)Datensatz enthalten. Die Merkmale spannen einen  $k$ -dimensionalen Merkmalsraum auf, in welchen der Klassifikator nun Entscheidungsgrenzen einzieht, um die Segmente mit Leckage von Segmenten ohne Leckage zu unterscheiden.

Es wurden verschiedene Klassifikatoren getestet, wie z.B. K-Nearest-Neighbor, Entscheidungsbäume, Naiver-Bayes, Quadratische Diskriminanzanalyse, Multilayer-Perceptron und AdaBoost. Die besten Ergebnisse erzeugt in diesem Fall jedoch der Random-Forest-Klassifikator, weshalb dieser Klassifikator kurz vorgestellt wird.

### Random-Forest

Ein Random-Forest ist ein Klassifikator, der den sogenannten Ensemble-Lernverfahren zugeordnet wird [8]. Er besteht aus mehreren Entscheidungsbäumen, die jeweils einzeln darauf trainiert werden, das Klassifikationsproblem zu lösen. Entscheidungsbäume sind eine einfache, nachvollziehbare und effiziente Methode, um ein Klassifikationsproblem zu lösen. Allerdings neigen sie zu Überanpassung. Der Random-Forest bildet den Mittelwert über die Klassifikationsergebnisse der unterschiedlichen Entscheidungsbäume.

Ein Entscheidungsbaum besteht aus einem Wurzelknoten, internen Knoten und mehreren Blättern, wie in [20] beschrieben. Jede Klassifizierung beginnt am Wurzelknoten. An jedem Knoten wird basierend auf einem einzelnen Merkmal eine binäre Entscheidung getroffen, ob sein Wert höher oder niedriger als ein Schwellwert ist. Der Schwellwert und das ausgewählte Merkmal sind konstant und werden im Training gelernt, während der Wert

des Merkmals für jeden Abschnitt variiert. Abhängig von der Entscheidung des Knotens wird die nächste Entscheidung basierend auf dem Merkmal und dem Schwellenwert des nächsten Knotens getroffen. Dieser Vorgang wird wiederholt, bis das Ende der Knoten, ein sogenanntes Blatt, das einer Klasse zugewiesen ist, erreicht ist. Normalerweise wird eine maximale Tiefe angegeben, aber nicht alle Zweige des Baumes müssen diese maximale Anzahl von Entscheidungen haben. Die Parameter, die im Training herausgefunden werden müssen, sind die Merkmale eines einzelnen Knoten, anhand welcher unterschieden wird, und ihre zugehörigen Schwellenwerte. Dafür wird der Gini-Index

$$G = \sum_{m=1}^M p_{jm}(1 - p_{jm})$$

verwendet. Für ein gegebenes Merkmal und einen Schwellwert wird die Wahrscheinlichkeit  $p_{jm}$  als die Anzahl der Trainingsbeobachtungen mit dem Schwellenwert mit Index  $j$  der Klasse  $C_m$  definiert. Der Gini-Index ist klein, wenn alle  $p_{jm}$  nahe bei 0 oder 1 liegen, was einer schlechten Klassifizierung entspricht. In einem iterativen Prozess wird das Merkmal und der Schwellwert mit dem höchsten Gini-Index am aktuellen Knoten ausgewählt. Um einer Überanpassung vorzubeugen, sollte ein frühzeitiges Abbruchkriterium auf den Entscheidungsbaum angewendet werden. Es ergibt Sinn, einen Mindest-Gini-Index festzulegen. Wenn das Ergebnis darunter liegt, wird ein Knoten als Blatt definiert. Außerdem wird oft eine maximale Tiefe des Entscheidungsbaums festgelegt.

Für einen Random-Forest werden nun mehrere unterschiedliche Entscheidungsbäume trainiert. Jedem einzelnen Entscheidungsbaum wird dabei nicht der gesamte Datensatz zum Training übergeben, sondern nur ein Teil davon. Dadurch sollen sowohl eine Überanpassung als auch identische Entscheidungsbäume verhindert werden.

Einem Random-Forest-Klassifikator ist es damit möglich, die Varianz gegenüber einem einzelnen Entscheidungsbaum stark abzusenken, während die Verzerrung nur minimal vergrößert wird. Dies geschieht aber auf Kosten der Nachvollziehbarkeit des Klassifikators, da durch die unterschiedlichen Datensätze teilweise unterschiedliche und auch gegensätzliche Regeln entstehen. Die Klassifikation eines Datenpunkts dauert bei einem Random-Forest-Klassifikators zwar je nach Anzahl der verwendeten Bäume deutlich länger, ist aber im Vergleich zu anderen Klassifikatoren immer noch sehr schnell.

**Ergebnisse**

| Merkmal              | Parameter                  |
|----------------------|----------------------------|
| Rolloff-Frequenz     | 90%                        |
| Spektraler Kontrast  | $q = 5$                    |
| Spektrale Bandbreite | -                          |
| Fourier Bins         | $i = 1, 2, 11, 12, 13, 16$ |
| MFCC                 | $m = 0, 1, 3, 7$           |
| MFCC - 1. Ableitung  | $m = 0, 1, 7$              |
| MFCC - 2. Ableitung  | $m = 0, 1, 3, 7$           |

Tabelle 1: Merkmalübersicht.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt. Zusätzlich wurden die Genauigkeit

$$R = \frac{N_{Korrekt}}{N_{Gesamt}} \cdot 100\%$$

der Klassifikation ermittelt und eventuelle Fehlklassifikationen identifiziert. Besondere Schwierigkeiten traten bei der Unterscheidung von Auspuffgeräuschen aufgrund ihrer physikalischen Ähnlichkeit zu Leckagen auf. Zudem stellte sich die Bewältigung der Dämpfung hoher Frequenzen im Zusammenhang mit dem Abstand des Mikrofons zur Leckage als herausfordernd dar.

| Anlagenbedingungen                           | Distanz des Mikrofons     | Leckagegröße                   | Erfolgsrate |
|--|---------------------------|--------------------------------|-------------|
| Gleiche Bedingungen (keine Störgeräusche)    | 1,5 m                     | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 99.01%      |
| Anlagengeräusche (Anlage bei vollem Betrieb) | 1,5 m                     | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 91.67%      |
| Wiederkehrende Ventilgeräusche               | 1,5 m                     | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 91.16%      |
| Gleiche Bedingungen (keine Störgeräusche)    | 1,5 m                     | 0 mm, 0,18 mm, 0,3 mm, 0,45 mm | 69.01%      |
| Gleiche Bedingungen (keine Störgeräusche)    | 1,5 m (hinter der Anlage) | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 33.33%      |
| Wiederkehrende Ventilgeräusche               | 1,5 m (hinter der Anlage) | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 48.75%      |
| Gleiche Bedingungen (keine Störgeräusche)    | 6 m                       | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 33.33%      |
| Anlagengeräusche (Anlage bei vollem Betrieb) | 6 m                       | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 35.42%      |
| Gleiche Bedingungen (keine Störgeräusche)    | 10 m                      | 0 mm, 0,3 mm, 0,45 mm          | 33.33%      |

Tabelle 2: Klassifikationsergebnisse des Random-Forest-Modells an den verschiedenen Testdatensätzen.

Die Ergebnisse des Random-Forest-Modells wurden anhand verschiedener Anlagenbedingungen analysiert. Dabei zeigte sich, dass das Modell unter gleichen Bedingungen ohne Störgeräusche und einer Mikrophon-Distanz von 1,5 m eine hohe Erfolgsrate von 99,01% für Leckagedurchmesser von 0, 0,3 und 0,45 mm aufwies. Jedoch wurde der Leckagedurch-

messer von 0,18 mm als falsch-negativ klassifiziert, während er bei Anlagengeräuschen oder wiederkehrenden Ventilgeräuschen als falsch-positiv klassifiziert wurden. Zudem wirkte sich die Teilanlage, die zwischen dem Mikrophon und der Leckage platziert war, als Störfaktor bei der akustischen Aufnahme aus und führte zu einer Verringerung der Erfolgsrate. Bei einer größeren Mikrophon-Distanz von 6 m oder 10 m wurde eine Erfolgsrate von 33,33% bzw. 35,42% erreicht. Diese Ergebnisse zeigen, dass das Random-Forest-Modell in bestimmten Szenarien eine hohe Genauigkeit bei der Erkennung von Leckagen aufweist, jedoch Schwierigkeiten hat, genaue Aussagen bei bestimmten Leckagedurchmessern und in Gegenwart von Störgeräuschen zu treffen.

**Spektralanalyse**

Neben der modellbasierten Signalverarbeitung wurden zwecks besserer Erklärbarkeit aus den Schallvektoren Spektren berechnet und zu Spektrogrammen gestapelt. Im Gegensatz zur Annahme zu Beginn der Untersuchungen sind breitbandige Schallemissionen bis weit in den Ultraschallbereich sichtbar, siehe Abbildung 2 und Abbildung 3. Dargestellt sind Anlagengeräusche mit und ohne Leckage, gemessen in verschiedenen räumlichen Abständen zur Schallquelle. Diejenigen Zeitbereiche mit breitbandigen Emissionen sind auch grafisch gut erkennbar.

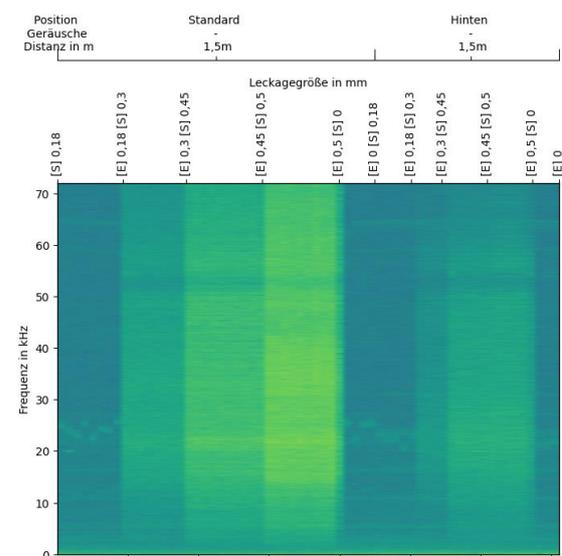


Abbildung 2: Spektrogramm erfasster akustischer Signale verschiedener Leckagedurchmesser ohne Einflüsse anderer Geräusche.

Zur Klassifikation ist es vorteilhaft, dass die Anlagengeräusche kaum Ultraschallemissionen enthalten. Mit zunehmender

Entfernung zwischen Messort und Leckageort reduziert sich außerdem die gesamte Schallenergie. Trotzdem werden Leckagegeräusche weiterhin breitbandig erfasst.

erfolgen, die den vorhandenen Daten ähnlich sind, aber verschiedene Variationen und Schwankungen aufweisen. Dadurch kann das Modell robuster und allgemeiner gemacht

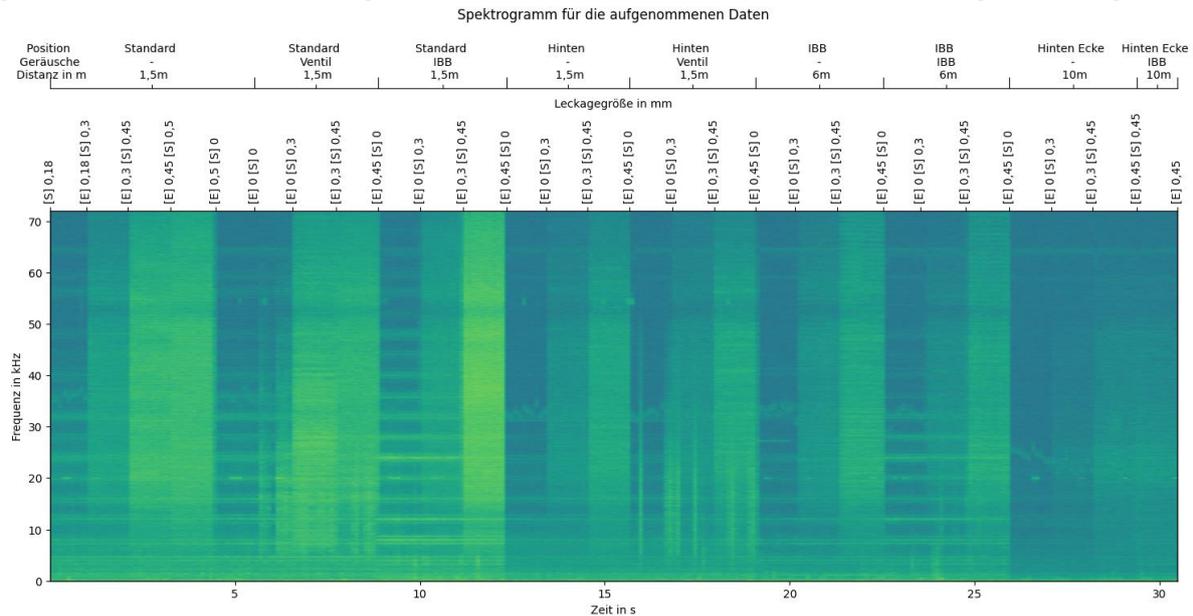


Abbildung 3: Spektrogramm des aufgenommenen akustischen Signals verschiedener Leckagedurchmesser unter Einflüssen von Geräuschen aus der Anlage.

### Fazit und Ausblick

Insgesamt kann festgestellt werden, dass das Modell bei bekannten Anlagenbedingungen gut funktioniert und nutzbringend eingesetzt werden kann. Die eingesetzte Methodik ist in der Lage, die Charakteristika von Leckagen in den akustischen Signalen abzubilden, so dass die Erkennung von Leckagen möglich ist. Die Auswahl der Merkmale und des Klassifikators erfordert einigen Aufwand, wobei insbesondere für die Merkmalsauswahl auf bewährte Hilfsmittel zurückgegriffen werden kann.

Um dem Wunsch nach einem umfassend generalisierbaren Tool nachzukommen, sind noch Verbesserungen bei der Übertragung auf andere Anlagenbedingungen erforderlich. Es ist wichtig, die falsch-positiven und falsch-negativen Klassifikationen zu reduzieren, um die Leistung des Modells in realen Szenarien zu verbessern.

Zur Optimierung der Leistung des Leckagemodells können verschiedene Ansätze verfolgt werden. Eine Möglichkeit besteht darin, gezielt Messungen durchzuführen, bei denen keine Auspuffgeräusche vorhanden sind oder mehrere Auspuffgeräusche gleichzeitig auftreten. Dies kann dazu beitragen, das Modell auf solche Situationen besser vorzubereiten und die Klassifikationsgenauigkeit weiter zu steigern.

Eine künstliche Erweiterung des Datensatzes kann ebenfalls dazu beitragen, die Leistung des Modells zu verbessern. Dies könnte durch das Generieren von synthetischen Datenpunkten

werden.

Weitere Daten ohne Leckagen könnten ebenfalls in den Datensatz aufgenommen werden, um eine bessere Unterscheidung zwischen Leckagen und normalen Geräuschen zu ermöglichen. Dies kann dazu beitragen, die Fehlklassifikationen zu reduzieren und die Klassifikationsgenauigkeit weiter zu erhöhen. Darüber hinaus könnten auch andere Ansätze wie LSTM (Long Short-Term Memory) oder neuronale Netzwerke (NN) in Betracht gezogen werden, um die Leistung des Modells zu verbessern. Diese Ansätze sind bekannt für ihre Fähigkeit, komplexe Muster und Zusammenhänge in den Daten zu erkennen und können möglicherweise zu einer höheren Klassifikationsgenauigkeit führen.

### Literaturverzeichnis

- [1] D. Gros, „Der Preis der Druckluft,“ Flex-Air, [Online]. Available: <https://flex-air.com/wp-content/uploads/2021/08/Leckage-Flex-Air-Artikel.pdf>. [Zugriff am 13. 04. 2024].
- [2] E. O. Brigham und R. E. Morrow, „The fast Fourier transform,“ *IEEE Spectrum*, Bd. 4, p. 63–70, December 1967.
- [3] M. Kos, Z. Kačič und D. Vlaj, „Acoustic classification and segmentation using

- modified spectral roll-off and variance-based features," *Digital Signal Processing*, Bd. 23, p. 659–674, March 2013.
- [4] D.-N. Jiang, L. Lu, H.-J. Zhang, J.-H. Tao und L.-H. Cai, „Music type classification by spectral contrast feature," in *Proceedings. IEEE International Conference on Multimedia and Expo*.
- [5] A. Klapuri und M. Davy, *Signal Processing Methods for Music Transcription*, Springer US, 2006.
- [6] R. Vergin, D. O'Shaughnessy und A. Farhat, „Generalized mel frequency cepstral coefficients for large-vocabulary speaker-independent continuous-speech recognition," *IEEE Transactions on speech and audio processing*, Bd. 7, p. 525–532, 1999.
- [7] L. St. S. Wold und others, „Analysis of variance (ANOVA)," *Chemometrics and intelligent laboratory systems*, Bd. 6, p. 259–272, 1989.
- [8] G. James, D. Witten, T. Hastie und R. Tibshirani, *An Introduction to Statistical Learning*, Springer US, 2021.

# Prototyping und Validierung intelligenter Sensorik für die industrielle Zustandsüberwachung

*Martin Lehmann<sup>1</sup>, André Schneider<sup>1</sup>, Volkhard Beyer<sup>1</sup>, Dirk Mayer<sup>1</sup>, Peter Schneider<sup>1,3</sup>, René Gastmeier<sup>2</sup>*

*<sup>1</sup>Fraunhofer IIS/EAS, Dresden, Deutschland*

*<sup>2</sup>Coderitter GmbH, Dresden, Deutschland*

*<sup>3</sup>TU Dresden, Professur für Entwurfsmethoden für adaptive mikroelektronische Systeme, Dresden, Deutschland*

## Zusammenfassung

Beim großflächigen Einsatz von verteilter intelligenter Sensorik im Industriekontext gelten gehobene Ansprüche an die Qualität und Zuverlässigkeit solcher Systeme vor einem Rollout in großen Stückzahlen. Der gesamte Prozess von Prototyp bis Serienprodukt muss durch eine innovative Test- und Validierungsprozedur begleitet werden, die das jeweilige Sensorsystem für die spätere Einsatzumgebung so authentisch wie möglich qualifiziert. So können spätere Nacharbeiten oder Ausfallrisiken minimiert werden, die oft mit hohen Kosten einhergehen. Der Artikel gibt eine Übersicht über einen möglichen Validierungsprozess am Beispiel eines prototypischen Sensorsystems Tribok der Firma Coderitter. Konkrete Messdaten verdeutlichen die Vorteile des beschriebenen Verfahrens.

**Keywords:** IoT, Condition Monitoring, Structural Health Monitoring, Vibration Monitoring, Prototyping

## Einleitung

Sensoren sind Schlüsselkomponenten zur Digitalisierung der Industrie. Sie liefern die Daten, welche zur Optimierung von Produktionsprozessen und Überwachung von Anlagen benötigt werden. Die breite Verfügbarkeit mikroelektromechanischer Systeme (MEMS), drahtloser Kommunikation und energiesparender Mikroelektronik ermöglicht Sensorsysteme, die preiswert, intelligent und in Maschinenelemente integrierbar sind [1]. Sensoren sind daher inzwischen selbst komplexe cyberphysische Systeme, an die im industriellen Einsatz hohe Anforderungen hinsichtlich Zuverlässigkeit, Energieverbrauch, Konnektivität gestellt werden. Die immer stärkere Bedeutung von software-implementierten Funktionen bis hin zur Integration Künstlicher Intelligenz führt zudem dazu, dass die Eigenschaften dieser Systeme während des Betriebs veränderlich sind [2].

Daher liegt es nahe, aus Entwicklungsprozessen für mechatronische Systeme [3] und für Datenanalysesysteme [4] ein methodisches Vorgehen abzuleiten, welches eine effiziente und schnelle Entwicklung intelligenter Sensorik ermöglicht. In diesem Beitrag wird eine Methodik insbesondere für die Entwicklung und Validierung von Schwingungssensorsystemen

für das industrielle Condition Monitoring vorgestellt. Diese baut auf einem zuvor entwickelten und erprobten Workflow für die Integration von Künstlicher Intelligenz in die industrielle Datenanalyse auf [5] und erweitert diesen um die notwendigen Schritte zur Integration und Validierung von Sensorkomponenten.

Wesentliche Schritte sind dabei zunächst die Erfassung von Referenzdaten (ground truth) mit Hilfe von hochpräziser Sensorik und die Entwicklung und Erprobung der Datenanalyse zunächst unabhängig von der Zielhardware des intelligenten Sensors. Im Anschluss werden dann in Frage kommende Hardwarelösungen evaluiert, zum einen hinsichtlich der Integration der Datenanalyse, zum anderen hinsichtlich der Erfassung, Wandlung und Vorverarbeitung der Schwingungsdaten.

Das Vorgehen wird anhand eines IoT-Devices für die Zustandsüberwachung in der Reinstwasserversorgung für die Halbleiterfertigung demonstriert. Ziel ist die frühzeitige Erkennung von Schäden an Ventilen durch eine permanente Analyse von Schwingungen. Die einzelnen Schritte, von der Erfassung der Referenzdaten im Rahmen einer Messkampagne, über die Ableitung von Testprogrammen für das Sensorsystem bis zur Erprobung, werden anhand der Ergebnisse durchgeführter Messungen und Tests

dokumentiert. Insgesamt zeigt sich, dass mit Hilfe der Verlagerung von Validierungsschritten in die Laborumgebung teure und zeitaufwändige Tests in der realen Anwendung verkürzt oder eingespart werden, so dass ein Ansatz für das Rapid Prototyping von Zustandsüberwachungssystemen realisiert wird.

### Industrielle Anwendung als Fallbeispiel

Die Aufrechterhaltung eines konstanten Volumenstroms ist für die Reinstwasserversorgung in der Halbleiterindustrie von entscheidender Bedeutung. Ein konstanter Volumenstrom gewährleistet Prozessstabilität, verbessert die Reinigungsleistung, beugt Schäden vor und ermöglicht eine präzise Prozesskontrolle.

Die kontinuierliche Überwachung des Zustands der Ventile spielt eine wesentliche Rolle bei der Sicherstellung eines konstanten Volumenstroms. Sie ermöglicht die frühzeitige Erkennung von Anzeichen von Verschleiß, Leckagen oder Fehlfunktionen, um unerwartete Ausfälle zu vermeiden und die Produktionskontinuität zu gewährleisten.

Obwohl Vibrationssensoren für die Zustandsüberwachung effektiv sein können, stellen sie auch Herausforderungen dar. Die Platzierung der Sensoren, die Festlegung von Basislinien für normale Schwingungsmuster und die Interpretation der Daten erfordern Fachwissen und sorgfältige Planung.

Die Implementierung von Schwingungsüberwachungssystemen ist mit Kosten verbunden, aber die Vorteile in Bezug auf verbesserte Überwachung und reduzierte Ausfallzeiten sind bedeutend. Eine erfolgreiche Bewältigung dieser Herausforderungen erfordert Zusammenarbeit zwischen verschiedenen Interessengruppen und Fachleuten.

In einem konkreten Beispiel arbeiteten Unternehmen wie Coderitter und das Fraunhofer IIS/EAS mit Unterstützung von GlobalFoundries und T-Systems/MMS zusammen, um eine IoT-Lösung zur Zustandsüberwachung zu entwickeln und zu evaluieren.

### IoT System für die Zustandsüberwachung

Das beispielhaft untersuchte Sensor-System „Tribok“ von Coderitter ist ein hochgradig konfigurierbares IoT-Gerät, das als intelligenter Sensor-Hub klassifiziert werden kann und fünf Sensorsteckplätze für verschiedene digitale

und analoge Sensoren bietet (Abb. 1). Das Gerät verwendet austauschbare Slot Connector Boards (SCBs), um verschiedene Sensorschnittstellen zu ermöglichen. Es unterstützt verschiedene Recheneinheiten wie Raspberry Pi und NVIDIA Jetson Nano, die eine einfache Programmierung in Hochsprachen und erweiterte KI-Funktionen ermöglichen.

Die Recheneinheiten bieten typischerweise Kommunikationsschnittstellen wie Ethernet, WiFi und Bluetooth, mit der Möglichkeit zur Erweiterung auf andere wie LoRaWAN, NB IoT, LTE, ModBus, Profibus oder IO-Link durch Systeme wie Raspberry Pi und die SCB-Erweiterung von Tribok.



Abb. 1: Tribok - Prototypisches IoT Sensor-system mit analogen Anschlüssen

### Test und Qualifikation für die Anwendung Engineering V (Quelle):

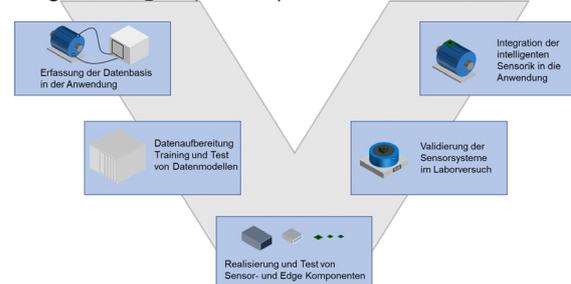


Abb. 2: Entwicklungs- und Validierungsmethode für Condition-Monitoring-Sensorsysteme

A. Einsatz Zielgerichteter Laborgeräte  
Zum Einsatz kommen verschiedene Labormessgeräte, die das hier vorgestellte Untersuchungsspektrum abbilden. Zur Aufzeichnung der Felddaten kommt die mobile SKALI.KIT Messbox (Abb. 3), die zum Testen von KI-Prototypenlösungen im industriellen Umfeld am Fraunhofer IIS/EAS entwickelt wurde. Mit dieser Messbox können

Schwingungen von bis zu 900kHz kontinuierlich über mehrere Tage bis etwa vier Wochen aufgezeichnet und als Rohdaten lokal gespeichert werden. Sie unterstützt unter anderem den Anschluss von bis zu sechs herstellerunabhängigen analogen IEPE Sensoren per BNC Buchsen.

Für die Reproduktion im Labor kommt ein Schwingungserreger („Shaker“) der Firma Spektra zum Einsatz (SE-20T, Abb. 4), der einen breiten Anregungsfrequenzbereich (0-20kHz) mit Amplituden von bis zu 60g bietet. Der Vorteil dieses Shakers ist die Regelschleife, die mittels eines internen Referenzsensors eine hochpräzise Anregung unabhängig von der Masse des Prüflings ermöglicht. Es können sowohl Sinus-, Breitband-, als auch Zeitrohsignale angeregt werden, womit umfänglich Schwingungen in Einsatzbedingungen abgebildet werden können.

Um räumlich hochauflösende Einblicke in das Schwingungsverhalten des Sensorsystems zu erhalten, kommt bei Bedarf ein 3D-Laserdopplervibrometer der Firma Polytec (PSV QTec 3D, Abb. 4) zum Einsatz, welches berührungslos und in einem extrem breiten Frequenz- und Amplitudenbereich jeden optisch erreichbaren Punkt auf dem Prüfling in allen drei Raumrichtungen schwingungstechnisch messen kann. Dies kann besonders hilfreich sein, um die korrekte physikalische Integration eines Sensorelements in ein Gehäuse zu untersuchen. Unerwünschtes Resonanzverhalten von Gehäuseteilen, was die Qualität der Messung beeinträchtigen könnte, kann somit frühzeitig erkannt werden.

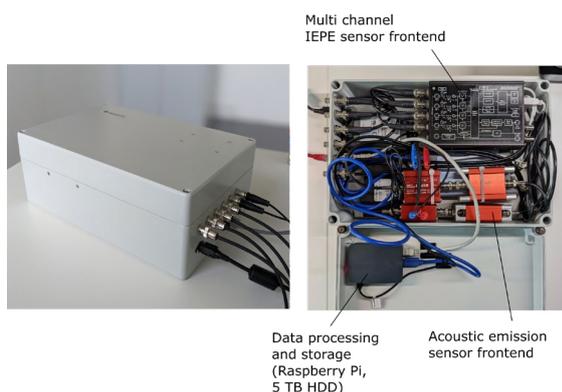


Abb. 3: SKALI.KIT - mobile Messbox des Fraunhofer IIS/EAS



Abb. 4: Shaker und Laservibrometer im Labor des Fraunhofer IIS/EAS

## B. Referenzmessungen

Um einen realistischen Eindruck zu bekommen, welche Umgebungsbedingungen, vor allem Frequenzen und Amplituden am Einsatzort vorherrschen, wurden Messungen an den zu untersuchenden Anlagen mit hochwertiger Referenzmesstechnik durchgeführt. Diese Messungen stellen eine nachhaltige Datenbasis dar, um auch zukünftige Hardware und Software Entwicklungen im Labor durchführen zu können, ohne aufwändige Messkampagnen am Einsatzort wiederholen zu müssen.

Für die Referenzmessung wurden drei Pneumatische Stellventile unterschiedlicher Größe ausgewählt (Abb. 5). An diesen Armaturen wurden die Körperschall-schwingungen an bis zu vier verschiedenen Positionen (Stange, Buchse, Flansch, Gehäuse) für jeweils mindestens eine Woche gemessen. Für die Messung wurden zum einen vier IEPE Beschleunigungs-sensoren von Kistler verwendet, die Frequenzen bis 16kHz mit Amplituden bis 200g erfassen können. Zum anderen kamen zwei Acoustic Emission Sensoren von XXX zum Einsatz, welche den Frequenzbereich bis 80kHz bei Amplituden bis ??g abdecken.

Die Messdaten wurden mit der mobilen Messbox SKALI.KIT aufgezeichnet. Die Messkampagne, bei der sequentiell an insgesamt drei Ventilen bei GlobalFoundries gemessen wurde, dauerte vier Wochen. Insgesamt wurden 6 TByte an Rohdaten aufgezeichnet. Nach Abschluss wurden die Daten mit dem Ziel analysiert, die für die Zustandsüberwachung relevanten Frequenzbereiche und Schwingungsamplituden zu finden und die Anforderungen an die Sensoren und das Edge Device abzuleiten.

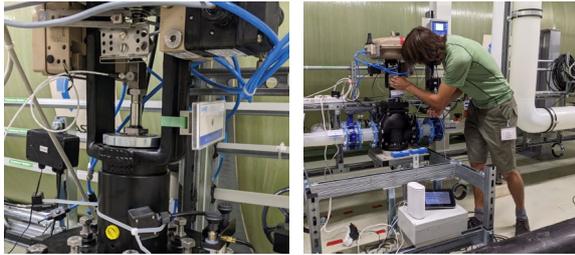


Abb. 5: Applikation der Referenzsensoren an Reinstwasserventilen in der Einsatzumgebung bei GlobalFoundries

### C. Ableitung eines Laborprüfprogramms

Aus den gewonnenen Ground-Truth-Messungen wurden die für das jeweilige Ventilverhalten charakteristischen Schwingungen als Zeitsignalreihen und Frequenzspektren extrahiert, um daraus Ansteuersignale für den Shaker zu erzeugen. Basierend auf den Analyseergebnissen wurden die wichtigsten beitragenden Frequenz- und Amplitudenbereiche identifiziert und ein analoger IEPE-Sensor für den Labortest des Tribok-Systems ausgewählt. Die detaillierte Analyse der Rohmessdaten ergab, dass die wichtigsten Frequenzen selten 10 kHz überschreiten, wenn man langfristige Veränderungen des Signals berücksichtigt. Maximale Amplituden wurden bei 15g beobachtet, so dass der analoge PCB-Sensor des Typs PCB-M603C01 für die Aufgabe als geeignet befunden wurde. Außerdem muss der Betriebsbereich des Schwingerregers berücksichtigt werden, der für diese Aufgabe kein einschränkender Faktor war.

Um das Tribok-System über den gesamten Betriebsbereich des ausgewählten Sensors zu qualifizieren, wurden mehrere Testsequenzen durchgeführt, bei denen die Reaktion des Systems bei einzelnen Sinusfrequenzen sowie bei zufälligem Breitbandrauschen mit unterschiedlichen Amplituden über den gesamten Messbereich aufgezeichnet wurde. Die Frequenzgangfunktion (FRF) wird dann für den gesamten Frequenzbereich sowohl bei großen als auch bei kleinen Amplitude berechnet.

### D. Integration in die Zielanwendung

Der letzte Schritt ist die Integration des Systems in die Zielanwendung. Gemäß dem zyklischen Ansatz sind weitere Iterationen der Systementwicklung möglich. Da in diesem Stadium jedoch ein qualifiziertes Sensorsystem zur Verfügung steht, sind

weitere Ground-Truth-Messungen möglicherweise nicht notwendig, stattdessen können die gewonnenen Sensordaten verwendet werden, um direkt zum nächsten Schritt der Prototypisierung von Datenmodellen überzugehen. Auch weitere Labortests können sinnvoll sein: Verbesserungen am Condition Monitoring System können in der Testumgebung erprobt werden, während eine andere Instanz des Systems bereits im Feld läuft.

### Ergebnisse

Die aufgezeichneten Daten an den pneumatischen Reinstwasserpumpen wurden über den gesamten Messzeitraum analysiert und an einer Reihe von statistischen Kriterien getestet. Im wesentlichen traten Veränderungen des Signals nur sehr sporadisch und im Frequenzbereich von unter 10kHz auf (wo sich auch der Großteil der gemessenen Energie befindet, vgl. Abb. 6 & Abb. 7), sodass die Wahl auf günstige Sensoren mit einem Messbereich bis 10kHz fiel. Auch beim Vergleich der drei unterschiedlich dimensionierten Ventile fielen neben verschiedentlich hohen Amplituden und geringfügig abweichenden Frequenzspektren keine wesentlichen, das Testprogramm betreffenden Unterschiede auf.

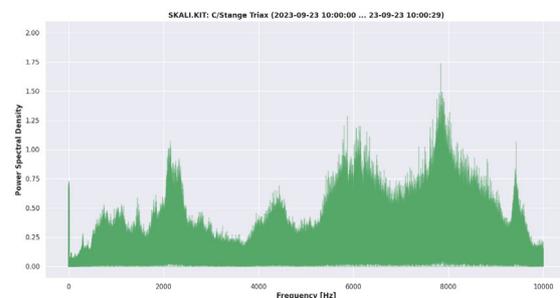


Abb. 6: Leistungsspektrum  $((m/s^2)^2)$  an der Ventilstange, aufgezeichnet mit analogem Beschleunigungsaufnehmer im Bereich 0-10kHz.

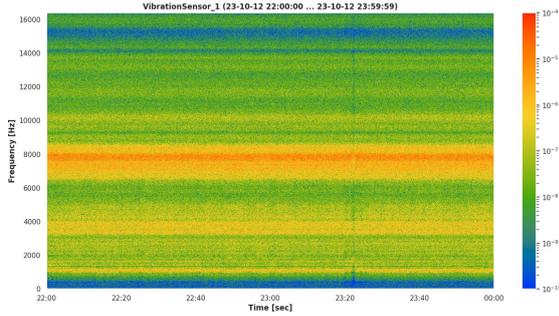


Abb. 7: Spektrogramm eines Vibrationssensors an einem pneumatischen Ventil über 30s im Frequenzbereich 0-16kHz

Aufgrund der Verteilung von Amplituden und Frequenzverhalten der gemessenen Ventile wurde das in Tab. 1 dargestellte Testprogramm abgeleitet. Ziel ist eine komplette Erfassung der Frequenzantwort des Sensorsystems, sowie eine Validierung der Amplituden bei ausgewählten Frequenzen nach dem Stichprobenverfahren. Bei niedrigen Frequenzen war eine Anregung bis zur maximalen Amplitude von 10g nicht möglich aufgrund des eingeschränkten Schwingweges der Armatur (ca. ±10mm).

Tab. 1: Testprogramm nach Frequenz und Amplitude, abgeleitet von Ground-Truth Messungen an der Anlage

| Frequenz (Hz)           | Amplitude (g) |
|-------------------------|---------------|
| 10                      | 0.1           |
| 10                      | 1.0           |
| 50                      | 0.1           |
| 50                      | 1.0           |
| 50                      | 2.0           |
| 100                     | 0.1           |
| 100                     | 1.0           |
| 100                     | 5.0           |
| 500                     | 0.1           |
| 500                     | 1.0           |
| 500                     | 5.0           |
| 1k                      | 0.1           |
| 1k                      | 1.0           |
| 1k                      | 10.0          |
| 5k                      | 0.1           |
| 5k                      | 1.0           |
| 5k                      | 10.0          |
| 8k                      | 0.1           |
| 8k                      | 1.0           |
| 8k                      | 10.0          |
| 10k                     | 0.1           |
| 10k                     | 1.0           |
| 10k                     | 10.0          |
| Noise 10-1k             | 0.1           |
| Noise 10-1k             | 1.0           |
| Noise 500-10k           | 0.1           |
| Noise 500-10k           | 1.0           |
| Noise Recording (0-16k) | 0-10          |

Das aus den Ground-Truth-Daten abgeleitete Testprogramm wurde schrittweise auf dem Shaker reproduziert und somit das Sensorsystem Tribok entlang seiner kompletten Signalkette hinweg angeregt. Die am Sensor aufgezeichneten Daten wurden zunächst in dessen internen Speicher gesammelt und anschließend als CSV-Datei exportiert und mit den aufgezeichneten Referenzdaten des Shakers verglichen bzw. verrechnet. Dabei zeichnete sich ein durchaus differenziertes Ergebnis ab. Während das Verhältnis der Sinusamplituden (Sensor/Anregung) zwar stabil über alle Größenordnungen bleibt, unterschätzen sie die Anregung frequenzabhängig um bis zu 25% (Abb. 8). Deutlich wird dies auch in der breitbandigen Frequenzantwort (Abb. 9), bei der aber noch ein zusätzliches Problem zutage tritt. Jeweils an den oberen Grenzfrequenzen, fällt die Frequenzantwort des Tribok steil ab, was kaum auf eine schlechte physikalische Übertragung bzw. auf vorhandene Filter schließen lässt, da die Sinusanregung bereits validiert wurde (vgl. Abb. 8). Mögliche Ursachen könnten in einer falsch ermittelten Samplingrate des Tribok liegen, die die sichtbare Stauchung des Spektrum erklären würde.

Eine genaue Ermittlung der zugrundeliegenden Sensitivitäten und Samplingraten des Sensorsystems, ggfs. durch Kalibrierung, sowie eine detaillierte Analyse der Signalformen mittels elektronischer Signalgeneratoren würde wahrscheinlich zu einer einfachen (Softwareseitigen) Korrektur der beobachteten Abweichungen beitragen, ohne das Systemdesign maßgeblich zu beeinflussen. Eine erneute Validierung mittels desselben Testprogramms könnte den Entwicklungszyklus abschließen und das System als gehärtet für die Anwendung klassifizieren.

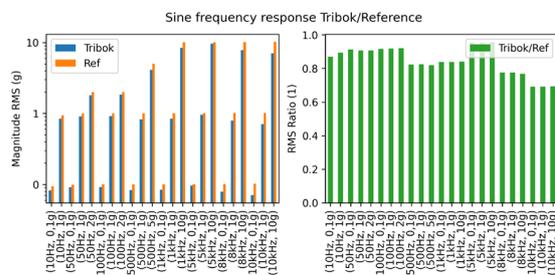


Abb. 8: Amplitudenvergleich bei diskreter Sinusanregung Tribok/Referenzsensor

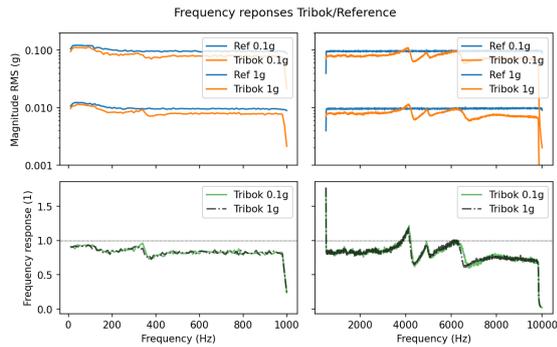


Abb. 9: Frequenzantwortspektrum des Tribok von 0-1kHz und 0.5-10kHz

### Fazit und Ausblick

Durch die Aufzeichnung und Analyse der realen Daten an den Ventilen in der Zielumgebung war es möglich, bereits ein sehr genaues Bild des erforderlichen Leistungsspektrums der Zielhardware zu bekommen mit Bezug auf Bandbreite, Amplituden und Sensitivitäten. Gleichsam ist durch die Instrumentierung mehrerer verschiedener Positionen an den Ventilen eine nützliche Datenbasis entstanden, die die spätere Montage des Prototypen erheblich erleichtert. Darüber hinaus können die aufgezeichneten Daten jederzeit verwendet werden, um weitere Designänderungen des Prototypen im Labor zu unterstützen, ohne erneut in die Einsatzumgebung eingreifen zu müssen. Das erleichtert und beschleunigt weitere Iterationen deutlich.

Die Auswahl der Hardware erfolgte datenbasiert und transparent, was eine Anpassung auf andere Szenarien und Anlagen erleichtert, da ein klares Vorgehen dokumentiert ist und theoretisch auch von weniger geschultem Personal durchgeführt werden könnte.

Möglicherweise können die Daten direkt oder indirekt dazu verwendet werden, Algorithmen und Anwendungen des maschinellen Lernens zu entwickeln. Nach entsprechender Aufbereitung könnten vorläufige Modelle trainiert werden, die auf der implementierten Hardware in der Einsatzumgebung direkt integriert werden können, ohne physisch in den Aufbau eingreifen zu müssen. Es ist das Ziel des Projektes, diese Möglichkeiten zu bewerten und zu erproben.

Der Energieverbrauch der entwickelten Lösung soll ebenfalls untersucht werden, um gegebenenfalls Probleme und potentielle Lösungswege offenzulegen. Vor allem die Datenvorverarbeitung und Kommunikations-

schnittstellen sollen hier größeren Fokus erlangen.

Zusätzlich wird es Verbesserungen bei der Generation der Testprogramme geben. Diese sollen adaptiv und teilautomatisiert aus den Referenzdaten erstellt werden, um effektive und repräsentative Testsignale für die Entwicklung adaptiver Systeme zu erzeugen.

### Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei Global Foundries für die Unterstützung der Arbeit.

Die vorliegende Arbeit wurde teilweise finanziert vom Freistaat Sachsen innerhalb des Anwendungs- und Testzentrums für Künstliche Intelligenz.

### Literaturnachweise

- [1] Beyer, V., Mayer, D., Haiduk, F. et. al.: Structural Integration of Smart Sensors for the Industrial Internet of Things, 10<sup>th</sup> MikroSystemTechnik Congress 2023, Dresden, 25.10.2023
- [2] Ren, H.; Anicic, D.; Runkler, T. A. TinyOL: TinyML with Online-Learning on Microcontrollers. In 2021 International Joint Conference on Neural Networks (IJCNN); 2021; pp 1–8.
- [3] N.N.: VDI/VDE 2206:2021-11 Entwicklung mechatronischer und cyberphysischer Systeme, 2021.
- [4] Wirth, R.; Hipp, J.: CRISP-DM: Towards a standard process model for data mining. Proceedings of the 4th international conference on the practical applications of knowledge discovery and data mining, 2000.
- [5] Schneider, A; Gowri, A. B., Enge-Rosenblatt, O.: Systematische Erfassung und Analyse von Schwingungsdaten für industrielle Anwendungen mit Hilfe von KI-Workflows. 4. VDI-Fachtagung "Schwingungen 2023", Würzburg, 27.-28. November 2023, 319ff.

# Differentiation of Humans and Robots with Thermal Images and Convolutional Neural Networks for Human-Robot Collaboration

*Sinan Süme<sup>1</sup>, Katrin-Misel Ponomarjova<sup>1</sup>, Thomas M. Wendt<sup>1</sup>, Stefan J. Rupitsch<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Offenburg University of Applied Sciences, Work-Life Robotics Institute, 77652 Offenburg, Germany

<sup>2</sup>University of Freiburg, IMTEK - Department of Microsystems Engineering, 79110 Freiburg, Germany

## Abstract

This paper introduces the use of convolutional neural networks to detect and classify humans and robots in Human-Robot Collaboration workspaces based on their thermal radiation power. The measurement setup includes an infrared camera, two cobots and up to two persons walking or interacting with the cobots in industrial settings. The chosen architectures are the YOLOv5 and YOLOv8 in different model sizes. The results are promising, showing real-time object detection in industrial settings with up to 303 fps with the YOLOv8n model. YOLOv5m achieves the best mAP50 result at 99.2% and the YOLOv5m achieves the best mAP50-95 at 85.8%.

**Keywords:** Real-time object detection, Human-Robot Collaboration, Human-Robot Differentiation

## Introduction

As collaborative robots (cobots) become more prevalent in production, it is expected that humans and robots will be able to work together without compromising efficiency or safety [1]. The ISO/TS 15066 describes four types of safe collaborations between robots and humans [2]. The focus of this research is on speed and separation monitoring and the safety-rated monitored stop. Another emerging trend is the use of autonomous mobile robots (AMR) with potentially mounted cobots for dynamic and collaborative workspaces. Some of the challenges in the use of AMRs are dynamic obstacle avoidance and autonomous navigation and path planning [3]. Differentiating between humans and robots can lead to increased safety and efficiency in collaborative, dynamic and smart workplaces. Robots must slow down or stop in a dangerous situation when humans are approaching. In the case of approaching AMR, Automated Guided Vehicle or another robot in multi-robot applications, there is, however, no need to slow down or even stop. Consequently, it is important to know the features of a human so a distinction between a robot, a human or other objects is possible. This contribution deals with the possibilities of the detecting humans and cobots in collaborative workspaces with Convolutional Neural Networks (CNN) based on their thermal radiation power.

## Related Work and Motivation

Fraden [5] gives an overview of methods to detect human presence. One promising approach is to measure the thermal radiation of humans. Earlier work [4] proved that infrared sensors with low resolution (32 x 32 px) are capable of detecting a human in infrared images with the use of the CNN GoogLeNet and MobileNetV2 with up to 99.48% accuracy. Interfering heat sources were not considered which can lead to distortions in human detection results.

## Materials and Methods

In order to capture environmental information regarding thermal radiation, an infrared sensor or camera is required. The camera used to collect the data and detect the presence of cobots and humans is the FLIR-Camera T440. The features of the infrared camera are presented in Tab. 1. Training and testing of the utilized CNN was performed on Windows 10. The computer has a 10-core CPU, 64 GB of main memory and an Nvidia RTX3080 with an integrated GPU memory of 12 GB. The focus of the detection algorithm will be on the YOLO architectures. The YOLO architectures deliver the best overall results in accuracy and inference speed [6].

The proposed detectors are the YOLOv5 and YOLOv8 architectures, which are single-stage object detection algorithms, intended for real-time applications.

The model sizes of the networks chosen for comparison are the between nano (n), small (s), and medium (m) size of both YOLO versions. Real-time applications have to consider the tradeoff between higher accuracy rate of larger architectures and faster processing with smaller architectures [7]. Instead of pretrained models on a dataset, we took default YOLO parameters. The training itself lasted 50 epochs. The dropout as well as the erase function were set to 80%, to prevent overfitting. A fixed seed allows to compare the test results across the models.

Table 1: List of features of the T440-Camera.

| Features                     | Value        |
|------------------------------|--------------|
| Frame rate                   | 60 Hz        |
| Resolution                   | 320 x 240 px |
| Field of view                | 25° x 19°    |
| Thermal sensitivity at 30° C | 0.045 °C     |
| Spectral range               | 7.5 - 13 μm  |

### Measurement Setup

As shown in Fig. 1, the infrared camera was placed at a distance of 10 m. This enables to capture a wide range of different interactions between the humans and cobots.

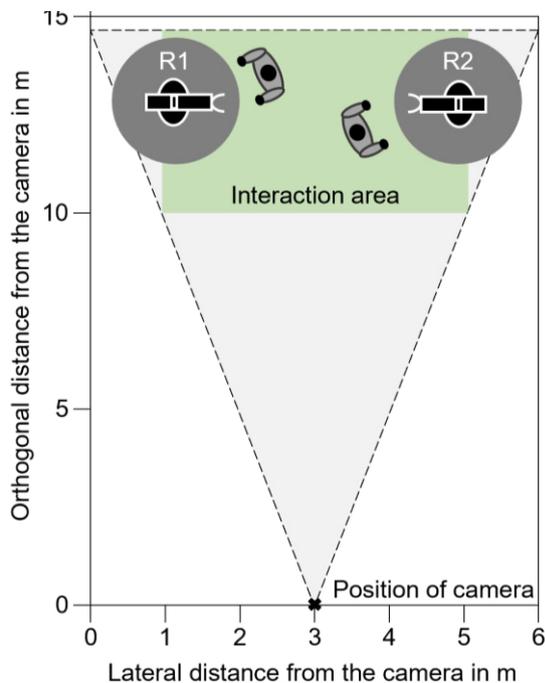


Figure 1: Illustration of the measurement setup with two humans in the interaction area.

The interaction area has a length of 4.5 m and a width of 4 m. The experimental setup includes two cobots and up to two humans in one image. The cobots used in the setup are the KUKA LBR iiwa 7 (R2) and the KUKA LBR

iiwa 14 (R1). Both KUKA models differ in size, payload and the R2 has the handguiding functionality. Handguiding enables manipulating the cobot by applying force to the flanch of the cobot. In this research, we exploited the handguiding function to simulate the interaction between the human and the cobot, as shown in Fig. 2. The data contains different scenarios, which includes a person walking in the interaction area, two persons walking and interacting differently with the cobots and handguiding the R2. While moving, the persons can leave the scene in lateral directions, to create partially visible body parts or occluded images of persons or cobots. The cobots were moving while the persons were walking. The environment temperature during the measurement was between 21.5 °C and 22.9 °C. The humidity was 37% and the ambient lighting in the interaction area was between 908 lx and 1381 lx.



Figure 2: Infrared image in industrial settings with two cobots, moving human (left) and human cobot interacting (right).

### Data Preprocess

The first step of data preprocessing was to convert the video-stream based on the temperature value into grayscale. The procedure of generating grayscale images from colored images decreases the information to process for the model, which can lead to faster training and prediction times. The transformation into grayscale should be considered only, if the colorization is irrelevant for the classification [8]. In this case, the use of the radiation power for the detection does not differ between the classes or contribute to the differentiation between cobots and persons in a specific way. The frames of the infrared video stream were extracted.

One frame was extracted every second of the video stream with a Python script, which led to a total sum of 3083 images. The images were labeled with the classes “person” and “robot” and split randomly into 70% training, 20% validation and 10% test data as shown in Tab. 2. Data augmentation methods like cropping up to 30%, blurring up to 4.5 px and adding noise with up to 1.9 px were employed. These methods quadrupled the number of the training data to 4536 images and helps preventing overfitting. The datasets were resized before employing the model from the original resolution from the FLIR camera to 640 x 640 px to save processing time.

Table 2. Distribution of the dataset into training validation and test sets.

| Data split   | No. images  | No. images after data augmentation |
|--------------|-------------|------------------------------------|
| Train        | 1134        | 4536                               |
| Validation   | 1300        | 1300                               |
| Test         | 649         | 649                                |
| <b>Total</b> | <b>3083</b> | <b>6485</b>                        |

### Metrics

The metrics in this paper are precision, recall, average precision (AP) and mean average precision ( $mAP$ ) to evaluate the accuracy of the models on the test data. The precision  $P$  can be calculated by (1) and the recall  $R$  by (2).  $P$  is the capability of a model to identify the relevant object and determines the percentage on correct positive predictions.  $R$  defines the percentage of correct predictions based on all ground truths. The confidence-threshold value defines the number of predictions the model makes. A higher threshold leads to less predictions and so the model tends to have a higher  $P$  value, while the  $R$  value tends to decrease and vice versa [9].

$$P = \frac{True_{pos}}{True_{pos} + False_{pos}} \quad (1)$$

$$R = \frac{True_{pos}}{True_{pos} + False_{neg}} \quad (2)$$

The metric of the intersection over union ( $IOU$ ) allows to determine when a prediction of a bounding box is correct. The  $IOU$  overlays the predicted bounding box  $B_p$  on the ground truth bounding box  $B_{gt}$  and divides the intersection area by the area of both boxes, as shown in

$$IOU = \frac{area(B_p \cap B_{gt})}{area(B_p \cup B_{gt})} \quad (3)$$

If the value is above a certain threshold, then the prediction will be defined as true positive. So the given threshold to define whether a prediction is correct or not has to be stated [9]. The mean average precision ( $mAP$ ) is used to describe the average precision over all classes as in (4), while  $N$  describes the number of classes and  $AP_i$  is the average precision of the  $i$ -th class[9]. For example, the  $mAP_{50}$  is the AP of all classes at an  $IOU$  of 50, while the  $mAP_{50-95}$  varies the threshold of  $IOU$  between 50 and 95 in incremental 5% steps.

$$mAP = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N AP_i \quad (4)$$

The evaluation of the real-time capability combines the pre-processing ( $proc_{pre}$ ), inference and post-processing ( $proc_{post}$ ) time and will be calculated for each model with the test dataset in  $FPS$  (frames per second), as shown in

$$FPS = \frac{1000}{proc_{pre} + inference + proc_{post}} \quad (5)$$

### Results

The trained models have been deployed on the unseen test dataset to make predictions and the results are available in Tab. 3. Fig. 3 illustrates the prediction of the YOLOv5n. YOLOv5n has the best  $P$  value with 98.8%. The best  $R$  value is achieved by the YOLOv5m with 97.4%. The highest  $mAP_{50}$  value is 99.2% accomplished by the YOLOv5m and YOLOv8s. As for  $mAP_{50-95}$ , the medium size models achieve the highest value, where the YOLOv5m (85.8%) is slightly higher as the YOLOv8m (85.6%). As for  $FPS$ , the lowest result was reached by YOLOv8m with 117.6 fps. The highest result was achieved by YOLO8n with 303 fps.

### Discussion

The YOLOv5 and the YOLOv8 architectures show similar results, with high values for all metrics. We applied various augmentation methods, dropout, and erasing techniques during training to avoid overfitting. The high performance can mainly be attributed to the model's ability to differentiate between the distinct features of humans and robots based on their infrared radiation intensity. The difference between the results of these architectures is mainly in the frames predicted per second. YOLOv8n surpassed all other architectures, while the larger models showed reduced  $FPS$ .

Table 3: Results of the different architectures and models on the test dataset.

| Model    | P     | R     | mAP50: All | AP50: Robot | AP50: Person | mAP 50-95: All | AP 50-95: Robot | AP 50-95: Person | FPS   |
|----------|-------|-------|------------|-------------|--------------|----------------|-----------------|------------------|-------|
| YOLO v5n | 0.988 | 0.956 | 0.991      | 0.993       | 0.99         | 0.839          | 0.836           | 0.841            | 217.4 |
| YOLO v5s | 0.982 | 0.945 | 0.987      | 0.993       | 0.981        | 0.849          | 0.858           | 0.84             | 232.6 |
| YOLO v5m | 0.984 | 0.974 | 0.992      | 0.993       | 0.991        | 0.858          | 0.857           | 0.859            | 144.9 |
| YOLO v8n | 0.975 | 0.965 | 0.989      | 0.992       | 0.986        | 0.848          | 0.84            | 0.855            | 303.0 |
| YOLO v8s | 0.971 | 0.969 | 0.992      | 0.993       | 0.99         | 0.848          | 0.854           | 0.843            | 222.2 |
| YOLO v8m | 0.982 | 0.972 | 0.991      | 0.99        | 0.993        | 0.856          | 0.847           | 0.866            | 117.6 |



Figure 3: Results of the prediction with the YOLOv5n model, detecting occluded person and interacting person and both robots in different poses.

### Conclusion and Future Work

The paper's approach to differentiate between human and robots in a collaborative workspace based on the infrared radiation intensity delivers promising results. These initial explorative results provide a foundation for a more general differentiation in industrial settings. The dataset could be further enhanced by collecting more frames from various camera angles and heights. Some scenes were more complicated for the model to predict, such as where one person is positioned behind another, as shown in Fig. 4. This can be prevented by using two or more cameras at different angles. More data can be collected including individuals wearing hard hats, safety shoes, and safety glasses could enhance the model's ability to specialize in

industrial environments. Recordings can be made at different temperature ranges and at different ambient temperatures. After some additional refinement, it could be conceivable to implement such a model in real-time detection tasks in industrial environments.

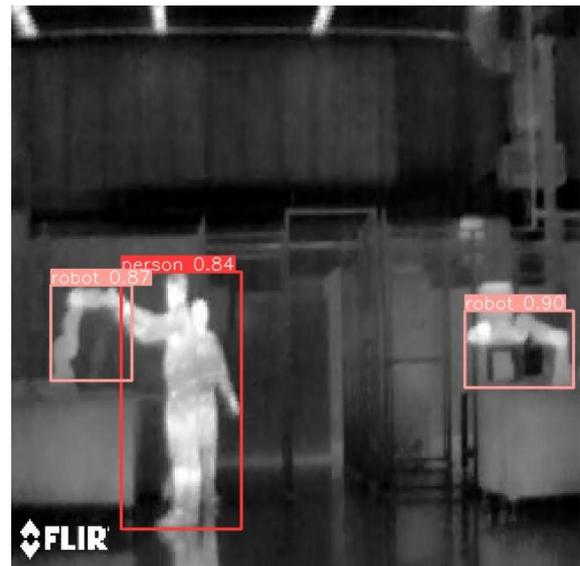


Figure 4: Results of the prediction with the YOLOv5n model, wrongly detecting one person and not two due to occlusion of the second person.

### Literature

- [1] S. Proia, R. Carli, G. Cavone, and M. Dotoli, "Control Techniques for Safe, Ergonomic, and Efficient Human-Robot Collaboration in the Digital Industry: A Survey," *IEEE Trans. Automat. Sci. Eng.*, vol. 19, no. 3, pp. 1798–1819, Jul. 2022, doi:10.1109/TASE.2021.3131011.
- [2] International Organization for Standardization, "ISO/TS 15066: Robots and robotic devices - collaborative robots." Geneva, Switzerland, 2016.

- [3] M. B. Alatise and G. P. Hancke, "A Review on Challenges of Autonomous Mobile Robot and Sensor Fusion Methods," *IEEE Access*, vol. 8, pp. 39830–39846, 2020, doi: 10.1109/ACCESS.2020.2975643.
- [4] U. B. Himmelsbach, S. Süme, and T. M. Wendt, "Classification of Thermal Images for Human-Machine Differentiation in Human-Robot Collaboration Using Convolutional Neural Networks," in *2023 20th International Conference on Ubiquitous Robots (UR)*, Honolulu, HI, USA: IEEE, Jun. 2023, pp. 730–734. doi: 10.1109/UR57808.2023.10202384.
- [5] J. Fraden, *Handbook of Modern Sensors: Physics, Designs, and Applications*. Cham: Springer International Publishing, 2016. doi: 10.1007/978-3-319-19303-8.
- [6] S. Srivastava, A. V. Divekar, C. Anilkumar, I. Naik, V. Kulkarni, and V. Pattabiraman, "Comparative analysis of deep learning image detection algorithms," *J Big Data*, vol. 8, no. 1, p. 66, Dec. 2021, doi: 10.1186/s40537-021-00434-w.
- [7] C. Li *et al.*, "YOLOv6 v3.0: A Full-Scale Reloading." arXiv, Jan. 13, 2023. Accessed: Apr. 15, 2024. [Online]. Available: <http://arxiv.org/abs/2301.05586>
- [8] Y. Xie and D. Richmond, "Pre-training on Grayscale ImageNet Improves Medical Image Classification," in *Computer Vision – ECCV 2018 Workshops*, L. Leal-Taixé and S. Roth, Eds., Cham: Springer International Publishing, 2019, pp. 476–484. doi: 10.1007/978-3-030-11024-6\_37.
- [9] R. Padilla, S. L. Netto, and E. A. B. Da Silva, "A Survey on Performance Metrics for Object-Detection Algorithms," in *2020 International Conference on Systems, Signals and Image Processing (IWSSIP)*, Niterói, Brazil: IEEE, Jul. 2020, pp. 237–242. doi:10.1109/IWSSIP48289.2020.9145130.

# Deep Neural Network Repräsentation für interpretierbare Machine Learning Algorithmen: Eine Methode zur effizienten Hardware-Beschleunigung

*Julian Schauer, Payman Goodarzi, Andreas Schütze, Tizian Schneider*  
 Lehrstuhl für Messtechnik, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, Deutschland  
 +49 682 -302 4674, (j.schauer), (p.goodarzi), (schuetze), (t.schneider)@imt.uni-saarland.de

## Zusammenfassung

Algorithmen für Deep Learning und maschinelles Lernen haben bei verschiedenen Aufgaben, von Bilderkennung und Spracherkennung bis hin zu Zustandsüberwachung und vorausschauender Wartung, gute Ergebnisse erzielt. Allerdings treffen die meisten Algorithmen des Deep Learning keine einfach nachvollziehbaren Entscheidungen. Dadurch haben interpretierbare ML-Algorithmen, auf Basis von Merkmalsextraktion und -selektion, an Aufmerksamkeit gewonnen. Da Hardware-Beschleuniger jedoch häufig ausschließlich neuronale Netze unterstützen, resultiert dies auf Edge-Hardware in einer ineffizienten Implementierung anderer, interpretierbarer Algorithmen und beschränkt den Einsatz dieser Algorithmen. Diese Veröffentlichung präsentiert daher eine Methode, um trainierte Machine Learning Algorithmen als Deep Neural Networks darzustellen, sodass eine Inferenz auf effizienter Edge Hardware für smarte Sensorensysteme ermöglicht wird. Die Methode bricht die interpretierbaren Algorithmen auf ihre grundlegenden mathematischen Operationen herunter, um diese durch Schichten neuronaler Netze darzustellen. Die Methodik wird in der Veröffentlichung im Detail beschrieben, anhand von mehreren Beispielalgorithmen angewandt und auf einer Neural Processing Unit demonstriert.

**Keywords:** Edge Computing, Smart Sensors, Machine Learning, Deep Neural Networks

## I. Einführung

In den letzten Jahren ist die Zahl der auf maschinellem Lernen (ML) basierenden Anwendungen im industriellen Umfeld insbesondere für Aufgaben wie vorausschauende Wartung [1] und intelligente Zustandsüberwachung [2] gestiegen. Die ML-Methoden und Algorithmen versuchen bevorstehende Ausfälle der überwachten Maschine vorherzusagen, wodurch der Betreiber frühzeitig reagieren kann. Die Einführung der automatisierten Überwachung und der vorausschauenden Wartung von Industrieanlagen senkt Personal- und Wartungskosten und reduziert die Ausfallzeiten der Anlagen [3]. Für die Verarbeitung und die Analyse der an der Maschine entstehenden Prozessdaten mittels ML, müssen diese in der Regel an leistungsstarke Instanzen (z. B. Server) weitergeleitet werden. Smarte Sensoren [4] können diesen energie- und bandbreiten-intensiven Schritt umgehen. Dazu führen die Sensoren, die Signalverarbeitung bis hin zur vollständiger Inferenz von ML-Modellen direkt am Sensor durch [4]. Die dabei eingesetzten Hardwarebeschleuniger

weisen Einschränkungen bezüglich Rechenleistung und Speicherkapazität auf, welche beim Einsatz von ML-Methoden kritisch zu betrachten sind. In mehreren bereits veröffentlichten Artikeln wird die Verwendung von begrenzter Edge Hardware, im Hinblick auf die Anwendung von ML-Methoden bewertet [4, 5]. Weiterhin erfordert der Einsatz dieser Beschleuniger umfangreiche, auf Hardware und ML-Algorithmen abgestimmte Softwareframeworks, die typischerweise nur für neuronale Netze verfügbar sind.

Gerade im Bereich der vorausschauenden Wartung und der intelligenten Zustandsüberwachung, haben sich interpretierbare ML-Methoden bewährt [6, 7], die aus Merkmalsextraktion (ME), Merkmalsselektion (MS) und einem Klassifikator/Regressor (KR) bestehen [8]. Die Auto ML-Toolbox der Universität des Saarlandes [9] bietet eine große Auswahl dieser Methoden. Die Algorithmen bieten durch ihre Linearität und Einfachheit eine inhärente Interpretierbarkeit ihrer Modelle und Entscheidungen.

Im Gegensatz dazu stehen komplexe neuronale Netze (NN), die besonders beim Erkennen von nicht-linearen Zusammenhängen zwischen Signalmustern und Zielgröße gute Ergebnisse erzielen [10]. Diese Eigenschaft kann aber zum Einsatz von NN als „Blackbox-Systeme“ [11] führen. Dadurch liefert das NN keine interpretierbare Lösung für das anstehende Problem. Gleichzeitig ist die Verfügbarkeit spezialisierter und optimierter Hardware ein großer Vorteil der NN. Das vereinfacht die Implementierung auf Edge Hardware oder smarten Sensoren im Vergleich zu den interpretierbaren ML-Algorithmen erheblich.

In früheren Arbeiten wurden Teile von interpretierbaren ML-Algorithmen als Matrix-multiplikation dargestellt oder eine aufwändige, Hardware spezialisierte Implementierung von Datenverarbeitungsalgorithmen gezeigt, um die Methoden auf optimierter Hardware zu beschleunigen [11, 12]. Diese Ansätze resultieren in einem aufwändigen und hardware-spezifischen Programmieren von Teil Algorithmen einer Signalverarbeitungskette. Um die Inferenz eines interpretierbaren ML-Algorithmus auf optimierter Hardware auszuführen, wird in dieser Arbeit eine Methode vorgestellt, einen vollständig trainierten interpretierbaren ML-Algorithmus als NN mit statischen Gewichten und Parametern darzustellen. Die Darstellung basiert auf der Zerlegung der interpretierbaren ML-Algorithmen in die grundlegenden mathematischen Operationen und die anschließende Repräsentation durch NN-Schichten. Dadurch werden die Vorteile von physikalisch verständlichen

Algorithmen der interpretierbaren Methoden und die beschleunigte und effiziente Hardwareimplementierung der NN kombiniert.

Der Rest der Arbeit ist wie folgt aufgebaut: Der erste Abschnitt beschreibt den Ablauf der Entwicklung der Algorithmen basierend auf der Open-Source ML-Toolbox, über das Training und die Validierung, bis hin zur Implementierung auf effizienter Edge Hardware, siehe Abb. 1. In Abschnitt 3 wird die zugrundeliegende Methode der NN-Repräsentation der trainierten ML-Algorithmen im Detail beschrieben. Abschnitt 4 zeigt die Ergebnisse der vorgestellten Methode anhand von Teilen der Open-Source ML-Toolbox. In den letzten beiden Abschnitten werden die Ergebnisse diskutiert und ein Ausblick auf zukünftige Arbeiten gegeben.

## II. Methoden

Die verwendete automatisierte ML-Toolbox besteht aus mehreren, sich gegenseitig ergänzenden und interpretierbaren ML-Algorithmen für Merkmalsextraktion, Merkmalsselektion und Klassifikation/Regression. diese werden automatisiert verglichen, um den besten Algorithmus für das jeweilige Lernproblem auszuwählen. Das resultierende Modell kann anschließend interpretiert werden [14]. Der in Abb. 1 dargestellte Arbeitsablauf beschreibt die drei Hauptschritte der Implementierung eines interpretierbaren ML-Algorithmus auf Edge-Hardware, die chronologisch ausgeführt werden müssen. Diese drei Schritte sind das Training mit Modellauswahl, die Umwandlung des trainierten Modells in ein DNN und die Inferenz des

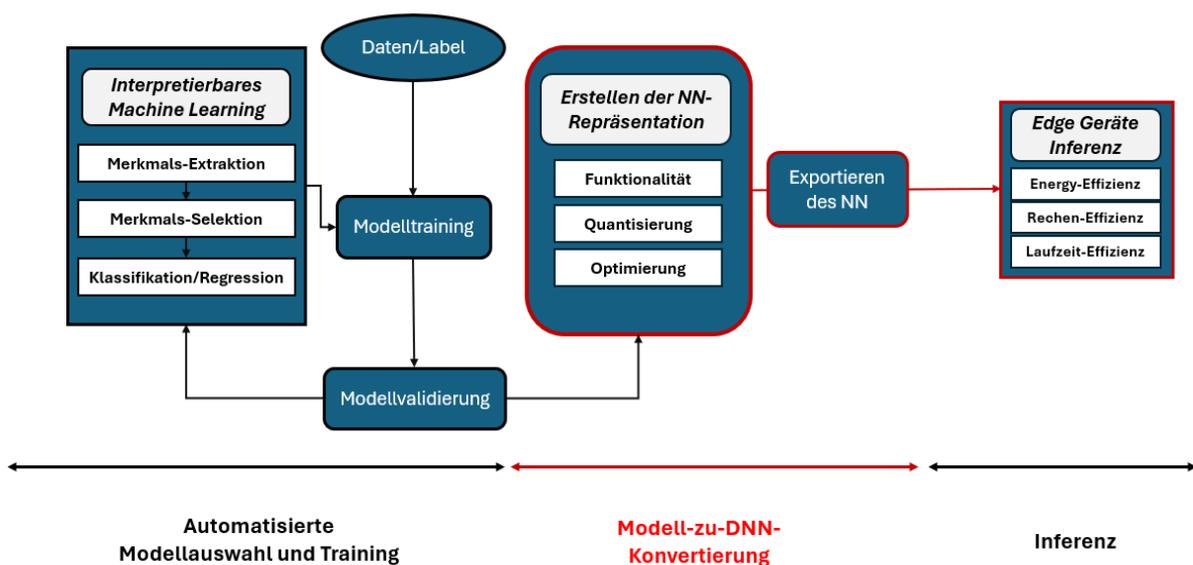


Abb. 1: Ablaufplan der automatisierten Modellauswahl, der Konvertierung des Modells und der Hardware-Inferenz

exportierten Modells auf optimierter Hardware. Außerdem wird kurz auf die typischerweise verfügbaren Daten eingegangen

#### a) **Automatisierte Modellauswahl und Training**

Der erste Schritt sind die Auswahl und das Training eines interpretierbaren ML-Algorithmus für den gewünschten Anwendungsfall. Die zugrunde liegende ML-Toolbox bietet verschiedene MESK/R-Algorithmen, um einen geeigneten Algorithmus für verschiedene ML-Probleme zu finden. Die Open-Source ML-Toolbox kann diesen Schritt automatisch und ohne Benutzer Eingriff durchführen. Die Toolbox validiert sich gegenseitig ergänzende Algorithmen und macht dann eine Aussage über die Qualität des MESK/R-Modells.

#### b) **Modell-zu-DNN-Konvertierung**

Nachdem ein geeignetes Modell gefunden wurde, muss das trainierte interpretierbare ML-Modell als DNN abgebildet werden. Dieser Schritt ist das Hauptaugenmerk dieser Veröffentlichung. Die Methode des Mappings, insbesondere die Wiederverwendung der Funktionalität, wird in Abschnitt 3 detailliert beschrieben. Der Ansatz besteht darin, ein trainiertes, interpretierbares ML-Modell als eine chronologische Ausführung von mathematischen Operationen zu begreifen, die dann mit DNN-Schichten dargestellt werden. Nachdem das Modell trainiert ist, kann eine statische Funktion die Berechnung der Ausgabe beschreiben.

#### c) **Inferenz**

Nach erfolgreicher Generierung der DNN-Darstellung des interpretierbaren ML-Algorithmus kann das DNN auf optimierter Edge-Hardware ausgeführt werden. Das Hauptaugenmerk bei der Optimierung liegt auf der Inferenz. Der Einsatz eines ML-Modells führt zu einem statischen Modell, das aus den Eingabedaten Vorhersagen trifft. Dieses kann mit Hilfe gängiger Frameworks für die Hardwarebeschleunigung neuronaler Netze genutzt werden. Die Verwendung dieses Arbeitsablaufs führt einerseits zur Ausführung auf optimierter Hardware und bietet andererseits Laufzeit- und Energievorteile bei jeder nachfolgenden Algorithmus-Inferenz und erfordert keine aufwendige Anpassung des Software-Frameworks zur Hardwarebeschleunigung.

#### d) **Daten**

Die MESK/R-Modelle werden in der Regel auf Zeitreihendaten von verschiedenen Sensoren trainiert. Als Beispiel für einen Anwendungsfall der Zustandsüberwachung werden die Modelle

exemplarisch auf dem Datensatz eines Hydrauliksystems trainiert [15]. Ziel ist die Überwachung des Ventilschaltverhaltens eines hydraulischen Prüfstandes auf Grundlage eines Drucksensors (Im Datensatz als PS1 bezeichnet). Während des 60 s langen Arbeitszyklus der Maschine wird der Drucksensor mit einer Frequenz von 100 Hz abgetastet. Die Zielgröße zeigt vier Zustände des Ventils an (100%: optimales Schalten, 90%: geringe Verzögerung, 80%: starke Verzögerung und 73%: nahe am Totalausfall). Dieser Datensatz kann ein Klassifikations- und Regressionsproblem darstellen.

### III. **UMWANDLUNG VON MODELLEN**

Die Umwandlung eines MESK/R-Modells in ein DNN erfordert ein tiefgreifendes Verständnis der Funktionalität und der Bausteine der Ausgangsalgorithmen. Die Abbildung des Algorithmus erfordert die Aufschlüsselung des Algorithmus in die grundlegenden mathematischen Operationen. Der zugrundeliegende mathematische Prozess eines interpretierbaren ML-Algorithmus kann als eine chronologische Ausführung von mathematisch basierten Operationen gesehen werden. Bei diesen Operationen handelt es sich hauptsächlich um Matrixmultiplikation, Vektoradditionen oder -subtraktionen, Divisionen, Quadratwurzelberechnungen oder FIR-Filterungsoperationen. Wie der zugrundeliegende interpretierbare ML-Algorithmus kann auch ein statisches DNN als eine chronologische Ausführung von verschiedenen Schichten betrachtet werden. Mit diesem Wissen und dem grundlegenden Verständnis des Algorithmus und der DNNs kann der trainierte interpretierbare ML-Algorithmus also mit minimalem Programmieraufwand in ein hardwarebeschleunigt ausführbares Format umgewandelt werden. Im folgenden Abschnitt wird die MESK/R-Verarbeitungskette der ML-Toolbox kurz beschrieben. Außerdem werden die wichtigsten Operationen erläutert, die nicht auf diesen speziellen Anwendungsfall beschränkt sind.

#### a) **Interpretierbarer ML-Algorithmus**

Die zugrunde liegende ML-Toolbox unterteilt die interpretierbaren Algorithmen in drei grundlegende Verarbeitungsschritte. Die Ergebnisse eines jeden Verarbeitungsschritts kann analysiert werden. Dies ermöglicht es dem Benutzer, die Ergebnisse für jeden Schritt nachzuvollziehen und den Algorithmus interpretierbar zu machen. Eine Auflistung der verfügbaren MESK/R Algorithmen ist in Tab. 1 zu sehen. Ein interpretierbares ML-Modell besteht aus:

- **Merkmals-Extraktion (ME):** Die ME-Algorithmen reduzieren die Dimensionalität der Eingangsdaten, indem sie die Daten mit

Hilfe physikalisch interpretierbarer extrahierter Merkmale darstellen. Jeder ME-Algorithmus stellt die Eingabedaten in verschiedenen Merkmalen dar. Die Reduktion der Repräsentation und der Eingabedaten ist ein Kompromiss zwischen Genauigkeit und geringer Anzahl von Merkmalen.

- **Merkmals-Selektion (MS):** Im Gegensatz zur ME ist die MS ein überwachter, trainierbarer Teil des MESK/R -Workflows. Die MS versucht, die wichtigsten Merkmale auszuwählen, die durch die zuvor durchgeführte ME berechnet wurden. Nur die wesentlichen Merkmale mit dem größten Informationsgehalt werden selektiert, um eine Überanpassung zu vermeiden.

**Klassifikation/Regression (K/R):** Das letzte Element der MESK/R -Pipeline ist ein Klassifizierungs- oder Regressionsalgorithmus, der die Ausgabe des MESK/R berechnet und ebenfalls ein überwachtes trainiertes Workflow-Element ist. Klassifikatoren versuchen, die gegebene Eingabe mit einer minimalen Fehlerquote auf die gewünschte diskrete Ausgabe abzubilden. Im Gegensatz dazu sagt eine Regression kontinuierliche Werte als Ausgabe voraus.

Ein weiterer Vorteil der MESK/R-Toolbox ist die adaptive Kombination von Algorithmen in Abhängigkeit von den Anwendungsfällen. Die große Auswahl an verschiedenen, sich gegenseitig ergänzenden MESK/R-Algorithmen ermöglicht die Erstellung geeigneter ML-Modelle für unterschiedliche Condition-Monitoring-Probleme.

Tab. 1: Als neuronales Netzwerk implementierte Methoden der ML-Toolbox

| Merkmals-Extraktion       |  |
|---------------------------|--|
| ALA                       | Adaptive Linear Approximation [16]   |
| BDW                       | Best Daubechies Wavelets [17]  |
| PCA                       | Hauptkomponentenanalyse [18]   |
| StatMom                   | Statistische Momente [14]  |
| Merkmals-Selektion        |  |
| Pearson                   | Pearson Korrelationskoeffizient [19]   |
| RELIEFF                   | RELIEFF [20]   |
| RFESVM                    | Recursive Feature Elimination Support Vector Machines [21]                   |
| Spearman                  | Spearman Korrelationskoeffizient [22]  |
| Klassifikation/Regression |  |
| LDA-Mahal-Klassifikator   | Lineare Diskriminanz Analyse mit Mahalanobis Distanz Klassifikation [20, 21] |
| PLSR                      | Partielle Least Square Regression [25]                                       |

### b) DNN-Layer und Funktionen

Wie bereits erwähnt, basiert der Ansatz der Modell-zu-DNN-Konvertierung auf der Darstellung der grundlegenden mathematischen Operationen mit den jeweiligen DNN-Schichten. Die Operationen der wichtigsten DNN-Schichten werden beschrieben und mit der gewünschten mathematischen Operation verknüpft, um ein systematisches Verständnis der Konvertierungstechnik zu erreichen. Einige Schichten werden für mehrere Aufgaben verwendet, wodurch die Komplexität des resultierenden DNNs reduziert wird.

**Fully Connected-Layer:** Eine vollverknüpfte Schicht wendet eine lineare Projektion auf den Eingangsdatenvektor an. Parametrisierbar sind die Gewichtsmatrix und der Bias-Vektor. Die Schicht kann als eine Matrixmultiplikation mit den Gewichten und eine anschließende Vektoraddition mit dem Bias-Vektor betrachtet werden. Durch die Multiplikation mit der Gewichtsmatrix können Permutationen, die Berechnung des Mittelwerts nicht äquidistanter Segmente, die Division oder Multiplikation einer Konstanten und die Größenänderung des Eingangsvektors dargestellt werden. Transformationen wie die diskrete Fourier-Transformation, die lineare Diskriminanzanalyse (LDA) oder die Hauptkomponentenanalyse (PCA) können durch nur eine Matrixmultiplikation abgebildet werden. Außerdem ermöglicht das Hinzufügen des Bias-Vektors die Addition oder Subtraktion von konstanten Werten.

**Pooling-Layer:** Mit dem Pooling-Layer kann eine Unterabtastung der Eingangsdaten realisiert werden. Die Unterabtastung der Eingabedaten erfolgt durch die Schrittgröße der Poolingfunktion und dem darauf basierenden Merkmal des Poolingfilters (Durchschnitt oder Maximum). Der Pooling-Filter gleitet über die Eingabedaten und kombiniert die Werte auf der Grundlage des angegebenen Parameters. Innerhalb eines Algorithmus kann das Pooling die Funktionalität abbilden, Spitzen oder Minima (maximales Pooling) zu finden und den Mittelwert (durchschnittliches Pooling) von äquidistanten Segmenten mit der Länge der Filtergröße zu berechnen.

**Convolutional-Layer:** Der Convolutional-Layer wendet einen Gleitfilter mit einer definierten Schrittweite auf die Eingabedaten an. Neben der Filterfunktion kann die Schicht einen Bias-Wert hinzufügen. Relevante Verarbeitungsschritte, die durch den Convolutional-Layer ausgeführt werden, sind die Filterung mit endlicher Impulsantwort (FIR) und die Wavelet-Zerlegung eines Signals.

**Combination-Layer:** Der Combination-Layer stellt die grundlegenden mathematischen Operationen wie Multiplikation, Division und Addition von zwei Eingaben dar. Die Schichten führen die gewünschte mathematische Funktion elementweise aus. Zusätzlich können die Combination-Layer Funktionen wie die Berechnung der Quadratwurzel durchführen.

**Concatenation-Layer:** Die Verkettungsschicht kombiniert die Ergebnisse paralleler Berechnungen innerhalb des Netzes. Die Schicht verkettet im Allgemeinen mehrere Eingangsvektoren oder -matrizen in der gewünschten Dimension, um eine einzige Ausgabe zu erzeugen. Dadurch können Ergebnisse paralleler Berechnungen innerhalb eines NNs zusammengeführt werden.

#### IV. ERGEBNISSE

Der Ergebnisteil zeigt die Anwendung der entwickelten Konvertierungsmethode auf einen Teil der oben erwähnten Open-Source ML-Toolbox [9]. Der implementierte Teil der ML-Toolbox umfasst vier ME-, vier MS- und zwei K/R-Algorithmen. Die implementierten Algorithmen sind in Tab. 1 dargestellt. Jeder implementierte ME-, MS- und K/R-Algorithmus wird zunächst in ein separates DNN umgewandelt.

Diese können dann aneinandergehängt werden. Wie in Abschnitt II beschrieben, muss vor der Umwandlung des Algorithmus das entsprechende Modell trainiert werden. Die Graphen in Abb. 2 und Abb. 3 beschreiben die einzelnen Algorithmen und einen kompletten MESK/R-Stack, der auf den Daten des Hydrauliksystems trainiert wurde.

#### Resultierende DNN

In diesem Abschnitt werden die Funktionalitäten der Verarbeitungsebenen der einzelnen MESK/R-Modellinferenzen beschrieben. Die Schichten, die Größe und Form der Daten ändern, werden nicht berücksichtigt.

**Adaptive Lineare Approximation:** Im Trainingsprozess unterteilt ALA das Signal in mehrere annähernd lineare Segmente unterschiedlicher Länge. Mittelwerte und Steigungswerte der Segmente werden als Merkmale extrahiert. Die Mittelwertberechnung für alle Segmente wird durch eine Multiplikation mit einem Fully-Connected-Layer durchgeführt, um die nicht äquidistante Segmentierung darzustellen. Diese wird auf die Eingangsdaten und einen Indexvektor, der den Zeitvektor darstellt, angewendet, um die Steigung des Eingangssignals

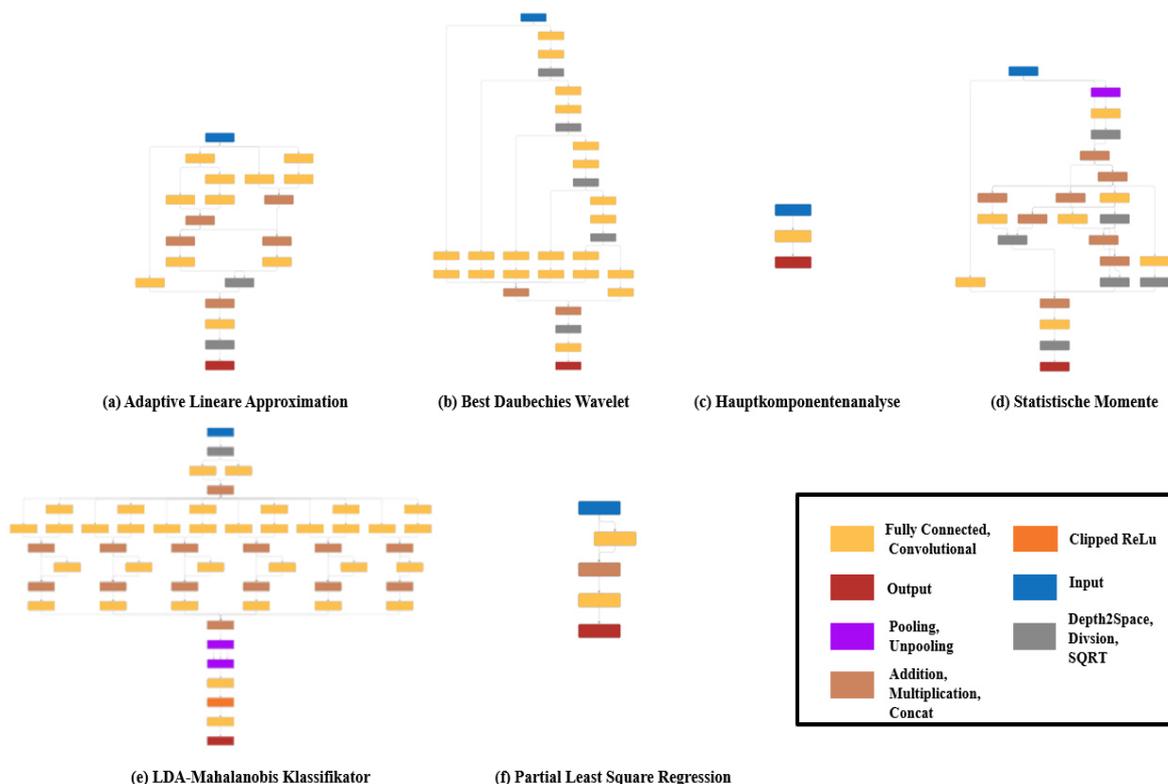


Abb. 2: Ergebnisse der Konvertierung des ML-Algorithmus zu einem neuronalen Netz und die Darstellung der Layer-Graphen der einzelnen Netze

zu berechnen. Die Berechnung der Steigung eines Segments wird von zwei Additions-, einem Multiplikations- und einem Divisions-Layer sowie zwei Fully-Connected-Layer durchgeführt. Die berechneten Werte werden mit einem Concatenation-Layer kombiniert.

**Best Daubechies Wavelet (BDW):** Die Wavelet-Transformation ist eine Zeit-Frequenz-Transformation und ermöglicht die Analyse von Signalen im Frequenzbereich. Die Filterbank der Wavelet-Transformation wird auf ein DNN abgebildet. Die Anzahl der Filterstufen und die BDW-Hoch- und Tiefpassfilter-koeffizienten werden im Trainingsprozess berechnet. Die Anzahl der Filterstufen hängt von der Signallänge ab und bestimmt die Größe des Netzwerks. Ein Convolutional-Layer mit den Hochpassfilterkoeffizienten und ein Convolutional-Layer mit den Tiefpassfilter-koeffizienten filtern das Eingangssignal. Das tiefpassgefilterte Signal wird an die nächste Stufe Convolutional-Layer und der Hochpassfilter wird an den Ausgang weitergegeben. Dieser Vorgang wird so lange durchgeführt, bis die letzte Filterstufe erreicht ist. Der Ausgang jeder Filterstufe wird mit einer Verketzungsschicht kombiniert.

**Statistische Momente (StatMom):** Der Algorithmus unterteilt das Eingangssignal in äquidistante Segmente und berechnet die ersten vier statistischen Momente jedes Segments (Mittelwert, Varianz, Schiefe und Kurtosis). Im Vergleich zum ALA-Extraktor kann der Mittelwert des äquidistanten Segments durch ein durchschnittliche Pooling-Layer mit der Segmentlänge als Filtergröße berechnet werden. Die höheren statistischen Momente können durch Additions-, Quadratwurzel- (sqrt) und Multiplikationsschichten auf der Grundlage des berechneten Mittelwerts dargestellt werden. Die Ausgaben werden miteinander verknüpft.

**Hauptkomponentenanalyse (PCA):** Die Transformation eines trainierten PCA-Modells ist die Multiplikation einer Matrix mit dem Eingangsvektor. Eine Fully-Connected-Layer kann diese Matrixmultiplikation mit der PCA-Transformationsmatrix als Gewichtungsmatrix abbilden. Die PCA-Transformationsmatrix wird auf der Grundlage des Trainingsdatensatzes im berechnet.

**Merkmals-Selektion (MS):** Die Anwendung einer trainierten MS ist ein Ranking eines Eingangs- Merkmalsvektors. Nach dem Ranking, das von einer Fully-Connected Layer durchgeführt wird, werden die wichtigsten Merkmale ausgewählt. Für diesen Verarbeitungsschritt wird der Eingangsvektor mit einer

dünnbesetzten Gewichtsmatrix multipliziert, in der die Indizes der relevantesten Merkmale auf eins gesetzt sind. Dieser Graph ist in Abb. 3 nicht dargestellt.

**LDA-Mahalanobis-Klassifikator (LDAMahal):** Dieses Modell kombiniert eine LDA-Transformation und eine Klassifizierung auf der Grundlage der Mahalanobis-Distanz zu den Klassensmittelpunkten. Die LDA-Transformation ist ähnlich wie die PCA eine Matrixmultiplikation, die durch ein Fully-Connected-Layer dargestellt wird. Nachdem das Signal auf die Diskriminanzfunktionen projiziert wurde, berechnet das DNN die Mahalanobis-Distanz zu jeder Klasse und ordnet es der Klasse mit kleinstem Abstand zu. Der Abstand wird mit einem Fully-Connected-Layer berechnet. Die Gewichte des Fully-Connected-Layer sind die berechnete Kovarianzmatrix für jede Klasse. Nachdem der Abstand zu jeder Klasse in parallelen Pfaden berechnet wurde, werden die Werte mit einer Concatenation-Layer zu einem Vektor zusammengefasst. Dieser Vektor wird durch ein Fully-Connected-Layer mit minus eins multipliziert. Die Maximum-Pooling-Layer ist nun in der Lage, den Minimalwert des modifizierten Distanzvektors zu finden. Die dabei verwendete Aktivierungsfunktion clipped Rectified Linear Unit (ReLU) ordnet den gefundenen Minimalwert der entsprechenden Klasse zu. Die Größe des Netzes hängt von der Anzahl der Klassen des Datensatzes ab.

**Partial Least Square Regression (PLSR):** Bei der PLSR wird zunächst ein Offset auf das Eingangssignals addiert. Anschließend werden die neuen Daten mit der Beta-Matrix der im Trainingsprozess berechneten Koeffizienten innerhalb eines Fully-Connected-Layer multipliziert.

**MESK/R-Modell:** Nach der Darstellung einiger einzelner ME-, MS- und K/R-Methoden wird in diesem Abschnitt ein vollständig interpretierbares ML-Modell als DNN-Konvertierung vorgestellt. Das Modell besteht aus StatMom, Pearson, und LDA-Mahal-Klassifikator. Das Modell wurde, mit dem in Abschnitt 2d beschriebenen Hydraulikdatensatz trainiert, und das Schichtdiagramm des resultierenden DNN ist in Abb.4 dargestellt. Die Umwandlung eines vollständigen MESK/R-Modells wird durch Verbindung des bestehenden DNN ohne die Eingabe- und Ausgabeschicht erreicht.

Das entstehende DNN wurden erfolgreich als TensorFlow-Lite-Modell auf dem energieeffizienten und optimierten QSXP- ML81 Board mit integrierter Neural Processing Unit ausgeführt.

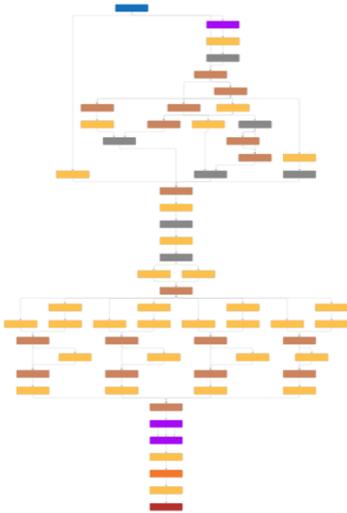


Abb. 3: Layer-Graph des MESK/R-Modells (Statistische Momente, Pearson und LDA-Mahal-Klassifikation)

Die Inferenz des vollständigen MESK/R DNN für den Ventilzustand, basierend auf den von einem Drucksensor gesammelten Daten, erzielte gute Ergebnisse, wie in Abb. 4 dargestellt, mit einem normalisierten 10-fachen Kreuzvalidierungs-Error von 0,1%, welches identisch mit den Ergebnissen der zugrundeliegenden Toolbox ist. Außerdem wurden die konvertierten DNNs mit der Python-Implementierung der ML-Toolbox verglichen, die auf der Edge-Hardware verwendet werden kann. Die Laufzeit der DNNs auf der CPU hat sich im Vergleich zur Python-Implementierung des MESK/R-Modells deutlich verbessert. Zusätzlich reduziert die Verwendung der NPU die Laufzeit des DNNs um weitere 7%, wie in Tab. 2 beschrieben.

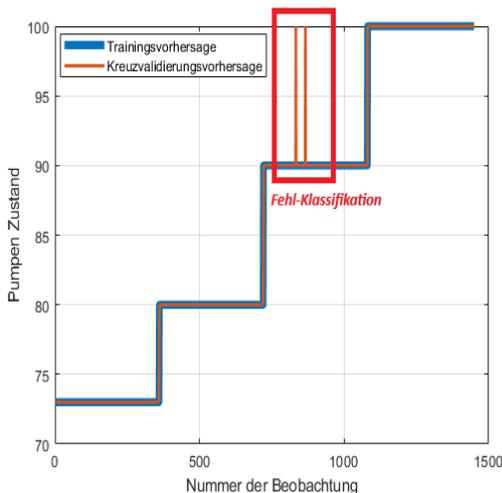


Abb. 4: Inferenz-Ergebnisse des MESK/R (Statistische Momente, Pearson und LDA-Mahal-Klassifikation) Modells auf die Hydraulik-Daten

Tab. 2: Inferenzlaufzeiten auf Edge-Hardware QSXP-ML81

| Implementierung/ Unit    | Inferenz-Zeit für 1000 Zeitreihen [ms] |
|--------------------------|--|
| ML-Toolbox in Python/CPU | 1587.100                               |
| DNN/CPU                  | 0.828                                  |
| DNN/NPU                  | 0.769                                  |

## V. DISKUSSION

Die Modell-zu-DNN-Konvertierungsmethode konvertiert erfolgreich interpretierbare ML-Algorithmen in DNNs. Die Konvertierung ermöglicht die Nutzung von Hardware-Beschleunigern und optimierter Hardware, um die Laufzeit- und Energieeffizienz für Inferenzen von interpretierbaren ML-Algorithmen mit minimalem Programmieraufwand zu verbessern. Weitere Algorithmen können identisch zu den bereits implementierten Algorithmen, auf Basis der vorgestellten Methode in ein DNN umgewandelt werden. Die i.d.R. nötige Quantisierung von DNN wurde in dieser Arbeit vorerst nicht berücksichtigt. Auf Hochleistungsrechnern werden hochpräzise Datentypen unterstützt. Um jedoch das DNN auf Hardware mit begrenzter Leistung und i.d.R. reduzierter Rechengenauigkeit auszuführen, muss das DNN quantisiert werden. Dies führt zu einem Kompromiss zwischen Genauigkeit und Effizienz und stellt ein weiterführendes Forschungsthema dar. Außerdem führt die Umwandlung komplexer MESK/R-Algorithmen zu komplexen DNN-Strukturen. In der weiteren Forschung könnte dies zu einer potenziellen Herausforderung bei der Implementierung dieser DNNs, bezüglich des Speicherbedarfs und der numerischen Genauigkeit des DNNs, auf begrenzter Edge-Hardware führen.

## VI. SCHLUSSFOLGERUNG UND ZUKÜNFTIGE ARBEIT

In diesem Beitrag wird eine effiziente Methode zur Konvertierung eines trainierten interpretierbaren ML-Modells in ein Deep Neural Network (DNN) vorgestellt, die es ermöglicht, Inferenzen auf optimierter Edge-Hardware auszuführen. Die Umwandlung führt zur Nutzbarkeit von Hardwarebeschleunigern für interpretierbare ML-Algorithmen. Basierend auf der Open-Source ML-Toolbox wurde eine Methode zur automatisierten Auswahl eines MESK/R-Algorithmus, die Umwandlung des trainierten Modells in ein DNN und die Inferenz auf der optimierten Hardware vorgestellt. Das Benchmarking auf verschiedener optimierter Hardware, die Untersuchung von Laufzeit und Energieeffizienz, die Untersuchung des Speicherbedarfs und der Einfluss der Quantisierung stellen weitere Forschungsthemen dar.

## Danksagung

Diese Arbeit wurde teilweise vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) im Rahmen des Projekts "Edge Power" unter dem Code 16ME0574 gefördert.

## Literatur

- [1] R. K. Mobley, "An introduction to predictive maintenance", Elsevier, 2002.
- [2] Bkn. Rao, "Handbook of condition monitoring". Elsevier, 1996.
- [3] J. Gebhardt, "Sensor use cases in the context of industry 4.0," *IEEE 2020 2nd International Conference on Societal Automation (SA)*, no. 2021, p. S. 1-5.
- [4] N. V. Kirianaki, S. Y. Yurish, N. O. Shpak, and V. P. Deynega, "Data acquisition and signal processing for smart sensors". Wiley New York, 2002.
- [5] B. Varghese et al., "A survey on edge performance benchmarking," *ACM Computing Surveys (CSUR)*, vol. 54, no. 3, pp. 1–33, 2021.
- [6] J. Jo, S. Jeong, and P. Kang, "Benchmarking gpu-accelerated edge devices," in *2020 IEEE international conference on big data and smart computing (BigComp)*, IEEE, 2020, pp. 117–120.
- [7] P. Goodarzi, A. Schütze, and T. Schneider, "Prediction quality, domain adaptation and robustness of machine learning methods: a comparison," in *Sensors and Measuring Systems; 21th ITG/GMA-Symposium*, VDE, 2022, pp. 1–2.
- [8] T. Schneider, N. Helwig, and A. Schütze, "Automatic feature extraction and selection for classification of cyclical time series data," *tm-Technisches Messen*, vol. 84, no. 3, pp. 198–206, 2017.
- [9] ZeMA gGmbH, "LMT-ML-Toolbox," *GitHub repository*. GitHub, 2017. [Online]. Available: <https://github.com/ZEMA-gGmbH/LMT-ML-Toolbox>
- [10] J. V. Tu, "Advantages and disadvantages of using artificial neural networks versus logistic regression for predicting medical outcomes," *Journal of clinical epidemiology*, vol. 49, no. 11, pp. 1225–1231, 1996.
- [11] V. Buhrmester, D. Münch, and M. Arens, "Analysis of explainers of black box deep neural networks for computer vision: A survey," *Machine Learning and Knowledge Extraction*, vol. 3, no. 4, pp. 966–989, 2021.
- [12] Z. Pan and P. Mishra, "Hardware acceleration of explainable machine learning," in *2022 Design, Automation & Test in Europe Conference & Exhibition (DATE)*, IEEE, 2022, pp. 1127–1130.
- [13] K. Neshatpour, M. Malik, M. A. Ghodrat, A. Sasan, and H. Homayoun, "Energy-efficient acceleration of big data analytics applications using FPGAs," in *2015 IEEE International Conference on Big Data (Big Data)*, IEEE, 2015, pp. 115–123.
- [14] T. Schneider, N. Helwig, and A. Schütze, "Industrial condition monitoring with smart sensors using automated feature extraction and selection," *Measurement Science and Technology*, vol. 29, no. 9, p. 094002, 2018.
- [15] T. Schneider, S. Klein, and M. Bastuck, "Condition monitoring of hydraulic systems Data Set at ZeMA," *Zenodo*, 2018, doi: 10.5281/zenodo.1323610.
- [16] R. T. Olszewski, "Generalized feature extraction for structural pattern recognition in time-series data". Carnegie Mellon University, 2001.
- [17] A. C. Rowe and P. C. Abbott, "Daubechies wavelets and mathematica," *Computers in Physics*, vol. 9, no. 6, pp. 635–648, 1995.
- [18] S. Wold, K. Esbensen, and P. Geladi, "Principal component analysis," *Chemometrics and intelligent laboratory systems*, vol. 2, no. 1–3, pp. 37–52, 1987.
- [19] I. Cohen et al., "Pearson correlation coefficient," *Noise reduction in speech processing*, pp. 1–4, 2009.
- [20] I. Kononenko, E. Šimec, and M. Robnik-Šikonja, "Overcoming the myopia of inductive learning algorithms with RELIEFF," *Applied Intelligence*, vol. 7, pp. 39–55, 1997.
- [21] M. Yong, P. Daoying, L. Yuming, and S. Youxian, "Accelerated recursive feature elimination based on support vector machine for key variable identification," *Chinese journal of chemical engineering*, vol. 14, no. 1, pp. 65–72, 2006.
- [22] C. Wissler, "The Spearman correlation formula," *Science*, vol. 22, no. 558, pp. 309–311, 1905.
- [23] R. H. Riffenburgh, "Linear discriminant analysis," PhD Thesis, Virginia Polytechnic Institute, 1957.
- [24] G. J. McLachlan, "Mahalanobis distance," *Resonance*, vol. 4, no. 6, pp. 20–26, 1999.
- [25] P. Geladi and B. R. Kowalski, "Partial least-squares regression: a tutorial," *Analytica chimica acta*, vol. 185, pp. 1–17, 1986.

# Neues Sensorkonzept für magnetostriktive Kraftmessung in kostenorientierten Anwendungen

A. Hofmann<sup>1</sup>, M. Heusinger<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Technische Hochschule Würzburg-Schweinfurt, Fakultät Maschinenbau, Ignaz-Schön-Str. 11, 97421 Schweinfurt

## Zusammenfassung

Der Beitrag stellt ein neuartiges, kostenorientiertes Konzept zur Kraftmessung basierend auf dem magnetostriktiven Wandlungsprinzip vor. Kernelement ist ein scheibenförmiger Sensor, der remanent magnetisiert ist und unter Last eine äußerlich durch Sekundärsensoren messbare Magnetfeldänderung erzeugt. Die magnetischen Eigenschaften eines marktüblichen Kaltarbeitsstahls werden hinsichtlich der sensorischen Eignung für dieses Konzept diskutiert und erste Ergebnisse bezüglich der Korrelation von Sekundärsensorsignalen zur aufgebrachten Last dargestellt.

**Keywords:** Kraftmessung, Magnetostriktion, Scheibensensor, Primärsensor

## Zielsetzung des Sensorkonzepts

Das hier vorgestellte Sensorkonzept zielt darauf ab, Kraftmessung anhand des Wandlungsprinzips der inversen Magnetostriktion zu geringeren Kosten im Vergleich zu etablierten Kraftsensoren zu ermöglichen. Weiter liegt das Augenmerk auf der Integrierbarkeit in eine Anwendungsumgebung, wobei Bauhöhe und Steifigkeit eine wichtige Rolle spielen. Eine Steigerung der Genauigkeit im Vergleich zu aktuell eingesetzten Sensoren ist hingegen keine Zielsetzung des Konzepts.

Eine denkbare Anwendung dafür ist die direkte Messung der Vorspannkraft in angestellten Lagerungen, die heute oftmals nur über indirekte Größen wie beispielsweise das Reibmoment der Lageranordnung bestimmt wird. Die angestrebte Kostenreduktion sowie die niedrige Bauhöhe sind dafür wichtige Voraussetzungen.

## Magnetostriktion als sensorisches Wandlungsprinzip

Magnetostriktion bezeichnet allgemein die wechselseitige Abhängigkeit von magnetischen Größen und mechanischer Spannung bzw. Dehnung. Die als Joule-Effekt bekannte Längenänderung magnetisierter Stäbe ermöglicht den Aufbau aktorischer Wirkprinzipien, während die als Villari-Effekt bezeichnete Umkehrung dieses Prinzips sensorische Konzepte ermöglicht [1]. Demnach ändert das Einwirken mechanischer Spannung insbesondere Permeabilität und Remanenz eines Materials [2], so dass deren

Messung zur Charakterisierung der wirkenden Belastung herangezogen werden kann. Der spannungsbeaufschlagte Körper wird im Kontext der Sensorik als Primärsensor bezeichnet.

Um die Remanenz eines Materials zur Spannungscharakterisierung zu bestimmen, muss dieses vor der sensorischen Verwendung magnetisiert worden sein. Die Bestimmung der Permeabilität hingegen erfordert die Erzeugung eines magnetischen Feldes während der Messung. Aus diesen beiden Forderungen leiten sich zwei grundlegende Sensorkonzepte ab: aktive Sensoren, die Vorrichtungen zur Felderzeugung während der Messung verwenden, und passive Konzepte, die auf einer initial erzeugten, remanenten Magnetisierung aufbauen.

Mit beiden magnetostriktiven Sensorkonzepten können prinzipiell sowohl Kräfte als auch Drehmomente gemessen werden [3], [4]. Es unterscheiden sich dabei lediglich die Form von Primärsensor und Magnetisierung sowie die Anordnung der Sekundärsensoren.

## Bekannte Implementierungen magnetostriktiver Sensorik

Eine Herausforderung bei der Implementierung magnetostriktiver Kraft- oder Drehmomentsensorik besteht darin, die Änderung von Remanenz oder Permeabilität des spannungsführenden Körpers außerhalb davon durch Sekundärsensoren messbar zu machen. Bei der Bestimmung der Remanenz durch Messsonden muss ein ausreichend

starker Teil des Magnetfelds außerhalb des Primärsensors der Sonde zugänglich verlaufen [1]. Alternativ kann die Permeabilität mit induktiven Messspulen bestimmt werden, die jedoch magnetische Wechselfelder oder Signalintegratoren benötigen, was den Aufwand der Sensorik erhöht [3].

Beide Konzepte der Sekundärsensorik wurden bei der Drehmomentmessung bereits industriell umgesetzt. Eine bekannte Sensorgattung mit aktiver Felderzeugung arbeitet nach dem transformatorischen Prinzip, bei dem magnetische Felder durch eine Primärspule erzeugt werden, die durch die drehmomentbelastete Welle führen. Permeabilitätsänderungen in der Welle können so als Veränderung der Induktivität durch die Sekundärspulen wahrgenommen werden [3]. Konzepte mit passiver Felderzeugung, also initialer remanenter Magnetisierung, zielen auf eine Reduktion des systemtechnischen Aufwands und somit auch der Kosten des Sensors ab. So sind beispielsweise Drehmomentsensoren im industriellen Einsatz, bei denen an zirkular magnetisierten Wellen ausreichend starke, drehmomentabhängige Feldänderungen auch außerhalb der Welle gemessen werden können [4].

In Bezug auf die Kraftmessung ist eine Umsetzung analog zu dem oben erläuterten transformatorischen Prinzip geläufig: Das als „Pressduktor“ bezeichnete Sensorkonzept verwendet eine Spule zur Erzeugung eines magnetischen Wechselfelds winklig zur Krafrichtung in einem kraftbeaufschlagten Körper. Die Permeabilitätsänderung in Krafrichtung lenkt das Magnetfeld ab, so dass in Sekundärspulen eine zur Kraft korrelierende Spannung induziert wird [3].

Bei der Kraftmessung nach dem passiven Konzept mit remanenter Magnetisierung muss eine geeignete Primärsensorgeometrie gefunden werden, bei der ausreichend starke Magnetfeldänderungen auch außerhalb des Primärsensors messbar sind. Während das bei der passiven Drehmomentmessung inhärent möglich ist, sind die Voraussetzungen dafür bei der passiven Kraftmessung nicht in einfacher Weise zu schaffen. Dies ist ein wesentlicher Grund, warum nach Auffassung der Autoren passive magnetostriktive Kraftsensoren bisher nur eine geringe industrielle Verbreitung gefunden haben. An diesem Punkt soll das vorgestellte Sensorkonzept ansetzen.

### Aufbau des Sensorkonzepts

Zur Reduktion des systemtechnischen Umsetzungsaufwands wird das Prinzip der passiven Felderzeugung angewandt. Um dabei

eine möglichst stabile und starke remanente Magnetisierung zu erhalten, sollten die Feldlinien so weit wie möglich im Primärsensor geschlossen sein [1]. Eine denkbare Umsetzung dieser Forderung ist in Abb. 1 gezeigt.

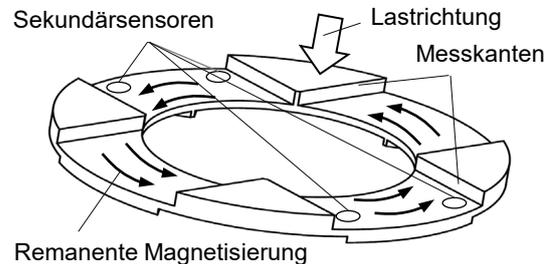


Abb. 1: Primärsensorscheibe mit Freistellungen zur magnetostriktiven Kraftmessung.

Der ringscheibenförmige Primärsensor wird vor Verwendung in der Scheibenebene tangential umlaufend magnetisiert. Diese Magnetisierung kann beispielsweise durch Drehung in unmittelbarer Nähe eines Permanentmagneten oder durch Bewickeln des Scheibenrings mit Spulendraht auf einem durch das Mittenloch durchgreifenden, geteilten Spulenkörper mit anschließendem Stromimpuls erfolgen.

Die Freistellungen an Ober- und Unterseite des Sensors sind zueinander um  $45^\circ$  bezüglich der Scheibenachse versetzt. Den Kanten an den Seiten der Freistellungen, im Nachfolgenden als Messkanten bezeichnet, kommen zwei Aufgaben zu: Erstens ermöglichen sie, dass die Feldlinien der remanenten Magnetisierung dort aus dem Primärsensor austreten und so erst einer Messung durch die Sekundärsensoren zugänglich sind. Die Sekundärsensoren werden folglich wie in Abb. 1 gezeigt nahe an diesen Messkanten platziert.

Zweitens erzeugt die axiale Belastung der Scheibe durch die Anordnung der Freistellungen einen Spannungszustand, der die Grundlage für eine Änderung der Magnetisierung nach dem magnetostriktiven Wandlungsprinzip ist. Diese Spannungen sind im Primärsensor unter einer Freistellung nahe der Messkante am größten, weshalb dort die magnetostriktiv aktivsten Bereiche zu finden sind.

Nach unserer aktuellen, vereinfachten Modellvorstellung tragen hier vorwiegend zwei Effekte zur äußerlich messbaren Feldänderung bei: Druckspannungen in Umfangsrichtung und Schubspannungen unterhalb der Freistellungen, wie es die Querschnittsdarstellung der Abb. 2 zeigt.

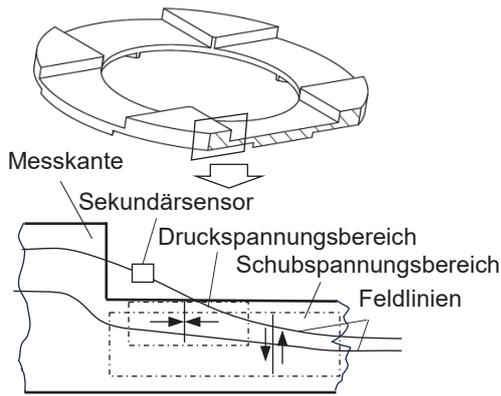


Abb. 2: Verlauf der Feldlinien und Lage von Bereichen mit Druck- und Schubspannung in der Schnittdarstellung.

Dem Wandlungsprinzip der inversen Magnetostriktion folgend kommt es in den Druckspannungsbereichen abhängig vom Vorzeichen der Magnetostruktionskonstante des Materials zu einer Verstärkung oder Abschwächung der remanenten Magnetisierung auch ohne den Einfluss eines externen Magnetfelds [2].

Wirken Schubspannungen in einer Ebene lotrecht zum Magnetisierungsvektor, so ruft dies unterschiedliche Normalspannungen in Richtungen winklig um  $\pm 45^\circ$  zur Magnetisierungsrichtung hervor. Als Folge dreht sich der Magnetisierungsvektor, was nach der Modellvorstellung den zweiten wesentlichen Beitrag zur äußerlich messbaren Feldänderung unter Last darstellt.

An dieser Stelle ist anzumerken, dass der Spannungszustand im Bereich der Messkanten deutlich komplexer als die stark vereinfachte Modellvorstellung ist. Die gesamte Änderung der Magnetisierung setzt sich somit aus unterschiedlichen Drehungen und Betragsänderungen der lokalen Magnetisierungsvektoren zusammen und ist nicht in einfacher Weise beschreibbar.

Obwohl die beiden in der Modellvorstellung dargestellten Effekte der Magnetisierungsänderung nur innerhalb des Primärsensors stattfinden, werden sich aus Kontinuitätsgründen analog auch die Feldlinien nahe der Messkanten außerhalb des Primärsensors ändern. Abb. 2 verdeutlicht dies exemplarisch anhand der durch den Sekundärsensor verlaufenden Feldlinie. Die Messung der Magnetfeldänderung durch Sekundärsensoren ermöglicht somit die Bestimmung der axial auf den Primärsensor einwirkende Kraft.

Nachdem die remanente Magnetisierung im Wesentlichen in tangential umlaufender

Richtung orientiert ist, sind an den Kanten in dieser Richtung die größten Signaländerungen zu erwarten. Erfolgt die Messung in drei orthogonalen Raumrichtungen getrennt, kann bei der Auswertung auf solche stärker korrelierenden Richtungen fokussiert werden.

Neben der Forderung nach räumlich getrennten Messachsen sollte ein Sekundärsensor auch möglichst geringe Abmessungen aufweisen, um nahe an der Messkante platziert werden zu können.

Der erforderliche Messbereich variiert stark mit dem verwendeten Material, dessen Wärmebehandlungszustand und der spezifischen Primärsensorgeometrie. Verschiedene Sensoren mit Messbereichen bis zu  $\pm 5$  mT haben in unseren Versuchen gute Ergebnisse gezeigt.

Einige handelsübliche 3-Achs-Magnetometer basierend auf dem anisotropen magneto-resistiven Messprinzip (AMR) oder auch Hallsensoren erfüllen diese Forderungen. Da solche Sensoren heute oft in hohen Stückzahlen in elektronischen Konsumgütern verbaut werden, sind sie kostengünstig bis hinunter in den Centbereich erhältlich, was ein wesentlicher Aspekt des oben formulierten Ziels der Kosteneffizienz ist. Überdies verfügen solche Sensoren oft auch über integrierte Temperatursensoren, die eine teilweise Kompensation der für AMR-Sensoren typischen Temperaturdrift ermöglichen.

An dieser Stelle sei angemerkt, dass das Sensorkonzept prinzipbedingt anfällig für eine Beeinflussung durch Fremdfelder wie beispielsweise dem Erdmagnetfeld ist. Auch hier erscheint basierend auf Stichversuchen eine teilweise Kompensation durch magnetische oder lagebestimmende Referenzsensoren in bekannter Weise möglich, die hier aber zunächst nicht näher betrachtet werden soll.

### Werkstoffliche Aspekte

Die Charakterisierung der magnetostriktiven Eigenschaften von Werkstoffen wurde in der Vergangenheit stark durch die Entwicklung von Schwingungsaufnehmern und Elektromotoren sowie Transformatoren bestimmt. Zu maschinenbaulich relevanten Stählen wie beispielsweise Einsatz- oder Vergütungsstählen sind Daten nach Auffassung der Autoren nicht ausreichend breit publiziert. So finden sich zwar Angaben zu unlegierten Metallen, Werkstoffen des Transformatorenbaus oder nickelhaltigen Legierungen, siehe beispielsweise [5], [6] oder [7]. Die meisten der dort behandelten Werkstoffe sind jedoch unter Festigkeits- oder

Kostengesichtspunkten maschinenbaulich wenig brauchbar.

Nachdem es das hier vorgestellte Sensor-konzept bedingt, dass der Primärsensor im Sinne einer strukturintegrierten Sensorik gleichzeitig auch ein Maschinenelement ist, muss dieses über ausreichende Festigkeitseigenschaften verfügen. Folglich wurden im Rahmen unserer Arbeiten verschiedene maschinenbaulich geläufige Stähle hinsichtlich ihrer magnetischen Eigenschaften unter mechanischer Spannung untersucht.

Für die sensorischen Eigenschaften eines Stahls sind vorwiegend seine Koerzitivfeldstärke und die Änderung der Remanenz unter Last bedeutend. Eine hohe Koerzitivfeldstärke behindert das Ummagnetisieren unter dem Einfluss externer Felder oder durch magnetostruktiv im Primärsensor erzeugte Feldänderungen. Die Kennlinie des Sensors bleibt dadurch stabiler und lässt ein weniger hysteretisches Verhalten erwarten. Die Änderung der Remanenz unter Last bestimmt hingegen wesentlich die äußerlich messbare Signaländerung und damit die Empfindlichkeit des Sensors.

Zur Bestimmung von Koerzitivfeldstärke und Remanenz unter Last wurde eine vollständige Hystereseschleife an runden Probestäben mit 10 mm Durchmesser gemäß DIN EN 60404-4 aufgenommen. In Abwandlung der DIN EN 60404-4 wurden die Probestäbe während eines Schleifendurchlaufs mit einer konstanten, definierten Zug- oder Druckspannung beaufschlagt. Abb. 3 zeigt beispielhaft einen Ausschnitt der gemessenen Polarisation in der Nähe des H-Feld-Nullpunkts von gehärtetem 50NiCr13.

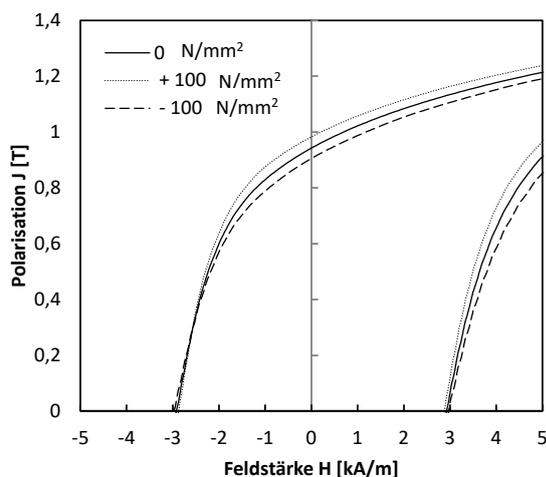


Abb. 3: Verlauf der J-H Hysteresekurve von gehärtetem 50NiCr13 unter Zugspannung (+), Druckspannung (-) und lastfrei.

Die Remanenz dieses handelsüblichen Kaltarbeitsstahls steigt bei 100 N/mm<sup>2</sup> Zugspannung von ihrem lastfreien Wert 0,94 T auf 0,98 T, unter betragsgleichem Druck fällt sie auf 0,91 T ab. Ein solches Verhalten wird allgemein von Materialien mit positiver Magnetostruktionskonstante erwartet [5]. Nachdem diese Änderung einen wesentlichen Einfluss auf die Empfindlichkeit des Sensors hat, kann zur Vergleichbarkeit von Werkstoffen gemäß Gl. 1 ein einfacher Magnetostruktionsfaktor  $f_m$  definiert werden:

$$f_m = \frac{B_{r,Zug} - B_{r,Druck}}{\sigma_{Zug} - \sigma_{Druck}} \quad \text{Gl. (1)}$$

Der Faktor lässt sich leicht mit dem oben beschriebenen modifizierten Hysteresegraph bestimmen, allerdings lässt er allein keine direkte Ermittlung der Sensitivität zu, da hierfür weitere Einflussgrößen wie Primärsensorgeometrie, Magnetisierung oder Umgebungskonstruktion eine maßgebliche Rolle spielen. Dennoch hilft der Faktor  $f_m$  beim qualitativen Vergleich von Werkstoffen: So zeigt der hier diskutierte gehärtete 50NiCr13 einen  $f_m$ -Faktor von 0,35 mTmm<sup>2</sup>/N, während am gleichen Werkstoff im ungehärteten Zustand ein  $f_m$ -Faktor von 2,45 mTmm<sup>2</sup>/N gemessen wurde.

Die Koerzitivfeldstärke liegt beim gehärteten 50NiCr13 lastfrei bei 2,92 kA/m, beim ungehärteten 50NiCr13 bei 1,13 kA/m und zeigt jeweils nur eine unbedeutend geringe Änderung unter Last.

Die Abnahme der Remanenz und damit auch des  $f_m$ -Faktors bei gleichzeitiger Steigerung der Koerzitivfeldstärke beim Härten ist durch die Änderung der Mikrostruktur begründet, wonach magnetische und mechanische Härte miteinander korrelieren [8]. Daran zeigt sich ein Dilemma bei der Werkstoffauswahl: Eine Erhöhung der Koerzitivfeldstärke kann zu einer Reduktion der Sensitivität führen. Die Wärmebehandlung eines Stahls muss somit unter Berücksichtigung der Festigkeitsanforderungen einen Kompromiss zwischen Sensorempfindlichkeit und Stabilität finden.

### Versuchsaufbau und Anwendungsszenario

Charakteristisch für das Sensor-konzept sind niedrige Kosten sowie eine flache Bauhöhe, aber auch eine starke Beeinflussung der Sensoreigenschaften durch die Umgebungskonstruktion. Letztere kann durch magnetisches Entkoppeln des Primärsensors mit Distanzelementen oder durch Kalibrieren der Sensoranordnung in der Anwendung reduziert werden.

Eine Anwendung, deren Anforderungsprofil gut zu diesen Charakteristika des Sensorkonzepts passt, ist das Messen der Vorspannung in angestellten Wälzlagern. Wenn die Lagervorspannung direkt gemessen werden soll, muss ein flacher, scheibenförmiger Sensor an einem Lagerring die Vorspannkraft während des Montagevorgangs messen und danach im Kraftfluss verbleiben. Damit handelt es sich um ein Messkonzept mit verlorenem Sensor, das erst durch die hier angestrebte Kosteneffizienz wirtschaftlich möglich wird.

Ein solches Anwendungsszenario wurde anhand eines Prüfstands nachgestellt, der in Abb. 4 gezeigt wird.

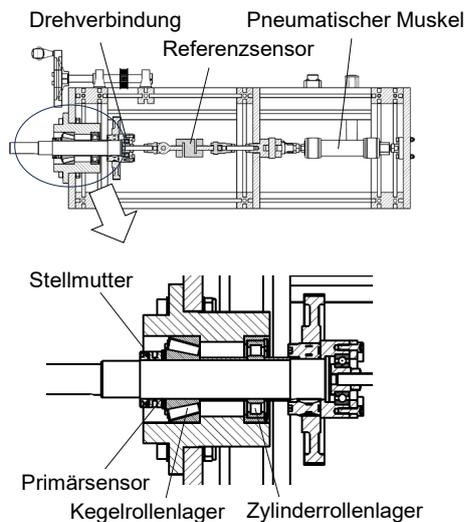


Abb. 4: Querschnittsdarstellung vom Zugstrang des eingesetzten Prüfstands.

Der Primärsensor sitzt zwischen dem Innenring des Kegelrollenlagers und einer Stellmutter, über die bei der Montage die Lagervorspannung eingestellt wird. Auch eine Messung durch einen größeren Primärsensor am Lageraußenring ist möglich und wegen der dort oftmals weniger festen Passung auch sinnvoll. Aus Gründen der einfacheren Herstellung wurden die Untersuchungen jedoch zunächst mit kleineren Primärsensoren am Lagerinnenring durchgeführt.

Anstelle eines in der realen Anwendung üblichen zweiten Kegelrollenlagers stützt ein rein radial wirkendes Zylinderrollenlager die Welle, so dass die axiale Vorspannkraft von einem dahinter angeordneten DMS-Referenzkraftsensor gemessen werden kann. Der Primärsensor kann nun entweder durch das Anziehen der Stellmutter am Kegelrollenlagerinnenring oder alternativ durch pneumatische Muskeln am anderen Ende des Zugstrangs mit einer definierten Kraft beaufschlagt werden.

Zwei Sekundärsensoren in einer Freistellung sind mit Schraubklemmen an den in Abb. 1 gezeigten Positionen an den Messkanten des Primärsensors lösbar befestigt. Von dieser Klemmanordnung sind wiederum zwei an gegenüberliegenden Freistellungen angebracht. Jeder Sensor verfügt über Messachsen in den drei Raumrichtungen, so dass insgesamt zwölf einzelne Signale zur Auswertung der Korrelation mit der einwirkenden Kraft zur Verfügung stehen.

### Versuchsergebnisse und Diskussion

Bei den Versuchen zur Validierung des Sensorkonzepts mussten die zwei Sekundärsensoren einer Freistellung aus Gründen des Sensorplattenlayouts wie in Abb. 5 gezeigt zueinander um 180° gedreht angeordnet werden.

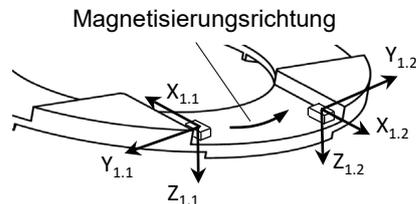


Abb. 5: Koordinatensysteme der Sekundärsensoren.

Die im Wesentlichen in y-Richtung der Sensoren wirkende remanente Magnetisierung erzeugt demnach bei dem in Abb. 5 angegebenen Richtungssinn in Sensor 1.1 ein negatives, in Sensor 1.2 ein positives Signal. Tab. 1 zeigt die Messwerte im lastfreien Zustand an einem Primärsensor mit 60 mm Außendurchmesser und 4 mm Gesamthöhe aus dem oben diskutierten gehärteten 50NiCr13.

Tab. 1: Signale der Sekundärsensoren ohne Last.

|                              | Sensor 1.1 | Sensor 1.2 |
|------------------------------|------------|------------|
| x-Richtung [ $\mu\text{T}$ ] | 257,5      | 466,9      |
| y-Richtung [ $\mu\text{T}$ ] | -2085,9    | 2131,7     |
| z-Richtung [ $\mu\text{T}$ ] | 8,4        | 147,7      |

Obwohl die lastfreien Signale der Tab. 1 aus Symmetriegründen theoretisch betragsgleich sein müssten, zeigt die Tabelle dennoch signifikante Abweichungen zwischen den beiden Sensoren. Solche und weit größere Abweichungen wurden auch bei Primärsensoren aus anderen Stählen und Wärmebehandlungszuständen beobachtet. Als eine mögliche Ursache dafür werden lokal unterschiedliche Gefügeausbildungen im

Primärsensor vermutet. Weiterhin lassen sich Abweichungen der Sekundärsensorposition von der vorgesehenen Sollposition mit der verwendeten Klemmvorrichtung nicht gänzlich vermeiden. Nachdem das Magnetfeld im Bereich der Sekundärsensoren starke räumliche Gradienten aufweist, können auch dadurch die Symmetrieabweichungen der Tab. 1 erklärt werden.

Mit den Versuchen soll das oben beschriebene Anwendungsszenario einer Wälzlagermontage nachgestellt werden. Dazu wird zunächst die Korrelation der Sekundärsensorsignale mit dem Referenzkraftsignal aufgenommen. Der Primärsensor wird zu Beginn mit der Stellmutter handfest vorgespannt und anschließend pneumatisch in mehreren Stufen bis ungefähr 5 kN belastet. Abb. 6 zeigt die auf die lastfreien Werte der Tab. 1 bezogenen Änderungen einzelner Sekundärsensorachsen sowie das Referenzkraftsignal im zeitlichen Verlauf.

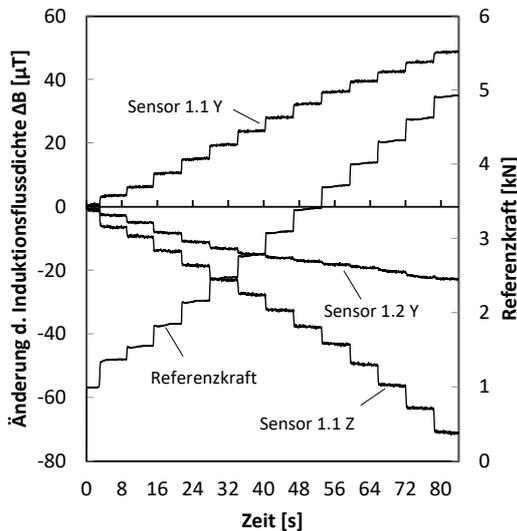


Abb. 6: Signale der Sekundärsensoren unter Last und Referenzkraft.

Die y-Achse des Sensors 1.1 zeigt einen gut mit der Referenzkraft korrelierenden Anstieg, seine z-Achse einen ebenfalls gut korrelierenden Abfall der Induktionsflussdichte. In Übereinstimmung mit der oben formulierten vereinfachten Modellvorstellung entspricht dies einer Drehung der Feldlinien aus einer Ebene parallel zur Scheibe heraus in z-Richtung, die mit einer betragsmäßigen Reduktion der Induktionsflussdichte einhergeht.

Die y-Achse des in der gleichen Freistellung gegenüber positionierten Sensors 1.2 korreliert hingegen bereits ab einer Kraft von ungefähr 2 kN nicht mehr gut mit der Referenzkraft. Vielmehr zeigt sich eine Signalsättigung, die mit der Modellvorstellung allein nicht erklärt werden kann. Dieses Verhalten wurde häufig

auch bei anderen Werkstoffen und Wärmebehandlungszuständen beobachtet und konnte noch nicht gesichert reproduziert werden. Es wird aktuell vermutet, dass hier abermals lokal unterschiedliche magnetische Eigenschaften und damit verbundene Änderungen der initialen Magnetisierung unter Last sowie herstellungsbedingte Ungleichförmigkeiten der Lastverteilung eine Rolle spielen.

Offenkundig können nicht alle der im Versuchsaufbau gemessenen Sensorachsensignale gleichermaßen zur Bestimmung der einwirkenden Kraft herangezogen werden. Beschränkt man sich auf die gut korrelierenden Achssignale, hier beispielsweise nur auf 1.1 y und 1.1 z der Abb. 6, so kann die einwirkende Kraft mit einer polynomischen Regression gemäß Gl. 2 angenähert werden:

$$F(B_y, B_z) = \sum_{i=0}^2 [\beta_{y,i}(B_y - B_{y,0})^i + \beta_{z,i}(B_z - B_{z,0})^i] \quad \text{Gl. (2)}$$

Nachdem die Korrelation der magnetischen Signale mit der Referenzkraft im Allgemeinen nicht immer vollständig linear ist, wurde hier eine quadratische Regression gewählt.  $B_{y,0}$  und  $B_{z,0}$  bezeichnen in Gl. 2 die jeweiligen Signale im lastfreien Zustand aus Tab. 1.

Bestimmt man die Parameter  $\beta_{y,i}$  bzw.  $\beta_{z,i}$  so, dass die Fehlerquadrate zwischen der Regressionskurve und den gemessenen Referenzkräften minimal werden, kann mit Gl. 2 die Kraft, die auf den Primärsensor einwirkt, approximiert werden.

Abb. 7 zeigt den zeitlichen Verlauf von Referenzkraft und dem gemäß Gl. 2 aus den Sekundärsensorsignalen berechneten Kraftwert in einem Stufentest mit Entlastung zwischen den einzelnen Stufen bei einer Messfrequenz von ca. 25 Hz. Der Stufentest soll im Hinblick auf das beschriebene Anwendungsszenario den Montagevorgang einer Lageranordnung simulieren, allerdings durch die Entlastungen zwischen den Laststufen unter erschwerten sensorischen Randbedingungen. Die Regressionsparameter  $\beta_{y,i}$  bzw.  $\beta_{z,i}$  wurden direkt vorher anhand der in Abb. 6 gezeigten Referenzmessung bestimmt.

Im Hochlastbereich bei ungefähr 5 kN weicht der approximierte Wert um maximal -3,4 % bezogen auf den Referenzkraftwert von diesem ab. Die Flanken des Kraftanstiegs und -abfalls bleiben dabei außer Acht, da es systemtechnisch bedingt bei der Messung von Referenz- und Sekundärsensorsignal zu einem unvermeidbaren Zeitversatz von wenigen Millisekunden kommt, der bei dynamischen Kraftänderungen zu größeren Fehlern führt.

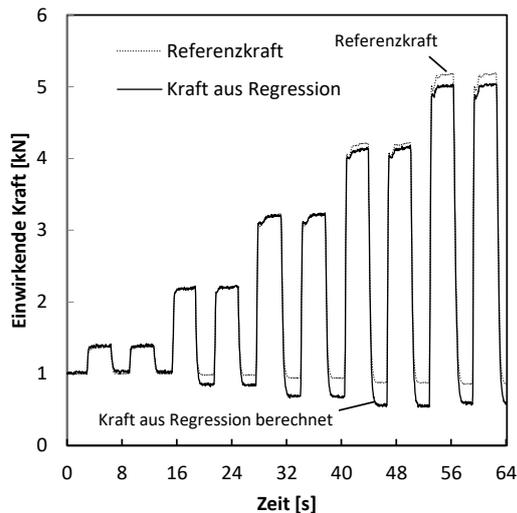


Abb. 7: Referenzkraft und approximierter Wert im zeitlichen Verlauf.

Im Niedriglastbereich bei ungefähr 1 kN, der durch die oben beschriebene handfeste Vorspannung definiert wird, zeigen sich nach Entlastung von höheren Laststufen größere Abweichungen zwischen Regression und Referenzkraft. So verschiebt sich beispielsweise in der Messung aus Abb. 7 das z-Signal des Sensors 1.1. nach dem gesamten Belastungszyklus um ca.  $5 \mu\text{T}$ . Hier wird aktuell vermutet, dass es bei dem gezeigten Lastprofil zu nicht reproduzierbaren Änderungen der Magnetisierung kommen kann, wie es im Abschnitt der werkstofflichen Aspekte beschrieben ist.

### Ausblick

Die Untersuchungen am Sensorkonzept zeigen, dass Kraftmessung basierend auf dem magnetostriktiven Wandlungsprinzip mit passiver Felderzeugung bei geringem systemtechnischem Aufwand theoretisch möglich ist. Gleichwohl zeigt das Konzept aktuell noch Schwachstellen, wie beispielsweise die in Abb. 7 gezeigte Abweichung und Drift. Weitere Untersuchungen zur Reproduzierbarkeit der Signalkorrelation mit dem Referenzwert erscheinen hier insbesondere auch unter Berücksichtigung werkstofflicher Aspekte sinnvoll.

In spezifischen Anwendungen wie der hier diskutierten Vorspannkraftmessung ist es denkbar, dass diese Schwachstellen weniger ins Gewicht fallen, wohingegen die Kosteneffizienz ein bedeutsamer Aspekt ist. Da Primär- und Sekundärsensor teilbar sind, können Sekundärsensoren nach einem Montagevorgang wieder entfernt und mit einem weiteren Primärsensor kostensparend

wiederverwendet werden. So können Sekundärsensoren beispielsweise durch axiale oder radiale Bohrungen bzw. Freistellungen im Lagerring oder in dessen Umgebungsstruktur geführt und nur temporär in der Nähe der Messkanten fixiert werden. Erste Stichversuche dazu zeigten gute Ergebnisse.

Weiterhin ist offensichtlich, dass die Bestimmung der Referenzkraft mit einem Referenzsensor nicht in jeder Anwendung einfach möglich ist. Die Kraftbeaufschlagung eines Lagerrings durch eine Hydraulikmutter kann hier in bekannter Weise durch Messung des Hydraulikdrucks einen Referenzkraftsensor in der Anwendung ersetzen. Auch dazu haben erste Stichversuche ermutigende Ergebnisse geliefert, die weiterverfolgt werden sollen.

### Danksagung

Das Sensorkonzept wurde zum Patent angemeldet, die hier vorgestellten Ergebnisse wurden im Projekt SEMAVOR (Sensorik für magnetostriktive Vorspannungsmessung) erarbeitet. Das Projekt wurde durch das Bayerische Staatsministerium für Wirtschaft, Landesentwicklung und Energie im Rahmen der Validierung von Forschungsergebnissen und Erfindungen gefördert. Für diese Unterstützung bedanken wir uns.

### Literaturnachweis

- [1] S. Tumanski, *Handbook of magnetic measurements*, Boca Raton: CRC Press, 2011.
- [2] B. D. Cullity und C. D. Graham (Hrsg.), *Magnetostriction and the Effects of Stress*. In: *Introduction to Magnetic Materials* (2008); doi: 10.1002/9780470386323.ch8
- [3] E. Schiessle, *Magnetoelastische Sensoren*, In: *Industriesensorik – Sensortechnik und Messwertaufnahme*, 2. Auflage, 253-263, Würzburg: Vogel, 2016.
- [4] J. Heckler, *Magnetoelastische Drehmomentsensoren zur Regelung von E-Bike-Antrieben*, In: *Sensormagazin* 3/2013, 35-36, Bad Nenndorf: Hightech Publications, 2013.
- [5] G. Hinz und H. Voigt, *Magnetoelastic Sensors*, In: *Sensors: Magnetic Sensors Vol. 5* (1989); doi: 10.1002/9783527620166.ch4
- [6] R. Boll (Hrsg.), *Weichmagnetische Werkstoffe*, 3. Auflage, Berlin: Siemens AG, 1977.
- [7] C. W. Da Silva, *Sensors and actuators: Engineering system instrumentation*, 386, Boca Raton: CRC Press, 2016.
- [8] H. Krüzner, *Über die Einflüsse von mechanischer Härtung durch Torsion auf die magnetischen Eigenschaften von Eisen und Stahl*, In: *Archiv für Elektrotechnik* 12, 234-249 (1923); doi:10.1007/BF01656509

# Drucksensorkonzept basierend auf NV-Zentren in Diamant

*Mario Bähr<sup>1\*</sup>, Raphael Kuhnen<sup>2</sup>, Christoph Wild<sup>3</sup>, Wolfgang Knolle<sup>4</sup>, André Grün<sup>1</sup>, Thomas Frank<sup>1</sup> und Thomas Ortlepp<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik GmbH, Konrad-Zuse-Str. 14, 99099 Erfurt

<sup>2</sup>Endress+Hauser SE+Co. KG, Hauptstraße 1, 79689 Maulburg, Germany

<sup>3</sup>Diamond Materials GmbH & Co. KG, Hans-Bunte-Straße 19, 79108 Freiburg, Germany

<sup>4</sup>Leibniz-Institut für Oberflächenmodifizierung e.V., Permoserstraße 15, 04318 Leipzig,

## Zusammenfassung

In vielen industriellen Prozessen muss der Druck mit einer hohen Genauigkeit kontrolliert werden. Quantensensoren haben das Potenzial, bestimmte in der Prozesstechnik verwendete Sensoren zu revolutionieren. NV-Zentren sind stickstoffkorrelierte Defekte in Diamant die sich für die Herstellung von Quantensensoren (u.a. Magnetfelder, Temperatur, mechanischer Stress) und Quantencomputern eignen. Im Gegensatz zu anderen „Quantenmaterialien“ können NV-Zentren bei Raumtemperatur betrieben werden. Es wurde ein Drucksensorkonzept untersucht, für das syntetische Diamantplättchen mit NV-Zentren auf einen industrietypischen Keramik-Druckumformer aufgebracht und im Druckbereich (0-5) bar getestet wurden. Hierbei kann durch die form- und kraftschlüssige Montage mittels Glasfrittbonden durch die Membranwölbung eingebrachten mechanischen Spannungen in den Diamant übertragen werden. Diese eingetragenen Spannungen waren im Bereich bis  $4 \cdot 10^7$  N/m<sup>2</sup>. Die NV-Zentren reagieren durch diese zusätzlichen Spannungen mit einer Aufspaltung der optisch detektierten Magnetfeldresonanzen, welche experimentell mit  $(10.6 \pm 0.18)$  MHz/GPa bestimmt wurde. Die Demonstration der Funktionalität umfasst die verwendeten Methoden der Herstellung des Sensors sowie die verwendeten Diamantplättchen, welche aus kosteneffizientem HPHT-Material gewonnen wurden.

**Keywords:** Drucksensorkonzept, Diamant, NV-Zentren

## Einleitung

In vielen industriellen Prozessen muss der Druck mit einer hohen Genauigkeit kontrolliert werden. Quantensensoren haben das Potenzial, bestimmte in der Prozesstechnik verwendete Sensoren zu revolutionieren. Der Schwerpunkt liegt dabei oft weniger auf den Kosten als vielmehr auf der Zuverlässigkeit, Empfindlichkeit und Kalibrierungsfreiheit der Sensoren. Stickstoff-Vakanz-Farbzentren in Diamant (auch kurz: NV-Zentren) sind empfindlich gegenüber Umwelteigenschaften, dazu zählen mechanischen Spannungen, Temperatur oder elektromagnetische Felder. Sie sind mit grünem Laserlicht von 532 nm und Mikrowellenanregung im Bereich von 2,87 GHz adressierbar und durch ihre Photolumineszenz (PL) im Spektralbereich von (630-750) nm auslesbar [1], [2], [3], [4]. Die optisch detektierte magnetische Resonanz (ODMR) der Fluoreszenzlichtintensität zeigt belastungsinduzierte Effekte wie eine Verbreiterung der Nullfeldaufspaltung [5], [6], [7]. Für nähere Ausführungen zum Aufbau und der Wirkungsweise von NV-Zentren sei auf die

Literatur verwiesen. Unser Ansatz kombiniert Spannungswerte im Designmodell, die mit COMSOL Multiphysics® berechnet wurden, mit experimentellen Ergebnissen, die durch ODMR-Messungen gewonnen wurden. Die erfolgreiche Umsetzung ebnet den Weg für (Druck-)Sensorkonzepte, die NV-Zentren in Diamant als Sensormaterial nutzen. Diese bergen das Potential bei erhöhten Temperaturen von bis zu 350°C nutzbar, zuverlässig und potenziell kalibrierungsfrei zu sein.

## Experiment und Simulation

### Diamantplättchen mit NV-Zentren

Es wurden dünne Diamantplatten mit  $\langle 100 \rangle$ -Orientierung untersucht. Diese Platten wurden aus stickstoffreichem, einkristallinem HPHT-Pulver mit einem durchschnittlichen Durchmesser von (1,0-1,4) mm lasergeschnitten und poliert. Dieses Pulver wurde parallel zur eindeutig identifizierten  $\langle 100 \rangle$ -Ebene lasergeschnitten, wodurch eine enge Spezifikation der Orientierung gegeben

ist. Die verfügbaren Diamantplatten weisen eine identische Dicke von  $(44 \pm 3) \mu\text{m}$  und eine doppelseitige Politur auf. Die laterale Größe betrug  $(150 \times 300) \mu\text{m}^2$ . Bei dem Pulver handelte es sich um ein Massenprodukt, das in der Schleifindustrie verwendet wird. Das Diamantpulver hatte eine Stickstoffkonzentration von  $\sim 100$  ppm. Durch die Bestrahlung mit hochenergetischen Elektronen wurde eine große Anzahl von Leerstellen erzeugt [8], die durch elastische Streuung und Kollisionen der Elektronen mit dem Kristallgitter eine Temperaturerhöhung auf bis zu  $900^\circ\text{C}$  bewirkten. Bei dieser Temperatur werden die Leerstellen mobil, was zu einer Bildung von NV-Zentren führt. Die homogene NV-Dichte kann mit etwa 10 ppm angenommen werden. Diese Experimente wurden in einem 10-Megavolt-Elektronenbeschleuniger (MB10-30MP-Mevex Corp., Stittsville, Kanada) am Leibnitz IOM in Leipzig durchgeführt [9]. Das Material wurde eingehend charakterisiert, die Ergebnisse werden in Kürz vom Erstautor veröffentlicht.

### Aufbau des Drucksensors

Für das Design, die Montage und die Komponenten des Drucksensors wurde ein industrieähnlicher Ansatz gewählt. Der Druckumformer basiert auf einer monolithischen kreisförmigen keramischen Druckmesszelle ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Durchmesser 18 mm, Höhe 6,53 mm) mit einer eingebetteten Membran von  $205 \mu\text{m}$  Dicke. In der Mitte des Diaphragmas wurde die Diamantplatte mittels eines Glasfrittenbondverfahrens montiert [10]. Abbildung 1 zeigt einen Sensoraufbau. Die keramische Druckmesszelle wurde im weiteren auf einen Aluminiumkörper montiert, durch den von unten ein kontrollierten Luftstrom beaufschlagt wurde infolge die Membran minimal gebogen wurden. Dieser mechanische Stress in der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Membran wurde durch die Form- und kraftschlüssige Verbindung der Glasfrittenbondung in das Diamantplättchen übertragen.

### Messsetup

Herzstück des Messaufbaus ist ein konfokales Raman-Mikroskop WITec alpha300R access mit einer Laserlichtanregung von  $\lambda_{\text{ex}} = 532$  nm. Das Anregungslicht wird durch ein Objektiv mit einer 10-fachen Vergrößerung und einer numerischen Apertur von 0,23 geleitet. Nach der PL-Lichtsammmlung durch das Objektiv wird das Licht erneut durch einen Bandpass zur Unterdrückung des Anregungslichts in einen Gittermonochromator mit einem Gitter von 600 Linien/cm geleitet und mit einer gekühlten



Abb. 1: Links: Makroaufnahme der monolithischen keramischen Druckmesszelle ( $\varnothing 18$  mm). Die Membran ist an dem dunklen kreisförmigen Bereich in der Mitte zu erkennen. Rechts: Mikroskopische Aufnahme der quadratischen Glasfrittschicht und der zentral angeordneten rechteckigen Diamantplatte der Größe  $(300 \times 150) \mu\text{m}^2$ .

CMOS-CCD-Kamera mit  $1650 \times 200$  Pixeln aufgenommen. Die instrumentelle Spektralgrenze für die Lichtdetektion liegt im Bereich von  $\lambda_{\text{ex}} < \lambda_{\text{PL}} < 665$  nm. Die 200 vertikalen Pixel werden für die Spektralanalyse aufsummiert. Die horizontalen 1650 Pixel definieren zusammen mit dem verwendeten Gitter die spektrale Auflösung des Aufbaus. Die Mikrowellenanregung im GHz-Bereich erfolgte mit einer Sasaki-Antenne [11], wobei der Mikrowellensweep mit einem Mikrowellensynthesizer ADF 3451 erzeugt und mit einem Verstärker (MicroCircuits ZF 200+) auf eine Mikrowellenleistung von 35 mW verstärkt wurde (vor der Antenne). Die Anregung und Detektion des PL-Signals wurde durch das zentrale Loch in der Sasaki-Antennenstruktur der Leiterplatte realisiert. Der Abstand zwischen der Sasaki-Antenne und der Diamantplatte lag im Bereich von  $(150-300) \mu\text{m}$ . Der Druck im Volumen unter der Membran wurde mit einem Gasdruckregler DH Budenberg im Bereich von  $(0...5)$  bar in Schritten von 1 bar geregelt. Das System wurde mit einem selbstprogrammierten Python-Code betrieben. Eine Skizze des Aufbaus ist in Abbildung 2 dargestellt. Die ODMR-Messungen wurden mit einem MW-Sweep im Frequenzbereich von  $(2,80...2,95)$  GHz durchgeführt. Diese Analysen umfassten auch Basislinienkorrekturen und die Anpassung von Spektren.

### Comsol-Simulationen

Die Druckzelle wurde mit COMSOL Multiphysics® simuliert, um die Beziehung zwischen dem äußeren Druck und der Spannung in der dünnen Diamantplatte zu ermitteln. Dazu wurde ein 3D-Modell mit genau

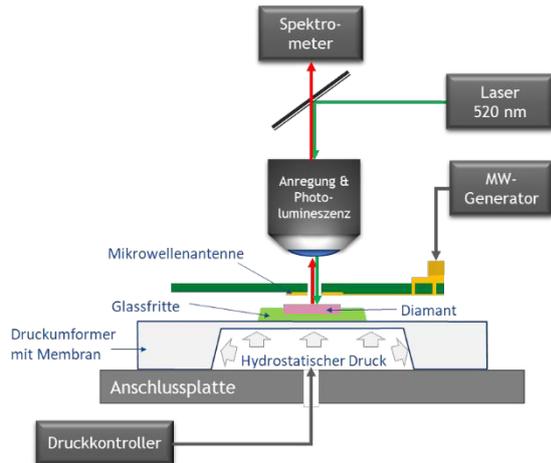


Abb. 2: Schematischer Aufbau des Messsystems. Der Druckumformer ist aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Im durchgeführten Experiment wurde ein Konfokalmikroskop für die optische Anregung und Auslese der Photolumineszenz der NV-Zentren verwendet.

den Abmessungen der experimentellen Druckzelle erstellt, einschließlich der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Druckmesszelle, der Glasschicht und der Diamantplatte. Für die Simulation eine mittlere Dichte der Stützpunkte des Modells gewählt, mit einer erhöhten Dichte in den Übergangsbereichen. Im Hohlraum der keramischen Druckmesszelle unter der Membran wurde ein homogener Druck angelegt und zwischen (0...5) bar variiert. Die weiteren verwendeten Materialeigenschaften und Geometrien sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die Ergebnisse sind die vollständige Bestimmung der Spannungstensorcomponenten sowie die Durchbiegung der Membran. Eine Querschnittsansicht der x-Komponente des Spannungstensors in Falschfarben ist in Abbildung 3 dargestellt. Zur Vereinfachung wurde der Wert der x-Komponente des Spannungstensors anhand des Durchchnitts aller für den Diamantteil des Modells verfügbaren Querschnittswerte bestimmt, siehe Querschnitt mit der höchsten Vergrößerung in Abbildung 3. Damit wurde eine

Tab. 1: Verwendete Simulationsparameter.

|                         | <b>Poisson</b> | <b>E-Modul</b><br>[N/m <sup>2</sup> ] |
|-------------------------|----------------|---------------------------------------|
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ | 0.22           | $4.00 \cdot 10^{11}$                  |
| Borosilikatglas         | 0.2            | $6.30 \cdot 10^{10}$                  |
| Diamant                 | 0.12 [12]      | $1.05 \cdot 10^{12}$ [13]             |

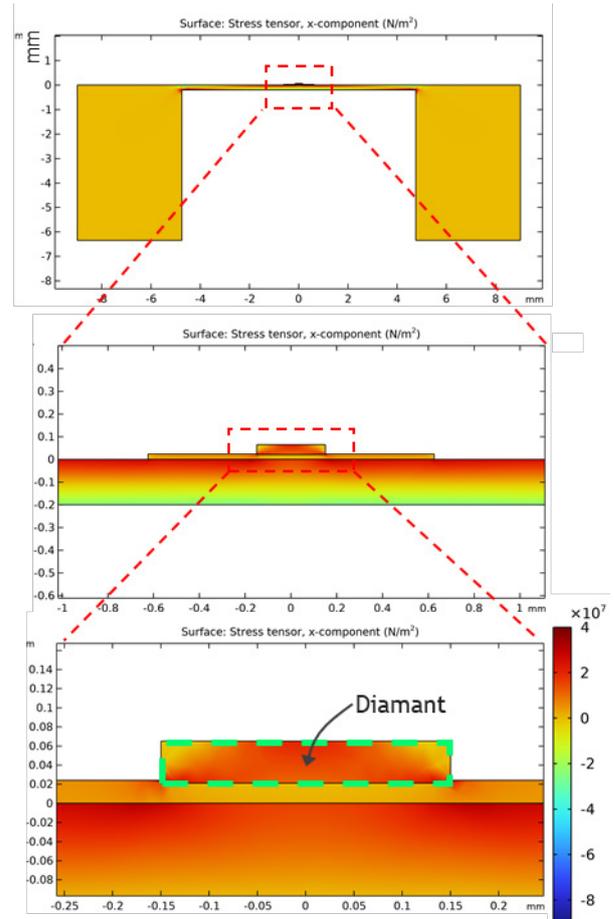


Abb. 3: Ergebnisse der COMSOL-Simulation für 1 bar angewandten Druck: Querschnitt durch die Darstellung der x-Komponente des Spannungstensors zwischen  $(-9...4) \cdot 10^7 \text{ N/m}^2$  in unterschiedlichen Vergrößerungen. Alle Werte der Diamantplatte (grün gestrichelt umrandet) wurden gemittelt und für weitere Auswertungen verwendet.

lineare Beziehung zwischen den Spannungstensorcomponenten in x- und y-Richtung im Überdruckbereich (0...5) bar ermittelt, siehe Abbildung 4. Die Gradienten betragen  $11,92 \text{ MPa/bar}$  und  $4,64 \text{ MPa/bar}$  in x- bzw. y-Richtung. Die unterschiedlichen Spannungswerte in den verschiedenen Richtungen ergeben sich aus der rechteckigen Form der untersuchten Probe.

Die mechanische Spannung und der Druck werden in der selben physikalische Einheit  $\text{N/m}^2$ , Pa oder bar ausgedrückt. Im Folgenden wird die mechanische Spannung in der Membran/im Diamantplättchen vom Druck (der auf der Rückseite der keramischen Druckmesszelle anliegt) durch ihre Einheiten unterschieden, die entweder in 1 bar oder  $1 \text{ N/m}^2$  angegeben werden.

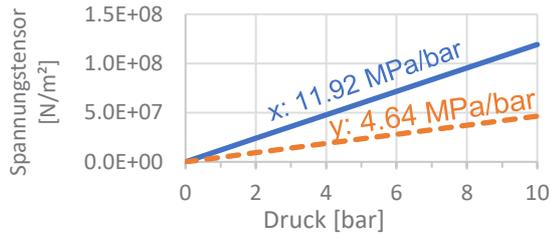


Abb. 4: Ergebnisse der Comsol-Simulationen hinsichtlich der x- und y-Komponenten des Spannungstensors.

## Photolumineszenz- und ODMR-Ergebnisse

### ODMR-Charakterisierung

Die ODMR-Analyse umfasst die Variation und Stabilisierung verschiedener Überdruckwerte in dem in Abbildung 2 dargestellten Aufbau. Für jeden Druck wurde ein Mikrowellen-Sweep im Bereich der ODMR-Resonanzen des Grundzustandsübergangs zwischen  $|0\rangle$  und  $|\pm 1\rangle$  durchgeführt und die Intensität des roten Photolumineszenzlichts im Messbereich (630-665) nm durch Anwendung eines mathematischen Verfahrens zur Berechnung der Gesamtintensität des ausgewählten

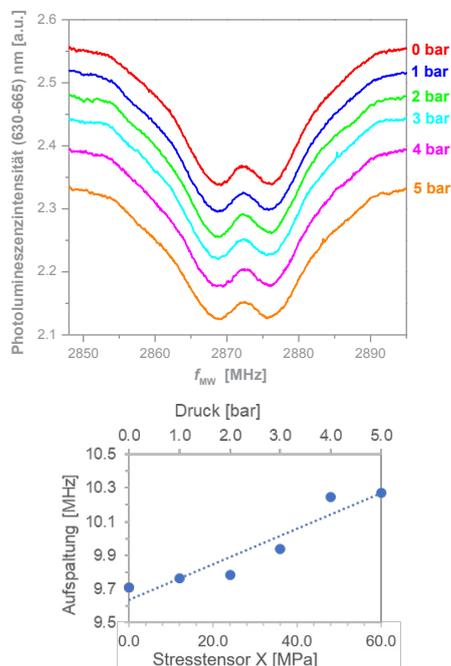


Abb. 5: Oben: Gestapelte ODMR-Kurven für unterschiedliche Drücke. Unten: Aufspaltung der beiden ODMR-Dips, die mit Hilfe von Lorentz-Kurven angefitet wurden.

Spektralbereichs bewertet. Dieser Wert wurde auf die angewandte Mikrowellenfrequenz bezogen. Als Zwischenergebnis erhält man ODMR-Kurven, wie in Abbildung 5 dargestellt. Die beiden benachbarten Intensitätseinbrüche wurden weiter ausgewertet, und eine Doppel-Lorentz-Peak-Anpassung durchgeführt, um die Minimalpositionen, die Differenz zwischen diesen Positionen ("Splitting") und die Peakbreite in Abhängigkeit von der erhöhten Spannung zu analysieren. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5 dargestellt. Es ist eine klare, aber verrauschte lineare Beziehung zwischen der angelegten Spannung und der Aufspaltung der beiden ODMR-Dips zu beobachten. Der Gradient von  $(0,13 \pm 0,02)$  MHz/bar wird durch lineare Regression mit einer statistischen Sicherheit von  $R^2 = 0,87$  berechnet. Dieser Wert kann in  $(10,6 \pm 0,18)$  MHz/GPa umgerechnet werden, wenn man die aus COMSOL-Simulationen erhaltene Korrelation von 11,92 MPa/bar für die x-Komponente des Spannungstensors verwendet.

### Diskussion der Ergebnisse

Trotz der nur geringen Belastung im Druckbereich bis 5 bar, wurden die Messungen erfolgreich durchgeführt. Die ODMR-Messungen zeigten zwei Dips, wie sie von  $\langle 100 \rangle$ -orientierten Proben erwartet werden. Es wurde ein hoher Kontrast im Bereich von 10 % erreicht. Die Nullfeld-Aufspaltung  $D = 9,7$  MHz ist hoch, aber typisch für HPHT-Material. Im Gegensatz dazu können speziell entwickelte CVD-Substrate mit einer moderaten Konzentration von NVC von weniger als 1 ppm eine Nullfeldaufspaltung im Bereich von kHz aufweisen. Es ist anzunehmen, dass dies der Hauptgrund für das Rauschen in der Aufspaltung aufgrund der äußeren Belastung ist, die als geradlinig angenommen werden darf [13]. In unserem Fall enthält der MHz-breite ODMR-Einbruch die kleine Signaländerung von nur wenigen MHz, die durch den ausgeübten Druck ausgelöst wird, was zu dem verrauschten Ergebnis führt. Trotz dieser Nachteile wurde in unserem Experiment eine Empfindlichkeit von 10,6 MHz/GPa erreicht. Die in der Literatur veröffentlichten experimentellen Ergebnisse wurden damit bestätigt (14,58 MHz/GPa [6] und 4,8 MHz/GPa [14]).

### Zusammenfassung und Ausblick

Eine industrietaugliche Sensorvorrichtung für Druckmessungen auf der Grundlage von NV-Zentren in Diamant wurde untersucht. Ein kleines Diamantplättchen wurde erfolgreich mit

einer keramischen Druckmesszelle mittels eines Glasfrittenbindungsprozesses verbunden und hydrostatischer Druck wurde von unterhalb der Membran angelegt, was zu einer kontrollierten Dehnung auch im Diamantplättchen führte. Die Aufspaltung der optisch detektierten magnetischen Resonanz in Abhängigkeit vom angelegten hydrostatischen Druck wurden untersucht. Trotz der Nachteile des verwendeten HPHT-Diamantmaterials, das eine hohe NVC-Konzentration im ppm-Bereich aufweist, die zu einem hohen Hintergrundsignal führt, wurde eine ODMR-Aufspaltung von  $(10,6 \pm 0,18)$  MHz/GPa erreicht, was die erfolgreiche Implementierung von NV-Zentren in einen industriellen Ansatz zur Druckmessung demonstriert.

Generell ist noch nicht geklärt, bis zu welchen Dehnungswerten dieser Aufbau verwendet werden kann. Besonderes Augenmerk muss dabei auf die Bindungskräfte zwischen Glasfritte und Diamant gelegt werden.

Das Optimierungspotential des untersuchten Ansatzes liegt zum einen in der Verwendung von hochwertigen Diamantsubstraten, die nicht unter breiten ODMR-Einbrüchen leiden. Zweitens kann parallel zur zentralen Diamantplatte eine Diamantplatte in unmittelbarer Nähe der Membrankante positioniert werden, um die Wirkung von Spannungen mit anderem Vorzeichen zu untersuchen. Die Differenz der beiden Signale kann zu einer nahezu doppelten Empfindlichkeit führen. Zusätzlich werden Designs von Diamantsensoren mit integrierter Lichtanregung und Photolumineszenzmessung untersucht.

## Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die Förderung dieser Arbeit durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung unter der Förderkennziffer 03ZU1110EA (QSENS-QInd). Wir danken A. Denisenko (3PI, Universität Stuttgart) für hilfreiche Diskussionen.

## Literaturnachweis

- [1] L. Rondin, J.-P. Tetienne, T. Hingant, J.-F. Roch, P. Maletinsky, und V. Jacques, „Magnetometry with nitrogen-vacancy defects in diamond“, *Rep. Prog. Phys.*, Bd. 77, Nr. 5, S. 056503, 2014, doi: 10.1088/0034-4885/77/5/056503.
- [2] A. Dréau u. a., „Avoiding power broadening in optically detected magnetic resonance of single NV defects for enhanced dc magnetic field sensitivity“, *Phys. Rev. B*, Bd. 84, Nr. 19, S. 195204, Nov. 2011, doi: 10.1103/PhysRevB.84.195204.
- [3] P. Neumann u. a., „High-Precision Nanoscale Temperature Sensing Using Single Defects in Diamond“, ACS Publications. Zugriffen: 8. Januar 2022. [Online]. Verfügbar unter: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/nl401216y>
- [4] M. W. Doherty, N. B. Manson, P. Delaney, F. Jelezko, J. Wrachtrup, und L. C. L. Hollenberg, „The nitrogen-vacancy colour centre in diamond“, *Physics Reports*, Bd. 528, Nr. 1, S. 1–45, Juli 2013, doi: 10.1016/j.physrep.2013.02.001.
- [5] M. Kobayashi und Y. Nisida, „High Pressure Effects on Photoluminescence Spectra of Color Centers in Diamond“, *Jpn. J. Appl. Phys.*, Bd. 32, Nr. S1, S. 279, Jan. 1993, doi: 10.7567/JJAPS.32S1.279.
- [6] M. W. Doherty u. a., „Electronic properties and metrology of the diamond NV- center under pressure“, *Physical Review Letters*, Bd. 112, Nr. 4, Jan. 2014, doi: 10.1103/PhysRevLett.112.047601.
- [7] A. Barfuss, M. Kasperczyk, J. Kölbl, und P. Maletinsky, „Spin-stress and spin-strain coupling in diamond-based hybrid spin oscillator systems“, *Phys. Rev. B*, Bd. 99, Nr. 17, S. 174102, Mai 2019, doi: 10.1103/PhysRevB.99.174102.
- [8] P. Balasubramanian, „Towards quantum technologies with color centers in diamond“, Universität Ulm, Ulm, 2021.
- [9] Y. Mindarava u. a., „Efficient Conversion of Nitrogen to Nitrogen-Vacancy Centers in Diamond Particles with High-Temperature Electron Irradiation“, *Carbon*, Bd. 170, S. 182–190, Dez. 2020, doi: 10.1016/j.carbon.2020.07.077.
- [10] R. Knechtel, S. Dempwolf, und M. Schikowski, „Chapter 25 - Glass frit bonding“, in *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies (Third Edition)*, M. Tilli, M. Paulasto-Krockel, M. Petzold, H. Theuss, T. Motooka, und V. Lindroos, Hrsg., in *Micro and Nano Technologies*. Elsevier, 2020, S. 593–608. doi: 10.1016/B978-0-12-817786-0.00025-6.
- [11] K. Sasaki u. a., „Magnetic field sensitivity and decoherence spectroscopy of an ensemble of narrow-linewidth nitrogen-vacancy centers close to a diamond surface“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 110, Nr. 19, S. 192407, Mai 2017, doi: 10.1063/1.4983350.
- [12] R. S. Sussmann, *CVD Diamond for Electronic Devices and Sensors*. Wiley, 2009.
- [13] A. N. Norris, „Poisson’s ratio in cubic materials“, *Proc. R. Soc. A.*, Bd. 462, Nr. 2075, S. 3385–3405, Nov. 2006, doi: 10.1098/rspa.2006.1726.
- [14] M. S. J. Barson u. a., „Nanomechanical Sensing Using Spins in Diamond“, *Nano Lett.*, Bd. 17, Nr. 3, S. 1496–1503, März 2017, doi: 10.1021/acs.nanolett.6b04544.



# Kontinuierliche Überwachung der Ausdehnung von Lithium-Ionen-Zellen mittels dielektrischer Elastomer Sensoren DES

*Johannes Ziegler<sup>1</sup>, Gerhard Domann<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Fraunhofer Institut für Silicatforschung ISC, Neunerplatz 2, 97082 Würzburg, Deutschland

## Zusammenfassung

Der Beitrag beschreibt die Entwicklung einer flächigen und weichen Sensorik, die in einem Batteriemodul zwischen Lithium-Ionen Batteriezellen platziert werden kann, um dort die Ausdehnung der Batteriezellen zu überwachen. Zum einen kann damit der Be- und Entladevorgang während des Betriebs überwacht werden, aber auch sicherheitskritische Zustände wie die permanente Ausdehnung der Zellen, welche zur Explosion führen kann, frühzeitig erkannt werden. Die dafür entwickelte Sensorfolie basierend auf dielektrischen Elastomer Sensoren (DES) wurde elektromechanisch charakterisiert und basierend darauf wurde eine direkte Umrechnung zur Messung der Ausdehnung in die Elektronik implementiert. Die Sensorfolie wurde zusammen mit einer kommerziellen Batteriezelle in einem Versuchsaufbau verspannt und einem langsamen Be- und Entladezyklus der Batteriezelle unterzogen. Die Sensordaten zeigen, dass die Ausdehnung während dieses Ladezyklus sehr präzise gemessen werden kann, selbst elektrochemische Vorgänge im Inneren der Batteriezelle lassen sich damit verfolgen.

**Keywords:** Lithium-Ionen-Batterie, Ausdehnungssensorik, Dielektrische Elastomersensoren DES, Elektroaktive Polymer EAP, Zustandsüberwachung.

## Einleitung und Motivation

Die Zustandsüberwachung von Lithium-Ionen-Zellen in Batteriepacks für Elektrofahrzeuge wird immer wichtiger, nicht nur im Hinblick auf die Sicherheit, sondern auch im Hinblick auf die vorausschauende Wartung und Recycling-Anwendungen der Batterie. Parameter, die bereits vom Batteriemanagementsystem (BMS) überwacht werden, sind – aus Sicherheitsgründen – die Temperatur des Batteriemoduls und elektrische Eigenschaften wie Zellspannung und Stromfluss für den Ladezustand. Um die Schnellladefähigkeit von Batterien zu erhöhen, ohne gleichzeitig eine vorzeitige Alterung zu provozieren, bedarf es eines intelligenten BMS, welches mittels zusätzlicher Sensordaten einzelne Zellen oder Zellverbände überwacht. Durch diese Überwachung kann die elektrische Spannung zwischen den Zellen während des Ladevorgangs besser ausbalanciert werden oder im Betrieb das gleichmäßige Entladen der Zellen sichergestellt werden. Aber auch im Hinblick auf die Alterung von Batteriezellen sind zusätzliche Sensorinformationen von großem Interesse. Während des Lebenszyklus von Lithium-Ionen Pouch-Zellen unterliegen diese einer stetigen Volumenänderung: Während des Ladevorgangs dehnen sich diese aus, da die Lithium-Ionen in die Zwischenschichten der

Graphit-Anode eingelagert werden. Beim Entladen wandern diese zurück in den Elektrolyten, und das Batterievolumen verkleinert sich wieder. Dieser dynamische Prozess wird im Falle einer Zellalterung von einer dauerhaften Volumenzunahme überlagert, welche zum Ausfall der Batterie oder im schlimmsten Fall zur Explosion der Zelle führen kann. Für diesen sicherheitskritischen Fall, aber auch um den Lade- und Entladevorgang besser überwachen zu können, ist eine Sensorik zur Ausdehnungsüberwachung im Betrieb von großem Interesse. Im Labormaßstab werden zur Ausdehnungsüberwachung Laser-Triangulatoren eingesetzt, welche allerdings viel Bauraum benötigen und damit für den mobilen Einsatz im Fahrzeug nicht geeignet sind.<sup>[1]</sup> Ziel dieser Studie ist es, eine Sensorik zur Messung der Batterieausdehnung im Betrieb zu entwickeln.

## Dielektrische Elastomer Sensoren

Dielektrische Elastomer Sensoren (DES) bestehen aus alternierenden, elektrisch leitfähigen und isolierenden Elastomer-Schichten, wodurch ein dehnbare Kondensator realisiert werden kann. Wird die Geometrie dieses Kondensators verändert, so verändert sich auch dessen messbare elektrische Kapazität. Die grundsätzliche Darstellung einer 5-lagigen DES-Folie (Mindestkonfiguration) ist in Abb. 1 dargestellt. Sie beinhaltet zwei Elektroden,

welche durch ein Dielektrikum voneinander getrennt sind und zwei außen angebrachte Schutzschichten. Als Elastomer wurde ein Silikonelastomer basierend auf PDMS (Polydimethylsiloxan) verwendet. Durch die Verfügbarkeit von flüssigen Silikonvorstufen lässt sich das Material im unvernetzten Zustand sehr einfach zu dünnen Folien verarbeiten oder auch hin zu komplexen Strukturen abformen. Die hohe thermische und chemische Beständigkeit des Grundmaterials erlaubt den vielseitigen Einsatz von DES in verschiedenen Einsatzumgebungen

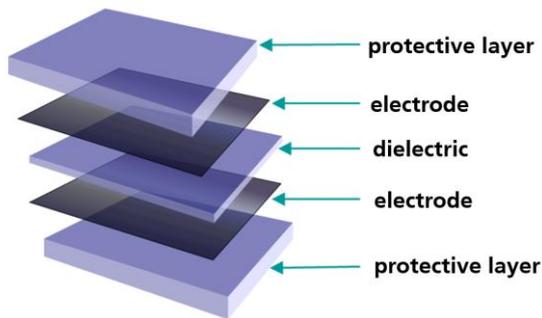


Abb. 1: Mindestkonfiguration eines Dielektrischen Elastomer Sensors (Folie) mit zwei Elektroden, einem Dielektrikum und zwei Schutzschichten

Durch den Einsatz von speziellen und angepassten Elastomerstrukturen, welche beidseitig auf der Sensorfolie angebracht werden, kann eine Kompression, welche senkrecht auf die Fläche einwirkt, in eine Dehnung der Sensorfolie umgewandelt werden, wodurch der Sensor eine hohe Empfindlichkeit gegenüber Kompression aufweist.

Diese Art von Verformungssensor wurde im Rahmen der EU-Verbundprojekte SPARTACUS und PHOENIX weiterentwickelt, sodass eine flächige Sensorfolie entsteht, welche zwischen zwei Batteriezellen positioniert werden kann und dort gleichzeitig als mechanische Trennschicht dient. Durch den Einsatz einer vollflächigen Sensorfolie wird ein gleichmäßiger mechanischer Druck beim Einspannen der Batteriezellen im Batteriemodul realisiert, welcher sich vorteilhaft auf die Lebensdauer der Batterie auswirkt. Durch die Möglichkeit der Segmentierung von einzelnen Sensorfeldern auf der flächigen Sensorschicht ist es ebenfalls möglich die Ausdehnung der Batteriezelle ortsaufgelöst zu erfassen, ohne dabei punktuelle Druckstellen zu erzeugen. Die Steifigkeit der Sensorfolie kann entsprechend der Ausdehnung und dem gewünschten Vordruck im Batteriemodul in einem weiten Bereich eingestellt werden. Dazu kann zum

einen die Elastomerstruktur geometrisch oder die Shore Härte des Silikonmaterials angepasst werden.<sup>[2]</sup>

### Elektromechanische Charakterisierung der Sensorfolie

Die einzelnen Silikonschichten werden separat durch Rakeln und Abformen hergestellt und im Anschluss mit einem Silikonkleber zu einer Sensorfolie verbunden. Die Sensorfolie wird mechanisch auf eine Polyimid-Folie, welche mit Leiterbahnen bedruckt ist, geklebt. Jeder Sensorpunkt wird auch elektrisch mit dieser verbunden, wodurch die elektrischen Signale der acht Sensorpunkte über ein Flachbandkabel, welches an einer der kurzen Seiten angeschlossen wird, aufgenommen werden können. Als Messelektronik wird ein Teensy Mikrocontroller verwendet, welcher in der Lage ist, alle acht Signale gleichzeitig aufzuzeichnen. Abb. 2 zeigt die Sensorfolie inkl. der Zuordnung der acht Sensorpunkte und ihre Nummerierung. Die Größe der Sensorfolie orientiert sich an der Größe der verwendeten Batteriezelle, lässt sich aber auch individuell an andere Geometrien anpassen.

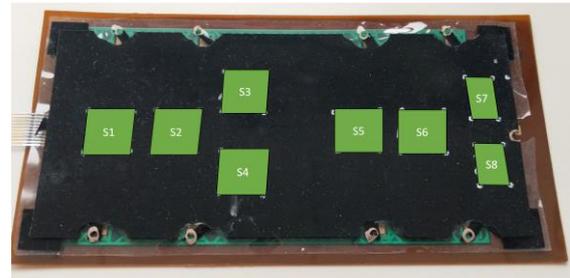


Abb. 2: Sensorfolie auf einem flex PCB Substrat inkl. der Kennzeichnung der Sensorpunkte S1 - S8

Zur elektromechanischen Charakterisierung wird jeder Sensorpunkt mehrfach auf 160 kPa Druck komprimiert und wieder entlastet. Gleichzeitig wird der Verformungsweg sowie die Kapazität erfasst. Abb. 3 zeigt exemplarisch die Verformung über die Kapazitätsänderung aller acht Sensorpunkte (501 – 508) bei mechanischer Belastung. Fertigungstechnische Toleranzen der Foliendicke sowie Ungenauigkeiten in der Nullpunktbestimmung zu Beginn der Messung sorgen für Abweichungen zwischen den einzelnen Sensorpunkten. Basierend auf diesen Messwerten wird für jeden Sensorpunkt eine Umrechnung (Polynom 5ten Grades) in den Mikrocontroller programmiert, wodurch dieser eine gemessene Kapazitätsänderung direkt in die Verformungsänderung des Sensorpunktes umrechnet und ausgibt.

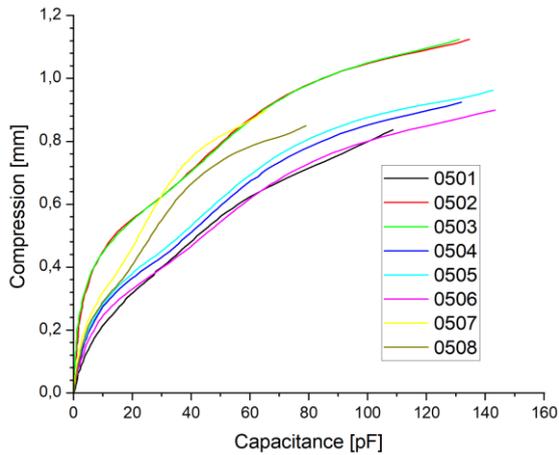


Abb. 3: Verformung in Abhängigkeit der Kapazitätsänderung für die 8 Sensorpunkte S1 - S8 (bzw. 501 – 508)

### Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau orientierte sich an der späteren Anwendung, in welcher mehrere Batteriezellen in einem Batteriemodul zusammengefasst und mit einer mechanischen Vorspannung versehen werden. Aus diesem Grund wurde die Batteriezelle zusammen mit der Sensorfolie und einem Temperatursensor (Pt100) zwischen zwei Aluminiumplatten verspannt. Zum Einstellen einer homogenen Vorspannung von 25 kPa wurden die Sensorsignale der Sensorfolie genutzt.

Durch diesen verspannten Versuchsaufbau wird sichergestellt, dass die Ausdehnung der Batteriezelle direkt in die Kompression der Sensorfolie übertragen wird.

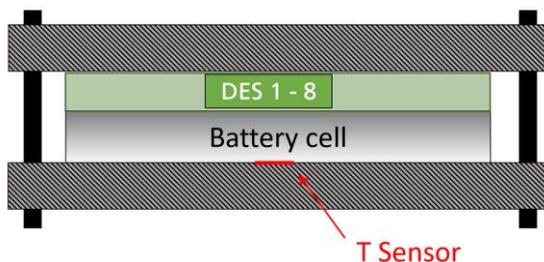


Abb. 4: Schematischer Versuchsaufbau: Batteriezelle, Sensorfolie und Temperatursensor werden in einem mechanischen Gehäuse mittels Schrauben verspannt (Schnittansicht, nicht maßstabsgetreu)

Für diesen Versuch wurde eine 12 Ah SLPB Batteriezelle der Firma KOKAM (Model Number: SLPB065070180) mit einer maximalen Ladespannung von 4,2 V verwendet, welche aus High Energy NMC Kathoden und Graphit Anoden besteht. Die Batteriezelle weist eine Dicke von 6,4 mm und die

Sensorfolie von ca. 2 mm auf. Der gesamte Versuchsaufbau wurde in einer Temperatorkammer platziert und der Versuch bei 25 °C durchgeführt.

### Messergebnisse und Interpretation

Das Versuchsprogramm beginnt mit einer kompletten Entladung der Zelle (nicht in den Messdaten enthalten), danach startet das eigentlich Messprogramm. Die Zellspannung wird mit Hilfe eines konstanten Stroms von 0,8 A (entspricht C/15) bis zu ihrem maximalen Wert von 4,2 V erhöht und damit die Batteriezelle geladen. Es folgt eine kurze Pausenphase von ca. 30 min, im Anschluss beginnt die Entladephase: Die Zellspannung wird wieder mit 0,8 A bis zur minimalen Spannung von 2,7 entladen. Dieser ganze Vorgang dauert insgesamt 30 h. Der Grund für die gewählte langsame Lade- und Entladegeschwindigkeit liegt in der gewünschten Temperaturkonstanz während der Messung. Temperaturänderungen im Inneren der Batterie, welche durch den Lade- und Entladevorgang entstehen, werden durch die äußere Temperierung bei 25 °C abgeführt. Dadurch werden die Sensorsignale nicht durch Temperatureinflüsse beeinträchtigt.

Der Anstieg und Abfall der Zellspannung ist in Abb. 5 oben dargestellt. Währenddessen werden kontinuierlich die Kompressionen der Sensorpunkte der Sensorfolie und die Temperatur aufgezeichnet, welche mittig und unten in Abb. 5 dargestellt sind. Von den acht Sensorflächen konnten die Signale der Sensoren zwei und drei leider nicht ausgewertet werden, weshalb diese in der Auswertung nicht dargestellt sind.

Während des Ladevorgangs werden Lithium-Ionen aus dem Elektrolyten in die Graphit-Anode der Batterie eingelagert. Diese Einlagerung geschieht in verschiedenen elektrochemischen Phasen, welche durch kleine Stufen im Spannungsverlauf sichtbar sind. Im nahezu voll geladenen Zustand wird diese Zellausdehnung überlagert durch eine Kontraktion der NMC-Kathode, weshalb im komplett geladenen Zustand die Zellausdehnung üblicherweise wieder abnimmt.<sup>[3]</sup>

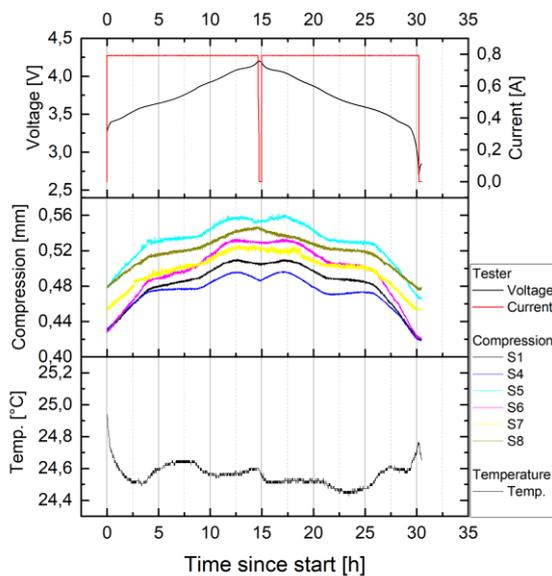


Abb. 5: Ergebnisse des Be- und Entladezyklus bei 0,8 A: Strom und Spannung der Batteriezelle über die Versuchslaufzeit (oben), zugehörige Sensor-signale umgerechnet in die Kompression (Mitte) und zugehörige Temperatur während der Messung (unten)

In den Signalen der Verformungssensoren lassen sich zumindest drei verschiedene Phasen erkennen: Zu Beginn des Ladevorgangs (0 – 4h) scheint sich die Batterie sehr schnell auszudehnen, weshalb die Signale recht schnell und homogen über die Fläche steigen. In der mittleren Phase des Ladevorgangs (4 – 10h) verlangsamt sich diese Ausdehnung, die Kurvensteigung der Sensor-kompression flacht etwas ab. In der dritten und letzten Phase des Ladevorgangs (10 -14 h) steigt die Sensorkompression wieder stärker und erfährt sogar ein relatives Maximum bei 12,5h. Im voll geladenen Zustand erfassen auch die Ausdehnungssensoren die Kontraktion der Kathode, weshalb hier ein relatives Minimum zu beobachten ist. Dass dieses weniger deutlich in den Sensorpunkten 7 und 8 sichtbar ist, könnte an der Randplatzierung der Sensoren liegen. Es ist möglich, dass die Kontraktion an diesen Stellen durch die Nähe zur daneben befindlichen Siegelnaht der Batterie-zelle eingeschränkt ist. Grundsätzlich zeigen die Messdaten, dass die Ausdehnung der Batterie-zelle während des Lade- und Entladevorgangs sehr genau verfolgt werden kann. Selbst die Kontraktion der Kathode im voll geladenen Zustand ist sichtbar. Während des Entladevorgangs ist ein gespiegeltes Verhalten der Ausdehnungssensoren zu beobachten.

Die Kompressionswerte am Ende des Entladevorgangs liegen allerdings bei den mittig platzierten Sensorpunkten (1, 4, 5, 6) ca. 10  $\mu\text{m}$  unterhalb der Werte zu Beginn des Ladevorgangs. Diese leicht erhöhte Kompression zu Beginn des Versuchs könnte mit der um 0,4 K erhöhten Temperatur und einer damit verbundenen vorliegenden thermischen Ausdehnung der Batteriezelle zu Beginn des Experiments zusammenhängen. Aus Experimenten zur Untersuchung der Temperaturabhängigkeit des Sensorsignals in einem derartig mechanisch verspannten System ist eine solche Abhängigkeit bekannt.

### Zusammenfassung und Ausblick

Dieses Experiment zeigt eindeutig, dass mit Hilfe einer Sensorfolie basierend auf DES die Ausdehnung und Kontraktion einer Batterie-zelle während des Lade- und Entladevorgangs sehr präzise überwacht werden kann. Die Daten legen sogar nahe, dass ebenfalls elektrochemische Vorgänge innerhalb der Batterie durch die hohe Messgenauigkeit der Sensorfolie auswertbar sind. Damit ist diese Sensortechnologie nicht nur für einen mobilen Einsatz im Batteriemodul interessant, sondern auch zur Untersuchung der elektrochemischen Vorgänge innerhalb der Batterie ergänzend zu einer Impedanzmessung nutzbar. Für eine mobile Anwendung ist auch der Einsatz von nur einer Sensorfolie für ein ganzes Batteriemodul möglich, welche die kumulierte Ausdehnung aller parallel verspannten Zellen überwachen kann. Dadurch lässt sich das Kosten/Nutzen-Verhältnis reduzieren. Die Anpassungsfähigkeit der DES-Technologie bezüglich Messbereich, Sensitivität und mechanischer Vorspannung ermöglicht den Einsatz in einem sehr weiten Anwendungsspektrum.

### Literaturnachweis

- [1] F. B. Spingler, W. Wittmann, J. Sturm, B. Rieger, A. Jossen, *Journal of Power Sources*, 393 152 (2018). Doi: 10.1016/j.jpowsour.2018.04.095
- [2] J. Ziegler, D. Uhl, H. Böse, *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) XXV*, SPIE 2023 - 2023, p. 28. Doi: 10.1117/12.2658246
- [3] S. Feiler, P. Daubinger, L. Gold, S. Hartmann, G. A. Giffin, *Batteries & Supercaps* 2023, 6. Doi: 10.1002/batt.202200518

# Nichtinvasiver kapazitiver Füllstandsensoren für den Einsatz an transportablen Behältern

*Stefan Klehr, Stefan von Dosky,  
Siemens AG, Östliche Rheinbrückenstr. 50, 76187 Karlsruhe, Germany*

## Zusammenfassung

Vorgestellt wird ein neuartiger kapazitiver Füllstandsensoren basierend auf einem kapazitiven Multielektroden-Array, welches einfach von außen vertikal auf die Behälterwand aufgeklebt wird. Durch die Elektrodenanordnung wird ein bestimmtes Muster an Kapazitätsmesswerten erzielt, welches als eine digitale Codierung interpretiert werden kann. Diese Codierung ist robust gegenüber Störeinflüssen wie beispielsweise Betauung an der Behälterinnenwand. Zudem ist es möglich eine Trennschicht von Zwei-Phasen-Gemischen oder die Schaumdicke auf einer Flüssigkeit zu bestimmen. Die zugehörige Elektronik zur kapazitiven Messwerterfassung ist sehr stromsparend. Ausgestattet mit einer Batterie und einem energiesparenden Modul zur drahtlosen Kommunikation eignet sich dieser Füllstandsensoren für den Einsatz an transportablen Behältern. Gezeigt werden das Schaltungskonzept sowie erste Messergebnisse mit verschiedenen Flüssigkeiten und Behältern.

**Keywords:** Kapazitive Füllstandsmessung, Clamp-on, Batteriespeisung, Internet of Things

## Einleitung

Die Füllstandsmessung von Fluiden in Behältern ist in der Industrie im Allgemeinen eine zur Zufriedenheit gelöste Messaufgabe. Wenige Messprinzipien basierend auf Radar, Ultraschall und Hydrostatik haben sich dabei etabliert. Auch kapazitive Messprinzipien werden eingesetzt [1], [2]. Im Zuge der Digitalisierung treten zunehmend neue Anwendungen in den Fokus des technisch und wirtschaftlich Machbaren und werden somit z.B. für den Bereich der Logistik interessant.

Zu wissen, wie der Füllstand und der aktuelle Standort eines oft eingesetzten und preiswerten Intermediate Bulk Container (IBC) ist, erfordert einen Sensor, der energieautark funktioniert und kostengünstig ist. Dieser Beitrag stellt einen technischen Baustein vor, um neue Anwendungsfelder für die Füllstandsmessung zu eröffnen.

## Kapazitives Multielektroden-Array

Befestigt man zwei parallele Elektrodenstreifen vertikal an der Außenseite der Behälterwand, so misst man einen Anstieg der Kapazität proportional zum Anstieg des Füllstands. Diese Methode ist bekannt und findet ihre Anwendung [3].

Kürzt man nun die Speiseelektrode EXC, unterteilt diese in z.B. drei gleiche Teile, die elektrisch miteinander verbunden sind, und verteilt sie gleichmäßig über die zu erfassende Messstrecke (vgl. Abb.1 b, c), so erhält man in Abhängigkeit des Füllstands einen

treppenstufenförmigen Kapazitätsverlauf (Abb. 2 c).

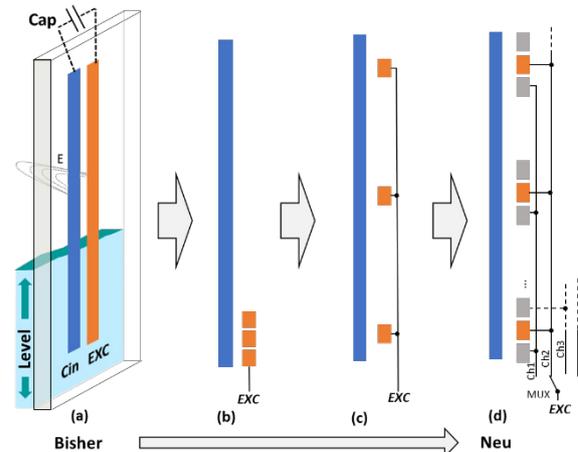


Abb. 1: kapazitive Elektrodenanordnung bisher und neu, (a) parallele Elektroden in perspektivischer Darstellung

Des Weiteren kann man diese Elektrodenanordnung vervielfachen und über einen Multiplexer (MUX) selektierbar machen (Abb. 1 d). Die Elektroden werden in einem definierten Raster vertikal aneinandergereiht (Abb. 3, links). Die Kanäle (Ch1...Ch8) wiederholen sich dabei periodisch nach oben hin, so dass sie eine definierte Nummernfolge bilden (1, 2, ... 7, 8, 1, 2...). Zunächst wurden prototypisch drei Wiederholungen realisiert, so dass das Multielektroden-Array aus 24 Elektroden besteht.

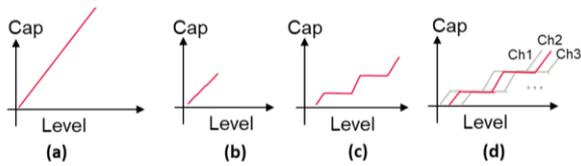


Abb. 2: Kapazitätsverlauf

Erfasst man nun die entsprechenden kapazitiven Messwerte der über einen Multiplexer sequenziell selektierten Kanäle (Ch1, Ch2, Ch3, ...), so erhält man ein entsprechend treppenstufenförmiges Muster, das sich jeweils versetzt um eine Rasterbreite wiederholt (Abb. 2 d).

Mit dem beschriebenen Multielektroden-Array ergeben sich mehrere Vorteile:

- Geringe Kapazitätshübe über den gesamten Füllstands-Messbereich, günstig für Auslegung der Elektronik.
- Geringer Schaltungsaufwand durch MUX und periodische Wiederholung der Elektrodenmuster.
- Keine Messfehler durch Anhaftung, bzw. Kondensation und Verschmutzung.
- Keine Kalibrierung notwendig.
- Messung von Zwei-Phasen-Gemischen bzw. Schaumdicke.

Das Multielektroden-Array kann als flexibles Board (Flex-PCB) oder gedruckt auf einem PET-Streifen gefertigt werden und als selbstklebender Flex-Streifen leicht montiert werden.

Zunächst wurde für erste Messungen das Multielektroden-Array aus selbstklebender Kupferfolie mittels Schneidplotter strukturiert und an einem zylindrischen Glasbehälter mit 7 mm Wandstärke getestet (Abb. 3, rechts).

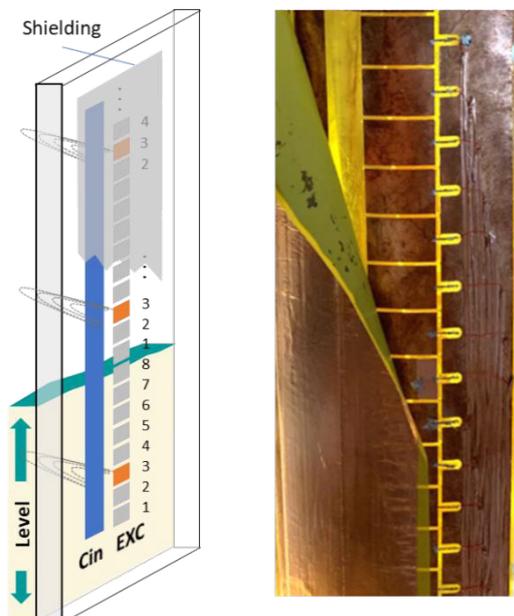


Abb. 3: Multielektrodenarray, aus Kupferfolie an einem Glasbehälter (rechts)

Der Flex-Streifen kann vom Anwender auf die gewünschte Länge angepasst werden, indem er diesen an bestimmten Stellen abschneidet (s. Abb. 4).

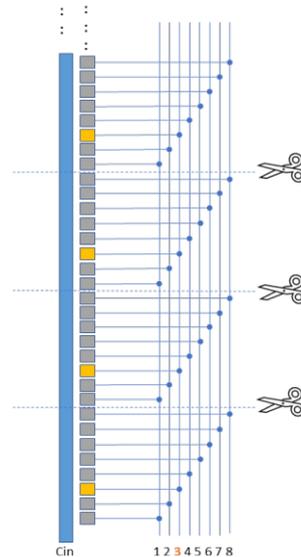


Abb. 4: Kürzen an bestimmten Stellen auf gewünschte Länge durch Anwender

### Kapazitive Messwernerfassung

Hauptbestandteile der Messelektronik sind ein Kapazitiv-Digital-Wandler (CDC) sowie ein MUX, wie im folgenden Bild dargestellt.

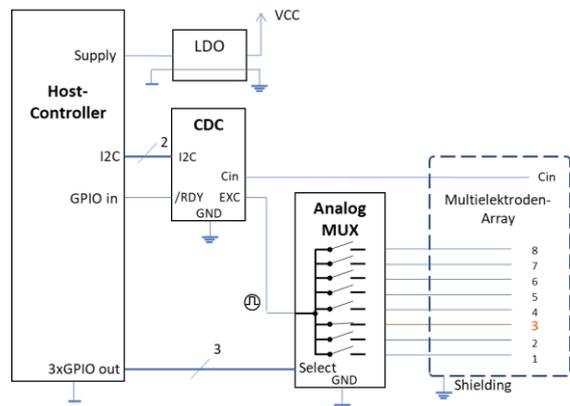


Abb. 5: Kapazitive Ausleseelektronik mit CDC und Multiplexer

Der CDC ist dazu ausgebildet, die Kapazität zwischen den Anschlüssen Excitation (EXC) und  $C_{in}$  zu messen und als digitalen Wert auszugeben. Hierzu wird an EXC ein Rechteck-Signal ausgegeben und so die zu messende Kapazität abwechselnd vollständig aufgeladen und wieder entladen. Die dabei transportierte Ladung ist ein Maß für die Kapazität. Das elektrische Potential von EXC

liegt also immer auf einem definierten Spannungspegel und wird von einer niederohmigen Quelle gespeist. Dies erlaubt den Einsatz nachgeschalteter elektronischer Bausteine (MUX) ohne den Messpfad für diese Anwendung nachteilig zu beeinflussen. Der MUX selektiert einen der acht Kanäle und bestimmt somit die aktiven Messelektroden (vgl. Ch3 in Abb. 3 links), während die restlichen Kanäle an der Messung nicht beteiligt sind (grau im Bild). Der Messbereich des CDC liegt bei etwa 8 pF und erfordert eine entsprechende geometrische Auslegung des Multielektroden-Arrays. Ein derartiges Array ermöglicht einen hohen Füllstandsmessbereich bei gleichzeitig geringer Kapazitätsauslenkung. Durch die Schirmung entsteht aufgrund der ausgedehnten Masseflächen eine erhebliche parasitäre Kapazität. Diese wird jedoch aufgrund des Messprinzips des CDC weitgehend toleriert. Im ersten Schritt wurde ein 8-fach Multiplexer verwendet.

### Messergebnisse

Bislang wurden Messungen an einem zylindrischen Glasbehälter sowie an einem Kunststoffbehälter aus HDPE (High Density Polyethylen) durchgeführt. Die Elektroden wurden in einem Elektroden-Raster von 11 mm angeordnet.

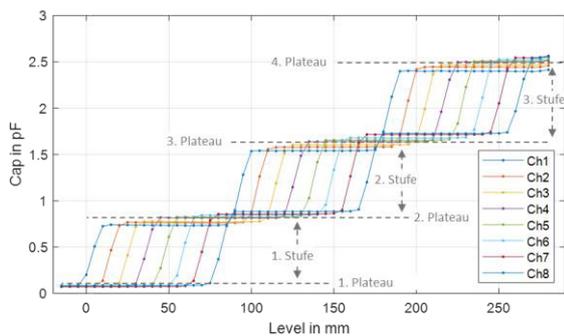


Abb. 6: Füllstandsmessung am Glasbehälter mit (7mm Wandstärke) mit Wasser.

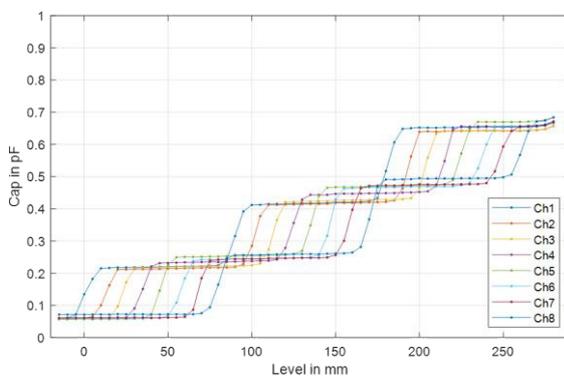


Abb. 7: Füllstandsmessung am HDPE-Behälter mit (3mm Wandstärke) mit Wasser.

### Füllstandsberechnung

Die Codierung der gemessenen Kanäle erlaubt eine direkte digitale Interpretation des Füllstands. Ändert sich der Füllstand um ein Raster, so ändert sich der Kapazitätswert bei genau einem Channel um eine Treppenstufe, während die anderen Channels in ihrem Wert verharren. Anhand der Reihenfolge der Kanäle ist festgelegt, welcher Kanal als nächster seine Treppenstufe ändert. Dies ermöglicht eine robuste Plausibilitätsprüfung bei der Berechnung des Füllstands. Die Anzahl plausibler Codes  $V$  beträgt allgemein bei  $n$  Channels und  $m$  Elektroden je Channel: Gl. (1)

$$V = n \cdot m + 1$$

Während alle möglichen Codekombinationen  $N$  sich wie folgt berechnen lassen Gl. (2):

$$N = (m + 1)^n$$

Mit 8 Kanälen und 3 Elektroden je Kanal gibt es  $V=25$  gültige Codes aus  $N=65536$  möglichen Codes. D.h. alle restlichen Codes außer den erlaubten 25 können als Fehler erkannt werden. Verwendet man statt eines 8-fach einen 16-fach Multiplexer, so erhält man bei 3 Elektroden je Kanal  $V=49$  plausible Codes. Dies entspricht einer Raster-Auflösung des Füllstands von knapp 2%.

Die absoluten Kapazitätswerte sind bei dieser Methode nicht maßgebend. Die Kanäle werden relativ zueinander ausgewertet, so dass eine Kalibrierung nicht notwendig ist.

Ändert sich der Füllstand nur geringfügig, so dass sich der betroffene Kanal zwischen zwei Stufen befindet, kann dieser eine Kanal weder der unteren noch der oberen Stufe zugeordnet werden. Berücksichtigt man diesen Zwischenbereich mit in der Kalkulation, so kann man den Füllstand feiner auflösen als das Elektrodenraster vorgibt.

Ein entsprechender Algorithmus wurde im Rahmen der Evaluierung mit Matlab erstellt und mit dem 8x3 Elektroden-Array getestet. Bei einem Elektrodenraster von 11 mm konnte der Füllstand im Bereich von 1 mm aufgelöst werden. Der Messbereich beträgt 0,3 m.

### Füllstand von Zwei-Phasen-Gemischen

Zwei-Phasen-Gemische, wie beispielsweise Wasser und Öl, können mit dem Multielektroden-Array aufgrund der unterschiedlichen Permittivitäten erfasst werden. Die jeweilige Höhe der beiden Flüssigkeitssäulen kann dabei einzeln ermittelt werden, sofern sich beide Säulen jeweils über mindestens zwei Rasterbreiten des Multielektroden-Arrays erstrecken. Messungen mit Öl und weiteren Stoffen stehen jedoch zurzeit noch aus. Elektrostatische FEM-Simulationen [4] zeigen aber, dass der Einfluss der stoffspezifischen Permittivität nichtlinear in den gemessenen Kapazitätshub eingehen, so dass Stoffe mit sehr geringer Permittivität (z.B. Öl) die gemessene Kapazität deutlich stärker beeinflussen als angenommen und vom Messsystem gut erfasst werden können.

- [2] Hoffmann, J.; Handbuch der Messtechnik; Hanser-Verlag, 2012
- [3] Klebesensor BCW004, Fa. Balluff GmbH
- [4] J. Wild, „Nichtinvasive, kapazitive Multielektroden Füllstandsmessung,“ Institut für Industrielle Informationstechnik, KIT, 2023.

### Zusammenfassung und Ausblick

Das in diesem Beitrag vorgestellte kapazitive Multielektroden-Array eröffnet eine neuartige, nichtinvasive Möglichkeit, den Füllstand in Behältern kapazitiv von außen zu messen. Durch den Einsatz eines Multiplexers sowie einer gezielten Elektrodenanordnung können die Kapazitätswerte entlang der Füllhöhe abschnittsweise separat über Kanäle erfasst werden. Dies ermöglicht den Einsatz eines einzelnen CDC. Durch die Gegenüberstellung der Kanäle entsteht ein füllstandabhängiges Treppenstufenmuster welches als digitaler Code interpretiert werden kann. Dabei sind nur wenige bestimmte Codemuster plausibel bzw. erlaubt. Alle anderen Codemuster sind nicht plausibel und werden als Fehler identifiziert. Dies macht die Füllstandsmessung robust gegenüber Störeinflüssen wie Kondensation oder Anhaftungen. Erste Messungen liefern vielversprechende Ergebnisse.

Weitere Messungen mit unterschiedlichen Behältern und Flüssigkeiten sind geplant. Zudem sollen größere Füllhöhen getestet werden.

### Literaturnachweis

- [1] Sitrans LC300, Kapazitive Füllstandsmessung, Fa. Siemens  
<https://www.siemens.com/de/de/produkte/auto/matisierung/prozessinstrumentierung/fuellstandmessung/kontinuierliche-verfahren/sitrans-lc300.html>

# Stabilisierung von O<sub>2</sub>-sensitiven Photolumineszenzsignalen durch Temperaturvariation

*Linda Kothe<sup>1,2</sup>, Stephan Ester<sup>2</sup>, Michael Poeplau<sup>2</sup>, Marc Wengenroth<sup>2</sup>, Michael Tiemann<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Department Chemie, Universität Paderborn, Warburger Straße 100, 33098 Paderborn, E-Mail: [linda.kothe@uni-paderborn.de](mailto:linda.kothe@uni-paderborn.de)

<sup>2</sup>Wöhler Technik GmbH, Wöhler-Platz 1, 33181 Bad Wünnenberg

## Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden Untersuchungen zur sauerstoffabhängigen Photolumineszenz von Zink-Zinn-Oxid-Partikeln präsentiert, welche perspektivisch für die optische Sauerstoffdetektion eingesetzt werden sollen. Zink-Zinn-Oxid zeigt eine sauerstoffabhängige Photolumineszenz im sichtbaren Spektralbereich und wird hier als eine photostabile Alternative zu den kommerziell verfügbaren metallorganischen Verbindungen vorgestellt. Der Fokus liegt dabei auf dem Einfluss der Temperatur auf die Sauerstoffsensitivität der Photolumineszenz. Wir zeigen, dass bereits leichte Temperaturerhöhungen zu einer signifikanten Verbesserung der Sauerstoffsensitivität der Photolumineszenz führen und gleichzeitig die Signalqualität erhöhen.

**Keywords:** Gassensor, Zink-Zinn-Oxid, Lumineszenz, O<sub>2</sub>-Quenching, Temperatur-Quenching

## 1. Einleitung

Kommerziell verfügbare photolumineszenzbasierte Sensoren für Sauerstoff (O<sub>2</sub>) verwenden üblicherweise metallorganische Verbindungen. Diese zeichnen sich vor allem durch eine bemerkenswerte Empfindlichkeit und Selektivität aus. Leider führt eine kontinuierliche, kurzweilige Bestrahlung zur Zersetzung der lumineszierenden Moleküle (Photobleichung).<sup>[1]</sup> Auch Metalloxide, die aus der resistiven Gassensorik bekannt sind, zeigen eine gaskonzentrationsabhängige Photolumineszenz.<sup>[2]</sup> Im Vergleich zu den metallorganischen Verbindungen sind Metalloxide sehr langlebig und auf Grund ihrer guten Verfügbarkeit und geringen Toxizität eine vielversprechende Alternative.

Die etablierten resistiven Gassensoren werden typischerweise thermisch aktiviert und bei Temperaturen oberhalb 400 °C betrieben. Auf diese Weise werden aus leitungsbandnahen Donorniveaus Elektronen in das Leitungsband gehoben. Eine Erhöhung der Temperatur führt somit zu einer Erhöhung des Leitwerts (vgl. Abbildung 1 – Links).<sup>[3]</sup> Zudem werden Ad- und Desorptionsprozesse beschleunigt, sodass bei einer Änderung der O<sub>2</sub>-Konzentration die Leitwertänderung erhöht und die Ansprechzeit vermindert wird.

Der Leitwert kann auch optisch aktiviert werden. Dazu werden Elektronen aus dem Valenz- in das Leitungsband mit Strahlung typischerweise im blauen bis UV-Bereich angeregt. Adsorbiert O<sub>2</sub> auf der Oberfläche eines n-Typ-Halbleiters, werden Elektronen aus dem Leitungsband in der Bindung zum oberflächensorbierten O<sub>2</sub> lokalisiert. Der Leitwert sinkt, da diese Elektronen nicht mehr zur Leitfähigkeit beitragen.

Die Photolumineszenz der Metalloxide wird nach einem analogen Mechanismus beeinflusst. Elektronen werden durch Strahlung vom Valenz- ins Leitungsband angehoben, das Material wird also ebenfalls optisch aktiviert. Diese Elektronen können entweder strahlend bzw. nicht-strahlend in energetisch tiefergelegene Niveaus rekombinieren oder in der Bindung zum oberflächensorbierten O<sub>2</sub> lokalisiert werden. Die Photolumineszenzintensität nimmt daher ab (vgl. Abbildung 1 – Rechts).<sup>[4]</sup>

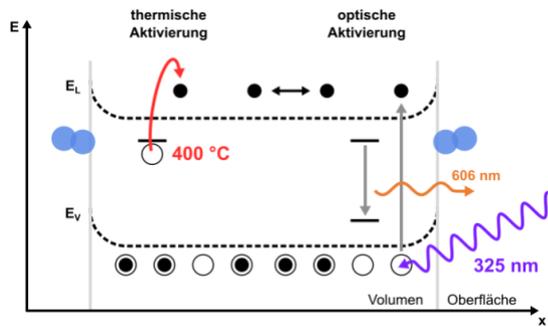


Abb. 1: Schematische Darstellung der Energieniveaus von Zink-Zinn-Oxid in Anwesenheit von  $O_2$  (blau). Links: Thermische Aktivierung von Elektronen aus Donorniveaus. Rechts: Optische Aktivierung von Elektronen aus dem Valenzband mit UV-Strahlung (325 nm) und Defekt-Lumineszenz bei ca. 606 nm.

Eine Temperaturerhöhung führt zur Bildung zusätzlicher nicht-strahlender Übergänge, sodass mehr Elektronen nicht-strahlend rekombinieren und die Photolumineszenzintensität temperaturbedingt geringer ist.<sup>[5]</sup> Anders als bei Leitwertmessungen stehen so die Intensität und die  $O_2$ -Sensitivität hinsichtlich einer Temperaturerhöhung in Konflikt.

Das Ziel dieser Studie ist es, den Einfluss der Temperatur auf die Photolumineszenz von Zink-Zinn-Oxid (engl. *zinc tin oxide*, ZTO) bezüglich ihrer  $O_2$ -Sensitivität zu untersuchen. ZTO ist ein n-Typ-Halbleiter mit einer Bandlücke von ca. 3,4 eV (ca. 365 nm). Als Mischoxid aus Zinkoxid (ZnO) und Zinnoxid ( $SnO_2$ ) vereint es die hervorragenden Photolumineszenz-Eigenschaften von ZnO und die hohe Gassensitivität von  $SnO_2$ . In dieser Studie wird erstmals gezeigt, dass bereits geringe Temperaturerhöhungen die  $O_2$ -Sensitivität deutlich verbessern. Um dies weiter zu quantifizieren, wird das Signal-Rausch-Verhältnis bestimmt und auf die optimalen Messbedingungen untersucht.

## 2. Experimentelles

### 2.1 Sensorpräparation

Es werden ZTO-Partikel angelehnt an [6] hergestellt. Mit VE-Wasser und den Partikeln wird eine Dispersion mit einer Konzentration von 0,04 mg/µl hergestellt. Das Keramiksubstrat wird dreimal abwechselnd mit Aceton und Ethanol gereinigt und bei 60 °C getrocknet. Auf die Interdigitalstruktur des Substrats werden 2 x je 150 µl der Dispersion

getropft und bei 60 °C getrocknet (Abbildung 2).

### 2.2 Messaufbau

Es wird die Photolumineszenz von ZTO-Partikeln gemessen. Dazu wurde eine Messzelle entworfen, die aus einer Quarzglas-Küvette und einem Küvetteneinsatz (Abbildung 2) besteht. Der Küvetteneinsatz schließt die Küvette gasdicht ab, wobei über den Gaseinlass und -auslass am oberen Ende des Einsatzes Gase in den Probenraum gegeben werden können. Der Küvetteneinsatz bietet durch Vertiefungen ausreichend Platz für ein Keramikheizelement, dessen Temperatur mit einem Typ K Thermoelement gemessen wird und als Regelgröße für das Heizelement dient. Über dem Heizelement befindet sich eine Keramikplatine mit einer interdigitalen Kupferelektrodenstruktur (Elektrodenabstand und -breite je 100 µm), die mit „Chemisch Gold“ (ENIG) passiviert ist. Neben dem Gaseinlass und -auslass befindet sich eine kleine Öffnung, durch die das Thermoelement nach außen geführt wird. Die Probe wird unter einem Winkel von 45 ° angeregt. Die Anregung (LED) und Detektion (Faserspektrometer) stehen so in einem Winkel von 90 ° zueinander. Der Aufbau ermöglicht es, die Photolumineszenz bei variierenden Temperaturen und Gasatmosphären zu erfassen.

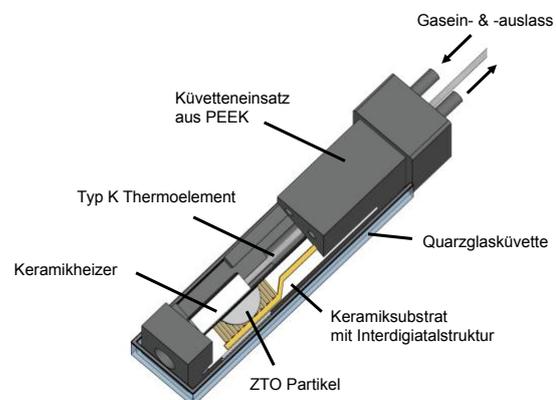


Abb. 2: Querschnitt der verwendeten Messzelle, bestehend aus Quarzglasküvette, PEEK Küvetteneinsatz, Typ K Thermoelement, Keramikheizer und Keramikplatine mit ZTO-Partikeln.

Die Quarzglasküvette befindet sich in einer Aluminiumhalterung (Abbildung 3). Über einen 325 nm Bandpassfilter und eine Leuchtdiode mit einem Emissionsmaximum bei 325 nm wird die Probe angeregt. Die entstehende Photolumineszenz wird von einer Kollimatorlinse gebündelt und über eine

optische Faser an ein Faserspektrometer (OceanOptics, Flame S) übertragen. Um die Reflexion der Leuchtdiode an der Probe zu filtern, befindet sich vor der Kollimatorlinse ein optischer Langpassfilter mit einer Grenzwellenlänge von 400 nm.

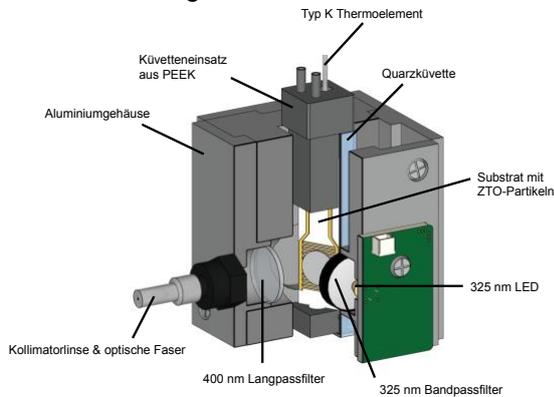


Abb. 3: Querschnitt des Messaufbaus.

Mit einer PC-gesteuerten Gasmischanlage werden der Volumenstrom und die Gaszusammensetzung eingestellt. Bei den verwendeten Gasen handelt es sich um Stickstoff (Linde, 5.0) und synthetische Luft (Linde, 20 % Sauerstoff, KW-frei).

### 2.3 Messdatenerfassung und -auswertung

Für ein Emissionsspektrum wird die Photolumineszenz über einen Zeitraum von 30 s integriert. Die spektrale Auflösung auf der Abszisse beträgt 0,473 nm, wobei jeder Messpunkt der Abszisse über einen Bereich von  $\pm 5$  nm gemittelt ist (Abbildung 4). Um die zeitliche Veränderung der Emissionsspektren bei variierender Temperatur und  $O_2$ -Konzentration darzustellen, wird der Verlauf des Maximums bei 606 nm betrachtet und über die Zeit dargestellt.

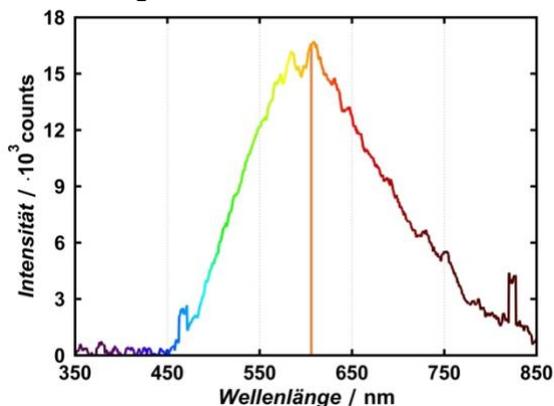


Abb. 4: Photolumineszenzspektrum von ZTO-Partikeln. Das Emissionsmaximum beträgt 606 nm.

Die Probe wird bei 40 °C, 80 °C, 120 °C und 160 °C untersucht, dabei wird die  $O_2$ -Konzentration nach dem in Abbildung 4 dargestellten Profil zwischen 0,5 Vol.-% und 20 Vol.-% variiert.

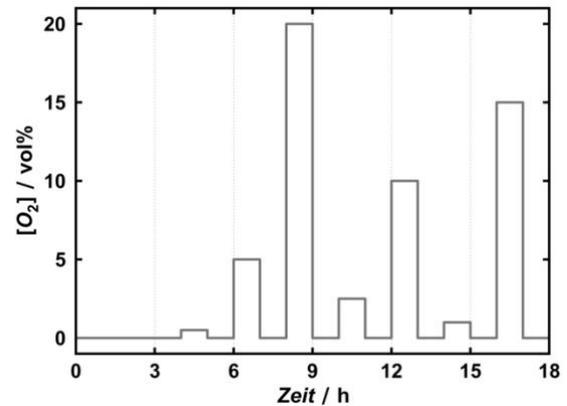


Abb. 4:  $O_2$ -Konzentrationsprofil in  $N_2$ .

Die  $O_2$ -Kennlinie wurde erhalten, indem der Mittelwert der letzten 30 Werte der Intensität während des entsprechenden  $O_2$ -Angebots gebildet wurde.

### 2.4 Bestimmung des SNR

Um den Einfluss der Temperatur auf die Signalqualität und -sensitivität zu bewerten, wird in dieser Studie ein vereinfachter Ansatz gewählt um das Signal-zu-Rauschverhältnis (*engl. signal to noise ratio*, SNR) zu ermitteln. Bei diesem Ansatz wird davon ausgegangen, dass die Rauschamplitude für eine gegebene Temperatur zeitlich konstant und unabhängig von der vorliegenden  $O_2$ -Konzentration ist. Zur Bestimmung der Rauschamplitude wird zu Beginn der Messung und in Abwesenheit von  $O_2$  über 1 h (3-4 h) das Signalmaximum und der zeitliche Mittelwert gebildet. Dieser Mittelwert wird ins Verhältnis zum Mittelwert (die letzten 30 min des  $O_2$ -Angebots, 60 Werte) der Intensitätsänderung bei 20 Vol.-%  $O_2$  gesetzt. In Abbildung 5 ist dies beispielhaft für die Messung bei 80 °C dargestellt.

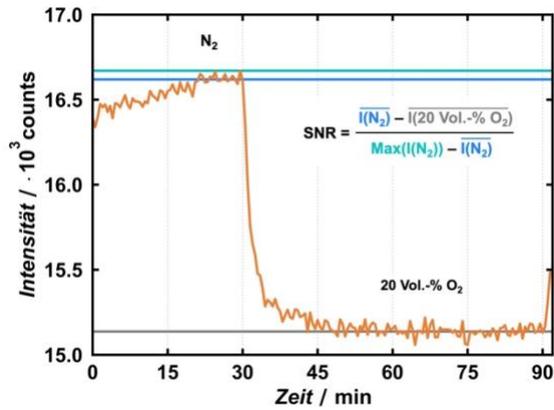


Abb. 5: Bestimmung des Signal-Rausch Verhältnisses bei 80 °C.

### 3. Messergebnisse und Diskussion

ZTO zeigt eine charakteristische Photolumineszenz im sichtbaren Spektralbereich, wenn es mit UV-Strahlung (325 nm, ca. 3,81 eV) angeregt wird. Die Energie der anregenden Strahlung ist hierbei größer als die Bandlückenenergie von ZTO (3,4 eV). Die Photolumineszenz basiert vermutlich auf verschiedenen Defekten im ZTO-Kristallgitter.<sup>[7, 8]</sup> Es wird davon ausgegangen, dass die strahlende Rekombination von diesen Defektniveaus innerhalb der Bandlücke ausgeht. Im Folgenden werden zunächst der Einfluss und der Sensormechanismus bei variierender O<sub>2</sub>-Konzentration geschildert, bevor im weiteren Verlauf der Einfluss der Temperaturvariation beschrieben wird.

#### 3.1 Sensormechanismus

In Abbildung 6 ist das Emissionsspektrum der ZTO-Partikel in An- und Abwesenheit von O<sub>2</sub> dargestellt.

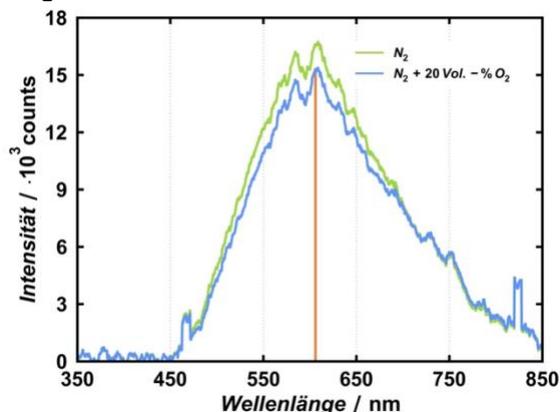


Abb. 6: Photolumineszenzspektrum von ZTO-Partikeln in einer N<sub>2</sub> (grün) und 20 Vol.-% O<sub>2</sub> in N<sub>2</sub> (blau) Atmosphäre bei 80 °C. Die orangefarbene Linie kennzeichnet 606 nm.

In Anwesenheit von O<sub>2</sub> nimmt die Photolumineszenzintensität von ZTO ab (Lumineszenzlöschung, engl. *quenching*). Werden Elektronen optisch vom Valenz- ins Leitungsband angeregt, so können diese entweder strahlend oder nicht-strahlend relaxieren (Abbildung 7).

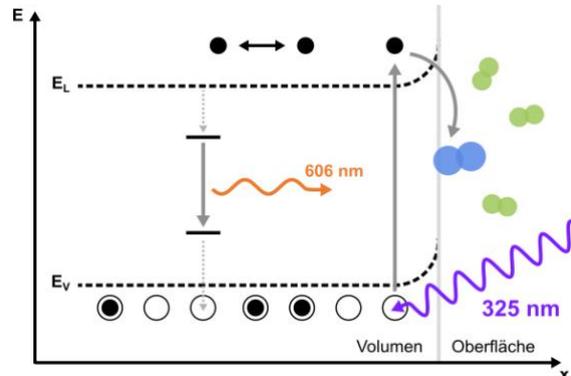


Abb. 7: Schematische Darstellung der Bandstruktur und Einfluss der Anwesenheit von O<sub>2</sub> (blau) in N<sub>2</sub> (grün) auf die Emission von ZTO.

Befindet sich O<sub>2</sub> in der Atmosphäre, so kann dieser auf der Oberfläche des ZTO chemisorbieren. Dazu werden mobile Elektronen aus dem Leitungsband in der Bindung immobilisiert und können somit nicht mehr rekombinieren oder zur Leitfähigkeit beitragen; die Verarmungsrandschicht und die Bandverbiegung nehmen zu. Demnach sinkt sowohl der Leitwert als auch die Intensität der Photolumineszenz in Abhängigkeit der O<sub>2</sub>-Konzentration.

#### 3.2 Temperatureinfluss

Mit steigender Temperatur nimmt der Leitwert von Halbleitern zu, da mehr Elektronen thermisch in das Leitungsband angehoben werden. Wie aus Tabelle 1 deutlich wird, führt eine Erhöhung der Messtemperatur um 120 °C zu einer Abnahme der Photolumineszenzintensität von über 90 %.

Tab. 1: Mittelwerte der Photolumineszenzintensität (606 nm) zwischen 40 °C und 160 °C.

| T / °C | Intensität / counts |
|--------|---------------------|
| 40     | 33053               |
| 80     | 16501               |
| 120    | 6599                |
| 160    | 2550                |

Eine Temperaturerhöhung hat zur Folge, dass mehr nicht-strahlende Übergänge stattfinden und die Gesamtintensität sich deutlich verringert. Die Photolumineszenz wird

demnach nicht nur durch O<sub>2</sub> sondern auch durch die Temperatur gelöscht (engl. *thermal quenching*). Zur Optimierung der Messbedingungen sollte demnach die Temperatur auf Gesamtintensität und O<sub>2</sub>-Sensitivität abgestimmt werden.

Die Photolumineszenz bei 40 °C (Abbildung 8) zeigt, dass deren Intensität in Anwesenheit von O<sub>2</sub> abnimmt.

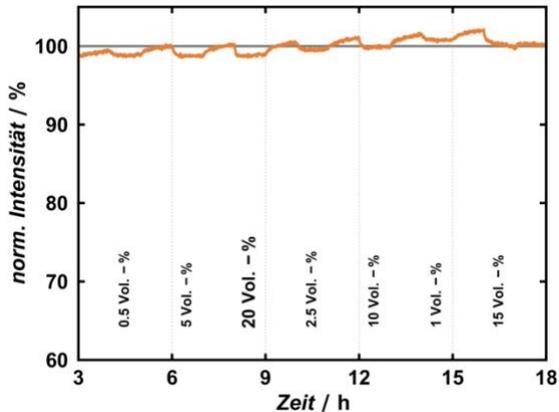


Abb. 8: Normierte zeitliche Änderung der Photolumineszenzintensität (606 nm) bei 40 °C und variierender O<sub>2</sub>-Konzentration.

Befindet sich O<sub>2</sub> im Gasmisch, gibt es eine Signaländerung um wenige Prozent. Hier kann nur erahnt werden, dass sich die Intensität anhand der O<sub>2</sub>-Konzentration ändert. Die Grundlinie des Signals ist nicht stabil.

Wird die Temperatur auf 120 °C erhöht, so wird die relative Änderung der Photolumineszenz signifikant größer (Abbildung 9).

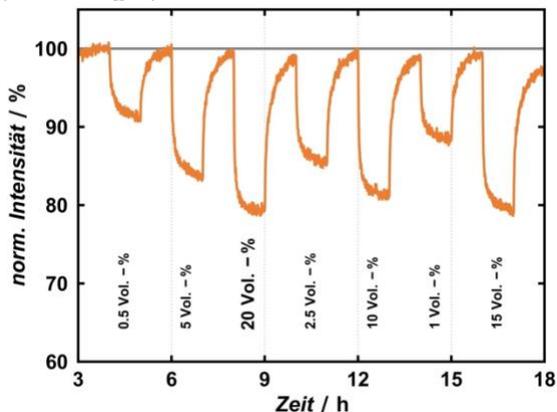


Abb. 9: Normierte zeitliche Änderung der Photolumineszenzintensität (606 nm) bei 120 °C und variierender O<sub>2</sub>-Konzentration.

Die Photolumineszenz ändert sich deutlich in Abhängigkeit der O<sub>2</sub>-Konzentration. Im

Vergleich zu der Messung bei 40 °C erhöht sich die Intensitätsänderung von ca. 2 % (20 Vol.-%) zu über 20 % (20 Vol.-%) bei 120 °C. Die Regeneration findet in Abwesenheit von O<sub>2</sub> vollständig statt und das Signal bleibt auf der Basislinie.

Die O<sub>2</sub>-Konzentrationsabhängigkeit der Intensität wird in Abbildung 11 in Form einer Kennlinie weiter zusammenfasst.

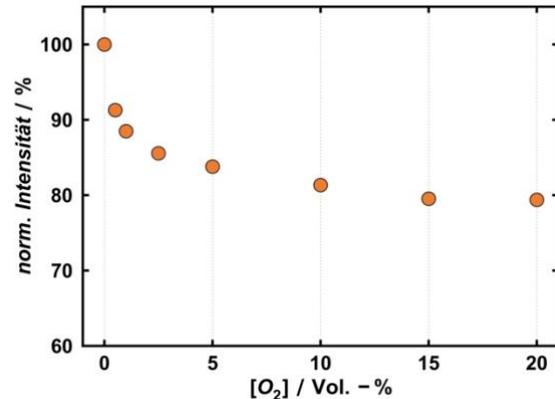


Abb. 10: Kennlinie der Photolumineszenzintensität (606 nm) bei 120 °C.

Es wird deutlich, dass die größte Intensitätsänderung unter 2,5 Vol.-% O<sub>2</sub> stattfindet. Zwischen 2,5 und 10 Vol.-% O<sub>2</sub> liegen nur noch geringe Unterschiede zwischen den Signaländerungen vor und über 10 Vol.-% ist das Signal mit O<sub>2</sub> gesättigt.

Zur Ermittlung der optimalen Messtemperatur wurden die Intensitätsmessungen hinsichtlich des Signal-Rausch-Verhältnisses ausgewertet (Abbildung 11).

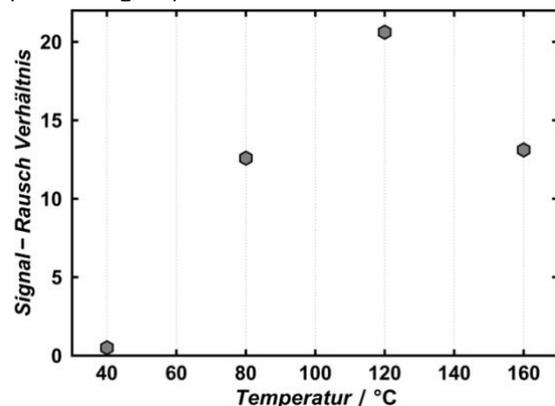


Abb. 11: Signal-Rausch Verhältnis (SNR) zwischen 40 °C und 160 °C in 20 Vol.-% O<sub>2</sub>.

In Abbildung 11 werden die Ergebnisse dieser Studie zusammengefasst. Bei 40 °C ist die Gesamtintensität der ZTO-Partikel zwar am größten, aber die Photolumineszenz wird

wenig durch die Anwesenheit von O<sub>2</sub> beeinflusst. Wird die Temperatur auf nur 80 °C erhöht, ist ein deutliches Signal messbar, aufgrund der hohen Photolumineszenzintensität und verbesserten O<sub>2</sub>-Sensitivität. Die optimale O<sub>2</sub>-Sensitivität wird bei 120 °C gemessen, da hier das Signal-Rausch-Verhältnis am größten ist. Steigt die Temperatur noch weiter, wird die Sensitivität wieder größer; da aber die Gesamtintensität geringer ist als bei 120 °C, nimmt das Signal-Rausch-Verhältnis wieder ab.

Die vorgestellten Ergebnisse verdeutlichen insgesamt die Temperatur- und Langzeitstabilität der ZTO-Partikel. Sowohl die Temperatur- als auch O<sub>2</sub>-Löschung der Photolumineszenz ist vollständig reversibel. Auch Alterungserscheinungen des Materials konnten nach regelmäßigen Messungen innerhalb von fünf Monaten nicht beobachtet werden.

#### 4. Zusammenfassung & Ausblick

In dieser Arbeit wurde gezeigt, dass sich die Photolumineszenz von ZTO-Partikeln in Abhängigkeit der O<sub>2</sub>-Konzentration ändert. Die Bestimmung des Signal-Rausch-Verhältnisses hat gezeigt, dass die Gesamtintensität der Photolumineszenz zwar abnimmt, aber die O<sub>2</sub>-Sensitivität mit steigender Temperatur zunimmt. Das optimale Verhältnis zwischen Gesamtintensität und O<sub>2</sub>-Sensitivität liegt bei den hier betrachteten Proben bei 120 °C.

#### Literaturnachweis

- [1] X.-d. Wang, O. S. Wolfbeis, *Chem. Soc. Rev.* 43, 3666-3761 (2014); doi: 10.1039/C4CS00039K
- [2] V. Kiisk, L. Puust, H. Mändar, P. Pitslaid, M. Rähn, I. Bite, D. Jankovia, I. Sildos, R. Jaaniso, *Mater. Chem. Phys.* 214, 135-142 (2018); doi: 10.1016/j.matchemphys.2018.04.090
- [3] M. Tiemann, *Chem. Eur. J.* 13, 8376-8388 (2007); doi: 10.1002/chem.200700927
- [4] M. Poeplau, S. Ester, B. Henning, T. Wagner, *Phys. Chem. Chem. Phys.* 22, 19948-19956 (2020); doi: 10.1039/D0CP02269A
- [5] M. A. Reshchikov, *Phys. Status Solidi A* 218, 2000101 (2021); doi: 10.1002/pssa.202000101
- [6] J.E. Montenegro, Y. Ochoa-Munoz, J.E. Rodriguez-Paez, *Ceramics International* 46, 2016-2032 (2020); doi: 10.1016/j.ceramint.2019.09.181
- [7] J.-W. Zhao, L.-R. Qin, L.-D. Zhang, *Solid State Communications* 141, 663-666 (2007); doi: 10.1016/j.ssc.2007.01.013
- [8] L. Wang, X. Zhang, X. Liao, W. Yang, *Nanotechnology* 16, 2928-2931 (2005); doi: 10.1088/0957-4484/16/12/034

# Aufklärung des Sensormechanismus von chemoresistiven Metalloxidgassensoren mittels transienter IR-Spektroskopie am Beispiel von goldbeladenem Zinnoxid

Maximilian Pfeiffer<sup>1</sup>, Christian Hess<sup>1</sup>

Eduard-Zintl-Institut für Anorganische und Physikalische Chemie, Technische Universität Darmstadt, Peter-Grünberg-Str. 8, 64287 Darmstadt, Deutschland

## Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde transiente IR-Spektroskopie in Form von Modulations-Anregungs-Spektroskopie (engl. Modulation-Excitation Spectroscopy, MES) kombiniert mit phasensensitiver Detektion (PSD) zur mechanistischen Untersuchung von unbeladenem und goldbeladenem Zinnoxid als Sensormaterialien für chemoresistive Metalloxidgassensoren verwendet. In Kombination mit *ex situ*-Charakterisierung konnten unter *in situ*-Bedingungen Einblicke in die ablaufenden Oberflächenreaktionen und auftretenden Oberflächenadsorbate gewonnen werden und so neue Oberflächenmechanismen postuliert werden sowie bestehende Mechanismen weiter bestätigt werden. Dabei konnten Indizien für einen Sauerstoff-Spillover von Gold auf die Zinnoxid-Oberfläche anhand der Unterschiede in den IR-Spektren von unbeladenem und goldbeladenem Zinnoxid gefunden werden. Durch Anwendung der IR-MES konnten die aktiven Spezies der Sensorreaktionen gegenüber den Analyten Ethanol und CO identifiziert werden, als auch neue Oberflächenadsorbate wie CO adsorbiert auf partial negativ geladenen Goldnanopartikeln (CO-Au<sup>δ-</sup>) beobachtet werden. Für beide Sensormechanismen konnten die aktiven Sauerstoff-Spezies unter Zuhilfenahme der mittels PSD ermittelten Zeitwerte bestimmt werden. Darüber hinaus konnte anhand der Zeitwerte die Rolle von Carbonaten und Carboxylaten in den Sensormechanismen aufgeklärt werden. Diese sind nicht direkt in der primären Sensorreaktion beteiligt, sondern akkumulieren lediglich nach deren Ablauf auf der Oberfläche.

**Keywords:** Gassensorik, Zinnoxid, Infrarot-Spektroskopie, Transiente Methoden, Mechanistische Aufklärung

## 1 Einleitung

Zur Ermöglichung eines rationalen Designs auf Basis neuer als auch etablierter chemoresistiver Sensormaterialien ist ein tiefgreifendes Verständnis des zugrundeliegenden Sensormechanismus und dessen Beeinflussung durch Oberflächenbeladungen von großer Wichtigkeit. Für die Untersuchung von chemoresistiven Gassensoren auf Basis von Metalloxiden als Sensormaterial konnten verschiedene Ansätze der *in situ*- und *operando*-Spektroskopie [1,2] eingesetzt werden, um neue Einblicke in den Sensormechanismus von unbeladenen und beladenen Sensormaterialien wie SnO<sub>2</sub> [1,2], In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [3,4], CeO<sub>2</sub> [5] und LaFeO<sub>3</sub> [6,7] zu erhalten, wie vorherige Studien auf Basis von IR-, Raman- und UV-VIS-Spektroskopie, beispielsweise während der CO- und Ethanol-Gassensorik, gezeigt haben [1-3,7]. So konnten mittels *operando*-DRIFT-Spektroskopie während der CO-Gassensorik [2,8] und kombinierter

*operando*-Raman/UV-VIS-Spektroskopie während der Ethanol-Gassensorik [1] wichtige Erkenntnisse zum Sensormechanismus von unbeladenem und goldbeladenem Zinnoxid als chemoresistivem Sensormaterial erlangt werden.

Trotz des großen Potentials etablierter *operando*-spektroskopischer Methoden ist es in vielen Fällen schwierig, die aktiven Oberflächenspezies, die zur einer schnellen, primären Sensorantwort führen, eindeutig anhand ihrer Schwingungsbanden in den IR- und Raman-Spektren zu identifizieren, da sie von sich akkumulierenden, nicht an der Sensorreaktion teilnehmenden, Oberflächenspezies überdeckt werden. Bereits etablierte *in situ*-spektroskopische Ansätze für die Untersuchung von chemoresistiven Gassensoren können jedoch durch transiente spektroskopische Methoden, wie der MES auf Basis von diffuser Reflexions-Fouriertransformations-Infrarotspektroskopie (engl. modulation excitation diffuse reflectance

infrared fourier transform spectroscopy, ME-DRIFTS) ergänzt werden, um eben diese verdeckten aktiven Oberflächenspezies zu isolieren und weitere Informationen über den Sensormechanismus zu erhalten [9]. Diese Oberflächenprozesse bestimmen maßgeblich die Interaktion zwischen der Gasphase und der Oberfläche des Sensormaterials (Rezeption) und sind somit integral zur Verbesserung von wichtigen Sensoreigenschaften wie Sensitivität, Reversibilität und insbesondere der Selektivität gegenüber dem nachzuweisenden Analytengas [10].

## 2 Experimentaltteil

Für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurde kommerzielles Zinn(IV)oxid SnO<sub>2</sub> (Sigma Aldrich) verwendet. Die Goldbeladung erfolgte mittels Nass-impregnierung unter Verwendung von 1 mM wässriger H<sub>2</sub>AuCl<sub>4</sub>-Lösung, sowie 30 mM wässriger Ammoniak-Lösung. Details der Synthese können Quelle [11] entnommen werden.

Für die Aufnahme der transienten DRIFT-Spektren wurde ein Vertex 70 IR-Spektrometer (Bruker; Messungen während der Ethanol-Gassensorik), sowie ein Invenio R IR-Spektrometer (Bruker; Messungen während der CO-Gassensorik), beide mit eingebautem Flüssigstickstoff-gekühlten MCT-Detektor, verwendet. Beide Spektrometer sind mit einer heizbaren Praying Mantis Gaszelle (Praying Mantis High Temperature, Harrick Scientific Products) ausgestattet, in der die Probe auf einem flachen Edelstahlriegel vorgelegt wird. Die Messzelle wird mit einer Kuppel gasdicht abgeschlossen, die mit einem Quarzglas-Fenster sowie zwei KBr-Fenstern ausgestattet ist. Der Gesamtvolumenstrom der zudosierten Gase (N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, 1000 ppm CO in N<sub>2</sub>, 1000 ppm Ethanol in N<sub>2</sub>) beträgt 80 mL·min<sup>-1</sup> für die Messungen mit Ethanol [11] und 100 mL·min<sup>-1</sup> für die Messungen mit CO.

Als Referenzspektrum für die Berechnung von  $-\log(R)$  wurde jeweils das Einkanal-spektrum bei Raumtemperatur (Ethanol) [11] oder 150 °C (CO), jeweils in Syntheseluft (80 Vol.% N<sub>2</sub>, 20 Vol.% O<sub>2</sub>), aufgenommen.

Im Vorfeld der zeitaufgelösten *in situ*-DRIFTS-Messungen und der *in situ*-ME-DRIFTS-Messungen werden die verwendeten SnO<sub>2</sub>-Sensormaterialien in der Messzelle in Syntheseluft bei entweder 400 °C (Ethanol-Gassensorik) oder 350 °C (CO-Gassensorik) für 20 min vorbehandelt, um kohlenstoffhaltige Rückstände vorheriger Messungen zu beseitigen. Anschließend wird langsam auf 150 °C abgekühlt und mindestens 20 min bis zum Start der ME-DRIFTS-Messungen

gewartet. Eine schematische Darstellung des verwendeten experimentellen Aufbaus ist in Abbildung 1 gezeigt.

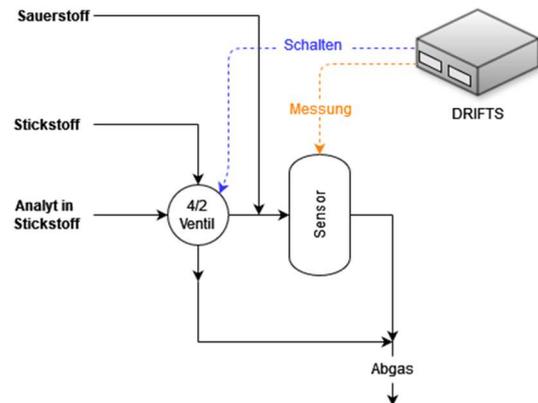


Abb. 1: Schematische Darstellung des verwendeten ME-DRIFTS-Aufbaus für die Untersuchung der Zinnoxid-Sensormaterialien. Die beiden Gasgemischungen, von denen eine den Analyten enthält, werden abwechselnd mithilfe des 4/2-Ventils in die Gaszelle mit dem Sensormaterial dosiert. Das Ventil wird durch das IR-Spektrometer gesteuert, dass gleichzeitig IR-Spektren aufnimmt.

Während der ME-DRIFTS-Messungen wird das Sensormaterial innerhalb eines Modulationszyklus jeweils gleichlang erst 500 ppm des entsprechenden Analyten Ethanol oder CO, je in Syntheseluft als Trägergas, ausgesetzt, gefolgt von Syntheseluft ohne den Analyten. Die Aufnahmegeschwindigkeit des IR-Spektrometers beträgt 40 kHz; es werden 8 Scans pro Spektrum gemittelt, und 60 Spektren pro Modulationszyklus aufgenommen. Die Auflösung der Spektren während der Ethanol (CO)-Gassensorik betrug 2 (0,5) cm<sup>-1</sup>. Daraus resultiert eine Periodendauer pro Modulationszyklus von  $T_{t,EtOH} = 133,33$  s beziehungsweise  $T_{t,CO} = 366,35$  s.

Im Rahmen der Datenverarbeitung werden je die ersten 10 Perioden verworfen, da sich noch kein Gleichgewicht eingestellt hat. Die verbleibenden Perioden (15 für Ethanol, 20 für CO) werden gemittelt, einem Untergrundabzug unterworfen und mittels PSD gemäß Gl. (1) demoduliert und so mittels Fourier-Transformation von der Zeit- in die Phasendomäne überführt.

$$I(\tilde{\nu}, \phi^{\text{PSD}}) = \frac{2}{T_t} \cdot \int_{t_{\text{cutoff}}}^{t_{\text{end}}} I(\tilde{\nu}, t) \cdot \sin(\omega \cdot t + \phi^{\text{PSD}}) dt \quad (1)$$

Dabei ist  $\tilde{\nu}$  die Wellenzahl,  $\omega$  die Anregungsfrequenz,  $T_t$  die Periodenlänge und  $\phi^{\text{PSD}}$  der Phasenwinkel. Die erhaltenen Phasenwinkel  $\phi_{\text{max}}$  für maximale Bandenintensität können mittels Gl. (2) in Zeitwerte  $\Delta t$  überführt werden.

$$\Delta t = T_t \cdot \left(1 - \frac{\phi_{\text{max}}}{360^\circ}\right) \quad (2)$$

Für die Berechnung von  $\Delta t$  wurden jeweils 360 PSD-Spektren berechnet, sodass PSD-Spektren im zeitlichen Abstand von 0,37 s (Ethanol) bzw. 1,02 s (CO) berechnet wurden. Für die so berechneten Zeitwerte für ein Bandenmaximum erfolgt eine Abschätzung der zeitlichen Unsicherheit mithilfe der Standardabweichung der Zeitwerte im Bereich von  $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$  um das Bandenmaximum herum. Sollte die Standardabweichung in diesem Bereich kleiner als der zeitliche Abstand zweier aufgenommener Spektren (2,2 s für Ethanol; 6,1 s für CO) sein, wird stattdessen der zeitliche Abstand zweier Spektren als zeitliche Unsicherheit verwendet.

### 3 Charakterisierung der verwendeten Sensormaterialien

Zur Charakterisierung der verwendeten Sensormaterial-Proben wurden diese mittels Optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) und Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) untersucht. Mittels ICP-OES wurde ein Massenanteil von 0,56 Gew.% Gold in der goldbeladenen Probe bestimmt. Mittels XPS wurde die Au 4f-Photoemission der 0,56 Gew.% Au/SnO<sub>2</sub>-Probe genauer auf den Oxidationszustand der Goldbeladung untersucht [11]. Peak-Fitting der erhaltenen Signale ergab, dass auf der Oberfläche lediglich metallisches Gold und keine kationischen Goldspezies vorliegen.

### 4 Transiente IR-Spektroskopie während der Ethanol-Gassensorik

Zur Untersuchung der Ethanol-Gassensorik auf SnO<sub>2</sub> und Au/SnO<sub>2</sub> wurden Messungen mittels zeitaufgelöster *in situ*-DRIFT-Spektroskopie und *in situ*-ME-DRIFTS durchgeführt. Während letztere im Folgenden im Detail diskutiert werden, sollen die Ergebnisse der zeitaufgelösten *in situ*-DRIFT-Spektroskopie lediglich kurz zusammengefasst werden. Eine tiefergehende Diskussion kann Quelle 11 entnommen werden.

Abbildung 2 zeigt Übersichtsspektren während der zeitaufgelösten *in situ*-DRIFTS-Messungen an Au/SnO<sub>2</sub>.

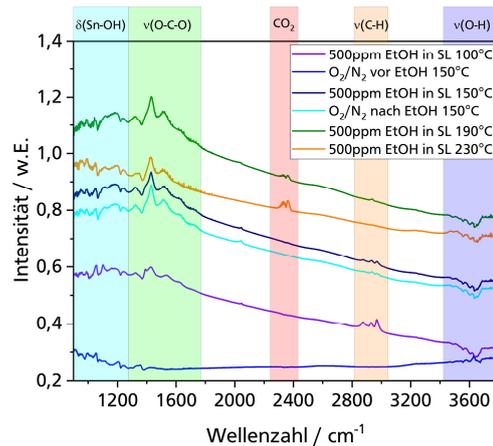
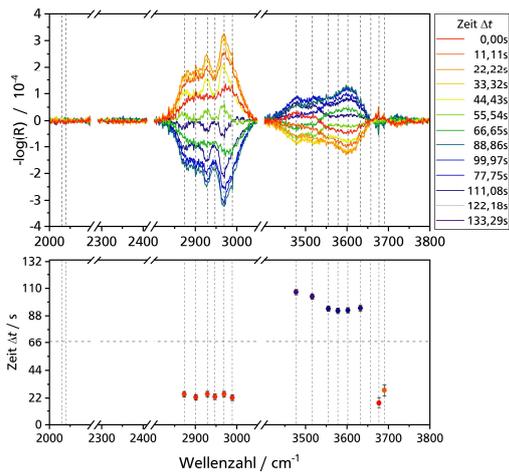


Abb. 2: DRIFT-Spektren einer 0,56 Gew.% Au/SnO<sub>2</sub>-Probe, aufgenommen vor, während und nach der Zudosierung von 500 ppm Ethanol in synthetischer Luft bei 150 °C, sowie während des Zudosierens von 500 ppm Ethanol in synthetischer Luft bei 100, 190 und 230 °C. Bereiche charakteristischer Schwingungsbänder sind farblich markiert; EtOH: Ethanol.

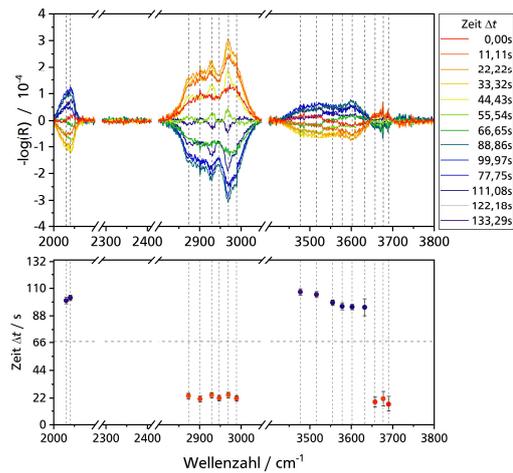
Vor der Zugabe von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft werden hauptsächlich Streck- und Deformationsschwingungen für Hydroxyl-Gruppen auf der Probenoberfläche beobachtet, Adsorbate wie Carbonate und Carboxylate liegen, wenn überhaupt, nur in sehr geringen Mengen vor (blaues Spektrum). Nach Zuschalten von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft werden Änderungen in allen Bereichen der charakteristischen Schwingungsbänder beobachtet (violettes Spektrum). Allem voran werden neue Banden im Bereich der C-H Streckerschwingungen beobachtet, die Ethanol und möglichen Adsorbaten wie Ethoxy-, Formiat- und Acetat-Spezies zugeordnet werden. Auch kommt es zur Bildung von Carbonaten und Carboxylaten. Dies geht einher mit einer Abnahme der Banden der terminalen und verbrückten Hydroxyl-Spezies. Diese Änderungen sind nach Ende der Zugabe von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft nicht vollständig reversibel (hellblaues Spektrum), es kommt jedoch zu einer leichten Abnahme der Intensität des Untergrunds, sowie der Bandenintensität der Adsorbate. Während bis 150 °C keine Bildung von CO<sub>2</sub> beobachtet wird, kommt es ab 190 °C zur Bildung von CO<sub>2</sub> bei gleichzeitigem Verschwinden der Banden für die Ethoxy-, Formiat- und Acetat-Spezies.



**Abb. 3:** Ausschnitt der PSD-Spektren mit Untergrundabzug von 2000-3800  $\text{cm}^{-1}$  für  $\text{SnO}_2$  während des periodischen Zudosierens von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft bei 150 °C (oben) sowie der Zeitwerte  $\Delta t$  mit zeitlicher Unsicherheit (unten).

Diese Ergebnisse werden durch die ME-DRIFTS-Ergebnisse für  $\text{SnO}_2$  und 0,56 Gew.%  $\text{Au/SnO}_2$  ergänzt. Sie dienen insbesondere dazu, die aktiven Oberflächenspezies der Ethanol-Gassensorik, die unmittelbar auf die Exposition zu 500 ppm Ethanol periodischen reagieren, zu identifizieren, sowie einen tieferen Einblick in die zeitliche Abfolge deren Bildung zu erhalten.

Die Abbildungen 3 und 4 zeigen die PSD-Spektren im Bereich von 2000-3800  $\text{cm}^{-1}$  während des periodischen Zudosierens von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft bei 150 °C. Für beide Proben werden während der ersten Halbperiode zunehmende Schwingungsbanden für Ethanol und seine Adsorbate (2850-3050  $\text{cm}^{-1}$ ) sowie zunehmende als auch abnehmende Banden für Hydroxyl-Gruppen beobachtet. Banden für  $\text{CO}_2$  (2300-2400  $\text{cm}^{-1}$ ) werden für beide Proben nicht beobachtet. Im Gegensatz zu  $\text{SnO}_2$  zeigt 0,56 Gew.%  $\text{Au/SnO}_2$  zwei überlappende Schwingungsbanden bei 2030 und 2040  $\text{cm}^{-1}$ , welche unter stationären Bedingungen während der zeitaufgelösten DRIFT-Spektroskopie nicht beobachtet werden konnten, sondern lediglich unter den hier verwendeten periodisch wechselnden Bedingungen. Sie können CO adsorbiert auf partial negativ geladenen Goldnanopartikeln ( $\text{CO-Au}^\delta$ ) zugeordnet werden [12-14] und stellen ein Oberflächenadsorbat dar, dass zuvor für die Ethanol-Gassensorik nicht beobachtet wurde. Zeitlich weist diese Bande ihr Maximum in der zweiten Halbperiode nach etwa 100,0 s auf, während der kein Ethanol zugegen ist.



**Abb. 4:** Ausschnitt der PSD-Spektren mit Untergrundabzug von 2000-3800  $\text{cm}^{-1}$  für 0,58 Gew.%  $\text{Au/SnO}_2$  während des periodischen Zudosierens von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft bei 150 °C (oben) sowie der Zeitwerte  $\Delta t$  mit zeitlicher Unsicherheit (unten).

Durch Auswertung der zeitlichen Feinstruktur der überlappenden Banden von 2850-3050  $\text{cm}^{-1}$  konnten sechs einzelne Banden isoliert werden, die unterschiedliche Zeitwerte zeigen. Für 0,56 Gew.%  $\text{Au/SnO}_2$  zeigen je drei etwa gleiche Zeitwerte von  $24,2 \pm 2,1$  s und  $21,8 \pm 2,1$  s. Da die Zeitwerte nicht im Fehlerbereich des jeweils anderen Zeitwerts liegen, können die Banden unterschiedlichen Spezies zugeordnet werden, die nacheinander gebildet werden. So können die Banden bei 2901, 2947 und 2989  $\text{cm}^{-1}$  den C-H-Streckschwingungen von adsorbiertem Ethanol zugeordnet werden, die Banden bei 2873, 2929 und 2969  $\text{cm}^{-1}$  den Streckschwingungen von Ethoxy-, Formiat- und Acetat-Spezies [1,3,12,15]. Dieses Verhalten weist darauf hin, dass im Rahmen der Adsorption von Ethanol und der Bildung oxidierter Adsorbate (Formiat, Acetat) Protonen auf Sauerstoff-Spezies übertragen werden. Gleichzeitig werden jedoch auch verbrückte und terminale Hydroxyl-Spezies verbraucht (3477-3632  $\text{cm}^{-1}$ ) [16-19], da sie Maxima in der zweiten Halbperiode aufweisen. Bei Verwendung einer Sinusfunktion während der PSD liegen die entsprechenden Minima in der ersten Halbperiode bei  $\sim 28$ -40 s, also auf der gleichen Zeitskala wie die Bildung von Oberflächenadsorbaten aus Ethanol. Dabei werden terminale Hydroxyl-Spezies vor verbrückten Hydroxyl-Spezies verbraucht.

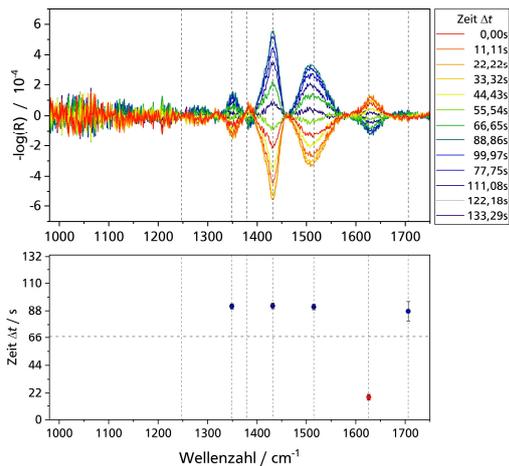


Abb. 5: Ausschnitt der PSD-Spektren mit Untergrundabzug von 980-1800  $\text{cm}^{-1}$  für  $\text{SnO}_2$  während des periodischen Zudosierens von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft bei 150 °C (oben) sowie der Zeitwerte  $\Delta t$  mit zeitlicher Unsicherheit (unten).

Ergänzend zum Bereich von 2000-3800  $\text{cm}^{-1}$  zeigen die Abbildungen 5 und 6 den Bereich von 980-1800  $\text{cm}^{-1}$ , in dem neben einer Bande für physisorbiertes Wasser (1626  $\text{cm}^{-1}$ ) [20] und Acetaldehyd (1706  $\text{cm}^{-1}$ ) [15] hauptsächlich Carbonate und Carboxylate beobachtet werden. Die beiden Banden bei 1379 und 1432  $\text{cm}^{-1}$  können Carbonaten [20-22] zugeordnet werden, die Banden bei 1349 und 1515  $\text{cm}^{-1}$  Carboxylaten [21,22]. Zeitlich liegen sie in der zweiten Halbperiode vor der Bande bei 2030  $\text{cm}^{-1}$  für  $\text{CO-Au}^\delta-$  und der Regenerierung der meisten verbrückten und terminalen Hydroxyl-Spezies.

Das beobachtete Zeitverhalten weist darauf hin, dass diese nicht auf direktem Weg während der Reaktion von  $\text{SnO}_2$  und  $\text{Au/SnO}_2$  mit Ethanol gebildet werden, sondern als Zersetzungsprodukte von Ethoxy-, Formiat- als auch Acetat-Spezies, welche wiederum basierend auf den erhaltenen Zeitwerten zu  $\text{CO}_2$  dissoziieren können. Auch scheinen sie in der Nähe von Goldnanopartikeln unter Bildung von Hydroxyl-Gruppen zu  $\text{CO}$  zu dissoziieren, wie die Bande bei 2030  $\text{cm}^{-1}$  zeigt. Da  $\text{CO}$  nicht in der Gasphase beobachtet wird, wird das so gebildete  $\text{CO}$  nicht in die Gasphase freigesetzt, sondern nur nach vorheriger Oxidation als  $\text{CO}_2$  desorbiert. Der Vergleich der Intensitäten ausgewählter Banden der PSD-Spektren beider Proben zeigt, dass das goldbeladene Zinnoxid geringere Änderungen der Intensitäten der Ethoxy-, Formiat- und Acetat-Spezies sowie der Hydroxyl-Gruppen zeigt.

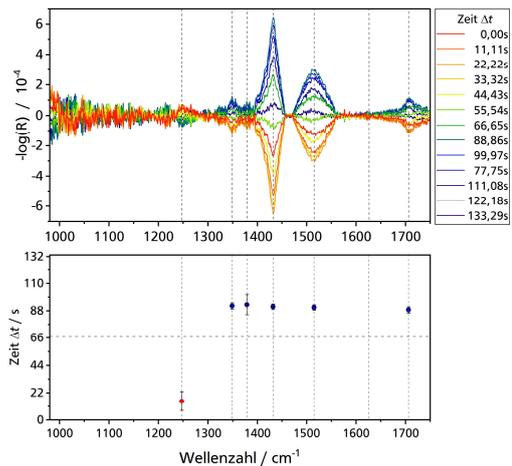


Abb. 6: Ausschnitt der PSD-Spektren mit Untergrundabzug von 980-1800  $\text{cm}^{-1}$  für 0,58 Gew.%  $\text{Au/SnO}_2$  während des periodischen Zudosierens von 500 ppm Ethanol in Syntheseluft bei 150 °C (oben) sowie der Zeitwerte  $\Delta t$  mit zeitlicher Unsicherheit (unten).

Dies kann durch den postulierten Sauerstoff-Spillover in Übereinstimmung mit den Beobachtungen der zeitaufgelösten *in situ*-DRIFTS-Messungen erklärt werden.

Auf Grundlage der spektroskopischen Ergebnisse für die beobachteten Oberflächen-spezies kann daher der in Abbildung 7 dargestellte Mechanismus vorgeschlagen werden. [11]

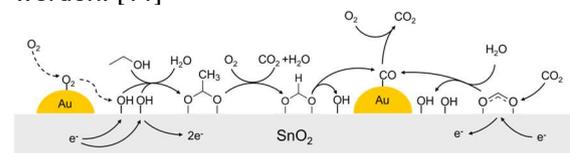


Abb. 7: Vorgeschlagener Mechanismus für die Ethanol-Gassensorik über goldbeladenem Zinnoxid.

Nach diesem Mechanismus adsorbiert Sauerstoff aus der Gasphase auf den metallischen Goldnanopartikeln und wird unter Aufnahme von zwei Elektronen durch einen Sauerstoff-Spillover auf das Zinnoxid transferiert, wo es in Form von Hydroxyl-Gruppen oder mit Hydroxyl-Gruppen in Interaktion stehenden Sauerstoff-Spezies vorliegt. Durch die Aufnahme von Elektronen aus dem Leitungsband kommt es zu einem Anstieg des Sensorwiderstand. Die so gebildeten Sauerstoff-Spezies reagieren mit Ethanol unter Bildung von Wasser und  $\text{CO}_2$  zu Formiaten und Acetaten, wobei es zu einer erneuten Freisetzung von Elektronen kommt, und der Sensorwiderstand abnimmt. Diese Adsorbate können in der Nähe von Goldnanopartikeln zu  $\text{CO}$  und Hydroxyl-Gruppe

dissoziieren, wobei CO nicht in die Gasphase freigesetzt wird, sondern auf Gold adsorbiert, bevor es nach Oxidation als CO<sub>2</sub> in die Gasphase desorbiert. CO<sub>2</sub> selbst kann als Carbonat oder Carboxylat readsorbieren, wodurch erneut Elektronen aus dem Leitungsband gebunden werden, der Sensorwiderstand zunimmt und so die Regeneration des Sensormaterials maßgeblich beeinflusst werden kann [11].

## 5 Transiente IR-Spektroskopie während der Gassensorik: Analytenabhängigkeit

Vor kurzem haben wir die *in situ*-ME-DRIFT-Spektroskopie ebenfalls auf die CO-Gassensorik angewendet. Erste Ergebnisse demonstrieren die Verallgemeinerungsfähigkeit, wie im Folgenden diskutiert wird. Wie schon für Ethanol erläutert, wurde dabei periodisch 500 ppm CO in Syntheseluft zudosiert, um die aktiven Spezies zu identifizieren sowie die zeitliche Abfolge dieser zu untersuchen. Die Abbildungen 8 und 9 zeigen die PSD-Spektren von SnO<sub>2</sub> und 0,56 Gew.% Au/SnO<sub>2</sub> bei 150 °C im Bereich von 2000-3800 cm<sup>-1</sup>.

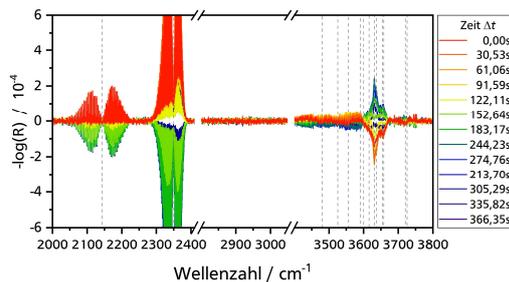


Abb. 8: Ausschnitt der PSD-Spektren mit Untergrundabzug von 2000-3800 cm<sup>-1</sup> für SnO<sub>2</sub> während des periodischen Zudosierens von 500 ppm CO in Syntheseluft bei 150 °C.

Beide PSD-Spektren zeigen bei 150 °C klare Gasphasensignale von CO bei 2140 cm<sup>-1</sup> und CO<sub>2</sub> bei 2350 cm<sup>-1</sup> [8,19], welche nacheinander in der ersten Halbperiode bei 18,0±6,1 s bzw. 20,3±12,4 s (CO) und bei 40,5±6,1 s bzw. 31,2±6,1 s (CO<sub>2</sub>) auftreten. Der Vergleich der Zeitwerte und Intensitäten für CO<sub>2</sub> zeigt, dass in Gegenwart von Gold auf der Oberfläche mehr CO<sub>2</sub> entsteht und dieses schneller gebildet wird. Ebenso ist die Intensität von CO für die goldbeladene Probe geringer, im Einklang mit den Banden für CO<sub>2</sub>. Im Gegensatz zur Ethanol-Gassensorik wurden keine neuen Banden für Formiate und Acetate beobachtet.

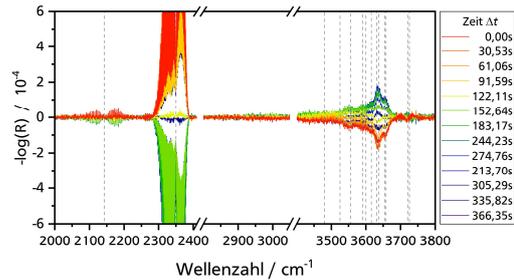


Abb. 9: Ausschnitt der PSD-Spektren mit Untergrundabzug von 2000-3800 cm<sup>-1</sup> für 0,56 Gew.% Au/SnO<sub>2</sub> während des periodischen Zudosierens von 500 ppm CO in Syntheseluft bei 150 °C.

Änderungen in den Hydroxyl-Gruppen werden jedoch auch während der CO-Gassensorik beobachtet, dominiert von den Änderungen der terminalen Hydroxyl-Gruppen bei hohen Wellenzahlen (3630-3658 cm<sup>-1</sup>) [16-18,20]. Für beide Sensormaterialien liegen die Zeitwerte der Maxima dieser Hydroxyl-Gruppen zu Beginn der zweiten Halbperiode, während die Zeitwerte der Minima in der ersten Halbperiode zwischen den Zeitwerten von CO und CO<sub>2</sub> liegen. Dies kann als Hinweis darauf gewertet werden, dass diese Hydroxyl-Gruppen im Rahmen der Reaktion mit CO direkt oder indirekt verbraucht werden. Die verbrückten Hydroxyl-Spezies deutlich niedrigerer Intensität hingegen liegen zeitlich in der Mitte der ersten Halbperiode (SnO<sub>2</sub>), oder im Bereich des Phasenwechsels (0,56 Gew.% Au/SnO<sub>2</sub>). Damit werden sie nicht im Zeitrahmen der Sensorreaktion von CO zu CO<sub>2</sub> verbraucht. Die Zeitwerte weisen vielmehr darauf hin, dass diese Hydroxyl-Gruppen, insbesondere für unbeladenes SnO<sub>2</sub>, durch den Verbrauch anderer Spezies, wie beispielsweise Gittersauerstoff, gebildet werden.

Während der CO-Gassensorik konnten wie schon während der Ethanol-Gassensorik im Bereich von 980-1800 cm<sup>-1</sup> mehrere Schwingungsbanden für verschiedene Carbonate und Carboxylate beobachtet werden. Diese liegen zeitlich nach den Zeitwerten von CO und CO<sub>2</sub>. Daraus kann geschlossen werden, dass diese Oberflächenadsorbate nicht als Intermediate an der Bildung von CO<sub>2</sub> im Rahmen des Sensormechanismus beteiligt sind, da sie erst nach der Bildung von CO<sub>2</sub> auftreten. Diese können zwar durch ihren Verbleib auf der Sensoroberfläche wie schon für Ethanol die Regeneration des Sensormaterials nach Ende der CO-Exposition beeinträchtigen, führen jedoch nicht zur

primären Sensorantwort. Neben den Oberflächenadsorbaten können für die CO-Gassensorik auch mehrere Banden für Sn-O-Gitterschwingungen beobachtet werden, wobei für 0,56 Gew.% Au/SnO<sub>2</sub> zusätzliche Gitterschwingungen beobachtet werden konnten. Die Anwesenheit zusätzlicher Banden für die goldbeladene Probe ist erneut ein Hinweis darauf, dass die Goldbeladung zu einer stärkeren Oxidation der Probenoberfläche und der Bildung neuer Sauerstoff-Spezies auf der Oberfläche führt. Dies ist auch im Einklang mit den höheren Intensitäten aller beobachteten Gitterschwingungen für die goldbeladene Probe.

Die Zeitwerte der Maxima der Gitterschwingungen liegen zeitlich in der zweiten Halbperiode leicht vor denen der terminalen Hydroxyl-Gruppen, und damit im Bereich vor CO bis zum Maximum von CO<sub>2</sub>. Somit können sie mittels transientspektroskopie eindeutig als Reaktionspartner von CO bei der Bildung von CO<sub>2</sub> identifiziert werden [2,8]. Hydroxyl-Gruppen zeigen ebenfalls eine Änderung im etwa gleichen Zeitbereich, sodass sie entweder auch in der Oxidation von CO direkt beteiligt sind oder mit den Gittersauerstoffatomen in einem Gleichgewicht stehen.

## 5 Gemeinsamkeiten und Unterschiede der Oberflächenmechanismen

Der direkte Vergleich der Messungen mittels transientspektroskopie verdeutlicht mechanistische Gemeinsamkeiten, aber auch Unterschiede zwischen dem Oberflächenmechanismus der Ethanol- und der CO-Gassensorik bei Verwendung der gleichen Sensormaterialien, Zinnoxid und goldbeladenem Zinnoxid. Während die Ethanol-Gassensorik durch die Bildung und den Verbrauch von Hydroxyl-Gruppen und die Bildung von Formiat und Acetat als Oberflächenadsorbate charakterisiert ist, basiert die CO-Gassensorik vorrangig auf einem Redoxmechanismus unter Verbrauch von oberflächennahem Gittersauerstoff und der Bildung von CO<sub>2</sub>. Carbonate und Carboxylate spielen zwar in beiden Sensormechanismen eine Rolle, sind jedoch nicht an der primären Sensorreaktion und -antwort beteiligt, sondern akkumulieren nach Ablauf der Sensorreaktion, beispielsweise durch Readsorption von CO<sub>2</sub>.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Unsere Ergebnisse zeigen das große Potenzial transientspektroskopischer Methoden zur Untersuchung der Oberflächenreaktion chemoresistiver Gassensoren, neue Erkenntnisse über die Funktionsweise von Metalloxid-Gassensoren zu gewinnen. Die vorgestellten

Ergebnisse zur Untersuchung von goldbeladenem Zinnoxid während der Ethanol- und CO-Gassensorik zeigen, dass transiente Ansätze auf Grundlage von *in situ*-Spektroskopie zur Untersuchung von chemoresistiven Gassensoren für verschiedene Analytgase, von CO bis hin zu leicht brennbaren organischen Dämpfen wie Ethanol, wertvolle Informationen über die ablaufenden Oberflächenprozesse liefern, die als Grundlage für das rationale Design von chemoresistiven Gassensoren mit verbesserten Sensoreigenschaften dienen können.

## 7 Literaturnachweis

- [1] A.-K. Elger, C. Hess, *Angewandte Chemie International Edition*, 58, 15057 (2019); doi: 10.1002/anie.201908871
- [2] D. Degler, S. Wicker, U. Weimar, N. Barsan, *Journal of Physical Chemistry C*, 119, 21 (2015); doi: 10.1021/acs.jpcc.5b04082
- [3] S. Sänze, A. Gurlo, C. Hess, *Angewandte Chemie International Edition*, 52, 3607-3610 (2013); doi: 10.1002/anie.201207258
- [4] I. Boehme, U. Weimar, N. Barsan, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 326, 129004 (2021); doi: 10.1016/j.snb.2020.129004
- [5] A.-K. Elger, J. Baranyai, C. Hess, *ACS Sensors*, 4, 6, 1497-1501 (2019); doi: 10.1021/acssensors.9b00521
- [6] A. Alharbi, B. Junker, M. Alduraibi, A. Algarni, U. Weimar, N. Barsan, *Sensors*, 21, 8462 (2021); doi: 10.3390/s21248462
- [7] M. Pfeiffer, C. Hess, *Journal of Physical Chemistry C*, 127, 46, 22726-22732 (2023); doi: 10.1021/acs.jpcc.3c05195
- [8] D. Degler, S. Rank, S. Müller, H. W. Pereira de Carvalho, J.-D. Grunwaldt, U. Weimar, N. Barsan, *ACS Sensors*, 1, 1322-1329 (2016); doi: 10.1021/acssensors.6b00477
- [9] R. G. Pavelko, J.-K. Choi, A. Urakawa, M. Yuasa, T. Kida, K. Shimanoe, *Journal of Physical Chemistry C*, 118, 5, 2554-2563 (2014); doi: 10.1021/jp4108766
- [10] A. Staerz, U. Weimar, N. Barsan, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 358, 131531 (2022); doi: 10.1016/j.snb.2022.131531
- [11] M. Pfeiffer, C. Hess, *Journal of Physical Chemistry C*, 126, 8, 3980-3992 (2022); doi: 10.1021/acs.jpcc.1c10384
- [12] T.H. Tan, J. Scott, Y.H. Ng, R.A. Taylor, K.-F. Aguey-Zinsou, R. Amal, *ACS Catalysis*, 6, 8021 (2016); doi: 10.1021/acscatal.6b01833
- [13] J. Wang, V.F. Kispersky, W. N. Delgass, F.H. Ribeiro, *Journal of Catalysis*, 289, 171 (2012); doi: 10.1016/j.jcat.2012.02.008
- [14] F. Boccuzzi, A. Chiorino, M. Manzoli, D. Andreeva, T. Tabokova, *Journal of Catalysis*, 188, 176 (1999); doi: 10.1016/j.jcat.1999.2636
- [15] J. Raskó, A. Hancz, A. Erdöhelyi, *Applied Catalysis A: General*, 269, 13 (2004); doi: 10.1016/j.apcata.2004.03.053
- [16] D. Degler, B. Junker, F. Allmendinger, U. Weimar, N. Barsan, *ACS Sensors*, 5, 3207 (2020); doi: 10.1021/acssensors.0c01493

- [17] D. Amalric-Popescu, F. Bozon-Verduraz, *Catalysis Today*, 70, 139 (2001); doi: 10.1016/S0920-5861(01)00414X
- [18] M. Ivanovskaya, E. Ovodok, T. Gaevskaya, D. Kotsikau, V. Kormosh, V. Bilanych, M. Micusik, *Materials Chemistry and Physics*, 258, 123858 (2021); doi: 10.1016/j.matchemphys.2020.123858
- [19] S. Harbeck, A. Szatvanyi, N. Barsan, U. Weimar, V. Hofmann, *Thin Solid Films*, 436, 76 (2003); doi: S0040-6090(03)00512-1
- [20] D. Koziej, K. Thomas, N. Barsan, F. Thibault-Starzyk, U. Weimar, *Catalysis Today*, 126, 211 (2007); doi: 10.1016/j.cattod.2007.03.011
- [21] P.G. Harrison, A. Guest, *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions 1: Physical Chemistry in Condensed Phases*, 85, 1897 (1989); doi: 10.1039/F19898501897
- [22] S. Wicker, M. Guilat, U. Weimar, A. Hémerlyck, N. Barsan, *Journal of Physical Chemistry C*, 121, 25064 (2017); doi: 10.1021/acs.jpcc.7b06253

# H-ZSM5-Zeolith für Ammoniak-Sensoren bei Reststoff-Feuerungen mit SCR-Abgasnachbehandlungssystemen

*Thomas Wöhrl<sup>1</sup>, Jaroslaw Kita<sup>1</sup>, Ralf Moos<sup>1</sup>, Gunter Hagen<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Lehrstuhl für Funktionsmaterialien, Universität Bayreuth, 95440 Bayreuth, Deutschland  
Funktionsmaterialien@uni-bayreuth.de*

## Zusammenfassung

Die Verwendung von Ammoniak als Reduktionsmittel für Stickoxide gewinnt auch im Rauchgas von Feuerungen für biogene Rest- und Abfallstoffen zunehmend an Bedeutung. Zur effizienten Ammoniak-Dosierung in Form von AdBlue ist ein robustes, kostengünstiges Sensorkonzept notwendig. Diese Arbeit befasst sich daher mit der Entwicklung eines kapazitiven Ammoniak-Sensors, dessen fundamentale Funktionsweise auf den Adsorptions-Eigenschaften bestimmter Zeolithe gegenüber Ammoniak beruht. Mit Hilfe eines Interdigital-Kondensators werden die elektrischen Eigenschaften einer H-ZSM5-Zeolith-Schicht bestimmt, die unter anderem von der Ammoniak-Konzentration im Abgas abhängen. Bei Messungen im Labor war eine schnelle und selektive Reaktion gegenüber Ammoniak bei Betriebstemperaturen um etwa 400 °C zu beobachten. Geringe Querempfindlichkeiten in Anwesenheit von Stickoxiden oder bei Änderungen im Wassergehalt konnten durch eine entsprechende Wahl unterschiedlicher Zeolith-Zusammensetzungen weiter reduziert werden.

**Keywords:** Gassensorik, Ammoniak-Detektion, H-ZSM5-Zeolith, Abgasnachbehandlung, Selektive katalytische Reduktion (SCR), AdBlue

## Hintergründe und Motivation

Erneuerbare Energien in Form von biogenen Rest- und Abfallstoffen, wie z.B. Stroh, Laub oder Rinde, werden in Zukunft verstärkt eingesetzt, um die CO<sub>2</sub>-Emissionen dauerhaft senken zu können. Das Einsparpotenzial durch die Nutzung dieser Stoffe im Bereich der Energie- und Wärmebereitstellung soll daher zunehmend genutzt werden. Im Vergleich zu anderen erneuerbaren Energien, wie z.B. Solar- oder Wasserkraft, entstehen bei der thermischen Verwertung von Biomasse Schadstoff-Emissionen. Durch neue gesetzliche Rahmenbedingungen müssen zukünftig Systeme zur Reduzierung der Partikel- und Stickoxid-Emissionen in Verbindung mit einer entsprechenden Sensorik zur Überwachung eingesetzt werden. [1] In der Kraftwerks- und Automobiltechnik ist die Verwendung von Ammoniak als Reduktionsmittel für die Stickoxide in Kombination mit einem Katalysator zur selektiven katalytischen Reduktion (SCR) bereits weitverbreitet. Um auch die Rentabilität kleinerer Verbrennungsanlagen mit Leistungen unterhalb von 1 MW erhalten zu können, ist eine entsprechend kostengünstige Lösung zur Detektion von Ammoniak im Abgas mit Hilfe kostengünstiger Sensoren erforderlich [2].

Weit verbreitete Sensortypen, basierend auf halbleitenden Metalloxiden, Carbon-Nanotubes oder optischen Prinzipien, finden überwiegend Anwendung in der Umgebungsluftkontrolle oder bei chemischen Prozessen [3]. Mit Hilfe eines weiteren Sensorprinzips, basierend auf den kapazitiven Eigenschaften einer Zeolith-Funktionsschicht, soll eine effiziente Dosierung des Reduktionsmittels sichergestellt werden und eine Überwachung des Abgasnachbehandlungsprozesses erfolgen.

## Aufbau und Funktionsweise

Durch die rauen Umgebungsbedingungen im Abgas von Biomasse-Feuerungen, z.B. infolge hoher Partikel-Emissionen, Schwankungen in der Abgastemperatur oder vergiftend wirkender SO<sub>2</sub>- oder HCl-Bestandteile, ergeben sich hohe Anforderungen an die Robustheit des Sensors [4].

Als besonders beständig haben sich hierzu Zeolith-basierte Funktionsmaterialien erwiesen, die bereits seit geraumer Zeit als SCR-Katalysatormaterial Anwendung finden [5]. Dementsprechend ist auch die Langzeitstabilität des Sensormaterials gewährleistet. In Kombination mit einer Interdigital-Kondensator-Struktur (IDK) mit Linienbreite bzw. -abstand von jeweils 20 µm auf einem planaren keramischen Grundsubstrat (siehe Abbildung 1) werden die

elektrischen Eigenschaften einer H-ZSM5-Zeolithschicht vermessen [6].

Das Verhalten der Funktionsschicht hängt neben Faktoren, wie z.B. der Temperatur, auch von der verwendeten Zeolith-Zusammensetzung ab. Dabei entscheidet unter anderem das Modul des Zeolithen, wie stark die Ammoniak-Empfindlichkeit und mögliche Querempfindlichkeiten gegenüber weiteren Komponenten im Abgas ausfallen. Das Modul beschreibt das molekulare Verhältnis aus Silizium- und Aluminiumoxid-Tetraedern. Dabei hat die Anzahl an Aluminium-Atomen im Zeolithen einen Einfluss auf die Menge an aktiven Zentren, an denen Ammoniak- oder weitere Solvat-Moleküle, wie z.B. H<sub>2</sub>O, gebunden werden können [7]. Über die jeweilige Wahl des Zeolith-Moduls kann somit das charakteristische Verhalten des Sensors bei Änderungen in der Abgaszusammensetzung beeinflusst werden.

Neben der Zeolith-Zusammensetzung beeinflusst auch die Temperatur die Reaktion gegenüber Ammoniak. Mit Hilfe einer Heizleiter-Struktur auf der Rückseite des Substrats wird der Sensor bei einer konstanten Temperatur im Bereich um 400 °C betrieben. Hier stellt sich ein Gleichgewicht aus Ad- und Desorption der Ammoniak-Moleküle an den aktiven Zentren des Zeolithen ein [8].

Die Herstellung sämtlicher Schichten des Sensors erfolgt im Siebdruck-Verfahren. Dadurch ist eine kostengünstige Produktion in Kombination mit einer optimalen Reproduzierbarkeit möglich. Einzig die Strukturierung der IDK-Struktur aus einer Goldvollfläche mittels Laserbearbeitung stellt eine Besonderheit dar. Dabei handelt es sich inzwischen um eine weit verbreitete Technik, die z.B. im Bereich des Trimmens von Widerständen eingesetzt wird [9].

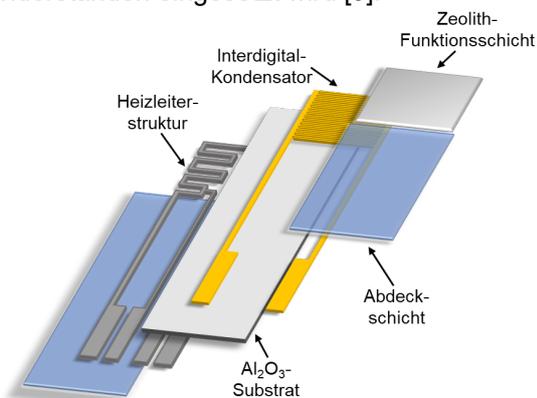


Abb. 1: Schematischer Aufbau des Ammoniak-Sensors mit IDK-Struktur in Kombination mit einer Zeolith-Funktionsschicht und rückseitiger Heizleiterstruktur.

Als Maß für die Ammoniak-Konzentration  $c_{\text{NH}_3}$  wird bei diesem Sensorprinzip die Kapazität  $C$  der Funktionsschicht bei einer festen Frequenz ( $f = 700 \text{ kHz}$ ) und einer Anregungsspannung (Effektivwert,  $U_{\text{eff}} = 250 \text{ mV}$ ) bestimmt.

## Ergebnisse und Diskussion

Zur Charakterisierung der Sensoren steht eine Testanlage für synthetische Abgase zur Verfügung, an der unterschiedliche Gaskomponenten in weiten Konzentrationsbereichen dosiert werden können. Das auf ca. 120 °C vorgeheizte Grundgas bestand aus 10 % O<sub>2</sub>, 3 % CO<sub>2</sub> und 5 % H<sub>2</sub>O in N<sub>2</sub>. Die Bestimmung der Empfindlichkeit der kapazitiven Sensoren erfolgte anschließend unter einer Variation der Ammoniak-Konzentration im Bereich zwischen 0 und 240 ppm.

Die Sensoren zeigten hierbei ein nichtlineares Verhalten (beispielhafte Messung eines Sensors in Abbildung 2). Die größte Empfindlichkeit lag bei niedrigen Konzentrationen vor und sank mit zunehmendem NH<sub>3</sub>-Gehalt. Nach Ende der Ammoniak-Dosierung kehrte die Kapazität des Sensors zu seinem Ausgangswert zurück.

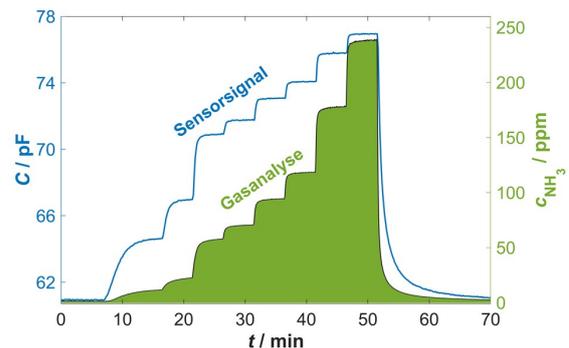
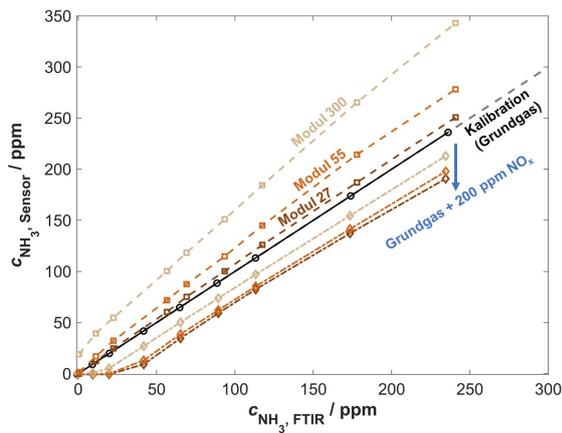


Abb. 2: Zeitlicher Verlauf der Kapazität des Sensors im Vergleich zu der mittels FTIR-Spektrometer gemessenen Ammoniak-Konzentration (0-240 ppm) in synthetischem Abgas (Grundgaszusammensetzung: 10 % O<sub>2</sub>, 3 % CO<sub>2</sub> und 5 % H<sub>2</sub>O in N<sub>2</sub>, Zeolith-Modul: 27, Sensortemperatur: 400 °C).

Aufgrund ihres selektiven Verhaltens haben Gaskomponenten, wie z.B. Sauerstoff, Kohlenstoffdioxid oder verschiedene Kohlenwasserstoffe, einen vernachlässigbaren, kaum messbaren Einfluss auf das Verhalten der verwendeten H-ZSM5-Zeolithen.

Hingegen trat bei Änderungen im Wassergehalt des Abgases ( $\Delta c_{\text{H}_2\text{O}} = +5 \%$ ) und bei erhöhten NO<sub>x</sub>-Konzentrationen

(180 ppm NO + 20 ppm NO<sub>2</sub>) eine leichte Veränderung der Sensorkennlinie auf (Kalibration des Sensors bei Grundgas ohne NO<sub>x</sub>).



**Abb. 3:** Vergleich der dosierten und anhand der bei Grundgas ermittelten Sensorkennlinie gemessenen Ammoniak-Konzentrationen unter Variation des Wassergehalts ( $\Delta CH_2O = 5\%$ ) und bei Zugabe von 200 ppm NO<sub>x</sub> (90 % NO, 10 % NO<sub>2</sub>), Grundgaszusammensetzung: 10 % O<sub>2</sub>, 3 % CO<sub>2</sub> und 5 % H<sub>2</sub>O in N<sub>2</sub>.

Durch ablaufende SCR-Reaktionen wird ein geringer Teil des Ammoniaks zusammen mit den Stickoxiden umgesetzt und steht somit nicht zur Detektion am Sensor zur Verfügung. Während sich das Sensorsignal in Anwesenheit der Stickoxide zu niedrigeren Werten als die tatsächlich vorhandene Konzentration verschiebt, kommt es durch die Adsorption von Wasser am Zeolithen (zusätzlich zu den Ammoniak-Molekülen) zu einer Überschätzung der Ammoniak-Konzentration (siehe Abbildung 3).

Je nach gewähltem Zeolith-Modul fallen diese Einflüsse unterschiedlich stark aus, sodass eine Anpassung der Sensor-Funktionsschicht an die jeweilige Anwendung förderlich ist. Werden hohe Änderungen im Wassergehalt erwartet, zeigen niedrigere Zeolith-Module ein stabileres Verhalten (Modul 27: Fehler ca. 5 %), während bei hohen NO<sub>x</sub>-Konzentrationen hohe Zeolith-Module zu bevorzugen sind (Modul 300: Fehler ca. 9 %).

### Zusammenfassung und Ausblick

Mit Hilfe der Zeolith-basierten Sensoren konnte die NH<sub>3</sub>-Konzentration in synthetischem Abgas erfolgreich bestimmt werden. Durch die hohe Empfindlichkeit ist auch eine Detektion von

niedrigen Konzentrationen < 10 ppm möglich. Die geringen Querempfindlichkeiten gegenüber NO<sub>x</sub> und H<sub>2</sub>O fielen je nach Wahl der Zeolith-Zusammensetzung unterschiedlich stark aus.

Zukünftige Untersuchungen befassen sich mit dem Temperatureinfluss der verschiedenen Zeolith-Varianten. Auch Vergleiche zu einem kommerziell erhältlichen Ammoniak-Sensor für Abgasanwendungen werden angestellt.

### Literaturnachweis

- [1] M. Mladenović, M. Paprika, A. Marinković, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 82, 3350-3364 (2018); doi: 10.1016/j.rser.2017.10.054
- [2] M. König, K. Eisinger, I. Hartmann, M. Müller, *Biomass Conversion and Biorefinery* 9, 201-212 (2019); doi: 10.1007/s13399-018-0303-0
- [3] B. Timmer, W. Olthius, A. van der Berg, *Sensors and Actuator B: Chemical* 107, 666-677 (2005); doi: 10.1016/j.snb.2004.11.054
- [4] A. Lloyd Spetz, J. Huotari, C. Bur, R. Bjorklund, J. Lappalainen, H. Jantunen, A. Schütze, M. Andersson, *Sensors and Actuator B: Chemical* 187, 184-190 (2013); doi: 10.1016/j.snb.2012.10.078
- [5] K. Sahner, G. Hagen, D. Schönauer, S. Reiß, R. Moos, *Solid State Ionics* 179, 2416-2423 (2008); doi: 10.1016/j.ssi.2008.08.012
- [6] T. Wöhr, J. Kita, R. Moos, G. Hagen, *Chemosensors* 11, 413 (2023); doi: 10.3390/chemosensors11070413
- [7] A.S. Al-Dughaiher, H. de Lasa, *Industrial & Engineering Chemistry Research* 53, 15303-15316 (2015); doi: 10.1021/ie4039532
- [8] M. E. Franke, U. Simon, *ChemPhysChem* 5, 465-472 (2004); doi: 10.1002/cphc.200301011
- [9] R. H. Wagner, *Laser Processing of Semiconductor & Hybrids* 611, 8-17 (1986); doi: 10.1117/12.956407

# Optimierung von Hochtemperatur-Abgassensoren bei der Holzfeuerung: Korrektur der Sensorantwort durch ein internes Heizleistungssignal

*Julia Herrmann, Thomas Wöhl, Ralf Moos, Gunter Hagen*  
 Lehrstuhl für Funktionsmaterialien, Zentrum für Energietechnik (ZET), Universität Bayreuth,  
 Universitätsstraße 30, 95440 Bayreuth, Germany  
 funktionsmaterialien@uni-bayreuth.de

## Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden die Herausforderung im Rahmen der Temperaturhomogenität von Hochtemperatur-Gassensoren am Beispiel eines thermoelektrischen Kohlenwasserstoffsensors im Rauchgas einer Holzfeuerung dargestellt. Es konnte gezeigt werden, dass einerseits hardwareseitige Optimierungen mittels Heizerauslegung, verbesserter Kontaktierung, zusätzlicher Low-Temperature-Transfer-Tape- (LTTT-) Schicht im Sensoraufbau und einem verdrehsicheren Einbau möglich sind und darüber hinaus weitere Einflüsse auf Hochtemperatur-Gassensoren mittels internen Sekundärdaten (hier der Heizleistung des Sensors) korrigiert werden können. Die Einflüsse werden im Labor nachgebildet und für diesen Sensor charakteristische Korrekturkurven bestimmt.

**Keywords:** Gassensorik, Hochtemperatur-Abgassensoren, Thermoelektrik, Holzfeuerung, Signalkorrektur

## Einleitung

Im täglichen Leben werden Gassensoren häufig für Luftqualitätsmessungen oder aus Sicherheitsgründen verwendet. Auch die medizinische Atemanalyse, die Überwachung und Regelung von Abgasnachbehandlungssystemen beispielsweise in der Fahrzeugtechnik und die Bewertung von Rauchgasen bei Biomasse-Verbrennungsprozessen stellen weitere Anwendungsgebiete dar. Bei jeder Anwendung sind stabile und zuverlässige Sensorsignale notwendig. Um diese zu erreichen, werden die meisten chemischen Sensoren bei definierten Temperaturen betrieben. Hierbei muss die Temperatur über dem gesamten Sensorbereich (d.h. dem Bereich des Sensorelements, in dem das Gas mit den verwendeten gasempfindlichen Funktionsmaterialien in Wechselwirkung tritt) homogen sein und darf nicht durch externe Parameter beeinflusst werden. Zusätzlich sind ein schnelles Ansprechverhalten und eine hohe Empfindlichkeit auf das zu messende Gas wichtig.

Beispielhaft werden diese Fragestellungen an einem thermoelektrischen Kohlenwasserstoffsensoren für die Überwachung von Rauchgasen bei Biomasse-Verbrennungsprozessen untersucht [1, 2, 3].

## Sensorsetup

Der thermoelektrische Kohlenwasserstoffsensoren (Abb. 1) wird in Dickschichttechnik auf

einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Substrat hergestellt. Auf der Vorderseite des Substrats befinden sich 15 in Reihe geschaltete Thermoelement-Paare aus Platin (Dupont, 9141R) und Gold (Dupont, 5744R).

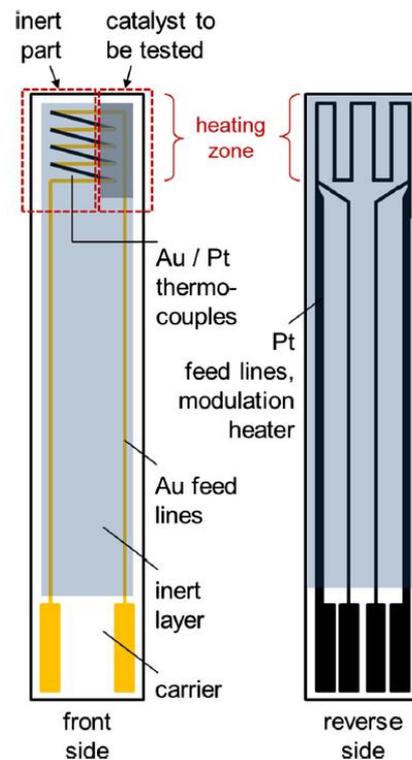


Abb. 1: Schematischer Sensoraufbau [4].

Die Thermopaare sind so angeordnet, dass sie eine Temperaturdifferenz zwischen der linken und der rechten Seite der Sensorspitze messen. Eine Seite der Sensorspitze ist mit einer katalytisch aktiven Schicht (1 wt-% Pt / 1 wt-% Pd auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) bedeckt, während der Rest des Sensors durch eine inerte Schicht (DuPont, QM42) abgedeckt ist. An der katalytisch aktiven Schicht reagieren brennbare Gase, wie Kohlenstoffmonoxid (CO) oder Kohlenwasserstoffe (HC), exotherm, was zu einem Temperaturunterschied zwischen den beiden Seiten innerhalb der Sensorspitze führt. Die in Reihe geschalteten Thermopaare messen diesen Temperaturunterschied in Form einer Thermospannung im  $\mu\text{V}$ -Bereich. Damit diese exothermen Reaktionen stattfinden können, muss der Sensor auf eine Betriebstemperatur von  $600\text{ }^\circ\text{C}$  (Aktivierungsenergie der katalytischen Schicht) eingestellt werden. Hierfür befindet sich auf der Rückseite des Substrats eine siebgedruckte Dickschichtheizerstruktur (Pt, Heraeus, LPA-88), welche in Vierleitertechnik angeschlossen ist [1, 3, 4].

### Herausforderung bezüglich dieses Sensorsystems

Da das Sensorsignal ein Temperatursignal darstellt, ist eine stabile und homogene Temperaturverteilung innerhalb der Sensorspitze (Bereich der Thermoelemente und des Funktionsmaterials) von besonderer Bedeutung.

Allerdings gibt es einige Faktoren, welche die Temperaturverteilung beeinflussen. Hierzu zählen beispielsweise die Struktur des Dickschichtheizers, die Kontaktierung des Sensors und die Ausrichtung des Sensors beim Einbau in ein Messsystem. Diese Faktoren sollen durch hardwareseitige Optimierung minimiert werden. Im Sensorbetrieb kommen weitere Einflüsse hinzu:

- Die Temperatur des Messrohrs (bzw. -gehäuses) verändert sich während der Messung (Aufheizung des Abgasrohres) und beeinflusst die Temperatur des Sensorgehäuses und damit die Wärmeableitung der Sensorbeheizung.
- Die Strömungsgeschwindigkeit des Rauchgases ist hoch dynamisch und führt ebenfalls zu veränderlichen Umgebungstemperaturen bzw. Wärmeverlustmechanismen um die Sensorspitze.
- Die Temperatur des Rauchgases variiert ebenfalls stark während eines

Abbrandes und beeinflusst somit die Sensorspitze und auch die o.g. Faktoren.

- Eine Schutzkappe um den Sensor kann manche Einflüsse verringern, hat aber wiederum Einfluss auf Gaszutritt und Ansprechgeschwindigkeit des Sensors.

All diese Faktoren beeinflussen sich also auch gegenseitig, sodass eine homogene Temperaturregelung erschwert wird. Mittels sekundärer Messdaten sollen die Einflüsse dieser Faktoren korrigiert werden.

### Hardwareseitige Optimierung des Sensors

Eine erste Möglichkeit, die Temperaturhomogenität an der Spitze des Sensors zu verbessern, ist eine definierte Auslegung der Struktur des Dickschichtheizers. Hierbei muss auch der Wärmeverlust in Form von Wärmeleitung von Sensorspitze hin zu der Kontaktierung des Sensors in Form einer Gegenheizzone berücksichtigt werden.

Auch die Wärmeleitung von der Rückseite (Ort des Heizers) und der Vorderseite (Ort der Thermoelemente) spielt eine entscheidende Rolle, da die am Heizer eingestellte Temperatur auch auf der Vorderseite des Sensors vorliegen soll. Somit soll eine gute Wärmeleitung durch das Substrat gegeben sein. Da allerdings das Messsignal eine Temperaturdifferenz zwischen den beiden Seiten der Sensorspitze darstellt und das Messsignal durch eine exotherme Reaktion, also Erwärmung der einen Seite hervorgerufen wird, soll die Wärmeleitung von der linken Seite zur rechten Seite des Sensors möglichst geringgehalten werden. Aus diesem Grund wird auf das Substrat (vor dem Aufbringen der Thermoelemente, der katalytisch aktiven Schicht und der inerten Abdeckschicht) eine dünne LTTT-Schicht (Ferro, 41020-T) laminiert. Dieses LTTT besitzt eine geringere Wärmeleitfähigkeit als  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , sodass eine Erwärmung beider Sensorseiten aufgrund der exothermen Reaktion geringgehalten wird [5].

Eine weitere Möglichkeit der Verbesserung der Temperaturhomogenität stellt die Optimierung der Sensorkontaktierung dar. Es ist darauf zu achten, dass die Wärmekopplung zwischen Sensor und Kontaktierung und somit dem Messaufbau bzw. -gehäuse minimiert wird. Dies wird dadurch erreicht, dass der Sensor nur in einem kleinen Bereich am Ende des Sensors in direktem Kontakt mit der Sensorhalterung steht [3].

Um den Einfluss der Ausrichtung des Sensors entgegenzuwirken, wird eine definierte,

verdrehsichere Einbauposition des Sensors vorgenommen. Der Sensor wird waagrecht in einen senkrechten Verlauf des Rauchgases (senkrecht Kaminstück) eingebaut, wobei die Sensorvorderseite mit den Thermoelementen und der Funktionsschicht nach oben ausgerichtet ist [3].

### Messung und Korrektur des Sensorsignals

Weitere Einflussfaktoren auf das Messsignal im Sensorbetrieb sollen anhand von Messdaten und deren Korrektur beispielhaft dargestellt werden. Der Sensor wurde gemäß den hardwareseitigen Optimierungen hergestellt und in das Rauchgas eines Holzofens eingebaut.

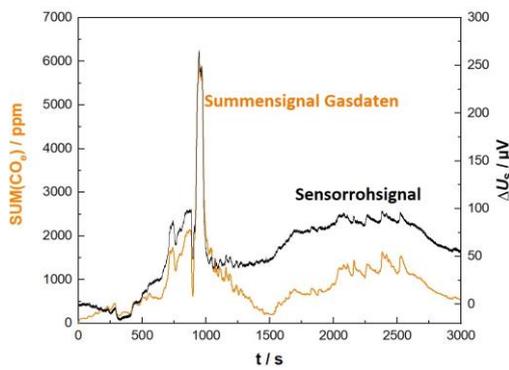
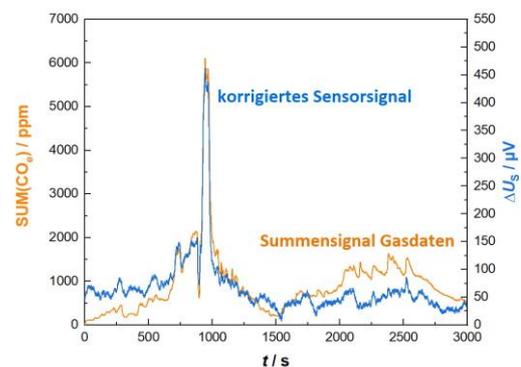


Abb. 2: Messung im Rauchgas eines Holzofens. Zeitlicher Verlauf eines summierten Gassignals (orange) und des Rohsignals eines thermoelektrischen Kohlenwasserstoffsensors (schwarz).

Die Messung (Sensorrohsignal) ist in Abb. 2 zu sehen (schwarze Linie). Als Vergleich werden Daten einer FTIR-Gasanalytik (MKS) verwendet (orange). Hier ist ein Summensignal brennbarer Gase (CO, C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>, CH<sub>4</sub>) dargestellt, welches nach [3] unter Verwendung von Sensitivitätsfaktoren gebildet wurde, um eine Vergleichbarkeit mit der Sensorantwort zu ermöglichen. Die Sensitivitätsfaktoren werden mit dem hier verwendeten Sensor im Vorfeld im Labor ermittelt und sind von der Sensitivität des Sensors auf die einzelnen Gase abhängig. Zusätzlich wird das summierte Signal mit einem sauerstoffabhängigen Gewichtungsfaktor multipliziert, da ausreichend Sauerstoff für die exothermen Reaktionen an der katalytischen Schicht notwendig ist [3]. Ist der vorhandene Sauerstoff (gemessen mit einer Breitbandlambdasonde) im Rauchgas zu gering, sinkt die Sensitivität des Sensors. Dies wird mittels der Gewichtung berücksichtigt.

Der prinzipiell ähnliche Verlauf beider Kurven in Abb. 2 ist ein Ergebnis hardwareseitiger Optimierung (Heizleiterstruktur, Kontaktierung, verdrehsicherer Einbau, zusätzliche LTTT-Schicht). Dennoch sind deutliche Abweichungen (ab ca.  $t = 1000$  s) zu erkennen. Diese Abweichungen entstehen durch den Einfluss der Abgastemperatur, welche wiederum die Gehäusetemperatur beeinflusst. Auch die Strömungsgeschwindigkeit des Rauchgases, sowie die Strömungsführung entlang des Sensors aufgrund der verwendeten Schutzkappe spielen eine entscheidende Rolle.

Es besteht nun die Möglichkeit, sekundäre Messdaten des Sensors zu betrachten. Da die Sensorheizung mittels Vierleitertechnik betrieben wird, kann die Heizleistung als sekundäres Signal mitgeschrieben werden. Die Heizleistung korreliert mit den o.g. Faktoren. Ein Aufheizen des Abgasrohres mit dem Sensorgehäuse führt zu einem geringeren Heizleistungsbedarf des Sensors. Im geregelten Betrieb (konstanter Heizleiterwiderstand, der einer Temperatur von 600 °C entspricht) sinkt also die Heizleistung. Um die Korrekturfunktion des Signals für diesen speziellen Sensor zu bestimmen, werden die Einflüsse schematisch im Labor nachgebildet. Hierfür wird der Sensor in eine beheizte Messkammer eingebaut, welche die Änderungen der Gehäusetemperatur nachstellt. Zusätzlich kann durch diese Messkammer Gas (hier: Druckluft) mit Strömungsgeschwindigkeiten der gleichen Größenordnung einer Holzfeuerung geleitet werden, um so den Strömungseinfluss zu simulieren. Diese Einflüsse führen zu einer Temperaturdifferenz an der Sensorspitze und somit einem Sensorsignal (Offset). Gleichzeitig rufen die Einflüsse eine Änderung in der Heizleistung hervor. Der Signaloffset und die Änderung der Heizleistung stehen in einem linearen Zusammenhang. Daraus resultiert eine für diesen Sensor lineare charakteristische Korrektorkennlinie.



*Abb. 3: Messung im Rauchgas eines Holzofens. Zeitlicher Verlauf eines summierten Gassignals (orange) und des korrigierten Signals (externe Einflüsse auf das Signal sind minimiert) eines thermoelektrischen Kohlenwasserstoffsensors (blau).*

Das Ergebnis einer solchen Korrektur ist in Abb. 3 dargestellt. Auch hier zeigt die orangefarbene Kurve wieder das summierte Gassignal (mit Sensitivitätsfaktoren und O<sub>2</sub>-Gewichtung) aus den FTIR-Daten. Die blaue Kurve dagegen zeigt nun das korrigierte Messsignal (Korrektur der schwarzen Kurve aus Abb. 2 mittels der Heizleistung). Es ist ersichtlich, dass nun das summierte Gassignal und das Sensorsignal gut übereinstimmen. Die Korrektur mittels sekundärer Daten bzgl. der Heizleistung kann im Betrieb direkt erfolgen.

### Schlussfolgerung

Es wurden verschiedene Einflussfaktoren auf Hochtemperatur-Gassensoren am Beispiel eines thermoelektrischen Kohlenwasserstoffsensors erläutert. Es konnte gezeigt werden, dass eine hardwareseitige Optimierung mittels Heizleiterauslegung, verbesserter Kontaktierung, zusätzlicher LTTT-Schicht im Sensoraufbau und einem verdrehsicheren Einbau möglich ist. Zusätzlich konnte das Messsignal mittels interner Sekundärdaten (hier die Heizleistung) des Sensors korrigiert werden, sodass der Verlauf der Emissionen im Rauchgas dargestellt werden können. Des Weiteren ist es möglich, die Einflüsse im Labor nachzubilden und so charakteristische Korrekturkurven zu bestimmen.

### Literaturnachweis

- [1] S. Wiegärtner, G. Hagen, J. Kita, W. Reitmeier, M. Hien, P. Grass, R. Moos, *Sens. Act. B* 214, 234–240 (2015). doi: 10.1016/j.snb.2015.02.083.
- [2] B. Ojha, G. Hagen, H. Kohler, R. Moos, *Proceedings* 1, 457 (2017). doi: 10.3390/proceedings1040457.
- [3] G. Hagen, J. Herrmann, X. Zhang, H. Kohler, I. Hartmann, R. Moos, *Sensors* 23, 2930 (2023). doi: 10.3390/s23062930.
- [4] G. Hagen, N. Leupold, S. Wiegärtner, R. Moos, *Topics in Catalysis* 60, 312–317 (2017), doi: 10.1007/s11244-016-0617-8.
- [5] J. Kita, G. Hagen, C. Schmitt, R. Moos, *Proceedings* 1, 403 (2017), doi: 10.3390/proceedings1040403.

# Photoakustische Detektion von BTEX-Komponenten im UV-Bereich

## Photoacoustic detection of BTEX compounds in the UV range

*Miguel Hamburger<sup>1</sup>, Dr. Johannes Herbst<sup>1</sup>, Thomas Strahl<sup>1,2</sup>, Dr. Raimund Brunner<sup>1</sup>,  
Ralph Kondziella<sup>3</sup>, Christian Weber<sup>1,2</sup>, Dr. Katrin Schmitt<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>3</sup>CS INSTRUMENTS GmbH & Co. KG, Zindelsteiner Straße 15, 78052 VS-Tannheim  
miguel.hamburger@ipm.fraunhofer.de, Telefon +49 761 8857-235

### Zusammenfassung

Ein photoakustischer Sensor zur Detektion der leichtflüchtigen aromatische Kohlenwasserstoffe Benzol und Toluol (beide gehören zu den sogenannten BTEX-Gasen) wird vorgestellt. Der Sensor beruht auf der Absorption der Gase im ultravioletten Wellenlängenbereich. Als Lichtquelle dient eine UV-LED mit einer zentralen Emissionswellenlänge von 265 nm. Das Messkonzept ist die akustisch-resonante Photoakustik. Für die hochauflösende Bestimmung der Resonanzfrequenz des akustischen Resonators wird ein neuartiges Verfahren mit einer zweiten LED (Tracking-LED) verwendet. Durch den Einsatz von LEDs als Lichtquellen, zeichnet sich das Messsystem durch Kompaktheit und Kosteneffizienz aus. Die Nachweisgrenzen des Sensors für Benzol und Toluol liegen im sub-ppm Bereich – es konnten Nachweisgrenzen ( $3\sigma$ , 1s) von 310 ppb für Toluol und 500 ppb für Benzol gezeigt werden.

**Keywords:** Gasmesstechnik, akustisch-resonante Photoakustik, BTEX, Toluol, Benzol, Resonanz Tracking

### Einleitung

Benzol, Toluol, Ethylbenzol und Xylol, zusammen als BTEX bezeichnet, gehören zu den leichtflüchtigen aromatischen Kohlenwasserstoffen und werden als gesundheits- und umweltschädlich eingestuft. Da die BTEX-Bestandteile in vielen industriellen Prozessen zum Einsatz kommen, ist die Überwachung und Quantifizierung dieser flüchtigen organischen Verbindungen von hoher ökonomischer und ökologischer Relevanz [1].

Zur Detektion der Gase Benzol und Toluol wurde in dieser Arbeit das photoakustische Messprinzip angewandt. Die periodische Anregung eines Gases mit einer molekulspezifischen Absorptions-Wellenlänge, bewirkt in einem geschlossenen Volumen eine Druckänderung [2]. Diese Schalldruckwelle ist die Messgröße und kann mit Hilfe eines Mikrofons detektiert werden. Die Schallamplitude ist dabei proportional zur

Konzentration des Zielmoleküls. Im Folgenden wird ein Messsystem vorgestellt, welches die photoakustische Detektion von Toluol und Benzol mit einer UV-Lichtquelle ermöglicht. Im benötigten Wellenlängenbereich sind kostengünstige LEDs erhältlich, deren Emissionsspektrum mit dem Absorptionsspektrum der Zielmoleküle überlappen. Ziel war es, ein selektives und empfindliches Messsystem aus kommerziell erhältlichen Bauteilen zu entwickeln, dessen Nachweisgrenze im sub-ppm Bereich liegt und potentiell kompakt und kostengünstig gebaut werden kann. Für eine maximale Sensitivität und Driftstabilität muss das konzentrationsabhängige Mikrofonsignal exakt bei der Resonanzfrequenz ausgewertet werden. Hierfür ist es wichtig, dass die Modulationsfrequenz der Lichtquelle immer mit der Resonanzfrequenz der angeregten akustischen Mode übereinstimmt. Um das zu gewährleisten, kommt ein neuartiges Resonanz-Tracking-Verfahrens zum Einsatz [3].

## Aufbau und Durchführung

Das Messsystem zur Detektion von BTEX-Gasen basiert auf einer akustisch resonant betriebenen Messzelle. In Abbildung 1 ist der Aufbau des Sensors zu sehen, bestehend aus Lichtquelle, Messzelle und Tracking-LED. Die Abmessungen des Messsystems, bestehend aus Sensor und Auswerteelektronik, betragen  $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ .

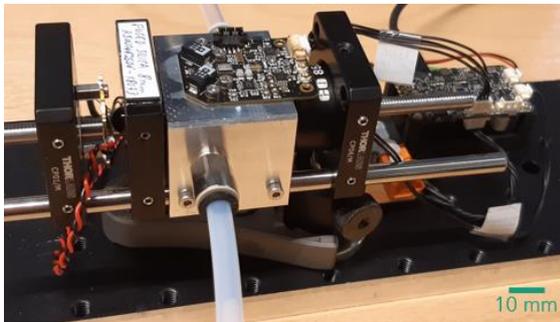
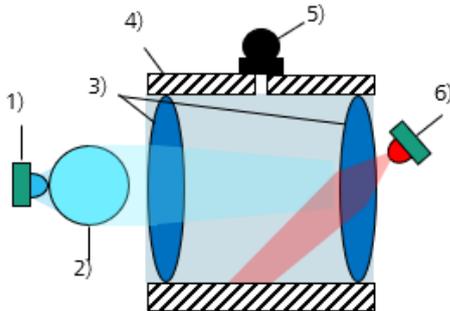


Abb. 1: Oben: Schematischer Querschnitt des photoakustischen Sensors. 1) UV-LED, 2) sphärische Linse, 3) bikonvexe Linsen als Fenster, 4) Zylinderresonator, 5) Mikrofon, 6) Tracking-LED. Unten: Foto des Messsystems zur Detektion von Toluol und Benzol.

Als Lichtquelle wird eine UV-LED eingesetzt. Die emittierenden Photonen des hochfrequenten UV-Lichts besitzen eine Energie, die ausreichend hoch ist um beim Zielmolekül elektronische Anregungen in höhere Energieniveaus zu bewirken. Damit verbunden sind Schwingungs- und Rotationsanregungen [4]. Eine Kugellinse aus Quarzglas mit einem Durchmesser von 8 mm sammelt die LED-Strahlung, damit möglichst viel Licht in die Zelle gelangt und dort vom Gas absorbiert werden kann. Das zu messende Gas wird über Gasanschlüsse durch die Messzelle geleitet. Dort werden die Zielmoleküle durch die modulierte Strahlung der UV-LED angeregt. Die dabei entstehende periodische Temperaturänderung resultiert in einer Schallwelle, welche über eine kleine Öffnung in der Mitte der Messzelle mit Hilfe

eines Mikrofons detektiert wird. Die Signalauswertung erfolgt nach Ein Lock-in Verstärker auf Die zylindrische Messzelle mit einem Durchmesser von 20 mm und einer Länge von 20 mm fungiert gleichzeitig als akustischer Resonator, sodass die Schallamplitude zusätzlich verstärkt wird. Die Enden der Zelle sind jeweils durch bikonvexe Linsen aus Quarzglas verschlossen. Die maximale Schallverstärkung findet statt, wenn die Modulationsfrequenz der UV-LED mit der Resonanzfrequenz des Resonators übereinstimmt. Ein Maß für die Verstärkung bietet der sogenannte Güte-Faktor  $Q$ . Dieser setzt sich nach Gl. (1) aus dem Quotienten der Resonanzfrequenz  $f_{\text{res}}$  und der Halbwertsbreite des Resonanzprofils  $\Delta f$  zusammen. Typische Gütefaktoren für zylindrische Resonatoren sind 10 bis 50 [5].

$$Q = f_{\text{res}} / \Delta f \quad (1)$$

Auf der gegenüberliegenden Resonatorseite befindet sich eine zweite LED. Diese sogenannte Tracking-LED ist für das Resonanztracking zuständig [3]. Die maximale Sensitivität ist gewährleistet, wenn die konzentrationsabhängige Mikrofonamplitude bei der Resonanzfrequenz ausgewertet wird. Gerade bei geringen Zielgaskonzentrationen kann das Untergrundrauschen des Messsignals zu erhöhter Unsicherheit bei der Resonanz-Bestimmung führen. Zudem korreliert die Resonanzfrequenz mit der Schallgeschwindigkeit des zu untersuchenden Gases. Deshalb ist eine zuverlässige Nachverfolgung der Resonanzfrequenz notwendig. Eine Tracking-LED mit einer Peak-Wellenlänge von 450 nm ist auf die Innenwand des Resonators gerichtet und wird, analog zur UV-LED, im gepulsten Modus betrieben. Statt das Gas anzuregen, wird mit der Tracking-LED die Innenwand der Messzelle thermisch angeregt und so eine akustische Welle erzeugt, die vom Mikrofon gemessen wird. Die Amplitude des photoakustischen Wandsignals ist typischerweise um Faktor 10-100 höher als das vom Gas generierten Signal. Auf diese Weise kann unabhängig von der Gaszusammensetzung die Resonanzfrequenz genau bestimmt werden. Änderungen der Schallgeschwindigkeit aufgrund von Temperaturschwankungen oder Variationen in der Gasmatrix können auf diese Weise sofort ermittelt werden. Ein Messzyklus erfolgt dabei nach folgendem Schema: Zuerst wird die Resonanzfrequenz mit der Tracking-LED bestimmt [3]. Die Mess-UV-LED ist währenddessen inaktiv. In drei Einzelmessungen wird die Mikrofonamplitude in Abhängigkeit der LED-Modulationsfrequenz

gemessen. Im ersten Durchlauf erfolgt ein grober Frequenzscan zur Bestimmung der Resonanzfrequenz, indem in einem vordefinierten Frequenzbereich nach der maximalen Mikrofonamplitude gesucht wird. Hierfür muss die Position der zu erwartenden Resonanzfrequenz grob bekannt sein. Da in dieser Arbeit die Gasmessungen in Luft erfolgen, kann dieser mit 18-22 kHz abgeschätzt werden. Basierend auf den Daten des groben Scans wird in einem zweiten Durchlauf die Position der Resonanzfrequenz in einem engeren Frequenzbereich präzisiert. Zur finalen Bestimmung wird in einem dritten Schritt ein noch feinerer Messscan durchgeführt und die Daten gefittet. Aus diesem Fit wird die Resonanzfrequenz extrahiert. Erst nachdem die Resonanzfrequenz mit Hilfe der Tracking-LED bestimmt wurde, kommt die UV-LED zum Einsatz. Diese wird mit einem Peak-to-Peak-Strom von 250 mA betrieben und für 500 ms mit  $f_{\text{mod}} = f_{\text{res}}$  moduliert. Das dabei generierte Mikrofonsignal ist unser Sensorsignal.

### Absorptionsspektren und Lichtquelle

Zur Anregung der beiden BTEX-Moleküle Toluol und Benzol wird eine leistungsstarke, kommerziell erhältliche UV-LED (SU CZHEF1.VC) von Osram eingesetzt mit einer optischen Leistung von 100 mW. Die Zentralwellenlänge wird laut Datenblatt mit 265 nm angegeben. In Abbildung 2 ist das wellenlängenabhängige Emissionsspektrum der LED dargestellt, welches am FTIR gemessen wurde.

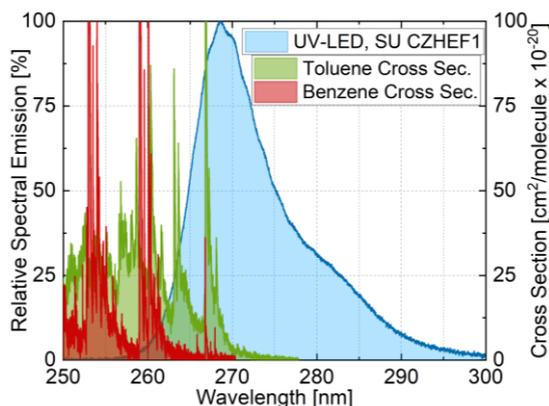


Abb. 2: Absorptionsschnitte von Toluol (grün) und Benzol (rot) bei einer Temperatur von 273K [6]. Das Emissionsspektrum der UV-LED (SU CZHEF1) ist als blaue Fläche dargestellt.

Die Messung zeigt – im Vergleich zur Angabe im Datenblatt – eine leicht verschobene

Zentralwellenlänge von 268 nm mit einer Halbwertsbreite von 10 nm. Im gleichen Diagramm ist der Absorptionsquerschnitt von Toluol und Benzol aufgetragen. Bei spektraler Überlappung von emittierender Strahlung des UV-LED mit der spektralen Absorption des Zielmoleküls, kommt es zur Lichtabsorption und Anregung der Elektronen in ein höheres Energieniveau. Es sind LEDs mit kürzeren Wellenlängen erhältlich, die aufgrund eines größeren Überlappungsgrades von Emissions- und Absorptionsspektrum eine höhere relative Lichtabsorption aufweisen. In der Regel besitzen diese wiederum eine deutlich geringere optische Leistung (Faktor 100) und erzeugen dabei ein geringeres akustisches Signal.

### Resonanzmoden

In einem zylindrischen Resonator treten nach Gl. (2) unterschiedliche Resonanzmoden  $f_{lkr}$  auf, welche von der Schallgeschwindigkeit  $c$  des Gases und der Resonator-Dimension (Länge  $L$  und Radius  $R$ ) abhängig sind. Die Indizes  $l, k, r$  beziehen sich auf die Longitudinal, Azimutal und Radial Moden.

$$f_{lkr} = \frac{c}{2} \left[ \left( \frac{l}{L} \right)^2 + \left( \frac{\alpha_{kr}}{R} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

Der Koeffizient  $\alpha_{kr}$  ergibt sich aus der  $k$ -ten Nullstelle der Ableitung der  $r$ -ten Besselfunktion dividiert durch  $\pi$ . In Tabelle 1 sind die Werte für  $\alpha_{kr}$  zur Berechnung der Resonanzfrequenz aufgetragen [7].

Tab. 1: Koeffizienten zur Bestimmung der Resonanzmoden im zylindrischen Resonator.

| $\alpha_{kr}$ | $r = 0$ | $r = 1$ | $r = 2$ |
|---------------|---------|---------|---------|
| $k = 0$       | 0       | 1,2197  | 2,2331  |
| $k = 1$       | 0,5861  | 1,6971  | 2,7171  |
| $k = 2$       | 0,9722  | 2,1346  | 3,1734  |
| $k = 3$       | 1,3373  | 2,5513  | 3,6115  |

Das Frequenzspektrum der Messzelle in einem Bereich von 5-25 kHz ist in Abbildung 3 dargestellt. Der rote Graph zeigt das von der Tracking-LED erzeugte Wandsignal. Die Messzelle wurde währenddessen mit einem konstanten Gasfluss von 200 ml/min Stickstoff gespült. Mit Hilfe von Gl. (2) lassen sich die Moden zuordnen. Zusätzlich sind weitere Moden erkennbar, die sich nicht eindeutig zuordnen lassen. Ursache hierfür können parasitäre Resonanzen, hervorgerufen durch die Mikrofonöffnung und Gasanschlüsse sein. Der blaue und der schwarze Graph zeigt im selben Frequenzbereich den Einfluss von Toluol (5 ppm und 10 ppm) auf das photoakustische Signal, sobald die Moleküle

mit UV-Licht angeregt werden. Wie zu erwarten, ist das Signal deutlich kleiner als das Wandsignal der Tracking-LED. Analog zur Tracking-LED sind auch hier die Resonanzmoden erkennbar. Bei der ersten Radialmode [001] ist deutlich ein Unterschied in der Amplitudenhöhe zu erkennen. Bei dieser Frequenz ist das Signal von der Gaskonzentration abhängig. Je höher die BTEX-Konzentration im zu untersuchenden Gas, desto höher die Schallamplitude.

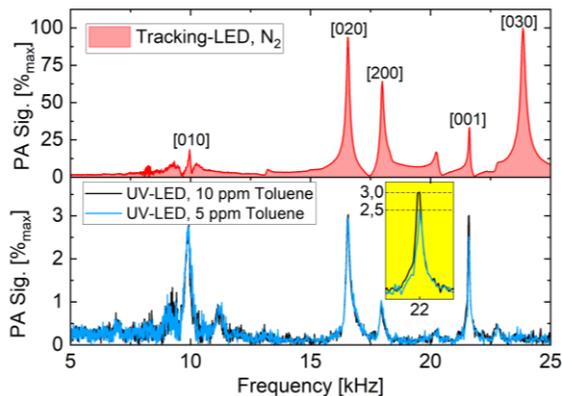


Abb. 3: Oben: Frequenzspektrum der Resonanzmoden gemessen mit der Tracking-LED. Unten: Photoakustiksignal in Abhängigkeit der Modulationsfrequenz der UV-LED. Bei ~ 22 kHz hängt die Signalamplitude von der Toluol-Konzentration ab.

Für die folgenden Gasmessungen erfolgt die Auswertung des Sensorsignals somit bei der ersten Radialmode. Dafür wird das Messsystem so initialisiert, dass die Tracking-LED nach der ersten Radialmode trackt. In Tabelle 2 sind theoretische und gemessene Resonanzfrequenzen mit jeweiliger Abweichung gegenübergestellt. Die für diese Arbeit relevante Radialmode erster Ordnung weicht lediglich 0,7 % vom theoretischen Wert ab.

Tab. 2: Vergleich der experimentell ermittelten Resonanzmoden und der berechneten Moden in N<sub>2</sub> @ 25°C.

| $lkr$ | Theor. $f_{res}$ /Hz | Gemessene $f_{res}$ /Hz | Fehler |
|-------|----------------------|-------------------------|--------|
| [010] | 10315                | 9967                    | 3,5 %  |
| [020] | 17110                | 16550                   | 3,3 %  |
| [030] | 23536                | 23850                   | 1,3 %  |
| [100] | 8803                 | -                       | -      |
| [200] | 17600                | 17985                   | 2,2 %  |
| [001] | 21467                | 21620                   | 0,7 %  |

## Güte

Ein Maß für die Verstärkung des Sensorsignals aufgrund der Resonanzüberhöhung bietet der Gütefaktor Q. Zur Güte-Bestimmung wurde die UV-LED in einem Frequenzbereich von 20 kHz bis 22 kHz moduliert und dabei das Photoakustik-Signal aufgenommen. In Abbildung 6 ist das Ergebnis bei 100 ppm Toluol in Luft zu sehen. Mit Hilfe von Gl. (1) ergibt sich für den zylindrischen Resonator eine Güte von  $Q=192$ .

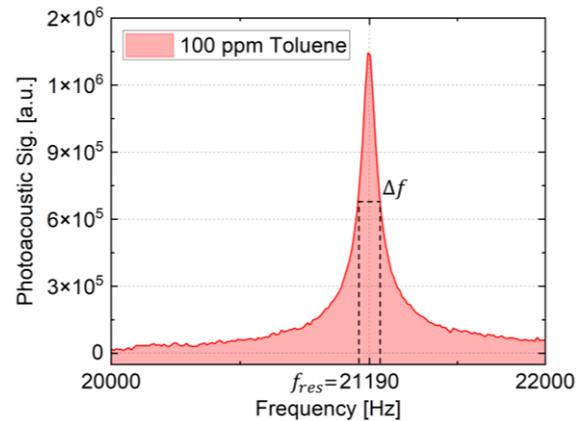


Abb. 7: Zur Bestimmung der Resonator-Güte Q wurde ein Frequenzscan von 20 kHz bis 22 kHz bei 100 ppm Toluol in synthetischer Luft durchgeführt.

## Gasmessungen

Die Detektion der Zielgase Toluol und Benzol erfolgt in Druckluft bei Umgebungsdruck. Hierfür wurden die beiden BTEX-Gase mit Massflowcontrollern (MFC) auf die gewünschte Sollkonzentrationen gemischt und mit einem konstanten Fluss von 200 ml/min durch die Messzelle geleitet. Als Trägergas wurde Druckluft verwendet. Es wurden jeweils zehnmütige Konzentrationstrepfen eingestellt und währenddessen das Photoakustik-Signal mit dem Mikrofon gemessen. Die Signalauswertung erfolgte bei der vom Resonanz-Tracking ermittelten Resonanzfrequenz. In Abbildung 4 ist eine Gasmessung mit Toluol aufgezeichnet. Das obere Diagramm zeigt das photoakustische Signal in Abhängigkeit der Toluol-Konzentration (@  $f_{mod} = f_{res}$ ). In 2 ppm Stufen wurde die Toluol-Konzentration von 10 ppm auf 0 ppm (entspricht 100 % Druckluft) verdünnt. Die Resonanzfrequenz während der Gasmessung wurde mit Hilfe der Tracking-LED bestimmt und ist im unteren Diagramm zu sehen.

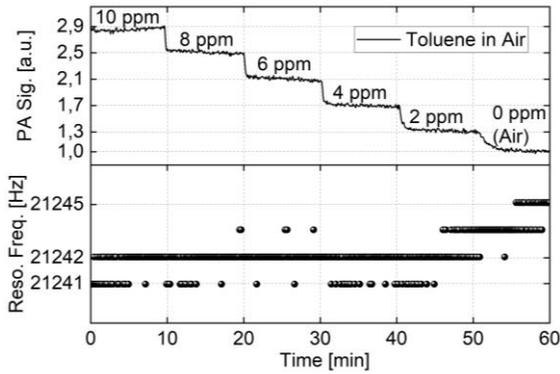


Abb. 4: Oben: Die modulierte Anregung der Toluol-Moleküle mit der UV-LED liefert ein konzentrationsabhängiges photoakustisches Signal. Unten: Mit Hilfe des Resonanz-Tracking-Verfahrens wird die Resonanzfrequenz während der Toluol-Messung bestimmt.

In Abbildung 5 sind die Ergebnisse der Benzol-Messung zu sehen. Die Durchführung erfolgte analog zur Toluol-Messung. Die Soll-Konzentration wurde in 1ppm Stufen von 5 ppm auf 0 ppm Benzol (entspricht 100 % Druckluft) schrittweise reduziert.

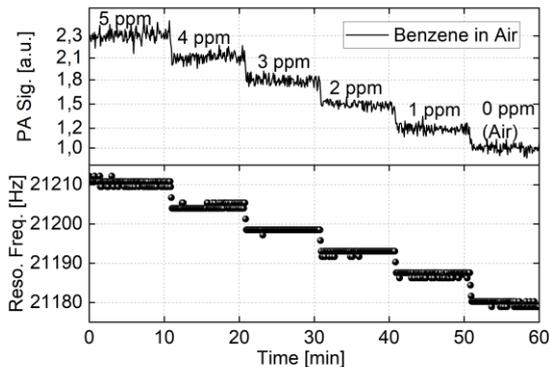


Abb. 5: Oben: Die modulierte Anregung der Benzol-Moleküle mittels UV-LED liefert ein konzentrationsabhängiges Photoakustik-Signal. Unten: Mit Hilfe des Resonanz-Tracking-Verfahrens wird die Resonanzfrequenz während der Benzol-Messung bestimmt.

Bei beiden Messreihen sind die vorgegebenen Konzentrationsstufen deutlich voneinander zu unterscheiden. Die Resonanzfrequenz während der Toluol-Messung liegt im Bereich 21241 Hz bis 21245 Hz und schwankt lediglich um 4 Hz. Bei der Benzol-Messung variiert diese deutlich mehr. Zwischen 5 ppm Benzol und reiner Druckluft liegt der Frequenzunterschied bei ca. 34 Hz. Auffällig ist die

Korrelation zu den Konzentrationsstufen. Mit jeder Konzentrationsänderung verschiebt sich die Resonanzfrequenz um bis zu 7 Hz. Ursache hierfür ist die Änderung des Feuchtegehalts im Gasgemisch. Es konnte gezeigt werden, dass sich in der Benzol-Gasflasche Restfeuchte befindet. Ein Feuchtesensor im Gasstrang vor der Messzelle zeigte bei 5 ppm Benzol, (was die volle Konzentration der Gasflasche entspricht) eine um 1,5 % höhere relative Feuchte (@ 22,8°C) als bei reiner Druckluft. Je größer die Benzol-Beimischung, desto höher der Feuchtegehalt. Dies hat direkte Auswirkungen auf die Schallgeschwindigkeit des Gases und nach Gl. (2) auf die Resonanzfrequenz. Vergleicht man bei der Toluol- und Benzol-Messung die Resonanzfrequenzen des „Nullsignals“ (100 % Druckluft) miteinander, gibt es ein Delta von 65 Hz. Diesen Unterschied lässt sich mit Temperaturschwankungen während den beiden Messreihen erklären. Bereits Abweichungen von ein Kelvin bewirkt eine Frequenzverschiebung von bis zu 85 Hz aufgrund der temperaturabhängigen Schallgeschwindigkeit.

### Sensorkalibration und Nachweisgrenze

Für jede Konzentrationsstufe wurde aus mindestens 50 Einzelmessungen der Mittelwert gebildet. Sowohl die Toluol- als auch die Benzol-Messung zeigen eine lineare Sensorantwort. In Abbildung 6 sind die Messdaten mit der dazugehörigen Standardabweichung und einem linearem Fit aufgetragen.

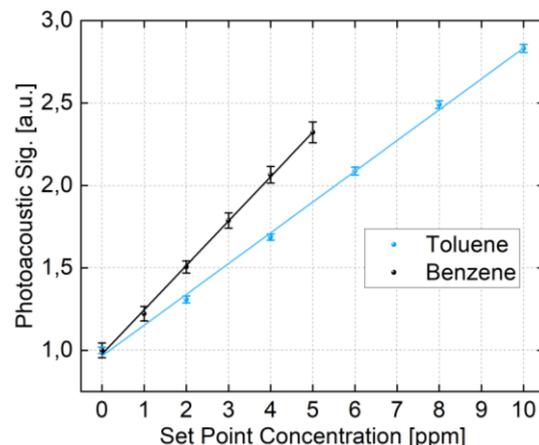


Abb. 6: Die Sensorantwort als Funktion der Konzentration für Toluol und Benzol zeigt ein lineares Verhalten. Anhand der Messdaten wurde jeweils eine Kalibriergerade erstellt und die Standardabweichung pro Konzentrationsstufe eingezeichnet.

Anhand der Steigung und der Standardabweichung des Nullsignals bei reiner Druckluft, ergeben sich folgende Nachweisgrenzen (Limit of Detection):

$$\begin{aligned} LOD(3\sigma)_{Toluol} &= 310 \text{ ppb}, \\ LOD(3\sigma)_{Benzol} &= 500 \text{ ppb}. \end{aligned}$$

### Zusammenfassung und Ausblick

Ein kostengünstiges und kompaktes Messsystem (10x 10 x 10 cm<sup>3</sup>) zur Detektion der BTEX-Komponenten Toluol und Benzol wurde entwickelt. Das Messprinzip ist die akustisch resonante Photoakustik. Für die Anregung der Zielmoleküle kommt eine kommerziell erhältliche UV-LED mit einer Zentralwellenlänge von 265 nm zum Einsatz. Für das Tracking der Resonanzfrequenz wurde ein neuartiges Verfahren basierend auf Wandabsorption der Zelle verwendet, angeregt durch eine Tracking-LED, was für eine zuverlässige und hochauflösende Bestimmung der Resonanzfrequenz sorgt. Mit dem Messsystem werden Nachweisgrenzen von 310 ppb (Toluol) und 500 ppb (Benzol) erreicht. Die Resonator-Güte der Messzelle liegt bei Q=192. Angesichts der vielversprechenden Ergebnisse ist geplant, den Einfluss der anderen BTEX-Komponenten, Ethylbenzol und Xylol, auf das Sensorsignal zu untersuchen.

### Literatur

- [1] Bian Yu et. al.: "BTEX in the environment: An update on sources, fate, distribution, pretreatment, analysis and removal techniques," *Chemical Engineering Journal* 435 (2022) 134825; doi: 10.1016/j.cej.2022.134825
- [2] Palzer: "Photoacoustic-Based Gas Sensing: A Review," *Sensors* 2020, 20, 2745; doi: 10.3390/s20092745
- [3] Weber et. al.: "Novel approach for efficient resonance tracking in photoacoustic gas sensor systems based on a light-induced wall signal," *Photoacoustics* 31 (2023) 100495; doi: 10.1016/j.pacs.2023.100495
- [4] Breuer, D. (2012). Molekülspektroskopie im ultravioletten und sichtbaren Bereich [Air Monitoring Methods in German language, 2003]. In *The MAK-Collection for Occupational Health and Safety* (eds and). <https://doi.org/10.1002/3527600418.amuvvisd0013>
- [5] D. C. Dumitras, et. al.: "Laser photoacoustic spectroscopy: principles, instrumentation, and characterization," *Journal of optoelectronics and advanced materials*, vol. 9, no. 12, pp. 3655–3701, 2007.
- [6] S. Fally, et. a.l.: "UV Fourier transform absorption cross sections of benzene, toluene, meta-, ortho-, and para-xylene", *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 110, 766-782 (2009); doi: 10.1016/j.jqsrt.2008.11.014
- [7] Baumann et. al.: Eigenmode analysis of photoacoustic sensors via finite element method. *Rev. Sci. Instrum.*, 77, 044901, 2006.; doi: 10.1063/1.2186808

# Signalverarbeitung in der direkten Absorptionsspektroskopie zur Gaskonzentrationsbestimmung

*Thomas Strahl<sup>1,2\*</sup>, Dr. Johannes Herbst<sup>1</sup>, Eric Maier<sup>1</sup>, Dr. Sven Rademacher<sup>1</sup>, Prof. Dr. Jürgen Wöllenstein<sup>1,2</sup>, Dr. Katrin Schmitt<sup>1,2</sup>*

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

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

## Zusammenfassung

Die abstimmbare Laserspektroskopie hat sich als leistungsfähiges Messprinzip zur Gaskonzentrationsbestimmung in verschiedenen Anwendungen bewiesen. Insbesondere die direkte Absorptionsspektroskopie (DAS) basierend auf dem Lambert-Beer-Gesetz ermöglicht eine sensitive, selektive und kalibrationsfreie Ermittlung der Konzentration des Zielgases unter Berücksichtigung der spektroskopischen Absorptionslinienparameter aus der HITRAN-Datenbank. Durch die Kohärenz des Laserlichts ist DAS oft durch sinusartige optische Störungen wie sog. „Etalons“ oder optisches 1/f-Rauschen und sekundär durch weißes Rauschen limitiert. In dieser Arbeit wird eine DAS-Systemmodellierung durchgeführt, um in detaillierten Simulationen verschiedene DAS-Konzepte in Abhängigkeit von Etalon-Effekten zu untersuchen. Diese Konzepte analysieren verschiedene Merkmale der Gasabsorptionslinie wie die Fläche (DAS-F), das Maximum (DAS-f) oder Merkmale der ersten bzw. zweiten Ableitung (DAS-1f bzw. DAS-2f) der Absorption zur kalibrationsfreien Gaskonzentrationsbestimmung. Insbesondere das DAS-2f-Konzept weist vielversprechende Eigenschaften auf, wie Genauigkeit, Präzision, Unterdrückung von niederfrequenten Etalons bzw. 1/f-Rauschen. Darüber hinaus wird gezeigt, dass eine näherungsweise Implementierung von DAS-2f-Signalverarbeitung ohne Basislinienkorrektur des Lasers machbar ist, wodurch die Anwendungsmöglichkeiten von DAS erheblich erweitert werden können.

**Keywords:** Gassensorik, Laserspektroskopie, Direkte Absorptionsspektroskopie, Signalverarbeitung und Modellierung.

## Einleitung

Die abstimmbare Laserspektroskopie (TLS) wird in verschiedenen Konfigurationen wie extraktiven, in-situ, kamerabasierten, handgehaltenen oder drohnenbasierten Anwendungen eingesetzt. Hierbei ermöglicht die TLS eine sensitive und selektive Konzentrationsbestimmung von Gasen durch Analyse der Absorptionslinien im nahen und mittleren Infrarotbereich (NIR/MIR). [1-7].

Die TLS umfasst mindestens zwei verschiedene Varianten, die Wellenlängenmodulationsspektroskopie (WMS) und direkte Absorptionsspektroskopie (DAS). Bei der DAS wird monochromatisches Laserlicht über eine Absorptionslinie des Zielgases abgestimmt und die spektrale Abschwächung des Lichts gemäß des Beer-Lambert-Gesetz (kurz BLL) analysiert. Insbesondere für die DAS-Variante ist eine

kalibrationsfreie Ermittlung der Konzentration des Zielgases [8,9] möglich.

Die etablierte DAS-Signalverarbeitung basierend auf einer Basislinienkorrektur (BLC) des Lasers in Kombination mit einem nicht-linearen Linienfit oder einer Flächenauswertung der Absorptionslinie ist primär durch niederfrequentes Rauschen und sekundär durch weißes Rauschen limitiert. Dieses niederfrequente Rauschen kann auch durch Etalons und Fringes, (optische Störungen, „optisches 1/f Rauschen“) beschrieben [10,11] werden. Bei Etalonrauschen handelt es sich beispielsweise um interferierendes Laserlicht, welches durch teilreflektierende Oberflächen oder Streulicht verursacht werden kann [12-17]. Bislang wurde nach bestem Wissen der Autoren nur eine simulative Untersuchung von Rauscheffekten bei WMS und DAS im Hinblick auf den Einfluss des Quantisierungsrauschens der Analog-Digital-Wandlung (ADC) des Photodetektorsignals durchgeführt [9]. Eine

systematische Analyse der Etalon-Effekte wurde bislang ausgeklammert. Zum besseren Verständnis der Erfahrungen und Beobachtungen wurde in dieser Arbeit ein DAS-Systemmodellierung anhand eines durchstimmbaren Interbandkaskadenlaser (ICL) zur Methananalyse bei einer Emissionswellenlänge von 3271 nm realisiert. Ziel dieser Arbeit ist es, verschiedene DAS-Auswertungskonzepte im Hinblick auf Etalon-Effekte („1/f Rauschen“) zu entwickeln und zu bewerten.

### Systemmodellierung der direkten Absorptionsspektroskopie

Um diese Konzepte zu entwickeln, zu verstehen und zu analysieren, ist ein geeignetes TLS-Modell basierend auf DAS erforderlich. Diese Systemmodellierung besteht im Wesentlichen aus den elektrooptischen Komponenten des Sensors (Laser und Detektor) sowie dem optischen Pfad durch eine Gasprobe (Messzelle) wie in Abb. 1 dargestellt. Im Folgenden wird das TLS-System bzw. seine Komponenten und Eigenschaften

mathematisch beschrieben. Das Verhalten von spektroskopisch geeigneten Lasern bzw. spektral monomodigen Lasern lässt sich über die optische Frequenz ( $\nu$  in Hz bzw. Wellenlänge  $\lambda = c/\nu$  in nm bzw. Wellenzahl  $\tilde{\nu}=1/\lambda$  in  $\text{cm}^{-1}$ ) und optische Leistung ( $P_L$ ) beschreiben. Das statische elektrooptische Verhalten des Lasers kann anhand des Injektionsstroms ( $i$  in mA) und Lasertemperatur ( $T$  in  $^{\circ}\text{C}$ ) für einen spezifischen Arbeitspunkt mit  $\tilde{\nu}_p = \tilde{\nu}(T_p, i_p)$  bzw.  $P_L^p = P_L(T_p, i_p)$  charakterisiert werden. Bei diesen Lasern verhält sich die optische Leistung und Wellenlänge linear zum Laserstrom, d.h. eine kleine Stromänderungen über die Zeit führt zu einer Leistungs- und Wellenlängenänderung. Das spektrale Abstimmverhalten des Lasers um den Arbeitspunkt ( $\tilde{\nu}_p$ ) kann folgendermaßen beschrieben werden:

$$P_L(\tilde{\nu}) = P_L^{\tilde{\nu}_p} + \eta_{P_{\tilde{\nu}}}(\tilde{\nu} - \tilde{\nu}_p), \quad (1)$$

Hierbei beschreibt  $\eta_{P_{\tilde{\nu}}}$  (in  $\text{mW}/\text{cm}^{-1}$ ) das Verhältnis von Leistungs- bzw. Intensitäts- ( $P \sim I$ ) und Wellenlängenmodulation (kurz IM /WM Verhältnis, vgl. Abb. 2a).

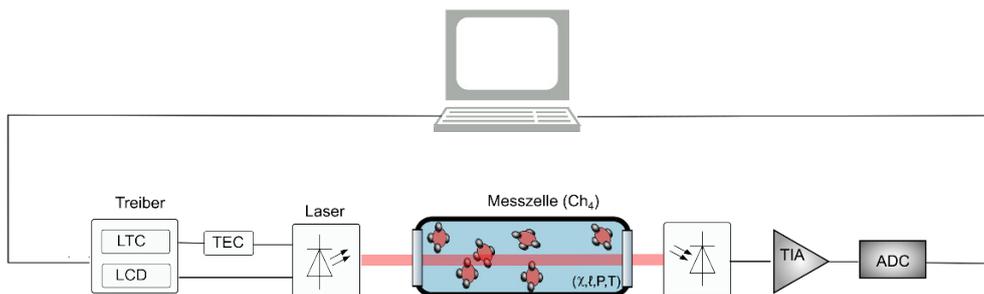


Abb. 1: Schematischer Aufbau eines Laserspektrometers.

Durch das Beer-Lambert Gesetz lässt sich die Abschwächung des Laserlichts durch ein absorbierendes Medium (z.B. Messzelle mit dem Zielgas) in Abhängigkeit der Wellenzahl beschreiben. Das Verhältnis zwischen transmittierter Intensität und einfallender Intensität des Lasers ( $I$  bzw.  $I_0$ ) lässt sich durch die Transmission beschreiben:

$$\tau_g(\tilde{\nu}) = \frac{I(\tilde{\nu})}{I_0(\tilde{\nu})} = e^{-\alpha(\tilde{\nu}) \ell} = e^{-A(\tilde{\nu})} \quad (2)$$

wobei  $\alpha(\tilde{\nu})$  der spektrale Absorptionskoeffizient und  $\ell$  die optische Wegstrecke durch das Gas (Messzellenlänge) ist. Das Produkt wird auch spektrale Absorbanz genannt, welche in Verbindung mit der Transmission steht ( $A(\tilde{\nu}) = \alpha(\tilde{\nu}) \ell = -\ln(\tau_g)$ ), sodass BLL auf unterschiedlichen Wegen eingeführt oder auch ausgedrückt werden kann. Des Weiteren lässt sich der spektrale Absorptionskoeffizient durch die Teilchenzahldichte ( $n$ ), die Linienstärke ( $S(T)$ ) und entsprechende Linienform ( $\phi$ ) des

Zielmoleküls in Bezug setzen ( $\alpha(\tilde{\nu}) = n S(T) \phi(\tilde{\nu})$ ). Die Teilchendichte des Zielgases ist unter Berücksichtigung des idealen Gasgesetzes direkt proportional zur Volumenkonzentration ( $\chi$ ) des Zielgases, sodass die Absorbanz wie folgt beschrieben werden kann:

$$A(\tilde{\nu}) = \chi \frac{P}{k_B T} S \ell \phi(\tilde{\nu}). \quad (3)$$

Die Linienform ( $\phi = \phi(\tilde{\nu}) = \phi(\tilde{\nu}, T, P)$ ), auch Linienprofil genannt, ist normiert, sodass  $\int d\tilde{\nu} \phi(\tilde{\nu}) = 1$  gilt. Sie berücksichtigt auch die beiden vorherrschenden Verbreiterungsmechanismen der Linienbreite wie Stoß- und Dopplerverbreiterung, welche druck- ( $P$ ) bzw. temperaturabhängig ( $T$ ) sind. Mathematisch wird die Linienform durch ein Voigtprofil beschrieben. Zur Berechnung oder Simulation der Absorptionsline(n) werden die spektroskopischen Parameter aus der HITRAN-Datenbank verwendet [18]. Für eine

Methankonzentration von 1 ppm bei einer optischen Weglänge von 1 m unter Standardbedingungen (296 K und 1013 mbar) ergibt sich ein Maximum der Absorbanz von  $5 \times 10^{-3}$  bei 3271 nm bzw.  $3057,7 \text{ cm}^{-1}$  (s. Abb. 2b). Wie oben erwähnt ist TLS praktisch immer durch Etalon-Effekte limitiert. Diese optischen Störungen können durch die Transmission eines Fabry-Perot-Etalons  $\tau_e(\tilde{\nu}) = 1 - A_e - A_e \cos(2\pi L_{OPD} \tilde{\nu})$  ausgedrückt werden, unter Annahme einer geringen Güte, d.h. Amplitude des Etalons  $A_e \ll 1$  (vgl. Ref. [10,11]). Ein planparalleles Fenster der Dicke  $L$  (auch als Etalonlänge bezeichnet), Brechungsindex  $n$  ( $n \approx 1$  für Luft) und Reflektivität der Oberflächen  $R$  kann ein Etalon anhand der Amplitude  $A_e = 2R$  und Periode als freier Spektralbereich ( $\Delta\tilde{\nu}_{FSR}$ ) von  $1/\Delta\tilde{\nu}_{FSR} = 2nL$  charakterisiert werden. Die optische Wegdifferenz ( $L_{OPD} = 2nL$  "optical path difference" auch Gangunterschied genannt) kann auch durch zwei oder mehrere kohärente Wellen motiviert werden (interferierendes Streulicht, etc.). Für die Simulation wurde die Funktion der Etalontransmission modifiziert,

sodass die Periode ( $k = 2\pi 2nL$ ) bzw. Etalonlänge ( $L$ ) und Lage der Phase ( $\varphi$ ) gegenüber einem Arbeitspunkt ( $\tilde{\nu}_p$ ) untersucht werden kann:

$$\tau_e(\tilde{\nu}) = 1 - A_e - A_e \cos(k(\tilde{\nu} - \tilde{\nu}_p) + \varphi) \quad (4)$$

Die transmittierte Lichtleistung ( $P_L(\tilde{\nu})\tau_g(\tilde{\nu})\tau_e(\tilde{\nu})$ ) wird mit einer Photodiode detektiert bzw. in einen elektrischen Strom umgewandelt (linear). Mit einem analogen Transimpedanzverstärker (kurz TIA) wird der Photodiodenstrom linear in eine Spannung übersetzt. Diese Spannung wird üblicherweise noch gefiltert und gegebenenfalls verstärkt um anschließend mit einem Analog-Digital-Konverter (ADC) für die weitere Signalverarbeitung auf dem Mikrocontroller oder PC digitalisiert. Dieser Prozess wird in dieser Arbeit als ideal und linear angenommen, sodass lediglich die Lichtleistung bzw. Intensität berücksichtigt wird. Diese wird mit einem weißen Rauschen versehen um beispielsweise Schrot-, Wärme- (thermisches) oder Quantisierungsrauschen zu berücksichtigen

$$\tau_n(\tilde{\nu}) \sim \mathcal{N}(\mu = 1, \sigma = \sigma_n). \quad (5)$$

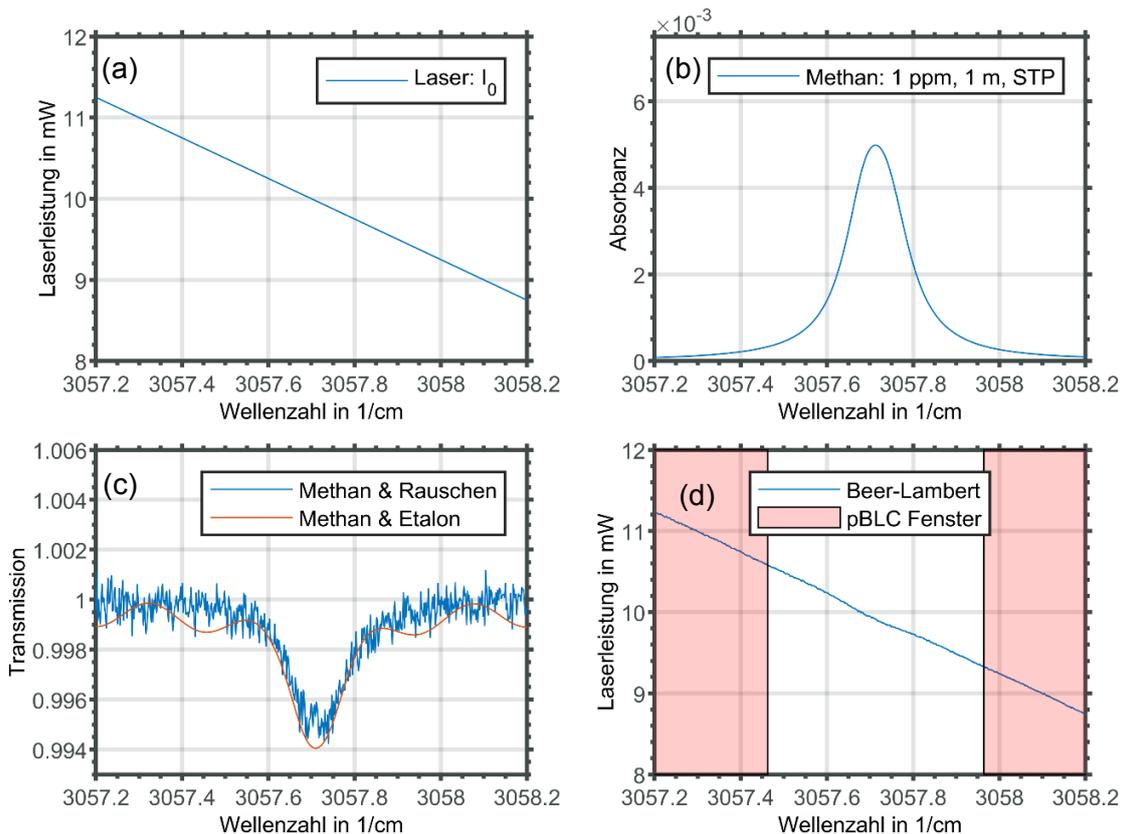


Abb. 2: (a) Das Verhalten der Leistungs- bzw. Intensitäts- und Wellenlängenmodulation des Lasers rund um die (b) Methan Absorbanz (1 ppm, 1 m, STP) bei 3271 nm. (c) Das Transmissionsspektrum von Methan (1 ppm, 1 m, STP) bei 3271 nm überlagert von Rauschen mit einer Standardabweichung von  $5 \times 10^{-4}$  pro Sample bzw. einem Etalon ( $A_e = 5 \times 10^{-4}$ ,  $L=20 \text{ mm}$ ,  $\varphi=0$ ). (d) Das Lambert-Beer-Gesetz zeigt die Laserleistung am Detektor unter Berücksichtigung der Superposition der Transmissionsspektren von Methan, des Etalon bzw. des Rauschens. Bereiche für die Basislinienkorrektur via Polynomfit (pBLC) sind rot markiert.

Zusammenfassend lässt sich das ursprüngliche BLL gemäß Gl.(2) unter Berücksichtigung der Etalon-Effekte und des Rauschens (vgl. Gl.(4-5) und Abb. 2) für eine systematische Untersuchung im Rahmen dieser Arbeit wie folgt beschreiben:

$$I(\tilde{\nu}) = I_0(\tilde{\nu}) \tau_g(\tilde{\nu}) \tau_e(\tilde{\nu}) \tau_n(\tilde{\nu}) \quad (6)$$

Hierbei wird das IM und WM Verhalten des Laser ( $I_0$ ) durch Gl.(1) beschrieben unter Berücksichtigung, dass die optische Leistung proportional zur Intensität ist ( $I \sim P$ ).

### Methodenentwicklung der direkten Absorptionsspektroskopie

Ein Ziel der Methodenentwicklung ist eine kalibrationsfreie Ermittlung der Gaskonzentration ( $\chi$  in ppm, vgl. Gl.(3)). Die etablierte DAS-Signalverarbeitung basiert hierzu zunächst auf einer Basislinienkorrektur (kurz BLC) um idealerweise oder zumindest näherungsweise die Absorbanz gemäß BLL (vgl. Gl.(2)) zu bestimmen.

$$A(\tilde{\nu}) \approx -\ln\left(\frac{I(\tilde{\nu})}{I_{BLC}(\tilde{\nu})}\right) \quad (6)$$

Eine verbreitete BLC basiert auf einem gewichteten Polynomfit (pBLC, hier 2.Ordnung). Hierbei wird in erster Linie das Laserverhalten approximiert ( $I_{BLC} \approx I_0$ , vgl. Abb. 2d). Je höher die Ordnung desto wahrscheinlicher wird eine Wechselwirkung mit höher frequenteren Etalons oder Ausläufern der Gasabsorptionslinie bei relativ großen Absorptionen. Eine weitere Variante ist ein Referenzspektrum unter Stickstoffatmosphäre (kurz N2-BLC). Hier wird das Laserverhalten, die Etalons bzw. das Rauschen zu einem bestimmten Zeitpunkt aufgenommen und abgebildet ( $I_{BLC} \approx I_0 \tau_e$ ). Eine naheliegende theoretische Alternative ist eine BLC, welche nur den Laser berücksichtigt (L-BLC,  $I_{BLC} \approx I_0$ ).

Gemäß Gl.(3) könnte zur Bestimmung der Konzentration ein Voigtprofil an die Daten angepasst werden. Unter Berücksichtigung der Datenmenge und die relativ geringe Datenqualität (Signal-Rausch bzw. -Etalon Verhältnis) werden komplexere nichtlineare Anpassungsverfahren (Levenberg-Marquardt) für eine Bestimmung der Methankonzentration im Hinblick auf den Rechenaufwand und die Robustheit an dieser Stelle zunächst nicht berücksichtigt.

Im Folgenden werden verschiedene Konzepte, welche in Kurzform DAS-F, -f, -1f und -2f genannt werden, vorgestellt. DAS-F zielt auf die Flächenauswertung der Absorptionslinie ( $y^F = \int d\tilde{\nu} I(\tilde{\nu}) / I_{BLC}(\tilde{\nu})$  vgl. Gl. (6)). Das Maß für die Fläche ( $y^F$ ) kann nach Gl. (3) unter Berücksichtigung des normierten Linienprofils direkt in die Konzentration  $\chi = y^F k_B T / SP \ell$  umgerechnet werden. Neben DAS-F werden weitere Konzepte der DAS-Signalverarbeitung - DAS-f, DAS-1f und DAS-2f - in Tab. 1 mathematisch beschrieben und zusammengefasst. Diese Konzepte zielen auf die Analyse verschiedener Charakteristiken einer Absorptionslinie, wie das Maximum („Peak“, bei  $\tilde{\nu} = \tilde{\nu}_p$ ) der Absorbanz (DAS-f) bzw. Merkmale der ersten oder zweiten Ableitung der Absorbanz (DAS-1f und -2f). Zur Merkmalsextraktion der Extrema für das jeweilige Maß werden die verschiedenen Spektren der einzelnen Konzepte (DAS-f/-1f/-2f) mit einer Glättung ( $h_{\tilde{\nu}}$ ) zur Rauschunterdrückung kombiniert (spektraler Tief- bzw. Bandpass). Hierbei wurde ein Gauß-Filter mit einer Standardabweichung im Bereich der halben FWHM einer Absorptionslinie gewählt (ca.  $\sigma_h \sim 0.5 \text{ cm}^{-1}$ ).

Tab. 1: Mathematische Beschreibung der Konzepte DAS-F, -f, -1f und -2f in Form des Spektrums und jeweiligen Maßes zur späteren Bestimmung der Konzentration.

| DAS | Spektrum  | Maß   |
|-----|---|---|
| -F  | $A(\tilde{\nu}) \approx -\ln\left(\frac{I(\tilde{\nu})}{I_{BLC}(\tilde{\nu})}\right)$   | $y^F = \int d\tilde{\nu} A(\tilde{\nu})$  |
| -f  | $y^f = h_{\tilde{\nu}} * A(\tilde{\nu}) \approx -h_{\tilde{\nu}} * \ln\left(\frac{I(\tilde{\nu})}{I_{BLC}(\tilde{\nu})}\right)$   | $y_p^f = y_{max}^f = h_{\tilde{\nu}} * A(\tilde{\nu}) _{\tilde{\nu}=\tilde{\nu}_p}$   |
| -1f | $y^{1f} = h_{\tilde{\nu}} * \frac{\partial}{\partial \tilde{\nu}} A(\tilde{\nu}) \approx -h_{\tilde{\nu}} * \frac{\partial}{\partial \tilde{\nu}} \ln\left(\frac{I(\tilde{\nu})}{I_{BLC}(\tilde{\nu})}\right)$              | $y_{pd}^{1f} = y_{max}^{1f} - 2 y_{min}^{1f}$   |
| -2f | $y^{2f} = h_{\tilde{\nu}} * \frac{\partial^2}{\partial \tilde{\nu}^2} A(\tilde{\nu})$<br>$\approx -h_{\tilde{\nu}} * \frac{\partial^2}{\partial \tilde{\nu}^2} \ln\left(\frac{I(\tilde{\nu})}{I_{BLC}(\tilde{\nu})}\right)$ | $y_{pdp}^{2f} = \frac{1}{2} (y_{max,\tilde{\nu}<\tilde{\nu}_p}^{2f} - 2 y_{min}^{2f} + y_{max,\tilde{\nu}>\tilde{\nu}_p}^{2f})$ |

Aus den gefilterten Spektren von DAS-f, -1f und -2f bzw. den jeweiligen Maßen ( $y_p^f, y_{pd}^{1f}, y_{pdp}^{2f}$ ) gemäß Tab. 1 lässt sich eine lineare Übertragungsfunktion unter Berücksichtigung der spektroskopischen Parameter (HITRAN, [18]) über einen großen Konzentrationsbereich zwischen 1 ppb und 1000 ppm für alle drei Konzepte aufstellen (vgl. Abb. 3). Daraus folgt, dass alle drei Konzepte überaus geeignet sind für die kalibrationsfreie Bestimmung der Konzentration. Bezüglich DAS-1f und DAS-2f werden noch zwei neuartige, basislinienfreie Varianten erprobt, kurz DAS-1f-Approx mit  $y^{1f} \approx -h_{\tilde{\nu}} * \partial \tilde{\nu} / \partial \tilde{\nu} \ln(I(\tilde{\nu}))$  bzw. DAS-2f-Approx. mit  $y^{2f} \approx -h_{\tilde{\nu}} * \partial^2 / \partial \tilde{\nu}^2 \ln(I(\tilde{\nu}))$ . Hierbei wird die Tatsache genutzt, dass die Ableitung des natürlichen Logarithmus selbstnormierend ist ( $\partial / \partial x \ln(x) = 1/x$ ). Insbesondere im Rahmen von DAS-2f gilt, dass der Laser zu vernachlässigen ist ( $\partial^2 / \partial \tilde{\nu}^2 \ln(I_0(\tilde{\nu})) \approx 0$ ) sofern ein hinreichend lineares IM/WM Verhalten bzw. kleine Leistungsänderung im Verhältnis zur

typischen Leistung des Lasers rund um die Absorption bei  $\tilde{\nu} = \tilde{\nu}_p$  gegeben ist. Die anschließende Konzentrationsbestimmung erfolgt analog zu den ursprünglichen BLC-Varianten von DAS-1f bzw. 2f.

### Durchführung der Simulation

Zur Simulation der Absorbanz (vgl. Abb. 2b) wird eine Methankonzentration von 1 ppm bei einer optischen Weglänge von 1 m unter Standardbedingungen (296 K und 1013 mbar) bei 3271 nm (3057,7  $\text{cm}^{-1}$ ) angenommen. Gemäß Gl.(4) werden Etalons mit einer festen Amplitude von  $5 \times 10^{-4}$  parametrisiert. Die Etalonlänge (Periode) und -phase werden für die Simulation zwischen 1 mm und 40 mm bzw. 0 und  $2\pi$  variiert. Für den Laser bzw. die Detektion wurden folgende typische Kenngrößen angenommen: Der ICL wird innerhalb von 10 ms (100 Hz) über die Absorptionslinie abgestimmt. Das IM/WM Verhältnis beträgt umgerechnet 2,5  $\text{mW/cm}^{-1}$  bei 10 mW optischer Leistung (vgl. Abb.2a).

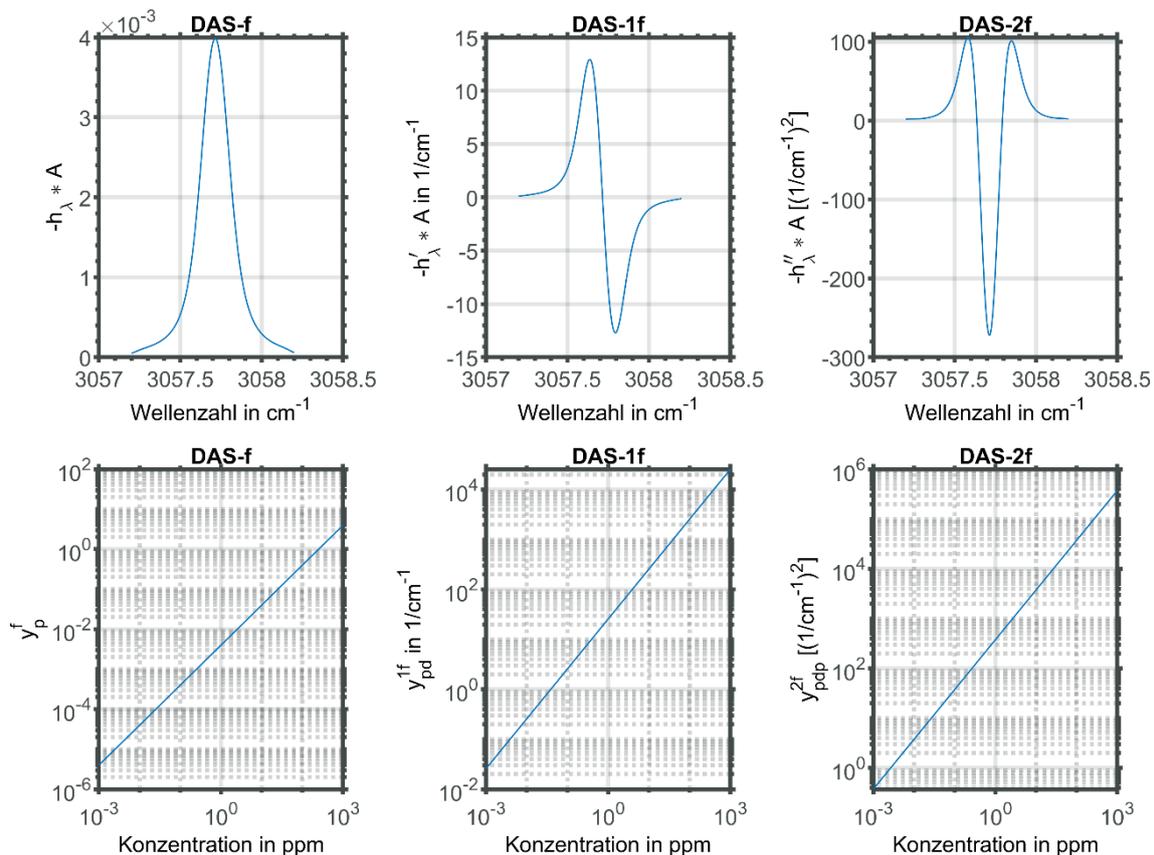


Abb. 3: (oben) Die Methanspektren mit Gauß-Filter ( $\sigma \sim 0,075 \text{ cm}^{-1}$ ) gemäß DAS-f, DAS-1f und DAS-2f bei rund 3271 nm ( $\chi=1 \text{ ppm}$ ,  $\ell=1 \text{ m}$ ,  $P=1013 \text{ mbar}$ ,  $T=296 \text{ K}$ ). (unten) Die Transferfunktion ausgehend von den spektroskopischen Parametern für die verschiedenen Merkmale (Maße) anhand der Minima (kurz „d“ für „dip“) und Maxima (kurz „p“ für „peak“) aus den Spektren für das jeweilige DAS Konzept als Funktion der Konzentration.

Die Absorptionslinie (FWHM  $\sim 0,15 \text{ cm}^{-1}$ ) wird mit 500 spektralen Stützstellen (Samples) in einem Abstimmbereich von  $1,5 \text{ cm}^{-1}$  abgetastet ( $0,003 \text{ cm}^{-1}/\text{Sample}$  bzw.  $50 \text{ kHz}$  Abtastrate). Zusätzlich wurde ein weißes Rauschen mit einer Standardabweichung von  $5 \times 10^{-4}$  pro Sample als Absorbanz äquivalent angenommen. Dies entspricht in etwa  $0,2 \text{ nW/Hz}^{1/2}$  bei einer Laserleistung von  $10 \text{ mW}$ . Ein vollständiges DAS-Signal im Rahmen der Simulation gemäß Gl.(6) ist in Abb. 2d dargestellt.

## Ergebnisse

Die Leistungsfähigkeit bzw. Filterwirkung der einzelnen Konzepte in Abhängigkeit verschiedener Etalonlängen und -phasen sowie weißem Rauschen sind in Abb. 4 dargestellt. Die Schwächen des etablierten DAS-F für verschiedene BLCs ist anhand der relativ starken Farbkontraste (Abweichung zur Zielgaskonzentration von  $1 \text{ ppm}$ ) in Abhängigkeit der Etalonphase bzw. -länge offensichtlich. Besonders niederfrequente Etalons (z.B.

Etalonlängen  $L < 20 \text{ mm}$ ) in Kombination mit einer Änderung der Phasenlage sind problematisch für die Flächenauswertung (DAS-F), höherfrequente Etalons (z.B. Etalonlängen  $L > 20 \text{ mm}$ ) sind weniger problematisch. Letztere werden über die spektrale Integration unterdrückt. Methodisch bedingt kommt es bei pBLC und L-BLC in Kombination mit DAS-F zu einer Unterschätzung der Konzentration bzw. Überschätzung der Konzentration (siehe Abb. 4 bzw. Abb. 5 als Boxplot). Die Unterschätzung resultiert aus einer Wechselwirkung der Absorptionslinenausläufer mit pBLC und die Überschätzung (L-BLC) resultiert aus der Vernachlässigung der Etalons. Darüber hinaus ist für DAS-F/f (pBLC) eine ausgeprägte Oszillation der Konzentration entlang der Etalonphase und auch -länge zu erkennen, welche auf den gewichteten Polynomfit zurückzuführen ist (vgl. Fensterung in Abb. 2d). Im Gegensatz zu L- bzw. N2-BLC wirkt pBLC wie ein Hochpassfilter zur Unterdrückung (Kompensierung) niederfrequenter Etalons (z.B. Etalonlängen  $L < 5 \text{ mm}$ ).

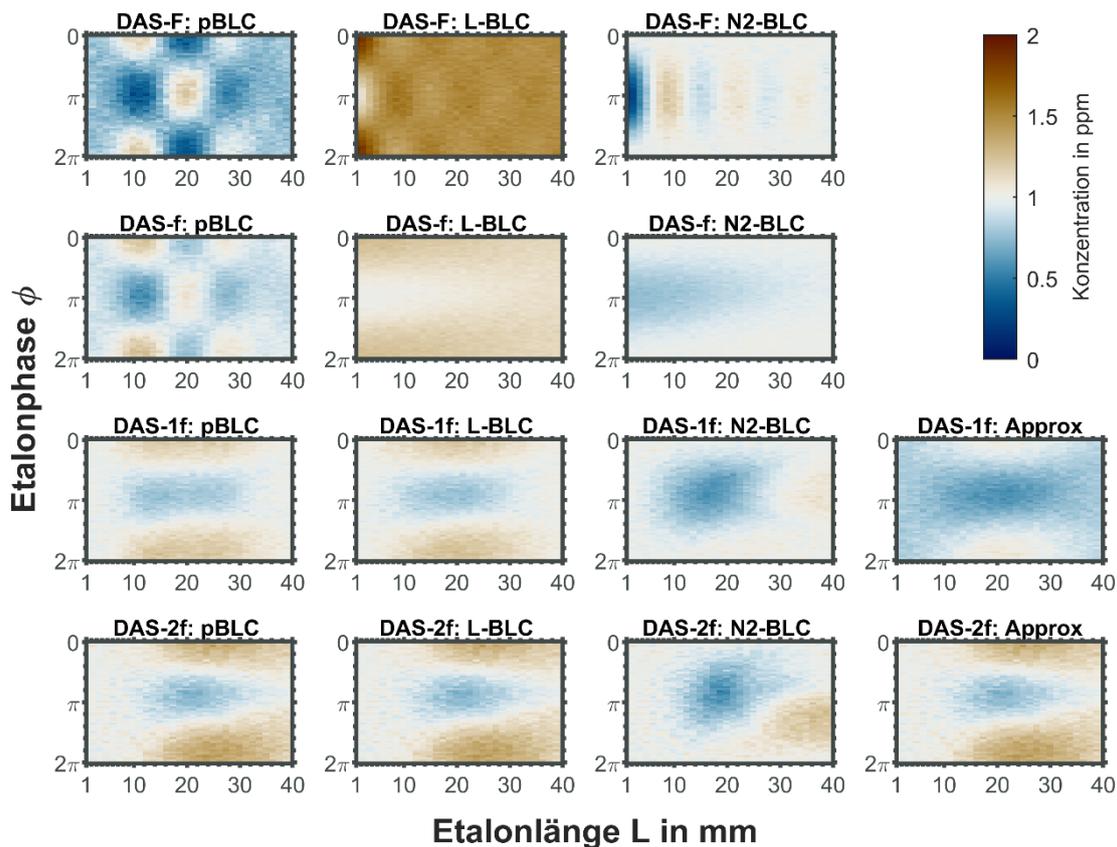


Abb. 4: Vergleich unterschiedlicher DAS-Konzepte bezüglich der Methankonzentrationsbestimmung (ca.  $3271 \text{ nm}$ ,  $\chi=1 \text{ ppm}$ ,  $\ell=1 \text{ m}$ ,  $P=1013 \text{ mbar}$ ,  $T=296 \text{ K}$ ) gegenüber einer Variation der Etalonlänge bzw. -phase. Die Robustheit der DAS Signalverarbeitung (DAS-F,-f,-1f und -2f) ist in verschiedenen Ausführungen mit Basislinienkorrektur (pBLC, L-BLC bzw. N2-BLC) und ohne Basislinienkorrektur (DAS-1f bzw. DAS-2f Approx.) in Abhängigkeit der Etalonlänge und -phase dargestellt.

Hierdurch ergibt sich eine erhöhte Anfälligkeit von L- bzw. N2-BLC in Kombination mit DAS-F für optische Leistungsschwankungen (vgl. 1f-Rauschen, bzw. RIN in [9]). Die Anfälligkeit gegenüber niederfrequenten Etalons (bzw. 1f-Rauschen) nimmt bei der spektralen Analyse der Absorbanz und seiner Ableitungen (vgl. DAS-f, -1f, -2f) ab, da insbesondere die Ableitungen eine Hochpassfilterung bewirken, die mit steigender Ableitungsordnung verstärkt wird (Fourieranalyse). Infolgedessen verschieben sich die kritischen Etalonlängen für die Signalverarbeitung DAS-f, -1f und -2f zu höheren Etalonlängen. Zum Beispiel ist eine Etalonlänge von 10 mm für DAS-f kritisch, während sie für DAS-2f unkritisch ist. Je nach Konzept werden größere Etalonlängen durch den Gauß-Filter effizient unterdrückt, was auch für die Unterdrückung von weißem Rauschen gilt. Für die Ableitungen lassen sich auch basislinienfreie Varianten approximieren (DAS-1f bzw. -2f Approx). Für die Näherung von DAS-1f ist eine globale Unterschätzung zur Zielgaskonzentration aufgrund des

unvollständig kompensierten Laserhaltens sichtbar, während bei der Näherung DAS-2f praktisch kein Unterschied zu der entsprechenden Ableitungsvariante pBLC und L-BLC sichtbar ist. Die Ableitungsvarianten mit N2-BLC weisen eine Variation gegenüber L- bzw. pBLC auf, da das Referenzspektrum zu einer gewissen Phasenlage gehört und im Falle der Änderung der Phasenlage die N2-BLC eine Schwebung verursacht. Aus diesen Ergebnissen können allgemeine Erkenntnisse abgeleitet werden, die bei der optomechanischen Gestaltung eines Laserspektrometers oder der Wahl eines geeigneten Signalverarbeitungskonzepts berücksichtigt werden sollten. Beispielsweise sind Aufbauten mit optischen Elementen oder Anordnungen in der Größenordnung von etwa 10 mm oder kleiner kritisch für eine robuste und empfindliche Flächenauswertung (DAS-F), da niederfrequente Etalon-Effekte sehr wahrscheinlich auftreten. Dies gilt in gewissem Maße auch für DAS-f.

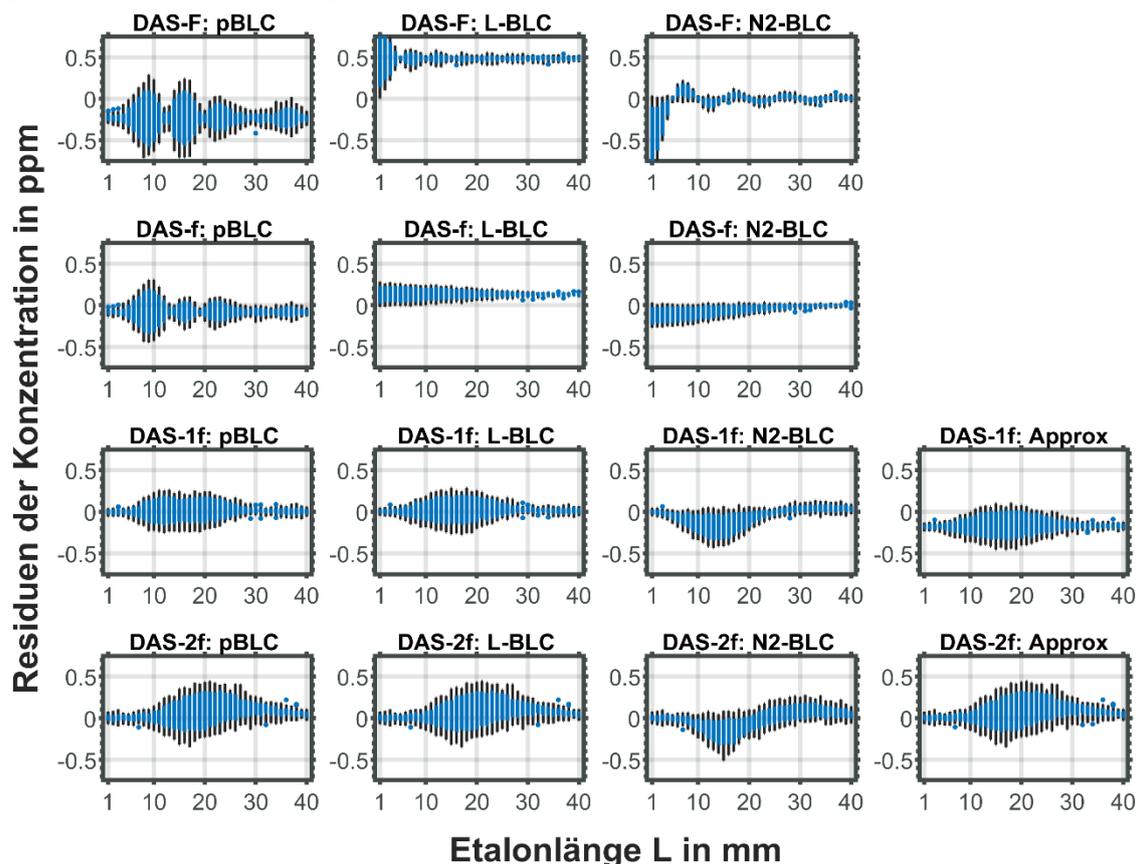


Abb. 5: Boxplot zur Darstellung der Simulationsergebnisse (vgl. Abbildung 4) als Residuum zur Zielkonzentration in ppm inklusive oberes und unteres Quartil (blau), Minimum- und Maximumwerte (schwarz) für die verschiedenen Phasenlagen in Abhängigkeit der Etalonlänge.

## Fazit und Ausblick

In dieser Arbeit wurde eine DAS-Systemmodellierung durchgeführt, um in detaillierten Simulationen verschiedene kalibrationsfreie DAS-Konzepte in Abhängigkeit von Etalon-Effekten zu untersuchen. Diese Konzepte analysieren verschiedene Merkmale der Gasabsorption, wie die Fläche (DAS-F), das Maximum (DAS-f) oder Ableitungen erster und zweiter Ordnung (DAS-1f bzw. 2f). Insbesondere das neuartige basislinienfreie DAS-2f-Konzept zeigt vielversprechende Ergebnisse zur Unterdrückung von niederfrequenten Etalons (Etalonlängen  $L < 10$  mm) bzw. 1/f-Rauschen. Hier zeigt DAS-2f klare Vorteile gegenüber etablierten Auswertungen wie der polynomialen Basislinienkorrektur (pBLC) in Kombination mit DAS-F und höchstwahrscheinlich auch weitverbreitete Linienauswertungen auf Basis eines nicht-linearen Fits. Letzteres ist noch zu untersuchen und in weiterführenden Arbeiten zu zeigen. Laserspektrometer basierend auf kompakten Bauformen für Laserdioden und Detektoren inklusive Gehäuse, Linsen, Fenstern, Spiegeln etc. sind in der Praxis möglicherweise anfälliger für Etalon-Effekte im Bereich von Millimetern gegenüber dem Zentimeterbereich. Dies gilt in geringerem Ausmaß, auch wenn Maßnahmen zur Unterdrückung von Streulicht und Interferenzen bedacht werden (z.B. Keilfenster, Antireflexbeschichtungen oder geschwärzte Oberflächen). Im Rahmen der Ferndetektionsanwendung, bei der zurückgestreutes Laserlicht schnell optische Wegunterschiede von einigen Millimetern aufweist und am Detektor interferiert, könnten die Ableitungsvarianten DAS-1f und -2f ebenfalls zu Vorteilen in Bezug auf Robustheit gegenüber DAS-F, -f oder nicht-linearen Fits zur Linienauswertung bieten.

Die basislinienfreie Variante von DAS-2f bietet nicht nur den Vorteil einer einfachen Implementierung, sondern auch das Potenzial, in Situationen eingesetzt zu werden, in denen keine Basislinienkorrektur (pBLC) möglich ist. Dies kann zum Beispiel bei einem spektralen Überlapp von mehreren Gaslinien der Fall sein. Das Prinzip der DAS-2f Näherung gilt grundsätzlich auch für alle gängigen Laser im Rahmen der TLS wie Vertical-Cavity Surface-Emitting Laser (VCSEL), Dioden-, Interbandkaskaden und Quantenkaskadenlaser (DL, ICL bzw. QCL), da das Abstimmverhalten ( $\text{mW}/\text{cm}^{-1}$ ) im Verhältnis zur Laserleistung (mW) ähnlich ist. Allgemein kann festgehalten werden, dass die Ergebnisse qualitativ auf

andere Moleküle mit Linienspektrum übertragbar sind.

## Literaturnachweis

- [1] Z. Du, S. Zhang, J. Li, N. Gao, and K. Tong, *Applied Sciences*, vol. 9, no. 2, p. 338, 2019, doi: 10.3390/app9020338.
- [2] B. Fu et al., *Applied Spectroscopy Reviews*, vol. 57, no. 2, pp. 112–152, 2022, doi: 10.1080/05704928.2020.1857258.
- [3] J. Hodgkinson and R. P. Tatam, *Meas. Sci. Technol.*, vol. 24, no. 1 (2013). doi: 10.1088/0957-0233/24/1/012004.
- [4] S. Lin, J. Chang, J. Sun, and P. Xu, *Front. Phys.*, vol. 10, 2022. doi: 10.3389/fphy.2022.853966.
- [5] Z. Wang, P. Fu, and X. Chao, *Applied Sciences*, vol. 9, no. 13, p. 2723, 2019, doi: 10.3390/app9132723.
- [6] M. A. Bolshov, Y. Kuritsyn, and Y. Romanovskii, *Spectrochimica Acta. Part B, Atomic Spectroscopy*, vol. 106, pp. 45–66, 2015. doi: 10.1016/j.sab.2015.01.010.
- [7] M. Kwaśny and A. Bombalska, "Sensors 2023, 23, 2834. doi: 10.3390/s23052834.
- [8] A. Klein, O. Witzel, and V. Ebert, *Sensors* 14.11 (2014): 21497-21513. doi: 10.3390/s141121497.
- [9] B. Lins, P. Zinn, R. Engelbrecht, and B. Schmauss, *Appl. Phys. B*, vol. 100, no. 2, pp. 367–376, 2010. doi: 10.1007/s00340-009-3881-5.
- [10] N. Ismail, C. C. Kores, D. Geskus, and M. Pollnau, *Opt. Express, OE*, vol. 24, no. 15, pp. 16366–16389, 2016. doi: 10.1364/OE.24.016366.
- [11] P. Werle, *Appl. Phys. B*, vol. 102, no. 2, pp. 313–329, 2011. doi: 10.1007/s00340-010-4165-9.
- [12] J. B. McManus et al., *Appl. Phys. B*, vol. 119, no. 1, pp. 203–218, 2015, doi: 10.1007/s00340-015-6033-0.
- [13] C. R. Webster, G. J. Flesch, R. M. Briggs, M. Fradet, and L. E. Christensen, *Appl. Opt.*, vol. 60, no. 7, pp. 1958–1965, 2021, doi: 10.1364/ao.417074.
- [14] D. Masiyano, J. Hodgkinson, and R. P. Tatam, *Appl. Phys. B*, vol. 90, no. 2, pp. 279–288, 2008. doi: 10.1007/s00340-007-2896-z.
- [15] D. Masiyano, J. Hodgkinson, S. Schilt, and R. P. Tatam, *Appl. Phys. B*, vol. 96, no. 4, pp. 863–874, 2009, doi: 10.1007/s00340-009-3690-x.
- [16] W. M. Wang, W. J. Boyle, K. T. Grattan, and A. W. Palmer, *Appl. Opt.*, vol. 32, no. 9, pp. 1551–1558, 1993, doi: 10.1364/AO.32.001551.
- [17] C. D. Mansfield and H. N. Rutt, *Meas. Sci. Technol.*, vol. 10, no. 3, pp. 206–210, 1999. doi: 10.1088/0957-0233/10/3/016.
- [18] I.E. Gordon et al., *JQSRT* 277:107949, 2022, doi: 10.1016/j.jqsrt.2021.107949.

# PC-MOS-Sensorsysteme zur Detektion von flüchtigen organischen Verbindungen in Luft

*Omar Tarek Penagos Carrascal, Gina Zeh, Tilman Sauerwald*  
 Fraunhofer-Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung IVV, Giggenhauser Strasse 35, 85354  
 Freising, Deutschland

## Zusammenfassung

Die Eigenschaften eines Präkonzentrator-MOS-Sensorsystem für die Messung von Ethanol und Furfural (furan-2-carbaldehyde) wurden untersucht. Das System verfügt über eine mit Sorbens beschichtete Miniaturheizplatte, den sogenannten Präkonzentrator (PC), der sich in der Nähe eines Metalloxidhalbleitersensors (MOS) befindet. Headspace-Messungen wurden für eine Mischung aus Ethanol und entionisiertem Wasser durchgeführt. Für beide Gase wurde die Aufkonzentration in Abhängigkeit der Adsorptionszeit bestimmt und mit Hilfe eines Modells erster Ordnung beschrieben. Die Zeitdauer, bis die Adsorption zu 95 % abgeschlossen ist, beträgt bei Ethanol 96,6 s und bei Furfural 1275 s.

**Keywords:** Volatile Organic Compounds, Präkonzentration, Verteilkoefizient, Gassensor, Temperaturzyklus

## Einführung

In zahlreichen Anwendungen müssen flüchtige organische Substanzen (engl. volatile organic compounds – VOCs) nachgewiesen werden, die zum Teil unterhalb den Nachweisgrenzen handelsüblicher Gassensorsysteme liegen [1], [2]. Solche Anwendungsfelder liegen zum Beispiel in der Bewertung der Luftgüte in Innenraum und Umwelt und im Besonderen in der Erkennung und Quantifizierung von Gerüchen.

Eine Möglichkeit, die Nachweisschwelle von Sensorsystemen zu senken, ist die Verwendung von Präkonzentratoren. Die Integration von Präkonzentrator und Gassensor in einem Mikrosystem, bei dem der Transport nur über Diffusion und ohne bewegliche

Komponenten realisiert wird, wurde von Leidinger et al. untersucht und demonstriert [3]. Das Funktionsprinzip beruht auf einer zyklischen Adsorption-Desorption von Gas in dem Präkonzentrator durch die Änderung der Temperatur eines Sorbens und somit seines gasabhängigen Verteilkoefizienten  $K_H$  mit Luft [4], [5], welches das Konzentrationsverhältnis eines Stoffes in zwei Phasen angibt [6]:

Gl. 1

$$K_H = \frac{C_{A,Sorbens}}{C_{A,Luft}}$$

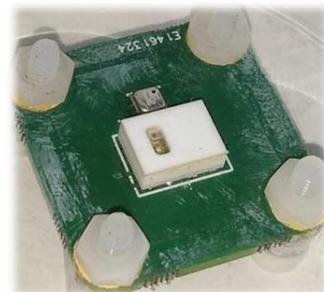
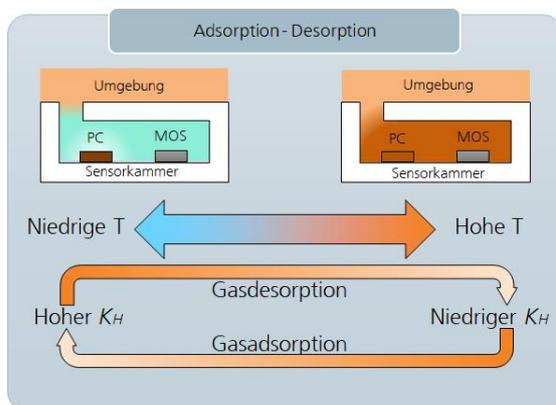


Abbildung 1: (Links) Darstellung von der Präkonzentration in Abhängigkeit von der Temperatur. (Rechts) Foto des Sensorsystems

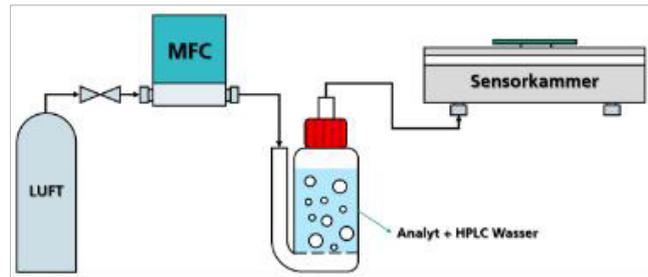


Abbildung 2: Links, Aufbau für Headspace-Messungen. Rechts, Aufbau für Messungen mit kontinuierlichem Nullluftstrom

Wenn der Verteilungskoeffizient zunimmt (niedrige Temperatur), nimmt auch die Fähigkeit des Sorbens zu, Material auf seiner Oberfläche zu adsorbieren, wodurch in seiner direkten Umgebung eine Zone niedriger Konzentration entsteht (Abbildung 1 links - Adsorptionsphase). Sobald das Sorbens gesättigt ist, erreicht die Konzentration in den beiden Phasen ein Gleichgewicht. Das bedeutet, dass die Adsorptions- und Desorptionsraten gleich sind. Wenn die Temperatur steigt und damit der Verteilungskoeffizient abnimmt, nimmt die Adsorptionskapazität ab, was dazu führt, dass die vom Sorbens adsorbierten Moleküle desorbieren und in ihrer Umgebung einen Bereich hoher Konzentration des Analyten erzeugen (siehe Abbildung 1, links - Desorptionsphase).

Nachfolgend werden die Ergebnisse der Untersuchung eines auf diesem Prinzip basierenden Sensorsystems zur Detektion von Ethanol und Furfural präsentiert.

### Materialien und Methoden

Das Sensorsystem (3S GmbH, Saarbrücken) besteht aus einem Gehäuse (6\*8,8\*2,54 mm, auch als PCSM bezeichnet), in dem eine mit Sorbens beschichtete Hotplate und ein miniaturisierter Gassensor integriert sind. Der Gassensor verfügt über vier Sensorschichten, deren Temperaturen je nach Bedarf angepasst werden können. Oberhalb des Präkonzentrators befindet sich eine schlitzförmige Öffnung (Siehe **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**).

Für diese Studie wurden zwei Aufbauten durch Herstellung von Gasgemischen verwendet (Siehe **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**). Der erste Aufbau nutzt einen statischen Headspace (engl.: Kopfraum) [7] oberhalb einer 50 mL Duran-Flasche, in deren Deckel der PCSM mit einer PTFE-Dichtung eingelassen ist. Dieser Aufbau wurde

für die Messungen verwendet, die mit 30 mL einer Mischung aus Ethanol und entionisiertem Wasser durchgeführt wurden.

Der zweite Aufbau nutzte einen konstanten Gasfluss durch eine 100-mL-Gaswaschflasche, in die die zu untersuchende Mischung eingebracht wurde (Furfural gelöst in Wasser für die HPLC). Der Auslass der Flasche wurde mit einer Sensorkammer angeschlossen, die das PCSM enthielt. Das ausgehende Gasgemisch strömt durch die Waschflasche in die Sensorkammer ins PCSM. Der Luftstrom wurde mit einem Mass Flow Controller (MFC) gesteuert und auf einem konstanten Durchfluss von 20 NmL/min gehalten.

Die verschiedenen untersuchten Lösungen sind in Tabelle 1 ersichtlich. Um die richtigen Anteile von Wasser und den Analyten zu bestimmen, wurde eine mit dem Aktivitätskoeffizienten modifizierte Raoult-Gleichung verwendet. Der Aktivitätskoeffizient wurde mittels UNIFAC-Modell berechnet, das im Python-Paket „Thermo“ enthalten ist [4], [8].

Gl. 2

$$y_A^P = x_A \gamma_A^P P_{A,sat}^0$$

Tabelle 1: Benutzte Serienverdünnungen

| Ethanol - Wasser       |                        |                |
|------------------------|------------------------|----------------|
| Ethanol                | Entionisiertes. Wasser | Analyt in Luft |
| 0 2 mL 70% Vol         | bis 20 mL              | ---            |
| 1 2 mL von 1           | bis 100 mL             | 300 ppm        |
| Furfural - HPLC Wasser |                        |                |
| Furfural               | HPLC-Wasser            | Analyt in Luft |
| 0 351,5 mg             | bis 100 mL             | ---            |
| 1 10 mL von 0          | bis 100 mL             | 10 ppm         |
| 2 10 mL von 1          | bis 100 mL             | 1 ppm          |
| 3 10 mL von 2          | bis 100 mL             | 100 ppb        |

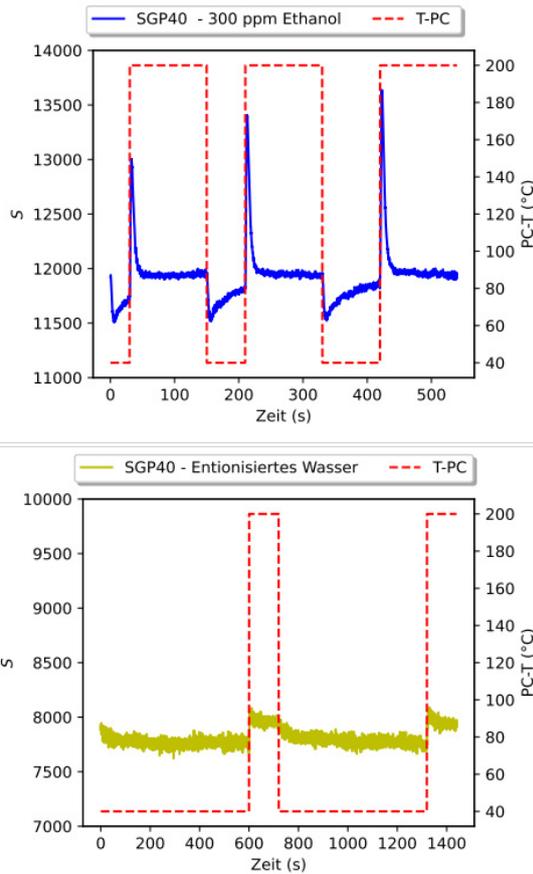


Abbildung 3: Vorverarbeitete Sensorsignale von Messungen mit Ethanol (oben) und entionisiertem Wasser (Unten)

Dabei sind  $y_A$  und  $x_A$  die Stoffmengenanteile des Analyten in der Gas- und Flüssigphase,  $P$  der Gesamtdruck des Systems,  $P_{A,sat}^\circ$  der Dampfdruck des Analyten in der flüssigen Phase als reine Substanz und  $\gamma_A$  der Aktivitätskoeffizient. Dieser Ansatz zur Berechnung der Gleichgewichtskonzentration wurde zuvor von Schultealet et al. beschrieben. [7], [9]

Mit Gl. 2 wurde dann ein iterativer Prozess (Newton-Raphson [10]) durchgeführt, um die notwendige Konzentration in der flüssigen Phase zu bestimmen, um einen Dampf mit gewünschter Konzentration zu erhalten.

Bei den Messungen wurde für die vier Sensorschichten eine konstante Temperatur von 300 °C verwendet, während der Präkonzentrator zwischen Temperaturen von 40 °C und 200 °C für den Adsorptions- bzw. Desorptionsmodus wechselte.

Im Laufe der Untersuchungen mit Ethanol/Wasser wurden, für die Adsorption Zeitspannen von 30 s, 60 s, 90 s, 120 s, 240 s und 360 s und für die Desorption 120 s verwendet. Bei den Furfural-Messungen wurden für die Adsorption Zeitspannen von

60 s, 120 s, 240 s und 480 s benutzt, während für die Desorption in allen Fällen 300 s betrug.

### Ergebnisse und Diskussion

Der in diesem Sensorsystem enthaltene Sensor gibt einen Rohwert in Ticks proportional zum Logarithmus des Widerstands des Sensor-materials aus [2]. Zur einfacheren Darstellung und Interpretation wird das vorverarbeitete Sensorsignal ( $S$ ) als Subtraktion des maximal möglichen Werts ( $R_{Max} = 65535$ ) minus den vom Sensor zurückgegebenen Rohwerts ( $R$ ) definiert (Gl. 3).

Gl. 3

$$S = R_{Max} - R$$

Abbildung 3 zeigt die vorverarbeiteten Sensorsignale der Headspace-Messungen mit der Mischung aus Ethanol und entionisiertem Wasser. Abbildung 3 unten zeigt die Ergebnisse bei der Blindmessung von entionisiertem Wasser. Die Werte weisen ein deutliches Rauschen in der Größenordnung von 100 Ticks auf. Es ist ebenfalls erwähnenswert, dass durch die Erhöhung der PC-Temperatur von 40 °C auf 200 °C (um die Desorption zu starten) das Sensorsignal einen kleinen Sprung zeigt. Dies kann durch einen thermischen „Cross-Talk“ zwischen dem Sensor (der bei konstanter Temperatur arbeitet) und dem PC begründet werden. Wenn der PC sich erwärmt, ist es möglich, dass sich auch der Sensor erwärmt und dadurch seine Leitfähigkeit modifiziert wird [3]. Ein weiterer Grund, der in Betracht gezogen wurde, ist die Interferenz, die Feuchtigkeit während der Adsorption verursachen kann, wenn sie teilweise von dem Sorbens adsorbiert wird [12].

Ähnlich verhält sich die Sensorantwort für den Analyten Ethanol (Abbildung 3, oben). Nachdem der PC in den Desorptionsmodus wechselte, zeigte sich ein relativ schmaler Desorptionspeak (Peakbreite in halber Höhe zwischen 5,9 s und 6,5 s), nach diesem Peak näherte das Signal sich langsam wieder einem stabilen Wert von zwischen 1062 und 1699 Ticks.

Da das Signal sehr deutlich oberhalb der Referenzmessung liegt, ist nachgewiesen, dass Ethanol in ausreichender Menge auf dem Präkonzentrator adsorbiert wird. Bei einem schnellen Anstieg der Chip-Temperatur tritt dementsprechend ein Signalpeak auf, da Ethanol offensichtlich in sehr kurzer Zeit freigesetzt wird und kurzfristig eine erhöhte Konzentration rund um den PC und den Sensor zu beobachten ist. Das desorbierte Ethanol

verlässt das PCSM, was durch die Abnahme von  $S$  ersichtlich ist.

Beim Zurückschalten in den Adsorptionsmodus (wenn die Temperatur des PC wieder auf 40 °C gesunken ist) ist zu erkennen, dass das vorverarbeitete Signal drastisch auf ein Minimum sprang und von dort aus langsam wieder zunahm. Auch hier ist die Signaländerung deutlich ausgeprägter als in der Referenzmessung und zeigt auch den charakteristischen Verlauf für die Adsorptionsphase. Direkt nach der Temperaturabnahme erfolgt eine starke Verringerung der Konzentration in der Umgebung des Präkonzentrators. Das Sensorsignal nimmt daher ab. Dass das Signal sich schließlich langsam erholt, deutet darauf hin, dass der PC in ein neues Gleichgewicht des Adsorptions-Desorptionsprozesses gelaufen ist.

Abbildung 4 zeigt einen Ausschnitt aus der Messung, in dem sich der Präkonzentrator in der Adsorptionsphase befindet (zwischen den Zeiten 330 s und 420 s). Die Form dieser Kurve deutet auf ein ähnliches Verhalten wie die Lade-Zyklen eines Kondensators [13] hin, das mit einer Gleichung wie der Folgenden beschrieben werden kann.

Gl. 4

$$y(t) = A * \left(1 - e^{-\frac{t-t_0}{\tau}}\right) + C$$

Dabei ist  $A$  der Gesamtwert der Änderung zwischen Start- und Endpunkt,  $t$  die Zeit,  $t_0$  die Anfangszeit,  $\tau$  die sogenannte Zeitkonstante (zu bestimmen) und  $C$  der Offset aus Ticks. Mit dem „Curve-Fit“-Tool des Python-Pakets *scipy* [14] wurde bestimmt, dass die Zeitkonstante für die Adsorption von Ethanol mit dem benutzten PC-MOS-Sensorsystem etwa 32,2 s beträgt, wenn die Konzentration um die 300 ppm liegt.

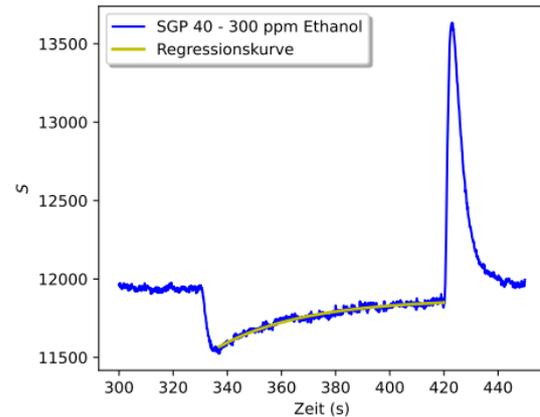


Abbildung 4: Regressionskurve von der Adsorptionsphase von Ethanol – 300 ppm (aus Abb. 3, oben)

Unter der Annahme, dass die exponentielle Abnahme erhalten bleibt, würden 95% der maximalen Adsorption nach  $3\tau = 96,6$  s erreicht. Die Berechnungen stimmen in guter Näherung mit den experimentell beobachteten Werten überein, da sich die Desorptionspeaks von Ethanol bei Adsorptionszeiten von 120 s, 240 s und 360 s im Vergleich zur Adsorption von 90 s nicht signifikant unterschieden haben. Die Zeitkonstante ( $\tau$ ) für einen Fit nach Gl. 4 ist ein guter Indikator für die Gesamtkinetik des Systems, mit dem im Besonderen die optimale Adsorptionszeit für ein Zielgas eingestellt werden kann. Auch wenn die Kinetik durch viele Faktoren beeinflusst werden kann (beispielsweise die Diffusionsgeschwindigkeit des Analyten in Luft, die Mikro- und Makrokinetik bei Adsorptionsprozessen, die Totvolumina im System im Allgemeinen und die Reaktion des Analyten mit der Sensoroberfläche), kann ein Fit mit einem einfachen Prozess erster Ordnung die Kinetik hinreichend gut beschreiben.

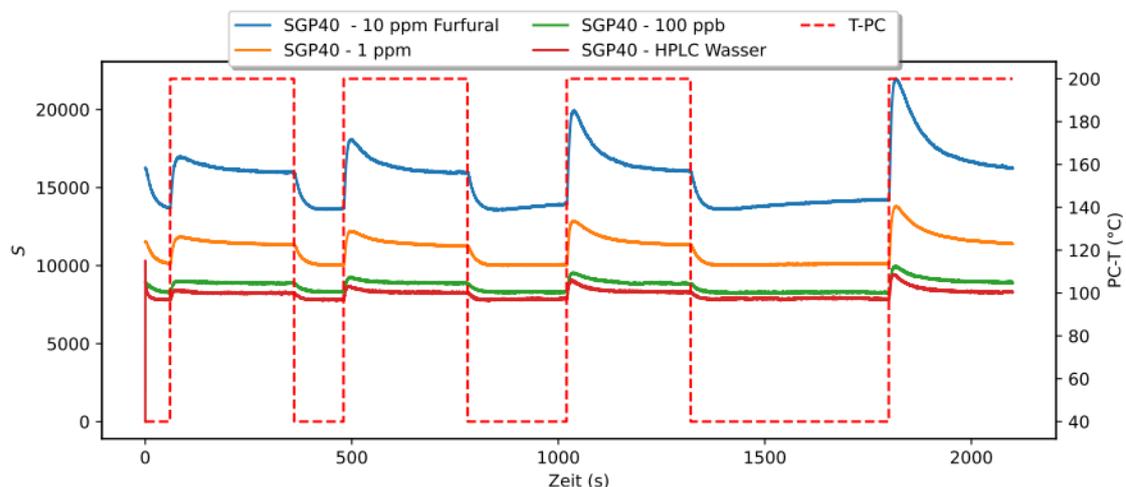


Abbildung 5: Vorverarbeitete Signale von Messungen mit Furfural und HPLC Wasser

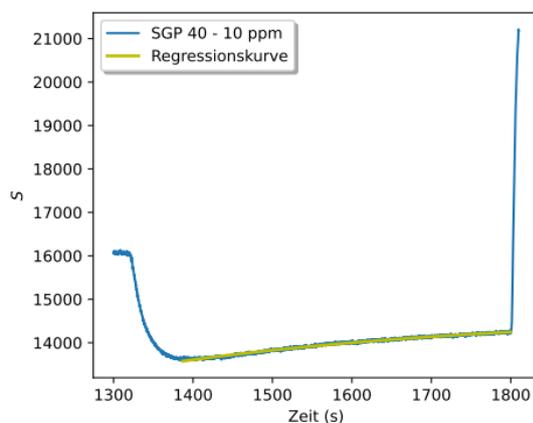
Die Ergebnisse der Messungen mit den Furfuralmischungen sind zusammengefasst in *Abbildung 5* zu sehen. Dort sind bereits einige Unterschiede zu den Ergebnissen mit Ethanol erkennbar. Erstens zeigte sich, dass die Adsorptionszeiten bei den Messungen mit Furfural viel länger als die mit Ethanol waren. Dies ist erwartbar, da Ethanol eine kleinere Molekülgröße und einen niedrigeren Siedepunkt und damit vermutlich auch einen geringeren Verteilungskoeffizient (Gl. 1) aufweist. Weiterhin ist der Desorptionsspeak viel breiter als der von Ethanol (Peakbreite in Halberhöhe zwischen 30 und 60 s). An dieser Stelle muss jedoch klargestellt werden, dass die Daten aufgrund der sehr unterschiedlichen Analytkonzentrationen (300 ppm Ethanol vs. 10 ppm Furfural) nur begrenzt vergleichbar sind.

Ähnlich der Ethanol-Daten zeigt *Abbildung 6* eine Vergrößerung der letzten Periode der Furfural-Desorption für die Konzentration von 10 ppm. Dort wurde die Regression der Gleichung für das Kondensatorlademodell erneut durchgeführt, um die Zeitkonstante  $\tau$  (Gl. 4) zu bestimmen. Diese Regression ergab einen Wert von 425,4 s für die Zeitkonstante (entspricht mehr als 7 min). Wenn das exponentielle Verhalten beibehalten wird, bedeutet dies, dass das Erreichen einer Sättigung des Sorbens von 95 % etwa  $3\tau = 21$  min dauert.

Um die Leistung der gewählten Adsorptions-Desorptions-Zyklen zu bewerten, wurde eine effektive Präkonzentration definiert. Dies geschieht durch Gl. 5.

Gl. 5

$$PC_{eff} = \frac{S_{Peak} - S_{Plateau}}{S_{Plateau}}$$



*Abbildung 6: Regressionskurve vom Adsorptionsphase von Furfural – 10 ppm (aus Abbildung 5, Blau)*

*Tabelle 2:  $PC_{eff}$  (Gl. 5) von den Furfural-Messungen (Adsorptionszeiten vs Konzentration von Furfural in der Luft)*

|       | 10 ppm | 1 ppm | 100 ppb | HPLC Wasser |
|-------|--------|-------|---------|-------------|
| 60 s  | 6,3%   | 4,6%  | 2,2%    | 2,7%        |
| 120 s | 13,5%  | 8,5%  | 5,2%    | 5,2%        |
| 240 s | 24,1%  | 13,5% | 7,8%    | 9,8%        |
| 480 s | 35,3%  | 21,2% | 12,0%   | 14,0%       |

Dabei ist  $PC_{eff}$  ein Prozentsatz, der die Änderung des vorverarbeiteten Sensorsignals bei der Durchführung der Desorption angibt.  $S_{Peak}$  ist der Wert bei Erreichen des Peaks.  $S_{Plateau}$  ist der Wert, bei dem sich das Signal nach Adsorption stabilisiert hat. Dieser Wert wurde für jede der Konzentrationen und Adsorptionszeiten berechnet, die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zu sehen. Diese  $PC_{eff}$  Werte weisen auf zwei Verhältnisse hin. Erstens: Je niedriger die Analytkonzentration, desto geringer ist die effektive Präkonzentration. Dies ist ein erwartetes Ergebnis, da aus Gl. 1, die zur Modellierung des Phasengleichgewichts mit stark verdünnten gelösten Stoffen verwendet wird, ersichtlich ist, dass bei einer niedrigeren Konzentration in der Luft die im Gleichgewicht erreichte Konzentration tendenziell proportional niedrig ist und daher weniger Analyt adsorbiert wird. Zweitens gilt: Je länger die Adsorptionszeiten, desto größer die effektive Präkonzentration und damit die Änderung des Sensorsignals (gleiches gilt für Messungen mit Ethanol).

In *Tabelle 2* schließlich zeigen die Ergebnisse für 100 ppb Furfural und HPLC-Wasser (Reinwasser), dass die effektiven Präkonzentrationen einander sehr ähnlich sind. Zwei mögliche Gründe hierfür sind, dass das Wasser eine verdünnte Verunreinigung aufwies, die versehentlich vom Sensorsystem gemessen wurde, oder dass die Nachweisgrenze des Sensorsystems für Furfural zwischen 100 ppb und 1 ppm liegt.

### Fazit und Ausblick

PC-MOS-Sensorsysteme (von 3S GmbH, Saarbrücken, Deutschland) wurden zur Analyse zweier flüchtiger organischer Substanzen (Ethanol und Furfural) in feuchter Luft eingesetzt. Hierzu wurden zwei unterschiedliche Messaufbauten verwendet, einer zur Durchführung von Headspace-Messungen einer Lösung aus entionisiertem Wasser und Ethanol, die eine Atmosphäre von etwa

300 ppm erzeugt, während der andere Aufbau zur Durchführung von Messungen von Nullluft verwendet wurde, die durch eine Gaswaschflasche mit einer Lösung aus Furfural und HPLC-Wasser strömte.

Die Ergebnisse zeigten sowohl für Ethanol als auch für Furfural, dass die Adsorptionszeiten mit der Peakgröße der Desorption korrelieren, was darauf hindeutet, dass bei höherer Konzentration des Analyten mehr Analyt durch den PC-Sorbens adsorbiert wurde. Bei den Messungen mit Furfural wurde auf die gleiche Weise festgestellt, dass die Sensorantwort bei der Desorption umso größer ist, je höher die Analytkonzentration in der Probe ist.

Die Messdaten wurden auch analysiert, indem eine Regression des Adsorptionsmodussignals durchgeführt wurde, um sie in ein exponentielles Modell einzubeziehen. Daraus ergibt sich die Zeitkonstante  $\tau$ , die eine Vorstellung von der allgemeinen Kinetik des Sensorsystems für die jeweiligen Messbedingungen gibt. Es gibt einen ersten Hinweis darauf, wann das Gleichgewicht des Adsorptionsprozesses erreicht sein wird. Für Ethanol zeigte sich, dass das PC-MOS-System bei 300 ppm unter den Betriebsbedingungen etwa 96,6 s benötigen würde, um die Oberfläche des Sorbens zu sättigen, während es für Furfural bei 10 ppm etwa 21 Minuten benötigen würde.

Die effektive Präkonzentration  $PC_{eff}$  wird auch verwendet, um die Ergebnisse mit den unterschiedlichen Konzentrationen von Furfural und den unterschiedlichen Adsorptionszeitpunkten zu analysieren. Das Sensorsystem zeigte praktisch keinen Unterschied in der effektiven Präkonzentration bei Messungen mit 100 ppb Furfural und solchen ohne Furfural. Hierzu werden zwei Hypothesen berücksichtigt: Die erste besagt, dass das HPLC-Wasser eine gewisse Verunreinigung aufwies, die sich anschließend auf die Messung auswirkte. Die zweite Hypothese geht von einer Nachweisgrenze des Sensorsystems für Furfural bei den gewählten Betriebsbedingungen zwischen 100 ppb und 1 ppm aus.

Das PC-MOS-Sensorsystem eröffnet eine Reihe neuer Möglichkeiten der Gasanalyse. In einem nächsten Schritt sollen verschiedene weitere Analyten und die Auswirkungen unterschiedlicher Temperaturen auf die Adsorptions-Desorptions-Zyklen und auf den Sensor, insbesondere auf die Selektivität und Empfindlichkeit des Gesamtsystems, untersucht werden.

## Danksagung

Diese Forschung wurde im Rahmen des Projekts „Campus der Sinne“ des Bayerischen Staatsministeriums für Wirtschaft durchgeführt und gefördert.

## Literaturverzeichnis

- [1] R. G. Buttery, R. Teranishi, L. C. Ling, and J. G. Turnbaugh, "Quantitative and sensory studies on tomato paste volatiles," *J. Agric. Food Chem.*, vol. 38, no. 1, pp. 336–340, Jan. 1990, doi: 10.1021/jf00091a074.
- [2] S. AG, "SGP40-VOC sensor for indoor air quality applications," Sensirion AG. Accessed: Apr. 16, 2024. [Online]. Available: <https://sensirion.com/products/catalog/SGP40/>
- [3] M. Leidinger, M. Rieger, T. Sauerwald, C. Alépée, and A. Schütze, "Integrated pre-concentrator gas sensor microsystem for ppb level benzene detection," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 236, pp. 988–996, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.snb.2016.04.064.
- [4] "Thermo: Thermodynamics and Phase Equilibrium component of Chemical Engineering Design Library (ChEDL) — Thermo 0.2.27 documentation." Accessed: Apr. 07, 2024. [Online]. Available: <https://thermo.readthedocs.io/index.html>
- [5] K. A. Anderson and W. E. Hillwalker, "Bioavailability," in *Encyclopedia of Ecology*, S. E. Jørgensen and B. D. Fath, Eds., Oxford: Academic Press, 2008, pp. 348–357. doi: 10.1016/B978-008045405-4.00375-X.
- [6] P. M. Schlosser, B. A. Asgharian, and M. Medinsky, "1.04 - Inhalation Exposure and Absorption of Toxicants," in *Comprehensive Toxicology (Second Edition)*, C. A. McQueen, Ed., Oxford: Elsevier, 2010, pp. 75–109. doi: 10.1016/B978-0-08-046884-6.00104-4.
- [7] C. Schultealbert, T. Baur, A. Schütze, S. Böttcher, and T. Sauerwald, "A novel approach towards calibrated measurement of trace gases using metal oxide semiconductor sensors," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 239, pp. 390–396, Feb. 2017, doi: 10.1016/j.snb.2016.08.002.
- [8] A. Fredenslund, R. L. Jones, and J. M. Prausnitz, "Group-contribution estimation of activity coefficients in nonideal liquid mixtures," *AIChE Journal*, vol. 21, no. 6, pp. 1086–1099, 1975, doi: 10.1002/aic.690210607.

- [9] C. Schultealbert, A. Schütze, S. Böttcher, and T. Sauerwald, "P1.2 - Ansätze für die Kalibrierung und die quantitative Messung mit Halbleitersensoren im sub-ppm Bereich," *Tagungsband*, pp. 106–110, Dec. 2015, doi: 10.5162/12dss2015/P1.2.
- [10] S. J. Garrett, "Chapter 13 - Introductory Numerical Methods," in *Introduction to Actuarial and Financial Mathematical Methods*, S. J. Garrett, Ed., San Diego: Academic Press, 2015, pp. 411–463. doi: 10.1016/B978-0-12-800156-1.00013-3.
- [11] S. Gomri, J.-L. Seguin, J. Guerin, and K. Aguir, "Adsorption-desorption noise in gas sensors: Modelling using Langmuir and Wolkenstein models for adsorption," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 114, no. 1, pp. 451–459, Mar. 2006, doi: 10.1016/j.snb.2005.05.033.
- [12] S. S. H. Ho *et al.*, "Influences of relative humidities and temperatures on the collection of C2-C5 aliphatic hydrocarbons with multi-bed (Tenax TA, Carbograph 1TD, Carboxen 1003) sorbent tube method," *Atmospheric Environment*, vol. 151, pp. 45–51, Feb. 2017, doi: 10.1016/j.atmosenv.2016.12.007.
- [13] W. M. Middleton and M. E. Van Valkenburg, Eds., "6 - Fundamentals of Networks," in *Reference Data for Engineers (Ninth Edition)*, Woburn: Newnes, 2002, pp. 6–1. doi: 10.1016/B978-075067291-7/50008-X.
- [14] "SciPy -." Accessed: Apr. 12, 2024. [Online]. Available: <https://scipy.org/>
- [15] X. Liu, H. Zhu, W. Wu, D. Lin, and K. Yang, "Role of molecular size of volatile organic compounds on their adsorption by KOH-activated micro-mesoporous carbon," *Journal of Hazardous Materials*, vol. 424, p. 127355, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.jhazmat.2021.127355.
- [16] S. Scholl, H. Kajszyka, and A. Mersmann, "Adsorption and desorption kinetics in activated carbon," *Gas Separation & Purification*, vol. 7, no. 4, pp. 207–212, Jan. 1993, doi: 10.1016/0950-4214(93)80019-S.

# Probennahmeverrichtung zur Kontaminantenüberwachung im Polyolefinrecycling

*Wolfgang Reimringer<sup>1</sup>, Helen Haug<sup>2,3</sup>, Lukas Seifert<sup>4</sup>, Tilman Sauerwald<sup>2,5</sup>*

<sup>1</sup>Universität des Saarlandes, Lehrstuhl für Messtechnik, 66123 Saarbrücken

<sup>2</sup>Fraunhofer IVV, Abteilung Sensorische Analytik & Technologien, 85354 Freising

<sup>3</sup>FAU Erlangen-Nürnberg, Lehrstuhl für Aroma- und Geruchsforschung, 91054 Erlangen

<sup>4</sup>RWTH Aachen, Institut für Kunststoffverarbeitung, 52074 Aachen

<sup>5</sup>Universität des Saarlandes, Fachrichtung Systems Engineering, 66123 Saarbrücken

w.reimringer@lmt.uni-saarland.de

## Zusammenfassung

Der vorliegende Beitrag befasst sich mit einer Möglichkeit, den Materialstrom im Recycling von Polyolefinen fortlaufend zu überwachen, um gut klassifizierte, homogene Teilchargen zu erhalten. Da Zusammensetzung und Verunreinigungen am festen Material nicht zugänglich sind, wurde zunächst eine Probennahmestrategie entwickelt, die am Compoundier-Prozess ansetzt, wo die Gasphase aus der Schmelze extrahiert werden kann. Mithilfe einer ersten Probennahmeapparatur wurden an der Abluft eines mit Polypropylen-Rezyklat beschickten Compounding-Extruders Kondensat- und Adsorbatproben für die Laboruntersuchung gewonnen. Die Kondensatproben wurden gravimetrisch und mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie/Olfaktometrie (GC-MS/O) untersucht. Mittels softwaregestützter Auswertung wurden Substanzvorschläge für flüchtige Komponenten ermittelt und bei der olfaktorischen Messung bis zu 52 Geruchseindrücke protokolliert. Dabei konnte gezeigt werden, dass für die Proben dahingehend von einer anwendungstypischen Zusammensetzung auszugehen ist, wie sie für die herkömmlichen Stichprobennahme am Produkt beschrieben ist. Das stellt die Grundlage dar, um in der weiteren Arbeit eine automatisierte Online-Überwachung des Materials zu realisieren.

**Keywords:** Probennahme, Recycling, Kunststoff, Störstoffe, Gasmestechnik

## Anwendungshintergrund

Die Erhöhung des Recycling-Anteils bei Kunststoffverpackungen ist ein wichtiges Anliegen der nachhaltigen Entwicklung, das in der nationalen und europäischen Gesetzgebung verankert wurde. In einer aktuellen Förderinitiative des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) liegt das Augenmerk besonders auf Polyolefinen wie Polypropylen (PP) und Polyethylen (PE). Diese hochwertigen Kunststoffe werden in kritischen Anwendungen wie Pharma-, Kosmetik- und Lebensmittelverpackungen eingesetzt. Die hohen Qualitätsanforderungen dieser Anwendungen können derzeit mit Rezyklaten nicht erfüllt werden, da das gesammelte und aufbereitete Material nicht im gleichen Maße wie Neuprodukte vorhersehbare Eigenschaften aufweist und zudem mit vielfältigen Störstoffen aus dem bisherigen Lebenszyklus belastet ist, die durch Stichprobenuntersuchungen nicht ausreichend charakterisiert werden können.

Der vorliegende Beitrag zeigt den aktuellen Stand der Entwicklung einer Schnellmethode zur In-situ-Messung solcher Störstoffe. Damit sollen diese im Prozess online überwacht werden, um in Echtzeit Gegenmaßnahmen zu ergreifen, beispielsweise das Ausschleusen kontaminierter Materialabschnitte.

Die im Folgenden aufgeführten Inhalte zur Apparatur sowie die Ergebnisse wurden von uns kurz vor dieser Tagung auch im internationalen Rahmen vorgestellt [1].

## Probennahmeverrichtung

Als am besten geeigneter Verfahrensschritt zur Detektion von Fremdstoffen im Material erscheint das Re-Compoundieren des Recycling-Granulates: Hierbei wird der Kunststoff in einem kontinuierlichen Prozess thermisch und mechanisch bearbeitet, teilweise unter Beimengung von Zuschlagsstoffen. Flüchtige Bestandteile werden durch einen Entgasungsanschluss aus der Schmelze abgezogen. Im Vergleich zu anderen Stellen

der Verarbeitungskette erleichtern die Prozessbedingungen und das angelegte Vakuum wesentlich den Übertritt enthaltener Stoffe in die Gasphase und ermöglichen den Einsatz schneller Spurengasanalytik.

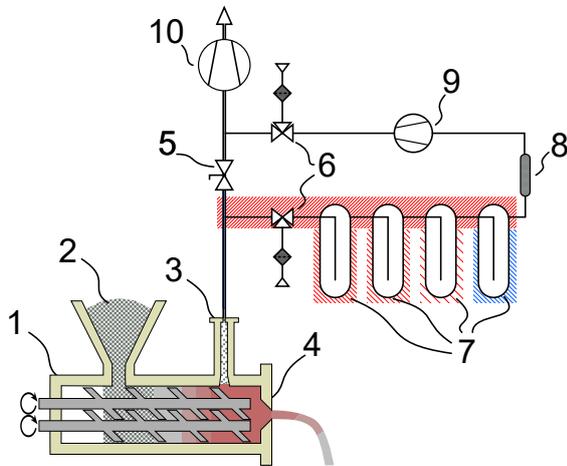


Abb. 1: Schematischer Aufbau des Probennahme-Systems nach [1]. Der Compoundierer (1) verarbeitet rezykliertes PP aus Zuführung (2), das Produkt wird aus der Extrusionsdüse (4) ausgegeben. Der Prozess wird über den Entgasungsanschluss (3) mittels einer Hochleistungs-Vakuumpumpe entgast (10). Die Probennahmeapparatur ist mit 2/3-Wege-Ventilen (6) und an die Entgasung angeschlossen. Der Gastransport erfolgt durch die Membranpumpe (9) im Bypass-Modus bzw. durch die Entgasungspumpe (10) bei geschlossenem Schmetterlingsventil (5) im Inline-Modus. Kühlfallen (7) sammeln Kondensate, flüchtige Komponenten werden auf Thermodesorptionsröhrchen (8) festgehalten.

Die im Compoundier-Prozess herrschende Temperatur (ca. 200 °C) und der an der Vakuumentgasung angelegte Druck (ca. 70 mbar absolut) erlauben keine direkte Messung am Entgasungsport, sondern erfordern eine Überführung der Gasphase nach SATP-Bedingungen (*standard atmospheric temperature and pressure*: 25 °C, 1013 mbar). Dabei kondensieren einige Fraktionen aus und liegen als Flüssigkeit vor, flüchtigere Substanzen können adsorbiert bzw. durch Kühlung gezielt auskondensiert und später freigesetzt werden.

Zur Untersuchung dieser Überführung wurde die in Abbildung 1 gezeigte Apparatur konstruiert. Sie ist für die Qualifikation und Methodenentwicklung mit vier Kühlfallen

absteigender Temperatur sowie einer Einschaltmöglichkeit für ein Thermodesorptionsröhrchen ausgestattet. Die Probennahme kann im Nebenstrom (bypass) oder im Hauptstrom (inline) der Entgasung erfolgen. Heizung und Kühlung werden auf frei einstellbare Sollwerte geregelt, mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,5$  K.

Zur Realisierung der Kühlfallen wurde eine Technik umgesetzt, die den Vorteil von inerten Glasoberflächen mit einer Temperierung ohne Flüssigkeitsbäder verbindet. Dazu wurden die Kühlfallenunterteile in temperierte Aluminiumblöcke eingebettet. Diese sind längs geteilt und können zum Wechsel der Kühlfallenunterteile geöffnet werden. Als Wärmekopplungsmedium dienen „Thermal Gap Filler“ (TGF) genannte Matten aus keramikgefülltem Silikon, die gewöhnlich in der Entwärmung von Leistungselektronik zum Einsatz kommen [2].

Eine Bypass-Probennahme parallel zum Hauptstrom ist wünschenswert, um den Prozess der Vakuumentgasung nicht durch Restriktionen oder Umschaltvorgänge zu stören. Die Bypass-Probennahme wird durch das den niedrigen Druck am Entgasungsanschluss erschwert, da die Pumpe in der Lage sein muss, die vorhandenen Gasteilchen wirksam zu transportieren. Die eingesetzte Doppelmembranpumpe (Thomas 8311ZVR, Metzger Technik, Vaihingen/Enz) ist mit 40 L<sub>N</sub>/min bei Normaldruck spezifiziert, davon verbleiben beim erwarteten Druck von 70 mbar<sub>abs</sub> in der Entgasungsleitung etwa 500 – 1000 mL<sub>N</sub>/min ohne Berücksichtigung von Restriktionen.

### Versuchsdurchführung

Die Apparatur wurde im Compoundierlabor an einen Doppelschneckenextruder (ZSK 26 Mc, Coperion GmbH, Stuttgart) angebaut und in einer Versuchsreihe mit rezykliertem PP wurden mehrere Sätze Kondensatproben und TD-Röhrchen genommen. Die Prozesstemperatur war bei 200 °C, ebenso die Überleitung zwischen den Kühlfallen, die bei 120, 80, 30 und 0 °C betrieben wurden.

Der in Tabelle 1 zusammengefasste Versuchsplan berücksichtigt alle vorgesehenen Konfigurationen des Probennahmesystems: Versuche 1 und 2 wurden mit der Membranpumpe im Nebenstrom durchgeführt, aufgrund der Druckverhältnisse wurde dabei einmal ohne und einmal mit einem Adsorptionsröhrchen beprobt. Bei den Versuchen 3 und 4 im Hauptstrom wurden je Versuch drei Adsorptionsröhrchen beaufschlagt, sowohl mit Tenax- als auch mit Carboxen-Füllung. Für Versuch 4 wurde das Granulat testweise 4 h mit 80 °C heißer Luft vorgetrocknet.

Bei der Probenahme im Nebenstrom (Versuche 1 und 2) war das Schmetterlingsventil durchgehend geöffnet, die 2/3-Wege-Ventile wurden genutzt, um den Probennahmepfad an die Entgasung an- und abzukoppeln. Für die Belüftung beim Wechsel der Kühlfallenunterteile wurde die Umgebungsluft durch Aktivkohlefilter geleitet, um Kontamination aus der Umgebungsluft im Technikum zu vermeiden. Bei der Probennahme im Hauptstrom wurde nach Wechsel von Kühlfallen oder TD-Röhrchen zunächst die Verbindung mittels der 2/3-Wege-Ventile hergestellt und anschließend das Schmetterlingsventil geschlossen, am Versuchsende in umgekehrter Reihenfolge. Das simuliert eine mögliche Umsetzung in der späteren Online-Messung, bei der stets ein Entgasungsstrom gewährleistet ist. Der Gasstrom wurde bei der Hauptstrom-Probennahme an der Membranpumpe vorbeigeleitet.

Für alle Versuche wurde PP-Granulat aus Post-Consumer Rezyklat (PP 0515 SPV, RE Plano GmbH, Lünen) verwendet, bei einem Durchsatz von 5 kg/h, einer Prozess Temperatur von 200 °C und einer Drehzahl von 200 min<sup>-1</sup>.

Tab. 1: Probennahmeläufe am Compoundierer

| Nr. | Dauer | Konfiguration  | Material       |
|-----|-------|--|----------------|
| 1   | 2 h   | Bypass, ohne TD-Röhrchen                                     | PP             |
| 2   | 2 h   | Bypass, mit TD-Röhrchen (Tenax 2 h)                          | PP             |
| 3   | 1,5 h | Inline, mit TD-Röhrchen (Tenax – Carboxen – Tenax, je 0,5 h) | PP             |
| 4   | 1,5 h |  | PP, getrocknet |

In den Versuchen wurde beobachtet, dass der Ausgang des Entgasungsdoms am Compoundierer mit 37 °C eine weit niedrigere Temperatur aufwies als der Prozess selbst. Deshalb wurden erkennbare Kondensate nur den Kühlfallen mit 30 °C und 0 °C Betriebstemperatur aufgefangen.

### Analyse

Zunächst wurden die Kondensatproben gravimetrisch untersucht, siehe Tabelle 2. Dabei ist einerseits festzustellen, dass lediglich die Masse des Kondensats in der vierten Kühlfalle die Genauigkeit der verwendeten Waage von 10 mg übersteigt. Andererseits kam

in Versuch 2 offenbar der Massestrom durch den Strömungswiderstand des Adsorptionsröhrchens zum Erliegen, so dass diese Konfiguration für die weitere Entwicklung ausgeschlossen werden muss.

Tab. 2: Massezunahme der Kühlfallen 3 und 4 nach Versuchen

| Nr. | Kühlfalle | Differenz / g |
|-----|-----------|---------------|
| 1   | 3 (30 °C) | 0,008         |
|     | 4 (0 °C)  | 0,043         |
| 2   | 3 (30 °C) | 0,014         |
|     | 4 (0 °C)  | 0,006         |
| 3   | 3 (30 °C) | 0,008         |
|     | 4 (0 °C)  | 1,272         |
| 4   | 3 (30 °C) | 0,006         |
|     | 4 (0 °C)  | 0,839         |

Beim Vergleich von Versuch 3 und 4 zeigt sich eine deutlich reduzierte Kondensatmenge beim getrockneten Granulat. Je vier Teilproben dieser Kondensate wurden mittels Karl-Fischer-Titration untersucht; dabei ergab sich für die Probe aus Versuch 4 sogar ein höherer Wassergehalt (79,7 %) als bei Versuch 3 (75,6 %). Dies weist darauf hin, dass der angewendete Trocknungsprozess auch geeignet ist, andere Substanzen aus dem Granulat auszutreiben.

Für die weitere Analyse wurde, wie in [1] beschrieben, aus den Kondensaten ein Lösemittel-extrakt in Dichlormethan hergestellt, destilliert, aufkonzentriert und zur Lagerung auf –18 °C tiefgekühlt. Teilmengen der so vorbereiteten Destillate wurden via Autosampler in ein Gaschromatograph-Massenspektrometer mit Olfaktometrie-Port (GC-MS/O) injiziert. Die Beurteilung am Olfaktometrieport wurde von zwei geschulten Panelist:innen durchgeführt. Zur Software-basierten Auswertung der GC-MS-Daten mittels AMDIS wurde eine interne Datenbank verwendet, die im Wesentlichen flüchtige und geruchsaktive Stoffe umfasst; eine Zuordnung wurde auf Retentionsindizes  $\pm 30$  und Matchfaktoren  $\geq 70$  beschränkt.

Tabelle 3 listet mögliche Stoffe aus der Analyse auf: Dabei wurden Retentionsindizes und Massenspektrometriedaten mit der internen Datenbank ausgewertet ohne direkte Rückführung auf einen Referenzstandard. Somit liegt eine vorbehaltliche und keine eindeutige Identifizierung der flüchtigen Komponenten vor.

Trotz der niedrigen Temperatur am Probennahmepunkt wiesen die Kondensate und die daraus aufbereiteten Proben den typischen Geruchseindruck des Rezyklats auf. Bis zu 52 Geruchseindrücke je Probe wurden

am Olfaktometrieprotokoll notiert und sind dabei vergleichbar mit den Literaturangaben [3], [4], [5] für PP- und andere Polyolefin-Rezyklate. Eine systematische Auswertung kann im Nachgang erfolgen.

Die Software-Auswertung der GC-MS Daten weist dazu passend auf typische Geruchsstoffe in der Probe hin (z. B. Buttersäure). Auch Störstoffe wie Xylol, die weniger wegen ihres Geruchs als wegen potenzieller Gesundheitsgefahren von Interesse sind, erscheinen in der Auswertung.

Tab. 3: Mittels Softwareauswertung und Datenbankabgleich erhaltene Substanzvorschläge aus der GC-MS-Analyse des Destillats aus Versuch 4

| Nr. | Retentionszeit / min | Substanzvorschlag    |
|-----|----------------------|----------------------|
| 1   | 5.84                 | 2,3-Pentandion       |
| 2   | 7.00                 | 1-Butanol            |
| 3   | 7.10                 | p/m-Xylol            |
| 4   | 7.73                 | 2-Heptanon           |
| 5   | 8.77                 | 1-Pentanol           |
| 6*  | 12.06                | Essigsäure           |
| 7*  | 14.90                | Buttersäure          |
| 8*  | 16.43                | Pentansäure          |
| 9*  | 17.94                | Hexansäure           |
| 10  | 18.42                | 1-Undecanol          |
| 11  | 19.04                | $\gamma$ -Octalacton |
| 12* | 19.31                | 5-Butyloxolan-2-on   |
| 13* | 20.68                | Heptansäure          |
| 14* | 23.16                | Octansäure           |
| 15  | 23.59                | Decansäure           |

\*Substanzvorschlag mit kleinerer Peak-Fläche im Vergleich zur Probe im Blindwert-Chromatogramm enthalten

## Ergebnisse und Ausblick

Mittels der Laboruntersuchungen an GC-MS/O konnte die Probennahmetechnik erfolgreich für die Extraktion relevanter Störstoffe aus der Prozessatmosphäre demonstriert werden. Das liefert die Grundlage für die Weiterentwicklung der modular entworfenen Apparatur zur Anbindung einer Gasmesseinrichtung. Konkret ist der Anschluss eines Sensor-GC-Systems vorgesehen, für das vielversprechende Vorarbeiten existieren [6], [7]. Dazu sollen Techniken und Materialien erprobt werden, um durch selektiven Proben transfer eine dauerhaft ablaufende Messung zu ermöglichen. Gleichzeitig müssen die Abläufe schnell genug sein für eine eng getaktete Überwachung des Materialstroms. Neben der physikalisch begrenzten Verkürzung von Messzeiten wird eine Parallelisierung kritischer Komponenten untersucht. Wenig aussichtsreich erscheint aufgrund der Ergebnisse eine Bypass-

Konstruktion zur Probennahme. Interessant für weitere Untersuchungen kann hingegen der Einfluss der Granulattrocknung auf den Störstoffgehalt sein.

## Förderhinweis

Die hier vorgestellten Arbeiten wurden im Rahmen des Innovationslabors KIOptiPack vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) unter Förderkennzeichen 033KI116 gefördert.

## Literaturnachweis

- [1] W. Reimringer, H. Haug, L. Seifert, T. Sauerwald, "Sampling apparatus for the process monitoring of contaminants in polyolefin recycling", *International Instrumentation and Measurement Technology Conference*, (2024); zur Veröffentlichung angenommen
- [2] W. Reimringer, C. Bur, T. Sauerwald, "Modular setup for temperature-controlled sampling of analytes using glassware with non-liquid thermal coupling", *Journal of Sensors and Sensor Systems*; eingereicht
- [3] K.S. Prado, M. Strangl, S.R. Pereira, A.R. Tiboni, E. Ortner, M.A.S. Spinacé, A. Buettner, "Odor characterization of post-consumer and recycled automotive polypropylene by different sensory evaluation methods and instrumental analysis", *Waste Management* 115, 36–46 (2020); doi: 10.1016/j.wasman.2020.07.021
- [4] M. Strangl, E. Ortner, T. Fell, T. Ginzinger, A. Buettner, "Odor characterization along the recycling process of post-consumer plastic film fractions", *Journal of Cleaner Production* 260, 121104 (2020); doi: 10.1016/j.jclepro.2020.121104
- [5] M. Strangl, M. Schlummer, A. Maeurer, A. Buettner, "Comparison of the odorant composition of post-consumer high-density polyethylene waste with corresponding recycled and virgin pellets by combined instrumental and sensory analysis", *Journal of Cleaner Production* 181, 599–607 (2018); doi: 10.1016/j.jclepro.2018.01.137
- [6] S. Zampolli, I. Elmi, G.C. Cardinali, L. Masini, A. Zani, M. Severi, P. Betti, E. Dalcanale, "A palm-sized gas-chromatographic system for sub-ppb VOC detection in air quality monitoring applications", *2006 IEEE SENSORS*, 1163–1166 (2006); doi: 10.1109/ICSENS.2007.355837
- [7] O. Brieger, J. Joppich, C. Schultealbert, T. Baur, C. Bur, A. Schütze, "Microstructured MOS Gas Sensor as GC detector", *2022 IEEE International Symposium on Olfaction and Electronic Nose (ISOEN)*, 1–2 (2022); doi: 10.1109/ISOEN54820.2022.9789597

# Hochtemperatur-Wärmeleitfähigkeitssensor für die Wasserstoffüberwachung in rauen Umgebungen

*Benedikt Bierer<sup>1,\*</sup>, Laura Engel<sup>1,2</sup>, Andre Eberhardt<sup>1</sup>, Yvonne Hespos<sup>1</sup>, Andreas Kürzinger<sup>1</sup>, Jürgen Wöllenstein<sup>1,2</sup>*

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

<sup>2</sup> Institut für Mikrosystemtechnik – IMTEK, Professur für Gassensoren, Universität Freiburg, Georges-Köhler-Allee 102, 79110 Freiburg im Breisgau, Deutschland

\* benedikt.bierer@ipm.fraunhofer.de, Tel.-Nr.: 0761 8857-263

## Zusammenfassung

Die Bestimmung der Wasserstoffkonzentration spielt in vielen Bereichen eine wichtige Rolle, da sie als Indikator neben der Erfassung von möglichen Leckagen bei der Erzeugung oder Speicherung auch zur Überwachung von potentiell unvollständiger Verbrennung des Gases dienen kann. Stand der Technik ist es die Wärmeleitfähigkeit als Sensorgröße zu verwenden, da diese in reinem Wasserstoff ( $H_2$ ) um den Faktor 7 höher ist als in Luft. Üblicherweise wird die Wärmeleitfähigkeit mit Sensoren in Silizium-MEMS-Bauweise detektiert, wobei der Vorteil in der geringen Baugröße und der niedrigen Energieaufnahme der Sensoren liegt. Allerdings können MEMS-Sensoren nicht unter rauen Umgebungsbedingungen wie z. B. Abgasen eingesetzt werden, da sich die Halbleitereigenschaften oberhalb einer Temperatur von  $100\text{ }^\circ\text{C}$  zunehmend verschlechtern. In der vorliegenden Arbeit werden keramische Wärmeleitfähigkeitssensoren zum Nachweis von  $H_2$  beschrieben und evaluiert. Der Vorteile dieser Technologie sind die hohen Betriebstemperaturen von  $> 500\text{ }^\circ\text{C}$  und eine Auflösung von  $< 100\text{ ppm } H_2$ .

**Keywords:** Wasserstoff, Wärmeleitfähigkeit, Sensorkonzept, Siebdruck

## Motivation & Einführung

Wasserstoff als ein wichtiger Energieträger der Zukunft ermöglicht die Verdrängung von fossilen Energieträgern aus dem Energiemix, was gleichbedeutend mit einer Reduzierung des  $CO_2$ -Ausstoßes ist. Die Überwachung der Wasserstoffkonzentration spielt bei der Leckageerkennung, sowie bei der Prozessüberwachung eine wichtige Rolle. Wasserstoff ( $H_2$ ) besitzt eine untere Explosionsgrenze von 4 vol.-% und eine sehr geringe Zündenergie (0,019 mJ). Die Zündenergie von Methan (0,28 mJ) liegt im Vergleich um den Faktor 14 höher. Stand der Technik sind Wärmeleitfähigkeitssensoren, die in Silizium-MEMS-Bauweise gefertigt werden. Durch die kleine Bauform genügt eine geringe Menge an Energie, um den Sensor auf eine Temperaturdifferenz von 30-50 K zur Umgebung zu heizen. Da Wasserstoff eine um bis zum Faktor 7 höhere Wärmeleitfähigkeit als Luft besitzt, muss der Sensor bei Gasbeaufschlagung eine höhere Energiemenge aufnehmen, um seine eingestellte und geregelte Solltemperatur zu halten. Diese zum Wasserstoffgehalt in der Gasmatrix proportionale Änderung kann als Sensorsignal ausgewertet werden. Aus

physikalischer Sicht ist es vorteilhaft Wasserstoff bei noch höheren Temperaturen zu messen, da die Differenz des Messsignals von Wasserstoff zu Luft mit der Temperatur steigt (Abb. 1).

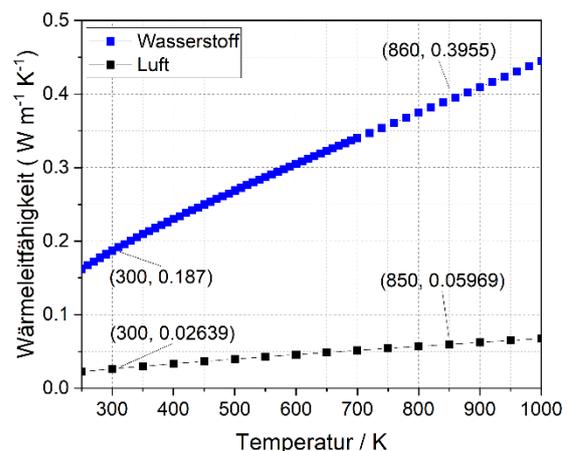


Abb. 1: Wärmeleitfähigkeit von Wasserstoff und Luft zwischen 250 und 1000 K [entnommen aus 1,2].

Erhöhte Temperaturen von über 300 °C (575 K) werden in Abgasen erreicht, allerdings können MEMS-Sensoren dort nicht direkt eingesetzt werden, da die Siliziumtechnik für den Einsatz bei diesen Temperaturen nicht geeignet ist. Nachfolgend wird ein keramikbasierter Wärmeleitfähigkeitssensor vorgestellt, der für die rauen Umgebungsbedingungen in Abgasen geeignet ist und gleichzeitig eine hohe Sensitivität von < 100 ppm H<sub>2</sub> ermöglicht.

### Physikalische Grundlagen der Sensorfunktion

Messungen der Wärmeleitfähigkeit von Gasen wurden schon im späten 19. Jahrhundert von A. Schleiermacher durchgeführt [3]. Die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  eines Gases wird durch den Wärmestrom  $Q$  (Energieübertragung pro Zeiteinheit) bezogen auf ein Flächenelement  $A$  über den Temperaturgradienten definiert. Dies wird vom Fouriersche Gesetz beschrieben:

$$\frac{dQ}{dt} = \lambda * grad T * dA$$

Die physikalische Einheit von  $\lambda$  ist  $W m^{-1} K^{-1}$ . Für die gezeigte Sensorconfiguration kann eine stationäre Wärmeleitung angenommen werden, so dass der Prozess folgendermaßen für den vereinfachten Fall eines festen Körpers mit zwei parallelen Wandflächen beschrieben werden kann:

$$\dot{Q} = \lambda * \frac{A}{s} * (T_1 - T_2)$$

Hierbei liegt die Sensortemperatur  $T_1$  höher als die Umgebungstemperatur  $T_2$ .

Da der Sensor bei Temperaturen im Bereich zwischen 300-400 °C betrieben werden soll, sind zudem die Beiträge weiterer Wärmeübertragungsmechanismen zu betrachten. Zusätzlich zur Wärmeleitung (Konduktion) addieren sich Strahlung und Konvektion zur Summe des gesamten Wärmeübertrags. Dies lässt sich wie folgt beschreiben [4]:

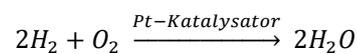
$$\sum \dot{Q}_{ges} = \dot{Q}_{Konduktion} + \dot{Q}_{Strahlung} + \dot{Q}_{Konvektion}$$

Wie im weiteren Verlauf dieser Arbeit gezeigt, ändert sich die Sensortemperatur durch die verschiedenen Wasserstoffkonzentrationen nur um wenige Kelvin, so dass die Strahlung und die Konvektion als konstant angesehen werden können. Dadurch ergibt sich ein linearer Zusammenhang zwischen eingestellter Wasserstoffkonzentration und Sensorantwort.

### Sensordesign

Für den Einsatz der Sensoren unter rauen Umgebungsbedingungen werden keramische

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sensorsubstrate eingesetzt. Die Heizmetallisierung wird per Siebdruck aufgebracht. Siebdruck bietet den Vorteil in einem Prozessschritt eine Vielzahl von Sensoren herzustellen. Als Substrat wurde ein 4-Zoll Keramikwafer aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Kerafol Keral 96) verwendet. Das Heizelement besteht aus Platin und ist durch eine zusätzliche Passivierungsschicht aus Glas (SiO<sub>2</sub>) gegenüber Umwelteinflüssen geschützt. Die Passivierung ist für den Betrieb der Sensoren essentiell nötig, da Platin ein Katalysator für die Umsetzung von H<sub>2</sub> ist. Ohne die Deckschicht reagiert der Wasserstoff an der offenliegenden Platinschicht mit dem in der Luft vorhandenen Sauerstoff, wie in folgender Gleichung beschrieben zu Wasser.



Diese exotherme Reaktion wirkt dem Sensorprinzip der Wärmeleitfähigkeit entgegen, so dass keine Aussage über die Wasserstoffkonzentration getroffen werden kann, bis dieser Reaktionsmechanismus am Platin unterdrückt wird. Dies geschieht über eine homogene isolierende Deckschicht auf der Sensoroberfläche. Der Sensorchip wird für die Evaluation im Labor freischwebend in einen TO-39-Sockel aufgehängt (Abb. 3). Die Sensorgeometrie wurde auf eine Größe von 2,5 x 2,5 mm<sup>2</sup> festgelegt. Der Heizmäander wurde so designt, dass sich die Strukturbreite sicher im Siebdruckprozess abbilden lässt und er gleichzeitig einen Grundwiderstand von circa 8 Ohm bei Raumtemperatur besitzt (Abb. 2).

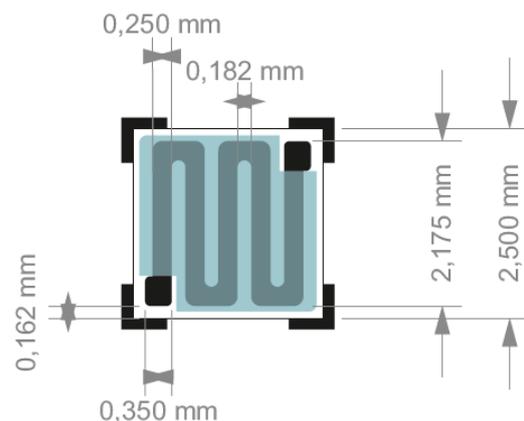
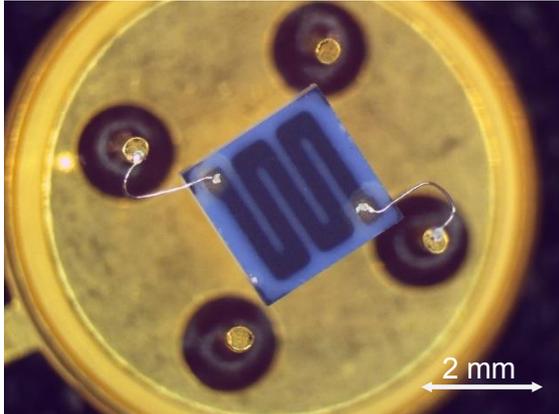


Abb. 2: Layout des siebgedruckten Wärmeleitfähigkeitssensors. Die Fläche beträgt 6,25 mm<sup>2</sup>. Der Platinmäander hat einen Grundwiderstand von 8 Ohm bei Raumtemperatur. Die blaue SiO<sub>2</sub>-Deckschicht (Dielektrikum) schützt das Heizelement vor

*Umwelteinflüssen und verhindert so die ungewollte katalytische Umsetzung des Wasserstoffs an der Sensoroberfläche.*

Die Platin- und die Dielektrikumschicht wurden nach dem Druck bei 860 °C für 30 Minuten gesintert.

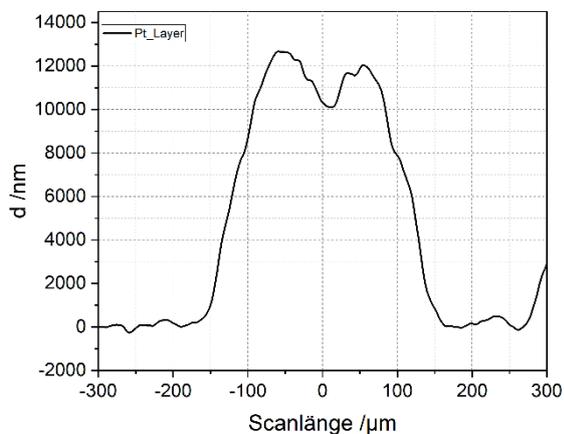
In einem Siebdruckprozess entstehen mehr als 400 Einzelsensoren pro Wafer, so dass eine Skalierbarkeit der Sensorherstellung erreicht werden konnte.



**Abb. 3:** *Vereinzelter und aufgebauter Sensor. Der Sensorchip wird freitragend an zwei Platindrähten in einem TO-39 Sockel aufgehängt.*

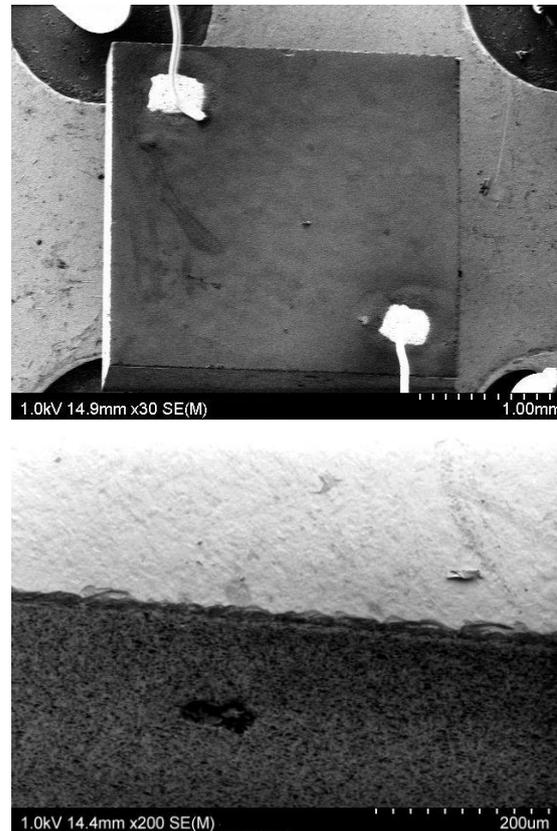
### Materialcharakterisierung

Um sicher zu gehen, dass die benötigten Platinschichtdicken von 12 µm auch im Siebdruckprozess abgeschieden wurden, erfolgte eine Charakterisierung der gesinterten Wafer am Profilometer (Dektak 6M) (Abb. 4). Hierbei zeigte sich, dass die abgeschiedene Schichtdicke den Berechnungen entspricht.



**Abb. 4:** *Bestimmung der Schichtdicke des Platinheizers mittels Profilometrie. Das Ergebnis zeigt die erwartete Schichtdicke von 12 µm.*

Ein weiterer wichtiger Parameter in der Analyse der Prozessstabilität ist die Überprüfung der Homogenität der Passivierungsschicht. Sie benötigt eine gleichmäßige und flächige Abscheidung auf dem Sensor, so dass das Heizelement zuverlässig vor den Umwelteinflüssen geschützt ist und nicht katalytisch aktiv werden kann. Kritisch sind hier vor allem Ausbrüche, die durch das Vereinzeln der Sensoren entstehen können. Hierzu wurde ein Sensor im Rasterelektronenmikroskop (Hitachi SU-70) untersucht. Abbildung 5 zeigt die aufgenommenen Bilder. Im oberen Übersichtsbild mit einer 30-fachen Vergrößerung ist eine homogene Deckschicht zu erkennen. Weiterhin ist das freie Platinpad mit den Kontaktierungen zu erkennen. Das untere Bild zeigt die Sägekante. Hier sind keine Ausbrüche zu erkennen, so dass eine Isolation der Platinheizung zur Umgebung gegeben ist.



**Abb. 5:** *Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen des Sensorchips: (oben) Das Übersichtsbild des Sensorchips zeigt eine homogene Abscheidung der Isolationsschicht über dem Heizelement - welches selbst nicht zu erkennen ist. (unten) Die Sägekante zeigt keine Materialausbrüche. Es sind nur die Spuren des Sägeblatts der Wafersäge zu erkennen.*

Die aufgebauten Sensoren wurden mit einem Temperaturkalibrator (Fluke Calibration Metrologie-Blockkalibrator 9173) charakterisiert, um den Temperaturkoeffizienten der abgeschiedenen Platinschicht des Heizmäanders zu bestimmen. Hierzu wird der Messraum von 30 °C auf 100 °C in 10 K-Schritten aufgeheizt und ein Sensor darin platziert. Jede Temperaturstufe wurde 20 Minuten gehalten, um sicher zu gehen, dass alle Komponenten im thermischen Gleichgewicht sind. Parallel wurde der Widerstand des Heizmäanders mit einem Tischmultimeter (Keithley 2700 Scanner-DMM) aufgezeichnet. Über die Bestimmung des Temperaturkoeffizienten der Schicht lässt sich in der Anwendung die Sensortemperatur berechnen und einstellen. Weiterhin ist die Berechnung der Temperaturänderung durch Wasserstoffbeaufschlagung möglich. Der Temperaturkoeffizient  $\alpha$  lässt sich über folgende Gleichung (Gl. (5)) berechnen:

$$\alpha / (K^{-1}) = \frac{R_{\text{Sensor}} - 1}{(T_{\text{ist}} - T_0)}$$

$R_{\text{Sensor}}$  ist der aktuelle gemessene Widerstand bei  $T_{\text{ist}}$ .  $T_0$  und  $R_0$  sind die Werte bei 0 °C bzw. 273 K. Abbildung 6 zeigt die gemessenen Heizwiderstandswerte des Sensors in Abhängigkeit von der Temperatur.

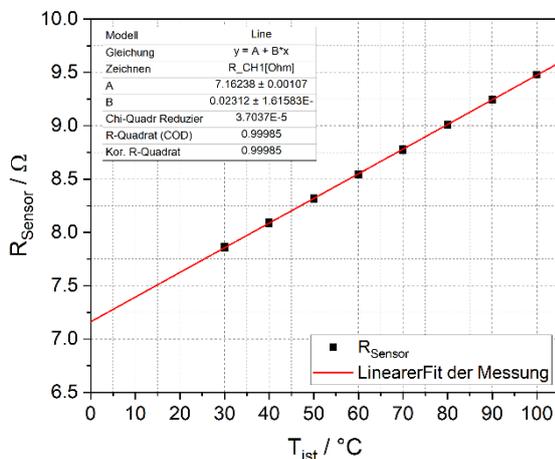


Abb. 6: Messwerte des Sensorwiderstands im Temperaturkalibrator. Die Schicht zeigt einen erwarteten linearen Zusammenhang zwischen Temperatur- und Widerstandsänderung.

Über den linearen Fit lässt sich der Widerstand bei 0 °C bestimmen, der für die Berechnung des Temperaturkoeffizienten  $\alpha$  aus Gl. (5) nötig ist. Mit den nun vorhandenen Werten wird  $\alpha$  auf  $\alpha = 3,25 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  bestimmt.

## Sensorcharakterisierung im Labor

Zur Verifizierung der gassensitiven Eigenschaft, wurde der Sensor verschiedenen Wasserstoffkonzentrationen ausgesetzt. Zur Charakterisierung wurde ein Messplatz analog zu [5] verwendet. Im Rahmen der ersten Messung wurde die Sensortemperatur auf 300 °C eingestellt und die Wasserstoffkonzentration zwischen 0 und 20000 ppm (2 vol.%) in 5000 ppm Schritten in trockener synthetischer Luft variiert. Dazu wurde die Messkammer jeweils für 20 Minuten mit der Zielgaskonzentration gespült. Nach jeder Konzentrationsstufe erfolgt ein Spülen der Kammer mit trockener synthetischer Luft für 20 Minuten, für einen Test der Basissignalstabilität. Zur Auswertung wurde der Sensorstrom aufgetragen. Die Konzentrationsreihe wurde dreimal durchgeführt, um die Stabilität des Sensors zu untersuchen (Abb. 7).

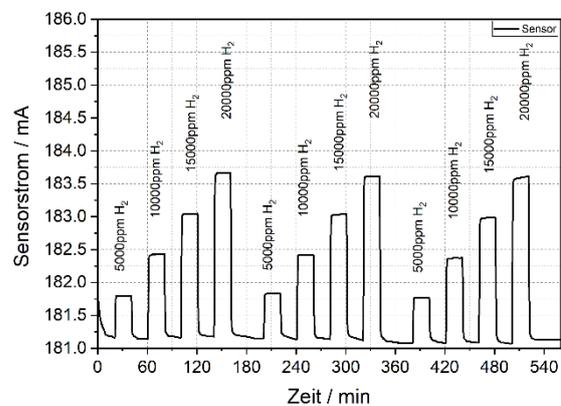
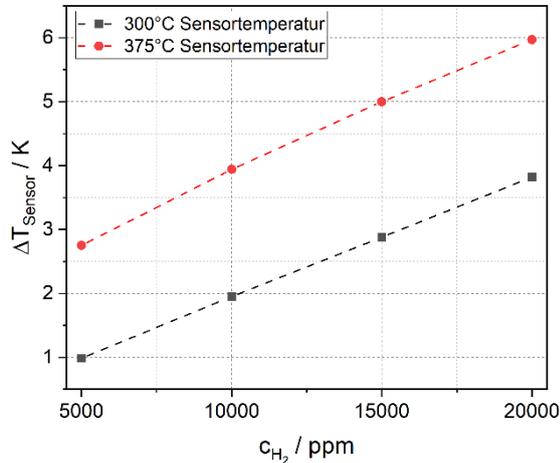


Abb. 7: Sensorsignal bei Beaufschlagung mit Wasserstoff in verschiedenen Konzentrationen in trockener synthetischer Luft bei einer Sensortemperatur von 300 °C. Der Sensor zeigt eine hohe Wiederholgenauigkeit der einzelnen Messstufen.

Der Sensor zeigt nach dem Einschwingen eine stabile Basislinie mit einer minimalen Drift von 18,5 nA/min. Die einzelnen Gasstufen werden sicher erkannt und zeigen auch in der Wiederholung eine gleichbleibende Signalamplitude. Weiterhin ist auch zu erkennen, dass die Isolation des Heizers durch die Passivierungsschicht erfolgreich war. Dies zeigt die Erhöhung des Sensorstroms bei Wasserstoffbeaufschlagung. Eine katalytische Reaktion fügt dem Sensor additive Reaktionswärme hinzu und würde damit die Stromaufnahme senken. Mit den Messdaten konnte eine Detektionsgrenze von 152 ppm  $\text{H}_2$  ( $3\sigma$ ) berechnet werden. Zur Untersuchung der initialen Annahme, dass eine höhere Sensortemperatur auch eine höhere Signalamplitude generiert, wurde die gleiche Messung bei 375 °C erneut durchgeführt. In Abbildung 8 sind

die Amplituden des Sensorsignals als Temperaturänderung des Sensors aufgeführt. Hierbei sind 0,66 mA gleich einer Temperaturänderung von 1 K. Dieser Wert errechnet sich aus dem Grundwiderstand der Schicht, sowie dem Temperaturkoeffizienten.



**Abb. 8:** Temperaturänderung des Sensors bei Beaufschlagung mit Wasserstoff. Die Sensortemperatur spielt für die Temperaturamplitude eine große Rolle. Bei 375 °C liegt die Amplitude bei 2 %  $H_2$  bei 6K und damit 57 % höher als bei 300 °C Sensortemperatur.

Die Messung bei 375 °C zeigt, dass die Signalamplituden, wie in der Literatur beschrieben mit zunehmender Sensortemperatur steigen. Dies führt zusätzlich zum sicheren Detektieren der einzelnen getesteten Stufen zu einem niedrigeren Detektionslimit des Sensors. Die berechneten Werte sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

**Tab. 1:** Vergleich der Detektionsgrenze und der Signaländerung des Sensors bei verschiedenen Betriebstemperaturen.

| $T_{\text{Sensor}}$ / °C | Detektionslimit / ppm | Relative Signaländerung bei 2 % $H_2$ / % |
|--------------------------|-----------------------|---|
| 300                      | 152                   | 1,27                                      |
| 375                      | 87                    | 1,60                                      |

Die Werte in Tabelle 1 zeigen, dass das Detektionslimit durch eine Erhöhung der Sensortemperatur um 75 K um 43 % verringert werden kann. Somit kann mit dem gleichen Sensor nur durch die Erhöhung der Betriebstemperatur eine deutlich geringere Wasserstoffkonzentration nachgewiesen werden. Weiterhin nimmt sowohl die absolute als auch die relative Signaländerung durch die Temperaturänderung

zu. Es zeigt sich, dass eine höhere Betriebstemperatur des Sensors vorteilhaft bei der Signalauswertung ist.

### Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde ein Wärmeleitfähigkeitssensor entwickelt, der für den Einsatz unter rauen Umgebungsbedingungen geeignet ist und gleichzeitig durch einen Siebdruckprozess einfach gefertigt werden kann. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass eine Passivierungsschicht homogen auf dem Sensorabgeschieden werden kann und dass so das Heizelement gegen Umwelteinflüsse ausreichend geschützt ist. Dies ist, wie gezeigt, entscheidend für die Funktion als Wärmeleitfähigkeitssensor, da katalytische Einflüsse durch eine heiße Platinoberfläche unbedingt vermieden werden müssen. Die additive Reaktionsenergie steht im Gegensatz zur Wärmeleitfähigkeitsänderung und unterdrückt so die eigentliche Sensorreaktion. Die Evaluation des Sensors am Gasmessplatz zeigte, dass eine Erhöhung der Sensortemperatur gleichzeitig die Detektionsgrenze herabsetzt und die Signalamplitude erhöht. Bei beiden untersuchten Temperaturen (300 °C und 375 °C) konnten die eingestellten Konzentrationsstufen von 5000 – 20000 ppm sicher voneinander unterschieden werden, so dass für beide Temperaturen ein Betrieb als Sensor möglich ist. In zukünftigen Untersuchungen wird die Sensortemperatur weiter erhöht und gleichzeitig den Messbereich bis zur unteren Explosionsgrenze des Wasserstoffs erweitert. Zusätzlich wird die Schrittweite der einzelnen Konzentrationsstufe reduziert, um die berechneten Nachweisgrenzen auch in der Praxis zu evaluieren.

### Literaturnachweis

- [1] H J M Hanley, R D McCarty, H Intemann, J Res Natl Bur Stand A Phys Chem.74A(3),331-353 (1970);doi: 10.6028/jres.074A.029
- [2] K. Kadoya; N. Matsunaga; A. Nagashima, J. Phys. Chem. Ref. Data 14, 947-970 (1985) doi: 10.1063/1.555744
- [3] A. Schleiernacher, Ann. Phys., 270: 623-646 (1888) doi.: 10.1002/andp.18882700803
- [4] G. Wiegleb, Springer Vieweg Wiesbaden 1, (2016), doi.: 10.1007/978-3-658-10687-4
- [5] J. Kneer; A. Eberhardt; P. Walden; A. Ortiz Pérez; J. Wöllenstein; S. Palzer, Rev. Sci. Instrum. 85, 055006 (2014), doi.: 10.1063/1.4878717

# Auf dem Weg zu einem funktional sicheren Sensorsystem für die Wasserstoff-Detektion im Automobilbereich

*Mike Benkendorf<sup>1</sup>, Hans-Fridtjof Pernau<sup>1</sup>, Olena Yurchenko<sup>1</sup>, Matthias Eberl<sup>3</sup>, Sophie Emperhoff<sup>1,3</sup>, Franz Jost<sup>1</sup>, Jürgen Wöllenstein<sup>1,2</sup>*

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

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

<sup>3</sup>Infineon Technologies AG, 81549 Neubiberg

## Zusammenfassung

Es wird ein neuartiges Sensorsystem entwickelt, um Wasserstofflecks ( $H_2$ ) in brennstoffzellenbasierten Nutzfahrzeugen zu erkennen. Um die funktionale Sicherheit des  $H_2$ -Sensorsystems zu gewährleisten, werden zwei unabhängige Messverfahren für den Nachweis von Wasserstoff eingesetzt: ein Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) und katalytischer Wärmetönungssensor (Pellistor).

Die Auswirkungen von Temperatur (T), Feuchte (H) und Druck (P) auf die Messwerte des  $H_2$ -Sensors wurden im Labor untersucht. Es wurde festgestellt, dass die genannten Parameter einen signifikanten Einfluss auf die Messwerte haben, was die zusätzliche Messung von T, H und P und die Kompensation ihres Einflusses für ein funktionssicheres Sensorsystem notwendig macht. Der Aufbau und die Charakterisierung des  $H_2$ -Sensorsystem werden im Folgenden beschrieben.

**Keywords:** Pellistor, Wärmeleitfähigkeitssensor, Wasserstoff, funktionale Sicherheit, Automobil

## Motivation

Zukünftig könnten Nutzfahrzeuge mit nahezu emissionsfreien Antrieben basierend auf Brennstoffzellen (BSZ) für mittlere bis große Lasten und Entfernungen vermehrt zum Einsatz kommen. Bei der Verwendung von  $H_2$  gibt es jedoch das unvermeidbare Risiko von Entzündung und Explosion. Um trotzdem die Akzeptanz von BSZ-Antrieben sicherstellen zu können, soll ein neuartiger Ansatz für ein  $H_2$ -Sensor-System für den Abgasstrang entwickelt werden. Kerninnovationen sind dabei die Kombination von wenigstens zwei sich ergänzenden Messprinzipien für die  $H_2$ -Konzentration in einem Sensorsystem zur Gewährleistung der hohen Anforderungen an Sicherheit im Kontext der Automobilindustrie und die Miniaturisierung der Sensor-Elemente durch die Verwendung von modernen MEMS-Technologien zur Verringerung der Kosten, erheblichen Reduktion des Bauraums und deutlichen Verringerung der Leistungsaufnahme. Vorgestellt wird ein entwickelter Demonstrator der anwendungsnah im Labor charakterisiert wurde.

## Physikalische Grundlagen

Die Wärmeleitung in Gasen basiert auf der Bewegung der Moleküle, welche bei

Zusammenstößen einen Teil ihrer kinetischen Energie auf den Stoßpartner übertragen und dadurch Energie von einem Ort höherer Temperatur (d.h. größerer mittlerer Energie) zu Orten tieferer Temperatur transportieren. Der Mechanismus der Wärmeleitung ist für Gase, Flüssigkeiten und Festkörper verschieden, weil z.B. in einem Festkörper die Atome an feste Gleichgewichtslagen gebunden sind, während sie in Gasen frei beweglich sind [1]. Der Wärmestromvektor  $\vec{q}$  nach der Zeit wird wie folgt berechnet

Gl. (1):

$$\vec{q} = -\lambda \text{grad}T.$$

Abb. 1 zeigt die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  einiger bekannter Gase [2]. Offensichtlich ist, dass die Wärmeleitfähigkeiten von  $H_2$  und Helium (He) am größten sind und sich stark von den anderen Gasen, vor allem von Luft unterscheiden, was es möglich macht, kleine Wasserstoffkonzentrationen in Luft mit einem Wärmeleitfähigkeitssensor zu messen. Die Funktion eines Wärmeleitfähigkeitssensors beruht darauf, dass ein Sensor bestehend aus einem Widerstandsheizelement mit einer konstanten Heizleistung betrieben wird. Im ausgeglichenen Zustand stellt sich ein zur Heizleistung proportionale Temperatur ein. Die resultierende

Temperatur ist eine Funktion der Verluste durch Strahlung, Wärmeleitung und Konvektion.

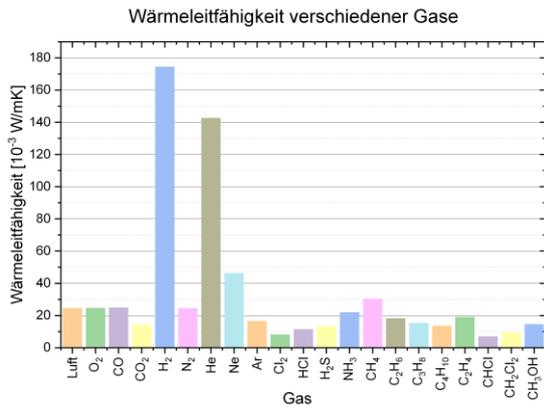


Abb. 1: Wärmeleitfähigkeit bekannter Gase. H<sub>2</sub> und He haben eine viel höhere Wärmeleitfähigkeit als andere Gase.

Bei einem Wärmeleitfähigkeitssensor wird die Konvektion des Prüfgases durch eine gasdurchlässige Membran auf dem Gehäuse weitestgehend verhindert (Abb.2). Durch die Erwärmung des Sensors kann Konvektion im Messraum allerdings nicht vollständig unterdrückt werden. Die Wärmestrahlung ist bei konstanter Temperatur ebenfalls konstant, sodass die Heizleistung sich weitestgehend proportional zur Wärmeleitfähigkeit der Prüfgase ändert. Wenn eine Querbeeinflussung von He beispielsweise ausgeschlossen werden kann und nur ein Wasserstoff-Luft-Gemisch am Sensor vorliegt, ist es möglich die Wasserstoffkonzentration zu ermitteln.

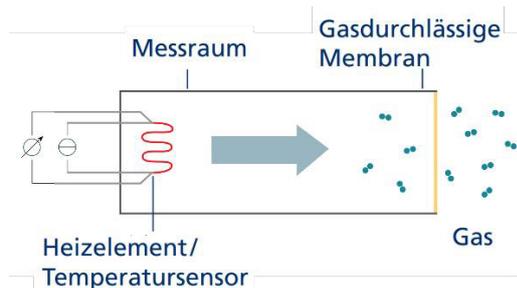
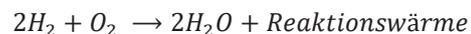


Abb. 2: Prinzipieller Aufbau eines Wärmeleitfähigkeitssensors bestehend aus einer gasdurchlässigen Membran, einer Messkammer, einem Heizelement, das gleichzeitig als Temperatursensor dient [3].

In Abb.2 ist ein prinzipieller Aufbau eines Wärmeleitfähigkeitssensors dargestellt. Er besteht aus einer gasdurchlässigen Membran, einer Messkammer, einem Heizwiderstand und einem Temperatursensor. Der Vorteil der Mess-

methode ist, dass sie eine physikalische Eigenschaft der Gase nutzt und die Sensortemperaturen weit unter der Zündtemperatur (585 °C) von Wasserstoff liegen. Ein Wärmeleitfähigkeitssensor hat einen großen Messbereich von < 1% bis 100% Wasserstoff in Luft. Im Gegensatz zu Metalloxid-Gassensoren, elektrochemischen Gassensoren und Pellistoren ist die Anwesenheit von Sauerstoff nicht unbedingt erforderlich.

Bei einem Pellistor handelt es sich um einen katalytischen Sensor zur Messung brennbarer Gase [4]. Der Name ist eine Kombination aus den englischen Begriffen „pellet“ und „resistor“. Das Detektionselement besteht aus einem metallischen Heizer, auf dem sich eine katalysator-beladene Keramik befindet, dessen Widerstand sich in Gegenwart von brennbaren Gasen ändert, da es sich um eine exotherme Reaktion handelt. Damit es zu dieser chemischen Reaktion kommt, muss Energie hinzugefügt werden, die mindestens einer Aktivierungsenergie entspricht. Dies geschieht durch das Aufheizen des Pellistors. Die Reaktionen eines brennbaren Gases ist exemplarisch für H<sub>2</sub> in Luft dargestellt. Gl. (2):



Ein Mindestgehalt von ca. 10 % Sauerstoff in der Umgebung ist erforderlich, damit die Gase nachgewiesen werden können [5]. Für die Messung dient ein vergleichbares Element ohne Katalysator als Referenz, an dem es zu keiner chemischen Reaktion kommt. Damit kommt es bei der Messung von brennbaren Gasen zu unterschiedlichen Wärmeentwicklungen im Mess- und Referenzelement. Der sog. aktive Pellistor wird mit einem Katalysator beschichtet. Der unbeschichtete, sog. inerte Pellistor dient als Referenzsensor. Betreibt man beide Pellistoren in einer Wheatstone-Messbrücke, werden Störgrößen wie die Luftströmung, die Umgebungstemperatur und die Wärmeleitfähigkeit der Luft kompensiert. Um zu verhindern, dass der Pellistor-Heizer eine potenziell explosionsfähige Umgebungs-atmosphäre entzündet, befindet sich in der Abdeckung des Pellistors ein gitterartiger Flammenschutz, der die Ausbreitung von Flammen verhindert. In Abb.3 ist auf der linken Seite eine Reihenschaltung aus Mess- und Referenzelement dargestellt. Auf der rechten Seite die Verschaltung in einer Wheatstone-Brücke. Wenn sich das Verhältnis der Widerstände der Elemente ändert, ändert sich die Brückenspannung, hier mit  $V_{\text{out}}$  bezeichnet [6].

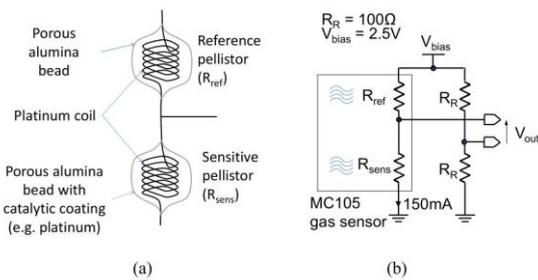


Abb. 3: Elektrisch werden die beiden Pellistorelemente zur Kompensation von Störgrößen in einer Wheatstone-Brücke betrieben [6].

### Aufbau des H<sub>2</sub>-Messsystems

Ein Funktionsdemonstrator (Abb. 4) wurde entwickelt, der einen WLD und einen Pellistor separat mit einer konstanten Heizleistung versorgt und die Messwerte ausliest. Die Abmessung des Demonstrators inkl. Gehäuse beträgt 78mm x 30mm x 15mm.

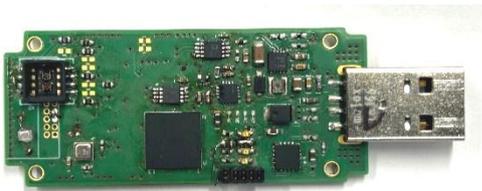


Abb. 4: Funktionsdemonstrator des funktional sicheren Sensorsystems für die Wasserstoff-Detektion. Links auf der Platine befindet sich ein keramischer Wärmeleitfähigkeitssensor, zwei MEMS-Pellistoren und ein kommerzieller Feuchte- und Temperatursensor (Bosch BME 680). Zur Signalverarbeitung dient ein PSOC  $\mu$ C (Infineon) mit einem ext. 16bit DAC/ADC. Der Datenaustausch mit einem PC und die Stromversorgung wird durch ein USB-Interface gewährleistet.

Die Stromversorgung und Datenkommunikation wurden über eine USB-Schnittstelle realisiert. Die Stromaufnahme im Betrieb beträgt 250 mA. Der WLD wird bei dem Funktionsdemonstrator auf eine Temperatur von 100 °C geregelt. Über eine Strom- und Spannungsmessung wird die Heizleistung bestimmt, die Referenztemperatur  $T_{Ref}$  zur Bestimmung des Temperaturgradienten zur Umgebungstemperatur wird mit einem Bosch Sensor BME680 gemessen. Mit folgender Formel wird der thermische Wärmeleitwert  $G_{th}$  bestimmt.

Gl. (3):

$$G_{th} = \frac{P_{Heiz}}{T_{Sensor} - T_{Ref}}$$

Als WLD wurde für den Demonstrator ein

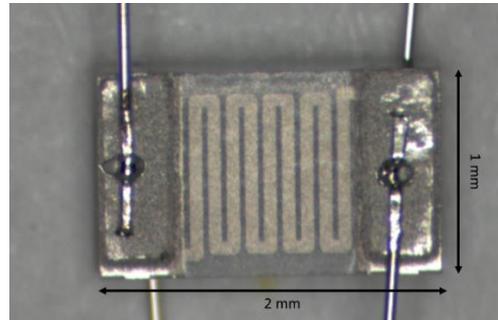


Abb. 5: Foto des verwendeten Pt-Heizmäanders auf Keramiksubstrat.

Pt-Heizmäanders auf Keramiksubstrat verwendet (Abb. 5). Als Pellistor wurde ein MEMS-Prototyp der Firma Infineon mit zwei Heizelementen verwendet, bei dem ein Heizelement mit einem vom Fraunhofer IPM entwickelten Katalysator auf Basis von Palladium/Cobalt(III)-oxid pipettiert wurde und der Referenzheizer unbeschichtet blieb (Abb. 6)

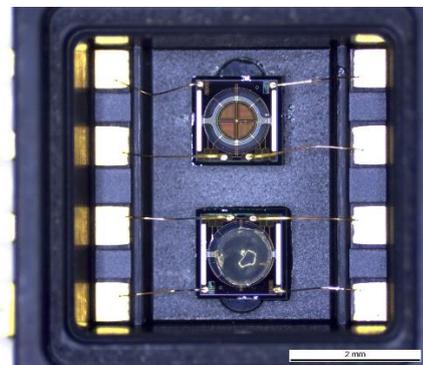


Abb. 6: Foto der verwendeten MEMS-Pellistorstrukturen. Oberes Element ohne Katalysator, unteres Element mit einem Katalysator auf Basis von Palladium/Cobalt(III)-oxid [7].

Der Pellistor wird in ein Wheatstone-Halbbrücke geschaltet. Die Brücke wird mit einer konstanten Betriebsspannung von 5 V versorgt. Die Brückenspannung, der Gesamtstrom der Brücke sowie der Absolutwert der Spannungen, aus denen sich die Brückenspannung zusammensetzt, werden gemessen.

## Charakterisierung WLD

Heizleistungsverluste durch Strahlung und parasitäre Wärmeleitung über Anschlussdrähte sind bei der Berechnung des Wärmeleitwertes nicht berücksichtigt. Die Umrechnung auf  $H_2$ -Konzentration wurde durch eine Kalibrierung am Gasmessplatz mit  $H_2$  in trockener synthetischer Luft unter Laborbedingungen realisiert. Für die Charakterisierung wurde ein Messplatz, wie in [8] beschrieben, verwendet. Das Ausgangssignal, der errechnete Wärmeleitwert ist in Abb. 7 dargestellt.

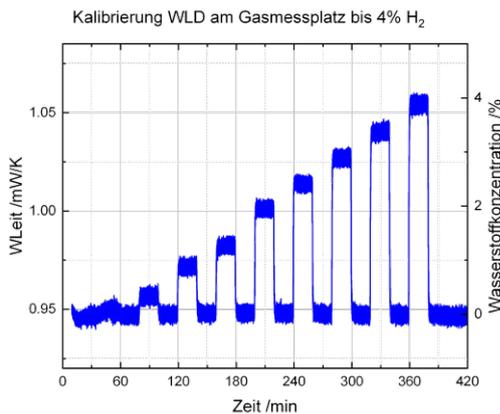


Abb. 7: Wasserstoffmessung mit unterschiedlichen  $H_2$ -Konzentrationen in trockener synthetischer Luft mit dem Wärmeleitfähigkeitsdetektor. Der Sensor wurde mit  $H_2$ -Konzentrationen von 0,1 %, 0,4 %, 1 %, 1,5 %, 2 %, 2,5 %, 3 %, 3,5 % und 4 % beaufschlagt. Die Betriebstemperatur betrug  $100\text{ }^\circ\text{C}$ .

Da der gerechnete Wärmeleitwert aus der WLD-Messung aus einer Temperaturmessung, Strom- und Spannungsmessung bestimmt wird ergibt sich ein relativ hohes Rauschen, Das Signal-Rausch-Verhältnis entspricht einem Äquivalent von 0,2 %  $H_2$  in der Konzentrationsanzeige. Die notwendige minimale  $H_2$ -Konzentration von 0,4 %, welches 10% UEG entspricht, lässt sich gut detektieren.

## Temperaturabhängige Charakterisierung vom WLD

Um den Einfluss der Gastemperatur auf das Messsignal zu bestimmen, wurde der Sensor in einer beheizten Gasmesszelle mit vorgeheizter trockener synthetischer Luft beaufschlagt.

Es wurde ein signifikanter Einfluss der Umgebungstemperatur auf den Wärmeleitwert beobachtet (Abb. 8). Der Wärmeleitwert steigt mit der Temperatur, da sich der Temperaturgradient vom Gas zum Heizer verringert —

dieser Einfluss muss kompensiert werden. Mit steigender Messgastemperatur steigt ebenfalls das Messsignal des WLDs.

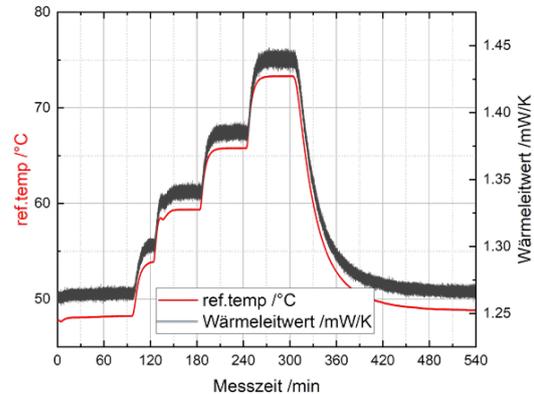


Abb. 8: Temperaturtreppe zur Charakterisierung des Einflusses der Gastemperatur auf das Messsignal des bei  $100\text{ }^\circ\text{C}$  betriebenen WLD gemessen in trockener synthetischer Luft.

## Feuchteabhängige Charakterisierung vom WLD

Um den Feuchteinfluss auf das WLD-Signal zu untersuchen, wurde die rel. Feuchte bei einer Messgastemperatur von etwa  $90\text{ }^\circ\text{C}$  von 0 % rel. Feuchte bis 55 % rel. Feuchte erhöht. Das entspricht eine maximale absolute Feuchte von ca.  $230\text{ g/m}^3$ . Beobachtet wurde ein Signalmaximum bei 35 % rel. Feuchte, welches einer absoluten Feuchte von ca.  $140\text{ g/m}^3$  entspricht (Abb. 9)

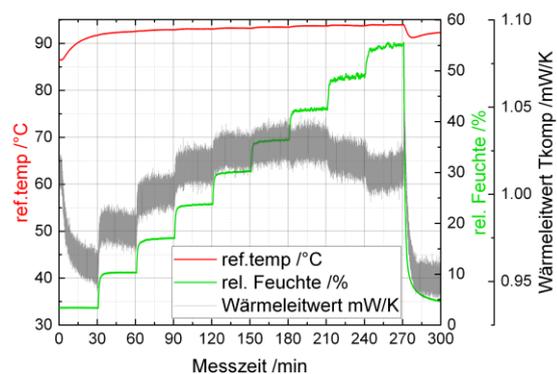


Abb. 9: Feuchtetreppe zur Charakterisierung des Feuchteinflusses auf das temperaturkompensierte Messsignal bei einer Gastemperatur von  $90\text{ }^\circ\text{C}$ .

Eine Messung mit bis zu 2 %  $H_2$  wurde nacheinander bei trockener Luft und bei mit  $30\text{ g/m}^3$  feuchter Luft durchgeführt. Die Messgastemperatur betrug  $90\text{ }^\circ\text{C}$ . Zu erkennen

ist in Abb. 10 eine Stufe im Signal bei 230 min., die einem  $H_2$ -Äquivalent von ca. 0,1 % entspricht. Die Feuchteabhängigkeit lässt sich mit einem Polynom zweiter Ordnung kompensieren, um Messfehler zu minimieren.

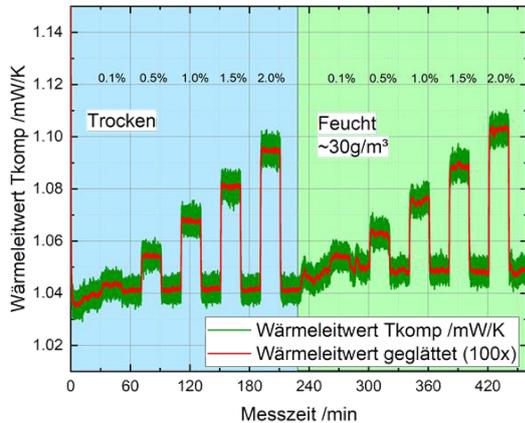


Abb. 10: Messungen mit variierenden  $H_2$ -Konzentrationen unter trockenen und feuchten Bedingungen bei 90 °C Gastemperatur.

### Druckabhängige Charakterisierung des WLDs

Um eine evtl. vorhandene Druckabhängigkeit zu bestimmen, wurde Messungen bei 700 mbar und 1500 mbar bei 0,1 %, 0,5 %, 1 %, 1,5 %, 2 %  $H_2$  durchgeführt. Es wurde kein Einfluss des Drucks auf die Basislinie bei 0 %  $H_2$  beobachtet. Die Amplitude des Messsignals dagegen ist druckabhängig - zu erkennen in Abb. 11 an der 2 %  $H_2$ -Stufe. Die Druckabhängigkeit sollte deshalb ebenfalls kompensiert werden.

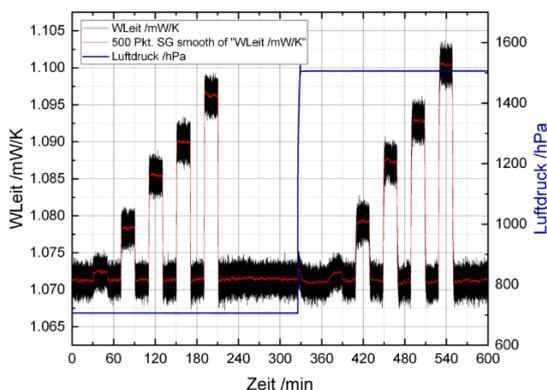


Abb. 11: Messung bei 700 mbar und 1500 mbar und  $H_2$ -Konzentrationen bis 2 % in synthetischer Luft bei Raumtemperatur.

### Charakterisierung MEMS-Pellistor

Die Messdaten der WLF-Messung aus Abb. 7 wurden simultan mit den Messdaten des MEMS-Pellistors (Abb. 12) aufgenommen. Ein lineares Verhalten zwischen Brückenspannung und  $H_2$ -Konzentration ist zu beobachten. Aufgrund der Schaltung in einer Halbbrücke, werden Signalstörungen und Umwelteinflüsse ohne Kompensation gut minimiert, was sich in einem sehr viel kleineren Signal-Rausch-Verhältnis in Vergleich zur WLD-Messung widerspiegelt.

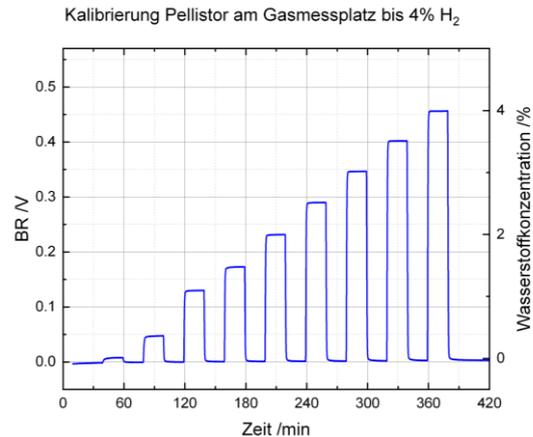


Abb. 12: Brückenspannung des in einer Halbbrücke geschalteten katalytischen Sensors mit  $H_2$ -Konzentrationspulsen von 0,1 % bis 4 % in synthetischer Luft bei Raumtemperatur.

Die Brückenspannung setzt sich aus dem Spannungsabfall über dem Heizelement mit Katalysator und dem Heizelement ohne Katalysator zusammen. Um das zusammengesetzte Messsignal im Detail zu untersuchen, wurde die Spannungsänderung von Mess- und Referenzelement separiert und in Abb. 13 in Form der Widerstandsänderung pro Element dargestellt. Deutlich zu erkennen, ist die durch den exothermen Umsetzungsprozess bedingte temperaturabhängige Widerstandserhöhung am katalytischen Heizelement. Das Referenzelement ohne Katalysator verhält sich wie ein Wärmeleitfähigkeitssensor. Das katalytisch beschichtete Heizelement heizt sich mit  $H_2$ -Beaufschlagung auf, aber das Heizelement ohne katalytische Beschichtung kühlt sich ab.

Helium ist das einzige Gas, dessen WLF in der Größenordnung von  $H_2$  ist und den WLD quereinflusst, wurde mit dem katalytischen Sensor untersucht. In Abb. 14 ist eine Messung dargestellt, in der He-Pulse bis 10 % beaufschlagt wurden. Dargestellt ist die Widerstandsänderung von Mess- und Referenzelement. Zu beobachten ist, dass keine exotherme Reaktion am Messelement zu

erkennen ist, sodass sich beide Heizelemente unter Einfluss von He abkühlen.

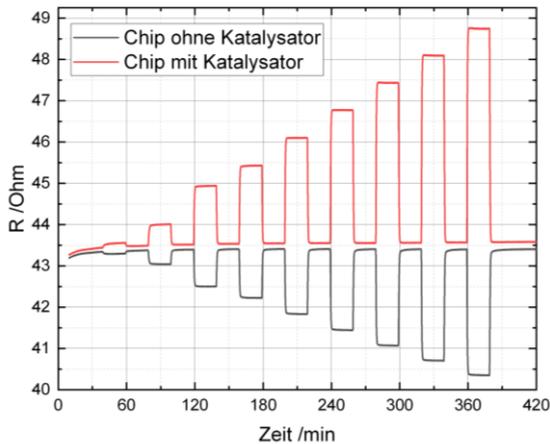


Abb. 13: Einzelwiderstände des MEMS-Heizers ohne Katalysator (schwarz) und mit Katalysator (rot) mit  $H_2$ -Konzentrationen von 0,1 % bis 4 % beaufschlagt.

Durch die Kombination des WLDs mit dem katalytischen Sensor können Quereinflüsse von He ausgeschlossen werden, da beide unabhängigen Messprinzipien eine deutliche  $H_2$ -Abhängigkeit aufweisen.

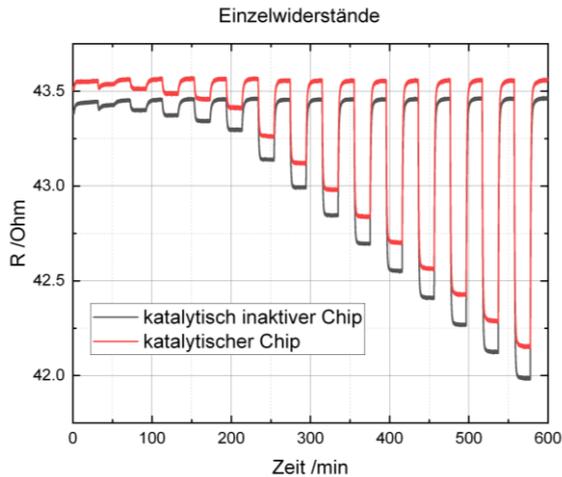


Abb. 14: Einzelwiderstände des MEMS-Heizers ohne Katalysator (schwarz) und mit Katalysator (rot) mit He-Konzentrationen bis 10% beaufschlagt.

Feuchte und Druckabhängigkeiten des Pellistor signals werden derzeit noch untersucht werden. Aber da es sich um eine Brückenschaltung handelt und die Quereinflüsse gleichzeitig auf Mess- und Referenzelement wirken, sollten die Einflüsse bis zu einem gewissen Grad eliminiert werden

und dadurch viel geringer ausfallen als bei der WLF-Messung.

### Feldtest

An einem  $H_2$ -Hochdruckprüfstand der Firma RMA wurde ein Feldtest durchgeführt. Ziel war es die Eignung des Sensorsystems für die Lecksuche zu demonstrieren. Ein Foto des Einsatzes des Sensorsystems an einem Ventil des Prüfstandes zeigt Abb. 15.



Abb. 15: Absuchen einer  $H_2$ -Versorgungsleitung und Ventilen mit dem Sensorsystem zum Auffinden von Leckagen.

In Abb. 16 sind die aufgezeichneten Messdaten des Demonstrators dargestellt. In der Nähe eines Lecks stimmen sowohl die durch den WLD als auch vom katalytischen Sensor gemessenen Messsignalhübe gut überein.

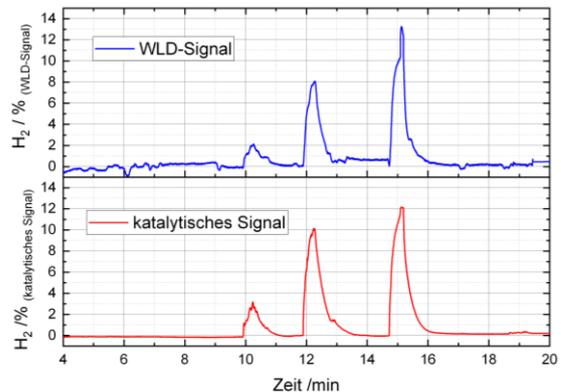


Abb. 16:  $H_2$ -Konzentrationsbestimmung mit WLD und Pellistor simultan gemessen. Beide im Sensorsystem verwendeten Messprinzipien zeigen bei einer  $H_2$ -Leckage Ausschläge zum gleichen Zeitpunkt mit gleicher Signalthöhe.

## Zusammenfassung und Ausblick

Ein in der Entwicklung befindliches Sensorsystem zur Erkennung von Wasserstofflecks in brennstoffzellenbasierten Nutzfahrzeugen wird vorgestellt. Um die funktionale Sicherheit des H<sub>2</sub>-Sensorsystems zu gewährleisten, werden zwei unabhängige Messverfahren zur Detektion von Wasserstoff eingesetzt: ein Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) und ein katalytischer Wärmetönungssensor (Pellistor). Die Charakterisierung des Systems zeigte einen signifikanten Einfluss von Temperatur, Luftfeuchtigkeit und Druck auf die Messwerte, was für ein funktional sicheres Sensorsystem eine Kompensation dieser Einflüsse notwendig macht. Um die Praxis-tauglichkeit des Systems zu demonstrieren, wurden Feldmessungen an einer realen Wasserstoffanlage durchgeführt.

Detaillierte Untersuchungen des Pellistors auf Umweltquereinflüsse von Temperatur-, Feuchte- und Druckschwankungen stehen noch aus, um Fehlinterpretationen der Pellistor-messungen auszuschließen.

## Literaturnachweis

- [1] W. Demtröder, *Experimentalphysik 1: Mechanik und Wärme*, 7. Auflage ed., ser. Springer-Lehrbuch. Berlin: Springer Spektrum, 2015.
- [2] *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 99th ed. BOCA RATON: CRC Press, 2018.
- [3] H.-R. Tränkler, Ed., *Sensortechnik: Handbuch für Praxis und Wissenschaft*, 2., völlig neu bearb. Aufl. ed., ser. Technik. Berlin: Springer Vieweg, 2014.
- [4] J. B. Miller, "Catalytic sensors for monitoring explosive atmospheres," *IEEE Sens. J.*, vol. 1, no. 1, pp. 88–93, Jun. 2001.
- [5] W. Jessel, *Gase - Dämpfe - Gasmesstechnik: Ein Kompendium für die Praxis*, Dräger Safety AG & Co. KGaA, Lübeck, 2001.
- [6] O. Leman, M. Srivastava, and J. Hauer, "A readout system for pellistors with pulsed thermal feedback," in *IEEE SENSORS 2014 Proceedings*. IEEE, 11/2/2014 - 11/5/2014, pp. 1212–1215.
- [7] G. Ercolino, P. Stelmachowski, G. Grzybek, A. Kotarba, and S. Specchia, "Optimization of Pd catalysts supported on Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> for low-temperature lean combustion of residual methane," *Appl. Catal. B Environ.*, vol. 206, pp. 712–725, 2017.
- [8] J. Kneer; A. Eberhardt; P. Walden; A. Ortiz Pérez; J. Wöllenstein; S. Palzer, *Rev. Sci. Instrum.* 85, 055006 (2014), doi.: 10.1063/1.4878717

# H<sub>2</sub>-SENSOREN FÜR AUTOMOTIVE APPLIKATIONEN

*Olaf Kieseewetter<sup>1</sup>, Alexander Krauß<sup>1</sup>, Nils Kieseewetter<sup>1</sup>, Jürgen Müller<sup>1</sup>, Matthias May<sup>1</sup>, Benjamin Widmann<sup>1</sup>, Rico Schröder<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> UST Umweltsensortechnik GmbH, Dieselstr. 2 und 4, 99331 Geratal OT Geschwenda  
o.kieseewetter@umweltsensortechnik.de

## Zusammenfassung

Im NIP II-Verbundvorhaben „Wasserstoffdetektoren in Elektrofahrzeugen / Hydrogen detectors in electric vehicles (H2D4EV)“ wurden aktive miniaturisierte, feuchtekompenzierte H<sub>2</sub>-Sensoren für Brennstoffzellen-Fahrzeuge entwickelt. Die realisierten H<sub>2</sub>-Sensortypen zum H<sub>2</sub>-Monitoring in der Umgebung der Brennstoffzelle (Ambient) und zum Abgasmonitoring am Brennstoffzellenstack (Exhaust) detektieren hochselektiv H<sub>2</sub>-Konzentrationen bis 10%. In beiden H<sub>2</sub>-Gassensortypen sind jeweils zwei verschiedene Prinzipien zur H<sub>2</sub>-Messung integriert und innovativ kombiniert, wodurch zusammen mit weiteren sicherheitsrelevanten Funktionen insbesondere auch die Realisierung von Sensoriklösungen zum Einsatz in sicherheitskritischen Systemen möglich wird.

Ausgehend von der wissenschaftlich-technischen Ausgangsbasis für die Sensorentwicklung werden die wesentlichen erreichten Ergebnisse im Beitrag vorgestellt.

**Keywords:** Brennstoffzelle, Gassensor, H<sub>2</sub>, Metalloxid, Wärmeleitfähigkeitsdetektor

## Entwicklungszielstellungen

Für den Einsatz als Ambient- bzw. Exhaust-Sensoren in Brennstoffzellenfahrzeugen sollten beide zu entwickelnde Sensorsysteme, H<sub>2</sub>-Konzentrationen bis 10% hochselektiv und zuverlässig detektieren. Dazu waren weitere besondere und innovative Eigenschaften gegenüber vorhandenen H<sub>2</sub>-Sensoren zu realisieren. Dies waren u.a. die Erreichung von der Ziel-Messgenauigkeit  $\leq 3$  s nach dem Einschalten sowie Vereisungsresistenz, d.h. die Funktionsfähigkeit des Sensorsystems nach Auftauen/Enteisung  $\leq 5$  s.

Neben der Beständigkeit der Sensoren u.a. gegenüber CO, C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>, NH<sub>3</sub>, NO, NO<sub>2</sub>, O<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>, Ammoniumsulfaten/-nitrat und HMDS, war deren Resistenz gegenüber de-ionisiertem Wasser als Kondensat der Brennstoffzelle zu realisieren.

Des Weiteren waren u.a. Funktionen zur Selbstdiagnose und Fehlererkennung in den Sensoren zu implementieren.

Wichtige umzusetzende Marktanforderungen waren die Validierbarkeit der Sensorkonzepte insbesondere für Automotive-Applikationen und deren Eignung für Sensorapplikationen in sicherheitskritischen Systemen bis SIL-Level 2. Die zu entwickelnden Sensorkonzepte sollten als skalierbare Ausgangsbasis zur perspektivischen Entwicklung und Herstellung von kundenspezifischen Sensoren in (Groß-)Serien dienen. [1]

## Wissenschaftlich-technische Ausgangsbasis

Die Umsetzung der Entwicklungszielstellungen erfolgte auf Basis der bewährten und patentierten H<sub>2</sub>-Semicon<sup>®</sup>-Technologie, die zwei verschiedene Prinzipien zur H<sub>2</sub>-Messung - ein H<sub>2</sub>-selektiver Metalloxid (MOX)-Halbleiter-Gassensor sowie ein Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) zu einem diversitär-redundanten Sensorsystem integriert. [1, 2, 3]

Die spezifischen Gas- und Temperatursensorelemente für diese Sensorik wurden in Hybridtechnologie: keramisches Trägersubstrat mit mikrostrukturierter Platin-Dünnschicht, abgedeckt mit einer Passivierungsschicht + spezifische Schichten für Kontakte + gassensitive MOX-Halbleiterschicht realisiert. [4]

Die Funktion eines MOX-Gassensorelements beruht auf der Änderung des Leitwerts der gassensitiven MOX-Schicht bei der Einwirkung von Gasen.

Für H<sub>2</sub>-MOX-Gassensoren kann die H<sub>2</sub>-Selektivität durch spezifische CVD-Filterschichten auf deren MOX-Schicht, die nur H<sub>2</sub> zur Reaktion mit dem auf dem Metalloxid angelagerten Sauerstoff zulässt, signifikant erhöht werden. [5]

H<sub>2</sub>-MOX-Gassensoren haben eine hohe Sensitivität im ppm-Bereich, allerdings ist deren Genauigkeit bei höheren Gaskonzentrationen begrenzt. [1, 2]

Mit einem WLD können höhere H<sub>2</sub>-Gaskonzentrationen hinreichend genau detektiert

werden. Beim WLD werden die Temperaturänderungen resultierend aus den unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten einzelner Gase (z.B. H<sub>2</sub>) und deren Konzentrationen ausgewertet. [1, 2]

Tab. 1 zeigt relevante Vorteile und Nachteile dieser Sensorfunktionsprinzipien.

Tab. 1: Vergleich relevanter Vorteile (+) und Nachteile (-) von H<sub>2</sub>-MOX-Gassensor und WLD [1]

| H <sub>2</sub> -MOX-Halbleiter-Gassensor       | Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) |
|--|-----------------------------------|
| + Kleine Konzentrationen                       | + Große Konzentrationen           |
| + Hohe Sensitivität                            | + Hohe Linearität                 |
| + Kurze Ansprechzeit                           | + Hohe Genauigkeit                |
| + Breiter Messbereich                          | + Hohe Stabilität                 |
| + Hohe Selektivität                            | + Verschmutzungsresistent         |
| - Genauigkeit bei hohen Konzentrationen gering | - Geringe Selektivität            |
| - Verschmutzungsempfindlich                    | - Temperaturempfindlich           |

Durch geeignete Kombination der beiden H<sub>2</sub>-Detektionsprinzipien in einem Sensorsystem können deren Vorteile genutzt und deren Nachteile kompensiert werden. Die damit erreichbare diversitäre Redundanz ermöglicht zusammen mit der Integration von Funktionen, wie z.B. Selbstdiagnose, Signalisierung von Fehlern auch während des Messvorgangs sowie Erkennung und Kompensation von Kontaminationen, die Realisierung von H<sub>2</sub>-Sensorsystemen mit hoher Sensitivität, Selektivität, Stabilität und Sicherheit. [1, 2]

### H<sub>2</sub>-Ambient-Sensor

Im entwickelten H<sub>2</sub>-Sensor zum Ambient-Monitoring einer Brennstoffzelle im Automobil ist u.a. ein keramisches H<sub>2</sub>-Gassensorelement in Hybridtechnologie mit hochselektivem H<sub>2</sub>-MOX-Gassensor und WLD auf einem Chip, LxBxH ca. 1,5x1,5mm (Abb. 1) integriert. [1]

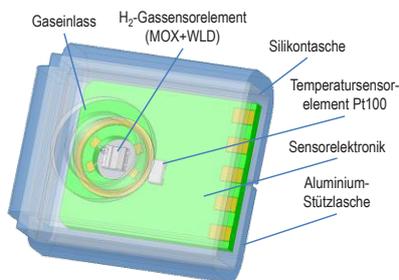


Abb. 1: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensor - konstruktiver Aufbau [1]

Dieser Gassensor ist zusammen mit den Komponenten zur Gasführung, AVT, Sensorelektronik etc. in einem spezifischen Sensormodulgehäuse integriert (Abb. 2-4).

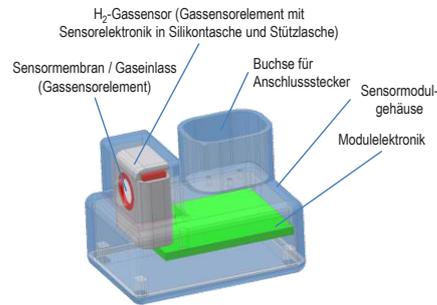


Abb. 2: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensormodul, konstruktiver Aufbau, LxBxH ca. 34x23x26mm [1]

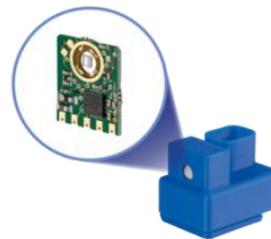


Abb. 3: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensormodul, Testmuster, LxBxH ca. 34x23x26mm, Detail PCB LxB ca. 12x10mm mit keramischem H<sub>2</sub>-Gassensorelement, ca. 1,5x1,5mm [1]

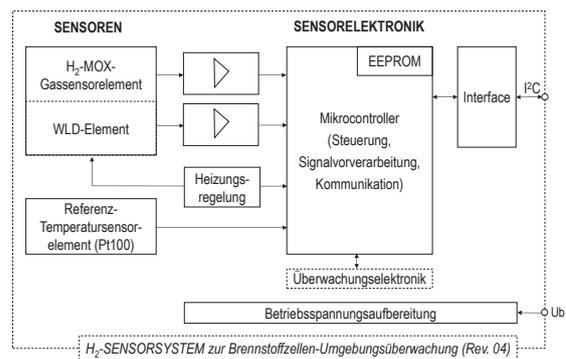


Abb. 4: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensormodul, Testmuster - Blockschaltbild [1]

Dieser Sensor wurde erfolgreich getestet und evaluiert. Abb. 5 zeigt beispielhaft die Rohwerte des relativen Widerstands der gassensitiven Schicht des MOX-Sensorelements bei Beaufschlagung von H<sub>2</sub>-Konzentrationen bis 3Vol% und Temperaturen von 5°C, 25°C und 50°C. Die Rohwerte des MOX-Sensorelements

sind relativ unabhängig von der Temperatur. [1]

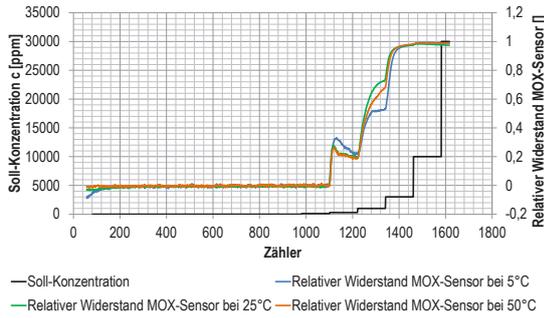


Abb. 5: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensormodul, Testmuster, Beaufschlagung von H<sub>2</sub>-Konzentrationen bis 3Vol% bei unterschiedlichen Temperaturen – relative Widerstände H<sub>2</sub>-MOX-Sensorelement (Rohwerte) [1]

Beim WLD (Abb. 6) wurde eine Temperaturkompensation erforderlich (Abb. 7).

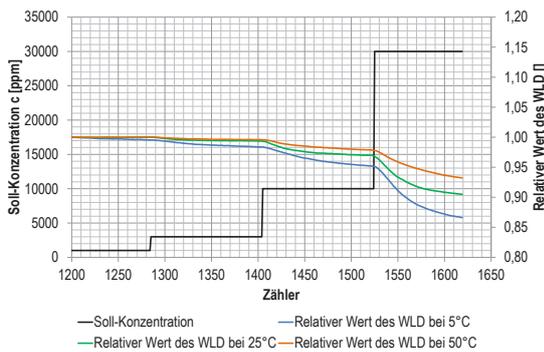


Abb. 6: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensormodul, Testmuster, Beaufschlagung von H<sub>2</sub>-Konzentrationen bis 3Vol% bei unterschiedlichen Temperaturen – relative Werte WLD (Rohwerte) [1]

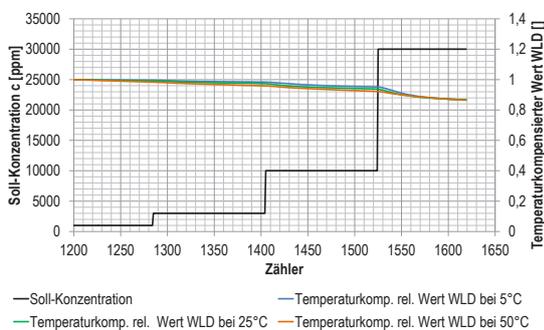


Abb. 7: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensormodul, Testmuster, Beaufschlagung von H<sub>2</sub>-Konzentrationen bis 3Vol% bei unterschiedlichen Temperaturen – relative Werte WLD (temperaturkompensiert) [1]

Abb. 8 zeigt beispielhaft die H<sub>2</sub>-Kennlinie bis 10%. [1]

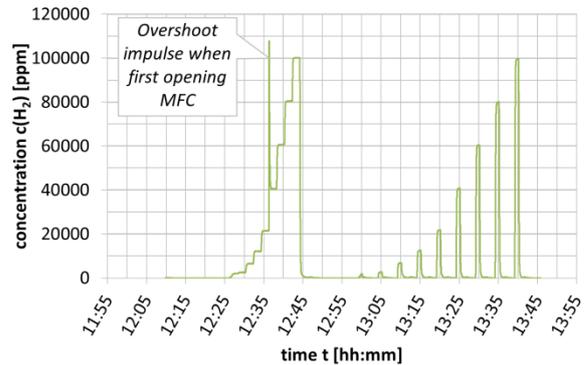


Abb. 8: H<sub>2</sub>-Ambient-Sensormodul, Testmuster - H<sub>2</sub>-Kennlinie bis 10% (links: Konzentrationsstufen; rechts Konzentrations-sprünge) [1]

### H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor

Im komplexer aufgebauten Sensor zum H<sub>2</sub>-Exhaust-Monitoring am Stack einer Brennstoffzelle im Automobil (Abb. 9) sind in einem Sensorkopf mit isothermischem Aufbau, mehrere keramische Sensorelemente: ein separates H<sub>2</sub>-selektives MOX-Multielektrodenstruktur-Gassensorelement (MES) für die Realisierung der Enteisung innerhalb von 5 s, ein differentielles WLD-Element (DWLD) mit einem Feuchtesensorelement zur Verbesserung der Feuchtekompensation auf einem Chip sowie ein Platin-Dünnschicht-Temperatur-sensorelement Pt100 als Referenz integriert.

Abb. 9-11 zeigen den Aufbau des Sensor-kopfes, das Blockschaltbild des Sensormoduls sowie ein Testmuster des realisierten H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensormoduls.

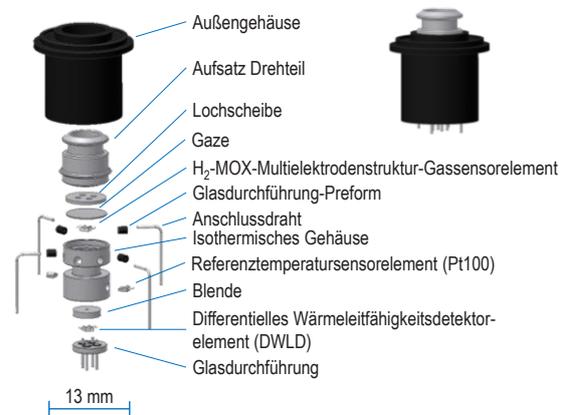


Abb. 9: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensormodul, Testmuster – konstruktiver Aufbau Sensorkopf [1]

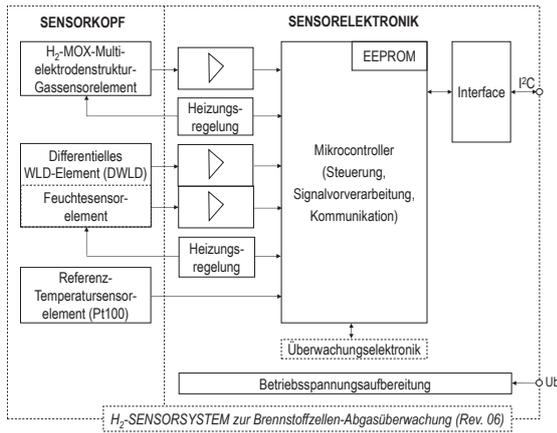


Abb.10: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensormodul, Testmuster - Blockschaltbild [1]



Abb.11: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensormodul, Testmuster, LxBxH ca. 36x23 / 43x28mm, Detail PCB LxB ca. 28x20mm mit H<sub>2</sub>-Gassensorkopf ca. Ø13mm [1]

Bei dem im H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor integriertem H<sub>2</sub>-MOX-Multi-Elektrodenstruktur Gassensorelement sind auf dem keramischen Trägersubstrat mehrere Platinelektroden mit unterschiedlichen Geometrien und Abständen zueinander aufgebracht, die mit einer H<sub>2</sub>-sensitiven MOX-Halbleiterschicht + Spezial-CVD-H<sub>2</sub>-selektiver Filterschicht abgedeckt sind. Durch die spezifische Sensorsteuerung (z.B. schnelle Temperaturwechsel) und die Auswertung der durch die Elektrodenabstände unterschiedlichen Schichtwiderstände können u.a. Funktionszustände des Gassensorelements, wie z.B. verringerte Sensitivität und verschlechtertes Ansprechverhalten (z.B. durch Kontamination verursacht) schnell und frühzeitig erkannt (Sensorselbstüberwachung) und durch entsprechende Korrekturmaßnahmen (z.B. Prozeduren zur „Sensorreinigung“) fehlerhafte Sensorantworten kompensiert werden. Abb. 12-15 zeigen beispielhaft die Kompensation einer Kontamination eines H<sub>2</sub>-MES-Sensors.

Zur Kontamination wurde der Sensor für 2min mit 100ppm SO<sub>2</sub> beaufschlagt. [1]

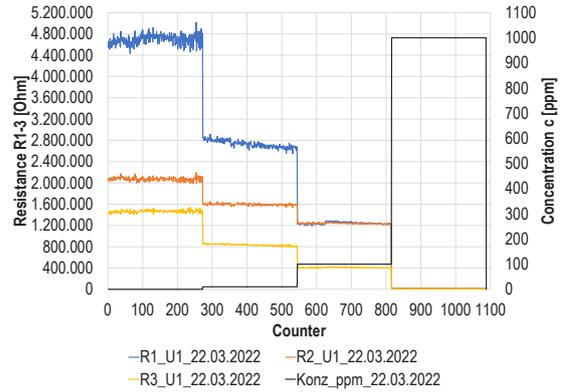


Abb.12: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster, Kompensation Kontamination H<sub>2</sub>-MES-Sensor – Sensorwiderstände R1-3 vor der Kontamination [1]

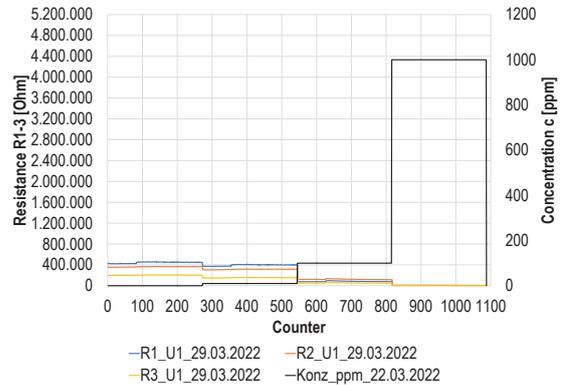


Abb.13: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster, Kompensation Kontamination H<sub>2</sub>-MES-Sensor (Bsp. 100ppm SO<sub>2</sub>, 2min) – Sensorwiderstände R1-3 nach der Kontamination [1]

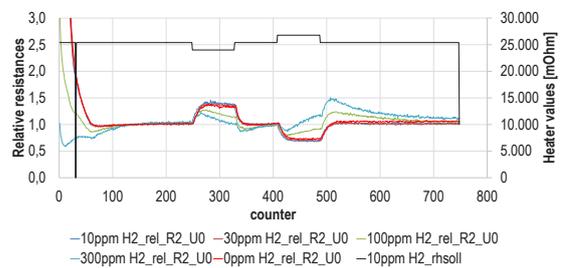


Abb.14: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster, Kompensation Kontamination H<sub>2</sub>-MES-Sensor (Bsp. 100ppm SO<sub>2</sub>, 2min) – Messwertkorrektur durch schnelle Temperaturwechsel ±40K a 10s, beispielhaft für Sensorwiderstand R2 [1]

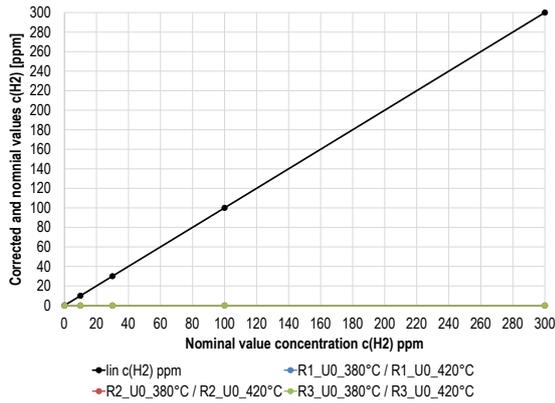


Abb.15: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster, Kompensation Kontamination H<sub>2</sub>-MES-Sensor (Bsp. 100ppm SO<sub>2</sub>, 2min) – kompensierte H<sub>2</sub>-Konzentration [1]

Abb. 16 und 17 zeigen Labortests der H<sub>2</sub>-Selektivität der entwickelten H<sub>2</sub>-Gassensorelemente am Beispiel des im H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensormodul integrierten MOX-MES-Gassensorelements. Dazu wurden solche Gassensorelemente ohne und mit Spezial-CVD-H<sub>2</sub>-selektiver Filterschicht mit verschiedenen Konzentrationen von H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> und C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> beaufschlagt. Der Sensor ohne Spezial-CVD-H<sub>2</sub>-selektiver Filterschicht zeigt keine H<sub>2</sub>-Selektivität (Abb. 16), der Sensor mit Spezial-CVD-H<sub>2</sub>-selektiver Filterschicht hat eine hohe H<sub>2</sub>-Selektivität (Abb. 17). [1]

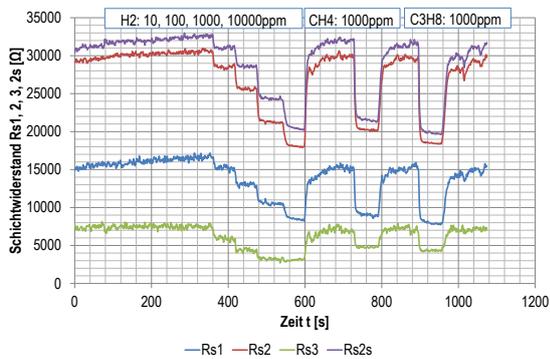


Abb.16: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster, MES-Sensorelement ohne Spezial-CVD-H<sub>2</sub>-selektiver Filterschicht – Beaufschlagung mit verschiedenen Konzentrationen H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> [1]

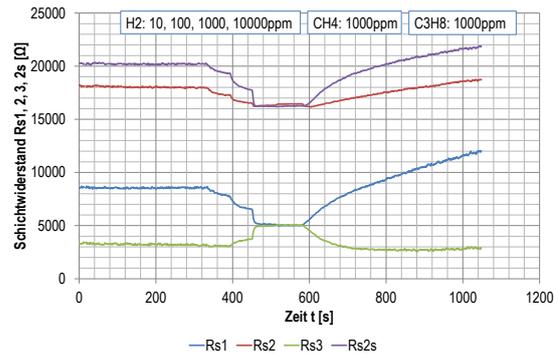


Abb.17: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster, MES-Sensorelement mit Spezial-CVD-H<sub>2</sub>-selektiver Filterschicht – Beaufschlagung mit verschiedenen Konzentrationen H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> [1]

Dieser H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor wurde ebenfalls erfolgreich getestet und evaluiert (Abb. 18).

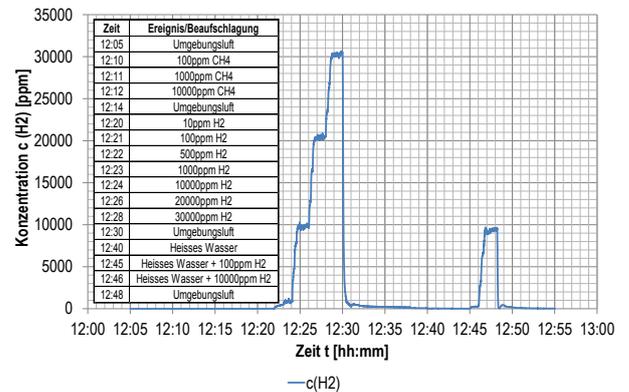


Abb. 18: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster – H<sub>2</sub>-Kennlinie und Querempfindlichkeiten bis 3% H<sub>2</sub> [1]

Abb. 19 zeigt die H<sub>2</sub>-Kennlinie bis 10%.

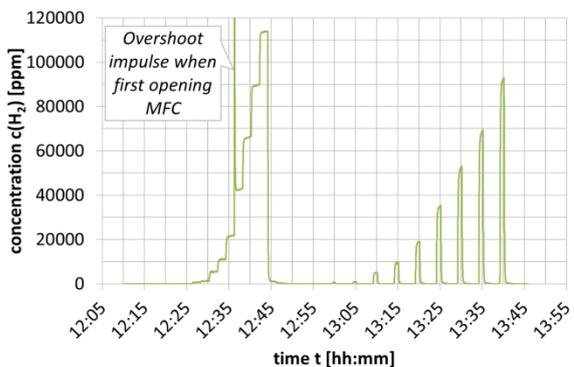


Abb. 19: H<sub>2</sub>-Exhaust-Sensor, Testmuster: H<sub>2</sub>-Kennlinie bis 10% (links: Konzentrationsstufen; rechts Konzentrations-sprünge) [1]

## Fazit

Die beiden realisierten H<sub>2</sub>-Sensortypen zum H<sub>2</sub>-Monitoring in der Umgebung der Brennstoffzelle und zur Abgasmessung am Brennstoffzellenstack detektieren hochselektiv jeweils H<sub>2</sub>-Konzentrationen bis 10%. Die entwickelten Sensoren können entsprechend kundenspezifischen Anforderungen, wie z.B. Detektionsbereich, Betriebsspannung, Interface und Bauform angepasst werden. Die zugrundeliegenden Sensorkonzepte sind prinzipiell für die Realisierung von kundenspezifischen Lösungen für sicherheitskritische Systeme geeignet und bedarfsweise zertifizierbar. Des Weiteren sind diese Sensorkonzepte und deren Komponenten u.a. für automotiv Anwendungen validierbar sowie für die perspektivische Entwicklung kundenspezifischer Prototypen, deren folgende Serienüberführung und wirtschaftliche Serien- bzw. Großserienproduktion geeignet. [1]

Das Verbundvorhaben „Wasserstoffdetektoren in Elektrofahrzeugen / Hydrogen detectors in electric vehicles (H2D4EV)“ wurde im Rahmen des Nationalen Innovationsprogramms Wasserstoff und Brennstoffzellentechnologie (NIP II) des Bundesministeriums für Digitales und Verkehr gefördert.

## Literaturnachweis

- [1] Kiesewetter, O., Kraußner, A., Kiesewetter, N., Müller, J., Widmann, B., Schröder, R., Steingräber, W., Reiser, Al., May, M., "Verbundprojekt: Wasserstoffdetektoren in Elektrofahrzeugen (H2D4EV), Teilprojekt: Hochintegriertes miniaturisiertes feuchtekompensiertes H<sub>2</sub>-Sensorsystem mit integrierter Signalvorverarbeitung und digitalem Signalausgang zum Einsatz in Überwachungseinheiten mobiler Brennstoffzellensysteme", Schlussbericht, TIB Hannover, 2023
- [2] Kiesewetter, O., Kraußner, A., Kiesewetter, N., Müller, J., Bose, M., Schenk, St., May, M.: „Innovative H<sub>2</sub>-Sensorik für Brennstoffzellen-Fahrzeuge“, Tille, T. (Herausgeber), Automobil-Sensorik 3, pp. 97-114, ISBN 978-3-662-61259-0, Springer-Vieweg, Springer Verlag GmbH, Berlin, 2020
- [3] Ewert, A., Kiesewetter, O., Kittelmann, S., Melchert, V., „Verfahren zur Erfassung brennbarer Gase, insbesondere zur Erfassung von Wasserstoff / Method for detecting combustible gases, in particular hydrogen“, European Patent, No. EP000001621882B1, 02.06.2005.
- [4] Kiesewetter, O., Kohl, C.-D., Melchert, V., Bauersfeld, D., May, M., „Innovative Plattform für keramische Sensoren als Basis für automotiv Applikationen“, In: Tille, T., et al., Sensoren im Automobil IV, S. 236-259, Haus

der Technik Fachbuch Band 119, ISBN 978-3-8169-3066-2, Expert-Verlag, 2011.

- [5] Hellmann, J., Petig, H., Kohl, C.-D., Kelleter, J., Kiesewetter, O., „Gerät zur Detektierung und Messung von oxidierenden Gasen“, Deutsches Patent, No. DE4321737B4, 13.05.2004.

# Machine Learning Model Based on Signal Difference Features for Damage Localization on Hydrogen Pressure Vessel Using Ultrasonic Guided Waves

*Houssam El Moutaouakil<sup>1</sup>, Jens Prager<sup>2</sup>, Andreas Schütze<sup>1</sup>, Tizian Schneider<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Lehrstuhl für Messtechnik, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, Deutschland*

<sup>2</sup>*Bundesanstalt für Materialforschung- und prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Deutschland*

## Abstract

Hydrogen is already shaping the future of energy resources; therefore, its storage must adhere to the highest safety standards due to its nature as a highly explosive gas. Consequently, it is imperative to ensure accurate and reliable detection of damage in pressure vessels at an early stage. Despite the existence of various machine learning methods, particularly those based on deep learning, they often face challenges related to interpretability and overfitting. This paper introduces an explainable machine learning (ML) model capable of localizing structural damage on Composite Overwrapped Pressure Vessels (COPVs) using ultrasonic guided waves, that overcomes the introduced drawbacks.

**Keywords:** Ultrasonic Guided Waves, Machine Learning, Damage Localization, Composite Overwrapped Pressure Vessels, Hydrogen

## Introduction

The utilization of pressure vessels for storage, especially for hydrogen as an environmentally friendly energy source [1], is experiencing significant growth. Therefore, ensuring accurate and reliable detection of damage in pressure vessels at an early stage using ultrasonic guided waves (GW) is crucial. Unlike conventional ultrasonic waves, guided waves can achieve a greater inspection range by leveraging the structure of the vessels and exploiting the reflection and absorption behavior of the ultrasonic waves as they propagate over the structure (Fig. 1) [2]. Measurement using guided waves is conducted by sensors that act as transducers, emitting a pitch signal and capturing the catch signal (pitch-catch procedure) [3].

Various machine learning methods have been utilized to investigate guided waves. However, deep learning-based approaches often face challenges concerning interpretability and overfitting [4]. Qian et al. introduced a neural network based on Wav2Vec2.0 for defect localization in array ultrasonic testing and Structural Health Monitoring (SHM) [5]. Nevertheless, issues regarding the interpretability of neural networks persist.

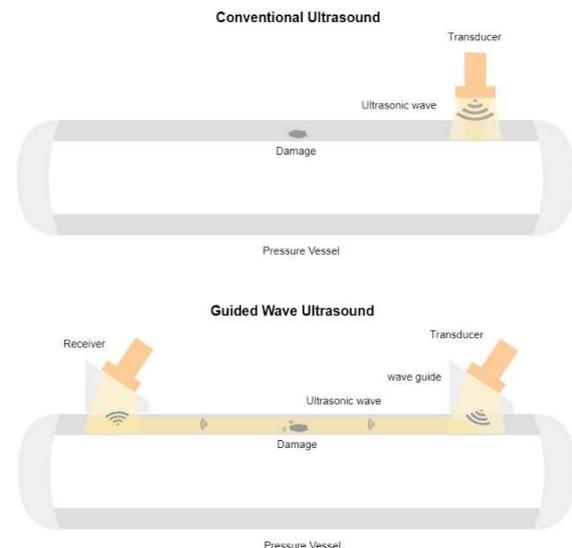


Fig. 1: comparing conventional ultrasound measurement procedure (top) and guided wave measurement (bottom)

In this study, the authors introduce a machine learning algorithm developed using a Matlab-based toolbox created at the Lab for Measurement Technology (LMT-Toolbox) [6]. This model involves benchmarking with several baseline subtraction calculation methods and subsequently applying available feature extraction methods. Then we used the

triangulation method [7] to create targets for the classification. The performed classification predicts those targets, that are used to recover the damage location. Consequently, the authors achieved a model accuracy of nearly 96.5%.

**Experimental Setup**

To test and validate the developed ML algorithm, we utilized data acquired by the Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM) in Berlin (Fig. 2).

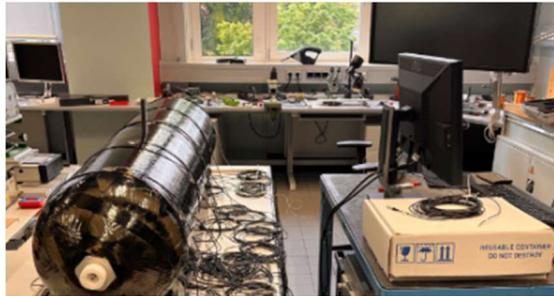


Fig. 2: Measurement setup conducted on pressure vessel by BAM

In the conducted experiment, a Composite Overwrapped Pressure Vessel (COPV) of type AH350-70-4 and manufactured by NPROXX, containing hydrogen, was equipped with a network of 15 sensors (Fig. 3), which served simultaneously as transducers and receivers. Ultrasonic guided waves [2] were emitted and recorded using the pitch-catch procedure [3] with a Verasonics Vantage 64 LF measurement system. As a result, eight experiments and 105 sensor paths per experiment were recorded. This was conducted under a constant temperature of 20°C and a pitch frequency of 130 kHz, as it is suitable for detecting damages down to 4.5 cm, which covers the size of the attached damages.

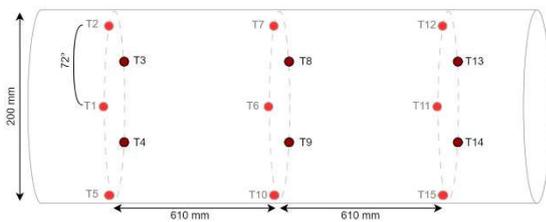


Fig. 3: Arrangement of transducers on pressure vessel where no damage has been induced yet. This setup is utilized to record baseline data

Initially, baseline data were recorded, followed by a set of reversible damages simulated by glued weights of 513g marked as a green dot and 330g marked as a blue dot (Fig. 4, Table 1).

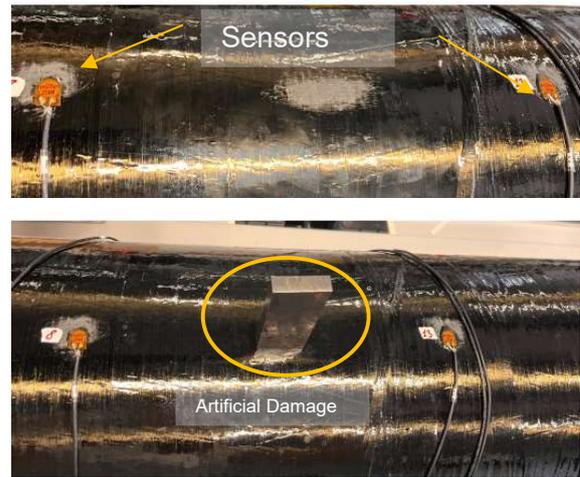
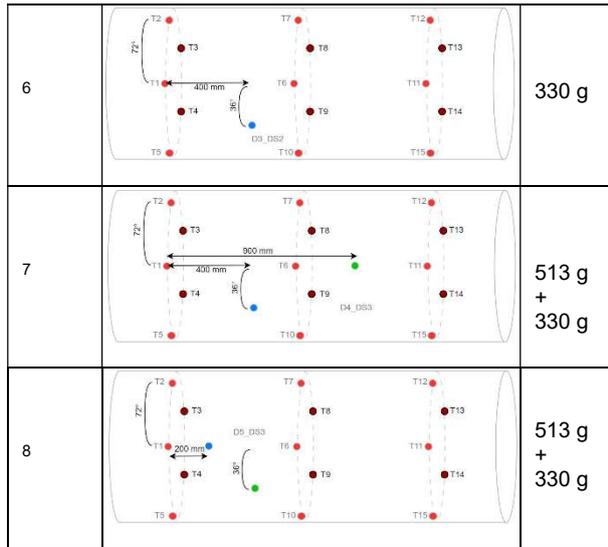


Fig. 4: Scenario involving an undamaged pressure vessel and a scenario featuring a pressure vessel with artificially induced damage

A combination of 8 experiments was then investigated, as shown in Table 1, which details the different damage locations and weights for all performed experiments.

Table 1: various artificial damage experiments to investigate ultrasonic guided wave propagation in the pressure vessel

| Damage ID | Damage Location | Weight |
|-----------|-----------------|--------|
| 1         |                 | 513g   |
| 2         |                 | 330g   |
| 3         |                 | 513g   |
| 4         |                 | 330g   |
| 5         |                 | 513g   |



### Approach Description

The developed ML algorithm is based on two key points.

Firstly (Section A.), it involves extracting features that accurately describe the ultrasonic waves in the presence of damage. This process includes calculating element-wise signal subtraction, optionally applying a signal envelope, and then using conventional feature extractors to reduce dimensionality.

Secondly (Section B.), it entails labeling the extracted features with targets that provide a more accurate description of the damage location based on ellipsoid triangulation. Training the ML algorithm with these targets aids in predicting the position of any existing damage.

The entire pipeline of this ML approach is illustrated in Figure 5.

#### A. Extracting the features

To find a suitable model for damage detection on pressure vessels, the approach involves benchmarking different methods for calculating baseline subtraction (Table 2). Subsequently, various feature extraction methods (Table 3) are applied to the baseline subtraction.

Baseline subtraction is a common procedure in the analysis of ultrasonic waves, enabling the identification of reflection and absorption caused by damages in the setup under analysis [8].

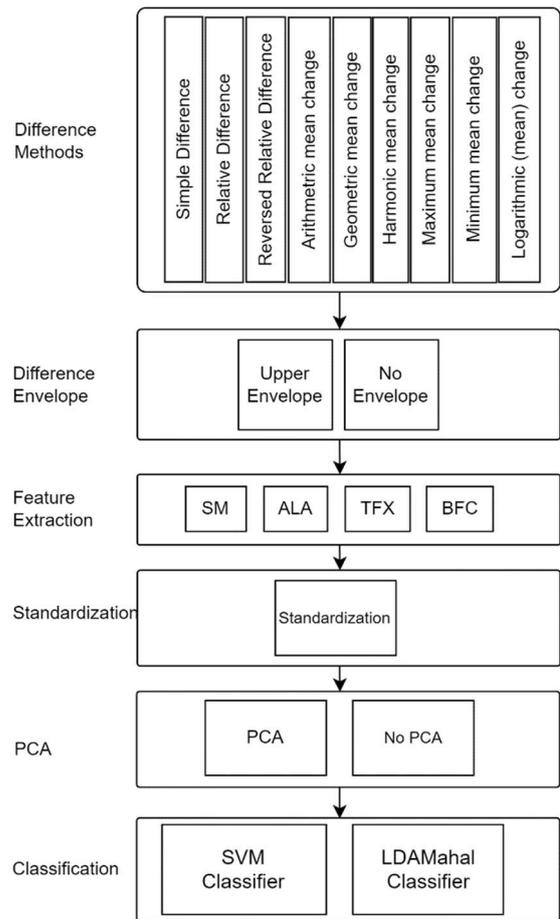


Fig. 5. Schematic describing the signal methods flow, where always one method is picked for each step. As an example, a flow can as follows: Relative Difference → Upper envelope → ALA → Standardization → SVM Classifier

Table 2 Various relative difference method used to calculate baseline subtraction has being proposed in the study [9]. Elementwise damaged signal is noted as  $d(t)$  while  $b(t)$  represents the elementwise baseline signal

| Difference method            | Formula  |
|------------------------------|--|
| Simple Difference            | $d(t) - b(t)$                                  |
| Relative Difference          | $(d(t) - b(t))/d(t)$                           |
| Reversed Relative Difference | $(d(t) - b(t))/b(t)$                           |
| Arithmetic mean change       | $(d(t) - b(t))/((d(t) + b(t))/2)$              |
| Geometric mean change        | $(d(t) - b(t))/\sqrt{d(t) * b(t)}$             |
| Harmonic mean change         | $(d(t) - b(t)) * (d(t) + b(t)) / 2d(t) * b(t)$ |
| Maximum mean change          | $(\frac{d(t)}{b(t)} - 1) / \max(1, d(t)/b(t))$ |
| Minimum mean change          | $(\frac{d(t)}{b(t)} - 1) / \min(1, d(t)/b(t))$ |
| Logarithmic (mean) change    | $(\ln(d(t)) - \ln(b(t)))$                      |

Table 3: Methods used to build the presented algorithm. Each pre-processing method is used separately with the rest of signal flow

| Methods [7] |  |
|-------------|--|
|             | <b>Feature Extraction</b>  |
| SM          | Statistical Moments  |
| ALA         | Adaptive Linear Approximation  |
| TFX         | Time Frequency Extractor   |
| BFC         | Best Fourier Coefficients  |
|             | <b>Classification</b>  |
| LDAMahal    | Linear Discriminant Analysis transformation and classification based on Mahalanobis Distance |
| SVM         | Support Vector Machines  |

Typically, the baseline subtraction involves computing the simple difference between the baseline and the measured signal. In this study, the authors also explored relative difference methods, as listed in [9]. While the simple difference entails elementwise subtraction of time series, a relative difference considers the scale of the values being compared in an elementwise manner. It involves dividing the simple difference by a reference value. Previous studies have solely examined the simple difference [10]. This standardization approach helps avoiding unwanted effects when amplitudes are too large, enhancing the robustness of the process of subtracting the baseline from the damaged signal in terms of isolating reflections or absorption caused by a present damage.

Some adaptations were made to these methods to address undefined states, such as division by zero. When the denominator is zero, it is set to one to obtain an equivalent value to the simple difference. Additionally, to prevent result distortion, any absolute value of the denominator that is less than one was set to one. This adjustment prevents large signal difference amplitudes resulting from division by very small numbers, ensuring that the results are not worse than those obtained with a simple difference.

Subsequently, a further processing step involves calculating the upper envelope, as it provides a concise description of the isolated signal shape, simplifying the signal and aiding in accurate calculations, particularly in Time of Flight procedures for damage localization [11].

Following this, we explored various feature extraction methods (Fig. 5 and Table 3). The used parameters for segmenting the signals are listed in Table 4.

Table 4: Feature extraction parameters used for segmentation

| Feature Extraction | Segmentation Parameters |
|--------------------|-------------------------|
| SM                 | [10,15]                 |
| ALA                | [40,70,100]             |
| TFX                | [(1,20),(1,60),(1,100)] |
| BFC                | [40,70,100]             |

Subsequently, standardization is performed as the further classification method (SVM) is sensitive to it. Then, applying principal component analysis (PCA) is tested [12], as it helps in class separation by changing the weighting of the scattering. The final step involves training the LDA-Mahal or SVM classifier (Table 3). Therefore, the approach investigates a total of 576 algorithms and compares their performance with each other.

### B. Targets preparation

The training step is based on the ellipsoid method [7]. Each transducer/receiver pair is labeled based on its ellipsoidal distance from the damage. The label is calculated as the ratio  $\beta$  of the direct path ( $c$ ) to the indirect path ( $a+b$ ). The direct path represents the shortest distance between a transducer and a receiver, while the indirect path corresponds to the ultrasonic wave reflected by the damage (see Fig. 6). Once the classifier retrieves the ratio, the damage can be localized as the intersection of multiple ellipsoids.

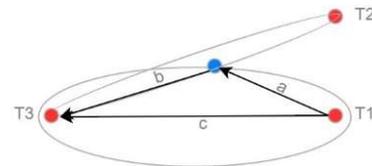


Fig. 6. The ellipsoid distance is described by the ratio of the direct path distance ( $c$ ) to the sum of the indirect path distances ( $a+b$ ). The blue dot shows the damage position

Essentially, a  $\beta$ -ratio between 1 and 0.90 indicates damage positions relevant to transducer-receiver pairs as used by the RAPID algorithm introduced in [13]. Therefore, we utilized the ratio interval from 1 to 0.90 to include only neighboring sensor pairs in proximity to the damage.

To construct classes suitable for training classification, we divided the interval [1, 0.90] into 10 classes. The class closer to 1 intentionally spans a smaller range (from 1 down to 0.995) to accurately represent damages lying in the direct path between the transducer and receiver pair. On the other hand, sensor pairs are labeled with a value of zero and are not

considered when their  $\beta$ -ratio to the damage is less than 0.9 (Table 5).

Table 5 quantization used for labeling sensor paths based on ratio of direct path to indirect path between transducers and receivers

| Ellipsoid ratio intervals | Quantization value / Labeling | Percentage of observations per class |
|---------------------------|-------------------------------|--------------------------------------|
| (0.995 , 1]               | 10                            | 2.38                                 |
| (0.98 , 0.995]            | 9                             | 2.50                                 |
| (0.97 , 0.98]             | 8                             | 1.79                                 |
| (0.96 , 0.97]             | 7                             | 0.48                                 |
| (0.95 , 0.96]             | 6                             | 0.48                                 |
| (0.94 , 0.95]             | 5                             | 0.00                                 |
| (0.93 , 0.94]             | 4                             | 0.47                                 |
| (0.92 , 0.93]             | 3                             | 0.36                                 |
| (0.91 , 0.92]             | 2                             | 0.00                                 |
| (0.90 , 0.91]             | 1                             | 0.71                                 |
| [0 , 0.90]                | 0                             | 90.83                                |

### Model Validation

The ML model validation was conducted using Leave-One-Group-Out Cross-Validation (LOGOCV), where each left-out group represents sensor pair signal data from all eight experiments. This involves splitting the dataset into 105 groups. While 104 groups are used for training the model, the remaining one group is left out for testing and validation. Each group comprises a set of 8 pitch-catch signal collected during the eight experiments (Table 1). This procedure enables testing the model's robustness against changes in sensor position, focusing on features that describe the presence of damage rather than features that describe sensor positions.

### Best Model

To identify a suitable model for damage detection, we compared the performance of 576 algorithms, covering all possible combinations illustrated in Fig. 5. The best model achieved an accuracy of 96.55% (Table 6). Notably, applying the following algorithm leads to the best result: raw signal  $\rightarrow$  simple difference  $\rightarrow$  signal envelope  $\rightarrow$  ALA feature extractor with 70 segments  $\rightarrow$  standardization  $\rightarrow$  SVM classifier

Table 6: Listing of the top 15 algorithms with the highest accuracy based on the difference method. The classification method used consists of SVM, as LDA did not give significant results

|                   | Difference method | Use of Signal envelope | Feature extraction methods | Segmentation Width | Use of PCA | Accuracy % |
|-------------------|-------------------|------------------------|----------------------------|--------------------|------------|------------|
| Simple Difference | Yes               | ALA                    | 70                         | No                 | 96,55      |            |
| Simple Difference | Yes               | ALA                    | 100                        | No                 | 95,71      |            |

|                        |     |     |     |     |       |
|------------------------|-----|-----|-----|-----|-------|
| Simple Difference      | Yes | ALA | 40  | Yes | 95,48 |
| Simple Difference      | Yes | ALA | 40  | Yes | 95,12 |
| Simple Difference      | Yes | ALA | 70  | Yes | 95,00 |
| Simple Difference      | No  | ALA | 100 | No  | 94,52 |
| Geometric mean change  | No  | ALA | 40  | No  | 92,02 |
| Geometric mean change  | No  | ALA | 70  | No  | 92,02 |
| Geometric mean change  | No  | ALA | 100 | No  | 91,90 |
| Geometric mean change  | Yes | ALA | 40  | No  | 91,55 |
| Arithmetic mean change | Yes | ALA | 100 | No  | 91,55 |
| Geometric mean change  | No  | ALA | 70  | No  | 91,55 |
| Geometric mean change  | No  | ALA | 40  | Yes | 91,55 |
| Geometric mean change  | No  | ALA | 70  | Yes | 91,43 |
| Arithmetic mean change | No  | ALA | 40  | Yes | 91,31 |

### Result Visualization

As explained in the Model Design chapter, the classifier predicts the quantized  $\beta$ -ratios as listed in Table 5. Therefore, visualizing the predicted damage involves mapping the labels back to their  $\beta$ -ratios in reverse. This process is performed as shown in Table 7.

Table 7: Mapping used to transform Model labels to the corresponding  $\beta$ -ratios

| Predicted Labels | Recovered Ellipsoid Ratio |
|------------------|---------------------------|
| 10               | 0.999                     |
| 9                | 0.99                      |
| 8                | 0.98                      |
| 7                | 0.97                      |
| 6                | 0.95                      |
| 5                | 0.94                      |
| 4                | 0.93                      |
| 3                | 0.92                      |
| 2                | 0.91                      |
| 1                | 0.90                      |
| 0                | no ellipsoid              |

Following that, the predicted damage location is determined by the intersection of the ellipsoids plotted using their  $\beta$ -ratios. The centroid of the intersection area with the highest amplitude is then marked with a pink dot, labeling the recovered damage localization (see Fig. 7, Fig. 8, Fig. 9 showing the best model selection). In the other hand the green plus symbol represents the position of the actual glued damage. The deviation between the real damage position and predicted average damage position was less than 23 mm for the best model selection. Furthermore, detecting multiple damages is also possible, as shown in Fig. 10.

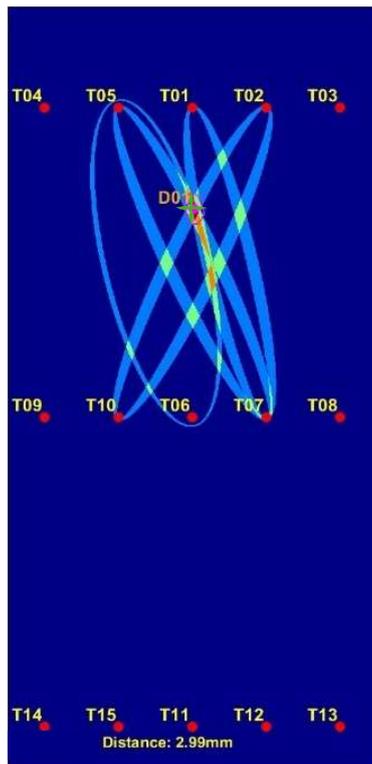


Fig. 7: Visualization of the damage predicted for experiment 1. Distance is the deviation of detection from real damage position

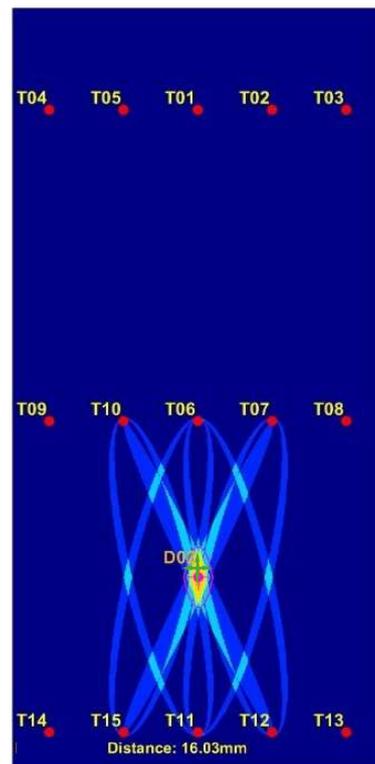


Fig. 9: Visualization of a damage located in the lower vessel region – Experiment 8

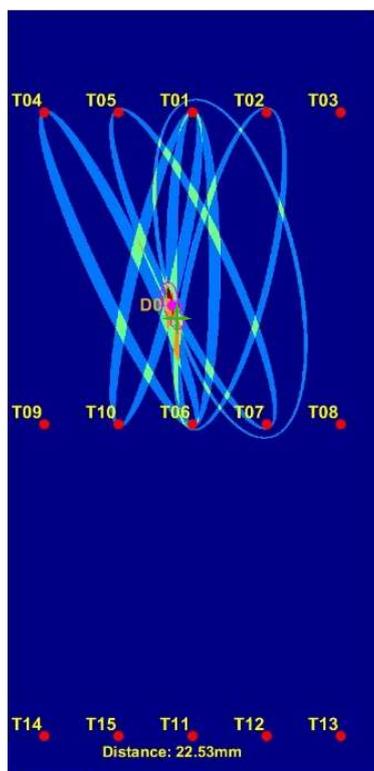


Fig. 8: Visualization of the damage predicted for experiment 4

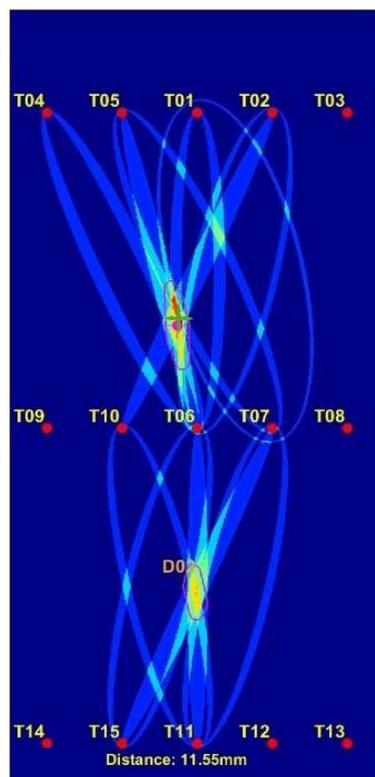


Fig. 10: Visualization of two damages located in the upper and lower vessel regions – Experiment 6

## Conclusion

The authors presented an ML algorithm that embodies the advantages of explainable machine learning [14], crucial for applications where traceability is essential. Therefore, weak points of the method can be easily spotted and resolved, starting by investigating the extracted features and finishing with the classification method used to determine its suitability for our case.

The developed method combination underwent testing of various baseline subtraction methods and subsequent application of feature extraction techniques. This was followed by a classification process to localize damages using the pre-trained model, resulting in an accuracy of nearly 96.5%. This result could suffer from overfitting, so it needs to be validated under different vessels and/or with different sensor numbers and sensor positions.

However, there are areas for further investigation. The quantization used to label the sensor pairs requires further exploration. Additionally, the range of sensor pairs involved in damage detection needs to be explored, as pairs with a  $\beta$ -ratio less than 0.90 were not considered. The best way to investigate this consists of using regression instead of classification.

## Acknowledgment

This paper acknowledges funding from the German Federal Ministry for Education and Research (BMBF) under grant number 03VP10464 for the project "Künstliche Intelligenz für das Ultraschall-Monitoring von Wasserstoff-Druckbehältern" (KIMono). The authors express their appreciation to the BMBF for their support and to the Federal Institute for Material Research and Testing (BAM), Berlin, Germany, for conducting the experiments.

## References

- [1] Shuangmiao Z.; Shaoping Z.; Shaojie C. & Bin Y.; Yong, L. Novel Defect Location Method for Pressure Vessel by Using L (0, 2) Mode Guided Wave. *Journal of Pressure Vessel Technology*. 2018. doi: 141. 10.1115/1.4039502
- [2] Zima, B.; Moll, J. Theoretical and experimental analysis of guided wave propagation in plate-like structures with sinusoidal thickness variations. *Archiv.Civ.Mech.Eng* 23, 34 (2023). <https://doi.org/10.1007/s43452-022-00564-9>
- [3] Zatar, W.A.; Nguyen, H.D.; Nghiem, H.M. Ultrasonic pitch and catch technique for non-destructive testing of reinforced concrete slabs. *J Infrastruct Preserv Resil* 1, 12 (2020). doi: 10.1186/s43065-020-00012-z
- [4] Capineri, L.; Bulletti, A. Ultrasonic Guided-Waves Sensors and Integrated Structural Health Monitoring Systems for Impact Detection and Localization: A Review. *Sensors* 2021, 21, 2929. doi: 10.3390/s21092929
- [5] Qian, L.; Liu, S.; Fan, G.; Liu, X.; Zhang, H.; Mei, Y.; Xing, Y.; Wang, Z., Damage localization method using ultrasonic lamb waves and Wav2Vec2.0 neural network. 2023. doi:10.3389/fmats.2023.1212909
- [6] Dorst, T.; Schneider, T.; Eichstädt, S.; Schütze, A. Uncertainty-aware automated machine learning toolbox - Technisches Messen, vol. 90, no. 3, 2023, pp. 141-153. doi: 10.1515/teme-2022-0042
- [7] Guo, J.; Zeng, X.; Liu, Q.; Qing, X. Lamb Wave-Based Damage Localization and Quantification in Composites Using Probabilistic Imaging Algorithm and Statistical Method. *Sensors* 2022, 22, 4810. doi:10.3390/s22134810
- [8] McKeon, P.; Yaacoubi, S.; Declercq, N.F.; Ramadan, S.; Yaacoubi, W.K. Baseline subtraction technique in the frequency-wavenumber domain for high sensitivity damage detection. *Ultrasonics*. 2014 Feb;54(2):592-603. doi: 10.1016/j.ultras.2013.08.010
- [9] Vartia, Yrjö O. (1976). Relative changes and index numbers. ETLA A 4. Helsinki: Research Institute of the Finnish Economy. ISBN 951-9205-24-1
- [10] Dawson, A.J.; Michaels, J.E.; Michaels, T.E. Isolation of ultrasonic scattering by wavefield baseline subtraction, *Mechanical Systems and Signal Processing*, 2016, Volumes 70–71, Pages 891-903, doi: 10.1016/j.ymssp.2015.09.008.
- [11] Salmanpour, MS.; Sharif Khodaei, Z.; Aliabadi, MH. Guided wave temperature correction methods in structural health monitoring, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2016. doi: 10.1177/1045389X16651155
- [12] Yang, K.; Kim, S.; Yue, R.; Yue, H.; Harley, J.B. Long-term guided wave structural health monitoring in an uncontrolled environment through long short-term principal component analysis. *Structural Health Monitoring*. 2022;21(4):1501-1517. doi: 10.1177/14759217211035532
- [13] Hua, J.; Lin, J.; Zeng, L., High-resolution damage detection based on local signal difference coefficient model. *Structural Health Monitoring*. 2015;14(1):20-34. doi:10.1177/1475921714546060
- [14] Schnur, C.; Goodarzi, P.; Lugovtsova, Y.; Bulling, J.; Prager, J.; Tschöke, K.; Moll, J.; Schütze, A.; Schneider, T. Towards Interpretable Machine Learning for Automated Damage Detection Based on Ultrasonic Guided Waves. *Sensors* 2022, 22, 406. doi: 10.3390/s22010406

# Comparative analysis of PAM fluorometer detector circuits

*Samaneh Baghbanj, Uygur Akkoc, Thomas Schaechtle, Till Steinmann, Jan Helmerich,  
Stefan J. Rupitsch*

*Department of Microsystems Engineering – IMTEK, University of Freiburg, Germany*

## Abstract

Measuring the quantum yield's efficiency of photosystem II ( $\Phi_{\text{PSII}}$ ) allows to noninvasively monitor the photosynthetic activity in plants and indicate their health or stress. However, measuring  $\Phi_{\text{PSII}}$  with the pulse amplitude modulation (PAM) technique faces different challenges. The main challenge copes with finding the balance between sensitivity and dynamic range in the chlorophyll fluorescence detector circuit. Because when measurements take place in the field, the detector should reveal fluorescence changes by modulated light in a wide range of light intensities. This contribution presents two different electronic read-out circuits for the fluorescence detection: (i) transimpedance amplifiers, and (ii) switched integrators.  $\Phi_{\text{PSII}}$  is calculated for the leaves of a houseplant *Ficus benjamina* in dark and ambient light up to  $300 \mu\text{mol}/\text{m}^2\text{s}$  with a laboratory setup. The  $\Phi_{\text{PSII}}$  values exhibit more than 81 % match with those reported by a commercial PAM fluorometer. Further developments of the sensor for measuring in a wide range of ambient light with these two approaches are also discussed.

**Keywords:** Chlorophyll fluorescence, Quantum yield's efficiency, PAM fluorometer, Pulse amplitude modulation, Transimpedance amplifier, Switching integrator, PIN photodiode.

## Introduction

Plants use light to convert carbon dioxide into carbohydrates through photosynthesis. This process happens in two main stages: (i) the light reaction centers capture and convert light energy into chemical energy and (ii) this energy is used to transform carbon dioxide into carbohydrates, which serve as crucial sources for growth and metabolic functions within the plants [1]. However, a portion of the absorbed energy dissipates as heat or re-emits as chlorophyll a fluorescence. Measuring chlorophyll a fluorescence provides detailed information on processes inside a photosynthetic organism and how efficiently it can convert the energy. This helps biologists to draw conclusions about plant's health or stress [2]. The intensity of chlorophyll a fluorescence corresponds to the reaction centers of photosystem II (PSII). The excitation energy from a photon absorbed by PSII releases an electron in its reaction center and the energy from a second photon will move the electron through photosystem I [3]. Based on this phenomenon, the quantum yield efficiency of photosystem II is used to quantify the plants photo physiological state and is given by

$$\Phi_{\text{PSII}} = \frac{F'_m - F}{F'_m}, \quad (1)$$

where  $F'_m$  is the maximum fluorescence and  $F$  is the variable fluorescence in the light exposed leaves [4].

To separate the ambient light from the plant's fluorescence light, the fluorescence excitation light should be modulated [5]. The maximum fluorescence  $F'_m$ , is achieved by applying a strong light pulse, referred to as the saturation pulse, which can close all the reaction centers of the leaf and lead to a maximum fluorescence level. To measure the variable fluorescence, PAM fluorometers use short and weak pulses of light called measuring light, so as not to influence the physiological state of the photosystem. The  $F$  value donates the difference between the fluorescence light with the measuring light and without it.

The challenge of measuring  $\Phi_{\text{PSII}}$  is the acquisition of a fluorescence signal under different levels of the ambient light, which requires a fast and sensitive detector circuit. In recent years, several studies have been investigating the development of a low-cost device to achieve this goal. Reimer et al, developed a low cost, small size and energy efficient chlorophyll fluorescence sensor based on pulse amplitude modulation method [6]. Bates et al. used a programmable gain transimpedance amplifier for an Open-JIP chlorophyll fluorometer based on the Kautsky induction curve [7]. When using the

transimpedance amplifier with a very high gain, the unstable state of the operational amplifier needs to be addressed by placing a capacitor parallel to the gain resistor. The drawback of using this capacitor is an increase in the rise time proportional to the multiplication of the gain and the capacitor value. For a specific range of light intensities, the gain and damping capacitor value can be optimized. However, once the gain changes, an adjustment of the damping capacitor is required and an analog to digital conversion shall only take place once the signal is sufficiently settled which affects the overall evaluation time. Haidekker et al. used switching integrators in combination with an avalanche photodiode for measuring fluorescence changes in a PAM fluorometer with a laser diode as the light source [8]. They could measure the fluorescence changes during the measuring light and within 3 milliseconds after the termination of saturation pulse, which resulted in an underreporting  $F'_m$  value. Within this contribution, we apply these two circuits for converting the fluorescence light into voltage and evaluating their performance for further developments of the sensor application in the field.

## Materials and methods

### Optical setup

The schematic of the optical setup used for our experiments is shown in Fig. 1. The chlorophyll a fluorescence absorbs red and blue spectrums of light and emits fluorescence between 650 nm and 750 nm. we have chosen a red LED (LED635L, Thorlabs) with a peak wavelength of 635 nm and a half viewing angle of  $7^\circ$  as a light source. This LED provides both the measuring light and saturation pulse.

Since the fluorescence excitation and emission are in the same spectrum, optical elements are needed to separate them. We have utilized a short pass filter on top of the LED, which filters wavelengths greater than 660 nm. Since the path of excitation light is the same as the path of emission light in our optical setup, a dichroic mirror reflects the wavelengths smaller than 685 nm and passes the wavelengths greater than this value. A PIN photodiode (BPW24R, Vishay), which has a high photosensitivity, fast response time and large linear range is applied as the photodetector. The photodiode is also protected by a long pass filter with a cutoff wavelength of 700 nm to ensure that it only receives the fluorescence light. In addition to the filter set, a Plano-Convex lens with a focal point of 25 mm is utilized to focus the excitation light on the leaf surface and one more to focus

the fluorescence light on the photodiode surface.

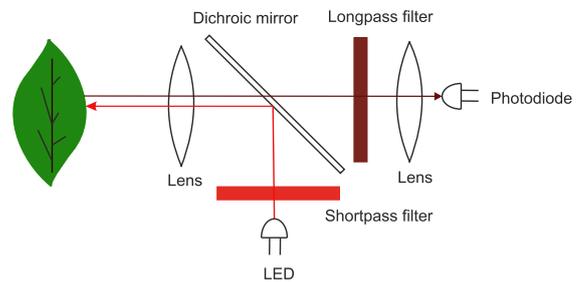


Figure 1: Optical setup for measuring chlorophyll a fluorescence

### Pulse control

The fluorescent excitation light needs to be modulated to allow for the distinction between the excitation fluorescence itself and the ambient light along with the fluorescence caused by the ambient light. When a fluorescence measurement is initiated, the microcontroller (Apollo 3 blue) will send the signal to the LED driver to switch the LED on and off for the measuring light and the saturation pulse. The measuring light is applied for 4 s, followed by a saturation pulse of 0.5 s to measure variable fluorescence and maximum fluorescence in succession. In our experiments, measuring light comprises 50  $\mu$ s flashes of light applied at a 10 Hz interval, which yields an intensity equal to 0.1  $\mu$ mol/m<sup>2</sup> s. The saturation pulse is a high amplitude modulated pulse with a frequency of 100 Hz and a duty cycle of 95 % that results in an intensity equal to 5000  $\mu$ mol/m<sup>2</sup> s. The same microcontroller controls the accurate timing for the Hold, Reset and Select Switch of the switching integrator.

### Chlorophyll a fluorescence readout circuitry

Two different approaches, (i) transimpedance amplifiers (TIA) and (ii) switching integrators are used as the analog front end in the current conversion of near-infrared fluorescence light. The analog circuitry of the TIA configuration is shown in Fig. 2.

To amplify the chlorophyll a fluorescence signal, an operational amplifier (AD8615, Analog Devices) is chosen due to its low input bias, low current noise, and high bandwidth. The feedback resistor  $R_1$  determines the amplifier gain and the capacitor  $C_1$  guarantees the stability of the operational amplifier. The photodiode is used in photoconductive mode with a -5 V bias voltage for a fast response and

linear output with respect to illumination. Due to the sensitivity of the detector circuit, a 9 V battery with linear voltage regulators supplies  $\pm 5$  V. To ensure that the operational amplifier operates in its linear range, a small bias voltage derived from the positive supply, is applied to the non-inverting input. This will prevent the output from saturating at the negative supply rail when there is no current.

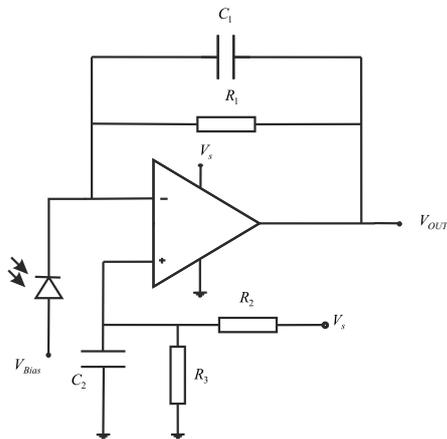


Figure 2: Transimpedance amplifier as fluorescence pre-amplifier.

In the second approach for converting the fluorescence current signal into a voltage signal, a switching integrator is utilized. Compared to transimpedance amplifiers, integration circuits are more complex. The Burr-Brown ACF2101 IC provides two integrators in one IC which fits our application the best. Fig. 3 shows the schematic of the switching integrator's circuitry for integrating chlorophyll fluorescence current signal. Each integrator includes a Hold Switch to let the input current flow through the integrator, a Reset Switch to discharge the integration capacitor before the start of a new integration period, and two Select Switches to multiplex the outputs when multiple integrators are connected to a common bus. All switches are controlled by the microcontroller with timer-controlled intervals. The integrator's output voltage is determined by

$$V_{OUT} = \frac{I_{IN}\Delta T}{C_{INT}}, \quad (2)$$

where  $I_{IN}$  is the input current,  $\Delta T$  is the integration time and  $C_{INT}$  is the integration capacitance. The IC includes a precise internal 100 pF capacitor, and operates from supplies 5 V and -15 V and the output voltage integrates negatively toward -10 V. Compared to the transimpedance amplifiers where the feedback resistor determines the gain and the sensitivity, switching integrators have innate gain proportional to the integration time and integrator's capacitor. Therefore, changing the

integration duration in the microcontroller, enables us to easily adjust the gain and extend the dynamic range. Since the IC provides two integrators and we are interested in fluorescence changes, one part of the IC can integrate the area under the curve when there is no excitation pulse and the other part will integrate when an excitation pulse exists in a rapid succession. This provides us with the area under the curve for constant fluorescence in one output and constant fluorescence plus modulated fluorescence in the other output. Subtracting these values results in the fluorescence changes with respect to the modulated light.

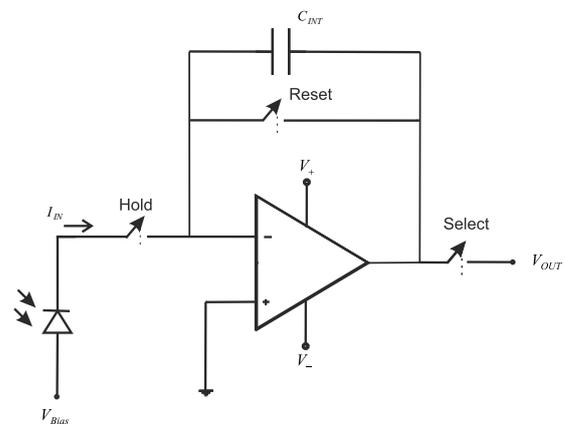


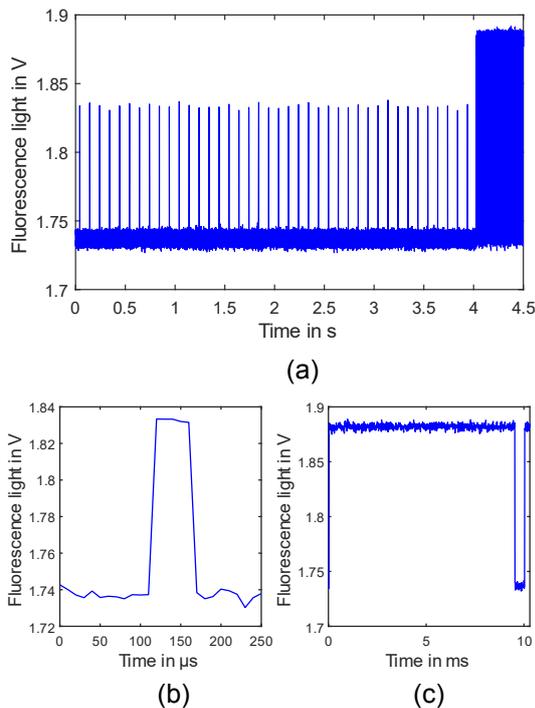
Figure 3: Schematic of the switching integrator's circuitry.

## Results

Fig. 4 (a) shows the response of a Ficus benjamina leaf to emitting 4 s measuring light and 0.5 s saturation pulse in a constant ambient light equal to  $300 \mu\text{mol}/\text{m}^2\text{s}$  with a transimpedance amplifier. Figure 4 (b) and (c) zoom in how fluorescence changes with respect to the measuring and saturation pulses. As shown, plants are quite fast in responding to the light changes. Ambient light causes an offset value proportional to its intensity and when a measuring pulse switches on and off, fluorescence value will change accordingly. Variable fluorescence  $F$  denotes the change in fluorescence, between the state where no measuring light is applied to a leaf and the one where it is applied. Meanwhile, a saturation pulse is a strong pulse, which closes all the reaction centers of a leaf for a short time and leads to the maximum fluorescence changes  $F'_m$ . We are interested in fluorescence changes with respect to the measuring light and saturation pulse to calculate  $\Phi_{PSII}$ .

The dynamic of the fluorescence signal shows that when the ambient light has higher intensity, the fluorescence changes will be smaller and

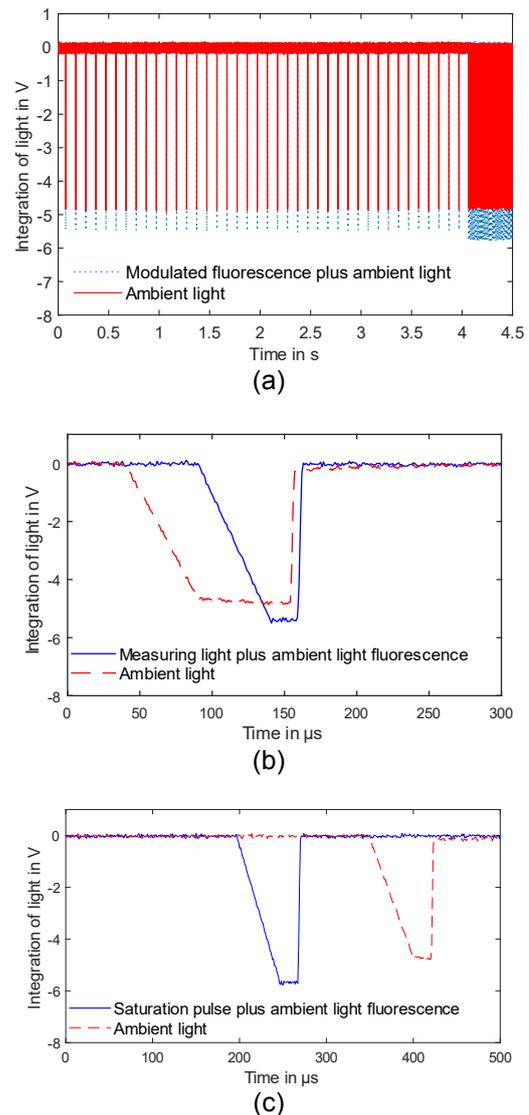
we need a more sensitive detector. On the other hand, increasing the gain of the amplifier to improve its sensitivity results in a large DC offset, which cannot be removed fast by a high pass filter and increases the settling time of the output. The equivalent current of this DC offset value can reach up to  $100\ \mu\text{A}$  while the fluorescence changes are in  $\text{nA}$  range. Finding a balance between sensitivity and fast response time is a challenge in chlorophyll fluorescence detection based on the PAM method.



**Figure 4:** (a) Chlorophyll *a* fluorescence measured with a transimpedance amplifier. (b) Fluorescence changes during the measuring light. (c) Fluorescence changes during the saturation pulse.

Fig. 5 (a) shows the results of measuring chlorophyll *a* fluorescence with the switching integrator for the same leaf and the same ambient light. Fig. 5 (b) depicts the integration of ambient light for  $50\ \mu\text{s}$  before applying a measuring light and  $50\ \mu\text{s}$  duration of the measuring light. In both cases, the output holds the integration value for a few microseconds and then resets the integrator output. Subtracting these two values yields the variable fluorescence  $F$ . The same integration timing repeats for the whole duration of measuring light. Figure 5 (c), shows the integration result for the saturation pulse. Due to the high intensity and large duty cycle (95 %) of the saturation pulse, integrating its induced fluorescence for the duration of the entire pulse is not possible. We have decreased the integration time to

avoid saturating the integrator to its negative rail. Controlling the gain with the integration time results in an extension of the dynamic range. For each saturation pulse, we integrate from the fluorescence light  $50\ \mu\text{s}$  at the end of the pulse to ensure it has reached its maximum value and integrate ambient light  $100\ \mu\text{s}$  after the saturation pulse turns off to ensure that the fluorescence value has decreased to the ambient light fluorescence. The integration time of ambient light is also  $50\ \mu\text{s}$  in this case. Subtracting these two values yields the maximum fluorescence  $F'_m$ . The same procedure repeats for the whole duration of the saturation pulse.



**Figure 5:** (a) Integration of Chlorophyll *a* fluorescence light. (b) Integration of light before and during the measuring light. (c) Integration of light during and after saturation pulse.

Fig. 6 shows the calculated  $\Phi_{PSII}$  values with both approaches and reported values of a commercial device for *Ficus benjamina* leaf under dark-adapted conditions and ambient light intensities equal to 150  $\mu\text{mol}/\text{m}^2\text{s}$  and 300  $\mu\text{mol}/\text{m}^2\text{s}$ . Results indicate that the measurements with both circuitries match the reported  $\Phi_{PSII}$  by the commercial device more than 81 %.

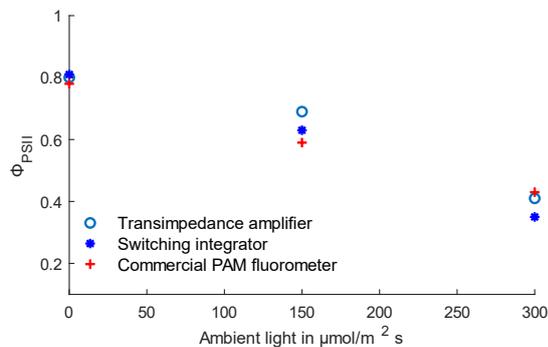


Figure 6: Reported  $\Phi_{PSII}$  by detector circuits and the commercial device.

## Conclusion

We measured chlorophyll a fluorescence with two different circuits, transimpedance amplifiers and switching integrators. Calculated  $\Phi_{PSII}$  for both have accuracy greater than 81 % compared to the measurements of a commercial PAM fluorometer. To develop the sensor further for autonomous measuring in the field, iterative design optimizations should be considered for each method to ensure sensitivity and response time of detector. In detectors based on transimpedance amplifiers, the feedback resistor and capacitor should be adjusted in different levels of ambient light intensity. The DC level of the ambient light should be measured in advance and be subtracted from the measured fluorescence in an analog stage. To ensure response time and sensitivity, amplifying the fluorescence changes is preferred over amplifying the entire signal with a large gain. On the other hand, the switching integrator BURR-BROWN ACF2101 IC features a dual integrator, which allows a direct analog subtraction by feeding the outputs of the two integrators into a differential amplifier and canceling the DC offset. Meanwhile, the fluorescence changes can be amplified without the risk of saturating the amplifier and extending the dynamic range of the detector circuitry. Developing the sensor with this IC will need less electronic components while the gain can be modified in software by changing integration time or using an external capacitor.

## References

- [1] J.S. Amthor, *New Phytologist* 188(4), 939-959, 2010. From sunlight to phytomass: on the potential efficiency of converting solar radiation to phyto-energy. doi:10.1111/j.1469-8137.2010.03505.x
- [2] H.K. Lichtenthaler, Springer, Dordrecht, 129–142, 1988, In *Vivo Chlorophyll Fluorescence as a Tool for Stress Detection in Plants*. In: Lichtenthaler, H.K. (eds) *Applications of Chlorophyll Fluorescence in Photosynthesis Research, Stress Physiology, Hydrobiology and Remote Sensing*. doi:10.1007/978-94-009-2823-7\_16
- [3] L. Duysens, H. Sweers, *Microalgae and photosynthetic bacteria*, 353–372, 1963, Mechanism of two photochemical reactions in algae as studied by means of fluorescence.
- [4] B. Genty, J.-M Briantais, N.R.Baker, *Biochim. Biophys. Acta (BBA)-Gen. Subj.* 990 (1), 87–92 (1989). The relationship between the quantum yield of photosynthetic electron transport and quenching of chlorophyll fluorescence. doi: 10.1016/S0304-4165(89)80016-9
- [5] U. Schreiber, Springer, 279–319, 2004. Pulse-amplitude-modulation (PAM) fluorometry and saturation pulse method: an overview. In: Papageorgiou, G.C., Govindjee (Eds.), *Chlorophyll a Fluorescence*. doi: 10.1007/978-1-4020-3218-9\_11.
- [6] J. Reimer, S. Stöcklin, L. M. Comella, P. Woias, C. Werner, L. Reindl, and S. J. Rupitsch, *Technisches Messen*, vol. 88, pp. 773–784, 2021, An autonomous and wireless pulse-amplitude modulated chlorophyll fluorometer. Doi: 10.1515/teme-2021-0104
- [7] H. Bates, A. Zavafer, M. Szabó, P.J. Ralph, *Photosynth. Res.* 142 (3), 361–368 (2019). A guide to Open-JIP, a low-cost open-source chlorophyll fluorometer. doi: 10.1007/s11120-019-00673-2
- [8] M.A. Haidekker, K. Dong, E. Mattos, M.W. van Iersel, *Computers and electronics in agriculture* 203, 107438, 2022. A very low-cost pulse-amplitude modulated chlorophyll fluorometer. doi:10.1016/j.compag.2022.107438.

# Differenzierung von Lebensmitteln und Kunststoffen durch FD-FLIM

*Nina Leiter<sup>1</sup>, Maximilian Wohlschläger<sup>1</sup>, Martin Versen<sup>1</sup>, Martin Löder<sup>2</sup>, Christian Laforsch<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>*Technische Hochschule Rosenheim, Hochschulstr. 1, 83024 Rosenheim, Deutschland*

<sup>2</sup>*Universität Bayreuth, Universitätsstr. 30, 65447 Bayreuth, Deutschland*

## Zusammenfassung

Die Lebensmittelindustrie steht vor Herausforderungen durch die Verunreinigung von Lebensmitteln mit Fremdkörpern, was zu finanziellen Verlusten und Imageschäden führen kann. Aktuelle Methoden wie Röntgeninspektion sind nicht ausreichend, um Kunststoffe zu erkennen. Eine vielversprechende Alternative ist die FD-FLIM Methode, die eine Unterscheidung von Kunststoffen und Lebensmitteln über deren spezifische Fluoreszenzabklingzeit ermöglicht. Deshalb wurden die Fluoreszenzeigenschaften von Lebensmitteln und Kunststoffen untersucht. Die Ergebnisse zeigen vielversprechende Unterschiede, insbesondere bei der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit. Diese Erkenntnisse bilden eine Basis für die Entwicklung automatisierter Klassifikationsverfahren zur Fremdkörpererkennung in Lebensmittelprozessen über die Fluoreszenzabklingzeit. Zukünftige Forschung sollte sich auf die Automatisierung von FD-FLIM, die Erweiterung des Probenumfangs und die Verbesserung der Klassifikationsgenauigkeit konzentrieren, um eine Anwendbarkeit in der Lebensmittelindustrie zu ermöglichen.

**Keywords:** Lebensmittel, Kunststoff, Fluoreszenz, FD-FLIM, Detektion

## Einleitung

In der Lebensmittelindustrie kommt es immer wieder zur Verunreinigung von Produktchargen durch Fremdkörper. Ursächlich hierfür sind unter anderem der Abrieb von Transportkisten und Förderbändern aus Kunststoff der Produktionsanlage sowie defekte Hygiene-Handschuhe von Mitarbeitern. Ein Rückruf von Produktionschargen geht stets mit erheblichen finanziellen Verlusten einher und verursacht darüber hinaus einen einschneidenden Imageschaden für Lebensmittelproduzenten. Auswertungen der Lebensmittelwarnungen in Deutschland des Bundesamtes für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (BVL) [1] im Zeitraum von 2011 bis 2022 zeigen, dass die Bereiche „Erzeugnisse aus Fleisch und Wurst“, „Getreide und Backwaren“ sowie „Milch und Milchprodukte“ am häufigsten durch Fremdkörper, insbesondere Kunststoffe, kontaminiert sind. Diese Verteilung korreliert auch mit den Statistiken des Europäischen Schnellwarnsystems für Lebensmittel und Futtermittel [2] im Zeitraum von 2017 bis 2022. Folglich ist ein Verfahren unabdingbar, welches die Fremdkörper in-Line detektiert, um finanziellen Verlust zu reduzieren und Imageschäden zu vermeiden.

Aus diesem Grund werden in heutigen Lebensmittelproduktionsstraßen bereits teilweise Röntgeninspektionssysteme eingesetzt [3]. Durch das abgeschirmte Röntgenfluoreszenzsystem können

Substanzen mit hoher Dichte, wie beispielsweise Metallspäne oder Schrauben identifiziert und anschließend aussortiert werden. Allerdings ist das Verfahren bei Materialien mit geringer Dichte und somit für die Detektion von Glas und Kunststoffe ungeeignet. Ein weiteres Verfahren basierend auf Radartechnik stellte das Fraunhofer-Institut im Jahr 2020 vor, mit welchem Glassplitter erkannt werden können [4]. Jedoch weisen die genannten Daten des BVL darauf hin, dass 31% der in der Statistik erfassten Fremdkörper aus Kunststoff bestehen, welche nicht in der Lebensmittelproduktion detektiert und identifiziert werden können.

In der Untersuchung von Wohlschläger [5] wurde nachgewiesen, dass die Methode der bildgebenden Fluoreszenzabklingzeitmessung im Frequenzbereich (FD-FLIM, eng.: Frequency-domain fluorescence lifetime imaging microscopy) eine Identifikation unterschiedlicher Kunststoffe und eine Unterscheidung dieser von natürlichen Materialien ermöglicht. In [6] konnten außerdem 14 Kunststoffe über das FD-FLIM verfahren in Kombination mit trainierten neuronalen Netzen unterschieden werden. Aus diesem Grund wird untersucht, ob mit FD-FLIM eine Unterscheidung von Kunststoffen und Lebensmitteln möglich ist und die innovative Methode dadurch einen Beitrag zur Lebensmittelsicherheit leisten kann.

### Theorie der Fluoreszenzabklingzeit

Materialien, die Autofluoreszenz aufweisen, reagieren auf Anregung mit einem charakteristischen Fluoreszenzsignal [7]. Wie von [8] weiter ausgeführt, ist zur Messung der Fluoreszenzabklingzeit eines Materials eine kontinuierliche und modulierte Anregung erforderlich, wenn die Fluoreszenzabklingzeit im Frequenzbereich gemessen wird. Die Anregung kann durch eine Fourier-transformierte Testfunktion wie eine sinusförmige oder rechteckige Schwingung bei einer definierten Modulationsfrequenz  $\omega$  erfolgen. Das Fluoreszenzsignal folgt der sinusförmigen/rechteckigen Anregung mit einer Phasenverschiebung  $\phi$ . Zusätzlich ist das Fluoreszenzsignal energieärmer und deshalb in seiner Amplitude gedämpft sowie in seinem Mittelwert verschoben. In Abb. 1 sind die Amplitude der Anregung  $B$ , die Amplitude der Fluoreszenzemission  $b$ , der Mittelwert der Anregung  $A$  und der Mittelwert der Fluoreszenzemission  $a$  sowie die Phasenverschiebung  $\phi$  schematisch dargestellt.

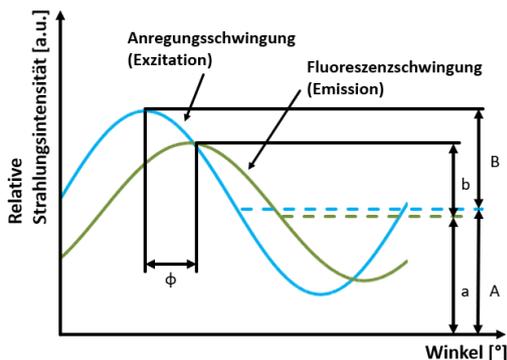


Abb. 1: Schematische Darstellung der Phasenverschiebung und der Amplitudendämpfung des Fluoreszenzsignals [8]

Wie in Gl. (1) dargestellt, wird über die Modulationsfrequenz  $\omega$  und die Phasenverschiebung  $\phi$ , die phasenabhängige Fluoreszenzabklingzeit  $\tau_{PH}$  berechnet [7]:

$$\tau_{PH} = \frac{\tan(\phi)}{\omega} \quad (1)$$

Zur Berechnung der modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeit  $\tau_M$  über Gl. (2) ist der Modulationsindex  $M$  notwendig [7]:

$$M = \frac{(b/a)}{(B/A)} \quad (2)$$

Die modulationsabhängige Fluoreszenzabklingzeit  $\tau_M$  ergibt sich wie in Gl.

(3) dargestellt aus dem Modulationsindex  $M$  und der Modulationsfrequenz  $\omega$  [7]:

$$\tau_M = \frac{\sqrt{\frac{1}{M^2} - 1}}{\omega} \quad (3)$$

### Experimenteller Aufbau

Um die Fluoreszenzabklingzeiten von Kunststoffen und Lebensmitteln zu analysieren, wurde ein experimenteller Aufbau angelehnt an [8] verwendet. Dieser beinhaltet eine FD-FLIM-Kamera und eine Laser-Diode, welche an einem Mikroskop montiert sind (siehe Abb. 2). Die ausgewählte Laserdiode wird von der Kamera gesteuert und liefert ein sinusförmig/rechteckig moduliertes Anregungssignal. Als modulierte Anregungsquelle stehen drei Laser-Dioden mit Wellenlängen von 405 nm, 445 nm oder 488 nm zur Verfügung. Das Lichtsignal wird über den Strahleingang des Mikroskops auf die zu untersuchende Materialprobe gerichtet. Das zeitverschobene Fluoreszenzantwortsignal wird durch das x20-Objektiv erfasst und anschließend von den  $1004 \times 1008$  Fotodioden der FD-FLIM-Kamera detektiert, die oben auf dem Mikroskop angebracht ist. Anstatt der FD-FLIM-Kamera kann auch ein Minispektrometer als Detektor montiert werden, um die spektrale Fluoreszenzantwort aufzuzeichnen. In beiden Fällen werden zwei optische Filter verwendet, ein optischer Bandpassfilter, um die Bandbreite des Anregungslichts zu verengen, und ein optischer Langpassfilter, um Reflexionen und Streulicht im Emissionsweg zu blocken. Im Falle der Verwendung der FD-FLIM-Kamera wird der Messaufbau über eine Referenz mit einer definierten Abklingzeit von 3,75 ns kalibriert. Die gemessenen Daten werden von der Kamera über eine USB-Schnittstelle an den Computer übertragen. Die Daten der FD-FLIM Kamera bestehen aus je 5 Bildern welche die Fluoreszenzintensität, die Phasenverschiebung, den Modulationsindex sowie die phasen- und modulationsabhängige Fluoreszenzabklingzeit beinhalten. Diese Bilder werden als TIF-Dateien abgelegt. Die Daten des Minispektrometers werden in Exceltabellen gespeichert.

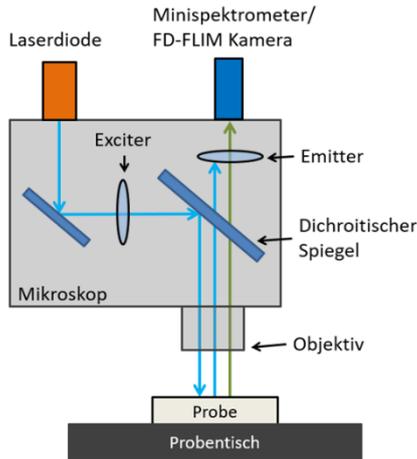


Abb. 2: Schematische Darstellung des experimentellen Messsystems zur Bestimmung von Fluoreszenzeigenschaften

### Kunststoff- und Lebensmittelproben

Im Rahmen der Untersuchung wurden die Fluoreszenzeigenschaften von Lebensmitteln und Kunststoffen, welche in der Lebensmittelindustrie zum Einsatz kommen, mittels FD-FLIM bestimmt. Hierzu wurde Aufschnitt von Salami, Schinken und Gouda sowie Zucker als Lebensmittelproben verwendet. Des Weiteren wurden eine transparente Kunststoff-Lebensmittelverpackung aus dem Einzelhandel, eine genormte E2-Eurokiste aus blauem PP-Kunststoff und ein blauer Nitril-Naturkautschuk-Handschuh analysiert. Nähere Informationen zu den untersuchten Materialien sind Tab. 1 zu entnehmen.

Tab. 1: Auflistung der untersuchten Lebensmittel- und Kunststoffproben

| Bezeichnung | Material   |
|-------------|--|
| Salami      | Lebensmittel, Geflügelsalami von Wildmann                          |
| Schinken    | Lebensmittel, Saftiger Krustenschinken von Hofmaier                |
| Gouda       | Lebensmittel, Gouda von Grünländer                                 |
| Zucker      | Lebensmittel, Rüberzucker von Südzucker                            |
| Verpackung  | Kunststoff, Einzelverpackung von Saftiger Krustenschinken Hofmaier |
| Handschuh   | Kunststoff, Nitril-Naturkautschuk blau                             |
| Eurokiste   | Kunststoff,  |

|  |
|--|
| E2-Eurokiste aus PP blau von SSI Schäfer |
|--|

### Methodisches Vorgehen – Spektroskopie

Zur Auswahl einer geeigneten Anregungswellenlänge für die FD-FLIM Messungen von Lebensmittel und Kunststoffen, dienen Messungen des Fluoreszenzspektrums. Mit Hilfe des experimentellen Aufbaus mit dem Minispektrometer wurden 10 Fluoreszenzspektren der Proben mit den Laserdioden 405nm, 445nm und 488nm aufgenommen. Die in Tabellen gespeicherten Datenwerte wurden anschließend in MATLAB® verarbeitet. Dazu wurde zuerst die Hintergrundmessung je Messung subtrahiert und anschließend eine Glättung und Interpolation der Datenpunkte durchgeführt. Für jede Probe wurde anschließend das gemittelte Fluoreszenzspektrum aus den 10 Einzelspektren berechnet. Darüber hinaus wurden die Maxima und die Stokes-Verschiebung berechnet, welche wiederum in Tabellen abgelegt wurden.

### Methodisches Vorgehen – FD-FLIM

Für jede Materialprobe wurden 220 Einzelmessungen mittels der FD-FLIM-Methode durchgeführt, was ca. 200 Millionen gemessenen phasen- und modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeiten entspricht. Die TIF-Dateien der Fluoreszenzintensität, der Phasenverschiebung, des Modulationsindex und der phasen- und modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeiten wurden in MATLAB® importiert und verarbeitet. Die 220 phasen- und modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeitbilder je Probe wurden jeweils zu einer Matrix von 110.880x2016 zusammengefügt. Für jede Matrix wurde anschließend ein Histogramm der Fluoreszenzabklingzeit generiert und das resultierende Maxima, der Mittelwert der Fluoreszenzabklingzeiten sowie die zugehörigen Standardabweichungen berechnet. Basierend darauf wurde je Probe eine zugehörige Gauß-Kurve berechnet und mittels der Anpassungsgüte überprüft. Die Kennzahlen der Gaußkurven wurden ebenfalls in Excel-Tabellen abgelegt. Die anschließende Darstellung der Ergebnisse in einem Zeigerdiagramm kombiniert die Information der phasen- und modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeit. Hierzu wird die modulationsabhängige Fluoreszenzabklingzeit als Länge eines Vektors vom Nullpunkt definiert, welcher um den Winkel der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit um den Nullpunkt gedreht wird.

### Ergebnisse der Spektroskopie

Bei einer Anregungswellenlänge von 405 nm (siehe Abb. 3) zeigen der Handschuh, der Gouda und die Eurokiste ein deutliches Maximum im Bereich 1 von 420 – 600 nm. Schinken, Salami und Zucker zeigen in diesem Bereich 1 zwei Maxima. Für Salami, Gouda und Schinken sind im Bereich 2 von 600 – 900 nm zwei Maxima zu erkennen. Das Spektrum der Verpackung zeigt in beiden Bereichen kein eindeutiges Maximum.

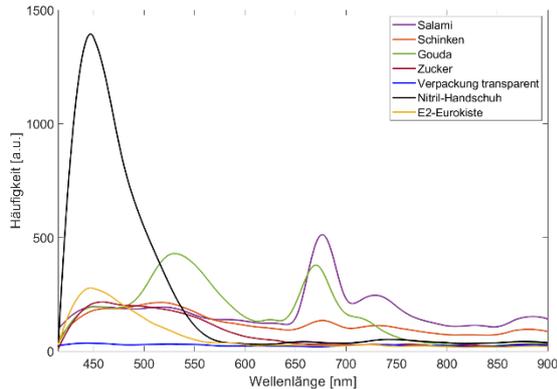


Abb. 3: Fluoreszenzspektrum von Kunststoffen und Lebensmitteln bei einer Anregungswellenlänge von 405 nm.

Bei einer Anregungswellenlänge von 445 nm (siehe Abb. 4) zeigen alle Materialien außer die Verpackung ein eindeutiges Maximum in Bereich 1. In Bereich 2 weisen Zucker und Gouda zwei weitere Maxima auf.

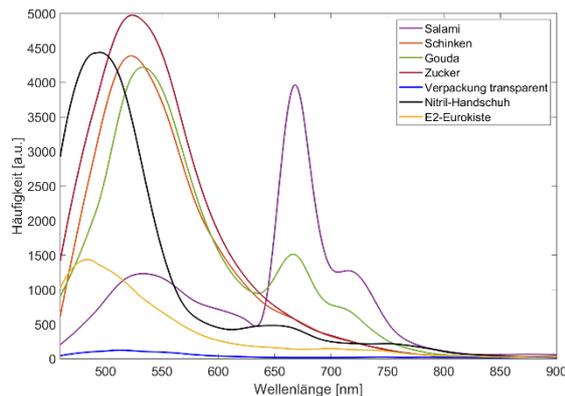


Abb. 4: Fluoreszenzspektrum von Kunststoffen und Lebensmitteln bei einer Anregungswellenlänge von 445 nm.

Bei einer Anregungswellenlänge von 488 nm (siehe Abb. 5) zeigen alle Materialien außer der Verpackung und der Eurokiste ein eindeutiges Maximum in Bereich 1. Für Gouda, Salami und

Schinken zeigen sich in Bereich 2 zwei weitere Maxima.

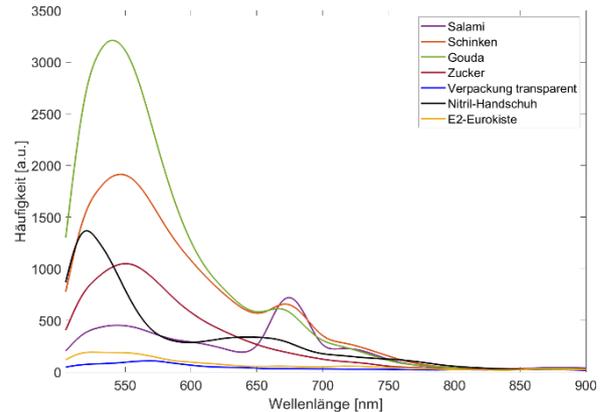


Abb. 5: Fluoreszenzspektrum von Kunststoffen und Lebensmitteln bei einer Anregungswellenlänge von 488 nm.

Aufgrund dieser Erkenntnisse wurde für die Untersuchung des FD-FLIM Verfahrens eine Anregungswellenlänge von 445 nm verwendet. Bei dieser Anregungswellenlänge zeigt sich eine hohe Intensität des Fluoreszenzsignals sowie charakteristische Maxima im Spektrum für alle Materialien ausgenommen Verpackung.

### Ergebnisse des FD-FLIM Verfahrens

In Tab. 2 sind die berechneten Mittelwerte ( $\overline{\tau_{PH}}$ ) und die zugehörigen Standardabweichungen ( $s(\overline{\tau_{PH}})$ ) der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit gelistet.

Tab. 2: Ergebnisse der Mittelwerte und Standardabweichung der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit von Kunststoffen und Lebensmitteln bei einer Anregungswellenlänge von 445 nm.

| Bezeichnung | $\overline{\tau_{PH}}$<br>[ns] | $s(\overline{\tau_{PH}})$<br>[ns] |
|-------------|--------------------------------|-----------------------------------|
| Salami      | 3,64                           | 0,36                              |
| Schinken    | 2,36                           | 0,23                              |
| Gouda       | 2,76                           | 0,13                              |
| Zucker      | 2,64                           | 0,08                              |
| Verpackung  | 2,20                           | 0,15                              |
| Handschuh   | 2,70                           | 0,08                              |
| Eurokiste   | 2,12                           | 0,12                              |

Die Materialien Verpackung und Eurokiste zeigen die kürzesten phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeiten. Sie liegen damit

niedriger als die der Lebensmittel. Die phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeiten von Zucker, Handschuh und Gouda liegen dicht beieinander. Salami zeigt die längste

phasenabhängige Fluoreszenzabklingzeit mit der größten Standardabweichung. In Tab. 3 sind die berechneten Mittelwerte ( $\overline{\tau_M}$ ) und die zugehörigen Standardabweichungen ( $s(\overline{\tau_M})$ ) der modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeit gelistet.

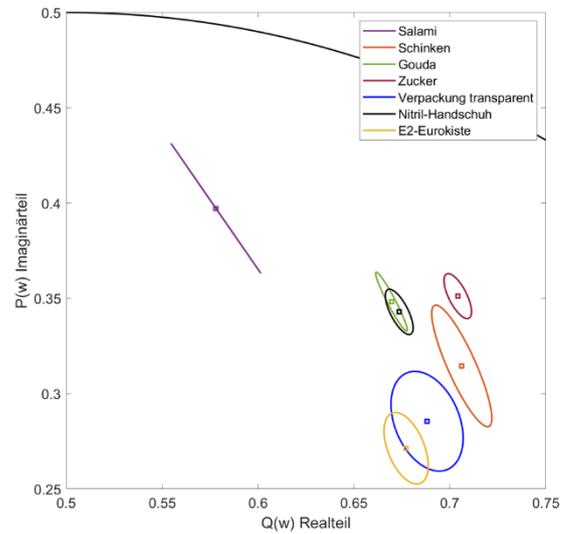
Tab. 3: Ergebnisse der Mittelwerte und Standardabweichung der modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeit von Kunststoffen und Lebensmittel bei einer Anregungswellenlänge von 445 nm.

| Bezeichnung | $\overline{\tau_M}$<br>[ns] | $s(\overline{\tau_M})$<br>[ns] |
|-------------|-----------------------------|--------------------------------|
| Salami      | 5,38                        | 0,36                           |
| Schinken    | 4,35                        | 0,30                           |
| Gouda       | 4,61                        | 0,14                           |
| Zucker      | 4,14                        | 0,14                           |
| Verpackung  | 3,98                        | 0,27                           |
| Handschuh   | 4,49                        | 0,14                           |
| Eurokiste   | 4,97                        | 0,24                           |

Die Verpackung zeigt die kürzeste und die Salami die längste modulationsabhängige Fluoreszenzabklingzeit im Vergleich zu den anderen Materialien. Die Mittelwerte von Zucker, Schinken, Handschuh, Gouda und Eurokisten liegen verteilt zwischen Verpackung und Salami, wobei die Abklingzeiten von Handschuh und Gouda dicht beieinander liegen.

Abb. 6 zeigt das Zeigerdiagramm der Materialien, welches sich aus den phasen- und modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeiten ergibt. Im Zeigerdiagramm wird deutlich, dass die Ellipsen der Eurokiste und der Verpackung sowie die des Goudas und des Handschuhs sich schneiden, welche die einfache Standardabweichung der Fluoreszenzabklingzeit repräsentieren. Eine Clusterbildung von Lebensmittel oder Kunststoff ist nicht vorhanden.

Abb. 6: Zeigerdiagramm zur Darstellung der Mittelwerte (Quadrat) und Standardabweichung (Ellipse) der Fluoreszenzabklingzeiten von Kunststoffen und Lebensmittel.



**Diskussion der Ergebnisse**

Für eine vereinfachte Diskussion der Ergebnisse ist in Tab. 4 und 5 aufgeführt, in welchen Fällen die Materialien über die einfache Standardabweichung der Fluoreszenzabklingzeit unterschieden werden können (✓) oder nicht (✗).

Tab. 4: Differenzierung von Kunststoffen und Lebensmittel im Bereich der einfachen Standardabweichung der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit.

| $\overline{\tau_{PH}} \pm s(\overline{\tau_{PH}})$ | Verpackung | Handschuh | Eurokiste |
|--|------------|-----------|-----------|
| Salami   | ✓          | ✓         | ✓         |
| Schinken   | ✗          | ✓         | ✗         |
| Gouda  | ✓          | ✗         | ✓         |
| Zucker   | ✓          | ✗         | ✓         |

In 14 von 21 Fällen können die Materialpaare über die einfache Standardabweichung der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit unterschieden werden. In nur 4 von 21 Fällen kann Kunststoff nicht von einem Lebensmittel unterschieden werden (siehe Zeilen Verpackung, Handschuh und ein Feld in der Zeile Eurokiste). Es ist jedoch hervorzuheben, dass Kunststoff in allen Materialpaaren von Salami unterschieden werden konnte.

Tab. 5: Differenzierung von Kunststoffen und Lebensmittel im Bereich der einfachen Standardabweichung der modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeit.

| $\bar{\tau}_M \pm s(\bar{\tau}_M)$ | Verpackung | Handschuh | Eurokiste |
|------------------------------------|------------|-----------|-----------|
| Salami                             | ✓          | ✓         | ✗         |
| Schinken                           | ✗          | ✗         | ✓         |
| Gouda                              | ✓          | ✗         | ✗         |
| Zucker                             | ✗          | ✓         | ✓         |

In 13 von 21 Fällen können die Materialpaare über die einfache Standardabweichung der modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeit unterschieden werden. In 6 Fällen kann Kunststoff nicht von Lebensmittel unterschieden werden (siehe die Zeilen Verpackung, Handschuh und Eurokiste). Dieses Ergebnis zeigt, dass die Information der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit für die Unterscheidung von Kunststoff und Salami genutzt werden kann. Für die Detektion von Kunststoff in Schinken, Gouda und Zucker ist die Information der phasenabhängigen Fluoreszenzabklingzeit oder der modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeit nicht ausreichend. Werden jedoch beide Kennzahlen kombiniert, wie im Zeigerdiagramm dargestellt ist eine Unterscheidung von Kunststoff zu Salami, Schinken und Zucker möglich. Lediglich Gouda ist in der einfachen Standardabweichung der Fluoreszenzabklingzeit nicht vom Handschuh zu unterscheiden (siehe Tab. 6).

Tab. 6: Differenzierung von Kunststoffen und Lebensmittel im Zeigerdiagramm im Bereich der einfachen Standardabweichung..

| Zeigerdiagramm | Verpackung | Handschuh | Eurokiste |
|----------------|------------|-----------|-----------|
| Salami         | ✓          | ✓         | ✓         |
| Schinken       | ✓          | ✓         | ✓         |
| Gouda          | ✓          | ✗         | ✓         |
| Zucker         | ✓          | ✓         | ✓         |

## Fazit

Kunststoffe können derzeit nicht in-line in Lebensmittelproduktionsstraßen detektiert werden, was zu Problemen für den Lebensmittelproduzenten führt. FD-FLIM könnte eine neue und vielversprechende Methodik zur Detektion von Kunststoffen in der Lebensmittelproduktion sein. Aus diesem Grund wurden Lebensmittel und Kunststoffe mittels FD-FLIM bei einer Anregungswellenlänge von 445 nm vermessen. Die Analyse der Fluoreszenzabklingzeiten zeigt, dass Salami, Schinken und Gouda von den untersuchten Kunststoffen differenziert werden kann. Die vorliegenden Untersuchungen präsentieren somit vielversprechende Ergebnisse bezüglich der Detektion von Kunststoffen in Lebensmitteln mithilfe von FD-FLIM. Die identifizierten Unterschiede in den Mittelwerten und Standardabweichungen der phasenabhängigen und modulationsabhängigen Fluoreszenzabklingzeiten bieten eine Grundlage für die Entwicklung eines automatisierbaren Klassifikationsverfahrens zur Identifikation von Fremdkörpern in Lebensmittelprozessen. Durch zukünftige Untersuchungen soll festgestellt werden, was durch die Implementierung eines Klassifikationsalgorithmus, unterstützt durch zusätzliche Datensammlungen und den Einsatz künstlicher Intelligenz erreicht werden kann. Insgesamt eröffnen die vorliegenden Ergebnisse Perspektiven für die Entwicklung fortgeschrittener Verfahren zur Qualitätssicherung in der Lebensmittelindustrie, insbesondere im Hinblick auf die Überwachung von Fremdkörperkontaminationen. Zukünftige Forschungsanstrengungen könnten darauf abzielen, FD-FLIM zu automatisieren, den Probensatz zu erweitern und die Klassifikationsgenauigkeit zu verfeinern, um eine Umsetzbarkeit im industriellen Prozess zu ermöglichen.

## Danksagung

Die dargelegten Untersuchungen wurden durch Bayern Innovativ im Rahmen des Projektes LeMi-FID (FKZ: VAL-2202-0004) gefördert. Besonderen Dank gilt auch der Weber Maschinenbau GmbH.

## Literaturnachweis

- [1] Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit, *lebensmittelwarnung.de* – Das Portal der Bundesländer und des BVL, online: <https://www.lebensmittelwarnung.de/bvl-lmw-de/liste/alle/deutschlandweit/10/0>.

- [2] European Commission, *RASFF Window*, online: <https://webgate.ec.europa.eu/rasff-window/screen/search>.
- [3] R.P. Haff, N. Toyofuku., *X-ray detection of defects and contaminants in the food industry*, *Sens Instrumen Food Qual*, 2:262–703, (2008); doi: 10.1007/s11694-008-9059-8
- [4] Fraunhofer-Institut für Hochfrequenzphysik und Radartechnik FHR, *Fremdkörper in Lebensmitteln via Radar aufspüren*, *Forschung kompakt*, Verbraucherschutz, 2. November, 2020, S. 1-3., (2020);
- [5] M. Wohlschläger, M. Dietlmeier, N. Leiter, M. Versen, M. Löder C. Laforsch, *Developing and Applying an MLP and RFC on Gaussian-Analyzed FD-FLIM Data to Identify and Distinguish Plastics from Environmental Materials*, *IEEE IJCNN Conference*, 18.-23. Juni, (2023);
- [6] G. J. Maniyattu, E. Geegy, N. Leiter, M. Wohlschläger, M. Versen and C. Laforsch, *Multilayer Perceptron Development to Identify Plastics Using Fluorescence Lifetime Imaging Microscopy*, *Electronic Device Failure Analysis*, Volume 25, Issue 3 EDFAAO 3:31-37 (2023);
- [7] B. Valeur and M. Berberan-Santos, *Molecular Fluorescence*, Weinheim, WILEY VCH (2012);doi: 10.1002/978352765000
- [8] M. Wohlschläger, M. Versen, M. G.J. Löder, C. Laforsch, *A promising method for fast identification of microplastic particles in environmental samples: A pilot study using fluorescence lifetime imaging microscopy*, *Heliyon*, (2024); e25133, ISSN 2405-8440, <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e25133>.

# Entwicklung eines optischen Echtzeit-Messverfahrens für Luftwechselraten in Innenräumen

*Rebekka Grüttner<sup>1</sup>, Christian Friebe<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Institut für Luft- und Kältetechnik gemeinnützige Gesellschaft mbH, 01309 Dresden, Deutschland

<sup>2</sup>Institut für Luft- und Kältetechnik gemeinnützige Gesellschaft mbH, 01309 Dresden, Deutschland

## Zusammenfassung

In diesem Beitrag werden die Ziele und Ergebnisse sowie die Anforderungen und Randbedingungen für ein optisches Messverfahren beschrieben, das derzeit in einem öffentlich geförderten Forschungsprojekt entwickelt wird. Das Verfahren basiert auf der Messung der Helligkeit eines Laserstrahls, der beim Durchgang durch Nebelteilchen abgeschwächt wird, unter Verwendung einfacher Komponenten wie einem Laserpointer und einer Webcam. Der Nebel (z.B. handelsüblicher langzeitstabiler Disco-Nebel) wird gleichmäßig im zu untersuchenden Raum verteilt. Die Konzentration des Nebels wird neben dem natürlichen Zerfall der Partikel, vor allem durch die Klimaanlage mit nebefreier Außenluft reduziert. Der Laserstrahl wird im Raum so positioniert, dass er den Aufenthaltsbereich ausreichend abbildet. Aus der von der Kamera erfassten zeitlichen Helligkeitszunahme kann die Luftwechselrate berechnet werden.

**Keywords:** Luftwechselrate, Luftqualität, optisches Messverfahren, Echtzeitmessung, Raumluft

## Hintergrund

Heutzutage verbringen die Menschen den größten Teil ihrer Zeit in Innenräumen. Für die Gesundheit, das Wohlbefinden und die Leistungsfähigkeit ist es notwendig, dass in den bewohnten Räumen gesunde Luft zum Atmen vorhanden ist. Die Luftwechselrate (LWR in 1/h) ist ein wichtiger Parameter zur Beurteilung der Luftqualität. Die Größe der LWR dient als Nachweis für die Eignung der eingesetzten Lüftungsanlagen. Sie gibt Auskunft darüber, wie häufig die Luft in einem Raumbereich real ausgetauscht wird. Die Kenntnis der LWR ermöglicht es Ihnen, die Lüftungsqualität des Raumes zu beurteilen und gegebenenfalls Maßnahmen zur Verbesserung zu ergreifen. Abweichungen der ermittelten LWR von der ausgelegten LWR einer Lüftungs- oder Klimaanlage treten manchmal aus praktischen Gründen auf [1].

Stand der Technik für die Ermittlung von LWR ist die Messung von Tracergaskonzentrationen an einem oder mehreren Punkten im Aufenthaltsbereich. Die Anwendung hat sowohl Vorteile als auch Nachteile. Eines der am häufigsten verwendeten Tracergase ist SF<sub>6</sub> mit einem 24.000-fachen Treibhauspotenzial im Vergleich zu CO<sub>2</sub>. Außerdem erfordern Online-Messungen eine vergleichbar hohe Tracergaskonzentration, während niedrige Konzentrationen nur bei Messverfahren mit Probenahme und Laborauswertung verwendet

werden können. Aufgrund des zeitlichen Abstands zwischen diesen beiden Tätigkeiten bestehen Unsicherheiten über die Qualität der Messung während der Probenahme.

Bei der Durchführung von LWR-Messungen stellte sich die Frage, wie eine Messmethode entwickelt werden kann, die schnell zuverlässige Online-Ergebnisse liefert.

## Aktueller Stand der Technik

Die Messung der LWR erfolgt durch Messung der Konzentration an einer kleinen Anzahl von definierten Punkten innerhalb eines Raumes, z.B. an einem Arbeitsplatz. Es stehen vier verschiedene grundlegende Messverfahren zur Verfügung, Verfahren mit konstanter Konzentration, mit abfallender Konzentration, mit konstanter Injektion und das Pulsverfahren. Nach den Ergebnissen der Messungen und der Auswertung von Weis et al. [2] ist die Methode des konstanten Abklingens am genauesten, insbesondere bei der Verwendung von SF<sub>6</sub>. Daher wird dieses Verfahren in einer Vielzahl von Methoden eingesetzt [3-10].

Es gibt verschiedene Arten von Tracern, die für die Messung verwendet werden können. Die gebräuchlichsten und in den Normen am häufigsten verwendeten sind gasförmige Tracer wie SF<sub>6</sub>, CO<sub>2</sub>, He, usw. Temperatursignale wurden von Müller et al. verwendet [11].

## Funktionsprinzip

Die Messung der Luftwechselrate  $N$  beruht auf der Messung des Abklings einer Stoffkonzentration  $c$  über die Zeit  $t$ , ausgehend von der Konzentration  $c_1$ . Die Abhängigkeit der tatsächlichen Konzentration aufgrund des Luftaustauschs ist in Gleichung (1) angegeben,

$$c(t) = c_1 e^{-Nt} \quad (1)$$

was zu der direkten Berechnung nach Gleichung (2) führt

$$N(t) = \frac{1}{t} \ln \frac{c_1}{c(t)} \quad (2)$$

Im Unterschied zu einer direkten Konzentrationsmessung nutzt der vorgeschlagene Aufbau die Abschwächung von Licht beim Strahlendurchgang durch ein Aerosol. Der Zusammenhang zwischen Lichtabsorption beim Durchgang durch eine Lösung und der darin enthaltenen Substanz der Stoffkonzentration  $c$  wird durch das Beer-Lambert-Gesetz gemäß Gleichung (3) beschrieben.

$$A = \log \frac{I_0}{I(t)} = \epsilon_\lambda c d \quad (3)$$

Dabei stellt der Absorptionskoeffizient  $A$  das logarithmische Verhältnis der Lichtintensität bei "sauberen" ( $I_0$ ) und bei "gemessenen" ( $I$ ) Bedingungen dar, die durch den molaren Absorptionskoeffizienten der Substanz  $\epsilon_\lambda$ , die Konzentration  $c$  und die Weglänge  $d$  definiert sind. Unter Berücksichtigung eines konstanten  $\epsilon_\lambda$  und  $d$  kann die zeitabhängige Luftwechselrate mit Hilfe von Gleichung (4) beschrieben werden.

$$N(t) = \frac{1}{t} \ln \frac{\ln \frac{I_0}{I_1}}{\ln \frac{I_0}{I(t)}} \quad (4)$$

Aus praktischen Gründen kann die Luftwechselrate durch zwei definierte Zeitpunkte  $t_1$  und  $t_2$  berechnet werden, wobei 1 den ersten und 2 den zweiten Zeitpunkt bezeichnet (Gleichung 5). Somit ist  $c_1$  höher als  $c_2$  und im Gegenzug ist  $I_1$  niedriger als  $I_2$ . Das Ergebnis ist eine mittlere LWR zwischen den beiden Zeitschritten.

$$\bar{N} = \frac{1}{t_2 - t_1} \ln \left( \frac{\ln \frac{I_0}{I_1}}{\ln \frac{I_0}{I_2}} \right) \quad (5)$$

Wie aus diesen Gleichungen hervorgeht, wird die Lichtintensität, die von Aerosolpartikeln absorbiert wird, in einem Raum über eine bestimmte Entfernung und Zeit gemessen (siehe Abb. 1). Aus praktischen Gründen wird ein Laser an einem Punkt positioniert und die Laserintensität an einem anderen Punkt gemessen.

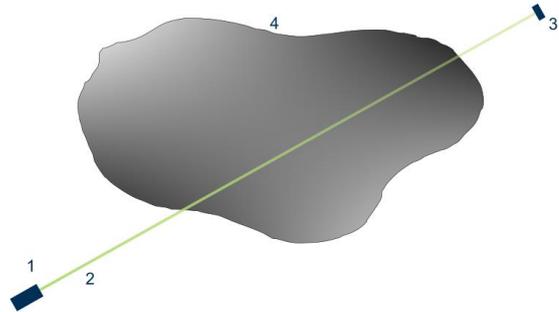


Abb. 1: Funktionsprinzip mit Laser (1), Laserstrahl (2), Detektor (3) und Aerosol-Luft-Gemisch (4)

Der Messvorgang ist in Abb. 2 dargestellt und gliedert sich in vier verschiedene Phasen. Das Diagramm zeigt den vereinfachten Verlauf der Lichtintensität über die Zeit. Phase I stellt die Situation im Ausgangszustand dar. Hier ist das Messsystem positioniert und der Detektor liefert die höchste Strahlungsintensität aufgrund fehlender lichtabsorbierender Partikel im Strahlengang. In Phase II werden die Aerosole in die Luft gegeben, und die Strahlungsintensität wird entsprechend verringert. Phase III ist die Phase der homogenen Vermischung der Aerosole und der anschließenden Stabilisierung der Raumluftströmung. Durch das Einströmen von aerosolfreier Zuluft (ZUL) und das Abführen aerosolbehafteter Abluft (ABL) nimmt die Konzentration der Aerosolpartikel langsam ab und die detektierte Strahlungsintensität steigt in Phase IV an. Aus den beiden gemessenen Strahlungsintensitäten zu den zwei verschiedenen Zeitpunkten, deren zeitlicher Differenz und der vor Aerosolzugabe aufgezeichneten Intensität  $I_0$  lässt sich anschließend die erzielte LWR berechnen (Zweipunktverfahren).

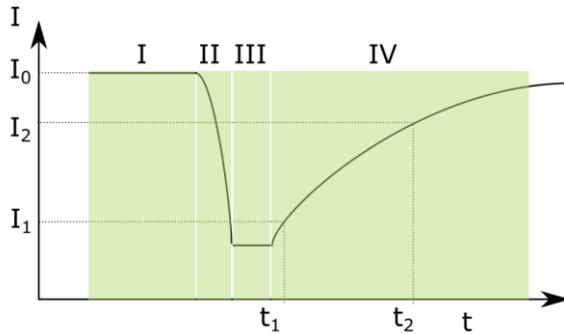


Abb. 2: vier Phasen des Messvorganges:  
 I: Strahlungsintensitätsmessung vor Aerosolzugabe, II: Aerosolzugabe in Raumluft, III: aktives Vermischen des Aerosols, IV: Messung der Zunahme der Strahlungsintensität

### Aufbau

Der Messaufbau umfasst:

- Laser (cw, 1 mW, 532 nm, fokussierbar),
- Webcam (1/6,5" CMOS, 1 MP, fester Fokus),
- Bandpassfilter (532 nm),
- zwei Diffusoren  
(weiß, 25 % Transmission bei 532 nm),
- Nebelgenerator und
- Ventilator

Der Aufbau ist in Abb. 3 dargestellt. Der Detektor besteht aus einem schwarzen Gehäuse mit einem Eingang für den Laserstrahl an einer Seite und der Kamera an der gegenüberliegenden Wand. Ein Bandpassfilter wird verwendet, um den Einfluss der Umgebungsstrahlung zu weitestgehend zu minimieren. Er wird direkt am Eingang des Detektorgehäuses montiert. Zwei im Abstand zueinander verstellbare Diffusoren (Streuscheiben) zwischen Kamera und Bandpassfilter sorgen für eine optimale Helligkeit und gleichmäßig verteilte Laserlichtintensität für die Kamera. Laser und Detektor sind koaxial ausgerichtet.

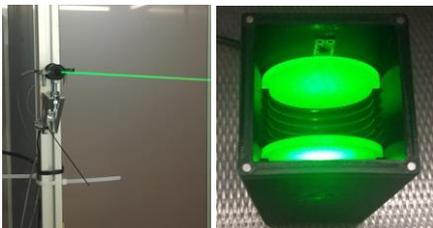


Abb. 3: Laser (links) und Innenaufbau des Detektors (rechts), bestehend aus Bandpassfilter, zwei Diffusoren und dem optischen Sensor

Die Steuerung der Messung und die Berechnungen erfolgen über ein Python-Skript

mit einer Bokeh-Web-App als grafische Benutzeroberfläche (GUI). In Abb. 4 ist ein Bild der Benutzeroberfläche dargestellt.

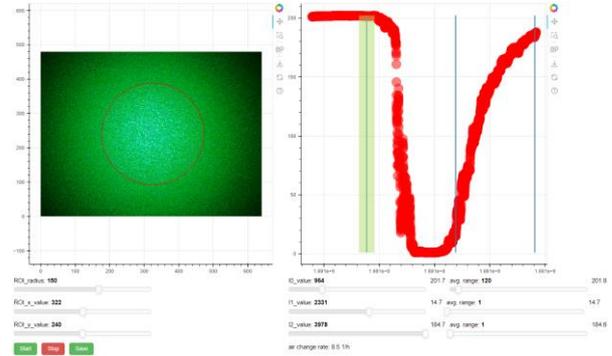


Abb. 4: Grafische Benutzeroberfläche des Messsystems; links: Kamerabild mit Auswahl auszuwertender Pixel (ROI), rechts: online Diagramm des Helligkeitsverlaufes, deren Auswertung

### Validierung des Lasermessverfahrens

Die Validierung der Messung wurde mit zwei verschiedenen Ansätzen durchgeführt, mit numerischen Simulationen (CFD) und mit Messungen nach dem Verfahren mit abfallender Konzentration. In beiden Ansätzen wurde derselbe Raum untersucht und mit einem definierten Volumenstrom von 265 m<sup>3</sup>/h belüftet. Die Luft- und Wandtemperaturen des Raumes betragen 21°C. Der Raum und der Aufbau sind in Abb. 5 dargestellt.



Abb. 5: Raumströmungslabor – Ort der Messungen nach dem Tracergas-abklingverfahren und dem neuen optischen Verfahren

Dieser Raum wurde für die CFD-Berechnungen vereinfacht dargestellt (Abb. 6). Für die Auswertung der Messmethode wurden definierte Punkte, Linien und Ebenen verwendet. Die instationären Berechnungen wurden mit Ansys Fluent durchgeführt. Der

zeitliche und örtliche Konzentrationsverlauf der Aerosolpartikel in den realen Messungen wurde in der Simulation durch unterschiedliche Wasserdampfkonzentrationen in der Zu- und Raumluft dargestellt.

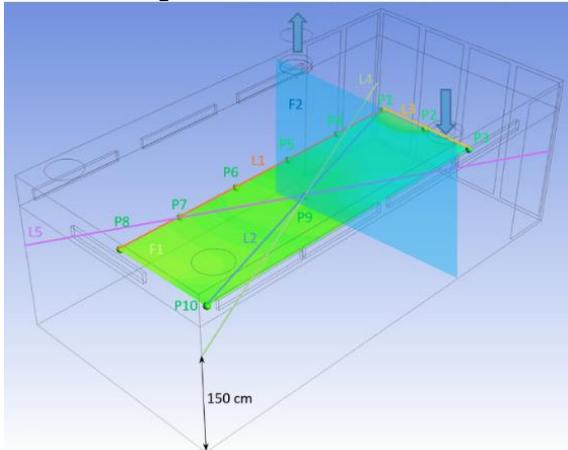


Abb. 6: CFD Nachbildung des Messraumes für instationäre Simulation, mit definierten Mess-/ Auswertungsorten

Die Auswertung des Wasserdampfmasseanteils über die Zeit an den definierten Punkten, Linien und Ebenen ist in Abb. 7 dargestellt. Ausgehend von der gleichen Massenkonzentration ist an allen Auswertepunkten des Raumes eine starke Fluktuation zu beobachten, insbesondere bis 1000 s. Die Mittelung über Linien und Ebenen führt zu glatteren Messabfällen, wobei Ebenen glattere Ergebnisse liefern als Linien. Bei weiteren realen Messungen entspricht die Linie L2 der Sichtlinie des Messgerätes. Der berechnete Konzentrationsverlauf von L2 ergibt eine LWR von 2,9 h<sup>-1</sup>, während die LWR für die Ebene F1 2,4 h<sup>-1</sup> beträgt.

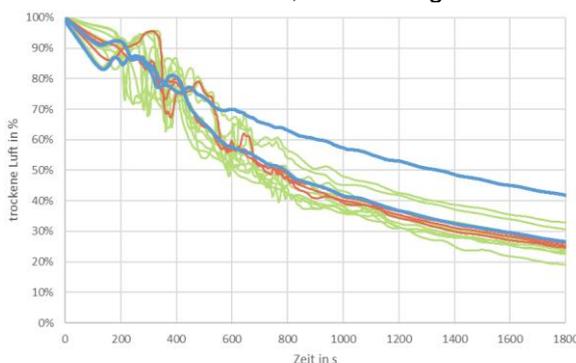


Abb. 7: Simulierte Abklingkurve an definierten Punkten (grün), Linien (rot) und Flächen (blau)

Zudem wurden zur Validierung Tracergaskonzentrationsmessungen gleichzeitig mit optischen Messungen mit dem entwickelten Sensorsystem durchgeführt. Die Ergebnisse aus Simulation, Tracergas-

verfahren und neuem Verfahren zeigen an Punkten größere Unterschiede auf als bei gemittelten Werten aus mehreren Punkten oder entlang einer ausgewerteten Linie (Abb. 8). Die ermittelten Luftwechselraten, simuliert und gemessen entlang der Linie L2 weisen eine gute Übereinstimmung auf.

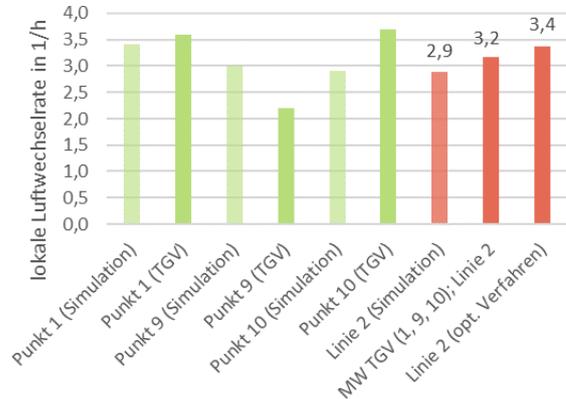


Abb. 8: Vergleich der Luftwechselraten aus Simulation, Tracergasverfahren (TGV) und dem neuen optischen Verfahren

## Ergebnis und Diskussion

Die Auswertungen der Simulation und Messungen zeigen, dass das entwickelte optische Verfahren funktioniert. Die ermittelte Abweichung zum Messverfahren nach Stand der Technik beträgt in einem Fallbeispiel unter definierten konstanten Bedingungen 6 %. Ergebnisse aus punktuellen Probenahmen weisen eine größere Streuung und damit Fehleranfälligkeit bei der Ermittlung der LWR im Raum auf, als dies bei Messung und Auswertung entlang einer Linie der Fall ist. Aus den Untersuchungen ergeben sich mehrere diskussionswürdige Aspekte für die Anwendung unter Realbedingungen. Die wichtigsten Punkte sind:

- Einflüsse des Umgebungslichts
- Stabilität der Lichtquelle
- Positionierungsgenauigkeit und Stoßfestigkeit bei größeren Entfernungen
- Messunsicherheit bei Temperatur- und Feuchtigkeitsschwankungen während der Messung

Diese Aspekte werden im weiteren Projektverlauf mit dem Ziel untersucht, ein marktreifes Gerät zu entwickeln, das folgende Ziele erfüllt: einfache Technologie, klimafreundlich, zuverlässig, Online-Messung und leichte Einrichtung und Inbetriebnahme.

Diese Arbeit wurde vom deutschen Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz gefördert und unterstützt.

## Literaturnachweis

- [1] K. Noh, M.-D Oh: Variation of clean air delivery rate and effective air cleaning ratio of room air cleaning devices. In: *Building and Environment* vol. 84 (2014)
- [2] N. Weis, C. V. Hutter-Sumowski, A. Meyer, B. Neuweger,: *Qualitätssicherung der Bestimmung der Luftwechselrate in Innenräumen – ein Methodenvergleich (Abschlussbericht)* : Bremer Umweltinstitut GmbH i. A. des Umweltbundesamtes, 2019
- [3] ISO 12569: Thermal performance of buildings and materials - Determination of specific airflow rate in buildings - Tracer gas dilution method, 2017
- [4] ASTM E741-23: Standard Test Method for Determining Air Change in a Single Zone by Means of a Tracer Gas Dilution, 2023
- [5] VDI 4300-7:2001: Indoor-air pollution measurement - Measurement of indoor air change rate
- [6] NT VVS 047: Buildings – ventilating air: Mean age of air, 1985
- [7] NT-Build: Buildings: Rate of ventilation in different parts of a building, 1982
- [8] GB/T 18801-2015: Air cleaner, 2015
- [9] ANSI/AHAM AC-1-2015: Method for Measuring Performance of Portable Household Electric Room Air Cleaners, 2015
- [10] ISO 16000-8: Indoor air -Part 8: Determination of local mean ages of air in buildings for characterizing ventilation conditions, 2007
- [11] D. Müller, M. Zeller: Eine alternative Methode zur Bestimmung der Lüftungseffektivität. *HLH-Heizung Lüftung Klima Haustechnik* vol. 51, Düsseldorf: VDI Verlag, 1996-1998. (2000), Nr. 11, pp. 30–37
- [12] B. Blocken, T. van Druenen, A. Ricci, L. Kang, T. van Hooff, P. Qin, L. XIA, C. Ruiz, J. H. Arts, et al.: Ventilation and air cleaning to limit aerosol particle concentrations in a gym during the COVID-19 pandemic. In: *Building and Environment* vol. 193, Elsevier (2021), p. 107659
- [13] Ch. Friebe, R. Krause, R. Heidenreich, R. Grüttner et al.: Test Procedures of Mobile Air Cleaning Devices - First Experiences and Results, 52nd AiCARR International Conference, E3S Web of Conferences 343, 03004, doi: 10.1051/e3sconf/202234303004, 2022
- [14] R. Krause, Ch. Friebe, R. Heidenreich: Application of Mobile Air Cleaning Devices in daily school routines, 52nd AiCARR International Conference, E3S Web of Conferences 343, 03003, doi: 10.1051/e3sconf/202234303003, 2022
- [15] W. Whyte, N. Lenegan, T. Eaton: Ensuring the air supply rate to a cleanroom complies with the EU GGMP and ISO 14644-3 recovery rate requirements. *Clean Air and Containment Review* vol. 26, Euromed Communications (2016), pp. 22–24
- [16] S. Norwood: Handbook of Downstream Processing. In: E. Goldberg, E. (ed.): Blackie Academic & Professional, 1997, p. 530
- [17] Ch. Friebe, R. Grüttner, K. Hackeschmidt: Verfahren und Anordnung zur Bestimmung der Luftwechselrate. Patent DE 10 2020103 273 B3

# Flexible Edge Detection of Cuboidal Containers with a Wire Frame Model for Robot Based Plastic Welding

*Philipp Gawron<sup>1</sup>, Stefan Klug<sup>1</sup>, Nikolai Hangst<sup>1</sup>, Thomas M. Wendt<sup>1</sup> and Stefan J. Rupitsch<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> Work-Life Robotics Institute, Offenburg University of Applied Sciences, 77652 Offenburg, Germany

<sup>2</sup> Laboratory for Electrical Instrumentation and Embedded Systems, Department of Microsystems Engineering, University of Freiburg, 79110 Freiburg, Germany  
philipp.gawron@hs-offenburg.de

**Summary:** Plastic welding is essential to fabricate process tanks in the field of semiconductor industries. Applying robot-assisted welding processes requires defining welding paths. Utilizing CAD/CAM or teach-in is both time-consuming. In this contribution, we describe and discuss two approaches to automatically measure and extract welding paths with the robot. These approaches enable a flexible detection of welding-paths for automated plastic welding of cuboid containers.

**Keywords:** Plastic welding, robot, tactile, laser triangulation, edge detection

## Introduction

Plastic containers are utilized as process tanks in the field of special machine construction for the semiconductor industry. These containers may vary in size but are usually of cuboid form. The materials for the containers or tubing require to be resistant to various chemicals like strong acids, bases or cleaning solutions like Piranha, SC1 or SC2 [1]. Consequently, materials like poly vinylidene fluoride (PVDF), perfluoroalkoxy (PFA) or poly tetrafluoroethylene (PTFE) are used [1]. These materials are usually welded manually to join the container parts. Hot gas welding [2] and extrusion welding [3] processes are mainly applied for joining. Handling such welding equipment over the course of a working day is physically demanding. Fewer workers are available due to the shortage of skilled labor. Hence, robot-assisted plastic welding should be utilized to reduce the strain on humans. For metal welding robots with vision sensors like laser scanners are deployed, capable of seam tracking and finding [4]. These applied sensors require a separate workstation or control unit for data evaluation [4]. In [5] a robotic system for friction stir welding of polymers is presented and a force/torque sensor is applied to ensure contact between tool and welding surface. Automated welding path detection in the containers by the robot itself would shorten programming.

There are currently two ways to program the welding paths on the robot. The CAD/CAM system requires an absolutely measured cell, offline programming, a CAD-model and checking the program before execution. Another approach is the teach-in method, which applies manual setting of path points by the operator to program the robot. Setting the points is time-consuming and error-prone, especially in poorly visible areas such as the container's corners. The welding shoes for plastic require surface contact dur-

ing the welding process. Therefore, seam finding is crucial for the seam's quality. For fillet welds [6] by extrusion welding, a so-called floating skin may show up due to poor surface contact between the welding shoe and the two container walls. In this contribution, we investigate how welding paths can be determined automatically on the welding object by the robot.

## Methods and Materials

Two seam finding approaches for fillet welds were investigated. First, a collaborative robot's integrated torque sensors were utilized in a tactile approach. Second, a single laser triangulation sensor was applied to detect specific points and calculate the container's dimensions.

## Robot Assisted Plastic Welding

An extruder for plastic welding was adapted to a YASKAWA HC20 DTP, see Fig. 1. The robot has internal torque sensors for the detection of a collision with an object. Containers are welded from the inside with fillet welds to prevent leakage. Fig. 2 shows fillet welding with an extruder and the produced seam on a test specimen. Fig. 3 (left) depicts the specimen's cross section consisting of two parts and the fillet welding seam in orange. Fig. 3 (right) shows the extruder's welding shoe with surface contact on both parts.

## Tactile Approach

In this approach, the robot performs a movement in X-direction first, see Fig. 4 (left) orange arrow to T1. The robot will stop when detecting the specimen, see Fig. 4 (right). For this purpose, the torque sensors of the utilized collaborative robot are read out until a certain threshold value for the torque is exceeded. The robot is then stopped and the current TCP-position is stored, achieving position T1. This gets repeated for the

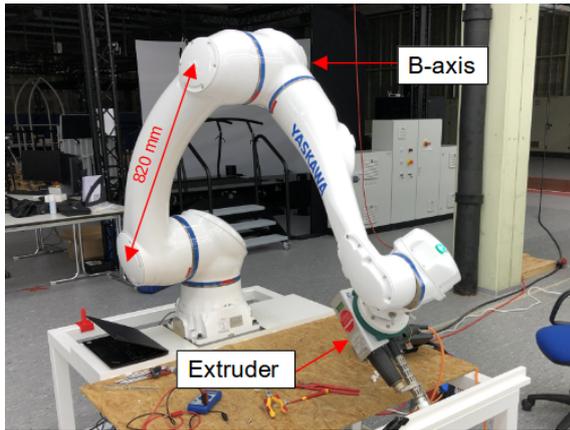


Fig. 1: Extruder welding with robot.

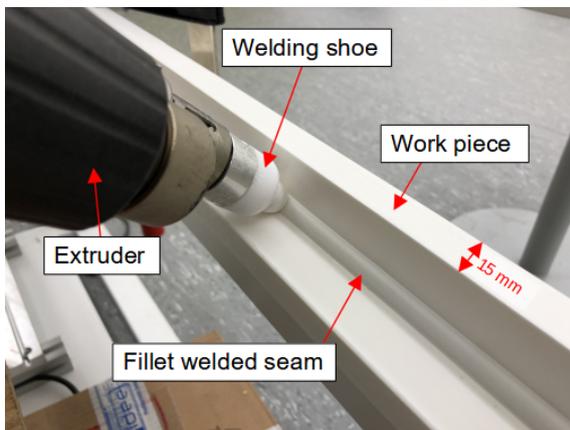


Fig. 2: Extruder welding with robot and fillet welded seam.

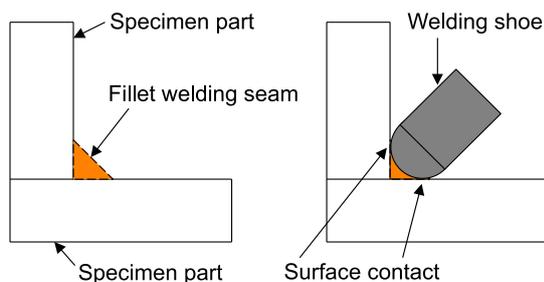


Fig. 3: Fillet welding, (left) cross section of a fillet welding seam, (right) welding shoe with surface contact.

Z-direction achieving T2. Combining T1 with the Z-value of T2 yields T3. This marks the position of the corner. Repeating this process on another point along the fillet leads to T4, T5 and finally T6. This allows performing a linear movement from T3 to T6.

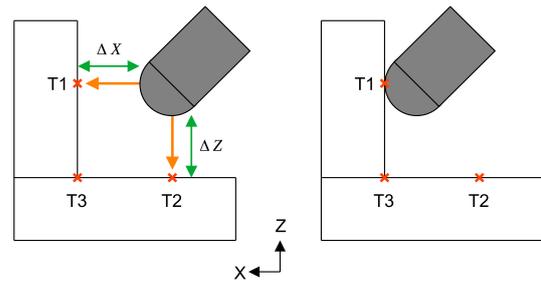


Fig. 4: Tactile measurement process, (left) required points T1 and T2 to calculate the specimen's corner T3, (right) detection of T1.

### Laser Triangulation Approach

The container's orientation was assumed leveled with the robot's base. Therefore, rotation around the X or Y axis are not considered in this approach.

#### Measuring points and creating vectors

First, various points on each plane of the container are measured, see Fig. 5 (left). A vector is then created with two of these points. This is repeated for each vector shown in Fig. 5 (right).

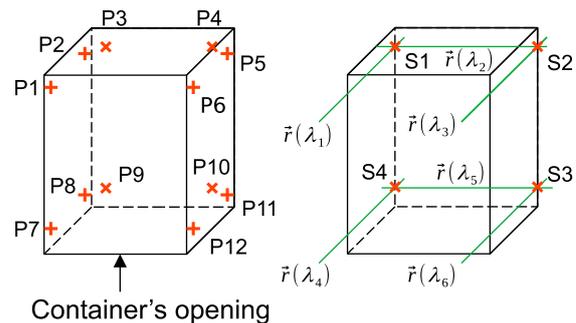


Fig. 5: Laser triangulation approach, (left) measured points inside the container on the left, right and rear shell, (right) calculated vectors and intersections.

#### Calculating intersections

Then, the intersections positions are calculated to yield the points S1...S4, see Fig. 5 (right). For example, S1 can be calculated with the two vectors [7]

$$\vec{r}(\lambda_1) = \vec{r}_1 + \lambda_1 \vec{a}_1 \quad (1)$$

$$\vec{r}(\lambda_2) = \vec{r}_2 + \lambda_2 \vec{a}_2 \quad (2)$$

with  $(\lambda_1, \lambda_2) \in \mathbb{R}$ . Equating  $\vec{r}(\lambda_1)$  and  $\vec{r}(\lambda_2)$  yields

$$\vec{r}_1 + \lambda_1 \vec{a}_1 = \vec{r}_2 + \lambda_2 \vec{a}_2. \quad (3)$$

Solving this system of linear equations provides  $\lambda_1^*$  and  $\lambda_2^*$ . The position vector for the intersection S1 is calculated

by inserting  $\lambda_1^*$  and  $\lambda_2^*$  in (1) or (2) [7]. This procedure gets repeated for S2...S4.

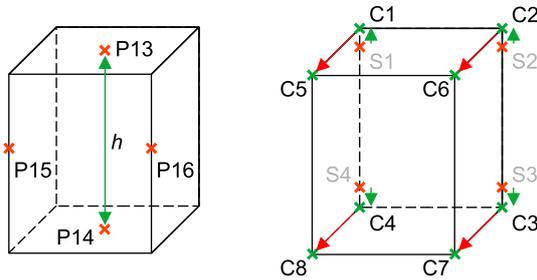


Fig. 6: Laser triangulation approach, (left) measured points on upper/lower shell and on the container's edges, (right) shifting the intersections to the container's corners.

#### Height-correction

Points on the upper (P13) and lower shell (P14) as well as the container's edges (P15, P16) are measured, see Fig. 6 (left). The container's height  $h$  is given by the points P15 and P16. The Z-value for S1...S4 is corrected resulting in the corners positions C1...C4, see the green arrows in Fig. 6 (right).

#### Calculating remaining points and generating welding paths

Utilizing the points P15 and P16 from the container's edges allows shifting C1...C4 yielding C5...C8. Once the points C1...C8 are known, these are applied to create welding paths for the fillet welding seams.

## Results and Discussion

### Tactile Approach

The tactile approach was evaluated with the robot HC20 and T-joint specimen. In order to achieve a precise stop of the robot to prevent damaging the extruder, we conducted the measurement in increments of 0.1 mm. The robot's B-axis was used for the torque-measurement. Due to the lever arm it showed the highest sensitivity compared to the other axes in the utilized pose. Fig. 7 shows the measurement in X-direction when the robot stopped. A benefit of this approach is the compensation of the differing welding shoe dimensions (e. g., manufacturing tolerances or abrasion) since absolute positions of the tool are measured. The internal torque sensors can also be applied to ensure a constant force between welding shoe and specimen during the welding process. A drawback is the slow search-movement resulting in a long measuring time. For example, the duration of the tactile measuring sequence for one corner (X and

Z) took 41 s, depending on the initial distance between welding shoe and specimen. Additionally, the robot's and the extruder's geometries may interfere with the container's walls during the measurement and reorientation.

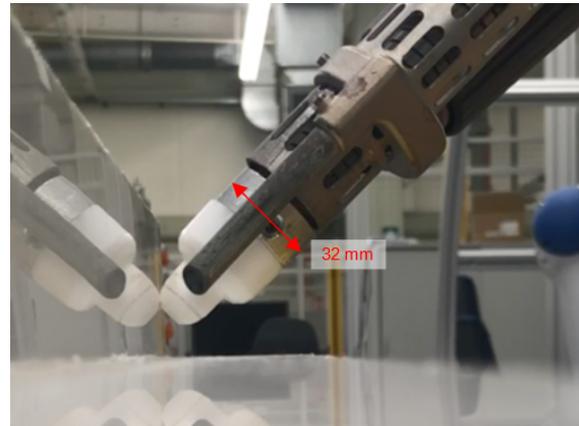


Fig. 7: Tactile measurement in X-direction.

### Laser Triangulation Approach

This approach was evaluated with a KUKA KR600 with a single laser triangulation sensor and a pen mounted on the robot's flange, see Fig. 8. The sensor was applied for the measurements and the pen as evaluation. For evaluation, a test specimen for a single corner, see Fig. 9, as well as a cardboard box were utilized [8], see Fig. 10. Once the robot measured the required points to generate the vectors, the pen's tip was moved into the calculated corner, see Fig. 9, Fig. 12 and Fig. 11. Because of the single sensor utilized, the robot had to change the sensors orientation for each shell of the container. In comparison to the tactile measurement for one corner (X and Z of T-joint specimen), the lasers triangulation approach took around 12 s.

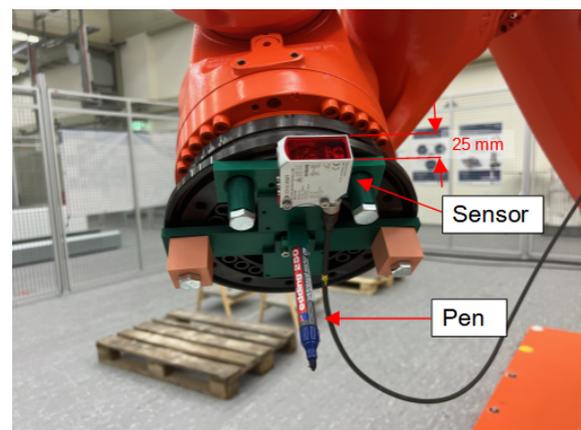


Fig. 8: Sensor and pen mounted on robot flange.

## Conclusion

Both approaches showed good results regarding the corner-detection. The triangulation-approach has the benefit of being contactless, enabling faster measurements and, therefore, an overall better efficiency. Additionally, our approach does not require a separate control unit for data evaluation compared to laser profile sensors. The calculations can be carried out on the robot's control unit. The tactile approach has longer measurement cycles but compensates welding shoe tolerances. This work provides a contribution to the automation of plastic welding. Future work will focus on enhancing the triangulation-approach.

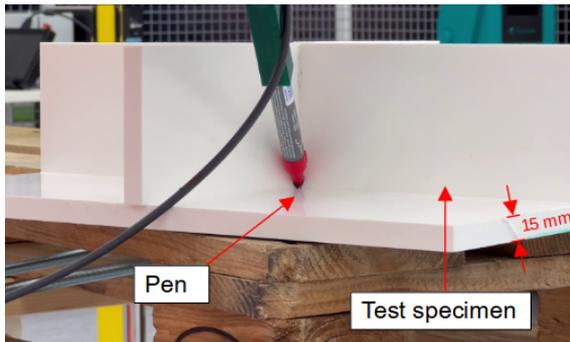


Fig. 9: Test specimen for corner detection.



Fig. 10: Cardboard box measurement.

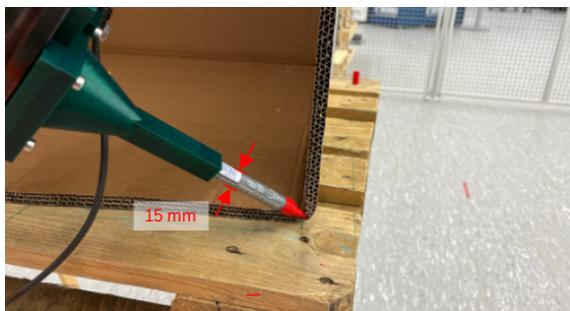


Fig. 11: Evaluation of measurement with a pen in the front corner.

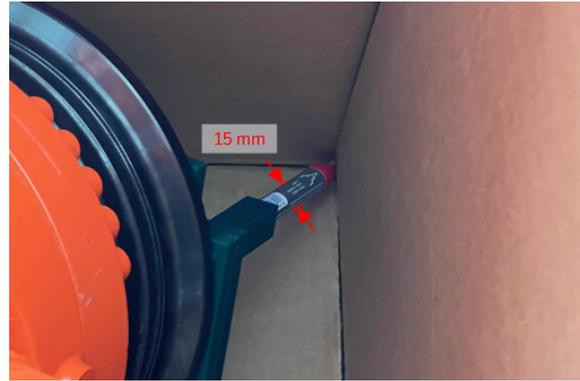


Fig. 12: Evaluation of measurement with a pen in the rear corner.

## References

- [1] C. W. Extrand, "The use of fluoropolymers to protect semiconductor materials," *Journal of Fluorine Chemistry*, vol. 122, no. 1, pp. 121–124, 2003.
- [2] O. Balkan, H. Demirer, A. Ezdeşir, and H. Yıldırım, "Effects of welding procedures on mechanical and morphological properties of hot gas butt welded pe, pp, and pvc sheets," *Polymer Engineering & Science*, vol. 48, no. 4, pp. 732–746, 2008.
- [3] S. T. Amancio-Filho and J. F. dos Santos, "Joining of polymers and polymer–metal hybrid structures: Recent developments and trends," *Polymer Engineering & Science*, vol. 49, no. 8, pp. 1461–1476, 2009.
- [4] R. P. Manorathna, P. Phairatt, P. Ogun, T. Widjanarko, M. Chamberlain, L. Justham, S. Marimuthu, and M. R. Jackson, "Feature extraction and tracking of a weld joint for adaptive robotic welding," in *2014 13th International Conference on Control Automation Robotics & Vision (ICARCV)*, pp. 1368–1372, IEEE, 2014.
- [5] N. Mendes, P. Neto, M. A. Simão, A. Loureiro, and J. N. Pires, "A novel friction stir welding robotic platform: welding polymeric materials," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 85, no. 1-4, pp. 37–46, 2016.
- [6] J. Rotheiser, *Joining of plastics: Handbook for designers and engineers*. Cincinnati, Ohio and Munich: Hanser, 3. ed. ed., 2009.
- [7] L. Papula, *Mathematik für Ingenieure und Naturwissenschaftler: Ein Lehr- und Arbeitsbuch für das Grundstudium*. Viewegs Fachbücher der Technik, Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 10., erweiterte auflage ed., 2001.
- [8] S. Klug, *Entwicklung eines sensorbasierten Kunststoffschweißprozesses mittels Industrieroboter*. Masterthesis, Hochschule Offenburg, 27. Oktober 2023.

# Laser-Doppler-Dehnungssensor zur berührungslosen Dehnungsmessung, insbesondere im Hochgeschwindigkeitsbereich oder für kleine Messobjekte

*Fangjian Wang<sup>1</sup>, Johannes Wölck<sup>2</sup>, Marcel Hess<sup>2</sup>, und Christian Rembe<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Institut für Elektrische Informationstechnik, TU Clausthal, Leibnizstraße 28, DE-38678 Clausthal-Zellerfeld*

*<sup>2</sup>SincoTec Test Systems GmbH, Albrecht-von-Groddeck-Str. 1  
DE- 38678 Clausthal-Zellerfeld*

## Zusammenfassung

In diesem Artikel berichten wir über eine neue Anwendung unseres berührungslosen optischen Dehnungssensors - Laser-Doppler-Dehnungssensor (LDD). Der LDD kann die Dehnung in dem Hochgeschwindigkeitszugversuch messen, bei dem die Messprobe in weniger als einer Millisekunde vom stationären Zustand auf 30 m/s beschleunigt und gerissen wird. Im Vergleich zu herkömmlichen Messmethoden wie Hochgeschwindigkeitskameras bietet unser LDD eine viel höhere Bandbreite und eine viel bessere Genauigkeit. Darüber hinaus stellen wir die verbesserte optische Struktur des LDD für die Dehnungsmessung an kleinen Messobjekten (Dehnung im Bereich von 2 mm) vor.

**Keywords:** Laser-Doppler-Vibrometrie, Dehnungsmessung, Hochgeschwindigkeitszugversuch, Kleine Messobjekte

## 1. Einleitung

Ein berührungsloser optischer Dehnungssensor - Laser-Doppler-Dehnungssensor (LDD) - misst Dehnungen im Bereich von  $10^{-5}$  [1]. Das Messprinzip des LDD basiert auf der heterodyn in-plane Laser-Doppler-Vibrometrie (LDV). Mit dem Sensor können die Auslenkung und die Geschwindigkeit von zwei benachbarten Messpunkten gemessen werden. Die Dehnung wird aus der differentiellen Auslenkung geteilt durch den bekannten Abstand zwischen den beiden Messpunkten berechnet. Zusätzlich wurde die Signaldiversität genutzt, um ein störungsempfindliches Sensorsignal zu erhalten [2, 3, 4]. Mit dieser Methode konnte der Einfluss des Specklerausens und der sogenannten Signalaussetzer reduziert werden. Dadurch kann unser LDD dynamische Dehnungen auf rauen Oberflächen ohne eine Oberflächenbehandlung messen, z.B. auf Metallproben bei der Betriebsfestigkeitsprüfung in der Resonanzmaschine [1], und stellt eine Alternative zu klebenden Dehnungsmessstreifen (DMS) dar.

Wir stellen in diesem Beitrag die weitere Entwicklung des LDD vor. Ein wesentlicher Vorteil von Heterodyn-LDV-Sensoren ist die große Messbandbreite, wodurch hochfrequente Bewegungen (z.B. GHz-

Bewegung) [5] oder Hochgeschwindigkeitsbewegungen [6] mit ihnen gemessen werden können. Für solche Anwendungen sind taktile Messverfahren wie DMS nicht geeignet, da DMS normalerweise nur Dehnungen bis zu mehreren kHz messen können [7]. Alternativ kann ein linearer variabler Differentialtransformator (LVDT) zur Messung der Dehnung bei Zugversuchen verwendet werden [8]. Allerdings ist auch der LVDT ein taktiles Messverfahren und die maximale Bandbreite liegt meist im kHz-Bereich. Auch optische berührungslose Messgeräte können eingesetzt werden. Heutzutage ist die kamerabasierte Messmethode wie die digitale Bildkorrelation [9, 10, 11], die digitale Laser-Speckle-Korrelation [12, 13] usw. in der Industrie weit verwendet, um die Dehnung oder die Verformung im Zugversuch zu detektieren. Aber die Hochgeschwindigkeitskamera ist nicht nur teuer, sondern hat auch andere Nachteile. Um eine sehr hohe Abtastrate zu erreichen, ist die Anzahl der Pixel der Kamera begrenzt. Das bedeutet, dass die Auflösung schlecht ist. Aufgrund der extrem kurzen Aufnahmezeit der Kamera ist für solche Anwendungen eine zusätzliche starke Beleuchtung erforderlich. Der Stromverbrauch ist daher sehr hoch. Aus diesen Gründen wurde unser LDD verbessert, so dass er für Hochgeschwindigkeitszugversuche eingesetzt werden kann. Im

Zugversuch wurde die Messprobe in weniger als einer Millisekunde vom unbelasteten Zustand auf eine Geschwindigkeit von 30 m/s beschleunigt und zerrissen. Nach dem heterodyninterferometrischen Messprinzip des LDD [14, 15] ist die zu messende Geschwindigkeit proportional zur Doppler-Frequenzverschiebung (der Differenz zwischen der Trägerfrequenz und der Frequenz des Messsignals). Für den Dehnungssensor ist daher eine große Signalbandbreite erforderlich, um diese Dynamik mit dem Sensorsignal zu erfassen. Für diese Anwendung haben wir daher die Signalbandbreite auf 10 MHz erweitert. Damit kann unser Sensor mit dem aktuellen optischen Aufbau Bewegungen mit einer Geschwindigkeitsänderung von 0 m/s bis 30 m/s bei einer Beschleunigung von weit über 1000 g messen. Durch die Erhöhung der Signalbandbreite im Vergleich zu der bereits veröffentlichten Version [1, 2], erhöht sich jedoch auch die Rauschleistung des Messsignals. Wir haben die Optik so optimiert, dass mehr Streulicht vom Photodetektor detektiert werden kann und sich die Auflösung durch die erhöhte Bandbreite nicht verschlechtert. Wir zeigen die Ergebnisse unseres ersten Zugversuchs, mit dem wir demonstrieren, dass unser Sensor auch solche Prozesse perfekt erfassen kann.

Außerdem haben wir unseren LDD für die Dehnungsmessung an kleinen Messobjekten weiterentwickelt. Der Sensor kann nun Dehnungen mit einer lateralen Auflösung von 2 mm messen. Wir stellen die entsprechende neue optische Struktur für kleine Messobjekte vor.

## 2. Grundlage

Unser LDD basiert auf zwei heterodyn in-plane LDV, wobei die beiden LDV eine gemeinsame einfallende sowie empfangene Strahlengang nutzen. Jedes LDV misst die in-plane Bewegung auf einem Messpunkt. Abb. 1 zeigt den optischen Aufbau des LDD. Als Lichtquelle wird eine Laserdiode mit einer Wellenlänge von 1550 nm ausgewählt, wodurch bei einer Laserschutzklasse I (augensicher) zehnmals mehr Lichtleistung als bei sichtbarem Laser für einen sicheren Betrieb einer Laserschutzklasse II zugelassen werden kann. Der kollimierte Laserstrahl wird danach durch einen Polarisationsstrahlteiler in zwei Strahlen aufgeteilt (Strahl A und B). Der s-polarisierte (senkrecht zur Einfallsebene) Strahl A wird mittels Keilprismen direkt zur Messoberfläche abgelenkt. Ein  $\lambda/4$ -Plättchen hinter den Keilprismen ändert die Polarisation der einfallenden Strahlen von linear zu zirkular. Somit enthalten die einfallenden Strahlen s-

und p-Polarisationskomponenten, so dass auch im Streulicht alle Polarisationskomponenten enthalten sind. Der p-polarisierte (parallel zur Einfallsebene) Strahl B wird erst mithilfe einer Bragg-Zelle um 40 MHz frequenzverschoben und dann zur Messoberfläche abgelenkt. Bevor beide Strahlen (A und B) auf die Messobjekte fallen, teilt ein nicht polarisierter Strahlteiler mit Prisma die einzelnen Strahlen zu zwei parallel einfallenden Strahlen (Strahl A zu A1 und A2, Strahl B zu B1 und B2) auf. Strahl A1 und B1 überlagern sich auf der Messoberfläche und erzeugen ein Interferenzstreifenmuster, das den ersten Messpunkt definiert. In ähnlicher Weise überlagern sich die Strahlen A2 und B2 und definieren den zweiten Messpunkt. Alle vier Strahlen werden mittels Objektivs auf der Messoberfläche fokussiert, um eine hohe Lichtintensität zu erhalten.

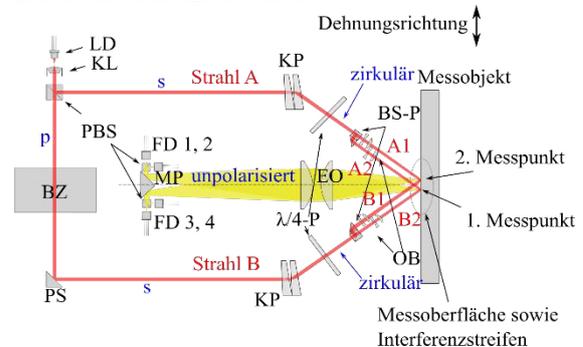


Abb. 1: Schematische Darstellung des optischen Aufbaus des LDD.

Hierbei bedeuten LD: Laserdiode, KL: Kollimator, KP: Keilprisma, PBS: polarisierende Strahlteiler, BS-P: Strahlteiler mit Prisma, BZ: Bragg-Zelle, FD: Fotodiode, MP: Prisma-Spiegel mit Messerkanten, EO: Empfangsoptik,  $\lambda/4$ -P:  $\lambda/4$ -Verzögerungsplatte, OB: Objektiv und PS: Prisma-Spiegel. Die Polarisationszustände sind in blau gezeichnet.

Für jeden Messpunkt kreuzen sich zwei einfallende Laserstrahlen, die die gleiche Intensität und Polarisation haben, unter einem Winkel (als Kreuzungswinkel  $\theta$  bezeichnet) auf der Messoberfläche. Ein Interferenzstreifenmuster mit Hell-Dunkel-Übergang wird erzeugt. Der Streifenabstand  $d$  wird durch die Wellenlänge  $\lambda$  und den Kreuzungswinkel  $\theta$  mit der Formel

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \frac{\theta}{2}} \quad (1)$$

berechnet. Wenn sich ein Streukörper (Laserspeckle) der Oberfläche relativ zu den Streifen bewegt, ist die Frequenz der Intensitätsmodulation des Streifenmusters proportional zu der Bewegungsgeschwindigkeit

senkrecht zu den Streifen und die Phase entspricht der Auslenkung. In der Regel bewegen sich mehrere Streukörper durch den Streifen und bilden ein zeitabhängiges Specklemuster.

Ein Linsensystem erfasst das Streulicht aus beiden Messpunkten. Das Licht von jedem Messpunkt wird auf den Fotodetektor abgebildet. Die Bragg-Zelle verschiebt die Frequenz von einem einfallenden Strahl von 40 MHz und die Streifen oszillieren mit einer Frequenz von 40 MHz. Diese Frequenz wird als Trägerfrequenz  $f_c$  bezeichnet und erzeugt eine Intensitätsmodulation an jedem Punkt der Messoberfläche. Die momentane Frequenz des Detektorsignals  $f_i(t) = d\phi_i(t)/dt$  erhöht sich bei einer den bewegenden Interferenzstreifen entgegenlaufenden Oberfläche und verringert sich, wenn sich die Messoberfläche mit den Streifen bewegt. Die in-plane Geschwindigkeit jedes Messpunkts  $v_i(t)$  ist proportional zur der Dopplerfrequenzverschiebung (die Differenz zwischen der Frequenz des Detektorsignals und der Trägerfrequenz) durch

$$v_i(t) = d(f_c - f_i(t)), \quad (2)$$

mit  $d$  aus Formel (1). Die Auslenkung jedes Messpunkts  $s_i(t)$  kann durch die Phase der Intensitätsmodulation  $\phi_i(t)$  (Integration von Dopplerfrequenzverschiebung) bestimmt werden. Die gemessene Dehnung  $\varepsilon(t)$  kann dann mithilfe der Differenzauslenkung zwischen beiden Messpunkten durch

$$\varepsilon(t) = \frac{s_1(t) - s_2(t)}{l} = \frac{d}{2\pi l} (\phi_1(t) - \phi_1(t_0) - \phi_2(t) + \phi_2(t_0)) \quad (3)$$

berechnet werden, wobei  $l$  der Abstand zwischen den beiden Messpunkten ist. Die Anfangsphasen  $\phi_1(t_0)$  und  $\phi_2(t_0)$  beschreiben den Zustand des Messobjekts zu Beginn der Messung.

Um die Einflüsse des Specklerauschens und von Signalaussetzern zu reduzieren, haben wir bei unserem LDD Signaldiversität implementiert [2, 3]. Das von jedem Messpunkt gestreute Licht durchläuft einen Polarisationsstrahlteiler, so dass jede Polarisationskomponente (s- und p-Polarisation) von einem einzelnen Fotodetektor erfasst werden kann. Insgesamt gibt es vier Detektoren. Der erste Fotodetektor (FD1 in Abb. 1) empfängt das p-polarisierte Licht und der zweite Detektor (FD2 in Abb. 1) erfasst das s-polarisierte Licht des ersten Messpunkts. Der dritte und vierte Detektor (FD3 in Abb. 1 für das p-polarisierte Licht und FD4 in Abb. 1 für das s-polarisierte Licht) erfassen das Streulicht des zweiten Messpunkts. Die Messsignale von

beiden Detektoren aus einem Messpunkt werden digitalisiert und dann mit Maximum-Ratio-Kombination (MRC) [16, 17] kombiniert und Quadratur-demoduliert (IQ-demoduliert) [18, 19].

Die gesamte optische Struktur mit Polarisationsdiversität und die erforderlichen elektrischen Platinen wurden in ein kompaktes Gehäuse (ca. 300 mm x 200 mm x 250 mm, L x B x H) integriert.

### 3. Dehnungsmessung in Hochgeschwindigkeitszugversuch

#### 3.1 Experimentelle Setup

Unser LDD wurde in einem Hochgeschwindigkeitszugversuch eingesetzt, wobei der schematische Versuchsaufbau in Abb. 2 gezeigt wird.

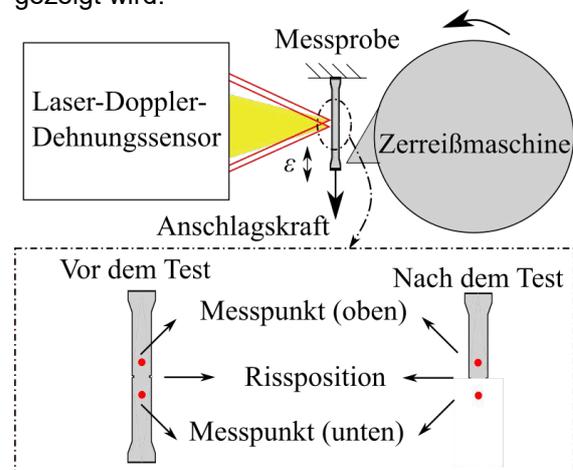


Abb. 2: Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus des Hochgeschwindigkeitszugversuchs.

Die Zugversuchsanlage beschleunigt ein schweres Schwungrad bis zu einer Bahngeschwindigkeit von 30 m/s. Durch das Ausschlagen eines Ankeres kann die gespeicherte Energie von dem Schwungrad instantan auf eine bis dahin ruhende Messprobe (wie in Abb. 3) übertragen werden, die dann in unter einer Millisekunde mit 30 m/s zerreit. Der obere Teil der Probe ist befestigt und der untere Teil wird mit Anker verbunden. In der Mitte von der Probe wird eine Kerbe gefrst, somit wird sie in dieser Position gerissen.

Unser LDD steht vor der Messprobe. Die beiden Messpunkte liegen auf der gegenberliegenden Seite der Rissposition. Der Abstand  $l$  zwischen den beiden Messpunkt betrgt 10 mm. Die Differenzauslenkung zwischen dem abgerissenen Teil und dem verbleibenden Teil werden gemessen.



Abb. 3: Messprobe mit Ankerelement.

Das Messsignal wird in dem Versuch zuerst mit einer Hochgeschwindigkeits-Datenerfassungskarte mit einer Abtastrate von 250 MHz digitalisiert und in den PC gespeichert. Die Datenauswertung findet erst nach dem Versuch statt.

Wie in Kapitel 2 erläutert, ist das Detektorsignal des LDD ein frequenzmoduliertes (FM) / phasenmoduliertes (PM) Signal mit einer Trägerfrequenz von 40 MHz. Die maximale zumessende Geschwindigkeit beträgt 30 m/s. Aus Formel (2) kann die maximale Doppelfrequenzverschiebung sowie die minimale Frequenz  $f_{i,min}$  des Detektorsignals bestimmt werden. Mit dem Streifenabstand  $d = 3,3 \mu\text{m}$  beträgt  $f_{i,min}$  9,1 MHz. Somit liegt die Signalbandbreite zwischen 30,9 MHz und 40 MHz. Ein entsprechender digitaler Bandpassfilter wird verwendet, um das Rauschen außerhalb dieser Bandbreite auszufiltern. Abb. 4 zeigt den gesamten Versuchsaufbau.

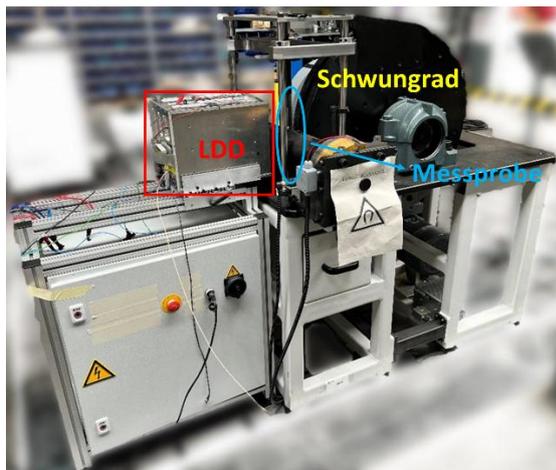


Abb. 4: Foto des Versuchsaufbaus von Hochgeschwindigkeitszugversuch.

Außerdem wurde eine Hochgeschwindigkeitskamera (CR3000x2) in dem Versuch verwendet, um den Messergebnissen von unserem LDD vergleichen zu können. Die

Kamera fotografiert die Messstelle während des Rissvorgangs mit einer Abtastrate über 4000 Bildern/s.

### 3.2 Messergebnisse

In diesem Teil werden die Messergebnisse von unseren LDD und der Hochgeschwindigkeitskamera aus unserem ersten Zerreitest dargestellt und analysiert. Wir haben mehrere Zugversuche durchgefhrt und insgesamt zwei Arten von Proben verwendet, nmlich Aluminium und Stahl (wie in Abb. 5 dargestellt).



Abb. 5: Messprobe von Zugversuchen.

Abb. 6 zeigt die Messergebnisse unseres LDD aus einem der durchgefhrt Zugversuche, wobei vier Zeitpunkte (Frame 1, 2, 3, und 4) gezeichnet werden. Diese vieren Zeitpunkte entsprechen den aufgenommenen Bildern von dem Referenzmesssystem (Kamera) (die Bilder sind in Abb. 7 dargestellt). Im Abschnitt Frame 2-3 scheint die Probe noch nicht vollstndig zerrissen zu sein, sondern auf ihrer vollen Lnge gedehnt zu werden, sodass sich zwischen den beiden Messpunkten des Sensors eine geringere Differenzgeschwindigkeit ergibt. Auf dem Abschnitt Frame 3-4 kann die Probe als abgerissen betrachtet werden, hierdurch tritt die volle Zerreigeschwindigkeit als Differenzgeschwindigkeit zwischen den Messpunkten ein. Die rote Linie zeigt eine Differenzgeschwindigkeit von 30,07 m/s, was einer Abrissgeschwindigkeit von 30 m/s entspricht. Nach der Zeit von ca. 41 ms (in Abb. 6) verlsst das abgerissene Probenteil den Messbereich des LDD. Natrlich ist der Beobachtungsbereich der Kamera grer als der Messbereich des LDD. So wird die Kurve des LDD nur bis zu 7,1 mm abgesenkt, whrend mit der Kamera noch eine Differenzauslenkung von 9,08 mm erkennbar ist.

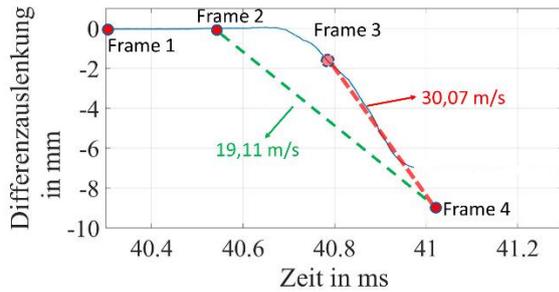


Abb. 6: Messergebnis des LDD bei dem Hochgeschwindigkeitszerreißtest. Die Verbindungsgerade zwischen dem Abschnitt von Frame 3 und 4 lassen sich zu Schätzung der mittleren Geschwindigkeiten in diesen Intervallen nehmen.

Abb. 7 zeigt die Beobachtung der gleichen Abreißvorgänge der Probe mit der Hochgeschwindigkeitskamera wie in Abb. 6. In der Aufnahmeserie wurde versucht, anhand einer bekannten Referenzlänge die Geschwindigkeit des innerhalb von wenigen Abbildungen erfolgenden Abreißvorgangs zu bestimmen. Die Serie wurde mit 4201 Fps aufgenommen, es erfolgte alle 0,238 ms eine Bildaufnahme. Im ersten Frame wird die Probe in der Prüfmaschine vor dem Beginn des Zerreißversuchs gezeigt. Im zweiten Foto hat der Abreißvorgang noch nicht begonnen. Deshalb sind die beiden Punkte (Frame 1 und 2) in Abb. 6 auf 0 mm. Im dritten Foto (ein Frame später) ist schon eine leichte Bewegung des unteren Probenteils erkennbar. Aber kann die Auslenkung wegen begrenzter Auflösung der Kamera nicht genau bestimmt werden. Deshalb wird der Punkt von Frame 3 in Abb. 6 als den Punkt auf der blauen Kurve mit dem gleichen Zeit-Achse-Wert gezeichnet. Das Zeitintervall, in welchem der abgerissene Teil der Probe eine Strecke von 9,08 mm zurückgelegt hat, wie im vierten Foto zu erkennen, beträgt 0,476 ms (Im Bezug zu Frame 2). Somit ergibt es sich aus diesen Aufnahmen rechnerisch eine mittlere Geschwindigkeit zwischen Frame 2 und 4 von 19,08 m/s. Dieser Wert passt gut zu der mit dem LDD gemessenen Geschwindigkeit von 19,11 m/s (die grüne Linie in Abb. 6). Dieses optische Verfahren gelangt, trotz einer Bildrate von über 4 kHz, aufgrund der Kürze des Zeitintervalls und die begrenzte Pixelzahl an seine Auflösungsgrenze. Es ergibt sich die gezeigte Unschärfe für die bestimmte Geschwindigkeit in dem ganzen Rissprozess. Im Gegensatz dazu zeigt sich die Ergebnisse aus unserem LDD in Abb. 6, dass der Sensor sehr genau die eingestellte Zerreißgeschwindigkeit aufzeichnen konnte.

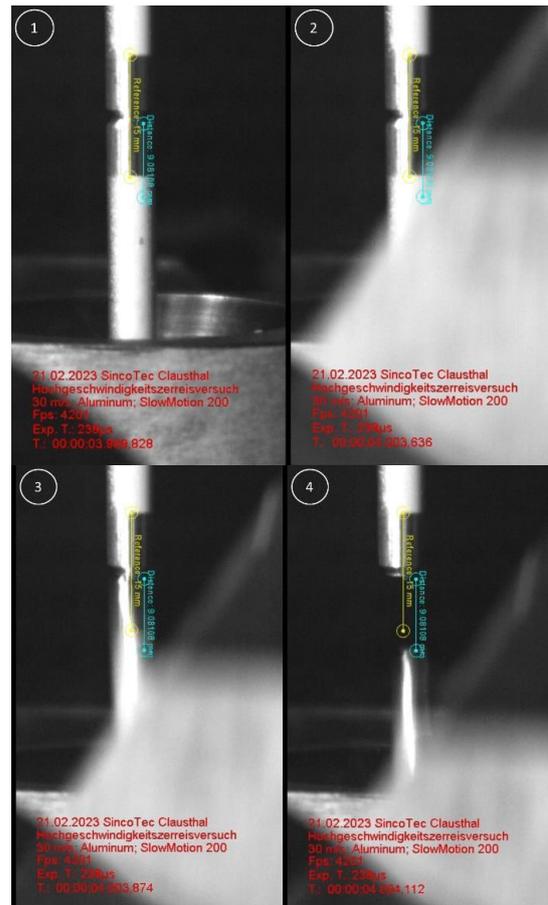


Abb. 7: Messergebnisse der Hochgeschwindigkeitskamera. Der Zeitabstand zwischen den aufgenommenen Bildern beträgt 238  $\mu$ s.

#### 4. Dehnungsmessung bei kleinem Messobjekt

Im vorigen Kapitel wurde ein Beispiel für die Dehnungsmessung in einem Hochgeschwindigkeitszugversuch vorgestellt. Der Abstand  $l$  zwischen den beiden Messpunkten betrug 10 mm und war relativ groß. Wir haben auch das optische Design des LDD weiterentwickelt, wodurch ein kleineres  $l$  (bis zu 2 mm) realisiert werden kann. Damit kann der Sensor die Dehnung mit einer lateralen Auflösung von 2 mm messen. Der optische Aufbau in Abb. 1 ist für ein großes  $l$  ( $>5$  mm) geeignet. Bei  $l < 5$  mm kann das Streulicht der beiden Messpunkte nicht durch das Messerkantenprisma getrennt werden (wie in Abb. 8). Dies bedeutet, dass das Licht des einen Messpunktes auch vom Photodetektor des anderen Messpunktes erfasst wird. Das Messsignal des einzelnen Messpunktes wird also durch die Bewegung des anderen Messpunktes beeinflusst.

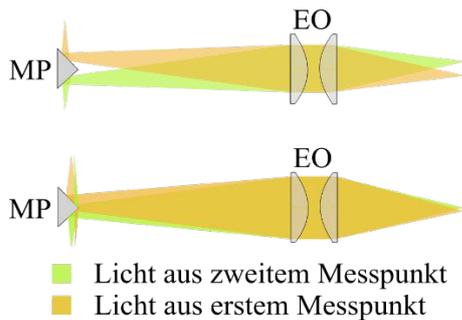


Abb. 8: Schematische Darstellung des Empfangslichtgang mit größerer  $l$  (oben) und mit kleinerer  $l$  (unten). Hierbei ist MP Prisma-Spiegel mit Messerkanten und EO ist Empfangsoptik.

Wir haben zwei Lösungen für dieses Problem untersucht. Bei der ersten Lösung bleiben die meisten Teile der bisherigen optischen Struktur (wie in Abb. 1) unverändert. Nur die Empfangsoptik wird aktualisiert (wie in Abb. 9). Die Brennweite der Empfangsoptik wird so angepasst, dass das Streulicht von beiden Messpunkten bis zum Prismenspiegel getrennt wird (MP in Abb. 9). Um die veränderte Brennweite der Empfangsoptik zu kompensieren, müssen natürlich zwei zusätzliche Fokuslinsen und ein größerer Prismaspiegel verwendet werden.

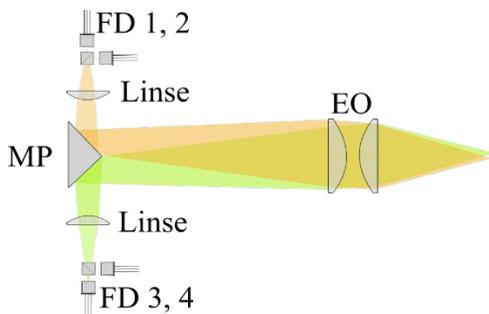


Abb. 9: Verbesserte optische Struktur (Lösung 1). Hierbei ist FD Fotodetektor.

Obwohl die Änderung der optischen Struktur gering ist, benötigen die längere Brennweite und die zusätzlichen Optiken mehr Platz. Dies bedeutet, dass das gesamte LDD etwa 100 mm länger und 50 mm breiter sein muss. Daraufhin wurde eine zweite Lösung entwickelt. Hier wird nicht nur die Empfangsoptik geändert, sondern auch die Einfallsoptik (wie in Abb. 10). Bei diesem Aufbau benutzen das einfallende und das empfangene Licht unterschiedliche Strahlengänge für die beiden Messpunkte, während es beim vorherigen Aufbau nur einen gemeinsamen Strahlengang gibt. Ähnlich wie

in Abb. 1 sind auch hier die Polarisationszustände in Blau dargestellt.

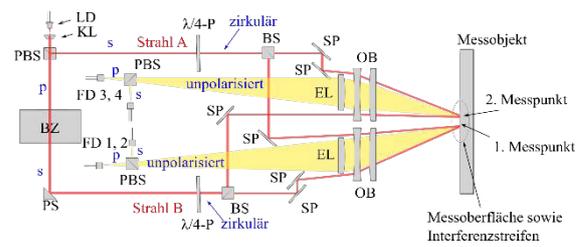


Abb. 10: Verbesserte optische Struktur (Lösung 2). Hierbei sind EL Empfangslinse, SP Spiegel. Sonstige Abk. sowie Beschreibung in dem Bild sind gleich wie in Abb. 1.

Obwohl diese Verbesserung viel mehr Änderungen erforderte als in Abb. 9 gezeigt werden und den Sensor komplexer macht, hat sie auch einige Vorteile. Verglichen mit der Struktur in Abb. 1 und 9 werden nur wenige und kostengünstige optische Teile verwendet. Außerdem kann die Umsetzung dieser Struktur in einem kompakten Gehäuse wie in Abb. 1 realisiert werden, während die Lösung in Abb. 9 ein größeres Gehäuse erfordert. Der dritte Vorteil ist, dass das einfallende und das empfangene Licht dieselbe Linse durchlaufen. Dadurch lässt sich eine Autofokusfunktion leicht realisieren. Die Fokuslänge (der Arbeitsabstand des LDD) kann durch Verstellen des Objektivs eingestellt werden. Ein weiterer Vorteil ist, dass diese Struktur ein noch kleineren Messpunktabstand  $l$  ermöglicht ( $l < 2 \text{ mm}$ ).

Die Erforschung der beiden in Abb. 9 und 10 gezeigten Verbesserungsmöglichkeiten ist noch nicht vollständig abgeschlossen. Wir werden uns weiterhin darauf konzentrieren, die optimale Struktur für die Dehnungsmessung auf dem kleinen Messobjekt zu finden.

## 5. Zusammenfassung

In diesem Artikel haben wir die Weiterentwicklung unseres LDD vorgestellt. Der Dehnungssensor kann die Dehnung im Hochgeschwindigkeitszugversuch messen, bei dem die Messprobe aus dem Stillstand auf bis zu 30 m/s in unter einer Millisekunde beschleunigt und zerrissen wird. Verglichen mit dem Referenzmesssystem, eine Hochgeschwindigkeitskamera, bietet unser LDD eine viel höhere Bandbreite und eine viel bessere Genauigkeit. Daher ist unser LDD ein ideales Messsystem für solche Hochgeschwindigkeitszugversuche, wohingegen die herkömmlichen Messmethoden bei solchen Anwendungen nicht gut funktionieren. Es wurden auch zwei neue

optische Linsenordnungen erforscht. Damit kann die Dehnung an einem kleinen Messobjekt (2 mm) gemessen werden.

## Literaturnachweis

- [1] F. Wang, S. Krause, J. Hug, C. Rembe, A Contactless Laser Doppler Strain Sensor for Fatigue Testing with Resonance-Testing Machine, *Sensors* 21, 1, 319 (2021); doi: 10.3390/s21010319
- [2] F. Wang, S. Krause, C. Rembe, Signal diversity for the reduction of signal dropouts and speckle noise in a laser-Doppler extensometer, *Measurement: Sensors* 22, 100377 (2022); doi: 10.1088/1742-6596/2698/1/012020
- [3] F. Wang, C. Rembe, Statistical behaviour of laser Doppler vibrometer detector signals and application of statistics for signal diversity, *Journal of Physics: Conference Series* 2698, 012020 (2024); doi: 10.1088/1742-6596/2698/1/012020
- [4] M. Schewe, C. Rembe, Signal Diversity for Laser-Doppler Vibrometers with Raw-Signal Combination, *Sensors* 21, 3, 998 (2021); doi: 10.3390/s21030998
- [5] C. Rembe, S. Boedecker, A. Dräbenstedt, F. Pudewills, G. Siegmund, Heterodyne laser-Doppler vibrometer with a slow-shear-mode Bragg cell for vibration measurements up to 1.2 GHz, in *Proc. SPIE 7098, Eighth International Conference on Vibration Measurements by Laser Techniques: Advances and Applications*, 70980A (2008); doi: 10.1117/12.802930
- [6] A. Carlini, A. Rivola, G. Dalpiaz, A. Maggiore, Valve motion measurements on motorbike cylinder heads using high-speed laser vibrometer, *Proc. SPIE 4827, Fifth International Conference on Vibration Measurements by Laser Techniques: Advances and Applications*, (22 May 2002); doi:10.1117/12.468175
- [7] K. Ueda, A. Umeda, Dynamic response of strain gages up to 300 kHz, *Experimental Mechanics* 38, 93-98 (1998); doi: 10.1007/BF02321650
- [8] D. Zhu, B. Mobasher, S.D. Rajan, Non-contacting strain measurement for cement-based composites in dynamic tensile testing, *Cement and Concrete Composites* 34, 2, 147-155 (2012); doi: 10.1016/j.cemconcomp.2011.09.011
- [9] J. Seidt, VT. Kuokkala, J. Smith, A. Gilat, Synchronous Full-Field Strain and Temperature Measurement in Tensile Tests at Low, Intermediate and High Strain Rates. *Exp Mech* 57, 219-229 (2017); doi: 10.1007/s11340-016-0237-z
- [10] Q. Ma, M.R.M. Rejab, Q. Halim, M.N.M. Merzuki, M.A.H. Darus, Experimental investigation of the tensile test using digital image correlation (DIC) method. *Materials Today: Proceedings* 27, 2, 757-763 (2020); doi: 10.1016/j.matpr.2019.12.072
- [11] D. Li, B. Cheng, S. Xiang, H. Zhou, Integrative measurement method for tensile test based on DIC using modified second-order shape function, *Measurement* 226, 114098 (2024); doi: 10.1016/j.measurement.2023.114098
- [12] N. Mashiwa, T. Furushima, K. Manabe, Novel Non-Contact Evaluation of Strain Distribution Using Digital Image Correlation with Laser Speckle Pattern of Low Carbon Steel Sheet, *Procedia Engineering* 184, 16-21 (2017); doi: 10.1016/j.proeng.2017.04.065
- [13] Q. Zheng, N. Mashiwa, T. Furushima, Evaluation of large plastic deformation for metals by a non-contacting technique using digital image correlation with laser speckles, *Materials & Design* 191, 108626 (2020); doi: 10.1016/j.matdes.2020.108626
- [14] C. M. Penney, Differential Doppler Velocity Measurements, *Appl. Phys. Lett.* 16, 4, 167-169 (1970); doi: 10.1063/1.1653147
- [15] H. D. v. Stein, H. J. Pfeifer, A Doppler Difference Method for Velocity Measurements, *Metrologia* 5, 2, 59-61 (1969); doi: 10.1088/0026-1394/5/2/006
- [16] A. Tsiatmas, F. M. J. Willems, S. Baggen, Optimum diversity combining techniques for visible light communication systems, *IEEE Globecom Workshops*, 456-461 (2014); doi: 10.1109/GLOCOMW.2014.7063474
- [17] D. Smith, T. Abhayapala, Maximal ratio combining performance analysis in practical Rayleigh fading channels, *IEE Proceedings - Communications* 153, 5, 755-761 (2005); doi: 10.1049/ip-com:20050222
- [18] C. Rembe, G. Siegmund, H. Steger, M. Wörtge, Measuring MEMS in Motion by Laser Doppler Vibrometry, in *Optical Inspection of Microsystems*, 2 Hrsg., Boca Raton, CRC Press 246-292 (2019); doi: 10.1201/9781420019162.ch9
- [19] K. Ho, Y. Chan, R. Inkol, A digital quadrature demodulation system, *IEEE Transactions on Aerospace and Electronic Systems* 32, 4, 1218-1227 (1996); doi: 10.1109/7.543843

# Warum sind glänzende Oberflächen optisch nicht kooperativ?

*Rainer Tutsch<sup>1</sup>, Marcus Petz<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Institut für Produktionsmesstechnik, TU Braunschweig, Schleinitzstraße 20, 38106 Braunschweig*

## Zusammenfassung

Auch bei gut kalibrierten Kameras werden in der Kameramesstechnik teilweise deutliche Positionsabweichungen im Bild beobachtet, wenn die Oberfläche des abgebildeten Objekts spiegelnd reflektierende Anteile enthält. Dies wird in der Literatur häufig auf lokale Überbelichtung des Bildsensors zurückgeführt. In unserem Beitrag zeigen wir, dass eine ungleichmäßige Ausleuchtung der Eintrittspupille in Verbindung mit optischen Aberrationen des Objektivs die Ursache sind. Dies wird anhand einer Simulationsrechnung und experimenteller Daten nachgewiesen. Ein möglicher Lösungsansatz wird beschrieben

**Keywords:** Kameramesssysteme, optisch nicht kooperative Flächen, Aberrationen

## Einleitung

In der Kameramesstechnik werden Bilder eines Werkstückes mit Methoden der digitalen Bildverarbeitung mit dem Ziel ausgewertet, dimensionelle Größen (Längen, Abstände, Durchmesser, Winkel, ...) quantitativ zu bestimmen. Dies erfordert einen präzisen Bezug zwischen der 2D-Position eines Merkmals im Bild und der 3D-Position des dazu konjugierten Objektpunktes. Im einfachsten Fall erfolgt dies durch Anwendung des sogenannten Lochkameramodells, bei dem Objekt- und Bildpunkte durch geradlinige Strahlen verbunden werden, die alle durch den selben Punkt, das „Projektionszentrum“ laufen. Bei höheren Anforderungen an die Genauigkeit müssen allerdings die optischen Aberrationen des Objektivs berücksichtigt werden. Außerdem hat ein Objektiv nur genau eine zur durch den Bildsensor vorgegebenen Bildebene konjugierte Objektebene, während reale Objekte stets eine endliche Tiefenausdehnung aufweisen.

In der Praxis kommen unterschiedliche Abbildungsmodelle mit bis zu ca. 20 Parametern zum Einsatz, um die Effekte der Aberrationen und die Defokussierung zu berücksichtigen [1]. Diese Parameter werden bestimmt, indem ein Kalibrierobjekt mit einem bekannten Kalibriermuster in unterschiedlichen Positionen und Winkellagen aufgenommen wird, wobei nach Möglichkeit das gesamte Messvolumen abgedeckt wird. Ein gut kalibriertes Kameramesssystem kann eine relative Unsicherheit von ca.

$10^{-5}$  erreichen. Treten an glänzenden Oberflächenbereichen jedoch direkte Reflexe auf, so kann dies erhebliche Messabweichungen bewirken, weshalb glänzende Oberflächen oft als „optisch nicht kooperativ“ bezeichnet werden. Abb. 1 zeigt das Ergebnis einer Messung einer metallischen Kugel mit einem Stereophotogrammetriesensor. Dargestellt ist die Abweichung von einer best-fit Kugelfläche. Diese liegt durchweg innerhalb eines Bereichs von  $\pm 20 \mu\text{m}$ , mit Ausnahme zweier Stellen mit Abweichungen  $> 100 \mu\text{m}$ . Dies sind die Stellen, an denen jeweils eine der beiden Kameras eine direkte Reflexion der Lichtquelle abbildet.

In der Literatur wird dieses Problem häufig auf eine lokale Überbelichtung des Bildsensors zurückgeführt. Im vorliegenden Fall kann das ausgeschlossen werden, da durch Anwendung einer HDR-Belichtungsreihe mit 5 Belichtungsstufen ein hinreichend großer Dynamikbereich sichergestellt war. Wir haben sowohl experimentelle Untersuchungen als auch Simulationsrechnungen durchgeführt und gefunden, dass die ungleichmäßige Ausleuchtung der Apertur des Objektivs die eigentliche Ursache des Fehlers ist.

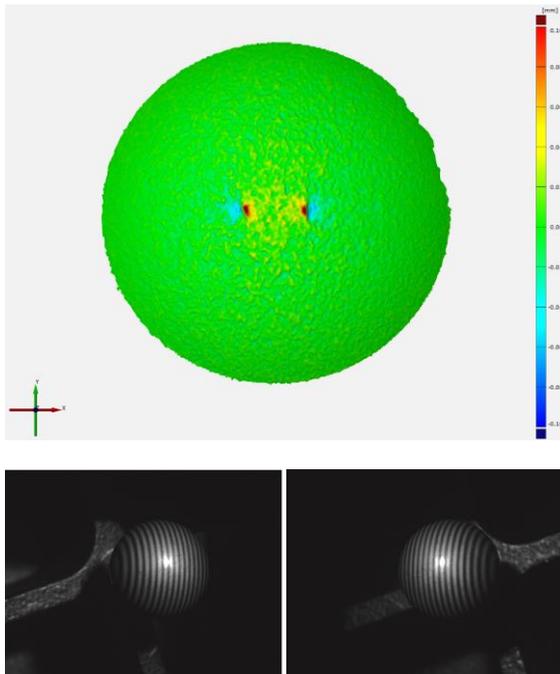


Abb. 1: oben: Optisch gemessene Formabweichung einer Metallkugel. An zwei Stellen, an denen Licht spiegelnd in eine der beiden Kameras reflektiert wird, treten lokale Artefakte auf.  
unten: Einzelbildpaar der Belichtungssequenz mit auf die Kugel projiziertem Streifenmuster und lokalem Reflex.

### Optische Aberrationen

Im Strahlenmodell der optischen Abbildung verlaufen von einem Gegenstandspunkt unendlich viele Lichtstrahlen durch die Abbildungsoptik zum zugeordneten Bildpunkt. Jedem durch die Polarkoordinaten  $(r, \varphi)$  lokalisierten Punkt der Apertur der Optik kann ein solcher Strahl zugeordnet werden (Abb. 2). Bei einer idealen Abbildung sollten alle diese Strahlen sich in einem Bildpunkt treffen, jedoch treten in der Praxis Abweichungen auf. Philipp Ludwig von Seidel ordnete 1855 diese gemäß ihrer Abhängigkeit von  $y$ ,  $r$  und  $\varphi$  den fünf nach ihm benannten Aberrationen zu. Einem Objektpunkt ist daher in der Bildebene ein endlich großer Lichtfleck zugeordnet, der durch die Beugung an der Apertur und gegebenenfalls aufgrund einer Defokussierung zusätzlich vergrößert wird.

In der Kameramesstechnik erhält man Bildpunktkoordinaten, indem mit geeigneten Algorithmen dem ausgedehnten Lichtfleck ein Punkt zugeordnet wird, z.B. der Schwerpunkt der Intensitätsverteilung. Diese Intensitätsverteilung ist eine Funktion der Intensitätsverteilung

in der Apertur. Für die Kalibrierung der Optik kommen durchweg Kalibrierobjekte zum Einsatz, deren Strukturen das Licht diffus streuen, so dass die Apertur der Optik gleichmäßig ausgeleuchtet wird. Eine glänzende Stelle auf einem Messobjekt dagegen führt aufgrund der zum Teil gerichteten Reflexion zu einer ungleichförmig ausgeleuchteten Apertur. Der Auswertalgorithmus liefert dann einen Bildpunkt, dessen Position von derjenigen abweicht, die gemäß Kalibrierung zu erwarten wäre.

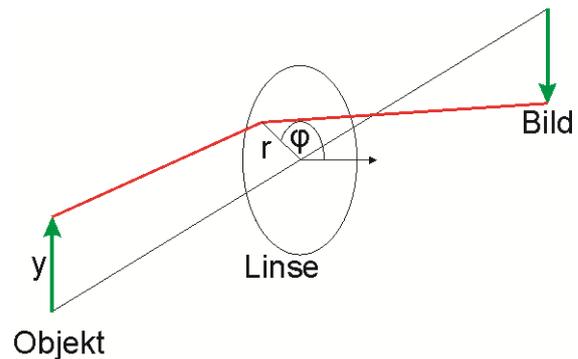


Abb. 2: Strahlengang bei der optischen Abbildung. Durch jeden Punkt  $(r, \varphi)$  der Apertur verläuft genau ein Abbildungsstrahl

### Experimentelle Verifizierung

Für die experimentellen Untersuchungen war eine Anordnung erforderlich, bei der von festen Objektpunkten aus Lichtstrahlen mit einstellbarer Intensitätsverteilung durch die Apertur der Abbildungsoptik zur Bildebene laufen. Dies wurde wie folgt realisiert:

Messobjekt ist eine schwarz gefärbte ebene Platte, auf der ein regelmäßiges Raster weißer, diffus streuender Kreismarken mit Durchmesser 1 mm angebracht ist, so dass die Apertur des Kameraobjektivs gleichmäßig ausgeleuchtet wird. Ein Referenzbild wird mit offener Blende der Kamera aufgenommen. Dann wird eine Kreisblende mit 2 mm Durchmesser unmittelbar vor dem Objektiv angebracht, die quer zur optischen Achse in vertikaler Richtung verschiebbar ist (Abb. 3). Für verschiedene Positionen der Blende werden Vergleichsbilder aufgenommen. Alle Aufnahmen werden jeweils 50 mal wiederholt.

Der verwendete Auswertalgorithmus setzt als Geometrie der Kreisbilder Ellipsen an und ermittelt deren geometrischen Mittelpunkt. Für jede Blendenposition werden die berechneten

Mittelpunktskoordinaten der 50 aufgenommenen Bilder gemittelt. Dann erfolgt die Zuordnung der Punktbildkoordinaten zu denen des Referenzbildes und die Berechnung der Verschiebungsvektoren.

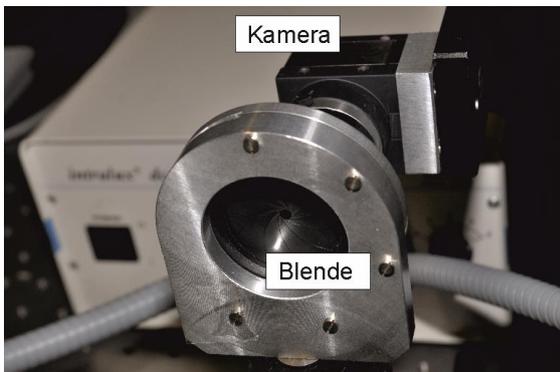
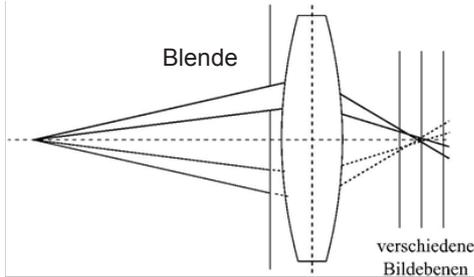


Abb. 3: oben: Strahlengang mit außerhalb der optischen Achse positionierter Blende  
unten: Blende in verschiebbarer Halterung vor der Kamera

Die Verschiebungsvektoren in der Bildebene sind in Abb. 4 für 5 verschiedene Positionen der Blende dargestellt. Durch die Blende sind zwar  $r$  und  $\varphi$  näherungsweise festgelegt, die einzelnen Objektpunkte des Rasters unterscheiden sich jedoch in der Gegenstandshöhe  $y$ . Nach Seidel wird die zu erwartende Verschiebung durch ein Polynom 3. Ordnung in  $y$  beschrieben (Verzeichnung  $\sim y^3$ , Astigmatismus und Bildfeldwölbung  $\sim y^2$ , Koma  $\sim y$ ).

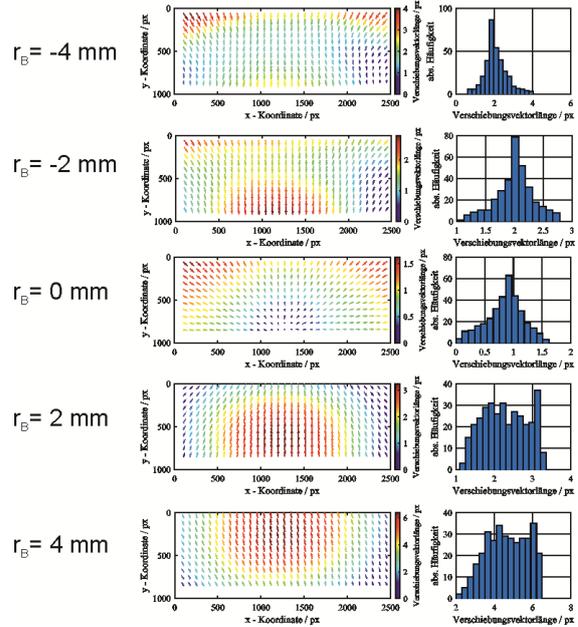


Abb. 4: Verschiebungsvektorfelder der Bildpunkte für 5 unterschiedliche Positionen  $r_B$  der Blende.  $r_B = 0$  mm entspricht der Position symmetrisch zur optischen Achse. Dargestellt ist jeweils die obere Hälfte des Bildes.

**Verifizierung durch Simulationsrechnung**  
Die Simulationsrechnungen erfolgten mit der Software Zemax OpticStudio. Es wurde eine Doppel-Gauß-Optik ausgewählt, die der im Experiment verwendeten Optik ähnelt [2] (Abb. 5).

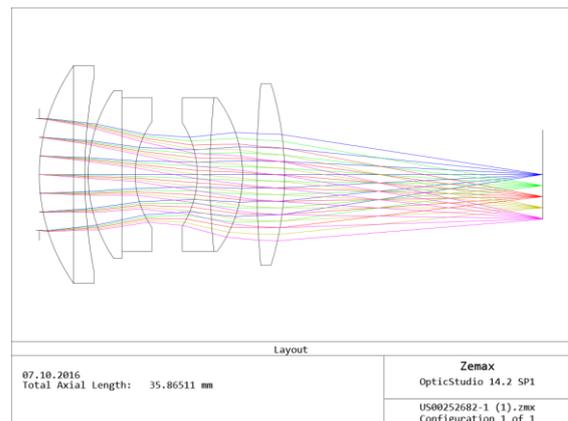


Abb. 5: Für die Simulationsrechnung verwendete Doppel-Gauß-Optik

Aus technischen Gründen erfolgte die Untersuchung anders als im Experiment. Anstelle der Kreismarkenmatrix wurde eine einzelne isotrop abstrahlende Punktlichtquelle als Objekt eingesetzt. In der Ebene der Eintrittspupille wurde die Lochblende in x- und y-Richtung

rasterförmig verschoben und für jede Lochblendenposition wurde der Verschiebungsvektor des Bildpunktes in der Bildebene relativ zur Position im Referenzbild (ohne Lochmaske) berechnet. Abb. 6 zeigt für 5 verschiedene Positionen des Quellpunktes (unterschiedlicher Wert von  $y_0$ ) jeweils die kreisförmige Eintrittspupille und darin den für die jeweilige Lochblendenposition berechneten Verschiebungsvektor.

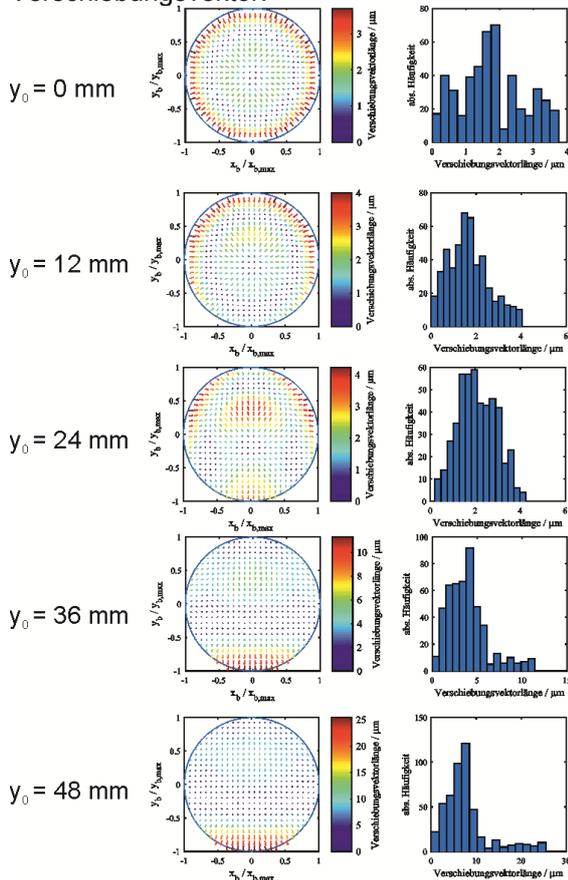


Abb. 6: Verschiebungsvektorfelder der Bildpunkte für 5 unterschiedliche Positionen  $y_0$  der Blende.

$y_0 = 0\%$  entspricht der Position symmetrisch zur optischen Achse.

### Schlussfolgerungen

Simulation und Experiment zeigen, dass ungleichförmige Ausleuchtung der Eintrittspupille, wie sie bei der Abbildung glänzender Objekte auftreten kann, zu systematischen Abweichungen im Bild führt. Dieser störende Effekt kann durch Verwendung von Objektiven mit geringer Aberration minimiert werden. Aufgrund der Proportionalität zu  $r^3$  ist hier besonders auf die sphärische Aberration zu achten. Doch selbst ein ideales Objektiv wäre keine vollständige Lösung, da auch die Beugung und die bei der Abbildung dreidimensio-

ner Objekte unvermeidliche partielle Defokussierung Beiträge zur beschriebenen Messabweichung liefern. Das Einstellen einer kleinen Blende verringert die Seidelschen Aberrationen und die Unschärfe durch Defokussierung, bei zu kleiner Blende wird jedoch die Beugung dominant.

Mittlerweile sind Lichtfeldkameras kommerziell verfügbar, die zu jedem Pixel des Bildes auch eine Information über die Richtungsverteilung der Lichtstrahlen liefern [3]. Auf dieser Basis könnten Störungen aufgrund von glänzenden Bereichen des Objekts zumindest erkannt und ausgeblendet, grundsätzlich sogar korrigiert werden. Die derzeit verfügbaren Lichtfeldkameras haben jedoch noch eine recht begrenzte Ortsauflösung. Der anhaltende Trend zu Bildsensoren mit immer höherer Pixelauflösung (in Smartphones bereits  $> 10^8$  Pixel) lässt erwarten, dass künftig auch messtechnisch einsetzbare Lichtfeldkameras auf den Markt kommen werden.

### Danksagung

Die Autoren danken Herrn Johannes Steger, der im Rahmen seiner Studienarbeit Messungen und Berechnungen durchgeführt hat.

### Literaturnachweis

- [1] Luhmann, T. (2010): Erweiterte Verfahren zur geometrischen Kamerakalibrierung in der Nahbereichsphotogrammetrie. Habilitationsschrift, Deutsche Geodätische Kommission, Reihe C, Nr. 645
- [2] <http://www.lens-designs.com/PhotoPrime>
- [3] <https://raytrix.de/>

# Schnelle IR-MEMS-Strahler für NDIR-Anwendungen

*Toni Schildhauer<sup>1</sup>, Martin Schädel<sup>1</sup>, Andreas T. Winzer<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik, Konrad-Zuse-Str. 14, 99099 Erfurt, Deutschland*

## Zusammenfassung

Infrarot-Emitter auf der Basis von MEMS-Technologien sind für die Miniaturisierung von NDIR-Spektrometern hervorragend geeignet. Bisherige kommerzielle IR-MEMS-Strahler erreichen allerdings bereits bei Messfrequenzen von 20 Hz ihre Einsatzgrenze. Für einige Anwendungen, wie in der Atemgasanalyse werden jedoch höhere Messfrequenzen im Bereich von 100 Hz benötigt. Wir haben daher unsere IR-MEMS-Emitter weiterentwickelt und sowohl die Chip-Architektur als auch die Aufbau- und Verbindungstechnik für schnelle NDIR-Spektroskopie-Anwendungen optimiert. Zur Verbesserung des Chip-Designs wurde ein digitaler Zwilling unserer bisherigen Technologie in der Simulationssoftware COMSOL angefertigt. Mithilfe dieses Modells konnte der Einfluss verschiedenster Design-Änderungen erprobt und somit die Variantenvielfalt für den zeitaufwändigen technologischen Durchlauf effizient gestaltet werden. Mit sinkender Chipgröße steigt bei den Emittlern zwar die Grenzfrequenz jedoch sinkt gleichzeitig die Strahlstärke. Um bei hohen Messfrequenzen trotzdem ausreichend Signal zu erhalten, optimierten wir den Aufbau der Emitter-Chips für Array-Anordnungen mit einer maximalen Packungsdichte. Mit diesen neuen IR-Quellen sind Gasanalysen im Wellenlängenbereich von 2 bis 20  $\mu\text{m}$  und bei Pulsfrequenzen von bis zu 100 Hz möglich.

**Keywords:** Gassensorik, Infrarot, NDIR, Simulation

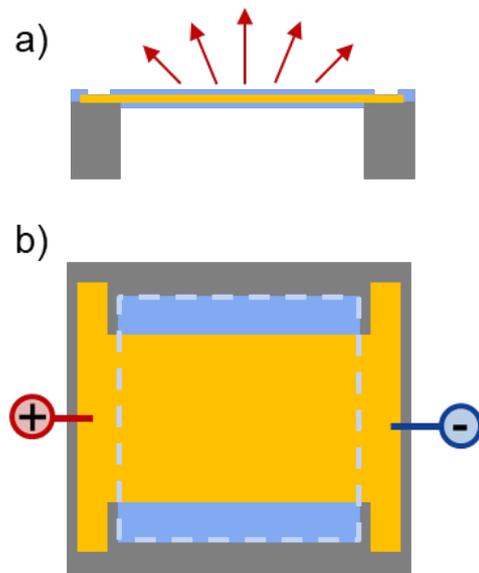
## Überblick

Für die Analyse verschiedenster Gase, ob in der Sicherheitstechnik, Prozesstechnik oder in der Lebensmittelindustrie werden NDIR-(Nichtdispersive Infrarot-) Sensoren genutzt. Diese bestehen aus einer infraroten Lichtquelle (typischerweise mit Glühdraht bzw. Glühwendel), einem mechanischen Chopper zur Modulation der Quelle, der Messküvette, durch die das Proben- oder Referenzgas strömt, einem gaspezifischen infraroten Bandpassfilter und einem thermischen Detektor (z.B. pyroelektrischer Sensor, Thermopile).

Glühwendelbasierte Lichtquellen emittieren aufgrund ihrer Glaskörper nur Wellenlängen bis maximal 5  $\mu\text{m}$  [1], benötigen zur Modulation einen externen Chopper und sind wegen des aufgehängten Glühfadens empfindlich gegenüber kleinen Erschütterungen. MIR-LEDs als Alternative lassen sich zwar sehr schnell elektrisch pulsieren, bieten aber leider auch nur eingeschränkte Wellenlängen bis 6  $\mu\text{m}$  und sind deutlich teurer.

IR-Quellen auf Basis von MEMS-Technologien sind breitbandig und emittieren mindestens bis 12  $\mu\text{m}$ , lassen sich elektrisch pulsieren, sind unempfindlich gegenüber kleinen Erschütterungen und kostengünstig. Daher sind sie derzeit die beste Lösung für miniaturisierte NDIR-Sensoren. Kommerzielle Anbieter sind bspw. Infrasolid GmbH (Dresden, Deutschland)

und Micro-Hybrid Electronic GmbH (Hermsdorf, Deutschland). Am Markt verfügbare IR-Emitter lassen sich aktuell allerdings nur bis etwa 20 Hz effektiv pulsieren. Auch wenn einzelne Strahler laut Datenblatt Grenzfrequenzen von bis zu 40 Hz aufweisen sollten, konnten wir bei den



*Abb. 1: Schematische Darstellung unserer IR-MEMS-Emitter-Chips. Die dielektrischen Schichten sind hier zu jeweils einer vereinfacht. Dabei zeigt a) einen Querschnitt und b) eine Draufsicht.*

getesteten Strahlern keine Grenzfrequenz größer als 25 Hz nachweisen.

Ziel dieser Arbeit war es, unsere eigenen IR-MEMS-Emitter auf eine Modulationsfrequenz im Bereich von 100 Hz zu optimieren. Für eine geplante Anwendung in der Atemgasanalyse waren eine maximale elektrische Leistung von 5 W (bei unter 1 A) und ein handelsüblicher TO-39-Sockel als Chip-Träger vorgegeben.

### Vorgehen / Vorarbeit

Es gibt verschiedene Möglichkeiten IR-Emitter mit mikrotechnischen Prozessen herzustellen. Unsere Technologie ist CMOS-kompatibel und basiert auf einer dünnen Heizer-Membran. Wie in Abbildung 1 dargestellt, besteht diese aus einem Schichtstapel mehrerer dielektrischer, sowie einer stromführenden Ebene. Letztere verhält sich wie ein ohmscher Widerstand, sodass sich die Membran infolge des Stromflusses nach dem Joule-Lenz-Gesetz erwärmt. Dabei ist die Membran für Temperaturen von bis zu 700°C ausgelegt.

An unserem Institut war bereits ein technologischer Ablauf zur Herstellung von IR-MEMS-Emitter-Chips etabliert. Hierbei wird das Membranschichtsystem zusammen mit den Kontaktflächen auf einen Silizium Wafer Schicht für Schicht auf der Vorderseite aufgebaut. Am Ende wird die Membran durch rückseitiges Ätzen freigestellt, wobei das Silizium unter der Membranfläche komplett entfernt wird. Dabei können die Geometrien der einzelnen technologischen Ebenen frei variiert werden.

Mit dieser Technologie wurden an unserem Institut bisher IR-Emitter-Chips hergestellt, die eine lange Lebensdauer garantieren und auf hohe Intensitäten bei langsamen Messungen bis 10 Hz optimiert sind.

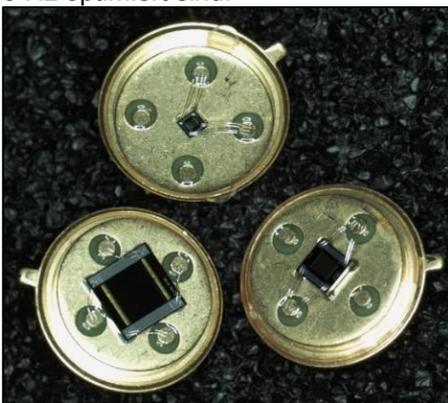


Abb. 2: Drei verschiedene unserer IR-Emitter aufgebaut auf TO-39-Sockel

Bei den gefertigten vier verschiedenen Chipgrößen (drei davon in Abbildung 2 dargestellt) zeigte sich eine lineare Abhängigkeit der thermischen Zeitkonstante (siehe Abbildung 3), sodass der erste Ansatz

hin zu einem schnellen und „hellen“ IR-Strahler ein Strahler-Array war. Dies kann diskret durch eine Anordnung mehrerer Strahler-Chips im Aufbau umgesetzt werden, oder aber als neues Chip-Design, bei dem die Membran durch Stege in mehrere Membranen/ Membran-Segmente unterteilt wird.

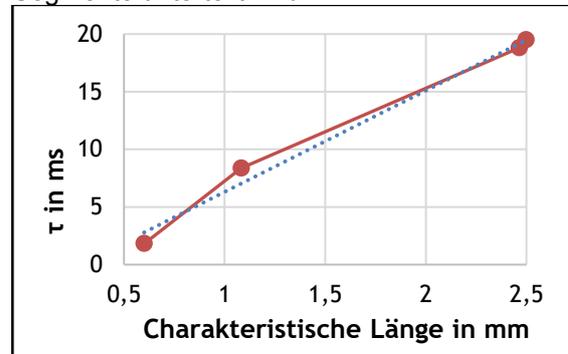


Abb. 3: Die mittlere thermische Zeitkonstante in Abhängigkeit von der Membrangröße, betrieben mit einer Stromquelle bei etwa 600 °C maximaler Membrantemperatur, aufgebaut auf TO-39-Sockel.

### Mess- und Simulationstechnik

Für die Messung und Charakterisierung unserer IR-Strahler stehen uns verschiedene Messgeräte zur Verfügung. Die Thermografie-Aufnahmen wurden mit der Infrarotkamera PI 640i (Optris GmbH, 13127 Berlin, Deutschland) mit Mikroskopobjektiv erstellt. Die Kamera misst in einem Wellenlängenbereich von 8-14  $\mu\text{m}$ . Zur Messung der Strahlstärke nutzten wir das Radiometer RM9 mit Chopper (Ophir Spiricon Europe GmbH, MKS Instruments Inc., 64291 Darmstadt, Deutschland) in Verbindung mit einem 4  $\mu\text{m}$  Bandpass-Filter FB4000-500 (Thorlabs GmbH, 85232 Bergkirchen, Deutschland). Die Emissionsspektren wurden mit dem Nicolet IS50 FT-IR (Thermo Fisher Scientific GmbH, 63303 Dreieich, Deutschland) aufgenommen. Die Zeitabhängigkeit der Strahler wurde mit der InAsSb-Fotodiode P13894 (Hamamatsu Photonics Deutschland GmbH, 82211 Herrsching, Deutschland) charakterisiert. Die Ansteuerung und gleichzeitige Messung der elektrischen Parameter der Emitter fand mithilfe einer Keithley SMU 2602B (Tektronix GmbH, 50739 Köln, Deutschland) statt.

Für die Simulationen nutzten wir Comsol Multiphysics (Comsol Multiphysics GmbH, 37073 Göttingen, Deutschland) in der Version 6.1 mit dem AC/DC-, dem Heat Transfer-, dem Ray Optics- und dem Design-Modul. Zur Berechnung der Materialparameter mittels neuronaler Netze wurde Mathematica Version 13 (Wolfram Research Inc. Champaign, IL 61820-7237 United States) verwendet.

In den Experimenten wurde zur Vergleichbarkeit der Strahlertypen immer eine maximale Membrantemperatur von 600°C angestrebt bzw. eingestellt. Dies ist die Temperatur bei der für das Schichtsystem eine zufriedenstellende Lebensdauer garantiert werden kann. In den Simulationen wurden auch Temperaturen bis 800°C zugelassen unter Beachtung einer beschleunigten Alterung.

### Modellbildung hin zum „Digitalen Zwilling“

Der größte unserer IR-Emitter-Chips wurde in der Simulationssoftware Comsol geometrisch exakt konstruiert. Die im Grundmaterial aus Silizium bestehenden IR-MEMS-Strahler werden üblicherweise auf TO-39-Sockel aufgebaut, sodass die Mikrochips über Klebeflächen an den vier Ecken thermisch mit dem Sockel aus Kovar-Material verbunden sind. Dementsprechend wurde auch dieser Verbund im Modell berücksichtigt.

Die Parameter der in unserem Reinraum abgeschiedenen Schichten sind nur begrenzt bekannt und lediglich in grober Näherung durch Literaturwerte zu beschreiben. Die direkte Messung der benötigten Materialparameter ist derzeit nicht möglich, sodass diese mit einem Algorithmus über den Vergleich der Simulation mit gemessenen Kennlinien bestimmt wurden. Hierfür wurden zuerst die Temperatur und der elektrische Widerstand einer Charge IR-Strahler in Abhängigkeit der angelegten elektrischen Leistung bei Normaldruck und im Vakuum gemessen. Die sich ergebenden Kennlinien dienen als Zielgrößen für die Modellbildung.

Zu Beginn wurden für die gesuchten Materialparameter physikalisch sinnvolle Grenzwerte festgelegt. Mit diesen Grenzwerten wurden die ersten Simulationen durchgeführt. Die damit errechneten Kennlinien aus Temperatur, elektrischem Widerstand und elektrischer Leistung wurden dem neuronalen Netz übergeben. Dieses bestimmte aus den Simulations-Datensätzen im Vergleich mit den Messdaten neue Materialparameter, mit denen erneut eine Simulation durchgeführt und den Datensätzen hinzugefügt wurde.

Dieser iterative Prozess aus Simulation, Vergleich und Parameteränderung führte schließlich zu einer konvergierten Lösung bestehend aus einem eindeutigen Parameter-Datensatz für die gesuchten thermo-elektrischen Schichtparameter. Der Vergleich der Simulation mit den gefundenen Materialparametern und den gemessenen Werten ist in Abbildung 4 dargestellt und zeigt eine sehr gute Übereinstimmung.

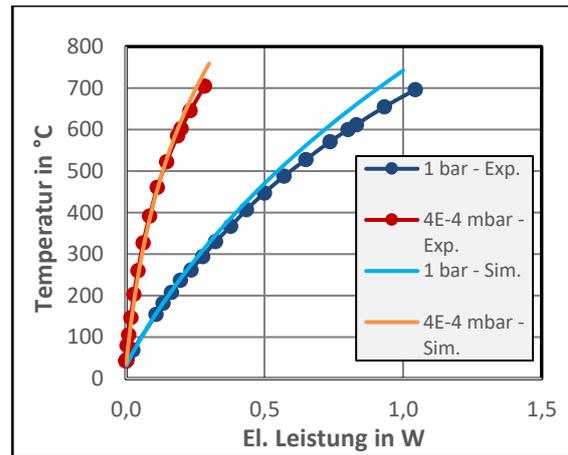


Abb. 4: Vergleich der Temperatur-Leistungskurven (bei zwei unterschiedlichen Drücken) zwischen Messergebnissen und den Simulationen, die aus den gefundenen Materialparametern resultieren.

### Diskrete Arrays

Tabelle 1: Übersicht über unsere drei derzeit wichtigsten Emitter-Chips und der aufgebauten Arrays, gezeigt in Abb. 2.

|                    | Membranfläche in mm <sup>2</sup> | Elektr. Leistung in mW | Relative Strahlstärke |
|--------------------|----------------------------------|------------------------|-----------------------|
| Kleiner Strahler   | 0.36                             | 130                    | 0.08                  |
| Mittlerer Strahler | 1.17                             | 350                    | 0.18                  |
| Großer Strahler    | 6.08                             | 600                    | 1                     |
| 4er-Array          | 1.44                             | 510                    | 0.29                  |
| 16er-Array         | 5.76                             | 1900                   | 0.88                  |

Der erste Lösungsansatz hin zu einem schnellen IR-Strahler mit ausreichender Strahlstärke war der Aufbau mehrerer kleinerer Strahler, die allein genommen keine ausreichende Intensität, aber die kleinste Zeitkonstante aufweisen. Hierfür mussten die etwa 1 mm<sup>2</sup> großen Membran-Chips möglichst eng auf einem TO-Sockel angeordnet und elektrisch miteinander verbunden werden. Der Abstand zwischen den Chips konnte dabei auf 150 µm reduziert werden. Weiterhin entschieden wir uns für eine Schaltung, bei der jeweils zwei Emitter in Reihe geschaltet sind. Diese 2er-Verbunde sind dann wiederum in

einer Parallelschaltung mit insgesamt bis zu 16 Strahlern auf einem TO-39-Sockel angeordnet. Bei Reihenschaltungen besteht allgemein das Problem, dass der Ausfall eines Elements zum Ausfall der gesamten Reihe führt. Hätten wir aber alle Elemente parallelgeschaltet, wären Stromstärken von über einem 1 A erreicht worden, was über den Vorgaben lag.

Verglichen werden Einzelstrahler, 4er-Array und 16er-Array des kleinsten Emitters mit einem mittleren und einem großen Emittor (siehe Tabelle 1).

Das 4er-Array ist bezüglich der elektrischen Leistung vergleichbar mit einem großen Strahler. Obwohl das 4er-Array bei 1 Hz nur 30 % der Strahlstärke eines großen Strahlers liefert, ist bei Messungen ab 35 Hz schon das 4er-Array im Vorteil (siehe Abbildung 5).

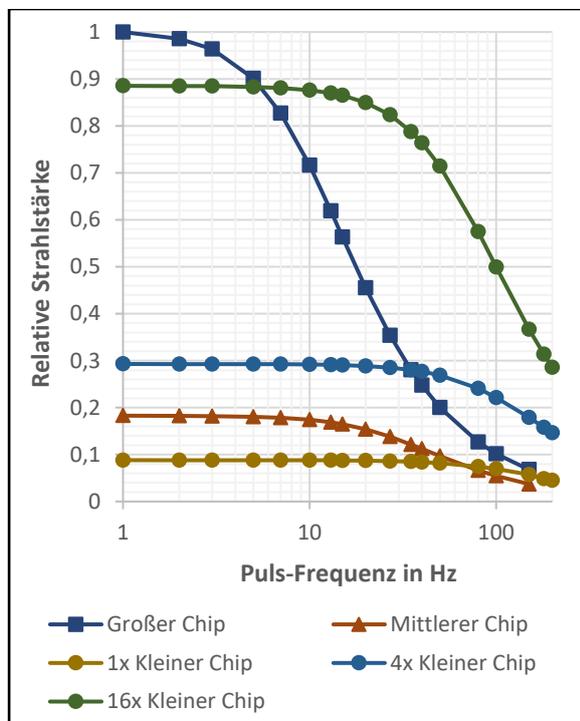


Abb. 5: Vergleich der Strahlungsintensität auf TO-39-Sockel aufgebauter IR-Strahler im Pulsbetrieb.

Wird nun die Anzahl der Strahler im Array auf 16 erhöht, würde einerseits eine Vervielfachung der elektrischen- und andererseits der Strahlungsleistung erwartet werden. Da die höhere elektrische Leistung von 1.9 W zu einer erheblichen Erwärmung des Sockels führt und sich daraus resultierend auch das Off-Signal erhöht, performt dieses Array bei kleinen Frequenzen vergleichsweise schlecht. Im Vergleich zum 1 Hz-Signal des großen Emitters, erreicht das 16er-Array bei ebenfalls 1 Hz nur etwa 88 %. Dies sinkt bei einem Betrieb von 100 Hz aber nur auf etwa 50 % des Vergleichswertes ab. Damit hat sich das

absolute Peak-to-Peak-Signal im Vergleich zum 100 Hz-Betrieb des großen Strahlers vervielfacht.

Bei einem Array aus 16 Einzelchips stellt sich die Frage der Konsistenz und Wiederholbarkeit, da die Widerstände der Einzelchips nicht exakt übereinstimmen. Beispielhaft ist in Abbildung 6 zu sehen, wie sich die Maximaltemperaturen über das Array zwischen 558 °C und 630 °C verteilen. Wird nun für 600 °C Maximaltemperatur bei über 30 verschiedenen Arrays die elektrische Leistung gesucht, gibt es eine sehr breite Verteilung von etwa 1.7 W bis 2.2 W. Hier wird praktisch immer nur der Chip mit der maximalen Temperatur erkannt.

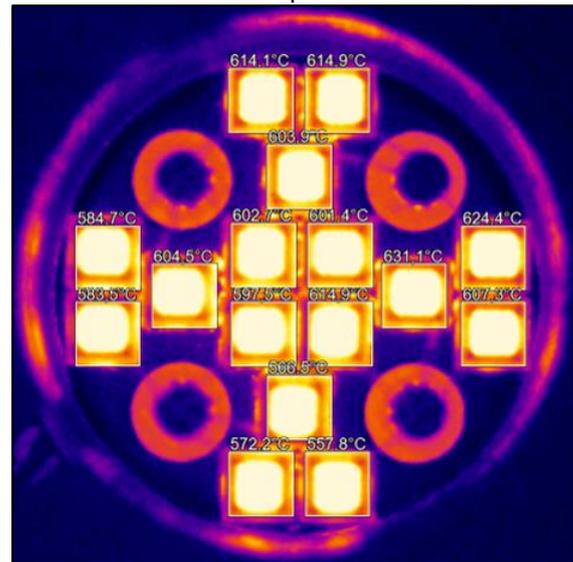


Abb. 6: IR-Kamera-Aufnahme eines 16er-Arrays bei 1.9 W. Für alle Einzelchips wurden die Maximaltemperaturen der jeweiligen Membran gemessen. Die Werte schwanken zwischen 557.8 °C und 631.1 °C.

Wird jetzt aber die Strahlungsleistung festgehalten, die sich aus der Summe aller Strahler ergibt, ist die Verteilung der Arrays wesentlich enger zwischen 2.1 W und 2.2 W (siehe Abbildung 7). Die statistische Verteilung der Einzelstrahler scheint sich in der Masse gut auszugleichen.

Hinsichtlich der Leistung und Zuverlässigkeit scheint das 16er-Array eine Alternative für hohe Frequenzen zu sein. Allerdings sind die Lebensdaueruntersuchungen noch nicht abgeschlossen. Diese werden Rückschlüsse auf die Leistungen bzw. Temperaturen zulassen, bei denen das Array zuverlässig betrieben werden kann. Damit im Zusammenhang steht auch, ob für bestimmte Anwendungen der Ausfall einzelner Chips unkritisch wäre, bzw. ab wie vielen Einzelchip-Ausfällen das Array zu einem vollständigen Ausfall des Systems führt.

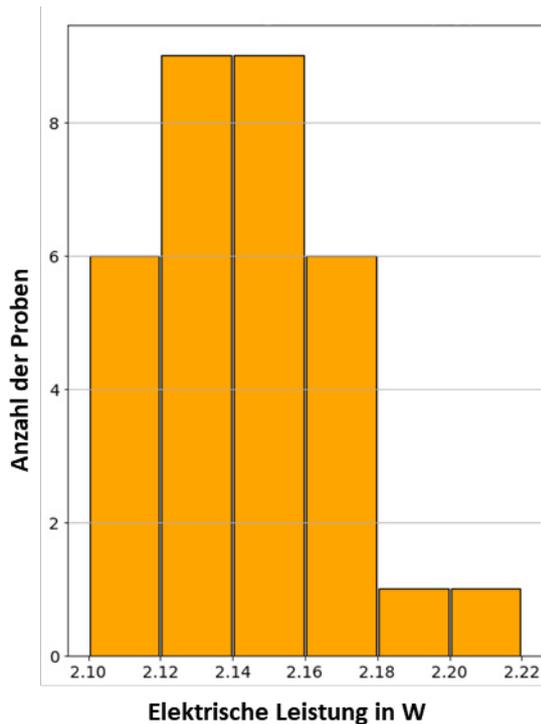


Abb. 7: Es wurden 31 16er-Arrays aufgebaut und auf dieselbe Strahlstärke eingestellt. Das Diagramm zeigt die Verteilung der dazu benötigten elektrischen Leistung.

Ein weiterer Aspekt sind die Kosten. Die reinen Chipkosten sind bei den 16 kleinen Chips in Summe etwa 25 % höher als bei dem großen Einzelemitter (was sich aus der Chipfläche ergibt). Zusätzlich gibt es bei dem Array einen erheblichen Aufwand im Aufbau, weshalb diese Lösung eine wesentlich teurere Alternative zum Einzelchip darstellt. Abhilfe könnte ein bereits auf dem Wafer vorgesehenes Array schaffen, welches aus zusammenhängenden Einzelchips besteht.

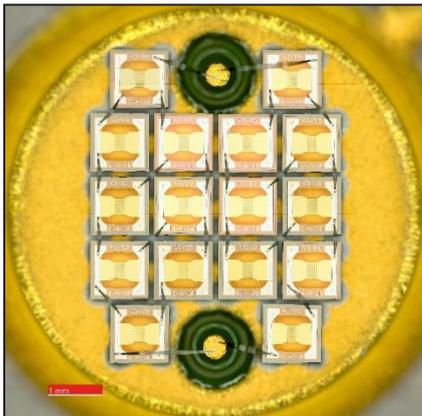


Abb. 8: Aufgebautes 16er-Array mit 1 mm-Maßstab auf einem TO-39-Sockel

### Chip-Optimierung mittels Simulation

Der technologische Durchlauf zur Produktion von IR-MEMS-Emittern ist sehr aufwändig, sodass nur möglichst vielversprechende Designs hergestellt werden sollten. Auch wenn die Möglichkeit besteht, mehrere Designs auf einem Wafer unterzubringen, gilt es in der Entwicklungsphase die Variantenvielfalt möglichst gering zu halten.

Einerseits muss für die Sicherstellung aller für eine aussagekräftige Bewertung notwendigen Testmöglichkeiten eine entsprechende Anzahl an Chips pro Variation auf dem Wafer untergebracht werden können. Andererseits muss bei der Planung berücksichtigt werden, dass der Messaufwand proportional zur Anzahl an Variationen steigt. Werden dann noch Parameter wie die elektrische Leistung variiert, ergibt sich schnell eine sehr komplexe Messmatrix.

Zur Reduktion des Produktions- und Messaufwandes wurden Änderungen am Chipdesign ausführlich mit dem Simulationsmodell getestet.

Um verschiedene Emitter-Designs miteinander zu vergleichen, braucht es eine Kennzahl. Diese sog. „Figure of Merit“ (FOM) haben wir folgendermaßen definiert:

$$FOM = \frac{\Phi_{rad}}{\tau \cdot j_{max} \cdot T_{max}}$$

Mit  $\Phi_{rad}$  als Strahlungsleistung,  $\tau$  als thermische Zeitkonstante,  $j_{max}$  als maximale Stromdichte auf der Membran und  $T_{max}$  als Maximaltemperatur auf der Membran. Dabei dienen die Strahlungsleistung und die Zeitkonstante um die Pulsperformance dazustellen. Hohe Stromdichten und zu hohe Temperaturen führen langfristig zu Degradationen und Alterung, sodass diese zwei Größen in erster Näherung als Faktor für die Lebensdauer dienen.

Weiterführend kann der IR-Strahler in erster Linie als „grauer Körper“ beschrieben werden, wobei sich die Strahlungsleistung mithilfe des Emissionsgrades  $\epsilon$  und des Stefan-Boltzmann-Gesetzes ergibt. Auf der Heizermembran herrscht zudem eine definierte Temperaturverteilung, sodass jedes Flächenelement  $dA$  einen spezifischen Beitrag zur gesamten Strahlungsleistung beiträgt:

$$\Phi_{rad} = \epsilon \cdot \sigma \int T^4(A) dA$$

Zum Vergleich mit dem aktuellen Chip wurde das bisherige Design in Teilen beibehalten. Die Chip-Außenkanten und die Größe der Membran sind in allen Modellen gleich. Variiert wurden

hingegen die Breite der leitenden Schicht, sowie Strukturen bzw. Stege aus Silizium, die als thermische Leiter auf der Membran verbleiben. Hierbei wurden diverse Geometrien und Strukturhöhen simuliert.

In der technologischen Fertigung würden diese Strukturen beim Freistellen der Membran ausgelassen, sodass nur der rückseitige Ätzprozess angepasst werden würde.

Da die ideale elektrische Leistung nicht bei jeder Variation dieselbe und anfänglich unbekannt ist, wurden immer auch verschiedene elektrische Leistungen simuliert. Dabei sollte allerdings eine Maximaltemperatur von 800 °C und eine maximale Stromdichte kleiner 150 A/m auf der Membran nicht überschritten werden.

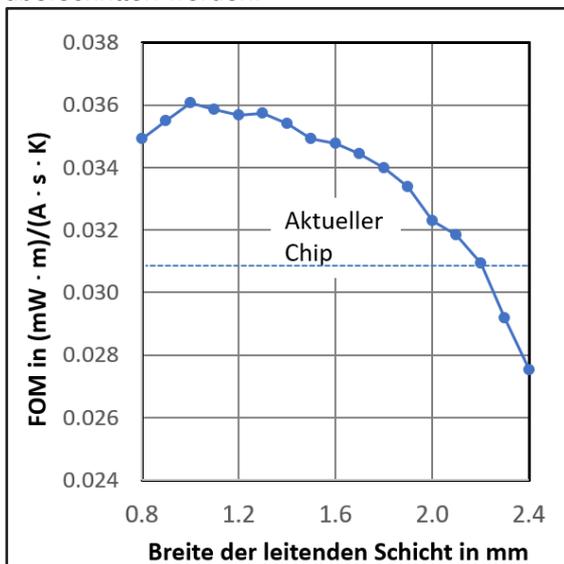


Abb. 9: Vergleich verschieden breiter leitender Schichten, wobei der FOM-Wert des aktuellen Chips hervorgehoben eingezeichnet ist. Die Membran ist insgesamt 2.65 mm breit.

Auf den ersten Blick zeigt sich in der ersten Studie über die Anpassung der Breite der stromleitenden Schicht, dass die FOM grundsätzlich um bis zu 18 % gesteigert werden kann (siehe Abbildung 9). Dabei scheint das beste Ergebnis bei einer Leiterbahn-Breite von etwa 40-50 % der Membranbreite zu liegen. Allerdings steigt unterhalb einer schmalen Leiterbahn-Breite von 1.5 mm die Maximaltemperatur auf über 800 °C an, sodass eine deutlich beschleunigte Alterung zu erwarten wäre.

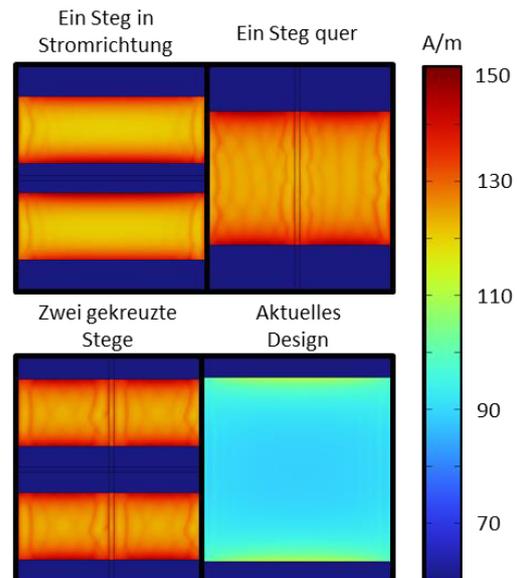
Als aufwändigste Studie folgte die Evaluation verschiedenster Steggeometrien auf der Membran. Dabei wurden auch im Vergleich zu einfachen Stegen komplexere Geometrien evaluiert, wie Kreisstrukturen, sternförmige Anordnungen, tropfenförmige und mehr.

Dabei zeigten sich einfache Stege am vielversprechendsten, sodass hier eine große

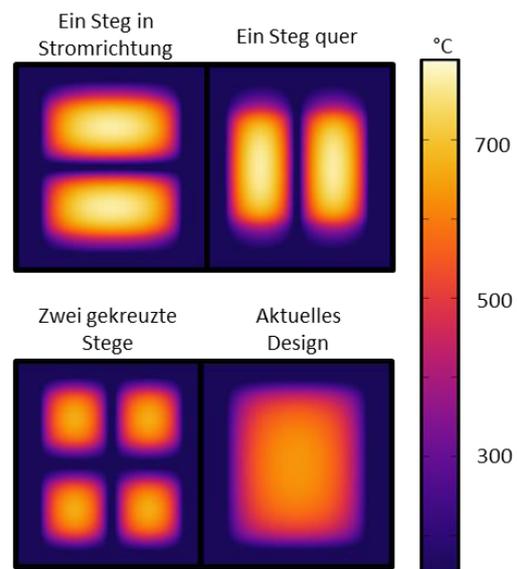
Studie zu verschiedenen Parametern (Breite, Höhe, Anzahl, Längs- und/oder Querausrichtung) durchgeführt wurde.

Beispielhaft sind in Abbildung 10 die im Modell optimalen Varianten für einen Steg längs bzw. quer in der Membranmitte, sowie eine Kombination aus beiden zu sehen. Dargestellt sind Stromdichte, Temperatur und spezifische Ausstrahlung. Abbildung 11 zeigt die FOM und ihre assoziierten Größen im Vergleich mit dem derzeitigen Design.

#### a) Stromdichte



#### b) Temperatur



## c) Spezifische Ausstrahlung

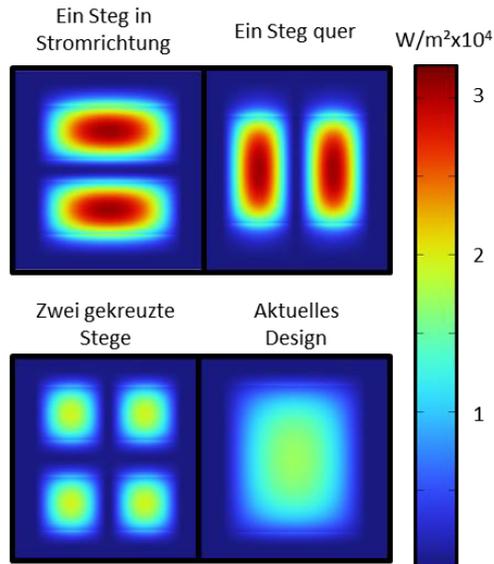


Abb. 10: Stromdichte, Temperatur und spezifische Ausstrahlung im Vergleich zwischen dem derzeitigen Chip und drei Varianten mit Silizium-Stegen.

Durch die wärmeleitenden Stege wird die große Membran in mehrere Stücke unterteilt, sodass sich im Endeffekt jeweils ein Array ergibt. In der Variante längs zur Stromrichtung ausgeführten Steg zeigt eine Unterbrechung der stromführenden Schicht deutlich bessere Ergebnisse. Wird in dieser Variante die stromführende Schicht nicht unterbrochen, fließt ein großer Strom über den kalten Bereich über dem Steg, ohne dabei die Membran zu heizen.

Mit allen Steg-Varianten lässt sich die Zeitkonstante auf etwa 60 % reduzieren, dies geht in allen Fällen auf Kosten einer höheren Stromdichte. Insgesamt lässt sich die FOM durch die einfachen Stege um bis zu 50 % steigern. Die Variante mit dem Steg entlang der Stromrichtung und der getrennten leitenden Schicht zeigt in der Simulation die besten Ergebnisse.

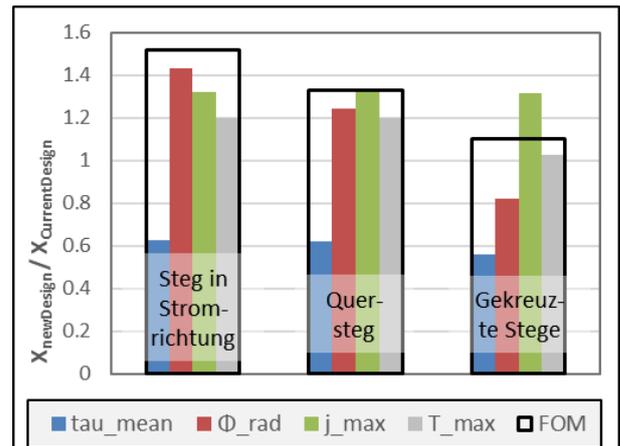


Abb. 11: Thermische Zeitkonstante, Strahlstärke, maximale Stromdichte, maximale Temperatur und FOM der neuen Designs mit Steg in Relation zum aktuellen Design.

### Ausblick

Aktuell befinden sich zwölf der gefundenen Designs im technologischen Durchlauf. Wenn diese gemessen wurden, kann die geeignetste Variante ausgewählt werden. Die Messergebnisse werden weiterhin zur Verfeinerung des digitalen Zwillings dienen. Auch die initiale Idee des Arrays, die als diskreter Aufbau in der Messung sehr gute Ergebnisse erzielen konnte, hat sich später in der Design-Optimierung wiedergefunden. Darüber hinaus entwickeln wir unser Simulations-Modell täglich weiter. Gerade sind wir dabei eine neue Figure of Merit zu erarbeiten, da wir mittlerweile ein Lebensdauer-Modell, welches Elektromigration beachtet, in unsere Simulations-Auswertung integrieren konnten.

### Literaturnachweis

- [1] <https://internationallight.com/instrumentation-sensor-light-sources/subminiature-t-34-and-t-1-ndir-lamps>, 08.04.2024

# Signalverarbeitung in Infrarotmesssystemen mit pyroelektrischen Sensoren – gestern, heute und morgen

Robin Lehmkau<sup>1</sup>, Martin Ebermann<sup>1</sup>

<sup>1</sup>InfraTec GmbH, Gostritzer Straße 61-63, 01217, Dresden, Deutschland

## Zusammenfassung

Pyroelektrische Sensoren erlauben die Messung modulierter Infrarotstrahlung mit hohem Signal-Rausch-Abstand und werden unter anderem in der Gasanalyse und Flammensensorik eingesetzt. Die Integration immer größerer Anteile der Signalverarbeitungskette im Sensor mithilfe eines ASIC ermöglicht die Reduzierung der Herstellungskosten, des Platzbedarfs und der Anzahl externer Komponenten. Dabei ist gleichzeitig die Herausforderung, den ASIC so auszulegen, dass dieser für ein möglichst breites Spektrum von Messsystemen geeignet ist. Beispielsweise erstrecken sich die Anforderungen an die Sensoren hinsichtlich der Empfindlichkeit oder Bandbreite über mehrere Größenordnungen. Außerdem erfolgt die Signalauswertung des Sensors je nach Messprinzip im Zeit- oder Frequenzbereich, wofür weitere Randbedingungen wie die Frequenzsynchronisation berücksichtigt werden müssen. Dieser Beitrag gibt einen Überblick über die Funktionalität sowie Signalverarbeitung etablierter analoger Sensoren und leitet daraus die Dimensionierung eines integrierten digitalen Sensors ab.

**Keywords:** Signalverarbeitung, pyroelektrischer Sensor, Spektralanalyse, Systemintegration, Digitalisierung

## Motivation

Die Miniaturisierung und Digitalisierung sind fortschreitende Entwicklungstrends in der Sensorik, so auch bei pyroelektrischen Sensoren. Dazu werden immer mehr Funktionen der Signalverarbeitung direkt im Sensor integriert, um die Anzahl externer Bauelemente zu verringern, das Messsystem zu verkleinern und die Ansteuerung zu vereinfachen. Wesentliche Schritte der Signalverarbeitung thermischer Infrarot (IR)-Sensoren sind in Abbildung 1 dargestellt. Die Herausforderungen bestehen darin, ein Schaltungskonzept für den ASIC zu entwerfen, das mit Halbleiterprozessen serientauglich herstellbar, flexibel konfigurierbar und in möglichst vielen Messsystemen nutzbar ist. Darüber hinaus soll dieser eine schnelle und präzise Signalauswertung ermöglichen sowie einen maximalen Signal-Rausch-Abstand (SNR) erzielen. Dazu ist es notwendig, sowohl das Funktionsprinzip analoger Sensoren sowie deren Randbedingungen zu analysieren und daraus die Anforderungen an den digitalen Sensor abzuleiten.

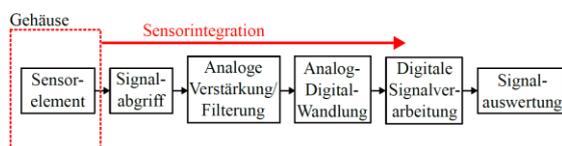


Abb. 1: Elektrische Signalwandlungskette vom Sensorelement bis zur digitalen Signalauswertung in einer Recheneinheit.

## Infrarotsensoren

Der typische Aufbau eines thermischen IR-Sensors ist in Abbildung 2 dargestellt. Darin trifft die Infrarotstrahlung zunächst auf ein optisches Filter oder Fenster, womit sich die Selektivität beispielsweise für eine bestimmte Absorptionsbande eines Gases erhöht. Die IR-Strahlung führt zu einer Temperaturänderung des Sensorelements. Dieses ist entscheidend für: (1) die Temperaturempfindlichkeit, also wie stark sich das sensitive Material für eine auftreffende Strahlungsleistung erwärmt, (2) die thermische Zeitkonstante  $\tau_{th}$  und (3) die Absorptionsfläche  $A_{abs}$ . Die Sensorelemente haben eine sensitive Fläche im Bereich von  $< 1$  bis  $10 \text{ mm}^2$  bei einer typischen Dicke im Mikrometerbereich. Je nach Integrationsgrad sind die Elektronikkomponenten für die Signalverarbeitung mit im Sensorgehäuse platziert oder außerhalb (siehe Abbildung 1).

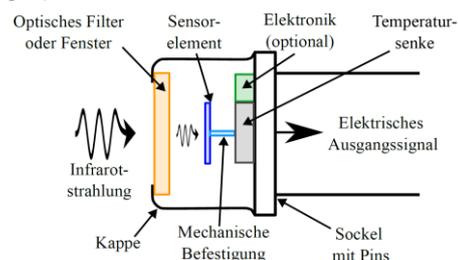


Abb. 2: Aufbau eines thermischen IR-Sensors in einem standardisierten Transistor-Outline (TO)-Gehäuse.

Zwei verbreitete Vertreter thermischer IR-Sensoren sind die Thermosäule (engl.: Thermopile) und der pyroelektrische Sensor. Die Funktionsprinzipien sind in Abbildung 3 skizziert. Bei ersterem führt eine Temperaturdifferenz aufgrund des Seebeck-Effekts zu einem Spannungsabfall  $U_{th,x}$  in einem Material. Mit der Verwendung von zwei verschiedenen Materialien mit möglichst unterschiedlichen thermoelektrischen Koeffizienten stellt sich eine hohe Thermospannung  $U_{th}$  ein. Die Thermosäulen sind eine Verkettung mehrerer Thermoelemente auf einer Membran, wodurch sich das Messsignal vervielfacht [1].

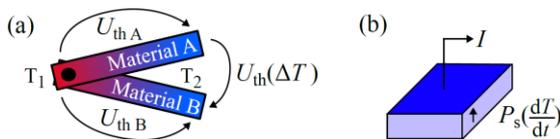


Abb. 3: Schema des (a) Thermoelements und (b) des pyroelektrischen Sensorelements.

Beim pyroelektrischen Sensor ändert sich die Polarisation  $P_s$  und damit die Oberflächenladung des Materials in Abhängigkeit einer zeitlichen Temperaturänderung. Das ist der sogenannte pyroelektrische Effekt, der zu einer elektrischen Ladung bzw. dem Strom:

$$i = p \cdot A \cdot \frac{dT}{dt}$$

mit dem pyroelektrischen Koeffizienten  $p$  und der wirksamen, mit Elektroden bedeckten Fläche  $A$  führt [1]. Durch die begrenzte elektrische Isolation des Pyroelektrikums und der angeschlossenen Sensorelektronik entlädt sich das Sensorelement permanent. Deshalb sind pyroelektrische Sensoren nicht für statische Temperaturen bzw. Strahlungsleistungen empfindlich. Im Gegensatz zu Thermopiles, welche gleichlichtempfindlich sind, liegt der Arbeitsbereich pyroelektrischer Sensoren meist oberhalb der Grenzfrequenz der thermischen Zeitkonstante mit  $f_{th} \geq 0,5$  Hz. Thermopiles hingegen sind eher für niederfrequente oder quasistatische Anwendungen geeignet. Abbildung 4 illustriert den Frequenzgang der Empfindlichkeit für beide Sensortypen.

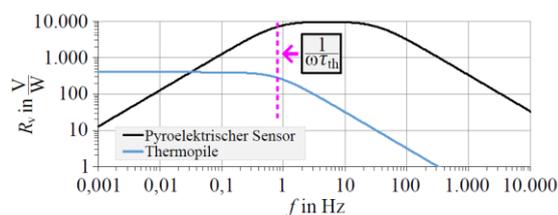


Abb. 4: Typische Werte der frequenzabhängigen Empfindlichkeit eines Thermopiles und eines pyroelektrischen Sensors (mit TIA).

Zusammenfassend sind die Vorteile pyroelektrischer Sensoren gegenüber anderen thermi-

schen Infrarotsensoren wie Mikrobolometern oder Thermopiles, dass sie: (1) eine hohe Empfindlichkeit bei schnell modulierter IR-Strahlung erzielen und (2) keine Gleichlichtempfindlichkeit aufweisen, womit niederfrequente Störungen, wie thermische Fluktuationen, unterdrückt werden.

## Übersicht pyroelektrischer Sensoren

Es existieren vielfältige Ausführungsvarianten, um die Anforderungen verschiedenster Anwendungen zu erfüllen. Abbildung 5 illustriert zwei ausgewählte Beispiele von Sensoren mit unterschiedlicher Montage der Sensorelemente. Inertgase, wie Stickstoff, eignen sich durch den niedrigen thermischen Leitwert für die Isolation innerhalb des Sensorgehäuses. Deshalb wird das Sensorelement beispielsweise in Abbildung 5(a) über der Aussparung einer gefrästen Leiterplatte oder in Abbildung 5(b) auf einem Chiphalter mit minimierter Auflagefläche platziert, um den thermischen Widerstand, die Temperaturempfindlichkeit sowie das elektrische Ausgangssignal zu erhöhen.

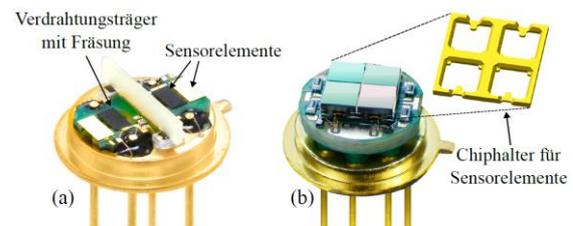


Abb. 5: Pyroelektrische Sensoren der Firma InfraTec mit Sensorelementen aus Lithiumtantalat auf (a) einem gefrästen FR4-Verdrahtungsträger und (b) einem Silizium-Chiphalter für bis zu vier Messkanäle.

Bestandteile der aktuellen Forschung sind zudem die Herstellung und Optimierung von Dünnschichtmaterialien, die teilweise CMOS-kompatibel mit gängigen Halbleiterprozess auf Silizium oder einer Keramik abgeschieden werden können. Dazu gehören beispielsweise Hafniumoxid ( $HfO_2$ ) oder Aluminium-Scandium-Nitrid ( $AlScN$ ) [2, 3]. Bisher erreichen diese Materialien aber noch nicht die Leistungsfähigkeit von Einkristallen.

Für die Strom-Spannung-Wandlung von pyroelektrischen Signalen haben sich zwei Schaltungen etabliert: (1) Der Spannungsfolger mit Junction Field-Effect Transistor (JFET) und (2) der Transimpedanzverstärker (TIA). Beide Schaltungskonzepte sind in Abbildung 6 dargestellt. Der Stand der Technik ist, dass die Vorverstärkerschaltung mit den jeweiligen diskreten Bauelementen sowie einem Höchstohm-Widerstand im Gigaohm-Bereich bereits im Sensor integriert sind, wobei der TIA mit integriertem OPV die modernere Variante darstellt. Die Sensorelektronik bildet einen Impedanzwand-

ler, um das Ausgangssignal niederohmig für die weitere Verarbeitung bereitzustellen. Dabei wirkt eine elektrische Zeitkonstante  $\tau_{el}$ , wodurch sich das charakteristische Bandpassverhalten eines pyroelektrischen Sensors entsprechend Abbildung 4 ergibt.

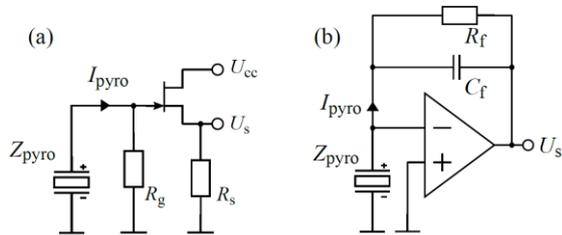


Abb. 6: Schaltungskonzepte der Impedanzwandler für pyroelektrische Sensorelemente mit der Sensorimpedanz  $Z_{pyro}$ : (a) Spannungsfolger mit JFET, Gate-Widerstand  $R_g$  und Stromsenke  $R_s$  und (b) TIA mit dem Höchstohmwiderstand  $R_f$  sowie der Rückkoppelkapazität  $C_f$ .

In der einfachsten Form eines pyroelektrischen Sensors ist nur das Sensorelement im Gehäuse integriert. Der Vorteil ist, dass dann die vollständige Signalverarbeitung mit der Schaltungstopologie und den Einzelkomponenten extern frei parametrisiert werden kann. Das ist zugleich ein Nachteil, da diese zusätzlichen Bauelemente einen größeren Platz benötigen, die Fertigungskosten erhöhen und störempfindlicher sind.

Es gibt darüber hinaus seit einigen Jahren digitale Sensoren mit einem integrierten Application Specific Integrated Circuit (ASIC), der die pyroelektrische Ladung bzw. Strom abgreift, in eine Spannung überführen, konditioniert und digitalisiert [4, 5]. Bei diesen ist das Funktionsprinzip vor allem der analogen Eingangsstufe meist nicht vollständig beschrieben. Entsprechend der Datenblätter erreichen die digitalen Sensoren ein  $D^*$  von 1 bis  $2,5 \cdot 10^8 \text{ cm}\sqrt{\text{HzW}^{-1}}$ , das in etwa Faktor zwei bis drei unterhalb von analogen Sensoren liegt.

Im Rahmen dieses Beitrags wird ein pyroelektrischer Sensor mit TIA in Form des *LRM-244* als Beispiel zur Optimierung der Signalverarbeitung verwendet. Tabelle 1 zeigt die Größenordnung wesentlicher Sensorparameter. Für eine auftreffende Strahlungsleistung von  $1 \mu\text{W}$  resultiert in diesem Fall eine effektive Ausgangsspannung von 90 mV. Mit einer Rauschbandbreite von 1 Hz resultiert:

$$SNR = 20 \cdot \log_{10} \left( \frac{U_s}{U_n \cdot \sqrt{f}} \right) = 68 \text{ dB.}$$

Eine häufig genutzte Vergleichsgröße für optische Sensoren ist die spezifische Detektivität:

$$D^*(f) = \frac{R_v}{U_n} \cdot \sqrt{A} = \frac{U_s}{\Phi \cdot U_n} \cdot \sqrt{A} \sim SNR,$$

die von der Empfindlichkeit  $R_v$ , der Rauschdichte  $U_n$  und der sensitiven Fläche  $A$  abhängt. Sie korrespondiert damit zum Signal-Rausch-Abstand (SNR), ist aber unabhängig von der absolut auftreffenden Strahlungsleistung  $\Phi$ .

Tab. 1: Größenordnung ausgewählter Parameter des analogen Sensors *LRM-244* [6].

| Parameter ( $f = 10 \text{ Hz}$ ) | Wert (typisch)  |
|-----------------------------------|---|
| Empfindlichkeit                   | $90.000 \frac{\text{V}}{\text{W}}$                        |
| Rauschdichte                      | $35 \frac{\mu\text{V}}{\sqrt{\text{Hz}}}$                 |
| Spezifische Detektivität          | $6 \cdot 10^8 \frac{\text{cm}\sqrt{\text{Hz}}}{\text{W}}$ |
| Rückkoppelimpedanz                | $100 \text{ G}\Omega \parallel 0,2 \text{ pF}$            |

### Einsatzbereiche pyroelektrischer Sensoren

Für das Design und die Dimensionierung pyroelektrischer Sensoren sind die nachgelagerte Signalverarbeitung sowie Randbedingungen der übergeordneten Messsysteme entscheidend. Typische Anwendungsfälle sind: (1) die Analyse von Gaskonzentrationen wie Kohlenstoffdioxid oder Anästhesiegasen, (2) die Flammensensorik für Sicherheitssysteme in der Chemieindustrie oder der Luftfahrt, (3) die berührungslose Temperaturmessung oder (4) die Pulserkennung und Überwachung von Laserstrahlung in der Medizintechnik sowie Materialverarbeitung. Im Folgenden werden zwei Varianten detaillierter betrachtet.

Das Prinzip eines beispielhaften Systems zur Strukturierung und Oberflächenbehandlung von Materialien mit Lasern ist in Abbildung 7 dargestellt. Ein Teil der Strahlung wird mit einem Strahlteiler ausgekoppelt und mit einem Sensor gemessen, um die Laserleistung zu überwachen. Der Laserstrahl trifft dann auf das zu strukturierende Material. In dem Aufbau wird ein zweiter Sensor hinter dem Material platziert, um auch die durch das Material transmittierende Strahlung des Lasers zu prüfen.

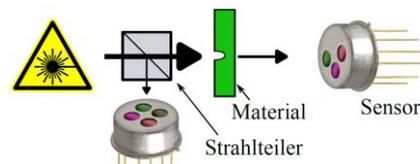


Abb. 7: Prinzip der Leistungsüberwachung eines Lasers und Pulserkennung bei einem System zur Materialbearbeitung.

Das zweite Beispiel in Abbildung 8 ist ein typisches Gasmesssystem. Dabei generiert eine mechanisch oder elektrisch modulierte Strahlungsquelle einen Strahlungsfluss mit der Frequenz  $f_{mod}$ . Infrarotaktive Gase, wie Kohlenstoffdioxid oder Schwefeloxide, absorbieren charakteristische Wellenlängenanteile [1]. Dadurch

korreliert der Volumenanteil des Gases in der Küvette mit der transmittierten Infrarotstrahlung, die wiederum das elektrische Ausgangssignal des Sensors bestimmt.

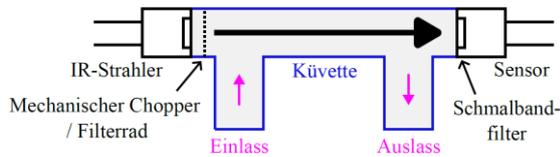


Abb. 8: Aufbau eines Gasmesssystems mit den wesentlichen Bestandteilen.

Mithilfe gasspezifischer Schmalbandfilter können mehrere Gasanteile zeitlich synchron mit Mehrkanalsensoren gemessen werden. Alternativ erfolgt die Messung der spektralen Anteile seriell mit einem Einkanalsensor und einem Filterrad, das die Filter nacheinander mechanisch in den Strahlengang bewegt. In Abhängigkeit der Strahlungsleistung und Küvettenlänge sind Gaskonzentrationen bis in den unteren ppm oder sogar sub-ppm-Bereich bestimmbar.

Zusammenfassend hängt das pyroelektrische Messsignal sowohl von der IR-Quelle, der Optik des Messsystems und dem durchstrahlten Gasvolumen ab. Deshalb wird häufig mindestens ein nicht infrarotaktiver Referenzkanal verwendet, um unerwünschte Querempfindlichkeiten zu minimieren und Fehlinterpretationen zu vermeiden. Allein die genannten Anwendungsbeispiele stellen sehr unterschiedliche Anforderungen an den Sensor, die sich über mehrere Größenordnungen erstrecken. Dazu gehören: (1) die auftreffende Strahlungsleistung, (2) der Dynamikbereich der Signale hinsichtlich der Amplitudenhöhe, (3) der Frequenzbereich sowie die erforderliche Reaktionszeit und (4) der notwendige Signal-Rausch-Abstand. Für die Analyse spektraler Anteile der Infrarotstrahlung mithilfe pyroelektrischer Sensoren gibt es verschiedene mathematische Verfahren im Zeit- oder Frequenzbereich, wovon ausgewählte Aspekte im Folgenden betrachtet werden.

### Signalbewertung im Zeitbereich

Bei der Überwachung von Lasern oder der Gasanalyse mit einem Filterrad erfolgt die Signalauswertung im Zeitbereich. Das Sensorsignal durch einen Laserpuls ist schematisch in Abbildung 9(a) dargestellt. Dabei wird die Signalamplitude z. B. gegen einen Schwellwert  $y_0$  geprüft, um den Laser wie bei der Materialstrukturierung in Abbildung 7 rechtzeitig abzuschalten oder der Amplitudenwert genutzt, um die Laserleistung eines ausgekoppelten Strahlenteils zu messen und nachzuregeln.

Das Zeitsignal  $y(t)$  mit einem rotierenden Filterrad ist in Abbildung 9(b) veranschaulicht. Zwischen den Filtern wird der Sensor durch das Rad kurzzeitig abgedunkelt. In Abhängigkeit der

optischen Dämpfungsfaktoren der Filter und der Zeitkonstanten des Sensors resultiert daraus ein stufenförmiges Signal. Der eingeschwungene Zustand der jeweiligen Stufe dient zur Berechnung der spezifischen Gaskonzentration.

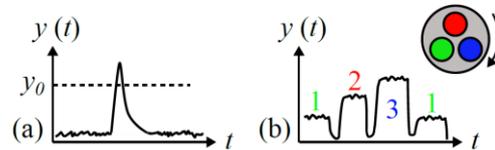


Abb. 9: Beispiele für pyroelektrische Signale im Zeitbereich: (a) Pulsdetektion eines Lasers und (b) Gasanalyse mit einem Filterrad.

Das pyroelektrische Sensorsignal wird immer von einem frequenzabhängigen Rauschteil überlagert, der den Signal-Rausch-Abstand (SNR) begrenzt. Bei der Auswertung des Messsignals im Zeitbereich wirkt die gesamte Bandbreite der angenommenen weißen Rauschdichte  $U_n$  und führt zu einem effektiven Rauschen von:

$$U_{\text{rms}} = \sqrt{\int_0^{\infty} U_n^2(f) df} \approx U_n(f) \cdot \sqrt{\Delta f}.$$

Durch die Begrenzung der Rauschbandbreite  $\Delta f$  verringert sich das effektive Rauschen  $U_{\text{rms}}$  und das SNR steigt. Dies lässt sich zum Beispiel mit analogen oder digitalen Filtern realisieren. Dabei muss jedoch beachtet werden, dass das eigentliche Messsignal, wie im Falle eines kurzen Laserimpulses, nicht ebenfalls gedämpft oder verzerrt wird.

### Signalbewertung im Frequenzbereich

Eine effektivere Methode zur Minimierung der wirksamen Rauschdichte und Maximierung des SNR ist die Überführung des Messsignals in den Frequenzbereich und Begrenzung der Bandbreite. Bei Systemen mit technisch modulierter Strahlung, wie in der Gasanalyse, beinhaltet nur der Frequenzanteil der Grundschwingung bzw. 1. Harmonischen die Messinformation. Ähnlich ist es bei der Detektion von Flammen, deren Spektrum sich typischerweise aus mehreren Frequenzanteilen im Bereich von 1 bis 20 Hz zusammensetzt [7]. Dafür wird das Signal mithilfe der Fourier-Analyse in die spektralen Anteile zerlegt.

Das Prinzip der Signalauswertung ist am Beispiel eines Rechtecksignals mit einer Modulationsfrequenz von 1 Hz in Abbildung 10 illustriert. Das Spektrum des Rechtecksignals setzt sich aus Anteilen ungerader Vielfacher der Grundschwingung zusammen, wovon die fünf dominanten Anteile dargestellt sind. Eine weiße Rauschdichte, die bei 1 kHz durch die Elektronik tiefpassgefiltert wird, überlagert das Messsignal. Für die Maximierung des SNR sollte die Bandbreite der wirksamen Rauschdichte so eng

wie möglich um die Modulationsfrequenz oder den Zielfrequenzbereich begrenzt sein. Da die Oberwellen des Messsignals keine zusätzlichen Messinformation beinhalten, reduziert sich nur das effektive Rauschen. Bei der Analyse mithilfe einer Fast-Fourier-Transformation (FFT) oder eines Lock-in-Verfahrens ist eine Bandbreite für die Rauschdichte von  $< 0,01$  Hz um die Zielfrequenz realisierbar, ohne das Messsignal wesentlich zu verfälschen [8].

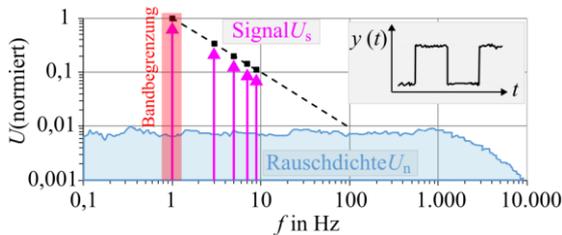


Abb. 10: Qualitatives Spektrum eines Rechtecksignals mit  $f = 1$  Hz sowie den angedeuteten Magnituden der dominanten Frequenzanteile. Eine weiße bandbegrenzte Rauschdichte überlagert das Nutzsignal.

Als Anwendungsbeispiel ist das Frequenzspektrum  $X[f]$  des Sensorsignals eines Gasmesssystems in Abbildung 11(a) dargestellt, wobei ein mechanischer Chopper die Infrarotstrahlung mit der Frequenz  $f_{\text{mod}}$  moduliert. In Abbildung 11(b) ist das Spektrum einer Flamme mit mehreren dominanten Frequenzanteilen schematisch zu sehen. In beiden Fällen führt die angedeutete Begrenzung der Bandbreite im Frequenzbereich zu einer Erhöhung des SNR.

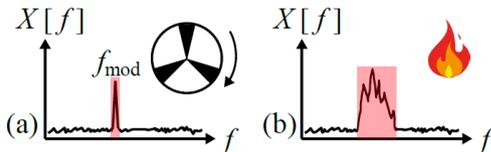


Abb. 11: Beispiele für pyroelektrische Signale im Frequenzbereich: (a) Gasanalyse mit mechanisch modulierter Strahlung und (b) Spektrum einer Flamme.

### Optimierung pyroelektrischer Sensoren

Die unterschiedlichen Anforderungen der Messsysteme und Verfahren zur Signalauswertung erfordern eine angepasste Dimensionierung der pyroelektrischen Sensoren. Ein entscheidendes Optimierungsproblem am Beispiel eines Sensors mit TIA ist die Wahl des Rückkoppelwiderstand  $R_f$ . Wenn das elektrische Sensorsignal möglichst unverfälscht das Strahlungssignal im Zeitbereich widerspiegeln soll, ist ein Sensor mit einer hohen Bandbreite sowie flachem Frequenzgang der Empfindlichkeit zu bevorzugen, um alle Frequenzanteile gleichermaßen zu verstärken. Für den TIA bedeutet das, einen kleinen Widerstand  $R_f$  zu verwenden, der mit  $C_f$

eine ausreichend geringe Zeitkonstante  $\tau_{\text{el}}$  bildet. Dabei darf die Impedanz  $Z_f$  in Abhängigkeit der Leerlaufverstärkung des Operationsverstärkers (OPV) nicht zu klein sein, um die Stabilität des Übertragungsverhalten des TIA zu gewährleisten [9]. Die Frequenzgänge der Empfindlichkeit für  $R_f = 500$  M $\Omega$  und  $R_f = 100$  G $\Omega$  sind am Beispiel in Abbildung 12(a) mit den korrespondierenden Zeitkonstanten und dem identischen Sensorelement dargestellt.

Demgegenüber sollte für die maximale spezifische Detektivität bzw. das SNR der Widerstand  $R_f$  so groß wie möglich gewählt werden. Dann steigt die spezifische Detektivität vor allem bei niedrigen Frequenzen, wie in Abbildung 12(b) zu sehen. Der Grund dafür ist, dass das thermische Widerstandsrauschen typischerweise im Frequenzbereich von 1 bis 10 Hz das Gesamtrauschen dominiert. Dieses wächst proportional zu  $\sqrt{R_f}$ , wohingegen die Empfindlichkeit des Sensors sogar linear mit  $R_f$  skaliert. Deshalb steigt auch die spezifische Detektivität und das SNR für größere Rückkoppelwiderstände [1]. Die Einflüsse der Sensorimpedanz mit der Sensorkapazität und dem materialspezifischen Verlustwinkel sowie weitere Rauschquellen des OPV sind in dieser Betrachtung vernachlässigt.

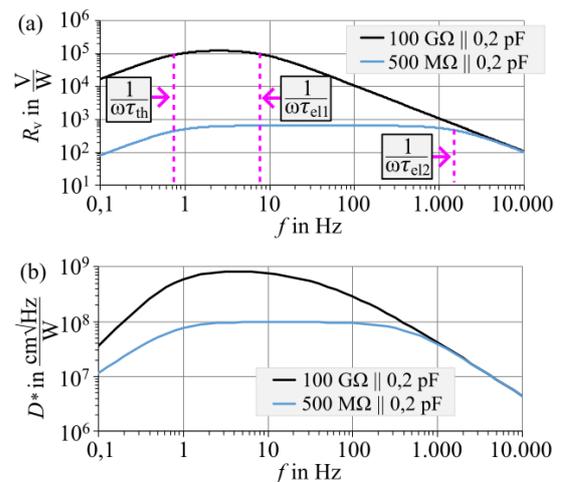


Abb. 12: Frequenzgänge der (a) Empfindlichkeit und (b) spezifischen Detektivität eines Sensorelementes des Typs LRM-244 mit  $A = 4$  mm<sup>2</sup> und  $\tau_{\text{th}} = 0,2$  s sowie verschiedenen Rückkoppelimpedanzen ( $\tau_{\text{el1}} = 20$  ms,  $\tau_{\text{el2}} = 0,1$  ms) [6].

### Digitalisierung pyroelektrischer Sensoren

Die Ausgangssignale analoger Sensoren werden typischerweise gefiltert, verstärkt, digitalisiert und in einer Recheneinheit ausgewertet. Bei der Integration der Signalverarbeitung bis zur Analog-Digital-Wandlung im Sensor mithilfe eines ASIC sind die wesentlichen Herausforderungen, dass: (1) die Topologie der analogen Eingangsstufe mit Halbleiterprozessen auf geringer Chipfläche realisierbar sein muss und (2) die Dimensionierung, Ansteuerung und

Konfiguration der einzelnen Verarbeitungsschritte für die Randbedingungen der IR-Messsysteme geeignet sind.

Das Lösungsprinzip von *InfraTec* wird am Beispiel des digitalen Sensors *LRD-3824* erläutert [6]. Die Eingangsstufe des ASIC ist ähnlich aufgebaut wie ein TIA. In [10] wird gezeigt, dass ein 4 G $\Omega$ -Widerstand eine große Fläche von 0,4 mm<sup>2</sup> benötigt und sich eine parasitäre Kapazität von 10 pF bildet, die die Bandbreite der Signalverstärkung bereits bei 4 Hz begrenzt. Deshalb sind Höchstohmwiderstände nicht praktikabel im Silizium integrierbar. Eine Alternative ist die Nutzung einer geschalteten Kapazität  $C_{sw}$ , die für Eingangssignale mit niedrigen Frequenzen einen äquivalenten Widerstand:

$$R_{sw} = \frac{1}{f_{sw} \cdot C_{sw}}$$

mit der Schaltfrequenz  $f_{sw}$  bildet. Folglich kann der TIA wie in Abbildung 13 realisiert werden. Die geschaltete Kapazität mit den vier Schaltern ersetzt den Höchstohmwiderstand.

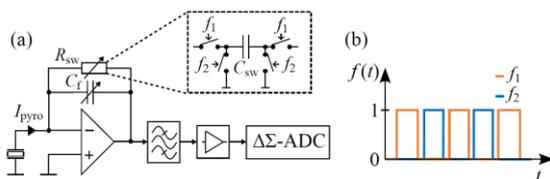


Abb. 13: (a) Konzept der analogen Eingangsstufe mit einem TIA mit geschalteter Kapazität und (b) nichtüberlappenden Schaltfrequenzen.

Mithilfe der Takte  $f_1$  und  $f_2$  wird ein Teil der Ladung von  $C_f$  über  $C_{sw}$  schrittweise entladen. Diese Variante bietet zudem die Vorteile, dass nur eine kleine Chipfläche benötigt wird, die Frequenz  $f_{sw}$  für verschiedene Widerstandswerte variiert werden kann und die Temperaturabhängigkeit sowie Fertigungstoleranzen der Topologie gering sind [11].

Nach der Eingangsstufe begrenzt ein Bandpass die Bandbreite des Signals und ein Verstärker ermöglicht die Anpassung der Signalhöhe an den ADC-Eingangsspannungsbereich. Die Parameter des realisierten ASIC sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Durch die Konfigurierbarkeit der Rückkoppellemente des ASIC über mehrere Größenordnungen sind auch die Empfindlichkeit und Bandbreite des Sensors flexibel einstellbar.

Tab. 2: Parameter der analogen Eingangsstufe des ASIC im *LRD-3824*.

| Parameter              | Wert                          |
|------------------------|-------------------------------|
| Rückkoppelwiderstand   | 2 G $\Omega$ ... 1 T $\Omega$ |
| Rückkoppelkapazität    | 50 fF ... 6,4 pF              |
| Hochpass-Grenzfrequenz | 0,5 ... 4 Hz                  |
| Tiefpass-Grenzfrequenz | 12,5 ... 100 Hz               |
| Nachverstärkung        | 0 ... 18 dB                   |

Die Dimensionierung des ADC ist ein Kompromiss zwischen einer möglichst hohen Auflösung und schneller Abtastfrequenz auf der einen Seite und einem geringen Platzbedarf sowie Leistungsaufnahme auf der anderen Seite. Die dynamische Leistungsaufnahme des ASIC mit dem Operationsverstärker und ADC sollte < 1 mW sein, um die Beeinflussung des wärmeempfindlichen Pyroelektrikums zu vermeiden. Der ADC basiert auf der Delta-Sigma ( $\Delta\Sigma$ )-Architektur, die für niederfrequente Signale mit geringem Platzbedarf und niedriger Leistungsaufnahme geeignet ist [12]. Viele Messsysteme mit pyroelektrischen Sensoren nutzen Modulationsfrequenzen von bis zu 100 Hz. Entsprechend des Nyquist-Kriteriums muss die Abtastfrequenz mindestens 200 Hz betragen, um Aliasing-Effekte zu verhindern. Deshalb wird mit einem zusätzlichen Sicherheitsfaktor eine Abtastfrequenz von 1 kHz gewählt. Das Abtastintervall sowie die minimale zeitliche Auflösung beträgt damit 1 ms.

Die Referenzspannung des ADC ist mit 1,6 V hoch genug, um bei einer typischen Empfindlichkeit von 90.000 VW<sup>-1</sup> und einer effektiven Strahlungsleistung von 5  $\mu$ W nicht zu übersteuern. Daraus resultiert ein Quantisierungsrauschen des ADC von:

$$U_{rms}(ADC) = \frac{1,6 V}{2^n - 1} \cdot \frac{1}{\sqrt{12}}$$

in Abhängigkeit der Bitzahl  $n$  [13]. Für die vereinfachten Annahmen einer weißen Rauschdichte und Bandbreite von 100 Hz beträgt das effektive Rauschen der Eingangsstufe:

$$U_{rms}(TIA) = 35 \frac{\mu V}{\sqrt{Hz}} \cdot \sqrt{100 Hz} = 350 \mu V.$$

Im Vergleich ist das effektive Rauschen des ADC mit  $n = 16$  Bit circa  $U_{rms}(ADC) = 7 \mu V$  und vernachlässigbar gering. Spektral verteilt sich dieses Rauschen gleichmäßig auf die halbe Bandbreite der Abtastfrequenz  $f_s$ . Da diese mit 500 Hz größer ist als die maximale analoge Bandbreite von 100 Hz, verbessert sich das SNR bei der Signalauswertung im Frequenzbereich weiter [13]. Eine Übersicht der ADC-Parameter ist in Tabelle 3 zu finden.

Tab. 3: Dimensionierte ADC-Parameter.

| Parameter                         | Wert                           |
|-----------------------------------|--------------------------------|
| Referenzspannung                  | 1,6 V                          |
| Bitzahl                           | 16 Bit                         |
| Auflösung                         | 24,41 $\frac{\mu V}{count}$    |
| Abtastfrequenz                    | 1 kHz                          |
| Effektivwert Rauschen (ADC)       | 7,04 $\mu V$                   |
| Rauschdichte (ADC, $f_s = 1$ kHz) | 0,32 $\frac{\mu V}{\sqrt{Hz}}$ |

## Bedeutung der Frequenzsynchronisation

Bei der Digitalisierung des pyroelektrischen Signals kommt der Frequenzsynchronisation eine besondere Bedeutung zu. Für eine Signalauswertung im Frequenzbereich wie in Abbildung 11(a) und (b) ergeben sich Fehler im Prozentbereich für die berechneten Magnituden, wenn Abtast- und Modulationsfrequenz zueinander driften. Bisher werden analoge Sensorsignale von einer übergeordneten Kontrolleinheit mit der Abtastfrequenz  $f_s$  digitalisiert, die direkt vom Prozessortakt  $f_{\text{main}}$  abhängt. Im Idealfall leitet sich gleichzeitig der Modulationstakt  $f_{\text{mod}}$  des IR-Emitters von  $f_{\text{main}}$  ab, sodass alle Frequenzen synchron und phasenstarr wie in Abbildung 14 sind.

Beim digitalen Sensor übernimmt der ASIC mit einem unabhängigen Takt die Digitalisierung. Folglich können aufgrund von Temperaturschwankungen oder Fertigungstoleranzen die Takte  $f_{\text{mod}}$  und  $f_s$  zueinander driften. Die Auswirkungen werden am Beispiel einer FFT verdeutlicht.

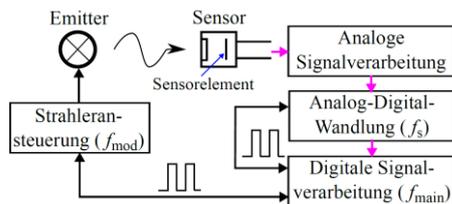


Abb. 14: Prinzipaufbau eines Infrarotmesssystems mit der Modulationsfrequenz  $f_{\text{mod}}$  des Infrarotemitters, der Abtastfrequenz  $f_s$  des Analog-Digital-Wandlers (ADC) und der Taktfrequenz  $f_{\text{main}}$  der digitalen Kontrolleinheit.

Vor der Fourier-Transformation sollte das zeitlich begrenzte Rohsignal zunächst mit einer Fensterfunktion multipliziert werden, um den Leck-Effekt zu reduzieren [14]. Für Signale mit einer einzelnen dominanten Nutzfrequenz eignet sich das Blackmann-Harris-Fenster. Das Spektrum eines idealen Sinussignals mit der überlagerten Fensterfunktion ist in Abbildung 15 dargestellt. Die Multiplikation der Fensterfunktion im Zeitbereich führt zur einer Faltung im Frequenzbereich und verschmiert die Amplitude von eins auf die umliegenden Frequenzstützstellen. Allgemein hat die FFT eine Frequenzauflösung:

$$\Delta f = \frac{f_s}{N}$$

mit der Anzahl  $N$  der abgetasteten Datenpunkte, die zu den berechneten Frequenzstützstellen  $f_{\text{bin}}$  führen.

Befindet sich  $f_{\text{mod}}$  genau zwischen zwei Frequenzstützstellen ist der Fehler bei der Amplitudenberechnung maximal. Das ist der sogenannte Scalloping Loss der Fensterfunktion und beträgt beim Blackmann-Harris-

Fenster - 0,83 dB (- 9 %). Ohne Fensterung, was einem Rechteck-Fenster entspricht, ist der Scalloping Loss sogar - 3,92 dB [14].

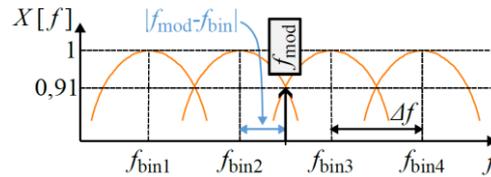


Abb. 15: Potenzieller Fehler bei der Rekonstruktion der Signalamplitude von eins, wenn die berechnete Frequenzstützstelle  $f_{\text{bin}}$  von der Modulationsfrequenz  $f_{\text{mod}}$  abweicht. In Orange ist das Spektrum des Blackmann-Harris-Fensters um die jeweilige Stützstelle angedeutet.

Um den Leck-Effekt zu minimieren, gibt es beim LRD-3824 zwei Möglichkeiten: (1) Der ASIC-Takt wird direkt von der übergeordneten Kontrolleinheit eingespeist oder (2) ein nach Außen geführter Puls am Ende jeder Abtastung erlaubt die präzise Messung des internen ASIC-Taktes. Die Signalauswertung wird z.B. mithilfe von Zero-Padding oder Anpassung der Messzeit modifiziert, sodass sich eine Frequenzstützstelle der FFT möglichst nah bei der Modulationsfrequenz befindet [14].

## Vergleich analoger und digitaler Sensoren

Die Digitalisierung und steigende Integrationsdichte von Sensoren bietet einige Vorteile, aber auch Nachteile gegenüber analogen Sensoren. Am Beispiel des LRD-3824 verdeutlicht Abbildung 16, dass die spezifische Detektivität über dem gesamten Frequenzbereich geringer ist als bei einem analogen Sensor mit einer äquivalenten Rückkoppelimpedanz. Die Gründe dafür sind, dass: (1) die geschaltete Kapazität als Ersatz für den Höchstohmwiderstand eine höhere Rauschdichte aufweist und (2) die Einzelkomponenten wie der OPV oder JFET mit der verfügbaren CMOS-Technologie häufig höhere Rauschdichten und Leckströme besitzen als hochoptimierte diskrete Bauelemente.

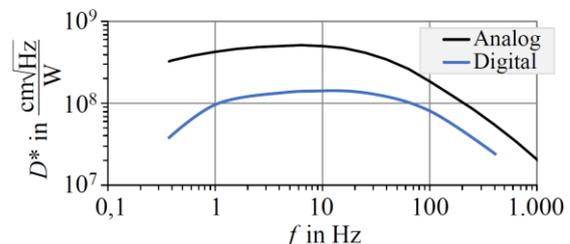


Abb. 16: Frequenzgänge der spezifischen Detektivität eines analogen und digitalen Sensors mit Lithiumtantalat sowie gleicher Rückkoppelimpedanz ( $\approx 100 \text{ G}\Omega \parallel 0,2 \text{ pF}$ ).

Darüber hinaus ist das analoge Ausgangssignal eines Sensors über die Anpassung von Einzelkomponenten frei konditionierbar. Das heißt: (1) die Schaltungstopologie, die Bandbreite und

der Verstärkungsfaktor der analogen Signalverarbeitung sowie (2) die Abtastfrequenz, Bitzahl und Topologie des ADC werden speziell für eine Anwendung dimensioniert, um die Anforderungen des Messsystems bestmöglich zu erfüllen. Ein Beispiel dafür sind IR-Spektrometer, in denen die Sensoren eine besonders hohe Bandbreite und hohen Dynamikbereich mit Abtastfrequenzen  $\geq 1$  kHz benötigen.

Ein wesentlicher Vorteil der digitalen Sensoren ist aber, dass die analoge Signalkonditionierung und Analog-Digital-Wandlung bereits im Sensor durchgeführt werden. Dadurch reduziert sich der externe Hardware-Aufwand und Platzbedarf auf ein Minimum. Das gilt auch für den internen Sensoraufbau, bei dem der ASIC mehrere diskrete Komponenten ersetzt, die Aufbau- und Verbindungstechnik vereinfacht und die Herstellungskosten reduziert. Außerdem sind mehrere Parameter, wie beispielsweise die Rückkoppelimpedanz im Betrieb über die Kommunikationsschnittstelle konfigurierbar. Damit ist die Funktionalität mehrerer analoger Sensoren in einem digitalen Sensor vereint ohne interne Komponenten anzupassen. Das digitale Bussystem I<sup>2</sup>C ermöglicht zudem den parallelen Betrieb von bis zu 127 Sensoren mit nur zwei Kommunikationsleitungen.

### Ausblick

Aufgrund der einzigartigen Eigenschaften pyroelektrischer Sensoren gegenüber Thermopiles oder Mikrobolometern werden diese auch in Zukunft fester Bestandteil der Sensorik sein. Die Digitalisierung der Sensoren begünstigt die Miniaturisierung, Systemintegration und vielseitige Anwendbarkeit. Weitere Maßnahmen zur Verbesserung der Leistungsfähigkeit sind: (1) die Reduzierung der Rauschanteile der analogen Eingangsstufe und (2) die Erhöhung der Abtastfrequenz und Auflösung des ADC. Zudem sind weitere Ansätze zur Steigerung der Integrationsdichte: (3) die Berechnung des Effektivwerts an der Stelle einer zugeführten Referenzfrequenz bereits im ASIC oder (4) die monolithische Integration der Sensorelektronik mit einer CMOS-kompatiblen Dünnschicht auf einem Sensorchip, um den Verdrahtungsaufwand und Flächenbedarf im Sensor zu minimieren.

Der Aufwand und die Kosten zur Entwicklung eines ASIC sind sehr hoch und typischerweise erst ab einer Stückzahl von  $\gg 10.000$  Stück pro Jahr wirtschaftlich. Deshalb wird bei der Integration von Teilen der Signalverarbeitung versucht, die Anforderungen von möglichst vielen Anwendungen und Messsystemen abzudecken. Dabei sind teilweise gegenläufige Optimierungsziele wie eine hohe ADC-Bitzahl für vier Sensorkanäle oder eine einkanalige Version mit möglichst geringer Stromaufnahme, Chipfläche

und Herstellungskosten nur bedingt zu erreichen. Ist der potenzielle Markt für eine bestimmte Funktionalität jedoch groß genug, kann der ASIC bzw. Sensor mit der Technologie dahingehend optimiert oder erweitert werden.

### Literatur

- [1] H. Budzier, G. Gerlach: Thermische Infrarotsensoren: Grundlagen für Anwender. Wiley-VCH, Weinheim, 2010. ISBN: 978-3-527-40960-0.
- [2] C. Mart; W. Weinreich; M. Czernohorsky; S. Riedel; S. Zybell; K. Kuhnel: „CMOS Compatible Pyroelectric Applications Enabled by Doped HfO<sub>2</sub> Films on Deep-Trench Structures“. In: 48<sup>th</sup> European Solid-State Device Research Conference (2018), S. 130–133.
- [3] N. Kurz; Y. Lu; L. Kirste; M. Reusch; A. Žukauskaitė; V. Lebedev; O. Ambacher: „Temperature Dependence of the Pyroelectric Coefficient of AlScN Thin Films“. In: *physica status solidi (a)* 215.13 (2018), S. 1700831. issn: 18626300.
- [4] Broadcom: Datenblatt: S6PY0211. <https://docs.broadcom.com/doc/AFBR-S6ATO1-DS> (besucht am 20.03.2024)
- [5] Excelitas: Katalog: Infrared Sensing Solutions. <https://www.excelitas.com/de/product-category/pyroelectric-ir-detectors-and-sensors> (besucht am 20.03.2024)
- [6] InfraTec: Detektoren und Infrarotfilter <https://www.infratec.de/sensorik/pyroelektrische-detektoren/> (besucht am 20.03.2024)
- [7] J. J. Huseynov; S. B. Baliga: „Optical infrared flame detection system with neural networks“. In: *Advanced Signal Processing Algorithms, Architectures, and Implementations XVII*. Hrsg. von F. T. Luk. SPIE Proceedings. SPIE, 2007, S. 66970L.
- [8] Stanford Research Systems: Datenblatt: MODEL SR830: DSP Lock-In Amplifier. <https://www.thinksrs.com/downloads/pdfs/manuals/SR830m.pdf> (besucht am 01. 04. 2024).
- [9] J. G. Graeme: Photodiode Amplifiers: Opamp solution. New York: McGraw Hill, 1996. ISBN: 0-07-024247-x.
- [10] M. A. Amayreh: Sub-pA fully integrated CMOS current-mode continuous-time delta-sigma modulators for biological nanopore read-out. Dissertation, Freiburg, 2019. DOI: 10.6094/UNIFR/150066.
- [11] R. Datar; A. Sedra: „Exact design of strays-insensitive switched-capacitor ladder filters“. In: *IEEE Transactions on Circuits and Systems* 30.12 (1983), S. 888–898. ISSN: 0098-4094.
- [12] B. Baker: How delta-sigma ADCs work, Part 1. <https://www.ti.com/lit/an/slyt423a/slyt423a.pdf?ts=1706704127529&2016> (besucht am 31. 01. 2024).
- [13] W. Kester: Tutorial: MT-001. 2009. <https://www.analog.com/media/en/training-seminars/tutorials/MT-001.pdf> (besucht am 19. 02. 2024).
- [14] E. O. Brigham: FFT-Anwendungen. Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 1997. ISBN: 3-486-21567-1.

# Kalibrierung und Justage von durchstimmbaren IR-Detektoren mit Hilfe von Festkörperetalons

Marc Metin Wetterer<sup>1</sup>, Martin Ebermann<sup>1</sup>, Jens Lienig<sup>2</sup>

<sup>1</sup>InfraTec GmbH, Gostritzer Straße 61-63, 01217 Dresden

<sup>2</sup>Technische Universität Dresden, Institut für Feinwerktechnik und Elektronik-Design, Helmholtzstraße 18, 01062 Dresden

## Zusammenfassung

Durchstimmbare Infrarot-Detektoren, die auf dem Fabry-Pérot-Interferometer basieren, können für präzise spektrale Analysen genutzt werden. Allerdings unterliegen sie vielfältigen technologischen und anwendungsbedingten Herausforderungen. Um die Qualitäts- und Ausbeuteanforderungen in der Produktion solcher Detektoren zu erfüllen, ist eine präzise Kalibrierung und Justage jedes einzelnen Detektors innerhalb des spezifizierten Temperaturbereichs erforderlich. Die bisherige Methode der spektralen Empfindlichkeitsmessung mittels Fourier-Transform-Infrarotspektrometer ist in der Muster- und Kleinserienfertigung praktikabel. Dem Einsatz des Verfahrens in der Volumenfertigung stehen jedoch der hohe Platzbedarf, die hohen Investitionen für Maschinen sowie die hohen laufenden Betriebskosten entgegen. Es wird daher ein alternatives Verfahren benötigt, welches auf der gleichen Produktionsfläche bei sinkenden Herstellkosten größere Stückzahlen kalibrieren und justieren kann. Das in dieser Arbeit vorgestellte Verfahren adressiert die genannten Herausforderungen, indem es Festkörperetalons als Kalibriernormale verwendet. Der Einsatz eines elektromechanischen Modells des Fabry-Pérot-Interferometers ermöglicht einen präzisen Abgleich mit einem Etalon-Referenzspektrum, um die identifizierten Einflussfaktoren auszugleichen.

**Keywords:** Fabry-Pérot-Interferometer, Durchstimmbare IR-Detektoren, Kalibrierung, Justage, Festkörperetalon

## Einleitung

Die Infrarot-Gasanalyse ist eine Schlüsseltechnologie in zahlreichen Anwendungsbe-  
reichen, von der Umweltüberwachung bis hin zur medizinischen Diagnostik. In einem  
Analysator sind Rückschlüsse auf die Gas-  
konzentration verschiedener Gase durch die  
Auswahl schmalbandiger Festfilter und die  
Messung der einzelnen Absorptionsbanden  
der zu detektierenden Gase möglich. Der  
Nachteil der notwendigen Auswahl von  
schmalbandigen Filtern kann durch den Ein-  
satz von durchstimmbaren IR-Detektoren als  
Mikrospektrometer vermieden werden. Mit  
einem solchen IR-Detektor auf Basis des  
Fabry-Pérot-Interferometers (FPI) kann das  
Absorptionsspektrum spektral erfasst werden,  
wie in Abbildung 1 dargestellt. Dadurch können  
beispielsweise zusätzliche oder ursprünglich  
nicht berücksichtigte Gaskonzentrationen ge-  
messen werden. Im Rahmen einer spektralen  
Messung sind eine adäquate spektrale Auflö-  
sung sowie eine präzise Einstellung der Filter-  
wellenlänge (FWL) unabdingbar, um aussage-  
kräftige Ergebnisse zu erzielen. [1, 2]

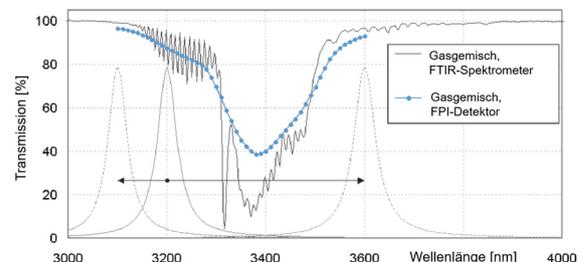


Abb. 1: Vergleich der gemessenen Absorptionsspektren eines Gasgemisches von Kohlenwasserstoffen nach Messsystemen [2]

Die Abbildung 2 zeigt den Aufbau eines solchen durchstimmbaren IR-Detektors. Dieser besteht aus einem pyroelektrischen Sensorelement, einem Fabry-Pérot-Interferometer als durchstimmbaren Schmalbandfilter, einem Bandpassfilter zur Reflexion von IR-Strahlung außerhalb des Durchstimmbereichs des FPI und einem Temperatursensor zur präzisen Überwachung der Messbedingungen. [4]

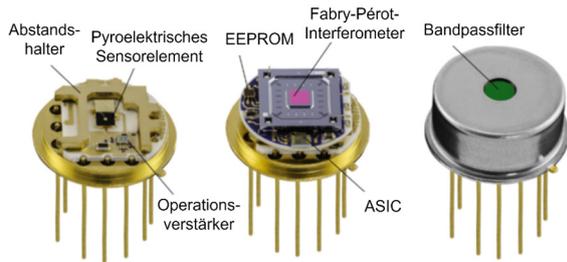


Abb. 2: Aufbau eines durchstimmbaren FPI-Detektors [4]

In Kooperation mit dem *Fraunhofer-Institut für Elektronische Nanosysteme* und dem *Zentrum für Mikrotechnologien* der *Technischen Universität Chemnitz* hat die *InfraTec GmbH* mehrere IR-Detektoren mit verschiedenen Durchstimmbereichen entwickelt. Exemplarisch sei hier der *LFP-5580* im Wellenlängenbereich von 5,5 bis 8,0  $\mu\text{m}$  genannt, welcher nachfolgend verwendet wird. [4]

Es gibt verschiedene produktions- und anwendungsbedingte Faktoren, die die Funktionsweise des FPI beeinflussen. Die Folge ist eine hohe Streuung der Einzelteile, weshalb eine Kalibrierung und Justage aller FPI-Detektoren am Ende des Produktionsprozesses im spezifizierten Temperaturbereich erforderlich ist. Ziel ist es, sowohl die spezifizierte Einstellgenauigkeit der FWL als auch eine möglichst hohe Ausbeute in der Detektor-Produktion zu erreichen. Abbildung 3 zeigt den vereinfachten Prozess, bei dem durch Kalibrierung und Justage die Abweichungen der FWL im Durchstimmbereich des FPI auf das spezifizierte Niveau abgesenkt werden.

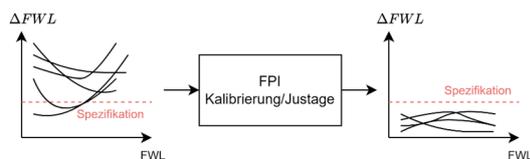


Abb. 3: Kalibrierung und Justage der FWL-Einstellgenauigkeit über Temperatur

Das derzeitige Verfahren basiert auf einem Fourier-Transform-Infrarotspektrometer (FTIR-Spektrometer) und ermöglicht in der Kleinserienfertigung die Kalibrierung sowie Justage von zwei FPI-Detektor pro Stunde. Eine Steigerung des Durchsatzes ist lediglich linear über die Anschaffung und den Betrieb weiterer FTIR-Spektrometer möglich. Die erforderlichen Investitionen und der Platzbedarf für das FTIR-Spektrometer sowie die zusätzlichen Mess- und Betriebsmittel wären hoch. Für eine Volumenfertigung ist dies folglich unwirtschaftlich. In diesem Beitrag wird ein alternatives Kalibrier- und Justageverfahren vorgestellt, welches Festkörperetalons als Kalibriernormal

und ein elektromechanisches Modell als physikalische Repräsentation des mikro-opto-elektro-mechanischen Systems (MOEMS) verwendet. Die Vorteile sind die vergleichsweise kostengünstigen Komponenten, die leichte Anpassbarkeit durch die Wahl geeigneter Etalons sowie die Möglichkeit, die Messung aufgrund des geringen Platzbedarfs zu parallelisieren.

### Fabry-Pérot-Interferometer

Das Fabry-Pérot-Interferometer (FPI) ist eine zentrale Komponente des durchstimmbaren IR-Detektors. Abbildung 4 veranschaulicht dessen Funktionsprinzip, bei dem zwei planparallele, teildurchlässige Reflektoren einen optischen Resonator bilden. Eine Änderung des Abstands  $d$  zwischen diesen Reflektoren führt gemäß der optischen Resonanzbedingung zu einer Anpassung der Filterwellenlänge  $\lambda$ :

$$\lambda_m = \frac{2 \cdot n \cdot d}{m} \cdot \cos \beta$$

Hierbei bezeichnet  $n$  den Brechungsindex des Mediums zwischen den Reflektoren (hier Luft),  $m$  die Interferenzordnung, und  $\beta$  den Einfallswinkel der Infrarotstrahlung auf den Spiegel. Für präzise Messungen wird idealerweise senkrecht einfallende, kollimierte Strahlung verwendet, um den Einfluss des Einfallswinkels  $\beta$  zu minimieren. [1, 5]

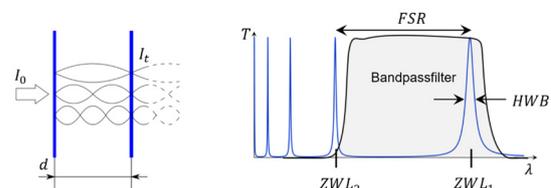


Abb. 4: Funktionsprinzip des FPI mit Bandpassfilter [1]

Der freie Spektralbereich FSR (englisch: free spectral range) und die Halbwertsbreite (HWB) sind zwei wichtige Parameter, die den Durchstimmbereich und die spektrale Auflösung des FPI bestimmen. Die HWB gibt die Breite der FPI-Filterkurve bei halber Maximaltransmission an, während der FSR den Abstand zwischen den Filterwellenlängen der Ordnungen beschreibt. Beide Parameter sind direkt von der Interferenzordnung  $m$  abhängig. Eine höhere Interferenzordnung führt zu einer schmaleren HWB und zu einem kleineren FSR. Im in Abbildung 2 dargestellten IR-Detektor wird die genutzte Interferenzordnung über das Bandpassfilter eingeschränkt. Die Zentralwellenlänge (ZWL) definiert die Filterwellenlänge als den Mittelpunkt der beiden Wellenlängen, bei dem 50 % der maximalen Transmission erreicht ist. [1]

Das FPI ist als MOEMS realisiert, welches in Abbildung 5 schematisch dargestellt ist. In diesem System kann der Abstand zwischen der festen und der beweglichen Elektrode durch Anlegen einer Steuerspannung  $V_c$  präzise eingestellt werden. Diese Einstellung resultiert aus einem Kräftegleichgewicht zwischen elektrostatischer Anziehung und mechanischer Federkraft. Der sich einstellende Reflektorabstand  $d_{opt}$  muss mit der optischen Transferkennlinie des verwendeten Reflektors in eine ZWL umgerechnet werden, um eine praktische Anwendung zu gewährleisten. Die beschriebene Resonanzbedingung ist für einen solchen Einsatz zu stark vereinfacht. [6]

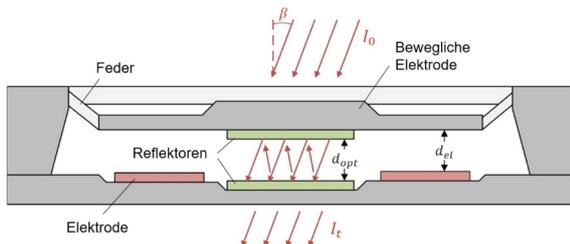


Abb. 5: Schematischer Querschnitt des FPI als MOEMS bei elektrostatischer Auslenkung der oberen Elektrode [6]

Die Masse des beweglichen Reflektors führt dazu, dass das FPI beispielsweise auf Lageänderungen im Erdschwerefeld, Stöße oder Vibrationen mit einer Änderung in der Zentralwellenlänge reagiert. Im geregelten Betrieb wird der Reflektorabstand mittels eines geschlossenen Regelkreises eingestellt. Hierbei wird die Auslenkung des FPIs kontinuierlich mit 2 kHz gemessen, um eine entsprechende Anpassung der elektrostatischen Kraft vorzunehmen und somit den Störeinfluss zu kompensieren. Im gesteuerten Betrieb erfolgt lediglich die Einstellung des Reflektorabstandes über die Steuerspannung. Infolgedessen können äußere Störfaktoren wie z.B. Vibrationen auf das FPI einwirken. [6]

Nachfolgend wird als Einschränkung lediglich der eingeschwingene bzw. quasistatische Zustand betrachtet. Abbildung 6 veranschaulicht exemplarisch den Einfluss steigender Steuerspannungen  $V_c$  auf die Zentralwellenlänge in einem FPI-Detektor.

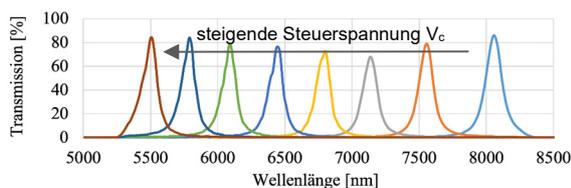


Abb. 6: FPI-Filterkurven bei verschiedenen Steuerspannungen  $V_c$

Dieser nichtlineare Zusammenhang zwischen Steuerspannung  $V_c$  und dem Reflektorabstand  $d_{opt}$  in Abhängigkeit der Detektortemperatur  $T$  wird nachfolgend als Steuerkennlinie  $d_{opt} = f(V_c, T)$  bezeichnet. Es wird durch ein elektromechanisches (EM) Modell beschrieben, welches auf dem elektrostatischen Antrieb in Form eines Parallelplattenkondensators und dem mechanischen Verhalten des Feder-Masse-Systems basiert. [6]

Dieses EM-Modell kann justiert werden, so dass eine präzise ZWL-Einstellgenauigkeit ermöglicht wird. In Abbildung 7 sind entsprechende Steuerkennlinien auf Basis des EM-Modells exemplarisch dargestellt. Zur besseren Veranschaulichung wurde zusätzlich die optische Transferkennlinie verwendet, um den Reflektorabstand in ZWL umzurechnen.

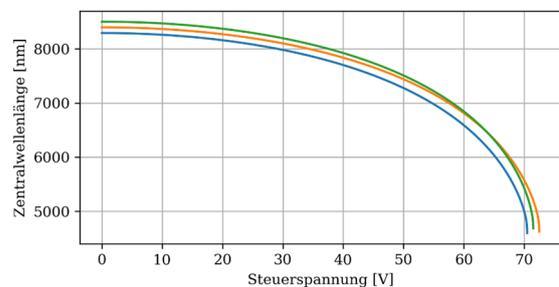


Abb. 7: Steuerkennlinien von drei Exemplaren des Typs LFP-5580 bei 23 °C

### Kalibrierung und Justage von FPI-Detektoren

Die spektrale Auflösung eines FPI-Detektors ist essenziell für spektrale Messungen und wird durch die Halbwertsbreite definiert. Die HWB ist jedoch von der Reflektivität und Planparallelität der Reflektoren abhängig, welche nicht justiert werden können. Darüber hinaus gibt es justierbare Einflussfaktoren, die sich auf die ZWL-Einstellgenauigkeit auswirken. Zu diesen Faktoren zählen die Temperatur, welche die mechanischen Spannungen innerhalb des FPI beeinflusst, sowie Streuungen in den Ätztiefen im Fertigungsprozess des mikrostrukturierten FPI. Letztere können beispielsweise zu Unterschieden in der Federsteifigkeit oder den Ruheabständen im MOEMS führen. [2]

Die aktuelle Methode zur Kalibrierung und Justage verwendet ein FTIR-Spektrometer, um die spektrale Empfindlichkeit jedes FPI-Detektors im spezifizierten Durchstimm- und Temperaturbereich zu messen. Im Anschluss werden die Modellparameter des EM-Modells durch eine Ausgleichsrechnung auf Basis der ermittelten Werte für ZWL, Steuerspannung und Detektortemperatur bestimmt. Diese Parameter werden dauerhaft im Detektor gespeichert, um die indi-

viduelle Justage der Steuerkennlinien nachfolgend nutzen zu können. [6]

Obgleich das Verfahren eine präzise Justage ermöglicht, sind der geringe Durchsatz, der hohe Platz- und Investitionsbedarf für eine Volumenproduktion unwirtschaftlich. Das Ziel ist die Entwicklung eines Kalibrier- und Justageverfahrens, welches kein FTIR-Spektrometer erfordert und die Anforderungen der Spezifikation aus Tabelle 1 erfüllt.

Tab. 1: Spezifikation des durchstimmbaren IR-Detektors LFP-5580

| Parameter          | Grenzen        |
|--------------------|----------------|
| Betriebstemperatur | 15 – 65 °C     |
| Durchstimmbereich  | 5500 – 8000 nm |
| Halbwertsbreite    | 90-170 nm      |
| ZWL-Abweichung     | ± 10 nm        |

### Kalibrierung und Justage mit Festkörperetalons

Das hier vorgestellte Verfahren zur Kalibrierung und Justage basiert auf der Verwendung eines Festkörperetalons, welches eine spezielle Form des Fabry-Pérot-Interferometers darstellt. Im Gegensatz zu Abbildung 4 weist es keinen Luftspalt und somit keinen durchstimmbaren Reflektorabstand auf. Das Etalon besteht stattdessen aus einem Stück IR-transparentem Material, im vorliegenden Fall Silizium, mit planparallelen, polierten Oberflächen. Um das erzeugte Interferenzmuster im Transmissionsspektrum des Etalons als optische Referenz nutzen zu können, ist eine präzise Dicke von Bedeutung. Der wesentliche Vorteil dieses Ansatzes besteht darin, dass die Dicke des Etalons exakt anhand der Anforderungen der zu kalibrierenden FPI-Detektoren gewählt werden kann. Dadurch wird eine individuelle Kalibrierung verschiedener Detektortypen ermöglicht. Des Weiteren erlaubt es der geringe Platzbedarf und die Kosteneffizienz der Etalons, mehrere IR-Detektoren parallel zu messen und damit den Kalibrierprozess effizienter zu gestalten.

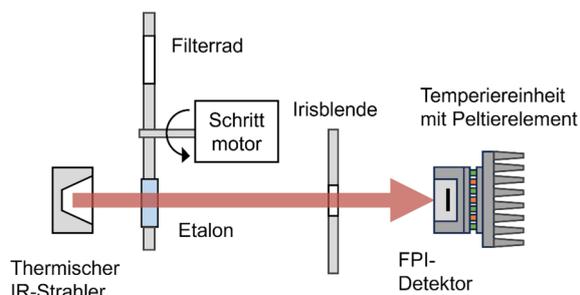


Abb. 8: Schematische Messanordnung der Kalibrierung eines Etalons

In der in Abbildung 8 dargestellten Messanordnung wird modulierte IR-Strahlung von einem breitbandigen thermischen IR-Strahler emittiert. Der Öffnungswinkel des FPI-Detektors wird durch eine Blende begrenzt. Das Etalon fungiert als optischer Resonator und stellt die Referenz dar. Um eine Vermessung unterschiedlicher Etalondicken zu ermöglichen, sind diese in einem Filterrad angeordnet. Das gewählte Etalon wird mit dem unkalibrierten FPI-Detektor LFP-5580 spektral vermessen, wobei die Steuerspannung des FPI schrittweise angepasst wird. Die Temperatur des Detektors wird dabei durch eine externe Temperiereinheit reguliert.

Um das Transmissionsspektrum dieser Kalibrierung zu erhalten, ist zunächst eine Messung des Hintergrundspektrums  $I_0$  ohne Etalon erforderlich. Erst im zweiten Schritt wird das Transmissionsspektrum  $I_t$  mit Etalon gemessen, um das Messergebnis  $I_t/I_0$  wie in Abbildung 9 zu erhalten. Dieses beschreibt den Zusammenhang zwischen der Steuerspannung  $V_c$  und der Transmission  $T$ .

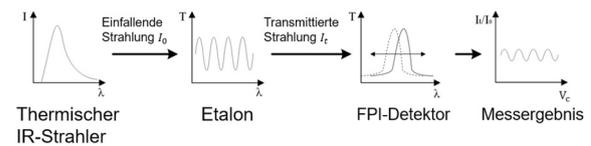


Abb. 9: Schematische Filterkette der Kalibrierung des Etalonspektrums

### Auswahlkriterien für Etalons

Ein wichtiger Schritt bei der Entwicklung des Verfahrens ist die Auswahl der geeigneten Dicke des Festkörperetalons. Die Dicke bestimmt die Anzahl der Perioden im gewünschten Wellenlängenbereich. Eine höhere Anzahl an Perioden erhöht die Zahl der Kalibrierungsflanken und verbessert somit die Genauigkeit der Kalibrierung. Gleichzeitig ist es wichtig, dass der freie Spektralbereich (FSR) des Etalons groß genug ist, um die spektrale Auflösung durch den FPI-Detektor zu gewährleisten. Die spektrale Auflösung wird durch die maximale Halbwertsbreite (HWB) des FPI-Detektors charakterisiert. Die Wahl des Etalons stellt somit einen Kompromiss zwischen diesen beiden Faktoren dar, um eine bestmögliche Kalibrierung sicherzustellen.

Um ein geeignetes Referenzspektrum des gewählten Etalons zu erzeugen, können verschiedene Methoden genutzt werden. In diesem Fall wurde das Festkörperetalon mit einem FPI-Detektor vermessen und der ZWL-Fehler des Detektors durch eine Vermessung am FTIR-Spektrometer korrigiert. Hierzu wird ein FPI-Detektor mit einer möglichst kleinen

HWB und einem symmetrischen Verlauf der spektralen Empfindlichkeit gewählt.

### Optimierung der Modellparameter

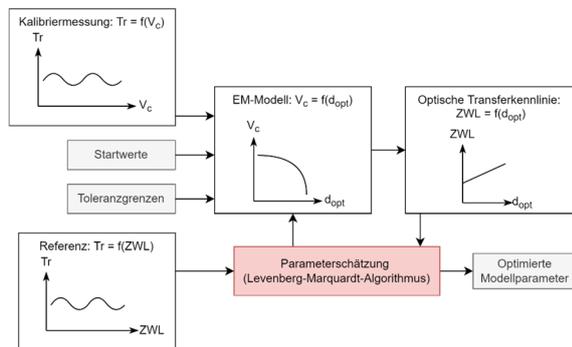


Abb. 10: Schematischer Ablauf der Parameterschätzung des EM-Modells

Wie in Abbildung 10 dargestellt, werden die Kalibrierungsmessung, die Etalon-Referenz und die Startwerte des elektromechanischen Modells sowie Toleranzgrenzen in den Kalibrier- und Justagevorgang einbezogen. Im EM-Modell wird die Umrechnung der FPI-Steuerspannung  $V_c$  in den Reflektorabstand  $d_{opt}$  durch Modellparameter beschrieben. Die optische Transferkennlinie ist durch Kenntnis des gewählten Reflektors für das FPI bekannt.

Durch die Kombination des EM-Modells und der optischen Transferkennlinie kann die FPI-Steuerspannung  $V_c$  der Kalibrierungsmessung in eine ZWL umgerechnet werden. Anschließend können die Modellparameter mittels des Levenberg-Marquardt-Algorithmus optimiert werden. Hierbei handelt es sich um einen numerischen Optimierungsalgorithmus, das für nichtlineare Parameterschätzungen geeignet ist [7]. Konkret werden durch Variation der Modellparameter des EM-Modells die Residuenquadratsummen zwischen Referenz und Kalibrierungsmessung minimiert.

Die beschriebene Optimierung der Modellparameter muss mehrfach iterativ mit sinkenden Toleranzgrenzen und den jeweils ermittelten Modellparametern als Startwerte durchgeführt werden. Dieses iterative Vorgehen ist erforderlich, da die anfängliche Unsicherheit in den Modellparametern einen umfangreichen Lösungsraum für die Minimierung der Residuenquadratsumme impliziert.

Zu Beginn werden die Toleranzgrenzen daher bewusst weit gesetzt, um eine breite Abdeckung potenzieller Lösungen zu gewährleisten. Allerdings ist es dadurch erforderlich, das Interferenzspektrum des Etalons an den Rändern zu beschneiden, um eine gültige Lösung für jede zulässige Modellparameterkombination zu gewährleisten. Mit sinkenden Toleranzgrenzen sinkt ebenfalls der notwendige

Zuschnitt im Interferenzspektrum und die Randbereiche werden ebenfalls in die Parameterschätzung einbezogen.

Da die Nichtlinearität der Steuerkennlinie im Bereich niedriger ZWL die Anfälligkeit für Fehleinschätzungen der erforderlichen FPI-Steuerspannung erhöht, wird eine relative Gewichtung eingeführt, die auf der Steigung der Steuerkennlinie basiert. Diese beschriebenen methodischen Verfeinerungen stellen sicher, dass die Modellparameter nicht nur präzise, sondern auch in einer Weise optimiert werden, die der spezifischen Dynamik des Steuerverhaltens gerecht wird. Das Ergebnis dieser sorgfältig abgestimmten Prozedur sind Modellparameter, die für die gemessene Temperatur optimiert wurden.

Es gibt jedoch eine Einschränkung: Die Abbildung von Zwischentemperaturen ist noch nicht möglich. Um dieses Problem zu lösen, wird das EM-Modell durch die Integration von Temperaturparametern  $c_n$  erweitert. Diese Anpassung verleiht dem Modell die notwendige Flexibilität, um auch für nicht direkt gemessene Zwischentemperaturen präzise Steuerkennlinien zu generieren, die den Spezifikationsanforderungen entsprechen.

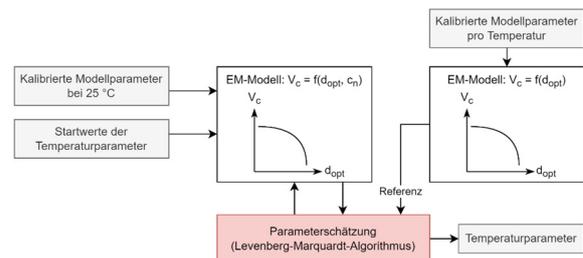


Abb. 11: Schematischer Ablauf der Schätzung der Temperaturparameter

In Abbildung 11 wird die methodische Vorgehensweise bei der Optimierung der Temperaturparameter schematisch dargestellt. Die bisher optimierten Modellparameter werden als Referenz in der entsprechenden EM-Modell-darstellung verwendet. Zusätzlich werden die bei 25 °C optimierten Modellparameter als fixierte Größen in das erweiterte Modell übernommen. Darüber hinaus werden Startwerte für die neu integrierten Temperaturparameter benötigt.

Anschließend wird der Satz von EM-Modellen, die verschiedene Detektortemperaturen repräsentieren, mit dem erweiterten Modell verglichen. Die Optimierung konzentriert sich ausschließlich auf die Temperaturparameter. Dabei wird erneut der Levenberg-Marquardt-Algorithmus verwendet, um die Residuenquadratsumme zwischen den temperaturabhängigen Modellvorhersagen und den empirischen Mo-

dellen verschiedener Temperaturen zu minimieren.

**Experimentelle Versuchsergebnisse zur Kalibrierung und Justage**

In einem eigens konzipierten Messaufbau, der die Messanordnung aus Abbildung 8 repliziert, wurden verschiedene Festkörperetalons in einem Filterrad zur experimentellen Überprüfung des vorgestellten Verfahrens eingesetzt. Die Versuche zielten darauf ab, die Leistungsfähigkeit des Verfahrens unter variierenden Bedingungen zu evaluieren. Als Referenz wurde ein Etalon mit einer Dicke von  $(30 \pm 2) \mu\text{m}$  verwendet. Dieses wurde mit einem FPI-Detektor mit einer HWB von 102 nm vermessen wurde. Die Versuche wurden mit einem Detektor mit einer HWB von 115 nm durchgeführt.

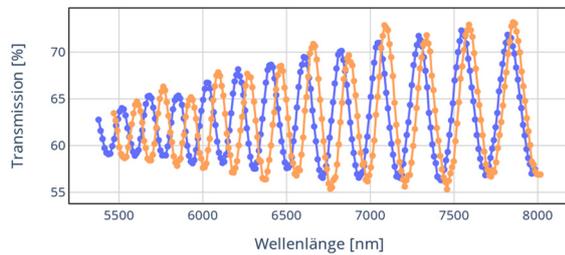


Abb. 12: Gemessenes Etalonspektrum mit unkalibriertem FPI-Detektor (blau: 15 °C, orange: 65 °C)

In Abbildung 12 ist der Versatz und die Stauchung des gemessenen Etalon-Interferenzspektrums in Abhängigkeit der Detektortemperatur vor der Kalibrierung ersichtlich. Dies verdeutlicht die Temperatursensitivität des Fabry-Pérot-Interferometers und die Notwendigkeit einer präzisen Temperaturkalibrierung.

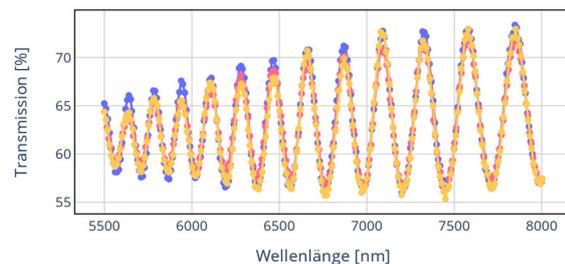


Abb. 13: Gemessenes Etalonspektrum nach Kalibrierung und Justage im Vergleich zur Referenz (blau)

Die Anwendung des neuen Kalibrier- und Justageverfahrens führte zu einer deutlichen Verbesserung der Messergebnisse, wie in Abbildung 13 ersichtlich ist. Der Vergleich der Messungen bei 15 °C und 65 °C mit der Referenz bestätigt die Wirksamkeit des Verfahrens durch die Minimierung der Residuenquadrat-

summe und die damit verbundene Kompensation der temperaturbedingten Verzerrungen.

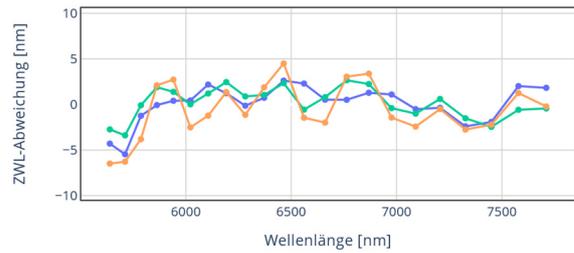


Abb. 14: Bewertung der Justage (blau: 15 °C, grün: 35 °C, orange: 65 °C)

Ein zentrales Bewertungskriterium für die Kalibrierung war bisher die ZWL-Abweichung des kalibrierten FPI-Detektors vom Sollwert. Diese kann im neuen Verfahren nicht direkt ermittelt werden, wie es bei einer FTIR-basierten Kalibrierung der Fall ist. Stattdessen wurde aus dem Etalon-Interferenzspektrum für jeden lokalen Extremwert die ZWL bestimmt, um die Abweichungen zwischen Referenz und Kalibrierung zu evaluieren. Die maximale Abweichung des kalibrierten FPI-Detektors aus Abbildung 14 lag dabei mit -6,5 nm innerhalb der Spezifikation von  $\pm 10$  nm.

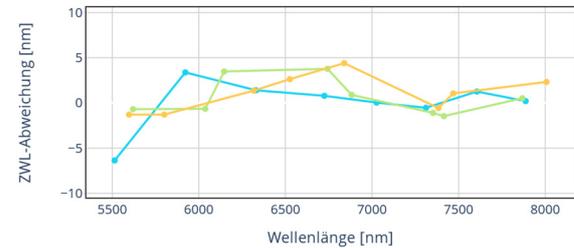


Abb. 15: Verifikation der Justage (blau: 15 °C, grün: 35 °C, gelb: 65 °C)

Zur unabhängigen Überprüfung der Ergebnisse wurde ein Vergleich mit Messungen am FTIR-Spektrometer durchgeführt, wie in Abbildung 15 dargestellt. Diese Verifikationsmethode bestätigte den Kalibrier- und Justageerfolg, indem sie vergleichbare Abweichungen von den Referenzwerten ermittelte. Damit wurde das in Tabelle 2 dargestellte Bewertungsergebnis untermauert.

Tab. 2: Vergleich zwischen Bewertung und Verifikation

| Parameter          | Bewertung | Verifikation |
|--------------------|-----------|--------------|
| Mittelwert         | -0,3 nm   | 0,3 nm       |
| Standardabweichung | 2,2 nm    | 2,3 nm       |
| Maximalabweichung  | 6,5 nm    | 7,0 nm       |

Der Erfolg des neuen Kalibrierverfahrens hängt entscheidend davon ab, ob die maximale ZWL-Abweichung nach der Kalibrierung und Justage innerhalb der spezifizierten Toleranz von  $\pm 10$  nm aus Tabelle 1 gehalten werden kann. Darüber hinaus ist es wichtig, dass das verwendete Bewertungskriterium eine zuverlässige Rückführung auf die ZWL-Abweichungen erlaubt, die mit Hilfe des FTIR-Spektrometers bestimmt wurden. Die experimentellen Ergebnisse dieses Beispiels in Tabelle 2 zeigen, dass diese Kriterien erfüllt wurden. Die durchgeführte Kalibrierung und Justage erreichten das geforderte Spezifikationsniveau. Die Methode der Bewertung erwies sich im Vergleich mit unabhängigen Verifikationsmessungen als konsistent.

### Einflussfaktoren und Limitationen

Die experimentellen Untersuchungen haben gezeigt, dass die HWB des FPI-Detektors einen signifikanten Einfluss auf die Kalibrier- und Justagegenauigkeit hat.

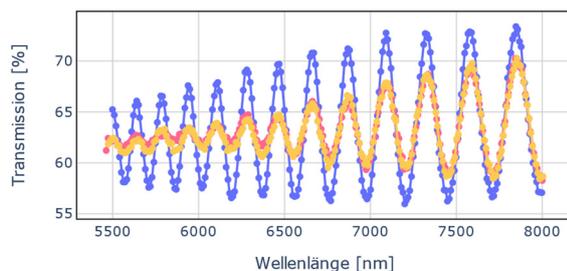


Abb. 16: Gemessenes Etalonspektrum nach Kalibrierung und Justage eines FPI-Detektors mit hoher HWB im Vergleich zur Referenz (blau)

Abbildung 16 verdeutlicht, dass eine hohe HWB des FPI-Detektors von 164 nm, insbesondere bei Wellenlängen unterhalb von 6300 nm, zu einer limitierten Auflösung des Etalon-Interferenzspektrums führt. Diese Limitation beeinträchtigt den Kalibrier- und Justageprozess erheblich, da ein bedeutender Anteil der Residuen nicht minimiert werden kann. Diese Erkenntnisse basieren auf der Anwendung des Verfahrens auf 22 verschiedenen FPI-Detektoren, die ein breites Spektrum der Produktionsvarianz abdecken. Als Referenz diente erneut ein Etalon mit einer Dicke von  $(30 \pm 2) \mu\text{m}$ . Die maximale Abweichung der Verifikationsmessung in Abhängigkeit von der HWB des FPI-Detektors ist in Abbildung 17 dargestellt. Es wurde festgestellt, dass eine erfolgreiche Kalibrierung und Justage bis zu einer HWB von etwa 120 nm möglich ist. Jenseits dieses Wertes erweist sich die Kalibrierung und Justage aufgrund der oben genannten Probleme meist als unzureichend.

Diese Einschränkungen betonen die Bedeutung der HWB als kritischen Faktor, der die Anwendbarkeit des Verfahrens begrenzt.

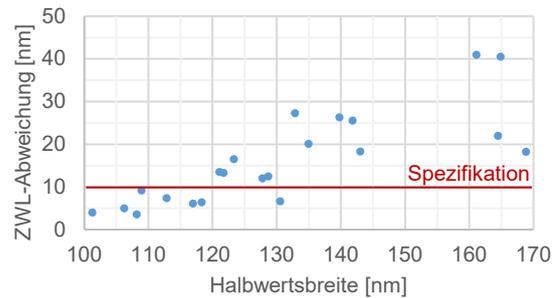


Abb. 17: Maximalabweichung in Abhängigkeit der HWB des FPI-Detektors

Ein weiterer relevanter Einflussfaktor für die Kalibrierung und Justage mittels eines Etalon-Interferenzspektrums ist die Symmetrie der FPI-Filterkurve. Diese variiert in Abhängigkeit des FPI-Detektors sowie des Durchstimmbereichs, wie in Abbildung 6 dargestellt ist. Abbildung 18 veranschaulicht die Auswirkung der Symmetrie, definiert als Differenz zwischen der Zentralwellenlänge und der Peakwellenlänge, auf die Kalibrierung und Justage.

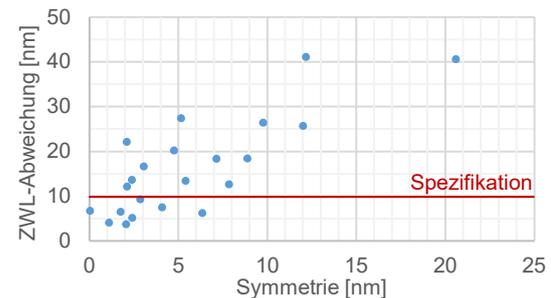


Abb. 18: Maximalabweichung in Abhängigkeit der Symmetrie des FPI-Detektors

Diese beiden Faktoren haben keinen Einfluss auf die ZWL-Abweichung bei Messung der spektralen Empfindlichkeit am FTIR-Spektrometer. Allerdings fließen sie direkt in die Messgröße ein, wenn eine Kalibrierung und Justage mit Hilfe eines Festkörperetalons durchgeführt wird. Daher begrenzen diese Faktoren derzeit den Einsatz des neuen Verfahrens.

### Schlussfolgerung und Ausblick

Die durchstimmbaren IR-Detektoren vom Typ *LFP-5580*, entwickelt von der *InfraTec GmbH*, nutzen die Technologie des Fabry-Pérot-Interferometers als durchstimmbaren Schmalbandfilter. Die Leistungsfähigkeit der IR-Detektoren als Mikrospektrometer wird maßgeblich von der präzisen Steuerung der Filterwellenlänge bestimmt. Diese ist von verschiedenen Faktoren abhängig, darunter die Detektortempera-

tur sowie Streuungen, die während der Fertigung des mikrostrukturierten FPI auftreten können. Die Entwicklung und experimentelle Validierung des neuartigen Kalibrier- und Justageverfahrens, welches Festkörperetalons aus Silizium als Kalibriernormale verwendet, verspricht einen höheren Durchsatz zu geringeren Herstellkosten. Ein wesentlicher Faktor für den Erfolg dieses Verfahrens ist der Einsatz eines elektromechanischen Modells des FPI. Die Modellparameter werden mittels des Levenberg-Marquardt-Algorithmus iterativ optimiert, um eine präzise Abstimmung der nicht-linearen Steuerkennlinie zu erzielen. Die experimentellen Ergebnisse belegen die Funktionsfähigkeit des vorgestellten Verfahrens, indem es die spezifizierte Einstellgenauigkeit der ZWL erreichen konnte. Allerdings offenbarte die Untersuchung einer größeren Stichprobe, dass die Halbwertsbreite des zu kalibrierenden Detektors eine kritische Rolle spielt. Detektoren mit einer HWB über 120 nm können derzeit die vorgegebenen Spezifikationsgrenzen nicht einhalten. Diese Erkenntnisse legen den Grundstein für weiterführende Entwicklungen in der Kalibrierung und Justage von FPI-Detektoren. Dabei wird die Art der Referenz, die optimale Etalondicke als auch der gewählte Referenzdetektor von entscheidender Bedeutung sein, um die Anwendbarkeit des Verfahrens zu erweitern.

## Literaturnachweis

- [1] Neumann, N., et al.: Novel MWIR microspectrometer based on a tunable detector. Proc. SPIE 7208, MOEMS and Miniaturized Systems VIII, 2009, San Jose, S. 121-128, doi: 10.1117/12.816578.
- [2] Ebermann, M.: Mikromechanische Mehrband-Fabry-Pérot-Interferometer für die Anwendung in der Infrarot-Spektroskopie. Dresdner Beiträge zur Sensorik, Band 54, Dresden: Verlag der Wissenschaften GmbH, 2014, ISBN 978-3-944331-83-6.
- [3] Neumann, N., et al.: Tunable infrared detector with integrated micromachined Fabry-Perot filter. Journal of Micro/Nanolithography, MEMS and MOEMS, 2008, 7. Jg., Nr. 2, S. 021004-021004-9, doi: 10.1117/1.2909206.
- [4] Ebermann, M.; Lehmann, S.; Neumann, N.: Tunable filter and detector technology for miniature infrared gas sensors, 2017 ISOCs/IEEE International Symposium on Olfaction and Electronic Nose (ISOEN), Montreal, QC, Canada, 2017, S. 1-3, doi: 10.1109/ISOEN.2017.7968846.
- [5] Vaughan, M.: The Fabry-Perot Interferometer: History, Theory, Practice and Applications. 1. Aufl. New York: Routledge 1989, doi: 10.1201/9780203736715.
- [6] Schröter et al.: Wavelength stabilization of electrostatically actuated micromechanical infrared Fabry-Pérot filters. Proc. SPIE 8868, Infrared Sensors, Devices, and Applications III, 2013, S. 146-157, doi: 10.1117/12.2024822.
- [7] Gavin, H.P.: The Levenberg-Marquardt algorithm for nonlinear least squares curve-fitting problems. Department of civil and environmental engineering, Duke University, 2019, 19. Jg.

# Optimierung dünner Quarzresonatoren zur Anwendung in thermischen Infrarotsensoren

Agnes Eydam<sup>1</sup>, Volkmar Norkus<sup>1</sup>, Gerald Gerlach<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Technische Universität Dresden, Institut für Festkörperelektronik, 01062 Dresden, Deutschland

## Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird die Herstellung von ultradünnen Quarzresonatoren mit einer Dicke von 5 µm mit verschiedenen Sensorlayouts beschrieben. Die Temperaturabhängigkeit ihrer Resonanzfrequenz soll für thermische Infrarotsensoren genutzt werden. Das Schwingungsverhalten wird durch Impedanzmessungen untersucht und mittels FEM wird eine gekoppelte elektromechanische Simulation durchgeführt. Das Layout soll für eine Hauptresonanz mit hoher Schwingungsamplitude optimiert werden, wobei keine Nebenresonanzen auftreten sollen.

**Keywords:** Quarzresonator, Impedanzspektrum, gekoppelte harmonische Simulation.

## Einleitung

Thermische Infrarotsensoren absorbieren Infrarotstrahlung, die zu einer Temperaturänderung im Sensorelement führt. Die daraus resultierende Änderung physikalischer Größen, wie z.B. Widerstand oder Polarisierung, wird in der Regel in eine Signalspannung umgewandelt. Demgegenüber nutzen Quarzresonatoren die Temperaturabhängigkeit ihrer Resonanzfrequenz. Schwingquarze im Y-Schnitt und mit einer Dicke von 7 µm erreichten eine spezifische Detektivität mit dem Wert  $D^* = 9 \cdot 10^7 \text{ cmHz}^{1/2}\text{W}^{-1}$  [1].

Das Signal-Rausch-Verhältnis dieser Sensoren verbessert sich mit kleiner werdender Quarzdicke, durch eine gute thermische Isolation des Sensorelements gegenüber seiner Umgebung und einen hohen Absorptionskoeffizienten. Wir haben vor kurzem erfolgreich 5 µm dünne Quarzresonatoren hergestellt [2]. Das Schwingungsverhalten wurde mit Hilfe von Impedanzmessungen untersucht. Um eine Hauptresonanz mit hoher Schwingungsamplitude ohne Nebenresonanzen zu erreichen, muss das Sensorlayout optimiert werden. Im Folgenden werden die zunächst die grundlegenden Layouts und ihre Ergebnisse zusammengefasst. Anschließend werden Optimierungen und eine FEM-Analyse des Schwingungsverhaltens der Quarzchips vorgestellt.

## Herstellungstechnologie

Quarzwafer im Y-Schnitt mit einer Größe von (20 x 20) mm<sup>2</sup> und einer Dicke von 500 µm (Quarztechnik Daun GmbH, Daun) werden durch Läppen und Polieren auf 20 µm abgedünnt. Das weitere Abdünnen auf 5 µm erfolgt

durch Ionenstrahlätzen (ISÄ). Der technologische Prozess ist in [2] detailliert beschrieben.

Abb. 1 zeigt die beiden grundlegenden Sensorlayouts. Der Bereich, in dem sich die Front- und Rückelektrode überlappen ist 5 µm dick und bildet das empfindliche Element. Es hat entweder die Form einer Schüssel oder einer Zunge. In beiden Fällen wird die dünne Quarzmembran durch einen 20 µm dicken Trägerrahmen stabilisiert. Der Graben um die Zunge erhöht die thermische Isolation.

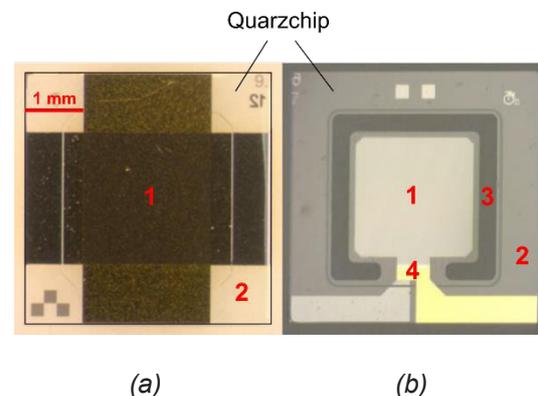


Abb. 1: Sensorlayouts mit empfindlichem Element als (a) Schüssel und (b) Zunge.

1 empfindliches Element, 2 Rahmen, 3 Graben, 4 Brücke.

Die Montage war an das Layout angepasst, um eine möglichst freie Schwingung der dünnen Quarzmembran zu ermöglichen.

## Experimentelle Methoden

Die Grundfrequenz der Resonanz eines Quarzkristalls im Modus der Dickenschering beträgt

$$f_r = \frac{1}{2d} \sqrt{\frac{c}{\rho}}, \quad (1)$$

wobei  $d$  die Dicke der Quarzmembran,  $c$  die elastische Steifigkeit und  $\rho$  die Dichte sind [3]. Die Materialparameter von Quarz im Y-Schnitt sind  $c = 40$  GPa und  $\rho = 2.65$  g/cm<sup>3</sup> [1].

Die Resonanzfrequenz des Quarzresonators kann bestimmt werden, indem seine komplexe Impedanz  $Z$  als Funktion der Frequenz gemessen wird. Im Fall der Serienresonanz ist der Betrag minimal und die Phase null, bei Parallelresonanz erreicht der Betrag ein Maximum und die Phase springt zwischen +90° und -90°.

Für eine 5 µm dünne Quarzmembran beträgt die Resonanzfrequenz nach Gl. (1) 388 MHz. In diesem Frequenzbereich werden die sogenannten Streuparameter (S-Parameter) des Quarzes mit einem Vektor-Netzwerkanalysator gemessen. Aus den S-Parametern wird die Impedanz berechnet. Die Messungen wurden mit einem R&S ZNB8 (Rohde & Schwarz, München) mit einem Frequenzbereich von 9 kHz bis 8,5 GHz durchgeführt.

In Tab. 1 sind die in dieser Arbeit untersuchten Quarzresonator-Sensoren und ihre Eigenschaften zusammengefasst. Die aufgeführten Änderungen am Layout werden im nächsten Abschnitt erläutert.

Tab. 1: Quarzresonatoren und ihre Eigenschaften ( $f_r$  berechnet mit Gl. (1)).

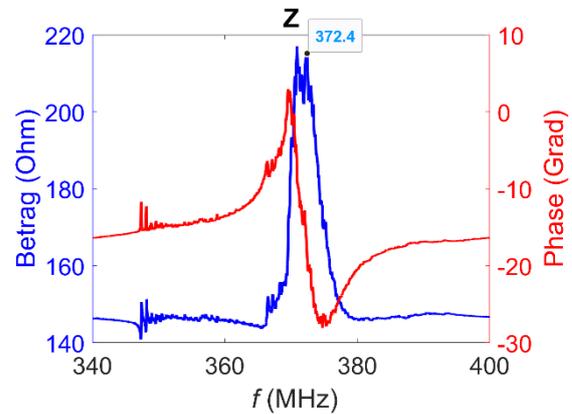
| Nr.             | Layout                    | $d$<br>(µm) | $f_r$<br>(MHz) |
|-----------------|---------------------------|-------------|----------------|
| #1<br>(SQ80427) | Schüssel<br>(quadratisch) | 5,1         | 380,9          |
| #2<br>(SQ28)    | Zunge                     | 5,3         | 366,5          |
| #3<br>(SQ42)    | Zunge,<br>1 Zusatzsteg    | 4,5         | 431,8          |
| #4<br>(SQ43)    | Zunge,<br>2 Zusatzstege   | 5,7         | 340,9          |
| #5<br>(SQ65)    | Schüssel<br>(rund)        | 5,2         | 373,7          |

## Ergebnisse und Optimierung

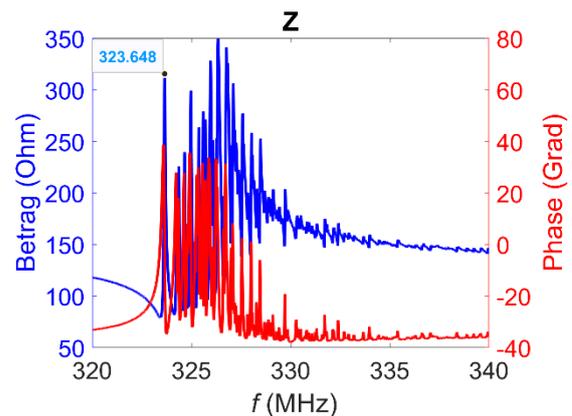
Die Schwingung der Quarzresonatoren konnte durch die im Impedanzspektrum sichtbaren Resonanzen für beide grundlegenden Sensorlayouts nachgewiesen werden. Die Sensoren mit der Schüsselform zeigen eine Hauptresonanz, jedoch mit einer vergleichsweise geringen Schwingungsamplitude (Abb. 2a). Die zungen-

förmige Quarzmembran schwingt mit einer größeren Amplitude, aber vielen Nebenresonanzen (Abb. 2b).

Die Sensormontage hat nachweislich keinen Einfluss auf die Nebenresonanzen [2]. Deshalb konzentriert sich diese Arbeit auf die Unterdrückung dieser Nebenresonanzen durch Modifikationen des Sensorlayouts.



(a)



(b)

Abb. 2: Betrag und Phase der komplexen Impedanz  $Z$  von (a) Sensor #1 und (b) Sensor #2 gemäß Tab. 1. Die Resonanzfrequenz ist markiert (bei Sensor #2 ist die Hauptresonanz nicht eindeutig).

Ein Ansatz besteht darin, die freitragende Quarzmembran der Zunge durch mehrere Stege mit dem Rahmen zu verbinden anstatt nur mit einem einzelnen. Die zusätzlichen Stege sollen die Zunge stabilisieren. Es wurden zunächst Zusatzstege provisorisch angebracht, indem der Fotolack manuell aufgetragen wurde, so dass diese Bereiche nicht geätzt wurden. Auf diese Weise wurden Quarzchips mit bis zu drei zusätzlichen Stegen hergestellt (Abb. 3).

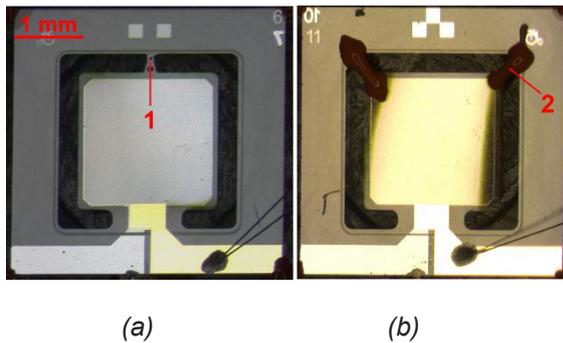
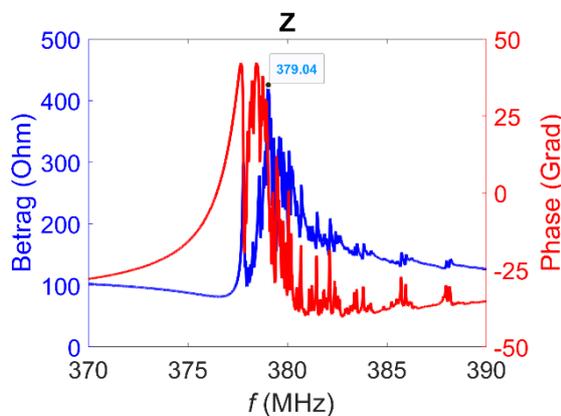
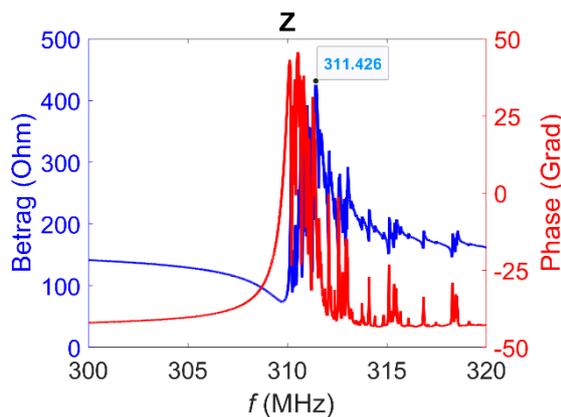


Abb. 3: Sensorlayouts mit empfindlichem Element als Zunge mit (a) einem und (b) zwei Zusatzstegen.

1 Steg aus  $\text{LiTaO}_3$ , 2 Steg aus Silikon



(a)



(b)

Abb. 4: Betrag und Phase der komplexen Impedanz  $Z$  von (a) Sensor #3 mit einem Zusatzsteg und (b) Sensor #4 mit zwei Zusatzstegen (siehe Abb. 3). Die Resonanzfrequenz ist markiert.

Die S-Parameter der mit diesen Chips aufgebauten Sensoren wurden gemessen und ausgewertet. Die Sensoren mit nur einem Zusatzsteg zeigen teilweise Verbesserungen in ihrem Schwingungsverhalten. Im Vergleich zu den Sensoren ohne Zusatzsteg treten weniger Nebenresonanzen auf (Abb. 4a). Bei der Variante mit zwei zusätzlichen Stegen verringern sich die Sekundärresonanzen ebenfalls (Abb. 4b). Die Schwingungsamplitude der Hauptschwingung liegt in der gleichen Größenordnung wie bisher. Allerdings sind diese Ergebnisse nicht für alle vermessenen Sensoren reproduzierbar.

Weiterhin wurde untersucht, ob sich bei kreisförmigen Elementen in Schüsselform im Vergleich zu quadratischen Elementen Verbesserungen hinsichtlich der Schwingungsamplitude erreichen lassen. Kreisförmige Resonatoren wurden in [4] erfolgreich eingesetzt. Das entsprechende Sensorlayout ist in Abb. 5 dargestellt. Im Vergleich zu der quadratischen Schüssel wird jedoch keine Verbesserung erreicht. Einige dieser Sensoren erreichen eine ähnliche Schwingungsamplitude wie bisher (Abb. 6), die meisten jedoch schwingen schlechter.

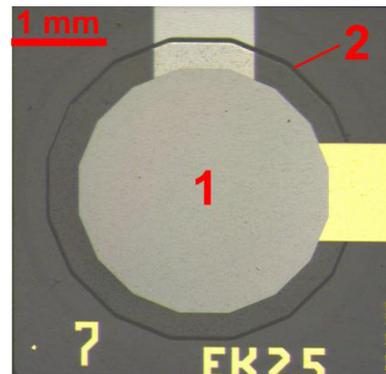


Abb. 5: Sensorlayout mit empfindlichem Element als Schüssel in Kreisform.

1 empfindliches Element, 2 Schüssel (schwarze Linie kennzeichnet ihren Rand)

Mit den bisherigen Änderungen des Sensorlayouts konnte das Schwingungsverhalten somit noch nicht entscheidend verbessert werden. In der Zukunft soll ein Zungenlayout mit einem runden empfindlichen Element und einem oder mehreren Zusatzstegen untersucht werden.

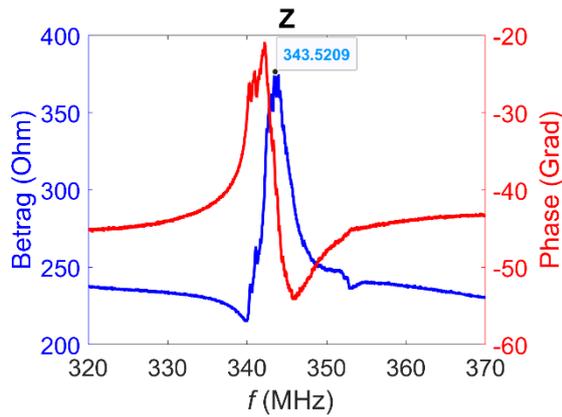


Abb. 6: Betrag und Phase der komplexen Impedanz  $Z$  von Sensor #5 mit kreisförmiger Schüssel. Die Resonanzfrequenz ist markiert.

### Simulation

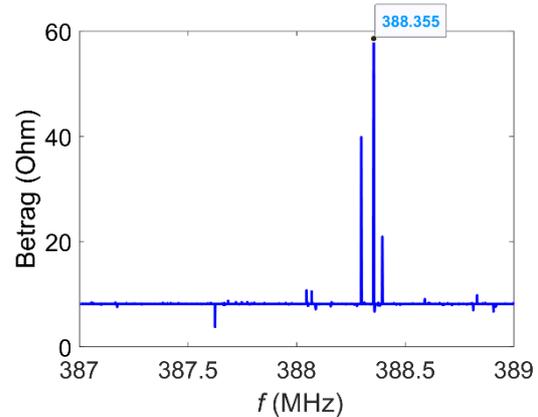
Um ein vorteilhaftes Sensorlayout zu finden, wurde eine gekoppelte elektromechanische Simulation mit der Finite-Elemente-Methode mittels Ansys Workbench 2023 durchgeführt. Mit einer Modalanalyse wurden die Eigenfrequenzen und Eigenschwingungen bestimmt. Um den Einfluss von Anregung und Dämpfung zu untersuchen, wurde eine harmonische Analyse durchgeführt. Als Materialeigenschaften müssen die Dichte und die Tensoren der elastischen Steifigkeit, der elektrischen Permittivität und der piezoelektrischen Ladungskonstante von Quarz angegeben werden. Für eine piezoelektrische Simulation werden als physikalische Domänen die Strukturmechanik und die elektrische Domäne ausgewählt. Wichtig ist die korrekte Definition der Polarisationsrichtung parallel zu den Elektrodenflächen für eine Dicken-scherung des Quarzes. In Ansys Workbench entspricht die z-Achse des Koordinatensystems der Elemente der Richtung der Polarisation. An die Elektroden wird eine Wechselspannung mit einer Amplitude von 1 V angelegt. Ergebnis der Simulation ist das Frequenzspektrum der Impedanz.

Es wurden die geometrischen Modelle eines Quarzchips mit der dünnen Membran als Schüssel und als Zunge erstellt. Dabei wurde nur der Chip modelliert, nicht der Sensoraufbau. Die Auflageflächen des Chips wurden durch entsprechende Randbedingungen fixiert. Die Elektrodenschichten wurden vernachlässigt, weil sie dünner als 100 nm sind. Die elektrische Spannung wurde im Modell direkt an den Quarz angelegt und zwar an den gesamten abgedünnten Bereich. In Wirklichkeit ist die Elektrode geringfügig kleiner. Das Netz der 5  $\mu\text{m}$  dünnen

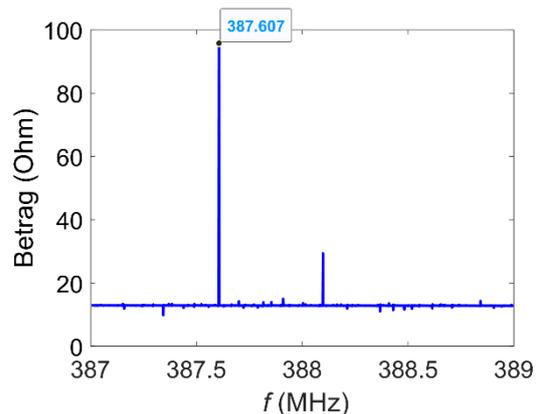
Membran wurde verfeinert, indem die Elementgröße verändert wurde. Für die hier gezeigten Ergebnisse betrug die Größe 40  $\mu\text{m}$ .

In Abb. 7 ist der Betrag der simulierten Impedanz für einen Frequenzbereich von 387 bis 389 MHz dargestellt. Nach Gl. (1) beträgt die Grundresonanzfrequenz 388,078 MHz für  $d = 5 \mu\text{m}$ .

Die simulierte Grundimpedanz von etwa 10 Ohm entspricht der statischen Kapazität der dünnen Quarzmembran. Die gemessene Impedanz ist höher aufgrund in der Realität auftretender resistiver Anteile, z.B. in Form des Kontaktwiderstands. Im Resonanzfall ist die Impedanz wie erwartet für die zungenförmige Struktur größer als für die schüsselförmige, allerdings ist der Unterschied kleiner als bei der Messung.



(a)



(b)

Abb. 7: Simuliertes Impedanzspektrum (Betrag) für (a) schüsselförmiges und (b) zungenförmiges Sensorelement.

Der Resonanzverlauf (Breite und Anzahl der Peaks) wird stark von der Dämpfung beein-

flusst. Er lässt sich mit der Realität schwer vergleichen, da die Dämpfung in der Simulation nicht berücksichtigt wurde. Dadurch sind die Resonanzpeaks extrem schmal (einige 100 Hz). Die Auflösung des Frequenzspektrums beträgt jedoch nur 1 kHz. Eine höhere Auflösung ist aufgrund von Rechenzeit und Speicherbedarf nur für einen sehr schmalen Frequenzbereich umsetzbar. Als Folge ist aber anzunehmen, dass nicht alle Resonanzen im Spektrum sichtbar sind.

Die Berücksichtigung der Dämpfung durch einen konstanten Dämpfungsfaktor führt jedoch dazu, dass die Schwingung komplett gedämpft wird und keine Resonanzen mehr auftreten. Das ist auch bei sehr geringen Dämpfungsfaktoren wie 0,01 % der Fall.

Dadurch war eine Optimierung des Sensorlayouts mit Hilfe der FEM-Simulation bisher nicht möglich. Weitere Untersuchungen sind vorgesehen.

### Schlussfolgerungen

Quarzresonatoren mit einer Dicke von 5  $\mu\text{m}$  wurden erfolgreich hergestellt. Dabei wurden unterschiedliche Geometrien verwirklicht: das empfindliche Sensorelement hatte die Form quadratischer und runder Schüsseln sowie einer Zunge mit ein bis drei Zusatzstegen. Das Schwingungsverhalten wurde durch Impedanzmessungen charakterisiert. Durch die Zusatzstege konnte das Auftreten von Nebenresonanzen verringert werden. Der nächste Schritt ist eine zungenförmige Struktur mit runden Elementen.

Die Ergebnisse einer gekoppelten harmonischen FEM-Analyse bestätigten eine höhere Schwingungsamplitude für zungenförmige Strukturen. Der Einfluss der Dämpfung muss noch weiter untersucht werden.

### Danksagung

Die Forschungsarbeiten werden von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) im Rahmen des Projekts GE 779/44-1 "Schwingquarzsensoren zur hochauflösenden Detektion von infraroter Strahlung" unterstützt.

### Literaturnachweis

- [1] K. Ren, M. B. Pisani, P. Kao und S. Tadiadapa, Micromachined quartz resonator-based high performance thermal sensors, *Sensors*, 2010 *IEEE*, 2197-2201 (2010); doi: 10.1109/ICSENS.2010.5690612
- [2] A. Eydam, C. Hoyer, V. Norkus, F. Ellinger und G. Gerlach, Thin quartz resonators as detector element for thermal infrared sensors, *JSSS* (zur Veröffentlichung eingereicht)

- [3] J. Vig, R. Filler und Y. Kim, Uncooled IR imaging array based on quartz microresonators, *J Microelectromech Syst* 5, 131-137 (1996); doi: 10.1109/84.506201
- [4] M. Pisani, K. Ren, P. Kao und S. Tadiadapa, Application of micromachined Y-cut-quartz bulk acoustic wave resonator for infrared sensing, *J Microelectromech Syst* 20, 288-296 (2011); doi: 10.1109/JMEMS.2010.2100030

# Technological Concepts and Applications for Uncooled MWIR Imagers

*Marvin Michel<sup>1</sup>, Thomas Geruschke<sup>1</sup>, Alexander Litke<sup>1</sup>, Elahe Zakizade<sup>1</sup>, Sebastian Blaeser<sup>1</sup>,  
Sascha Weyers<sup>1</sup>, Dirk Weiler<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Fraunhofer IMS, Finkenstr. 61, 47057 Duisburg, Germany*

## Abstract

Uncooled MWIR imagers are not widely used until now, but offer great potential for various imaging scenarios. Fraunhofer IMS is therefore developing specialized imagers for the MWIR spectral range between 3 – 5  $\mu\text{m}$ . In contrast to quarter-wavelength resonators, which are the established concept for LWIR optimized microbolometers, the integration of plasmonic metamaterial absorbers (PMA) realized by metal-insulator-metal absorbers (MIM) enables uncooled MWIR imaging. PMAs allow for the realization of narrowband MWIR imagers that may be a supplement to the classic broadband infrared imagers based on quarter-wavelength resonators. An overview of both approaches and their application-oriented advantages and disadvantages is given within this paper.

**Keywords:** uncooled thermal imaging, infrared focal plane array, IRFPA, microbolometer, LWIR, MWIR, plasmonic metamaterial absorbers, PMA, metal-insulator-metal absorbers, MIM

## Introduction

Over the last few decades, cooled detectors based on HgCdTe, InSb and T2SL [1] have become established for visualizing the radiation of the mid wavelength infrared (MWIR) regime ranging from 3  $\mu\text{m}$  to 5  $\mu\text{m}$ . However, all these detector types require low operating temperatures of around 77 – 250 K [1, 2] and therefore a complex technical cooling equipment.

Against it, in the uncooled detector segment, microbolometers are well-established components for thermal imaging applications featuring benefits in all three costs, detector lifetime and power consumption as compared to their cooled counterparts. Since microbolometers are originally designed and, so far, only optimized for the long wavelength infrared (LWIR) regime ranging from 8  $\mu\text{m}$  to 14  $\mu\text{m}$ , Fraunhofer IMS develops uncooled thermal imagers based on microbolometers targeting the wavelength spectrum of the MWIR for high temperature and gas imaging applications.

In this regard, research at Fraunhofer IMS is being carried out on two different types of microbolometers featuring two concepts for absorbing the infrared radiation in order to tune the spectral range of choice to be absorbed along with its bandwidth.

## Uncooled Thermal Imager

Uncooled thermal imagers are mainly realized by microbolometers, which are composed of

an IR-sensitive and thermally insulated membrane that is electrically connected to a readout integrated circuit (ROIC).

The microbolometer array is sealed by a vacuum package to minimize the thermal conductance stemming from gas convection. The lid of the vacuum package provides an anti-reflective coating (ARC) to enhance the transmission characteristics for incoming IR radiation and is mounted by a solder frame to the substrate containing the ROIC. A getter material is coated at the inside of the housing to adsorb residual gas atoms and molecules for a further reduction of the inner pressure of the packaging.

## MWIR Vacuum Packaging

Fraunhofer IMS's ARC for a vacuum package suited for the MWIR relies on a multilayer structure composed of silicon nitride ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) and silicon dioxide ( $\text{SiO}_2$ ). Such multilayer structures can change the effective refractive index of optical media and allow for high transmission of the respective wavelength spectrum of interest.

The corresponding layer stack of silicon nitride ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) and silicon dioxide ( $\text{SiO}_2$ ) was simulated as a multilayer ARC on both sides of a silicon substrate by using OpenFilters, an open-source software for designing and optimizing optical filters.

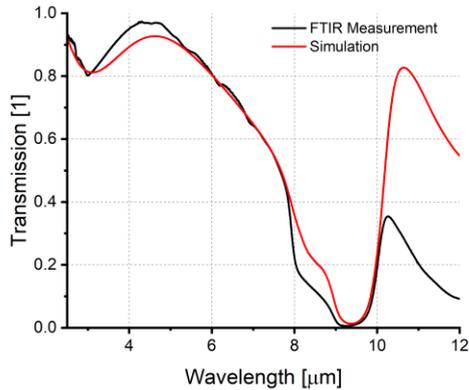


Figure 1: Simulated and measured transmission spectra of MWIR lid [3].

Based on these simulation results, a MWIR-transparent lid was fabricated by depositing  $\text{Si}_3\text{N}_4$  and  $\text{SiO}_2$  on both sides of the silicon substrate. The optical characterization of the lid was performed using Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. Fig. 1 shows the simulated and measured transmission spectra for the MWIR lid.

A good agreement between simulation and experimental results can be observed in the MWIR target regime. Hence, by using a multilayer ARC, control and tuning of the transmission spectrum of the lid for the desired spectral range can be achieved.

However, the simulation overestimates transmission for wavelengths above  $10\ \mu\text{m}$ . This overestimated transmission stems from the used material data for  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [4], which match well with the optical properties of our fabricated  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in the MWIR, but do not provide any data for the optical extinction coefficient. The significant reduction in the transmission spectrum observed at about  $9.3\ \mu\text{m}$  is due to the high extinction coefficient of  $\text{SiO}_2$  at this explicit wavelength.

All in all, a MWIR-optimized lid with a high transmission spectrum and a peak maximum at about  $4.5\ \mu\text{m}$  could be successfully fabricated.

### Concepts for MWIR Absorbers

Within the field of microbolometer technology, two concepts have been established to adjust the absorption to the desired spectral range. The most prominent type is given by an absorber concept relying on a  $\lambda/4$  arrangement between a reflecting and an absorbing layer. On the other hand, there are plasmonic metamaterial absorbers (PMA) based on a resonant coupling between the metamaterial

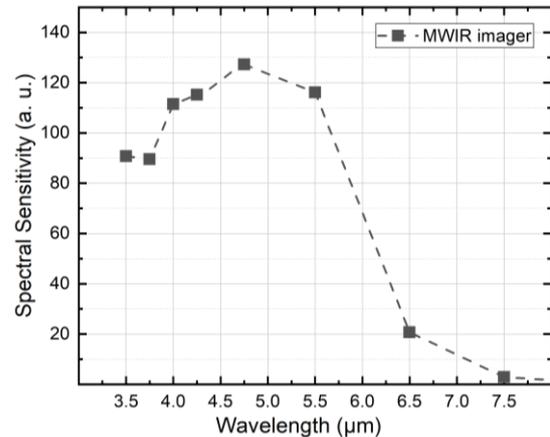


Figure 2: Measured spectral sensitivity of Fraunhofer IMS's uncooled MWIR imager [3].

structure and incident electromagnetic waves. A common type of PMAs are the so-called plasmonic metal-insulator-metal absorbers (MIM). While the quarter-wavelength resonator represents the standard design for commercial uncooled LWIR imagers, PMA-based microbolometers are still topic of current research [5].

Figure 2 shows the measured spectral sensitivities of Fraunhofer IMS's first uncooled MWIR demonstrator relying on a quarter-wavelength resonator. The maximum sensitivity ranges from  $4\ \mu\text{m}$  to  $5.5\ \mu\text{m}$  and correlates with the transmission spectrum of the lid of the vacuum package (compare Fig. 1). The corresponding observed broadband absorption characteristic arises from the quarter-wavelength resonator; its cut off for wavelengths above  $6\ \mu\text{m}$  as depicted in Fig. 2 stems from the transmission characteristics of our MWIR lid and the used camera lens.

A broadband absorption spectrum enables a higher temperature contrast within a scene due to a correspondingly large absorbed radiant power, making imagers based on quarter-wavelength resonators particularly suited for thermal imaging applications.

In contrast to this, the investigated PMAs are designed in a MIM stack configuration, featuring square-shaped top metal patches composed of AlSi as metal and variants of  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{SiO}_2$  as framed dielectric. While the absorption characteristic of the quarter-wavelength resonator is determined by the optical distance between the reflector and absorber, the edge length of the metal patches and the chosen dielectric are decisive for the absorbed wavelength interval of the MIM PMAs.

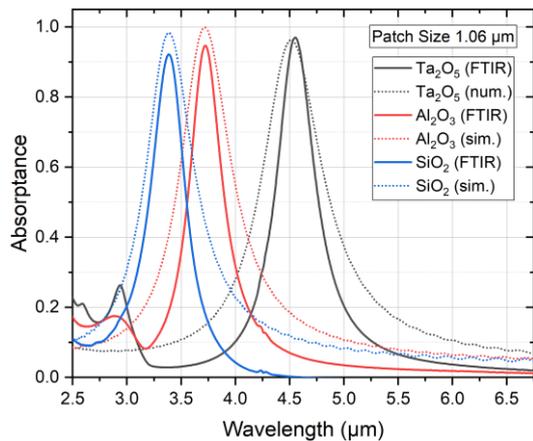


Figure 3: Simulated and measured absorption spectra of PMA absorbers [5].

Fig. 3 shows examples of three measured and simulated spectra of different MIM absorbers [5]. These MIM absorbers were processed as periodic test structures on a silicon wafer and evaluated using FTIR. Depending on the respective choice of dielectric, the absorption peak varies between 3  $\mu\text{m}$  and 5  $\mu\text{m}$  for a fixed edge length of the metal patches of 1.06  $\mu\text{m}$ .

The MIM PMAs show a discrete absorption spectrum with a FWHM of approx. 0.5  $\mu\text{m}$  for all materials investigated. Compared with the absorption characteristics of the MWIR imager based on a quarter-wavelength resonator, the absorption peaks are significantly narrower as expected. This means that a microbolometer equipped with MIM absorbers absorbs less radiant power, however, this can be assigned to a significantly more defined spectral range.

### Applications for MWIR Imagers

While LWIR imagers are primarily optimized for the visualization of heat radiation close to room temperature, MWIR imagers are better suited for a high-contrast illustration of hot objects (400  $^{\circ}\text{C}$  and above).

Fig. 4 displays a burning candle in a tealight taken by Fraunhofer IMS's uncooled MWIR QVGA imager. The picture features a high image contrast in both the area of the flame and its surrounding gases, whereas the image corners, which are at room temperature, are effectively suppressed as expected. This image illustrates that broadband absorption using a quarter-wavelength resonator is well suited for imaging applications. However, such an image could be well supported by the use of MIM PMAs, for example to address individual absorption bands of gases for their specific detection.

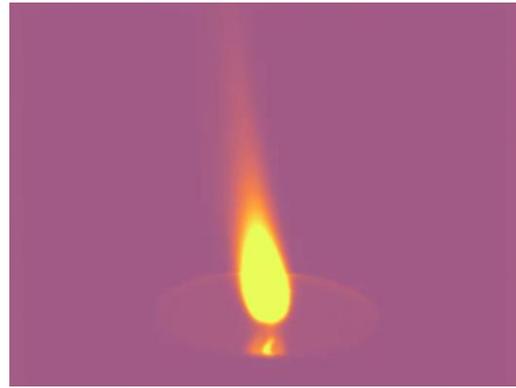


Figure 4: Image of a candle, taken with Fraunhofer IMS's uncooled QVGA-MWIR imager.

### Summary and Outlook

While a first demonstrator of an uncooled MWIR imager based on a quarter-wavelength resonator has already been presented [3], the integration of MIM PMAs into proven microbolometer technology is still subject of current work [5]. Both technologies, individually and in combination, have the potential to perform either qualitative or quantitative monitoring and visualization tasks, for example in the detection of fires or gas leakages.

### Literature

- [1] Rogalski, A.: Scaling infrared detectors - status and outlook," Rep. Prog. Phys. 85, 126501 (2022).
- [2] Jerram, P., Beletic, J.: Teledyne's high performance infrared detectors for space missions, Proc. SPIE vol 11180, p 111803D, 2018.
- [3] Michel, M., Blaeser, S., Litke, A., Zakizade, E., Weyers, S. and Weiler, D.: Uncooled Thermal MWIR Imagers for High-Temperature Imaging Applications, SPIE Sensors + Imaging 2023, Amsterdam.
- [4] Luke, K., Okawachi, Y., Lamont, M. R. E., and et al.: Broadband mid-infrared frequency comb generation in a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  microresonator, Optics Letters Vol. 40, No. 21, 4823-4826 (2015).
- [5] Litke, A., Zakizade, E., Michel, M., Weyers, S., Schall-Giesecke, A. L.: Plasmonic Metamaterial Absorber for MWIR and LWIR Bispectral Microbolometers, 49th international conference on Micro and Nano Engineering 2023, Berlin.

# Analysis of front side dynamics in laser flash analysis: modeling and adjustment for enhanced thermophysical insights

*Amir Narymany Shandy<sup>1</sup>, Matthias Zipf<sup>1</sup>, Frank Hemberger<sup>2</sup>, Jochen Manara<sup>2</sup>, Thomas Stark<sup>2</sup>, Jürgen Hartmann<sup>1,2</sup>*

<sup>1</sup>Technical University of Applied Sciences Würzburg-Schweinfurt, Münzstraße 12, Würzburg, Germany

<sup>2</sup>Center for Applied Energy Research e.V., Magdalene-Schoch-Straße 3, Würzburg, Germany

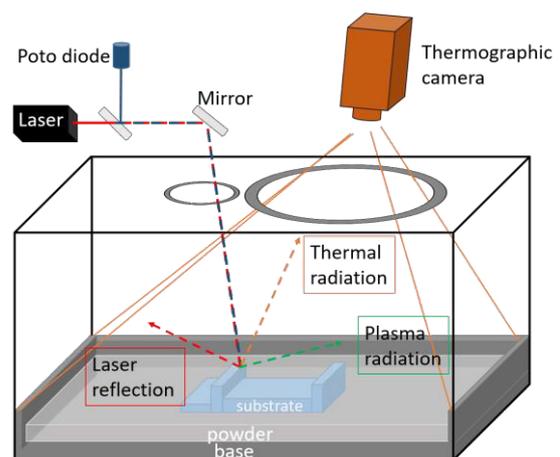
## Abstract

The Laser Flash Analysis (LFA) has established itself as a reliable method for determining the thermal diffusivity of materials. In order to expand the measurement range of LFA, the investigation of the temperature development on the surface of the sample facing the laser, referred to as the front side, comes into focus. Initially, an adiabatic front-side model is applied. This model provides a fundamental approximation of the temperature distribution on the front side of the sample. To account for the high dynamics of the front-side temperature caused by the pulsed energy input of the laser, modification of the evaluation models is necessary. In this regard, the temporal evolution of the front-side temperature caused by a Dirac shaped energy input is convoluted with laser pulses of different shapes. This convolution enables a detailed investigation of the effects of various laser pulse shapes on the temperature evolution on the front side. Not only the maximum temperature is considered, but also the temporal evolution of the temperature. The choice of laser pulse shape proves to be a critical aspect, as it significantly influences the response signal of the front side. Two different convolution methods are compared using numerical solution. On one hand, convolution by multiplication in the Fourier domain using Fast Fourier Transformation followed by inverse transformation, and on the other hand, an analytical solution through the convolution integral. Both resulting curves are tested for their robustness and applicability through parameter variations.

**Keywords:** Laser Flash Analysis, Front side detection, additive manufacturing, multi layer samples, one layer samples

## Introduction

Laser Flash Analysis (LFA) is a powerful technique for characterizing the thermo-physical properties of materials. In the context of additive manufacturing, selective laser melting (SLM) opens up new opportunities for material development and optimization of manufacturing processes. In SLM (see Fig. 1), components are built layer by layer from metal powder by selectively melting the powder with a laser to create the desired shape. The quality and properties of these additively manufactured components depend heavily on the thermo-physical properties of the materials used. Laser Flash Analysis enables the measurement of thermal conductivity and heat capacity of materials by directing short laser pulses onto the surface of the material and measuring the resulting temperature changes [1]. This data provides important insights into the heat transfer and solidification behavior of metal powders during the SLM process.



**Fig. 1:** Principle of process monitoring in selective laser melting (SLM) using optothermal imaging. Capturing thermal radiation data with a thermography camera allows spatial resolution of the thermal properties of the manufactured component.

By integrating LFA into the manufacturing process using Industry 4.0 principles such as real-time data acquisition, manufacturers can improve the quality and performance of their additively manufactured components. Optimal process parameters for SLM can be determined through precise characterization of thermal properties to minimize or correct distortions, cracks, or undesired microstructures.

### Method

Laser Flash Analysis is an experimental method for measuring the thermal diffusivity of materials. It was developed in 1961 by Parker et al. [3] and finds wide application in materials science and engineering. The method is based on the principle of transient heat conduction (see Eq. (1) in Tab. 1) and utilizes an intense laser pulse to generate a short-term heating of a thin sample (see Fig. 2). By measuring the temperature change over time at the back of the sample, the thermal diffusivity of the material can be determined.

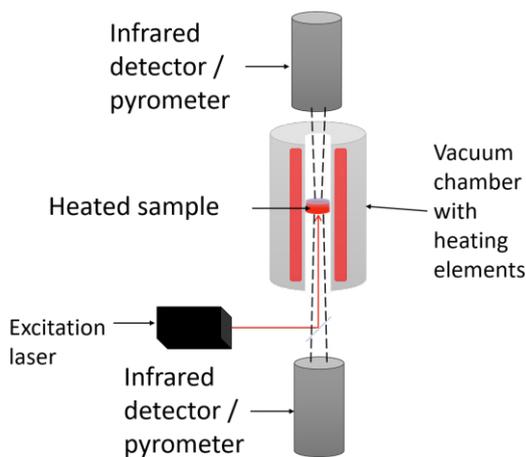


Fig. 2: Principle of laser flash analysis. A heated sample undergoes an additional heat pulse through laser irradiation. In the case of bilateral LFA, a detection device is directed towards the front side of the sample.

Tab. 1: First Collection of Equations

|     |  |
|-----|--|
| (1) | $\frac{dT}{dt} = \alpha \cdot \nabla^2 T(\vec{r}, t)$  |
| (2) | $\Delta T_b = \Delta T(z = d, t) = \Delta T_\infty \cdot \left[ 1 + 2 \cdot \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \cdot \exp\left(-\frac{n^2 \cdot \pi^2 \cdot \alpha \cdot t}{d^2}\right) \right]$ |

|     |   |
|-----|---|
| (3) | $\Delta T_f = \Delta T(z = 0, t) = \Delta T_\infty \cdot \left[ 1 + 2 \cdot \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \cdot \pi^2 \cdot \alpha \cdot t}{d^2}\right) \right]$ |
|-----|---|

The fundamental model by Parker et al. solves the transient heat conduction equation under adiabatic assumptions according to [4], which means that heat dissipation from the sample surface is assumed to be negligible. This leads to the solution function in Eq. (2) for the temperature increase on the back side of the sample  $\Delta T_b$  and Eq. (3) for the temperature increase on the front side of the sample  $\Delta T_f$ , both displayed in Fig. 3.

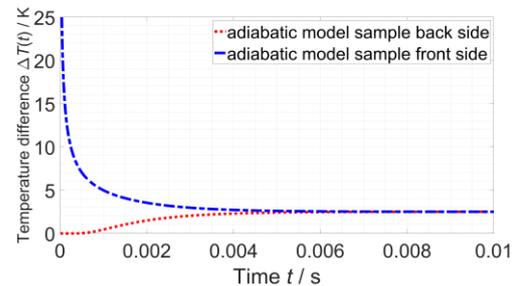


Fig. 3: Exemplary temperature development on the front and back sides of an LFA sample in the adiabatic model.

The temperature rise  $\Delta T_\infty$  results from the laser energy as well as the sample dimensions and material properties such as density  $\rho$  and specific heat capacity  $c_p$ . As visible in Fig. 4, the temperature development on the front side of the sample is subject to high dynamics. It is therefore necessary to consider the effects of the laser pulse. While in Parker et al.'s temperature development solution, the temperature rise is the result of a pulse in the form of a delta distribution at time  $t = 0$ , finite pulse shapes of rectangular pulses (Tab. 2, Eq. (4)) are subsequently considered. Mathematically, this is described by a convolution (Eq. (5)), which leads to the continuous solutions in Eq. (6) and Eq. (7) for the front and back sides of the sample, respectively. An alternative approach is the discrete method. For this, the functions described in Eq. (3) and Eq. (4) are displayed using a time vector with a discrete number of elements, and this output is transformed into the Fourier domain using FFT (Eq. (8)). After multiplication, the inverse transformation into the real space is performed using Eq. (9).

Tab. 2: Second Collection of Equations

|     |  |
|-----|--|
| (4) | $P_{\square}(t) = \begin{cases} P_{\square} & \text{for } t_s \leq t \leq t_s + t_p \\ 0 & \text{for } (t_p + t_s) < t, t < t_s \end{cases}$ $Q = \int_{t_s}^{t_s+t_p} P(t) dt = P_{\square} \cdot t_p := 1J \rightarrow P_{\square} = \frac{1J}{t_p \cdot s}$   |
| (5) | $\Delta T_p = \int_0^{t_s+t_p} P(t') \cdot \Delta T(t-t') dt' =$ $\int_{t_s}^{t_s+t_p} P(t') \cdot \Delta T(t-t') dt'$   |
| (6) | $\Delta T_{f,P_{\square}} = \Delta T_{\infty} \cdot$ $\left[ 1 + \frac{2}{t_p} \cdot \sum_{n=1}^{\infty} \frac{l^2}{\alpha n^2 \pi^2} \cdot \exp\left(-\frac{\alpha n^2 \pi^2 t}{d^2}\right) \cdot \left[ \exp\left(\frac{\alpha n^2 \pi^2 t_s}{d^2}\right) \cdot \left( \exp\left(\frac{\alpha n^2 \pi^2 t_p}{d^2}\right) - 1 \right) \right] \right]$        |
| (7) | $\Delta T_{b,P_{\square}} = \Delta T_{\infty} \cdot$ $\left[ 1 + \frac{2}{t_p} \cdot \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \frac{l^2}{\alpha n^2 \pi^2} \cdot \exp\left(-\frac{\alpha n^2 \pi^2 t}{d^2}\right) \cdot \left[ \exp\left(\frac{\alpha n^2 \pi^2 t_s}{d^2}\right) \cdot \left( \exp\left(\frac{\alpha n^2 \pi^2 t_p}{d^2}\right) - 1 \right) \right] \right]$ |
| (8) | $P_{\square,FFT}(k) = FFT(P_{\square}(t))$ $\Delta T_{FFT}(k) = FFT(\Delta T(t))$  |
| (9) | $X(k) = P_{\square,FFT}(k) \cdot \Delta T_{FFT}(k)$ $\Delta T_{P_{\square}}(t) = FFT(X(k))$  |

### Model Examination

By jointly plotting Eq. (6) and Eq. (7) along with their equivalents in Eq. (9) in Fig. 4, it is evident that all four curves converge to  $\Delta T_{\infty}$  as  $t \rightarrow \infty$ , which serves as an initial plausibility test for both convolution methods. In Fig. 5, focusing on the initial phase of the temperature development allows for a separate examination of the effect of the laser pulse and the agreement of the front side curves. Both convolution methods exhibit consistent behavior here. The temperature on the front side continuously increases from  $t = t_s$  until reaching  $t = t_s + t_p$ . The discontinuous temperature trend after  $t > t_s + t_p$  is the result of the abrupt end of the rectangular pulse. However, for the time period  $0 < t < t_s$ , the plots of the equations do not show physically understandable behavior, as the sample temperature difference does not reach the value of  $T=0$ . Considering the solution design

of Eq. 6 for the real space convolution and the basic component of the Fourier space solution in Eq. 3, the temperature development curves can be definition not reach the value of  $T=0$  as the minimum value the curves can converge to is  $\Delta T_{\infty}$ . Therefore, the convolution curves reaches a definition limit for  $0 < t < t_s$ .

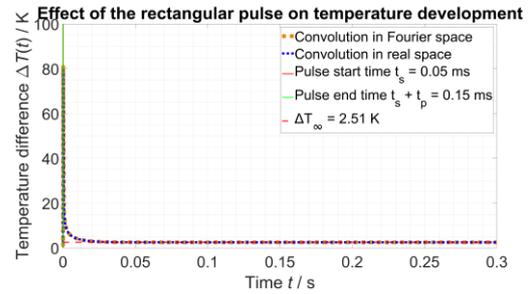


Fig. 4: Display of the convolution models in Fourier and real space for the front side temperature development on the full time scale. Both curves converge to the same value of  $\Delta T_{\infty}$ , which is the same for the non-convolution curves.

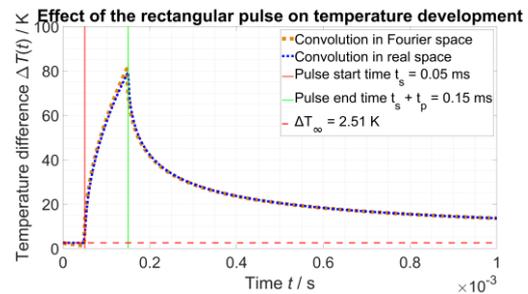


Fig. 5: Display of the convolution models in Fourier and real space for the front side temperature development on the time range near  $t=0$ . Both curves show a continuous rise of temperature within the time range of the finite pulse.

### Summary and Outlook

Two models have been developed to describe and examine the thermal response of an LFA sample on the side facing the pulse. Through this development, the applicability of LFA for multilayer samples and SLM processes can be extended. In the future, additional pulse shapes will be considered to further optimize the mapping of experimental reality. By fitting curves to captured measurement data, the model will be tested for applicability in the future.

## References

- [1] G. Bocchini, G. Bovesecchi, P. Coppa, S. Corasaniti, R. Montanari, and A. Varone, "Thermal diffusivity of sintered steels with flash method at ambient temperature," *International Journal of Thermophysics*, vol. 37, pp. 1-14, 2016; doi: 10.3390/ma12050696
- [2] D. Höflin, C. Sauer, A. Schiffler, and J. Hartmann, "Process Monitoring Using Synchronized Path Infrared Thermography in PBF-LB/M," *Sensors*, vol. 22, no. 16, p. 5943, 2022; doi: 10.3390/s22165943
- [3] W. Parker, R. Jenkins, C. Butler, and G. Abbott, "Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity," *Journal of applied physics*, vol. 32, no. 9, pp. 1679-1684, 1961; doi: 10.1063/1.1728417
- [4] H. S. C. J. C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*. Oxford: Oxford University Press, 1959, pp. 92-102; doi:

# Erweiterung eines Wasserstoff-Hochdruckprüfstands zur Kalibrierung von Wasserstoffqualitätssensoren mit Gasgemischen unterschiedlicher Schadstoffkonzentration

*Sebastian Pültz<sup>1</sup>, Torsten Bley<sup>2</sup>, Andreas Schütze<sup>1</sup>, Tizian Schneider<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Universität des Saarlandes, Lehrstuhl für Messtechnik, Saarbrücken*

*<sup>2</sup>Hydac ELECTRONIC GmbH, Saarbrücken*

*s.pueltz@imt.uni-saarland.de, torsten.bley@hydac.com, schuetze@imt.uni-saarland.de, t.schneider@imt.uni-saarland.de*

## Zusammenfassung

Die Reinheit des Wasserstoffs ist für die Energiebereitstellung durch Wasserstoff-Brennstoffzellen von entscheidender Bedeutung, da bereits kleinste Verunreinigungen im niedrigen ppm-Bereich zu erheblichen Leistungseinbußen und einer deutlich reduzierten Lebensdauer der Zelle führen können. In dieser Studie wurde eine vorhandene Anlage zur Einstellung verschiedener Verunreinigungen in Wasserstoff so modifiziert, dass mehrere Konzentrationsstufen der jeweiligen Verunreinigung auch zeitlich effizient eingestellt werden konnten. Danach wurde mit Ammoniak im Konzentrationsbereich von 0-10 ppm verunreinigter Wasserstoff untersucht, indem Infrarot-(IR)-Spektren von reinem Wasserstoff und verunreinigtem Wasserstoff aufgenommen, das Differenzspektrum gebildet und die Absorptionsbanden um die Valenzschwingungen bei verschiedenen Druckniveaus analysiert wurden.

**Keywords:** Wasserstoffqualität, Infrarotspektroskopie, Brennstoffzelle

## Einleitung

Im Zuge der weltweiten Bemühungen, kohlenstoffbasierte Energiequellen zu ersetzen, hat Wasserstoff als umweltfreundlicher Energieträger bereits erheblich an Bedeutung gewonnen. Wasserstoff kann durch Wasserelektrolyse mit Strom aus nachhaltigen Energiequellen wie beispielsweise Wind- oder Solarenergie hergestellt werden und so als Transport- oder Speichermedium dienen und helfen, die natürlichen Schwankungen dieser Energiequellen auszugleichen.

Wasserstoff kann nicht nur zur Stromerzeugung in Brennstoffzellen verwendet werden, sondern auch in der Industrie, im Verkehrswesen und in der Wärmeerzeugung eingesetzt werden. Dadurch kann er zur Dekarbonisierung verschiedener Sektoren beitragen und fossile Brennstoffe wie Kohle, Öl und Gas ersetzen.

Insgesamt wird die steigende Bedeutung von Wasserstoff in der Zukunft maßgeblich dazu beitragen, die Energiewende voranzutreiben und eine nachhaltige, kohlenstoffarme Energiezukunft zu gestalten. Dabei wird auch der Bedarf an Transportmöglichkeiten für den Energieträger Wasserstoff steigen.

Dabei kann Ammoniak (NH<sub>3</sub>) als effizienter und sicherer Träger von Wasserstoff dienen. Es kann im bewährten Haber-Bosch-Verfahren aus Stickstoff und Wasserstoff hergestellt werden und ist im Gegensatz zu reinem Wasserstoff einfacher zu transportieren und zu lagern, da es leichter zu verflüssigen ist und bei moderatem Druck gehandhabt werden kann. Es ist daher eine vielversprechende Alternative für den Transport von Wasserstoff über große Entfernungen zum Beispiel auf dem Seeweg. Es muss allerdings am Bestimmungsort wieder in Wasserstoff und Stickstoff aufgespalten werden.

Vor allem bei Brennstoffzellenanwendungen spielt die Reinheit des verwendeten Wasserstoffes eine entscheidende Rolle, da zum Beispiel durch Rückstände von Ammoniak, die bei der Rückgewinnung des Wasserstoffs zurückbleiben, eine Vergiftung von Membran oder Katalysator erfolgt [1]. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit einer Sicherstellung der Reinheit des verwendeten Wasserstoffs. Diese Mindestqualitätsanforderungen sind zum Beispiel für mobile Anwendungen in der Norm SAE J 2719 festgeschrieben. Für Ammoniak legt diese einen maximalen Verunreinigungsgrenzwert von 0,1 ppm fest.

Um die geforderte Reinheit des Wasserstoffs an Übergabestellen wie zum Beispiel Wasserstoff-tankstellen sicherstellen zu können, muss die Wasserstoffqualität idealerweise vor Ort überwacht werden. Dazu existieren zahlreiche Ansätze zur Entwicklung von Wasserstoffqualitäts-sensoren, die jedoch noch nicht den geforder-ten Spezifikationen entsprechen. Außerdem fehlt es an Testmöglichkeiten, mit denen die neu zu entwickelnden Sensoren vor ihrem Ein-satz in der Praxis geprüft werden können. [2]

Mittels Infrarot (IR)-Spektroskopie können IR-aktive Moleküle wie CO oder H<sub>2</sub>O durch Ab-sorptionsmessungen nachgewiesen und ver-messen werden. Aufgrund der unterschiedli-chen Absorptionsbanden der einzelnen Sub-stanzen können mehrere Verunreinigungen gleichzeitig bestimmt werden [5]. Beim Durch-führen der Messungen im Bereich des Tankfüll-drucks von Brennstoffzellenfahrzeugen kann die durch den Druck erhöhte Stoffmenge in der Absorptionsstrecke zur Steigerung der Sensiti-vität genutzt werden.

### Grundlagen

Für die Bereitstellung und Untersuchung von Gemischen aus hochreinem Wasserstoff mit geringen Verunreinigungen wurde zuvor bereits ein auf Infrarotabsorptionsanalyse basierender Prüfstand entwickelt [3], mit dem diese erzeugt, auf einen maximalen Druck von 900 bar kom-primiert und mittels FTIR-Spektroskopie analy-siert werden können. Der bei der IR-Spektro-skopie genutzte physikalische Zusammenhang zwischen eingestrahelter und transmittierter Strahlung wird durch das Lambert-Beersche Gesetz beschrieben [4]:

$$E_{\lambda} = \log\left(\frac{I_T}{I_0}\right) = \varepsilon_{\lambda} * c * l \quad (1)$$

|                         |  |
|-------------------------|--|
| $E_{\lambda}$           | Extinktion                               |
| $\varepsilon_{\lambda}$ | dekadischer Extinktionskoeffizient       |
| $c$                     | Stoffmengenkonzentration                 |
| $l$                     | optische Weglänge                        |
| $I_T$                   | Intensität der Transmittierten Strahlung |
| $I_0$                   | eingestrahelte Intensität                |

Es wurde bereits gezeigt, dass eine bei erhöh-tem Druck auftretende Druckverbreiterung der Absorptionsbanden klar zu erkennen ist, wäh-rend die Auswirkungen einer Druckverschie-bung der Absorptionsbanden in diesem Messaufbau vernachlässigbar geringe Auswir-kungen hat [5].

Wasserstoff selbst ist bei Normalbedingungen nicht IR-aktiv. Bei höherem Druck und dadurch geringerer mittlerer freier Weglänge steigt aller-dings die Kollisionswahrscheinlichkeit der

einzelnen Moleküle, wodurch vermehrt kollisi-onsinduzierte Dipole entstehen, welche wiede-rum Infrarotstrahlung bestimmter Wellenlänge absorbieren. Mit dem vorhandenen System ist diese druckinduzierte IR-Absorption des Was-serstoffs ab ca. 40 bar messbar [5].

Der erhöhte Druck lässt sich also einerseits bei der Qualifizierung und Quantifizierung der Ver-unreinigungen durch IR-Spektroskopie durch die erhöhte Stoffmengenkonzentration zu einer Steigerung der Sensitivität nutzen. Andererseits wird der Wasserstoff allerdings ab einem be-stimmten Druck selbst infrarotaktiv und über-deckt Absorptionsbanden potenzieller Schad-gase wie beispielsweise Wasser oder Ammo-niak. Um die jeweilige Verunreinigung identi-fizieren zu können, muss daher zunächst der Wasserstoffuntergrund bei entsprechendem Druck kompensiert werden. Dazu wird das Dif-ferenzspektrum zwischen dem Spektrum des reinen H<sub>2</sub> 6.0 sowie dem Spektrum des verun-reinigten Wasserstoffs gebildet [5].

### Aufbau und Ausführung

Für die Analyse von Verunreinigungen im ppm-Bereich in Wasserstoff wurde bereits ein Prüf-stand entwickelt, mit welchem Gemische aus reinem Wasserstoff mit wohldefinierten Verun-reinigungen hergestellt, auf einen maximalen Druck von 900 bar komprimiert und mittels FTIR-Spektroskopie analysiert werden können [6]. In diesem Prüfstand wurde der zum Errei-chen des Drucks notwendige Gasdruckbooster durch eine Hochdruckwasserpumpe ersetzt (siehe Abb. 1), mit welcher eine schnellere Ver-dichtung des verunreinigten Wasserstoffgemis-ches und eine genauere Einstellung des Drucks möglich ist.

Zur Einmischung der Verunreinigung in den Wasserstoff sowie zur Übertragung des Drucks von der Wasserpumpe ist ein Kolbenspeicher verbaut. An diesen sind sowohl die Wasserpumpe als auch die Gasflaschen angeschlos-sen. Auf der Wasserseite ist zusätzlich ein Druckbegrenzungsventil verbaut, das den ma-ximal erreichbaren Druck auf 900 bar begrenzt. Gasseitig befinden sich zwei Eingänge mit Ab-sperr- und Rückschlagventil, sowie Drucküber-wachung jeweils für reinen Wasserstoff und für ein Verunreinigungsgemisch. Der Kolbenspei-cher wird nun nacheinander zunächst mit dem Verunreinigungsgemisch geflutet, welches da-rauffolgend mit reinem Wasserstoff verdünnt wird. Dabei wird die sich einstellende Konzentration der Verunreinigung vom Druckverhältnis der beiden Gase bestimmt.

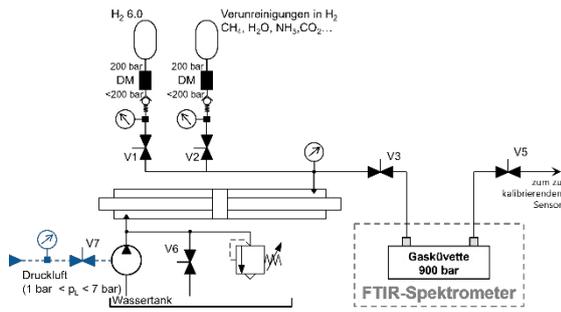


Abb. 1: Aufbau Wasserstoff-Hochdruckprüfstand mit druckluftbetriebener Wasserpumpe

Wie in Abb. 2 dargestellt liegt die Absorptionsbande des  $\text{NH}_3$  sehr ungünstig in der druckinduzierten  $\text{H}_2$ -Absorptionsbande, daher kommt der Kompensation dieser Bande eine besondere Bedeutung zu. Daher wurde das jeweilige  $\text{H}_2$ -Absorptionsspektrum im Unterschied zu vorhergehenden Untersuchungen [5] nicht durch Interpolation aus einer Datenbasis berechnet sondern, wie bei Untersuchungen zu Feuchte und  $\text{CO}_2$ -Verunreinigungen [7] für jede untersuchte Druckstufe separat vermessen.

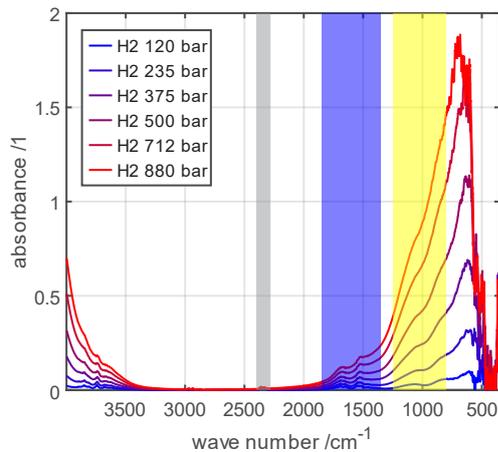


Abb. 2: Absorptionsspektren von  $\text{H}_2$  6.0 bei verschiedenen Druckstufen, sowie den relevanten Absorptionsbereichen von  $\text{CO}_2$  (2280-2400  $\text{cm}^{-1}$ ),  $\text{H}_2\text{O}$  (1350-1850  $\text{cm}^{-1}$ ) und  $\text{NH}_3$  (800-1250  $\text{cm}^{-1}$ )

### Validierungsmessungen Ammoniak

Untersucht wurden 6 verschiedene eingestellte Ammoniakkonzentrationen (0, 0,2, 1, 3, 5, 10 ppm) bei denen bei verschiedenen Druckstufen (100, 300, 500, 900 bar) jeweils Spektralanalysen durchgeführt wurden. Dabei wurden jeweils die Wellenzahlenfenster 900  $\text{cm}^{-1}$  bis 1250  $\text{cm}^{-1}$  um die Valenzschwingung von  $\text{NH}_3$  bei 950  $\text{cm}^{-1}$  ausgewertet. Die erhaltenen Spektren in diesem Bereich sind in Abb. 3

dargestellt. Hier ist hauptsächlich der Einfluss der mit steigendem Druck ansteigenden Absorption des Wasserstoffs zu erkennen. Zur Bestimmung der Ammoniakkonzentration muss dieser also zunächst zwingend kompensiert werden.

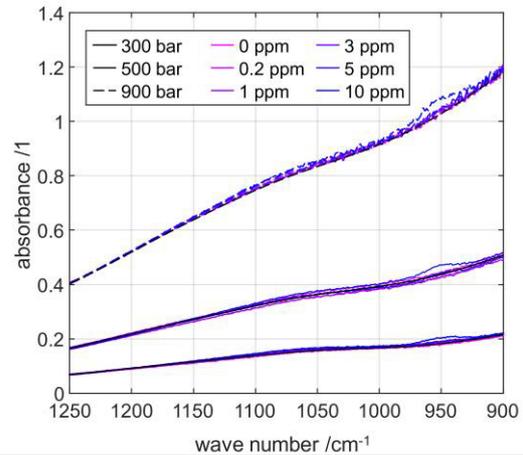


Abb. 3: Absorptionsspektren von Wasserstoffgemischen mit 0, 0,2, 1, 3, 5 und 10 ppm Ammoniakverunreinigung, jeweils bei 300, 500 und 900 bar, im Wellenzahlenbereich von 900 bis 1250  $\text{cm}^{-1}$

Die Kompensation erfolgt durch Differenzbildung mit dem Spektrum des reinen Wasserstoffs. Übrig bleibt die durch das Ammoniak erfolgte Absorption. Diese ist in Abb. 4 für die Spektralanalysen bei 300 bar und in Abb. 5 für die Druckstufe bei 900 bar dargestellt. In beiden Fällen ist die mit der Konzentration des  $\text{NH}_3$  steigende Fläche unter dem Absorptionsspektralklar zu erkennen.

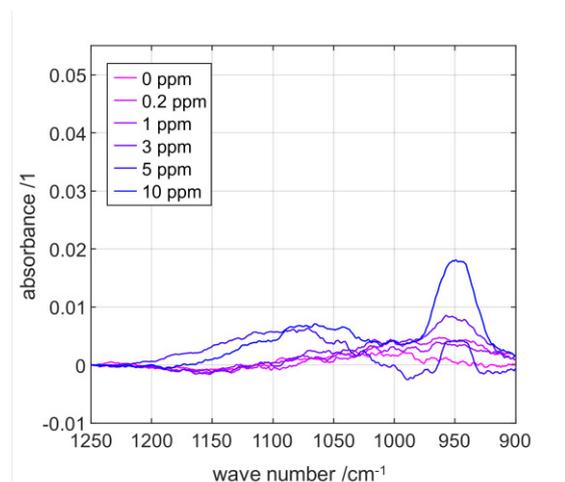


Abb. 4: Absorptionsspektren im Wellenzahlenbereich von 900 bis 1250  $\text{cm}^{-1}$

nach Kompensation der Wasserstoffabsorption bei 300 bar

Ein Vergleich zwischen den Absorptionsbanden, die bei niedrigen und hohen Druckniveaus aufgezeichnet wurden, zeigt außerdem den Einfluss des Drucks auf die Absorptionsbande. Durch die erhöhte Stoffmenge auf der Absorptionsstrecke vergrößert sich gemäß dem Lambert-Beerschen Gesetz bei steigendem Druck auch die Fläche unter der Absorptionsbande.

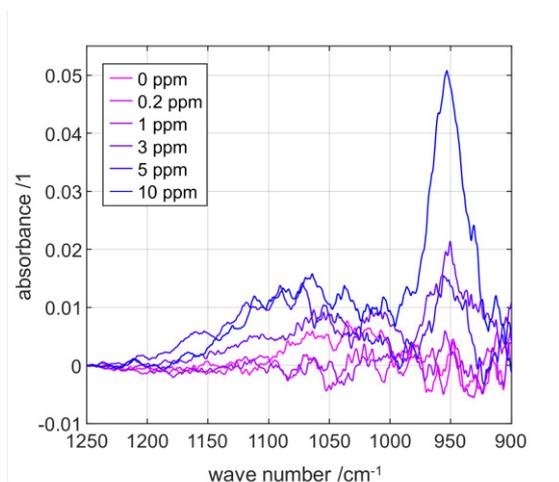


Abb. 5: Absorptionsspektren im Wellenzahlenbereich von 900 bis 1250  $\text{cm}^{-1}$  nach Kompensation der Wasserstoffabsorption bei 900 bar

Nun wird die Fläche unter der berechneten Ammoniakabsorptionsbande bestimmt und gegenüber dem eingestellten Druck (siehe Abb. 6) und der eingestellten Konzentration (siehe Abb. 7) aufgetragen. Danach erfolgt die Bestimmung einer Ausgleichsgeraden und der Entfernung der aufgetragenen Punkte von dieser.

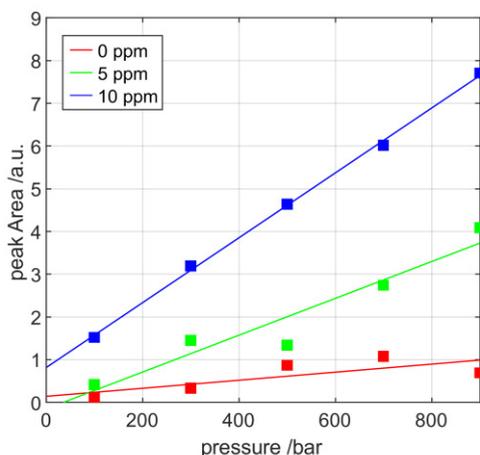


Abb. 6: Fläche unter dem Ammoniak Absorptionspeak bei 950  $\text{cm}^{-1}$  über Druck

Der Anstieg des Messeffektes gegenüber der Konzentration ist bei 500 und 900 bar noch bis zu einer Konzentration von 3 ppm zu erkennen

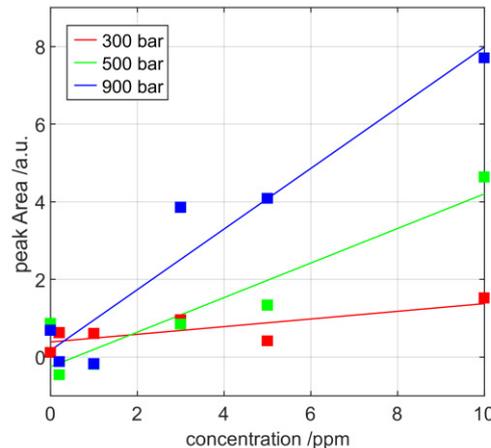


Abb. 7: Fläche unter dem Ammoniak Absorptionspeak bei 950  $\text{cm}^{-1}$  über Ammoniakkonzentration

## Diskussion und Ausblick

In dieser Untersuchung ist Ammoniak bis bei einem Druck von mindestens 500 bar bis zu einer Konzentration von 3 ppm erkennbar. Bei Voruntersuchungen wurde die zur notwendigen Detektion von Ammoniakkonzentration im Bereich des von der Norm festgelegten Grenzwertes von 0,1 ppm ermittelte optische Weglänge bei einem Druck von 700 bar Wert mit 10 cm ermittelt [8]. Dabei wurde allerdings der Einfluss der notwendigen Kompensation des Wasserstoffuntergrunds und ein möglicher Fehler, der in dadurch in diese Untersuchung eingebracht werden könnte, nicht beachtet. Der in dieser Untersuchung erkennbare Messeffekt von Ammoniak liegt daher um eine Größenordnung über dem theoretisch ermittelten Wert.

Ein automatisierte anstelle einer händischen Druckeinstellung würde die Wiederholgenauigkeit beim Einstellen des Drucks bei verschiedenen Messungen erhöhen und dadurch den in die Analyse eingebrachten Fehler reduzieren. Dadurch könnten außerdem genauere Druckverhältnisse beim Einstellen der Konzentration des Gemisches erreicht werden und zuletzt würde eine automatisierte Druckeinstellung zu einem reduzierten Aufwand bei der Durchführung der Messungen führen und dadurch eine

größere Anzahl Messungen mit verschiedenen Konzentrationen ermöglichen.

Zuletzt lässt sich die Sensitivität des Messsystems auch durch eine verlängerte Absorptionsstrecke vergrößern.

*Tagungsband 13. Dresdner Sensor-Symposium 2017*, Nürnberg, Dec. 2017, pp. 34–39. doi: 10.5162/13dss2017/1.8.

### Literaturnachweis

- [1] F. Isorna Llerena, A. de las Heras Jiménez, E. López González, F. Segura Manzano, and J. M. Andújar Márquez, 'Effects of Ammonia Impurities on the Hydrogen Flow in High and Low Temperature Polymer Electrolyte Fuel Cells', *Fuel Cells*, vol. 19, no. 6, pp. 651–662, 2019, doi: 10.1002/fuce.201900031.
- [2] K. Arrhenius *et al.*, 'Detection of Contaminants in Hydrogen Fuel for Fuel Cell Electrical Vehicles with Sensors—Available Technology, Testing Protocols and Implementation Challenges', *Processes*, vol. 10, no. 1, Art. no. 1, Jan. 2022, doi: 10.3390/pr10010020.
- [3] M. Schott and A. Schütze, 'Entwicklung eines Hochdruckprüfstands für NDIR-Messungen zur Verunreinigungsbestimmung in Wasserstoff für Drücke bis 900 bar', in *20.ITG-GMA-Tagungsband*, Jun. 2019, pp. 412–419. doi: 10.5162/sensoren2019/5.2.2.
- [4] G. Wiegleb, *Gasmestechnik in Theorie und Praxis: Messgeräte, Sensoren, Anwendungen*. Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2016. doi: 10.1007/978-3-658-10687-4.
- [5] M. Schott and A. Schütze, 'Ermittlung von CO- und NH<sub>3</sub>-Absorptionsspektren in Wasserstoff bei hohem Druck zur Auslegung eines modularen IR-Messsystems', in *Tagungsband 14. Dresdner Sensor-Symposium 2019*, Dec. 2019, pp. 34–39. doi: 10.5162/14dss2019/2.3.
- [6] M. Schott and A. Schütze, 'Entwicklung einer Auswertemethodik für IR-Spektren von H<sub>2</sub>-CH<sub>4</sub> Gasmischen bei Drücken bis 900 bar zur Auslegung eines onlinefähigen IR-Messsystems', in *21.ITG-GMA-Tagungsband*, Nürnberg, 11.05 2022, pp. 131–138.
- [7] S. Pültz, T. Bley, T. Schneider, and A. Schütze, 'Qualification of an IR test bench for Hydrogen quality at high pressure', in *2024 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC)*, Glasgow, Scotland, 2024, pp. 1–5.
- [8] M. Schott, E. Pignanelli, S. Gratz-Kelly, and A. Schütze, 'Modulares IR-Messsystem zur Überwachung der Wasserstoffqualität für Brennstoffzellenfahrzeuge', in

# Efficiency determination of wind turbines by better capturing huge torque - a crucial factor of energy transition

Dt.: Effizienzsteigerung zukünftiger Windkraftanlagen mit enormem Drehmoment - Entscheidender Faktor für die Energiewende

*André Schäfer,  
Hottinger Brüel and Kjaer GmbH,  
Im Tiefen See 45, 64293 Darmstadt, Germany*

## Abstract

The paper describes the needs to make wind turbines a crucial contributor to energy transition- in terms of their efficiency. The presented facts and figures are supposed to be the foundation for new developments in this most important renewable energy application. The overview of future demands comprises of needs on both the mechanical side with torque and speed measurement as well as the electrical side with current and voltage measurement.

**Keywords:** Wind energy, renewable energy, wind turbine generator, mechanical power, electrical power, efficiency, torque sensor; power analyzer.

## Introduction

By the end of 2023 the UN Climate Change Conference (COP 28) took place in Dubai, VAE. One of the most important outcomes was, that as throughout the different contribution, wind energy is the most important renewable energy source of electricity, e.g. in Germany [1].

Tab. 1: Where does our electricity come from? Report on the Electric mix in Germany in March 2024 [2].

| Present status of wind energy contribution | Origin/ Location: Onshore/ Offshore | Share in electricity production (as of 3/2024) |
|--|-------------------------------------|--|
| Wind energy generation                     | Onshore                             | 22%  |
| Wind energy generation                     | Offshore                            | 7%   |

Although the development of wind energy is subject to certain fluctuations due to different subsidies, there is constant growth in Germany [2] as well as on a worldwide scale [3].

One reason for this contribution capacity is, that wind quite steadily blows to a certain extent over all seasons and in the same way day and night. Thus, very are many reasons to safeguard further development of this type of energy generation.

As more and more wind turbine fields are planned and larger projects come into play, offshore wind turbine manufacturers employ consulting companies who mainly come from the shipbuilding environment, i.e. different from the onshore turbines from aerospace.

However, their "maritime approach" not always comprises with the metrological necessities. Especially, when determining the efficiency, the truth eventually come to light as values above 100% are simply impossible. So, efficiency determination impressively shows that there is no alternative to a strict metrological approach, even in a field that is so demanding on a large scale.

## Growing power and increasing efficiency are general trends

To secure further developing steps in wind energy growth of wind turbine size must be assessed, and with regard to the measuring equipment especially the required torque values are important.

Therefore, a wind energy study was carried out how wind turbine power and torque may develop over the next years. Especially the metrological traceability of torque has been a topic, and whether the achieving this can be realized with a reasonable cost budget. So, the question is: How will the size of wind turbines grow over the next years?

Recently the far most offshore wind turbines however, the so called "DD" (Direct Drive) -type wind turbines [4]– also known as the variable speed direct-drive wind turbine. This Direct-Drive technology is the basis for the now very popular drive type, there a synchronous generator is used in there, directly powered by the rotor.

Because the prices for rare earths and copper – needed to build up the multipole synchronous generators - have recently fallen again, nothing stands in the way of the triumph of this type.

Subsequently offshore DD turbines will be the type that will completely dominate the world market soon and thus should be the main field of development for the worldwide wind energy contribution.

Thus, a direct-drive wind turbine's generator has a very low rotor speed. Thus, to generate sufficient power, the torque must be tremendous.

And the other trend is, that offshore turbines are on the move forward, as they do not have the limitations as onshore wind turbines: Offshore Wind turbines face less requirements to community comfort and can thus be realized with shorter approval times. At the same time offshore DD turbines are placed in outpost far out in the sea. As they are harder to reach, they generally have to be much bigger, otherwise servicing them is simply not efficient.

We have thus worked out the general trends: Growing power and increasing efficiency are mainly demanded by offshore DD turbines. As they must be much bigger this is leading to a growing power generation per turbine and makes increasing efficiency a profitable game.

This efficiency is determined from the quotient of output power and input power. Whether for mechanical power or electrical power, in both cases to calculate the power two variables must be multiplied. Thus, to be able to determine an efficiency of around 98%, critical parameters would have to be determined as precisely as possible. This requires a proper treatment of this measurement task to ensure smallest measuring uncertainties [4].

The torque input to nacelles is of great importance for the efficiency determination of wind turbines [5]. As turning speed of wind turbines is comparable slow, a large mechanical power can only be generated with a huge torque. And for a reliable and traceable torque measurement in nacelle test benches, the relation of nominal wind turbine capacity vs.

appearing nominal torque for wind turbines is important [6]. This has been also evaluated in the survey and results will be presented.

This has been motivation to run a survey. In this survey, a clear distinction was made in between onshore and offshore turbines as well as of DD- and gearbox-type wind turbines [7]. This survey is based on a large number of different manufacturers and models, and the technical data of more than 70 turbines have been evaluated.

By considering the mechanical power and collecting information about the turning speed, it is possible to conclude on the necessary torque.

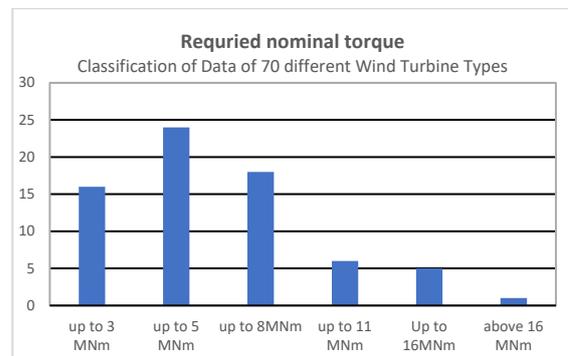


Fig. 1: Above graph shows appearing nominal torque for wind turbines of many different manufacturers and of different nominal wind turbine capacity in their current program.

### Consequences for mechanical power determination and especially torque measurement

The majority of turbines required a torque of only up to 5 MN·m. It could be shown, that for onshore wind turbines for the foreseeable future, traceability of a nominal power of 10 MN·m for the next three years and 15 MN·m for the next six years should sufficient. Thus, as a general outcome, it can be summarized, that for offshore wind turbines will demand the larger torque. Thus, a horizon with a nominal power 20 MN·m should even be sufficient for a far-reaching future planning.

Needed are ground based test stands for this huge torque values and measures to safeguard the traceability of this value. Unfortunately, it is not possible to accomplish above requirement with a traditional back-to-back test bench, but in a metrological research project entitled "Traceable mechanical & electrical power measurement for efficiency determination of wind turbines" investigations on highest capacity torque transducers have been carried

out. This will later enable industry to measure mechanical power first time accurate at that huge scale.

But mastering the size is the be-all and end-all, and for that you need the largest torque sensors ever built. And it is indeed the largest sensors ever built by HBK. With a weight of several tons, these are extremely large. Also, the total effort required to handle them, like e.g. transport with a low-loader and heavy-duty crane required, is unique and very complex must be worthwhile for the end customer.

So far, the world's largest torque standard machine in Germany's National Metrology Institute (PTB) in the Wind Energy Competence Center in Braunschweig, Germany. In this huge machine is our 5 MN·m torque reference transducer. It has a diameter of 1.3 m. Besides the torque, it also allows to measure the related bending moments and forces. Of course- to satisfy the needs of the before mentioned survey- larger capacities in terms of larger torque are already under discussion [8].

### **Consequences for electrical power determination and necessity for EMC-resistant probes for current and voltage measurement**

Electrical measurement quantities have always been important, but for nowadays applications it is especially the case for measuring the parameters of electrical machines, such as motors and generators. Originally needed in Automotive Industry, main markets more and more shift to Aerospace and newly arising applications such as wind energy.

The electric power can be evaluated from the voltages and currents and achieve a better efficiency determination of electric motors and generators a much better cross-connection of mechanical & electrical side is necessary to further reduce overall measurement uncertainty.

In both the electrical and the mechanical side, the approach, to carry out a proper MU propagation, values of measured quantities are stored and analyzed in power analyzers for real data acquisition systems (DAQ systems) such as offered by the Genesis HighSpeed DAQ family of HBK.

For wind energy a further specialty comes into play. Lightning is a phenomenon that has to be dealt with in particular in wind energy production, because in addition to being classified as an electrical machine according to

IEEE, the wind turbine is also a structure in the sense of civil engineering.

Further on in the electrical side the fiber optic remote probes are particularly interesting for these applications, as its EMC immunity helps ensure the correct result.

Particularly switching edges in the voltage level can lead to intense electromagnetic interference, which in turn requires an EMC-resistant design of the measuring equipment, as well as cabling and earthing concepts of the measuring environment.

Fiber optic transmission also has the advantages of low attenuation with comparatively long transmission distances, what has a particular advantage on the large spatial distances when measuring wind turbine applications. Such optical transmission can be arranged optically via the fiber optic remote probes (Fig. 2).



*Fig. 2: : Fiber optic remote probes for voltage and current, Source: HBK*

While voltage measurement can be realized quite easily, current measurement needs special attention.

Current measurement by using the generated magnetic field – by contrast to resistive shunt measurement method- has the specific advantage of being a non-contact i.e. isolated current measurement, so that the primary circuit does not need to be interrupted with the insertion of a lossy component like a shunt.



*Fig. 3: : Fluxgate current transducer HBK CTS200ID, manufactured by DaniSense, Source: HBK*

In the so called "Fluxgate" technology (Fig. 3; a combined approach with complex magnetic

performance with advanced electronics, enabling to measure current with a very high accuracy, the magnetic field created by a passing current through a primary conductor is proportional to the applied current.

## Conclusions

It has been shown that efficiency determination cannot be improved by approaches to single quantities, but rather that a concerted approach to all parameters on both the mechanical and electrical sides is necessary.

On the mechanical side especially, torque can be determined much more accurate than before. MN·m torque standard is meant for the efficiency determination of wind energy generators from different manufacturers all over the world and thus is a very important basis for the transition to a low-carbon society.

Now only building up such large reference transducers is necessary, but also its traceability is important to ensure what is only possible in close cooperation between the transducer manufacturer and the National Metrology Institute.

According to the definition at VIM 3 (international vocabulary of metrology issued by the BIPM) "metrological traceability is defined property of a measurement result whereby the result can be related to a reference through a documented, unbroken chain of calibration, each contributing to the measurement uncertainty.

Thus, improving calibration and measurement capabilities is an inevitable condition for further progress in engineering [9].

Concerning the survey carried out, due to the very large amount of data that was included here, we believe that this gives a good quantification of the future challenges. The highest demands in terms of size, power and torque will be required by DD-Offshore wind turbines [10].

The determination of parameters for optimizing the efficiency of electric drives is of particular importance here, because it is important to identify and evaluate the optimization potential of electric machines, and thus on the electrical side further research should aim at highly dynamic performance measurement, highly dynamic performance analysis and investigation of dynamic load changes, meaning, with the offshore turbines getting bigger and bigger, also a rapid developed is necessary. Solutions will also be required that

are specifically required to meet the requirements of wind turbine operation, such as the "remote probes" presented here.

The technology behind onshore turbines has developed rapidly in recent years, helping to dramatically lower the cost of producing wind energy. However, this will not go on without further substantial scientific work and especially players who have mastered both the mechanical and electrical aspects are required.

## References

- [1] Report „Renewable energies in figures“, Environment Agency, (German: Erneuerbare Energien in Zahlen); Umweltbundesamt. (UBA), Dessau-Roßlau, Germany; <https://www.umweltbundesamt.de/> Nov. 2023
- [2] Frankfurter Rundschau; Woher kommt unser Strom: Strommix in Deutschland im März 2024, Frankfurt, Germany, Daily issue of 08.04.2024
- [3] Schäfer, A.; Windkraftanlagen auf dem Vormarsch - volle Kraft voraus (English edition too: Wind turbines on the rise - full speed ahead) Darmstadt, Germany, 2011
- [4] Advanced Wind Turbine Drivetrain Trends and Opportunities, issued by the Office of Energy Efficiency & Renewable Energy Washington, DC, U.S.A, 2019
- [5] Schäfer, A. „Outlook regarding the growing importance of measurement in Wind energy“ Darmstadt, Germany, 2010
- [6] Development of a 5 MN·m Torque Machine at the Wind Energy Competence Center (German: Entwicklung der 5 MN·m Drehmoment Normalmesseinrichtung des CCW), Scientific news from dept. 1 of PTB, German NMI, Braunschweig, Germany, 2019
- [7] Weidinger, P. at al. "Metrological evaluation of torque measurement up to 5 MN m under rotation in a 10 MW nacelle test bench" "Sensoren und Messsysteme 2022" May 2022, Nuremberg, Germany
- [8] Schäfer, A. Improved calibration and measurement capabilities – Basis of mechanical engineering Congrès International de Métrologie (CIM), March 2023, Lyon, France
- [9] Weidinger, P. at al. Traceable efficiency determination of a 2.75MW nacelle on a test bench Forschung Ingenieurwesen (2023) 87:259–273
- [10] Weidinger, P. at al., Need for a traceable efficiency determination method of nacelles performed on test benches, December 2021, Measurement Sensors 18(3):100159

# A guideline for the fabrication of fully 3D-printed torque sensor elements - demonstrated based on a real example

Lukas Stiglmeier<sup>1</sup>, Nikolai Hangst<sup>1</sup>, Philipp Gawron<sup>1</sup>, Thomas M. Wendt<sup>1</sup>, and Stefan J. Rupitsch<sup>2</sup>,

<sup>1</sup> Hochschule Offenburg, Fakultät Wirtschaft, Work-Life Robotics Institute, Halle 101, Max-Planck-Straße 1, 77656 Offenburg, Germany

<sup>2</sup> Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Technische Fakultät, Institut für Mikrosystemtechnik Büro: Geb. 106, 4. OG, Raum 015, Georges-Köhler-Allee 106, 79110 Freiburg, Germany  
lukas.stiglmeier@hs-offenburg.de

**Summary:** This contribution introduces a guideline for the fabrication of fully 3D-printed torque sensor elements. Recent advances in 3D printing technology have made it possible to produce objects and functional structures by employing a variety of 3D printing processes and materials. 3D printing therefore provides an alternative approach to sensor fabrication. Fully 3D-printed resistive torque sensors, encompassing both the elastic structure and strain gauges produced by 3D printing processes, are rarely encountered in the literature. Here, we address this gap by presenting a guideline for the fabrication of fully 3D-printed torque sensor elements. The application of the guideline is demonstrated through a prototype. The guideline consists of three main steps: "Design", "Fabrication" and "Evaluation". As part of the guideline, the combination of different 3D printing materials and 3D printing processes will be demonstrated. In order to coordinate the different printing processes and materials, an iterative process is introduced in the design phase. In the second step, "Fabrication", the capabilities of a five-axis 3D printing system are demonstrated. In the final step, "Evaluation", the sensor element is calibrated. The aim of this guideline is to provide an orientation for the future development and research of 3D-printed sensor elements.

**Keywords:** guideline, 3D printing, torque sensor, fabrication, real example

## Introduction

Additive Manufacturing, commonly known as 3D printing, has gained attention in the last years [1]. Numerous 3D printing processes do not only enable to fabricate bodies but also functional structures [2]. This offers potential in sensor manufacturing for detecting different physical quantities. In industrial applications, torque is a critical parameter. A variety of different sensing principles can be employed such as inductive, capacitive or resistive effects for torque measurement. The resistive effect, commonly implemented through strain gauges, is frequently applied. In this scenario, strain gauges are attached to an elastic structure that get deformed under torque. The resulting strain alters the electrical resistance of the strain gauge [3]. Recent scientific achievements demonstrate an alternative fabrication approach for both elastic structures [4–8] and strain gauges [9–12], employing additive manufacturing processes. The examination of the current research status reveals that the elastic structure of the torque sensors is often fabricated applying 3D printing processes. Commercially available strain gauges or optoelectronic components are then integrated onto these structures as sensor elements. Fully 3D-printed resistive torque sensors, where both the elastic structure and the strain gauge are manufactured, are rarely found in the literature. In this contribution, we present a guideline for fabrication of such fully 3D-printed torque sensor elements to address this research gap. The guideline is illustrated with a practical example employing the resistive effect.

In the current literature, there are few guidelines for fabricated 3D-printed sensors. Schmitz et al. present a guideline for capacitive touch sensors in [13]. The guideline consists of the steps "3D Modelling", "Designing Interactivity", "3D Printing" and "Applications". A multi-material 3D printer applying fused layer modelling (FLM) is proposed for the fabrication of the sensors. The combination of different 3D printing processes is not addressed. The literature also provides general design guidances for 3D printing. These relate, for example, to the positioning of components in the build space [14].

No guidelines have been found in the current literature for the fabrication of 3D-printed torque sensor elements applying a combination of several 3D printing processes and conventional processes. The proposed guideline is made up of parts of the design concept for sensors presented in [15] and design rules for 3D printing.

## Guideline for sensor development

The general process consists of three main steps. The first step is "Design". In this step, the CAD model and a mathematical model of the planned sensor element are created. The 3D printing materials and processes are also selected. The fabrication of the sensor element then takes place in the second step. After the physical production, the sensor element is evaluated in the final step, focusing on calibration of the sensor element. In the following sections, the three steps are explained in more detail using an example. Fig. 1 shows the three main steps.

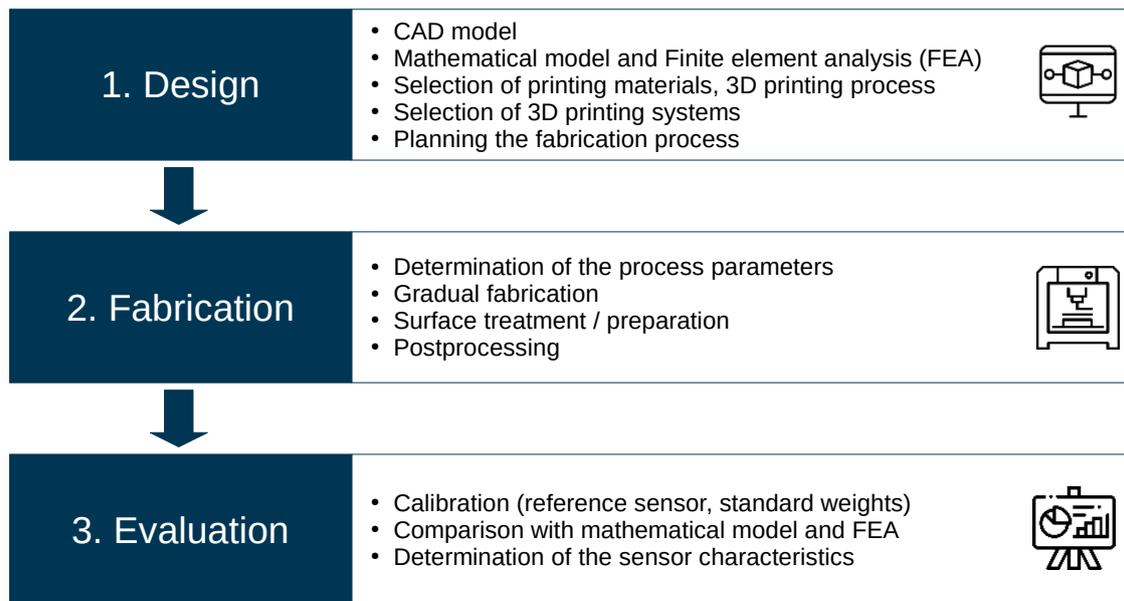


Fig. 1: Guideline for the fabrication of fully 3D-printed sensor elements.

## Design

The first step, "Design", consists of several sub-steps that together form an iterative process. (Fig. 2). The iterative process is necessary to take into account the information gained during the design step.

**CAD-Model:** Once the idea and requirements have been defined, the sensor element concept is visualised applying a CAD model. This model incorporates the geometry tailored for the intended application. The CAD model also serves as the input for finite element analysis (FEA) and 3D printing. In this contribution, the "example sensor element" depicted comprises a cylinder wrapped with conductive structures, as strain gauges (Fig. 3). This cylindrical design is suitable for integration into drive trains, among other applications. During production, M4 threaded inserts can be fused in, to facilitate flexible mounting of the sensor element. The second component of the sensor element comprises the conductive structures. Their electrical resistance changes under the influence of deformation. Conceptually, these structures resemble large strain gauges that encircle the entire circumference of the cylinder. The orientation of these structures is set at 45° to the shaft axis, as this angle corresponds to the orientation of the greatest strains during torsion [16]. At 90° to each other, two conductive structures are attached to the shaft. This configuration enables the utilization of the differential principle for torque measurement. Once the sensor element has been visualised, the next step is to create both a mathematical model and a FEA. The models provide information about the physical properties of the sensor element.

It is also possible to analyse how changes in geometry and material parameters affect the sensor element.

**Mathematical model:** In general terms, "[...] torsion means a twisting of a component around its longitudinal axis" [17]. Consequently, shear stress  $\tau$  arises within the component. In correlation with shear  $\gamma$  and shear modulus  $G$ , Hooke's law for shear can be formulated as [17]

$$\tau = G \cdot \gamma. \quad (1)$$

Examining a cylinder, torsion increases linearly from the pole to the outer surface. Consequently, the highest shear stresses transpire at the surface of the cylinder. The extent of the final deformations of the cylinder depends, among other factors, on the geometry of the twisted object. Utilizing the torsional torque  $M_t$  and the polar moment of inertia  $W_p$ , the maximum shear stress  $\tau_{max}$  can be computed applying [17]

$$\tau_{max} = \frac{M_t}{W_p}. \quad (2)$$

Focusing on the maximum shear stress, equations (1) and (2) can be combined to [17]

$$\gamma = \frac{M_t}{W_p \cdot G}. \quad (3)$$

Due to the later print orientation and the 'concentric circles' infill pattern, the cross-sectional geometry of the cylinder consists of several thin-walled circles. The second polar moment of area  $W_p$  of a thin-walled circle is calculated according to equation (4), where  $r_o$  is the outer radius and  $r_i$  the inner radius of the shaft [17]. The effective polar moment of inertia can then be approximated by adding the individual polar moments of

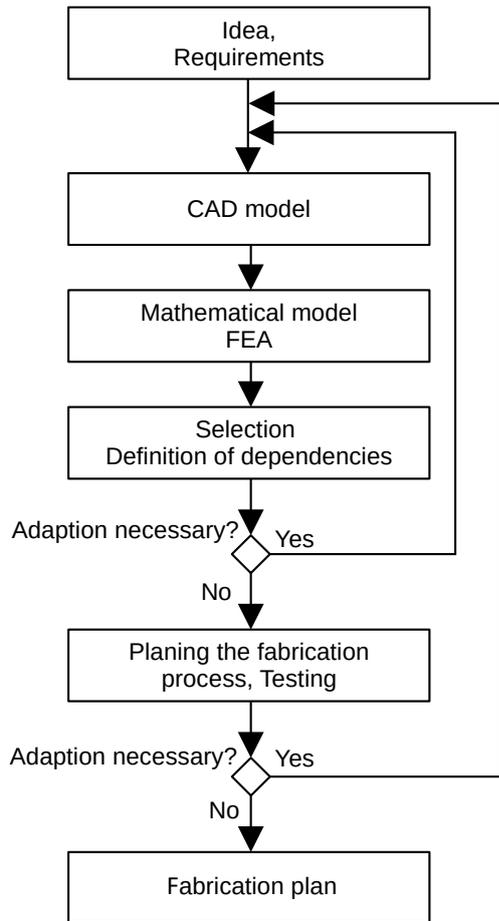


Fig. 2: Iterative process in the design step.

inertia of concentric circles.

$$W_p = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{r_o^4 - r_i^4}{r_o} \quad (4)$$

In the next step, the connection to the occurring strains must be established. A rectangular surface element on the cylinder surface is considered for the derivation (Fig. 4). As a result of the shear deformations, the rectangle changes into a parallelogram. This means that strains occur in diagonal directions. The strains  $\epsilon_1$  and  $\epsilon_2$  then result with equations in [16]

$$\epsilon_1 = \frac{1}{2} \sin 2\alpha \quad (5)$$

$$\epsilon_2 = -\frac{1}{2} \sin 2\alpha. \quad (6)$$

Based on the derived strain, the change in resistance  $\Delta R$  can now be determined with equation (7). Here,  $R$  is the original electrical resistance and  $k$  is the  $k$ -factor, which determines the sensitivity of the strain gauge [18]

$$\frac{\Delta R}{R} = \epsilon \cdot k. \quad (7)$$

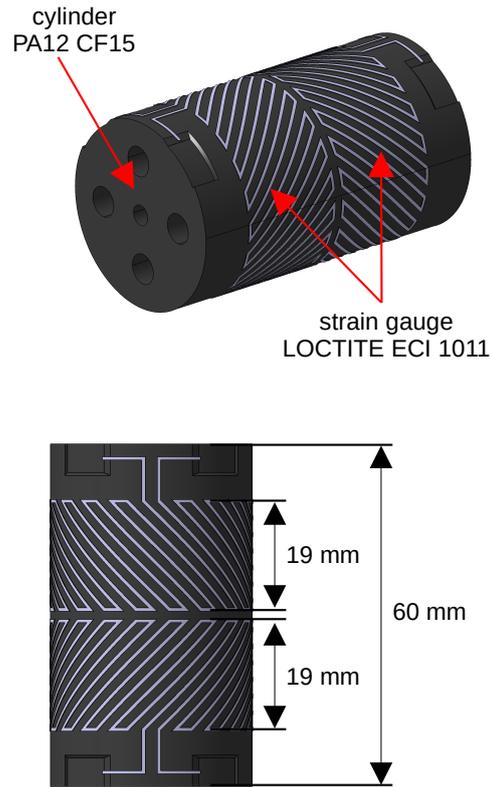


Fig. 3: CAD model of the developed sensor element.

The explanation from [18] is used to derive  $k$ . The starting point is the relationship described in equation (8) between the change in length and the resulting change in resistance.  $A$  is the cross-sectional area of the conductor and  $l$  is the length of the conductor.  $\zeta$  depends on the material and is the specific electrical resistance. In this article, the geometry of a rectangle with edge lengths  $a$  and  $b$  is assumed for the cross-section of the conductive structures.

$$R = \zeta \cdot \frac{l}{A} = \zeta \cdot \frac{l}{a \cdot b} \quad (8)$$

The change in resistance  $\Delta R$  can be estimated using the total differential

$$\Delta R = \frac{\partial R}{\partial \zeta} \Delta \zeta + \frac{\partial R}{\partial l} \Delta l + \frac{\partial R}{\partial a} \Delta a + \frac{\partial R}{\partial b} \Delta b. \quad (9)$$

After forming the total differential, an expression for the  $k$ -factor can be set up (10).

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta l}{l} \cdot \left( 1 - \frac{\Delta a}{a} - \frac{\Delta b}{b} + \frac{\Delta \zeta}{\zeta} \right) \quad (10)$$

The expression for  $k$  is often given by equation (11).  $\mu$  is the Poisson's ratio. It is assumed that the Poisson's ratio is the same for both edges of the rectangular cross-section.  $\eta$  is the relative

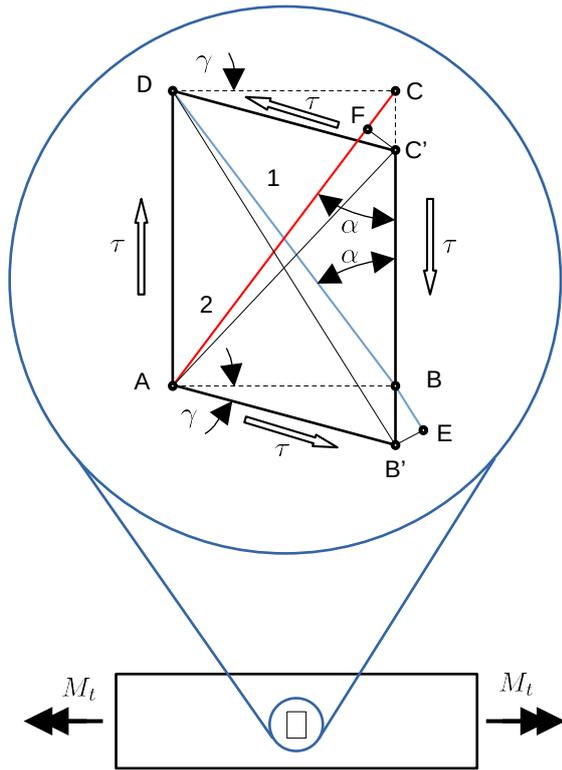


Fig. 4: Rectangular surface element on the cylinder surface (own presentation based on [16]).

change in specific electrical resistance due to the strain experienced.

$$k = 1 - \frac{\Delta a}{\frac{a}{l}} - \frac{\Delta b}{\frac{b}{l}} + \frac{\Delta \zeta}{\frac{\zeta}{l}} = 1 + 2\mu + \eta \quad (11)$$

Strain gauges are typically analysed employing Wheatstone bridges. The design of the sensing element allows the use of a half bridge configuration. For this configuration, the relative bridge voltage can be determined applying equation (12). Where  $U_B$  is the bridge voltage,  $U_0$  is the supply voltage to the measuring bridge,  $\epsilon$  is the strain occurring in the strain gauges and  $k$  is the sensitivity of the strain gauges. A  $k$ -factor of 3.74 is assumed for the purposes of this paper. This has been determined from previous measurements.

$$\frac{U_B}{U_0} = \frac{1}{2} \cdot \epsilon \cdot k = \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta R}{R} \quad (12)$$

**FEA:** FEA serves as a tool to validate the mathematical model. The simulation software *COMSOL Multiphysics*, applying the *Solid Mechanics* module is used to simulate the sensor element. Material parameters utilized in both the FEA and the mathematical model are enumerated in Tab. 1. The values are based on

Tab. 1: Mechanical and electrical properties of the materials

| Description                   | Value | Unit               |
|-------------------------------|-------|--------------------|
| PA12 CF 15<br>Young's modulus | 2190  | MPa                |
| ECI 1011<br>Young's modulus   | 10    | MPa                |
| PA12 CF15<br>Poisson's ratio  | 0.36  | -                  |
| ECI 1011<br>Poisson's ratio   | 0.4   | -                  |
| PA12 CF15<br>Density          | 1070  | kg·m <sup>-3</sup> |
| ECI 1011<br>Density           | 3000  | kg·m <sup>-3</sup> |

information from data sheets. Fig. 5 illustrates the visual output, depicting the Von Mises stress at 3 N·m. It is evident that the highest stresses, and consequently strains, occur at the position of the conductive structures.

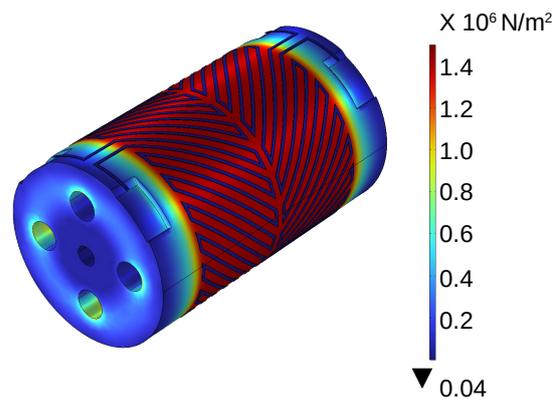


Fig. 5: Simulation result of the mechanical stresses of the sensor element at a torque of 3 N·m.

**Selection:** Following the iterative process (Fig. 2), this step involves the final selection of materials and 3D printing systems. The choice of 3D printing materials is influenced by a number of factors. First and foremost are the requirements, such as measurement range or sensitivity. The developed models can be used to virtually test different materials. The environmental conditions where the sensor will be used also play a role. These include the temperature or humidity at the location. The selection of 3D printing materials is determined not only by the previously defined requirements, but also by the dependencies resulting from the 3D printing materials. This aspect includes possible post-processing such as thermal curing. As a result, several iterations may be required before a

suitable combination of materials is found. There are a large number of different 3D printing processes, which in turn allow a large number of different 3D printing materials to be processed. A widely employed 3D printing process is FLM. A plastic wire is melted through a nozzle and then selectively applied to the printing platform. The part is then built up layer by layer [1]. In this example, the cylinder will also be produced using FLM. Polylactic acid (PLA) or ABS are often used for FLM [19]. PLA has a Young's modulus of  $3500 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-2}$  (tensile test) and a temperature resistance of  $55 \text{ }^\circ\text{C}$  [20]. In comparison, ABS has a Young's modulus of  $1750 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-2}$  (tensile test) and a temperature resistance of  $85 \text{ }^\circ\text{C}$  [21]. In the context of this contribution, the sensor element is to be made more robust. Therefore nylon PA12 CF15 was chosen as the printing material. The material consists of polyamide (PA) as the basic matrix and discontinuous carbon fibres as the fibre reinforcement. The reasons for choosing this material is firstly the mechanical properties of the fibre reinforced material. The material has a higher Young's modulus ( $7300 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-2}$  (tensile test)) compared to PLA and ABS. This Young's modulus is perpendicular to the direction of layer build-up. Due to the layered structure, 3D-printed objects exhibit anisotropic properties [14]. The Young's modulus in the direction of the layer structure is therefore lower. Another reason for choosing this material is its dimensional stability over temperature. According to the filament manufacturer, this is  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  [22]. This means that the sensor element can be used in a wider temperature range. The temperature resistance of the material is also crucial for the realisation of the strain gauges.

The strain gauges are applied to the cylinder surface applying Henkel's conductive ink *LOCTITE ECI 1011* using the PiezoJet process. This ink has been specially developed for flexible circuit boards. As a result, such structures can withstand mechanical deformations such as stretching without damage. This is the basis for the application of the resistive measurement principle. The ink requires a curing temperature of  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  to become conductive [23]. Due to the temperature resistance of PA12 CF15, thermal curing can be carried out without causing any damage to the 3D printed cylinder.

In total, two 3D printing systems are required to produce the sensor element. The cylinder is printed using the *MK3S* 3D printer from *PRUSA*. The conductive structures are printed on the *15XSA* multi-process 3D system from *Neotech AMT*. A special feature of the 3D printing system is the so-called five-axis operation. Commercially available 3D printers usually work with a cartesian coordinate system, consisting mainly of the X, Y and Z axes. In contrast, the *15XSA* 3D printing system has additional A and B axes that allow the printing platform to rotate. The five-axis operation allows print-

ing on three-dimensional surfaces. Without this functionality, the realisation of the sensor element would be complex. In addition to five-axis operation, multiple machining processes can be integrated into the 3D printing system at the same time. This means that different 3D printing processes can be combined with conventional machining processes such as milling or a pick-and-place process.

As described in this section, there are a number of aspects to consider when selecting printing material. These include the properties of the sensor, the environmental conditions at the point of use and production-related aspects such as the curing temperature. The selection of print materials may, therefore, require several iterations of the design step (Fig. 2).

Planning the manufacturing process: The fabrication of the sensor element consists of several steps. In the first step, the cylinder is manufactured employing the FLM process with Nylon PA12 CF15 as the material. The cylinder is printed in an upright position to ensure a flat surface for printing the conductive ink. The resulting reduction in mechanical properties is partially compensated by the fibre reinforcement. After printing, the cylinder is removed from the build platform and prepared for ink application. The first step is to melt four M4 threaded inserts into each side of the cylinder, which act as mounting fixtures in torque transmission. The subsequent procedure involves preparing the surface of the cylinder for the application of conductive ink. Owing to its layered structure, the cylinder surface is rough. The cylinder is rolled to achieve a smoother surface. The rolling tool is heated to induce softening of the material on the surface. Copper pads are also bonded to the cylinder for contact. After surface preparation, the conductive structures are 3D-printed using Henkel's *LOCTITE ECI 1011* silver ink. A *Nordson* PiezoJet print head is chosen to apply the silver ink. The PiezoJet print head works on the basis of the inverse piezoelectric effect, in which a piezoelectric material is excited by an alternating voltage, causing it to deform at the frequency of the alternating voltage [24]. This actuator, which is mechanically connected to a plug that acts as a valve on the nozzle, moves up and down in response to the excitation, ejecting the print material from the nozzle as droplets. Once the ink has been printed, the entire sensor element is thermally treated in an oven at  $140 \text{ }^\circ\text{C}$  for 20 minutes. Previous tests have shown that the ink cures sufficiently at  $140 \text{ }^\circ\text{C}$  and has usable conductivity. The ink was cured at  $140 \text{ }^\circ\text{C}$  to avoid irreversible deformation of the 3D-printed cylinder. Finally, the measurement leads are soldered to the copper pads. The planned production process is shown in Fig. 6.

During the planning phase, new information may emerge that requires a redesign of the sensor element, thus initiating the iterative process in the design step (Fig. 2). Printing tests can

also be useful to identify potential limitations at an early stage. The redesign may affect the characteristics of the sensor element, so all models will need to be adjusted.

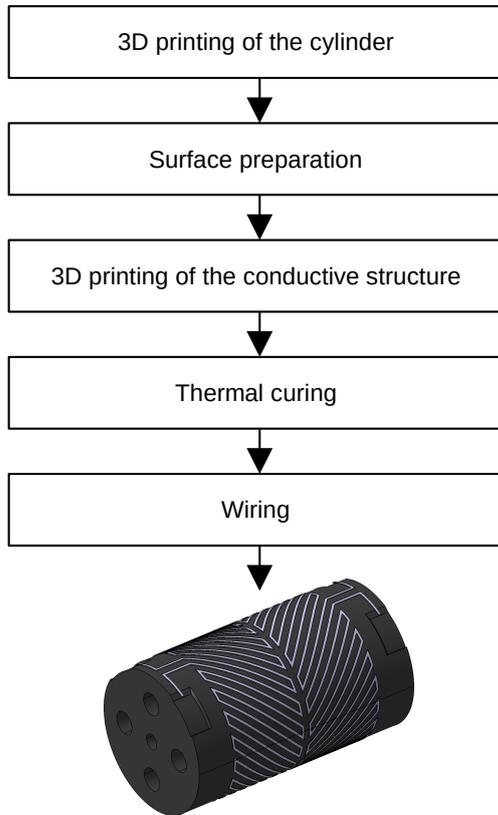


Fig. 6: Planning the fabrication process.

### Fabrication of the sensor element

The sensor element is manufactured following the provided fabrication plan. This section outlines the key steps involved. Initially, the surface treatment of the cylinder for ink application is conducted. The cylinder undergoes manual rolling using a heated foil iron. Fig. 7 illustrates the cylinder surface before and after treatment. It is evident that on the untreated cylinder surface, the ink seeps into the crevices between the printed layers. An even conductive pattern cannot be achieved, leading to an irreproducible resistance of the conductive pattern.

The conductive structures are applied to the cylinder surface using the PiezoJet process in conjunction with five-axis operation. This necessitates an adapter between the printing platform and the cylinder, which is also fabricated from PA12 CF 15 using FLM. The brackets are employed to elevate the print platform and are indispensable for five-axis operation. The process parameters for the piezojet process vary depending on the materials utilized. Hence, testing

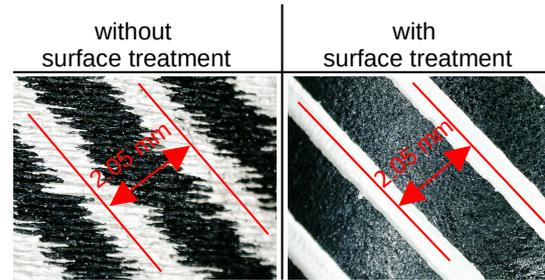


Fig. 7: Surface treatment of the cylinder for the ink printing.

was conducted to ascertain these parameters before the final printing of the sensor element. Upon determining the final process parameters, the conductive structures are generated. Fig. 8 depicts the 3D printing system applying the ink in five-axis mode. The cylinder rotates beneath the print head, facilitating the creation of the strain gauge structure. After printing of the ink, the entire sensor element undergoes thermal treatment in an oven at 140°C for 20 minutes. The fabricated sensor element is shown in Fig. 9.



Fig. 8: Fabrication of the sensor element during five-axis operation.



Fig. 9: Fabricated sensor element.

## Evaluation

Following the guideline, the final step is to evaluate the sensor element in terms of its metrological properties.

**Calibration:** The first step involves calibration, aimed at establishing the relationship between the measured variable and the output variable. Initially, the resistances of the conductive structures are measured employing the *Keithley 2450 Sourcemeter* digital multimeter. The recorded resistances are  $6.38 \Omega$  ( $s = 0.77 \text{ m}\Omega$ ) for the first strain gauge and  $6.42 \Omega$  ( $s = 0.32 \text{ m}\Omega$ ) for the second.

A customized test stand is utilized to further calibrate the produced "example sensor element" (Fig. 10). This test stand comprises a metal plate serving as the base, with three bearings mounted on it. The sensor element is affixed to the right side of the test stand, whereas the two bearings on the left allow rotation of the shaft around the central axis. The shaft is linked to a lever arm to apply defined torques to the sensor element. Controlled forces are applied to the lever arm using the *Ibr iiwa* robot. This robot features torque sensors in the joints to exert controlled forces. Burster's *8431* force sensor is affixed to the robot flange to monitor the forces. Due to the low resistance of the printed strain gauges, a  $120 \Omega$  resistor is connected in series with each strain gauge. The structures, along with the series resistors, are interconnected to form a Wheatstone bridge in a half-bridge configuration. *HBM's Quantum X MX440A* amplifier is employed to measure the bridge voltage.

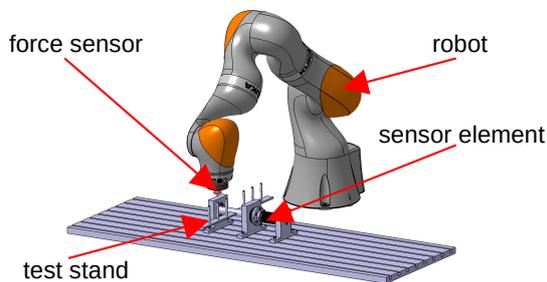


Fig. 10: Test stand for calibrating the sensor element.

The measured values are then compared with both the mathematical model and the FEA. Fig. 11 shows the relative bridge voltage as a function of the acting torques. When comparing between the values from the mathematical model and the values from the FEA, a maximum deviation of 3.12 % can be observed here. The deviation can be attributed to the simplification in the mechanical calculation. The maximum difference between the simulated and measured values in the range from  $-3 \text{ N}\cdot\text{m}$  to  $3 \text{ N}\cdot\text{m}$  is 21.71 % and between the mathematical model and the measured values is 18.03 %.

The measurement results (torque and relative bridge voltage) are almost proportional to each

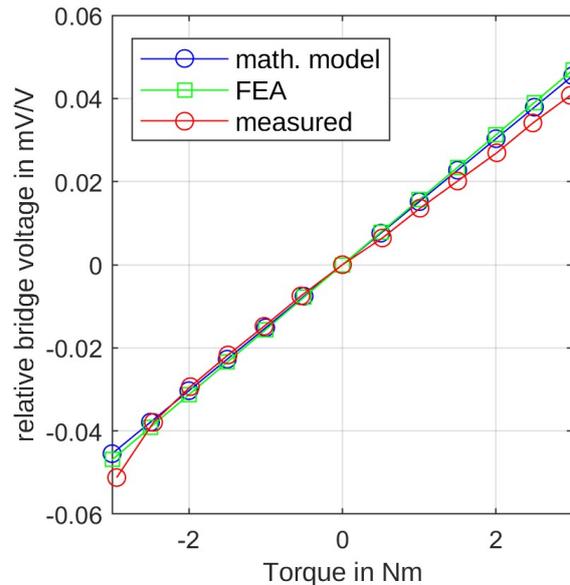


Fig. 11: Comparison of the measured values with the mathematical models and FEA.

other. This is shown by the linear regression. Fig. 12 shows the measured values together with the regression line. This gives a coefficient of determination of  $R^2 = 0.9940$ .

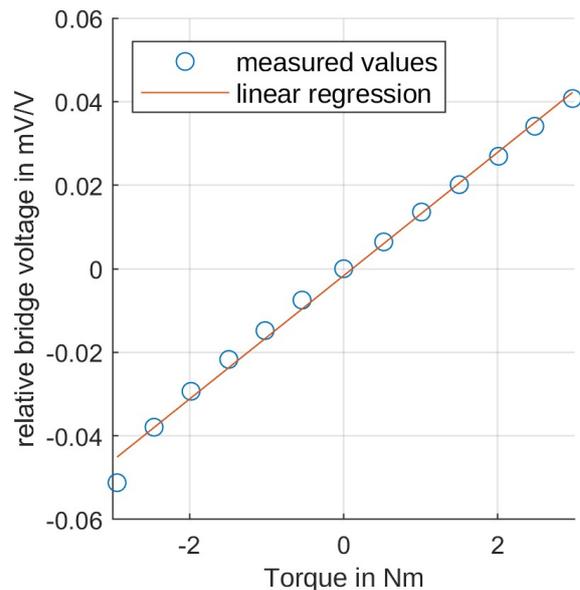


Fig. 12: Behaviour of the sensor element with regard to linearity.

## Conclusion and outlook

Following the guideline provided, a sensor element for torque detection was modeled, simulated, manufactured, and verified. The measurement results confirmed those obtained from

the previous calculations and simulations. Small discrepancies between the calculated and simulated values can be attributed to simplifications in the mechanical calculations. Furthermore, the results validate the practicality of the guideline. A crucial aspect is coordinating the various printing materials and the resulting dependencies. An iterative process was set up in the design step to coordinate them. Additionally, the potential of a five-axis 3D printing system for ink application was demonstrated, highlighting its ability to streamline the process by directly printing the ink, thus replacing the time-consuming task of gluing strain gauges. The guideline provides a systematic approach for the future development and research of 3D-printed sensing elements.

### Acknowledgment

Funded by the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG, German Research Foundation) – 426605889

### References

- [1] Uwe Berger, Andreas Hartmann, and Dietmar Schmid. *3D-Druck - Additive Fertigungsverfahren: Rapid Prototyping, Rapid Tooling, Rapid Manufacturing*. Bibliothek des technischen Wissens. Verlag Europa-Lehrmittel - Nourney Vollmer GmbH & Co. KG, Haan-Gruiten, 2. auflage, mit bilder-cd edition, 2017.
- [2] Mohammad Reza Khosravani and Tamara Reinicke. 3d-printed sensors: Current progress and future challenges. *Sensors and Actuators A: Physical*, 305:111916, 2020.
- [3] Rainer Schicker and Georg Wegener. *Drehmoment richtig messen*. Hottinger-Baldwin-Messtechnik, Darmstadt, 2002.
- [4] Liyue Fu, Aiguo Song, and Dapeng Chen. A polyetheretherketone six-axis force/torque sensor. *IEEE Access*, 7:105391–105401, 2019.
- [5] Jiantao Yao, Hongyu Zhang, Ximei Xiang, Huidong Bai, and Yongsheng Zhao. A 3-d printed redundant six-component force sensor with eight parallel limbs. *Sensors and Actuators A: Physical*, 247:90–97, 2016.
- [6] Daisuke Okumura, Sho Sakaino, and Toshiaki Tsuli. Miniaturization of multistage high dynamic range six-axis force sensor composed of resin material. 2019.
- [7] Narciso Soto, Jose Garcia, Brittany Newell. Development of torque sensors using additive manufacturing. 2021.
- [8] Alan Wang and Perry Y. Li. A 3d-printed low-cost 6-dof human interaction force sensor for a haptic interface. In *2021 IEEE/ASME International Conference on Advanced Intelligent Mechatronics (AIM)*, pages 936–941. IEEE, 2021.
- [9] V. Correia, C. Caparros, C. Casellas, L. Francesch, J. G. Rocha, and S. Lanceros-Mendez. Development of inkjet printed strain sensors. *Smart Materials and Structures*, 22(10):105028, 2013.
- [10] Shweta Agarwala, Guo Liang Goh, and Wai Yee Yeong. Aerosol jet printed strain sensor: Simulation studies analyzing the effect of dimension and design on performance (september 2018). *IEEE Access*, 6:63080–63086, 2018.
- [11] Michela Borghetti, Mauro Serpelloni, and Emilio Sardini. Printed strain gauge on 3d and low-melting point plastic surface by aerosol jet printing and photonic curing. *Sensors (Basel, Switzerland)*, 19(19), 2019.
- [12] Dilan Ratnayake, Alexander Curry, and Kevin Walsh. Demonstrating a new ink material for aerosol printing conductive traces and custom strain gauges on flexible surfaces. In *2021 IEEE International Conference on Flexible and Printable Sensors and Systems (FLEPS)*, pages 1–4. IEEE, 2021.
- [13] Martin Schmitz, Mohammadreza Khalilbeigi, Matthias Balwierz, Roman Lissermann, Max Mühlhäuser, and Jürgen Steimle. Capricate: A fabrication pipeline to design and 3d print capacitive touch sensors for interactive objects. In Celine Latulipe, Bjoern Hartmann, and Tovi Grossman, editors, *Proceedings of the 28th Annual ACM Symposium on User Interface Software & Technology*, pages 253–258, New York, NY, USA, 2015. ACM.
- [14] Andreas Gebhardt, Julia Kessler, and Laura Thurn. *3D-Drucken: Grundlagen und Anwendungen des Additive Manufacturing (AM)*. Hanser eLibrary. Hanser, München, 2. edition, 2016.
- [15] Hans-Rolf Tränkler and Leo Reindl. *Sensortechnik*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2014.
- [16] Klaus Agne. *Technische Mechanik in der Feinwerktechnik: Aufgaben, Beispiele, Lösungen*. Viewegs Fachbücher der Technik. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 3., verbesserte auflage edition, 1988.
- [17] Ralf Bürgel. *Lehr- und Übungsbuch Festigkeitslehre: Mit 10 Tabellen ; [mit 114 Aufgaben und 63 Seiten Lösungen]*, volume Bd. 1 of *Studium Technik*. Vieweg, Wiesbaden, 1. aufl. edition, 2005.
- [18] Rainer Parthier. *Messtechnik*. Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2020.
- [19] Andreas Fischer, Dirk Achten, and Martin Launhardt. *Kunststoff-Wissen für die additive Fertigung: Eigenschaften, Formulierung und Einsatzgebiete von Thermoplasten*. Hanser eLibrary. Hanser, München, 2023.
- [20] Fiberlogy. Technical data sheet easy pla, 2022. <https://fiberlogy.com/de/filamente/easy-pla/> [Accessed: 18.04.2024].
- [21] Fiberlogy. Technical data sheet abs, 2022. <https://fiberlogy.com/de/filamente/abs/> [Accessed: 18.04.2024].
- [22] Fiberlogy. Technical data sheet nylon pa12+cf15, 2021. <https://www.3djake.de/fiberlogy/nylon-pa12cf15>.
- [23] Henkel. Loctite eci 1011 e&c, 2016.
- [24] Stefan Johann Rupitsch. *Piezoelectric Sensors and Actuators: Fundamentals and Applications*. Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering. Springer Berlin Heidelberg and Imprint: Springer, Berlin Heidelberg, 1st ed. 2019 edition, 2019.

# Digitale Kraftmessdosen: Der Schritt von passiven Messgrößenaufnehmern zur intelligenten Sensorik

*T. Kleckers, Hottinger Bruel und Kljaer, Darmstadt (Germany)*

## Zusammenfassung

Kraftaufnehmer sind aus dem modernen Produktionsumfeld von großer Bedeutung. Die Signale der Sensoren dienen als Eingangsgröße für Steuerungen, der Qualitätssicherung oder der Prozessüberwachung. Der klassische Aufbau der Kraftmessketten besteht aus dem Sensor selbst, dem Kabel und einem Verstärkermodul. Mit der Miniaturisierung und der Steigerung der Performance der elektronischen Komponenten ist es möglich, alle Komponenten in einer Einheit zu verschmelzen, um den Kraftaufnehmer ohne zusätzliche Komponenten mit der Feldebene digital zu verbinden.

**Keywords:** Kraftaufnehmer, Digitale Sensorik, IO-Link, Kraftmessdose, Dehnungsmessstreifen.

## Stand der Technik

Kraftmessungen im industriellen Umfeld werden mit Dehnungsmessstreifen (DMS) basierten Sensoren oder piezoelektrischen Kraftsensoren durchgeführt.

Sensoren, die mit DMS arbeiten bieten dabei wirtschaftliche Vorteile und zeigen keine Drift, wie es für piezoelektrische Kraftmessketten typisch ist. Deshalb findet diese Technologie eine sehr hohe Verbreitung.

In jedem Fall besteht ein DMS basierter Sensor aus einem so genannten Federkörper. Wird eine Kraft in dieses Konstruktionselement eingeleitet, so entsteht eine mechanische Spannung, als Folge können an der Oberfläche des Federkörpers Dehnungen gemessen werden. Nach dem Hookschen Gesetz sind die auftretende Dehnung linear mit den mechanischen Spannungen verknüpft, diese nun wieder mit der eingeleiteten Kraft.

Dehnungsmessstreifen wandeln eine Dehnung in einer Änderung ihres elektrischen Widerstandes. Der Proportionalitätsfaktor zwischen der Dehnung  $\varepsilon$  und der relativen Widerstandsänderung  $\Delta R/R$  ist der so genannte k-Faktor. [1] Es gilt:

$$\Delta R/R = k \cdot \varepsilon \quad (1)$$

R ist dabei der Grundwiderstand des DMS,  $\Delta R$  ist die absolute Widerstandsänderung.

Durch Verschaltung in einer Wheatstone'schen Brückenschaltung lassen sich die Widerstandsänderungen in eine messbare Spannung wandeln. Wird die Brücke mit einer Spannung  $U_b$ , so kann man am Ausgang eine Spannung  $U_A$  messen, die abhängig ist von der Widerstandsänderung der Messstreifen 1-4.:

$$U_A = \frac{U_b}{4} \cdot \left( \frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2} + \frac{\Delta R_3}{R_3} - \frac{\Delta R_4}{R_4} \right) \quad (2)$$

In der Praxis legt man Federkörper so aus, dass Belastung des Sensors mit einer Kraft, die dem Messbereichsende entspricht, eine Dehnung von  $1000 \cdot 10E-6$ , anliegt, was einer relativen Widerstandsänderung von  $2000 \cdot 10E-6$  entspricht, da der k-Faktor der DMS mit 2 angenommen werden kann.

Nehmen wir die Versorgungsspannung  $U_b$  mit 1 V an, so ergibt sich ein Messsignal von 2 mV bei Belastung mit der so genannten Nennkraft, also der Kraft, die dem Messbereichsende entspricht.

$U_b$  kann größer gewählt werden, um das Ausgangssignal zu erhöhen, typisch sind 5 V, seltener auch 10 V. Höhere Spannungen überlasten die DMS elektrisch und können deshalb nicht verwendet werden. Bei 5 V stehen 10 mV zur Verfügung, wenn Nennkraft gemessen wird.

Zwei Dinge sind ersichtlich: Das Ausgangssignal ist mit etwa 10 mV klein, so dass eine Verstärkung unbedingt notwendig ist, da es praktische Forderung ist, dieses Signal in mehrere Tausend Ziffernschritte aufzulösen. Weiterhin hängt die Größe des Ausgangssignals von der Versorgungsspannung ab. Schwankungen in der Versorgungsspannung führen zu veränderten Ausgangssignalen.

Solche Schwankungen müssen durch eine hochstabile Spannungsversorgung der Messbrücke unterbunden werden. Insbesondere Schwankungen des elektrischen Widerstandes der Kabel, die Sensor und Verstärker verbinden, wirken sich nachteilig

auf die Messgenauigkeit aus, da dies letztlich zu Veränderungen der Spannung an der Messbrücke führt. Technisch wird dies gelöst, in dem man zwei zusätzliche Leitungen zur DMS-Brücke führt, die zur Messung der Spannung an der Brücke dient- somit dem Messverstärker das notwendige präzise Eingangssignal zur Steuerung der Speisespannung zur Verfügung steht.

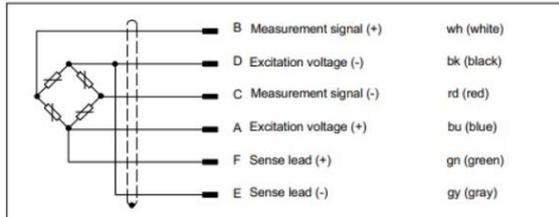


Abb. 1: Prinzip der 6 – Leiterschaltung: Zwei zusätzliche Leitungen messen die Versorgungsspannung direkt an der Messbrücke, um eine präzise Regelung zu ermöglichen

Das kleine Messsignal erfordert entsprechend geschirmte Messkabel, um den Einfluss elektromagnetischer Wechselfelder auszuschließen.

Diese Schirmung ist sowohl mit dem Gehäuse des Messverstärkers als auch mit dem Gehäuse des Sensors verbunden, so dass die gesamte Messeinrichtung einen Faraday'schen Käfig darstellt. Um Ausgleichsströme über den Kabelschirm zu verhindern, müssen beide Komponenten auf gleichem elektrischem Potential gebracht werden. Dies erfolgt über niederohmige Verbindungen zu einem gemeinsamen Potential.

Die Messverstärker verstärken das Signal, digitalisieren es und es erfolgt eine Skalierung in der gewünschten Einheit. Hierzu muss die Messkette justiert werden, d.h. das elektrische Ausgangssignal ist einer Kraft zuzuordnen. Üblich ist die Zweipunktskalierung, d.h. man gibt das elektrische Ausgangssignal und die Nennkraft ein, bei Belastung mit der Kraft Null wird das Ausgangssignal ebenfalls zu Null gesetzt.

Final wird das Signal über analoge Ausgänge (4-20 mA, 0 – 10 V) oder digitalen seriellen Schnittstellen ausgegeben. Auch die Ausgabe an gängige Feldbusse ist ebenfalls üblich.

## Digitale Kraftmessdosen

Digitale Kraftmessdosen vereinigen alle Elemente der Messketten in einer Einheit. Der prinzipielle Signalpfad für einen digitalen Sensor mit einer IO -Link Schnittstelle [2] ist in Abb. 2 dargestellt

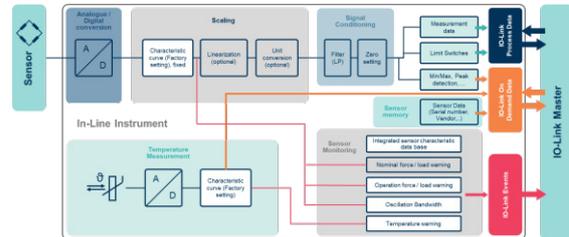


Abb. 2: Prinzip eines digitalen Kraftsensors (Signalpfad am Beispiel einer U9c mit IO -Link Schnittstelle von HBK)

Wie bei den traditionellen Messketten werden die analogen mV - Messwerte zunächst digitalisiert. Die Skalierung, also die Zuordnung der der Ziffernschritten zu einem physikalischen Wert, bei Kraftaufnehmern Newton, erfolgt während des Herstellungsprozesses. Diese Zuordnung kann durch eine Linearisierung verbessert werden, wenn ein Kalibrierschein zur Verfügung steht, jedoch bleibt die ursprüngliche Kennlinie immer erhalten. Es folgen Filter, digitale Grenzwertschalter und Signalverarbeitung (Spitzenwert, Spanne, Durchschnittskraft) dann erfolgt die Ausgabe an eine digitale Schnittstelle, in diesem Beispiel an die serielle IO – Link Schnittstelle. Für das Konzept von digitalen Sensoren ist die Schnittstelle letztlich ohne von untergeordneter Bedeutung.

## Kabeleinflüsse bei digitalen Sensoren

Da der Messverstärker fest mit dem Sensor verbunden ist, lassen sich zum einen Kabeleffekte- z.B. durch den Widerstand der stromführenden Leitungen'- beim Abgleich des Sensors berücksichtigen. Beide Elemente bilden eine Einheit, deshalb sind die Verbindungskabel zwischen Messbrücke und Verstärkereinheit sehr kurz und in einem gemeinsamen Gehäuse untergebracht. Damit besteht ein gemeinsamer Faraday'scher Käfig, und die kurzen Leitungslängen bürgen für sehr kleine Kabeleffekte.

Der Signalausgang ist digital und damit robust, so dass keine speziellen Messkabel erforderlich sind. Bei geschickter Wahl der Schnittstelle ist nur ein Kabel für den Signalausgang und die Spannungsversorgung notwendig, im Falle der IO – Link Schnittstelle

ist dieses Kabel ungeschirmt. Es ergibt sich ein wesentlicher mechanischer Vorteil: Das wesentlich weichere Kabel übt einen geringeren mechanischen Einfluss auf den Sensor aus, z.B. in Form von kleineren Biegemomenten.

### Justage digitaler Sensoren

Jeder Kraftaufnehmer durchläuft bei seiner Produktion einen Kalibrierprozess, bei dem das Ausgangssignal in Abhängigkeit von der eingeleiteten Kraft festgestellt wird. Mitgelieferte Prüfprotokolle oder Kalibrierscheine dokumentieren diesen Zusammenhang und dienen als Grundlage der Messverstärkerjustage am Einsatzort. Auch die Speicherung der Kenndaten mittels eines Chips im passiven Sensor ist ein verfügbares Verfahren. [2]

Die feste Verbindung zwischen Verstärker und Sensoren der digitalen Kraftaufnehmer erlaubt es, die Empfindlichkeit des Kraftaufnehmers im Speicher der des Verstärkermoduls fest zu hinterlegen, so dass es nicht notwendig ist, den Verstärker einzustellen, bevor man mit der Messung beginnen kann. Weiterhin ist es vorteilhaft, dass weitere Sensordaten hinterlegt werden können, z.B. Grenzlasten, dynamische Grenzen oder Temperatureigenschaften oder Seriennummern. Digitale Kraftmessdosen geben richtige Messwerte in Newton im Rahmen ihrer Messunsicherheit aus, wenn sie in Betrieb genommen werden.

### Zustandsüberwachung

Die Abtastung der Messwerte von der Brückenschaltung erfolgt sehr schnell, mit 40 000 Messwerten pro Sekunde. Ein zweiter, vom eigentlichen Pfad der Messwerte unabhängiger Signalpfad (In Abb. 2 durch rote Linien gekennzeichnet) vergleicht die Kraftmesswerte ständig mit den mechanischen Grenzen, die ebenfalls im Sensor gespeichert sind. Überschreitet der Kraftverlauf die mechanischen Grenzen des Messgrößenaufnehmers, so wird eine Meldung erzeugt, die den Bediener warnt. Neben den Grenzen für die maximale Gebrauchskraft ist die Überwachung der Spitze – Spitze – Kraftwerte besonders interessant. Je nach Spitze – Spitze der Amplitude wird eine Kennzahl gespeichert, die auf Grund der Wöhlerlinie des Federkörperwerkstoffes ermittelt wurde. Diese Kennzahlen werden im Speicher des Gerätes addiert. Somit lässt sich eine Vorhersage des dynamischen Versagens

erstellen, die letztendlich in einer stufenweisen Warnung des Nutzer mündet: Der Sensor kann getauscht werden, bevor ein Versagen des Messgrößenaufnehmers eintritt. Wichtig ist hierbei die hohe Abtastrate von 40 kHz, da so auch sehr schnelle Kraftstöße in die Bewertung aufgenommen werden.

Identische Überwachungen für die Temperaturen sind ebenfalls integriert. Die Sensoren verfügen über eine Temperaturmessung, die Voraussetzung hierfür ist.

### Linearisierung

Kraftaufnehmer werden in der Regel nach internationalen Standards kalibriert. Wesentlich sind hier die ISO376 und die DKD R3-3. Die Ergebnisse dieser Kalibrierungen können im Speicher des digitalen Sensors abgelegt werden und zur Verbesserung der Linearität genutzt werden. Bei Kraftaufnehmern, die für Zug- und Druckkräfte geeignet sind, lassen sich zwei Kalibrierungen hinterlegen. Die Verbesserung ist in Abbildung 3 am Beispiel einer Kraftmessdose U2b/5kN von HBK dokumentiert.

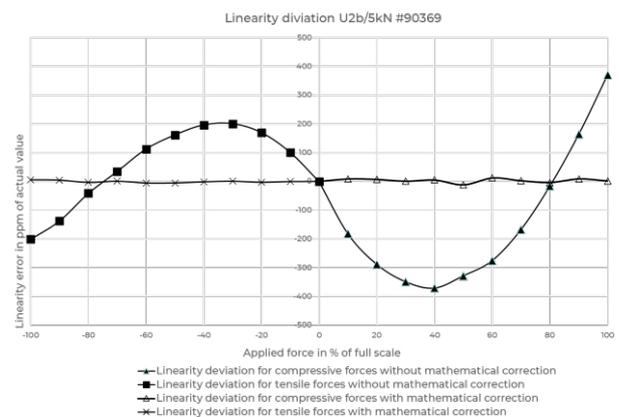


Abb. 3: Wirkung der Linearisierung eines digitalen Kraftsensors am Beispiel des Kraftaufnehmers U2b mit Nennkraft 5 kN

### Auswertungen und Berechnungen

Bekanntes Standardmathematik, wie z.B. digitale Filter, Spitzenwertanalyse oder Grenzwertschalter lassen sich in gleicher Weise implementieren, wie es bei externen Brückenverstärkern heute bereits geschieht. Insbesondere die Erfassung der Spitzenwerte erfordert eine hohe interne Abtastrate. Die Datenrate am Ausgang ist für die Präzision des

Spitzenwertes nicht von Bedeutung, wichtig ist hier die interne Abtastrate.

### Zukunftsaussichten

Es konnte gezeigt werden, dass digitale Sensoren von der festen Verbindung des Verstärkermoduls mit der Sensoreinheit stark profitieren. Durch den Wegfall von Kabeleffekten, durch die Möglichkeit den Zug- und den Druckkraftbereich getrennt zu linearisieren, ergibt sich eine höhere Messgenauigkeit.

Da alle metrologischen Eigenschaften fest eingegeben sind entfällt der manuelle Justageprozess. Dies und die im Vergleich mit Messkabeln deutlich günstigeren elektrischen Verbindungen zur Übertragung der digitalen Messergebnisse führt zu deutlichen Kostensenkungen. Ebenfalls kann der Platz für den Messverstärker im Schaltschrank eingespart werden.

Gleichzeitig werden weitere technische Eigenschaften in den Sensor geschrieben, so dass eine Zustandsüberwachung hinsichtlich thermischer oder mechanischer Grenzwerte möglich ist, was der Betriebssicherheit zugutekommt.

Da die interne Messrate sehr hoch gewählt werden kann und unabhängig vom der Messrate am Ausgang des Sensors ist, ergibt sich die Möglichkeit, die Messdaten im Sensor vorzuverarbeiten und statt Messdaten Ergebnisse an die nächste Stufe der Signalkette weiterzugeben. Dies kommt dem Trend der Datensparsamkeit sehr entgegen, und entlastet auch die Feldbussysteme erheblich.

Heute wird nur die Temperatur als weitere Messgröße erfasst, aber natürlich lassen sich weitere physikalisch Größen aufnehmen- die Beschleunigungsmessung im Kraftsensor würde eine Kompensation von dynamischen Massenkräften wie sie zum Beispiel bei Schwingversuchen auftreten im Sensor zulassen.

### Literaturnachweis

- [1] Karl Hoffmann, "An introduction to Measurement using strain gauges", Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, 1989.
- [2] Thomas Kleckers, Kostenersparnis, kurze Rüstzeiten und Sicherheit in der Anwendung durch Nutzung des elektronischen Datenblattes „TEDS“ <https://www.hbm.com/de/6258/artikel-teds-fuer-kostenersparnis-kurze-ruestzeiten-und-sicherheit-in-der-anwendung/>

# Different Ways to Simplify a Simulation Model of an Additively Manufactured Force Sensor with Embedded Constantan Wires as Sensing Elements in the Field of Robot Gripping Technology

Nikolai Hangst<sup>1</sup>, Lukas Stiglmeier<sup>1</sup>, Philipp Gawron<sup>1</sup>, Thomas M. Wendt<sup>1</sup> and Stefan J. Rupitsch<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Offenburg University of Applied Sciences, Work-Life Robotics Institute, Offenburg, Germany

<sup>2</sup> University of Freiburg, Department of Microsystems Engineering, Laboratory for Electrical Instrumentation and Embedded Systems, Freiburg, Germany  
nikolai.hangst@hs-offenburg.de

**Summary:** In this contribution, we present different ways to simplify a simulation model of an additively manufactured force sensor in the field of robot gripping technology for efficient determination of results using COMSOL Multiphysics. The results of different computational approaches are compared with the required computing time and memory requirements. A simplified analytical approach is also presented as an alternative and to verify the plausibility of the simulations.

**Keywords:** robotic, gripping technology, sensitive gripper jaws, force sensor, simulation, additive manufacturing

## Introduction

Additive manufacturing, also known as 3D printing, has evolved continuously since the first patent was granted by Chuck Hall in 1986 [1]. In particular, the trend toward complex and functional systems, up to complete mechatronic systems, represents a substantial technological advance. [2–4] This trend has also established itself in robotics. For example, plastic-based individual gripper jaws with integrated sensors and adapted gripping surfaces can be realized in a single process for handling sensitive and fragile components. [5, 6] Due to these individualizations, minimizing the effort and time required to design gripper jaws for different conditions is necessary. Memory requirements must also be considered, as a simulation model can take up several GB of memory.

## Preliminary Work

The basic model of the sensor consists of an arbitrary number of bending beams arranged one above the other, based on a load cell. Using this multiple-bending beam structure, it is possible to individually increase a plastic jaw's foundational stability or stiffness and simultaneously ensure deformation parallel to the initial state during a gripping process. Fig. 1 shows the basic structure of the robot gripper utilizing the example of gripping a chicken egg, consisting of two gripper jaws with seven bending beams each. In addition to improving the stability of the sensor, the embedding of constantan wires as sensing elements in each bending beam of the gripper jaw elevates the sensor's linearity and viscoelastic behavior. The PETG plastic carrier and the sensor elements forms a composite material and thus serves as a reinforcement. Each bending beam has two sensor elements at the top

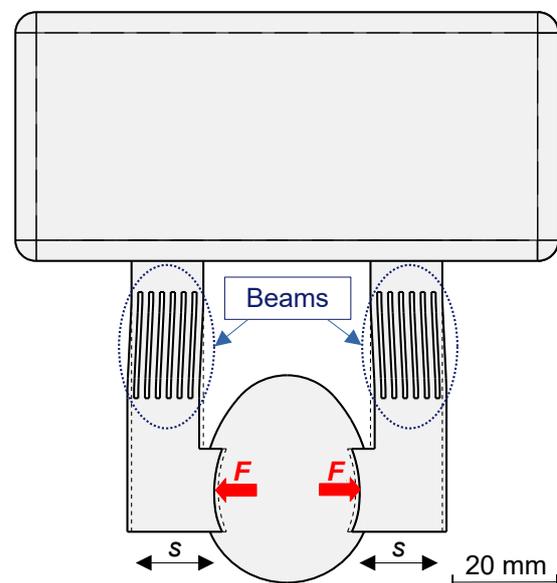


Fig. 1: Basic structure of the robot gripper with seven bending beams per gripper jaw.

and bottom to absorb compressive and tensile stresses.

## Simplified Sensor Design

The sensor design was reduced to an output model with a minimum number of two bending beams to compare different calculation approaches. Another feature was the omission of the gripping surface, which is considered irrelevant for the simulation as it does not affect the results. Fig. 2 shows the new sensor variant with the force application  $F$  and the resulting stresses  $\sigma_{tens_{1,2}}$  and  $\sigma_{comp_{1,2}}$  in the embedded sensor el-

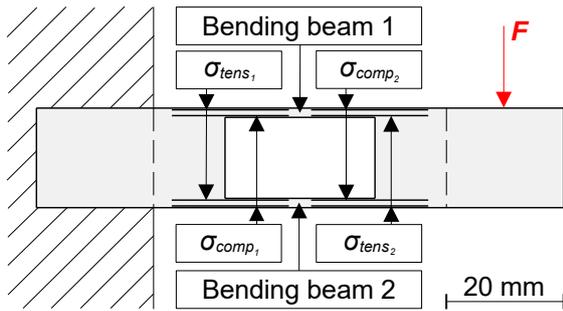


Fig. 2: Simplified sensor model with two bending beams and eight sensor elements.

elements. The sensor's dimensions are 90 mm x 17.2 mm x 20 mm (length, height, depth) with a respective beam thickness of 1.6 mm each. Each bending beam contains four meandering resistive sensor elements made of constantan wire with a total measurement grid length of 20 mm and a distance of 0.3 mm to the respective surface. A sensor element consists of 22 adjacent resistive wire paths in the grid without connecting wires. The wire length for one of the sensor elements  $\sigma_{tens_1}$  or  $\sigma_{comp_1}$  on the left is 526 mm, and for one of the sensor elements  $\sigma_{tens_2}$  or  $\sigma_{comp_2}$  on the right is 620 mm. The difference is due to the connection wires on the left side of the sensor. Under load, two sensor elements are subjected to tension and two to compression. The evaluation is carried out using a Wheatstone half-bridge.

## Materials and Methods

Polyethylene terephthalate glycol (Prusament PETG Signal White, Prusa Research) was used as the non-conductive material for the calculations. The conductive material was constantan wire (CuNi44, DM 0.2 mm, VDM-Metals). The mechanical and electrical properties of the materials were taken from the material data sheets and are shown in Tab. 1. The  $k$ -factor was taken from the value of a classical strain gauge. The finite element analysis of each simulation model was performed using COMSOL Multiphysics. The computer system applied was an Intel® Core™ i7-10750H CPU with 32 GB of RAM. The analytical approach was performed utilizing MATLAB.

## Analytical Approach

An analytical approach with the following simplified assumptions can approximate the behavior of the sensor:

- Two-dimensional view.
- Ideal parallel deformation of the sensor using a fixed end on one side and a vertical parallel movement on the opposite side.

Tab. 1: Mechanical and electrical properties of the applied materials [7].

| Parameter       | PETG                    | Constantan               |
|-----------------|-------------------------|--------------------------|
| Yield-strength  | 47 MPa                  | 250 MPa                  |
| Young's-modulus | 1500 MPa                | 165000 MPa               |
| Poisson's-ratio | 0.40                    | 0.33                     |
| Density         | 1270 kg·m <sup>-3</sup> | 8900 kg·m <sup>-3</sup>  |
| Conductivity    | -                       | 4.9·10 <sup>-7</sup> Ω·m |
| $k$ -factor     | -                       | 2.05                     |

- Considering only one of the 1,6 mm thick bending beams for the mechanical calculation. The transition to the standard beam and the leads are ignored (the measurement length of a sensor element is less than the total measurement grid length of a sensor element).
- Ignoring Poisson's ratio in the mechanical part.
- Formation of an idealized fiber composite material with a homogeneous Young's modulus for the individual sensor elements.

The calculation of the sensor behavior is divided into a mechanical and an electrical part. First, the effective length change  $|\Delta l_{ges}|$  across all sensing elements is calculated. Then, the differential voltage  $U_D$  can be determined. Fig. 3 shows the simplified sensor's model of a bending beam from Fig. 2, including the parallel deformation represented by the bending line  $w(x)$ . For reasons of symmetry and the resulting relationship between eq. (1) and eq. (2):

$$l_{M_{12}} = l_{M_{34}} = l_{M_{56}} = l_{M_{78}} \quad (1)$$

$$\Delta l_{M_{12}} = -\Delta l_{M_{34}} = -\Delta l_{M_{56}} = \Delta l_{M_{78}} \quad (2)$$

it is sufficient to consider one sensor element of the bending beam (in our case, Fig. 3, top left) for the calculation. The bending moment  $M(x)$  must first be determined to calculate the strain  $\varepsilon_{12}$  and thus the change in length  $\Delta l_{M_{12}}$ . Due to the body's static indeterminacy, it is impossible to ascertain this function from the support reactions. According to Euler-Bernoulli, the 4th order differential equation of the bending line  $w$  from the beam theory as given in eq. (3) is used as the basis.

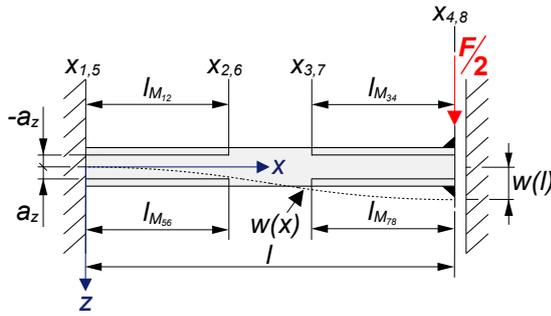


Fig. 3: Sketch of the simplified sensor model with one of the two bending beams.

$$\sum_{j=1}^s E_j I_j w^{IV} = q_0 \quad (3)$$

The sum of  $E_j$  and  $I_j$  corresponds to the bending stiffness of the composite material, and  $q_0$  is the acting line load or the dead weight of the beam. Due to  $F/2 \gg q_0$ , this value can be simplified to zero. A multilevel integration of eq. (3) and the use of appropriate boundary conditions results in

$$M(x) = \frac{F}{2} \left( x - \frac{l}{2} \right). \quad (4)$$

This equation can determine the strain  $\varepsilon_{12}$  of the sensor element  $\sigma_{tens_1}$  regarding its measuring grid length  $l_{M12}$  according to

$$\varepsilon_{12} = \frac{1}{x_2 - x_1} \int_{x_1}^{x_2} M(x) dx \cdot (-a_z). \quad (5)$$

The individual Young's moduli  $E_j$  consists of the PETG matrix and the composite material with an additional proportion of constantan. An idealized composite based on a homogeneous Young's modulus is used for the embedded wire layers for analytical consideration. Fig. 4 shows a schematic sectional view of the bending beam through two sensor elements, including the formation of homogeneous layer areas. The effective Young's modulus of the homogeneous layers 2 and 4 is to be determined proportionally from the respective Young's modulus  $E_j$  of PETG and constantan and its volume fraction using

$$E_{eff} = E_W \cdot V_W + E_P(1 - V_W). \quad (6)$$

$E_W$  and  $E_P$  are Young's modulus of constantan and PETG, respectively, and  $V_W$  is the corresponding volume fraction of the wire. The second

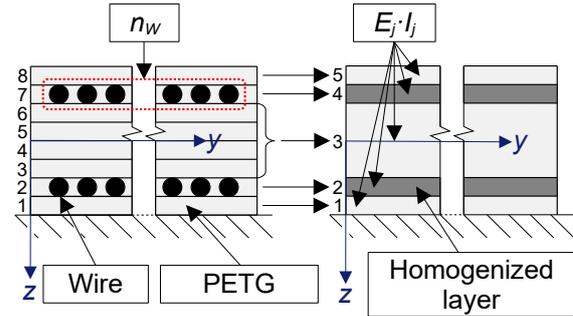


Fig. 4: Schematic sectional view of the bending beam, (left) printed layers with integrated constantan wire, (right) formation of combined homogeneous layers.

moment of area  $I_j$  is obtained from eq. (7) based on the parallel axis theorem.

$$I_j = I_{Y_j} + z_{s_j}^2 A_j \quad (7)$$

$I_{Y_j}$  is the second moment of the areas,  $z_{s_j}$  is the distances of the single area centroids from the total centroid, and  $A_j$  is the areas of the different homogeneous layers from Fig. 4 on the right. After calculating the strain  $\varepsilon_{12}$ , the effective change in length of the wire must be determined considering all the sensor elements according to

$$|\Delta l_{ges}| = 8 \cdot l_{M12} \cdot n_w \cdot \varepsilon_{12}. \quad (8)$$

The number 8 represented the total number of sensor elements of the sensor,  $l_{m12}$  is the measuring length of one sensor element, and  $n_w$  is the number of wire paths per sensor element. After determining the mechanical characteristics, the differential voltage  $U_D$  is calculated using a Wheatstone half-bridge, expressed by

$$U_D = \frac{1}{2} U_0 k \left( \frac{|\Delta l_{ges}|}{l_{ges}} \right). \quad (9)$$

$U_0$  is the output voltage,  $k$  is the  $k$ -factor, and  $l_{ges}$  is the total wire length of all sensor elements, including the connecting leads.

### Sensor Simulation

The simulation is founded on the initial model shown in Fig. 2 with the two bending beams. It is based on a linear-elastic model with homogeneous and isotropic material properties for PETG and constantan (listed in Tab. 1) and a stationary study. The different approaches range from a unidirectional coupled analysis to a simplified simulation with homogeneous plates (see Fig. 5). The first and most complex calculation approach for sensitive gripper jaws is

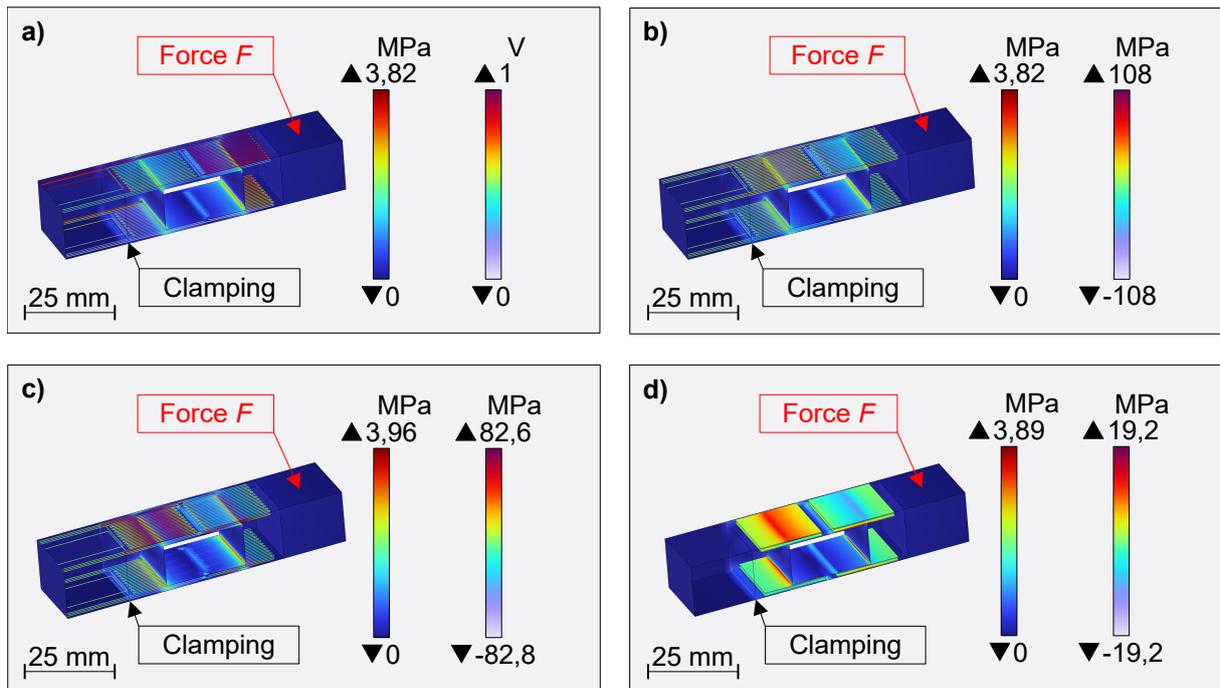


Fig. 5: Representation of the Mises equivalent stresses in the beam and the electrical Voltage or normal stresses in the sensor elements of the different calculation approaches at a force  $F$  of 10 N. a) unidirectionally coupled simulation with solid elements (reference approach), b) combination of simulation with solid elements and analysis (alternative calculation approach 1), c) combination of simulation with solid and beam elements and analysis (alternative calculation approach 2), d) combination of simulation with homogeneous plates and analysis (alternative calculation approach 3).

the reference approach with a unidirectional coupling between the mechanical and electrical part (see Fig. 5a). Here, a differential voltage is calculated on a Wheatstone half-bridge circuit from an applied force  $F$  via the resulting deformation of the spring body and the resulting changes in length of the sensing elements. The force  $F$  was employed in five steps: 0 N, 2.5 N, 5 N, 7.5 N, and 10 N. The maximum force  $F$  of 10 N is obtained by considering the constantan's yield strength, including a safety factor greater than 2. The safety factor can be determined by Hangst et al. [7].

A first simplification of the calculation is to perform a purely mechanical simulation followed by an analytical calculation according eq. (9) of the differential voltage at the measuring bridge (see Fig. 5b). A further simplification option is to consider the constantan wire as a fiber reinforcement. The wire is not considered a three-dimensional volume element in the mechanical analysis. Nevertheless, as a fully coupled one-dimensional beam element (see Fig. 5c), the number of degrees of freedom is reduced, positively affecting the computation time. The last approach can be traced back to a simplified model in which the individual wires of a sensor element are each combined and calculated to form a homogeneous pad with an effective Young's modulus (see eq. (6)) consisting of wire and PETG

material (see Fig. 5d). This calculation approach is similar to the analytical approach but without the simplifications in the bullet points.

## Results and Discussion

The results of the sensor behavior of all calculation approaches, including the analytical approach, are shown in Fig. 6. The alternative calculation approaches 1 and 2 show similar results compared to the reference approach. The maximum deviation of 0.6 % is due to differences in the mesh and calculation approaches. The simplified calculation approach with the homogeneous plates as sensor elements (alternative calculation approach 3) deviates more strongly from the reference at -2.9 %. This is due to the stiffer behavior of the homogeneous plate compared to the individual wires. In addition, the connecting leads were neglected for further simplification. The most substantial deviation from the reference is due to the analytical approach. The deviation of -27.1 % results from the large number of simplified assumptions. Nevertheless, the analytical approach provides a good approximation of the sensor behavior and can, therefore, be used to check the plausibility of the simulations.

The relative differences in computation time and memory requirements of the calculation approaches compared to the reference are shown

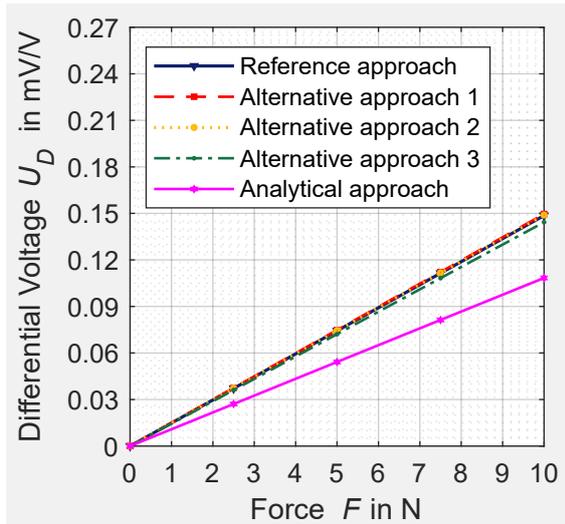


Fig. 6: Sensor behavior of the different calculation approaches.

in Fig. 7. For better comparability, the relative differences of the differential voltages  $U_D$  are also shown. The computation time decreases continuously with the alternative calculation approaches due to simplifying the meshes based on reduced degrees of freedom. This also reduces the memory requirements. The analytical approach does not require a mesh, so the computational time and memory requirements are negligible. The absolute values for computation time and memory requirements for all calculation approaches are shown in Tab. 2. For completeness, the values for the sensor behavior at  $F = 10$  N, and the number of degrees of freedom is shown. The number of degrees of freedom is an expression of the complexity of the mesh. With more degrees of freedom, the mesh becomes more complex.

Regarding the complexity of the simulation model, the alternative calculation approach 2 is the most suitable. On the one hand, the differences of 0.2 % between the results and the reference are minimal, but the computation time of -42.5 % and memory requirements of -71.9 % are significantly more efficient. Secondly, the wire does not have to be modeled as a three-dimensional volume model but only as a one-dimensional wire model. This means that both components are initially independent and are only combined in the calculation itself via a bidirectional coupling.

### Conclusion and Outlook

In this contribution, it has been shown that by using different calculation approaches, corresponding savings in computational time and memory can be achieved with minor deviations in the results. A simplified analytical approach without finite element analysis also provides first insights into the sensor behavior. This approach can also

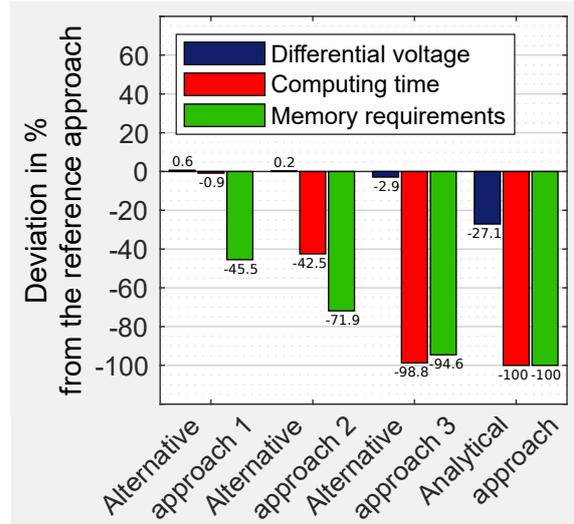


Fig. 7: Relative differences in terms of differential voltage, mesh quality, computation time, and memory requirements of the different calculation approaches compared to the reference model.

be used to check the plausibility of the simulation results.

In the future, the extent to which the two-beam sensor model can be transferred to a sensor model with a variable number of bending beams without a new simulation will be investigated. This would have the advantage of saving additional computation time and memory.

### References

- [1] R. Lachmayer, R. b. Lippert, and T. Fahlbusch, 3D-Druck beleuchtet. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2016.
- [2] D. Espalin, D. W. Muse, E. MacDonald, and R. B Wicker, "3D Printing multifunctionality: Structures with electronics," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 72, 5-8, pp. 963–978, 2014, doi: 10.1007/s00170-014-5717-7.
- [3] Y. Song, R. A. Boekraad, L. Roussos, A. Kooijman, C. C. L. Wang, and J. M. P. Geraedts, "3D Printed Electronics: Opportunities And Challenges From Case Studies," in *Volume 1: 37th Computers and Information in Engineering Conference*, Cleveland, Ohio, USA, 2017.
- [4] K.-Y. Joung, S.-Y. Kim, I. Kang, and S.-H. Cho, "3D Printed Load Cell Using Nanocarbon Composite Strain Sensor," *Sensors (Basel, Switzerland)*, vol. 21, no. 11, 2021, doi:10.3390/s21113675.
- [5] M. N. Saadatzi, S. K. Das, I. B. Wijayasinghe, D. O. Popa, and J. R. Baptist, "Precision Grasp Control with a Pneumatic Gripper and a Novel Fingertip Force Sensor," in *2018 IEEE 14th International Conference on Automation Science and Engineering (CASE)*, Munich, Germany, 2018, pp. 1454–1459.

# Entwicklungsplattform für Geruchsmesssysteme

Maximilian Koehne<sup>1,2</sup>, Omar Tarek Penagos Carrascal<sup>1,2</sup>, Gina Zeh<sup>2</sup> & Tilman Sauerwald<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Fraunhofer Institut für Verfahrenstechnik und Verpackung, IVV, Giggenhauser Str. 35, Freising, Deutschland

<sup>2</sup>Universität des Saarlandes, Fachrichtung Systems Engineering, Campus A5 1, Saarbrücken, Deutschland

## Zusammenfassung

Um die Entwicklung von applikationsspezifischen Geruchsmesssystemen (engl. *instrumental odor monitoring systems*, IOMS) kostengünstiger zu gestalten, wurde ein Gaschromatographie-*Selective-Odorant-Measurement-Sensor-Array* (GC-SOMSA) als Teil einer Systementwicklungsplattform aufgebaut. Das System besteht aus einem Massenspektrometer (MS), einem Halbleitersensordatenlogger für die Detektion flüchtiger organischer Verbindungen und einem Sensor für die Umweltparameter Temperatur, Feuchte und Druck, die jeweils parallel zu einem *Odor-Detection-Port* (ODP) geschaltet sind. Dadurch wird eine Charakterisierung der Sensoren bei gleichzeitiger chemischer und organoleptischer Analyse einer zu untersuchenden Probe ermöglicht. Um das System zu testen, wurden die Fettoxidationsmarker Pentan, Hexanal, Octanal und Nonanal in Sonnenblumenöl gelöst und als Beispiel eines ranzigen Geruchs von Fetten getestet. Während Nonanal (1 ppm) weder im MS noch im Sensorsignal nachgewiesen werden konnte, waren die anderen drei Komponenten im MS und im Sensor nachweisbar (Pentan mit 100 ppm, Hexanal und Octanal mit je 1 ppm). Der aus vier einzelnen Schichten bestehende Sensor zeigte je nach Schicht und Marker ein unterschiedliches Ansprechverhalten, sodass eine Unterscheidung der einzelnen Marker allein aufgrund der Sensorantwort getroffen werden konnte. Das GC-SOMSA kann somit als kompakte Charakterisierungseinheit für Sensoren und damit als Entwicklungssystem für IOMS eingesetzt werden.

**Keywords:** Sensorsystementwicklung, *Instrumental Odor Monitoring Systems* (IOMS), Gaschromatographie, GC-SOMSA, Sensorport, kompakte GC-Systeme, *Odor-Detection-Port* (ODP).

## Einleitung

Die instrumentelle Geruchsmessung im allgemeinen und die Entwicklung von instrumentellen Geruchsmesssystemen (engl. *instrumental odor monitoring systems*, IOMS) im Besonderen stellt eine große Herausforderung dar. Ein Hauptgrund dafür ist die individuelle und subjektive Wahrnehmung einzelner Personen von Gerüchen, die eine objektive und standardisierte Betrachtung erschwert (Laor et al., 2014). Dabei könnten IOMS einen wertvollen Beitrag z.B. in industriellen Fertigungsprozessen über eine *in-line* oder *on-line* Analytik der Gasphase über den Produkten leisten (Costello et al., 2000; Costello et al., 2003; Koehne et al., 2023; Joppich et al., 2022; Rusinek et al., 2020; Poghossian et al., 2019). Auch in der objektiven Messung von Störgeruchsemissionen in und um Industrieanlagen stellen IOMS eine wertvolle Unterstützung dar, da sie im Gegensatz zu den bisher geläufigen humansenensorischen Methoden eine kontinuierliche und objektive Überwachung innerhalb beliebiger Zeiträume erlauben (Laor et al., 2014). Eine

Möglichkeit zur Realisierung solcher IOMS stellen Halbleitersensoren (engl. *metal oxide semiconductor sensors*, MOS Sensoren) dar, deren Signalantworten mittels einer multivariaten Datenverarbeitung bzw. Mustererkennung in maschinellen Lernverfahren ausgewertet werden und entsprechenden Gerüchen zugeordnet werden können (Park et al., 2019). MOS-Sensoren sind dabei kommerziell erhältlich und deutlich kostengünstiger als bspw. ein konventionelles häufig zur Geruchsaufklärung verwendetes laborgestütztes Gaschromatographie-Massenspektrometrie / Olfaktometrie (GC-MS/O)-System. Sie messen äußerst sensitiv eine Vielzahl an oxidierenden und reduzierenden Gasen, was jedoch gleichzeitig eine Einschränkung in der Selektivität bedeutet. Um dieses zu beheben, müssen im Vorfeld Auswertungsmodelle entwickelt und getestet werden, oder zusätzlich chromatographische Trenneinheiten eingebaut werden, um eine eindeutige Unterscheidung einzelner Marker anhand des Sensorsignals zu realisieren und damit ein Sensorsystem zu entwickeln (Zeh et al.). Bisher werden solche Systeme aufwendig

einzel entwickelt, was eine kommerzielle Verbreitung aufgrund der hohen individuellen Entwicklungskosten erschwert. Eine Möglichkeit, diese Entwicklungskosten zu verringern, bietet eine Systementwicklungsplattform, die der Vereinheitlichung und Strukturierung des Aufbaus von Sensorsystemen dient und den Entwicklungsprozess beschleunigt. Das GC-*Selective-Odorant-Measurement-Sensor-Array* (GC-SOMSA) kann dabei als Element einer solchen Systementwicklungsplattform fungieren. Dabei wird in einem klassischen GC-MS-System ein Sensorport parallel zum MS geschaltet, damit die Sensoren direkt parallel zu einer Messung charakterisiert werden können, die Notwendigkeit einer Trenneinheit beurteilt werden kann und geeignete Sensoren für den Aufbau von Sensorsystemen gefunden werden können (Hofmann et al., 1997; Kohl et al., 2000). Ein zusätzlicher *Odor-Detection-Port* (ODP) ermöglicht zudem das Erkennen der geruchsaktiven Substanzen. In dieser Arbeit wird daher der Aufbau eines GC-SOMSA-Systems dargestellt und am Beispiel von Fettoxidationsprodukten getestet. Das System verfügt über drei parallel angeordnete Ports, einem MS-Port, dem Sensorport und einem ODP. Dabei sollen Sensoren hinsichtlich ihrer Reaktion auf geruchsaktive, flüchtige Komponenten oxidiertes Fettsäuren hin charakterisiert werden, wie sie bspw. während der  $\beta$ -Oxidation entstehen können (Abbildung 1).

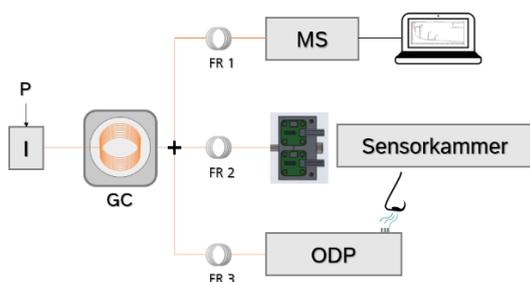


Abb. 1: Schema des GC-SOMSA-Aufbaus mit Probe P und Injektor I, bestehend aus einem GC-MS System mit parallel geschaltetem ODP und Sensorkammer, sowie den Flussrestriktionen (FR).

Die Fettoxidation, ausgelöst durch Luftsauerstoff oder Licht, stellt ein Problem in der Qualität von fetthaltigen Produkten wie bspw. Nüssen während der Lagerung oder der Verarbeitung dar (Gama et al., 2018). Während der Oxidation können dabei verschiedenste geruchsaktive Komponenten wie bspw. Hexanal, Octanal, oder auch Nonanal und auch weitere nicht geruchsaktive Komponenten wie

Pentan entstehen (Belitz et al., 2012). Eine Überwachung dieser Marker kann daher dazu beitragen, qualitative und finanzielle Verluste, ausgelöst durch die Oxidation der Ressource, zu verringern. Final soll so durch das GC-SOMSA als integraler Bestandteil einer Systementwicklungsplattform die Entwicklung applikationsspezifischer IOMS vereinfacht und kostengünstiger gestaltet werden.

## Materialien und Methoden

Als Testsubstanzen für den ranzigen Geruch von oxidierten Fettsäuren wurde eine Mischung mit vier Oxidationsmarkern hergestellt (Belitz et al., 2012). Neutrales Sonnenblumenöl (Thomy, Deutschland, Einzelhandel) mit vernachlässigbarer Eigenoxidation wurde als Grundlage für die Verdünnung der Oxidationsmarker verwendet, da es selbst nur sehr schwer flüchtig ist. Es wurden 1,4  $\mu\text{L}$  Hexanal, 8,2  $\mu\text{L}$  Octanal, 31  $\mu\text{L}$  Nonanal und 4  $\mu\text{L}$  Pentan (alle von Sigma Aldrich, USA) bei 20 °C in 100 mL Sonnenblumenöl gelöst und 2 mL dieser Mischung in ein Headspace Vial gefüllt und verschlossen (finale Konzentration der Marker Hexan, Octanal, Nonanal im Headspace: 1 ppm). Entsprechend (Belitz et al., 2012) wurde dabei für Pentan eine deutlich höhere Konzentration angenommen, hier von 100 ppm (Tabelle 1).

Tab. 1: Testgemisch mit geruchsaktiven Oxidationsmarkern. Die Konzentration im Headspace (HS) wurde mit Hilfe des UNIFAC-Modells bestimmt.

| Marker  | Geruchseindruck (intern) | Konz. HS [ppm] | Konz. in Öl [ $\mu\text{L}$ ] |
|---------|--------------------------|----------------|-------------------------------|
| Pentan  | -                        | 100            | 4                             |
| Hexanal | grasig                   | 1              | 1,4                           |
| Octanal | zitrusartig              | 1              | 8,2                           |
| Nonanal | seifig                   | 1              | 31                            |

Der Zusammenhang zwischen den Konzentrationen in der Flüssigkeit und in der Gasphase wurde mit einer modifizierten Raoult-Gleichung (Gl. 1) mit konzentrationsabhängigem Aktivitätskoeffizienten ermittelt (Schultealbert et al., 2017).

$$y_A * p_A = x_A * \gamma_A * p_{sat,A} \quad (1)$$

Die konzentrationsabhängigen Aktivitätskoeffizienten wurden mit dem UNIFAC-Modell berechnet. Es gilt:  $p_A$  ist der Partialdruck der Fraktion A in der Gasphase,  $x_A$  ist der molare Anteil in der Flüssigen Phase und  $y_A$  der Anteil in der Gasphase,  $p_{sat,A}$  ist der Dampfdruck der Spezies A als Reinsubstanz und  $\gamma_A$  der konzentrationsabhängige Aktivitätskoeffizient.

### Multiport-GC-Aufbau

Zum Aufbau des GC-SOMSAs wurde ein GC-MS (Trace 1610 Gas Chromatograph; ISQ 7610 Single Quadrupol Mass Spectrometer, Thermo Scientific, USA) verwendet. Er verfügt über drei Ports, dem MS, dem ODP und einem optionalen Port, der für den Anschluss der Sensoren genutzt wurde. Ein Vierwegeglassplitter (CZT, Deutschland) trennt den Helium-Trägergasstrom von 2,1 mL/min in drei gleich große Fraktionen von je 0,7 mL/min zu jedem Port. Drei desaktivierte *fused-silica*-Kapillarsäulen wurden als Restriktionen zur gleichmäßigen Flussaufteilung verwendet. Ihre Dimensionen wurden nach (Brieger, 2020) mittels der Hagen-Poiseuille Gleichung für kompressible Fluide (Gl. 2) berechnet.

$$Q_{out} = \frac{\pi r^4 (p_{in} - p_{out})}{8 \mu(T) L} \cdot \frac{p_{in} + p_{out}}{2 p_{out}} \quad (2)$$

Dabei ist  $Q_{out}$  der Fluss aus einer Restriktion,  $r$  entspricht dem Radius,  $p_{in}$  bzw.  $p_{out}$  entsprechen dem ein- bzw. Ausgangsdruck,  $\mu(T)$  ist die Viskosität des durchströmenden Gases in Abhängigkeit der Temperatur und  $L$  entspricht der Länge der Restriktion. Die berechnete Restriktion vor dem MS betrug 4 m Länge und 0,1 mm ID, die Restriktion vor dem ODP betrug 5 m Länge und 0,2 mm ID, die vor der Sensorkammer betrug ebenfalls 5 m Länge und 0,2 mm ID. Zur Einstellung des Flusses wurden entsprechende Restriktionen verwendet. Die Analysen erfolgten auf einer FFAP-Kapillarsäule (15 m Länge, 0,25 mm Innendurchmesser, Agilent, USA), die mit einer desaktivierten Vorsäule (3 m Länge, 0,25 mm Innendurchmesser, Agilent, USA) versehen war. Die Proben wurden für 5 min bei 40 °C inkubiert. Anschließend wurden 2 mL Head-Space mit einem Splitverhältnis von 1:10 injiziert. Das Temperaturprofil des GC-Ofens startete mit 40 °C für 2 min und wurde dann in einer Rampe von 3 °C/min über 20 min auf 100 °C erhöht. Anschließend folgte eine Rampe von 20 °C/min für 3 min auf 160 °C, die dann weitere 2 min gehalten wurden. Der Sensor wurde statisch bei 400 °C betrieben und mit einem Make-Up-Strom aus synthetischer Luft mit 10 mL/min versorgt. Die Messung der Probe wurde dreimal wiederholt. Eine Blankmessung mit einem leeren Vial (nur Laborluft) wurde als Referenzmessung ebenfalls dreimal wiederholt. Als Signal- und Bearbeitungssoftware wurde Chromeleon Version 7.3.2 (Thermo Scientific, USA) verwendet. Als Sensoren wurden ein SGP40 (Sensirion, Schweiz) für die Detektion von VOCs und ein SHT35 (Sensirion, Schweiz) für die Überwachung der Sekundärparameter Temperatur, Druck und Feuchte verbaut. Die

Elektronik zur Ansteuerung und zum Auslesen der Sensoren beruht auf Arbeiten von (Baur et al., 2018).

### Sensorkammer am GC-SOMSA

Die Sensorkammer des GC-SOMSA muss einige Anforderungen erfüllen, um für GC-Messungen geeignet zu sein. So muss beispielsweise das Totvolumen so gering wie möglich sein, damit nicht Verschleppungen zu einer Verbreiterung der Peaks führen. Darüber hinaus muss eine Messkammer mit einem Make-Up-Strom an synthetischer Luft versorgt werden, zum einen um die Peaks weiter zu schärfen, zum anderen um die halbleitenden Metalloxide mit ausreichend Sauerstoff zu versorgen. Des Weiteren sollte die Kammer für die Detektion schwerer flüchtiger Verbindungen beheizbar sein, um ein Auskondensieren der Analyten zu verhindern. Gleichzeitig muss die Elektronik ausreichend gekühlt werden. Für diese Zwecke wurde eigens eine Sensorkammer, basierend auf den Arbeiten von (Baur et al., 2018), entworfen.

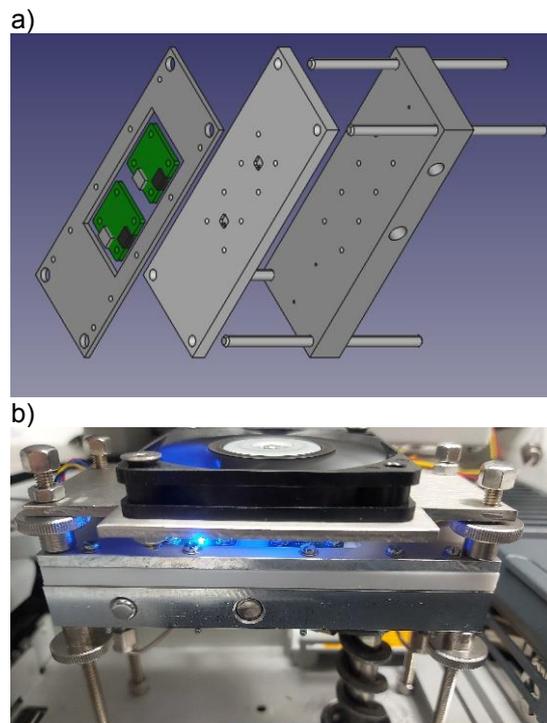


Abb. 2: a) Explosionssskizze der Sensorkammer am GC-SOMSA mit Unterbau (Aluminium, dunkelgrau), PTFE-Dichtungsschicht (hellgrau) und Oberbau (Aluminium, dunkelgrau); b) Fotografie der Sensorkammer mit aufgesetzter Kühleinheit.

Sie besteht aus drei Kernlagen, einem Unterbau aus Aluminium, einer Polytetrafluorethylen (PTFE)-Dichtungsschicht und einem befestigenden Oberbau, ebenfalls aus Aluminium. Der Unterbau dient der Befestigung der oberen Aufbauten und bietet entsprechende Anschlüsse für das Make-Up-Gas und für die GC-Säule. Als Make-Up-Gas wurde synthetische Luft angeschlossen und mittels eines Massenflussreglers (engl. *mass flow controller*, MFC; MKS Instruments, USA) reguliert. Ein nachgeschalteter Massenflussmesser (engl. *mass flow meter*, MFM; MKS Instruments, USA) dient der Überprüfung der Dichtigkeit des Systems.

Zusätzlich beinhaltet er zwei Aussparungen für eine Heizpatrone (RS Pro 860 7139, RS Components GmbH, Deutschland) und handelsüblichem Pt100-Widerstand, um die Kammer entsprechend für schwerer flüchtige Verbindungen heizen zu können. Zu diesem Zweck wurde eine Transferline aus dem GC-Ofen hin zur Sensorkammer gebaut, die mittels Widerstandsheizter (RCF 200, Acim Jouanin, Frankreich) und handelsüblichem Pt100-Widerstand temperiert werden kann. Die heizbaren Elemente werden mit einem Regler (UR3274S1, Wachendorff GmbH, Deutschland) gesteuert. In die PTFE-Dichtungsschicht wurden feine Kanäle (1 x 1 mm) und eine entsprechende Aussparung für den Sensor (5 x 5 x 1 mm) gefräst. Die Sensoren wurden auf die Steckplätze geschraubt, der dazu aufgesetzte Oberbau dient einem gleichmäßigen Anpressdruck der PTFE-Dichtungsschicht an den Unterbau. Eine entsprechende Skizze der Sensorkammer ist in Abb. 2a dargestellt. Um die Elektronik bei beheizter Sensorkammer kühlen zu können, ist zudem eine Ventilationseinheit (9GA0612G9001, Sanyo Denki Germany GmbH, Deutschland) über der Elektronik verbaut worden. Eine Photographie des gesamten Aufbaus ist in Abb. 2b zu sehen.

### Ergebnisse Sensorcharakterisierung mittels GC-SOMSA Messung

Die Messung des Headspace der künstlichen Ranzigkeitsmischung offenbarte vier Peaks im MS-Signal, die nach einem Abgleich mit der NIST-Massenspektrendatenbank als Argon, Pentan, Hexanal und Octanal bestimmt wurden (Abb. 3). Keiner der gemessenen Peaks konnte Nonanal zugeordnet werden.

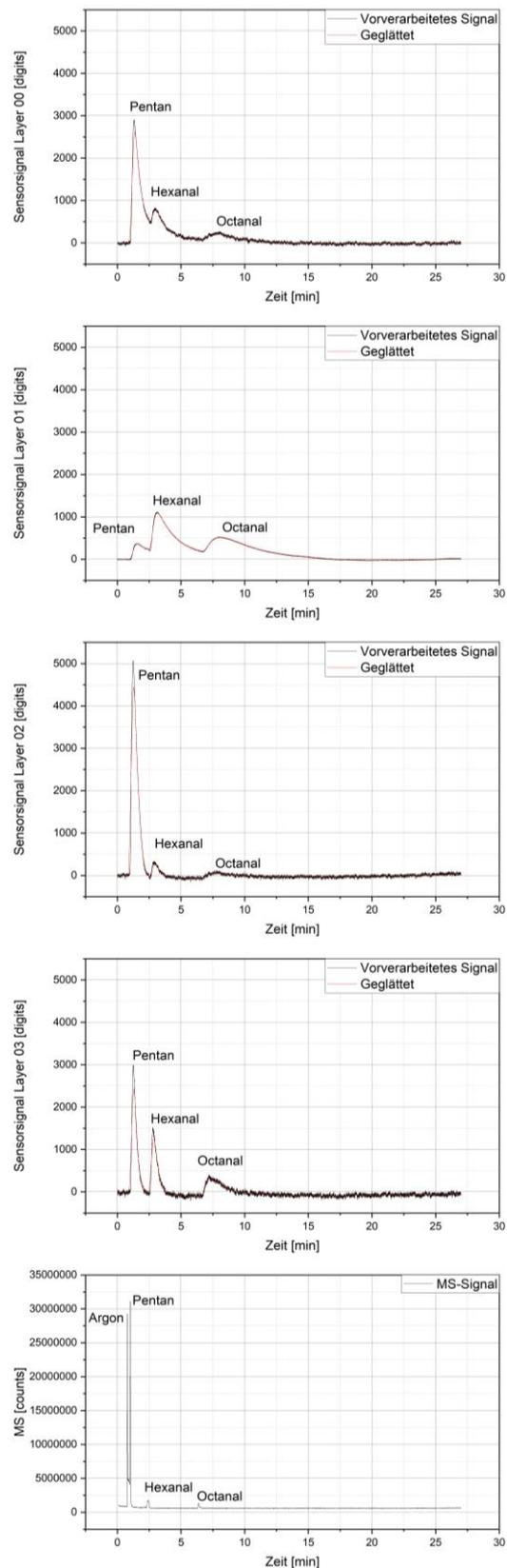


Abb. 3: Chromatogramme des MS und der vier Sensorschichten. Die Peaks wurden mit einem Abgleich der NIST-Datenbank bestimmt, das vorverarbeitete (vom Maximalwert  $2^{16}$  abgezogen) Sensorrohsignal durch Subtraktion des Grundwerts einheitlich skaliert.

Das Sensorsignal, ausgegeben als Rohsignal in TICs, ist nach den Herstellerangaben proportional zum Logarithmus des Widerstands des Sensormaterials (Sensirion). Zur übersichtlicheren Darstellung wird das Rohsignal in einer Vorverarbeitung vom Maximalwert  $2^{16}$  abgezogen und durch Subtraktion des Grundwertes einheitlich skaliert. Zudem wurde das Signal mittels des gleitenden Durchschnitts über 200 Punkten geglättet. Das vorverarbeitete Signal und die entsprechenden Glättungen sind in Abb. 3 dargestellt. In der Sensorantwort zeigt sich für die vier verschiedenen einzelnen Schichten des SGP40 eine entsprechend unterschiedliche Signalantwort. Schicht 0 zeigt drei nicht komplett basisliniengetrennte Peaks, von denen der erste Peak die höchste Intensität besitzt, der zweite eine deutlich geringere und der dritte Peak die geringste Intensität besitzt. Schicht 1 zeigt ebenfalls aufgrund des Tailings drei nicht komplett basisliniengetrennte Peaks. In diesem Fall hat jedoch der zweite Peak die höchste Intensität, wohingegen der erste Peak die geringste Intensität aufweist. Schicht 2 offenbart einen ersten Peak mit sehr hoher Intensität. Der zweite Peak ist deutlich geringer, wohingegen der dritte Peak die geringste Intensität besitzt und im Gegensatz zu den anderen beiden Peaks ein Tailingverhalten mit sich zieht. In Schicht drei scheinen die drei Peaks basisliniengetrennt zu sein. Der erste Peak zeigt auch hier die höchste Intensität, gefolgt von Peak zwei und drei, auch wenn der Unterschied nicht so deutlich auffällt wie in Schicht 2. Die Parameter Temperatur, Druck und Feuchte sind im Verlaufe der Messung entsprechend stabil. Zwischen dem MS und der Sensorantwort ist zudem ein leichter Zeitversatz zu erkennen.

## Diskussion

Zunächst fällt auf, dass nur die der Probe zugefügten Marker zu sehen sind, was bedeutet, dass die hier verwendete Matrix nicht oxidiert und keine Fragmente emittiert. Zusätzlich zu den Signalen der Marker ist im MS noch Argon detektiert worden, das vermutlich aus der Luft im Headspace mit injiziert wurde. Argon ist als Edelgas jedoch nicht reaktiv, weshalb die Sensoren kein Signal für Argon anzeigen. In den Sensorschichten sind daher nur Pentan, Hexanal und Octanal zu erkennen. Nonanal ist in keinem einzigen Chromatogramm zu finden. Es ist in dem gewählten Temperaturprogramm und der Inkubationszeit von 5 min bei 40 °C (siehe Material und Methodenteil) nicht flüchtig genug,

um während des Chromatographielaufs zu eluieren.

Zwischen den Schichten sind deutliche Unterschiede zu erkennen. Besonders auffällig ist dabei, dass Schicht 1 nur einen sehr kleinen Pentanpeak aufweist, obwohl Pentan um zwei Größenordnungen höher konzentriert (vgl. 100 ppm mit 1 ppm) vorliegt, als Hexanal und Octanal. Da der Hexanal- und der Octanalpeak hier trotzdem deutlich zu erkennen sind, scheint sich Schicht 1 besonders für die Detektion der beiden Aldehyde zu eignen. Für Pentan zeigt Schicht 2 die höchste Intensität, sodass Schicht 2 besonders für die Detektion dieses Alkans geeignet scheint. Schicht 3 zeigt alle Peaks recht deutlich, sodass diese Schicht als Übersicht für die hier verwendeten Marker in Betracht zu ziehen ist. Da in dieser ersten Übersicht nur das vorverarbeitete Rohsignal und die entsprechend geglätteten Signale betrachtet wurden, kann eine weitere Signalverarbeitung weitere Erkenntnisse mit sich bringen. So kann in einem nächsten Schritt beispielsweise die Ableitung der Signale für eine bessere Trennung der einzelnen Peaks sorgen.

## Zusammenfassung und Ausblick

Der hier verwendete Sensor war in der Lage, die einzelnen Marker zu erkennen. Darüber hinaus konnte gezeigt werden, dass unterschiedliche Schichten des Sensors unterschiedlich stark auf die einzelnen Marker bzw. Molekülklassen reagieren. Daher ist ein Fingerprinting mit diesem Sensor möglich, weshalb der Sensor nachfolgend in einem entsprechenden Sensorsystem verwendet werden kann. Das GC-SOMSA-Verfahren ist somit in der Lage, eine Charakterisierung des Sensors durchzuführen und kann als Teil einer Entwicklungsplattform für IOMS eingesetzt werden.

In einem nächsten Schritt muss nun zunächst ein Abgleich der Retentionszeiten erfolgen und die Ursache des Zeitversatzes als systemisch oder sensorspezifisch geklärt werden. Außerdem kann eine weitere Signalverarbeitung i.S. einer Ableitung o.ä. der Sensorantwort mit dem Ziel geprüft werden, eine bessere Auflösung der Sensorchromatogramme zu realisieren. Darüber hinaus könnten neben dem künstlich mit Oxidationsmarkern versetzten Öl auch reale ranzige Proben nach einer definierten Alterung vermessen werden.

## Acknowledgements und Danksagung

Die Arbeiten wurden durch das Bayerische Staatsministerium für Wirtschaft, Landesentwicklung und Energie im Rahmen des Projekts „Campus der Sinne“ (Förderkennzeichen: 20-3410-2-14-3) und im Projekt „SENT-GC-MOS“ (Förderkennzeichen: 01IF22938N) im Rahmen des Programms „Industrielle Gemeinschaftsforschung“ durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz gefördert.

Die Autoren möchten sich außerdem herzlich bei Oliver Brieger (Universität des Saarlandes) für die Unterstützung bei der Berechnung des Splitverhältnisses des GC-SOMSAs bedanken.

## Literatur

- Baur, T., Schultealbert, C., Schütze, A., and Sauerwald, T.: Device for the detection of short trace gas pulses, *tm - Technisches Messen*, 85, 496–503, <https://doi.org/10.1515/teme-2017-0137>, 2018.
- Belitz, H.-D., Grosch, W., and Schieberle, P.: *Lehrbuch der Lebensmittelchemie*, 6., vollst. überarb. Aufl., Nachdruck, Springer-Lehrbuch, Springer, Berlin, 2012. ISBN 978-3-540-73201-3.
- Brieger, O.: *Konzeption und Aufbau einer GC-MS-Erweiterung zur synchronen Gassensormessung*, Masterarbeit, persönliche Mitteilung, Universität Saarbrücken, 2020.
- Costello, B. P. J. d. L., Ewen, R. J., Gunson, H., Ratcliffe, N. M., Sivanand, P. S., and Spencer-Phillips, P. T. N.: A prototype sensor system for the early detection of microbially linked spoilage in stored wheat grain, *Meas. Sci. Technol.*, 14, 397–409, <https://doi.org/10.1088/0957-0233/14/4/301>, 2003.
- Costello, B. P. J. d. L., Ewen, R. J., Gunson, H. E., Ratcliffe, N. M., and Spencer-Phillips, P. T. N.: The development of a sensor system for the early detection of soft rot in stored potato tubers, *Meas. Sci. Technol.*, 11, 1685–1691, <https://doi.org/10.1088/0957-0233/11/12/305>, 2000.
- Gama, T., Wallace, H. M., Trueman, S. J., and Hosseini-Bai, S.: Quality and shelf life of tree nuts: A review, *Scientia Horticulturae*, 242, 116–126, <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2018.07.036>, 2018.
- Hofmann, T., Schieberle, P., Krummel, C., Freiling, A., Bock, J., Heinert, L., and Kohl, D.: High resolution gas chromatography/selective odorant measurement by multisensor array (HRGC/SOMSA): a useful approach to standardise multisensor arrays for use in the detection of key food odorants, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 41, 81–87, [https://doi.org/10.1016/S0925-4005\(97\)80280-8](https://doi.org/10.1016/S0925-4005(97)80280-8), 1997.
- Joppich, J., Su, Z., Marschibois, M., Karst, K., Bur, C., and Schütze, A.: 2.3 - MOS Sensors for Spoilage Detection of Milk using GC-MS and Human Perception as Reference, *Vorträge*, 17–22, <https://doi.org/10.5162/16dss2022/2.3>, 2022.
- Koehne, M., Schmidt, C., Singh, S., Grasskamp, A., Sauerwald, T., and Zeh, G.: Development of a gas chromatography system coupled to a metal-oxide semiconductor (MOS) sensor, with compensation of the temperature effects on the column for the measurement of ethene, *J. Sens. Sens. Syst.*, 12, 215–223, <https://doi.org/10.5194/jsss-12-215-2023>, 2023.
- Kohl, D., Heinert, L., Bock, J., Hofmann, T., and Schieberle, P.: Systematic studies on responses of metal-oxide sensor surfaces to straight chain alkanes, alcohols, aldehydes, ketones, acids and esters using the SOMMSA approach, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 70, 43–50, [https://doi.org/10.1016/S0925-4005\(00\)00552-9](https://doi.org/10.1016/S0925-4005(00)00552-9), 2000.
- Laor, Y., Parker, D., and Pagé, T.: Measurement, prediction, and monitoring of odors in the environment: a critical review, *Reviews in Chemical Engineering*, 30, 139–166, <https://doi.org/10.1515/revce-2013-0026>, 2014.
- Park, S. Y., Kim, Y., Kim, T., Eom, T. H., Kim, S. Y., and Jang, H. W.: Chemoresistive materials for electronic nose: Progress, perspectives, and challenges, *InfoMat*, 1, 289–316, <https://doi.org/10.1002/inf2.12029>, 2019.
- Poghossian, A., Geissler, H., and Schöning, M. J.: Rapid methods and sensors for milk quality monitoring and spoilage detection, *Biosensors & bioelectronics*, 140, 111272, <https://doi.org/10.1016/j.bios.2019.04.040>, 2019.
- Rusinek, R., Siger, A., Gawrysiak-Witulska, M., Rokosik, E., Malaga-Toboła, U., and Gancarz, M.: Application of an electronic nose for determination of pre-pressing treatment of rapeseed based on the analysis of volatile compounds contained in pressed oil, *Int J of Food Sci Tech*, 55, 2161–2170, <https://doi.org/10.1111/ijfs.14392>, 2020.
- Schultealbert, C., Baur, T., Schütze, A., Böttcher, S., and Sauerwald, T.: A novel approach towards calibrated measurement of trace gases using metal oxide semiconductor sensors, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 239, 390–396, <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.08.002>, 2017.
- Sensirion: SGP40 – VOC sensor for HVAC and air quality applications: Datasheet SGP40, <https://sensirion.com/products/catalog/SGP40>, last access: 30 August 2023.
- Zeh, G., Koehne, M., Grasskamp, A., Haug, H., Singh, S., and Sauerwald, T.: Towards Artificial Intelligent Olfactory Systems, in: *2022 IEEE International Symposium on Olfaction and Electronic Nose (ISOEN)*, 1–2, <https://doi.org/10.1109/ISOEN54820.2022.9789600>.

# Piezelektrische MEMS-Mikrofone mit Regelung durch Krafrückkopplung

Til Friebe<sup>1</sup>, Gabriele Bosetti<sup>1,2</sup>, Christian Bretthauer<sup>2</sup>, Gabriele Schrag<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>Professur für Mikrosensorik und –aktorik, Technische Universität München,  
 Arcisstr. 21, 80290 München  
<sup>2</sup>Infineon Technologies AG, Am Campeon 1-15, 85579 Neubiberg  
 Kontakt: til.friebe@tum.de, +49-89-289-23129

## Zusammenfassung

Wir präsentieren das Design und eine erste experimentelle Validierung eines durch Krafrückkopplung geregelten piezelektrischen MEMS-Mikrofons mit dem Ziel, die Sensorlinearität zu erhöhen, eine flache Frequenzantwort zu ermöglichen und Systemresonanzen zu dämpfen. Das MEMS-Konzept beruht auf einer allseitig eingespannten, gewellten Aluminiumnitridmembran. Das Design und die Auswertung der wichtigsten Sensorparameter wurden mithilfe von gekoppelten Finite-Elemente-Simulationen durchgeführt und die Messungen erster Prototypen mit Hilfe eines Laser-Doppler-Vibrometers bestätigen, dass die krafrückgekoppelte Regelung des MEMS-Mikrofons möglich ist.

**Keywords:** MEMS, Akustische Sensoren, Mikrofon, Piezelektrisch, Regelung

## Hintergrund

MEMS Mikrofone sind komplexe Systeme, die in mehreren Energiebereichen wirken. Sie bestehen aus einem MEMS-Wandler, einem ASIC zur Signalverstärkung und -aufbereitung, sowie einem Gehäuse, das vor Umwelteinflüssen schützt und eine einfache Handhabung ermöglicht. Obwohl kapazitive Mikrofone seit vielen Jahrzehnten als Stand der Technik gelten, bieten piezelektische MEMS-Mikrofone einige Vorteile. Zu diesen zählt ein geringerer Stromverbrauch, da keine Vorspannung zur Signalauslese benötigt wird, sowie eine höhere Widerstandsfähigkeit gegen Partikel und eine Reduktion des fluidisches Rauschens, da keine perforierte Gegenelektrode benötigt wird. Piezelektrische MEMS-Mikrofone, die dem aktuellen Stand der Technik entsprechen, setzen bimorphe, geschlitze Membranen, also balkenartige Strukturen ein, die wenig robust gegenüber Stößen und Überdruck und anfällig gegenüber intrinsischen Schichtspannungen sind. Die Nachteile dieses Ansatzes können durch ein innovatives Design ausgeglichen werden, das auf einer pseudo-bimorphen, einlagigen, allseitig eingespannten, korrigierten Membran basiert. [1]

Ein weiterer Vorteil des piezelektrischen Mikrofons liegt im linearen Zusammenhang zwischen elektrischer Spannung und Kraft. Dieser vereinfacht die krafrückgekoppelte Regelung des Sensors (schematisch dargestellt in Abb. 1) und eröffnet so die Möglichkeit zur Optimierung der Sensorperformanz. [2]

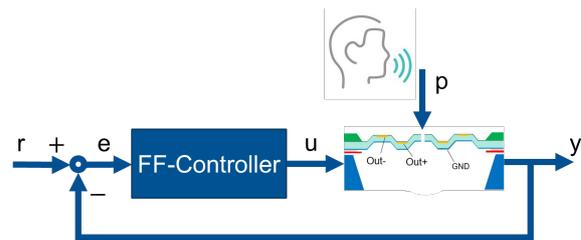


Abb. 1: Schematische Darstellung der Mikrofonregelung durch Krafrückkopplung (Force-Feedback-Controller).

## Methodik

Ein Benchmark-Design des Mikrofons ist in Abb. 2 dargestellt. Das Design ist rotationssymmetrisch um die z-Achse. Es enthält Wellungen (Korrugationen), die zur Relaxierung der intrinsischen Spannung in den Materialschichten beitragen und für eine geometrische Separierung der unter Zugbeziehungweise Druckspannung stehenden „Berge“ und „Täler“ der Korrugationen führen, wenn eine eintreffende Schallwelle die Membran verformt. Das piezelektrische Material wird mit drei Elektroden kontaktiert: Während die Unterseite der Schicht ganzflächig durch die „Bottomelektrode“ kontaktiert ist, wird die Oberseite der Schicht in zwei Elektroden unterteilt, von denen die „Bergelektrode“ alle Berge der Korrugationen elektrisch miteinander verschaltet, und die „Talelektrode“ in gleicher Weise die Täler. Der

quasi-bimorphe Effekt der Korngationen ermöglicht die Membranauslenkung anhand der generierten elektrischen Spannung zwischen „Berg“- und „Bottomelektrode“ zu bestimmen. Gleichzeitig kann die Membran durch Anlegen einer Spannung zwischen der „Tal“- und „Bottomelektrode“ über den reziproken piezoelektrischen Effekt in Ruhelage gehalten werden, indem das Messsignal rückgekoppelt wird. Die „Bottomelektrode“ wird dabei auf elektrische Masse gelegt.

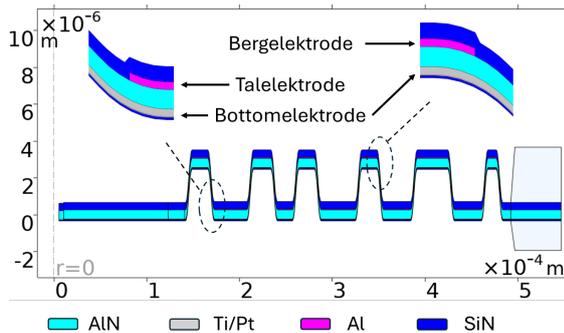


Abb. 2: Gewellte Membran aus AlN und SiN mit Berg- und Talelektrode aus Al und Bottomelektrode aus Ti/Pt (2D-Schnitt, Rotationsachse bei  $x=0$ ). Benchmarkdesign.

Um im rückgekoppelten Betrieb ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis des geregelten Sensors zu erhalten, und gleichzeitig einen energieeffizienten Betrieb zu ermöglichen, sollte die Energie des Messsignals maximiert und die Energie des Gegensteuersignals minimiert werden. Essenziell für das Regelungskonzept ist, dass das rückgekoppelte Aktuierungssignal sowohl die Messspannung auf 0 V regelt als auch die mechanische Spannung an den Messelektroden reduziert, und analog die Membranauslenkung verringert. Kann eine Membran entworfen werden, die diese Eigenschaften erfüllt, kann die Sensorlinearität erhöht werden, da die Struktur und das piezoelektrische Material selbst erst bei noch höheren Schalldrücken nichtlineare Effekte aufweisen. Alternativ könnte, um die Empfindlichkeit der Membran zu erhöhen, auch die Steifigkeit der Membran verringert werden. Die Komplexität der Geometrie erschwert die analytische Beschreibung des Membranverhaltens in Abhängigkeit der gesuchten Größen, sodass ein FEM-Modell in COMSOL Multiphysics erstellt wird, um das genaue Verhalten zu simulieren. Der Abgleich und die Validierung des Modells mit gefertigten Strukturen erfolgt über die statische Verformung der Membran im unbelasteten

Zustand, die durch fertigungsbedingte Verspannungen im Schichtstapel des Mikrofons entsteht und die Performanz des Mikrofons stark beeinflusst. Abb. 3 zeigt die statische Verbiegung des Benchmark-Mikrofons gemessen mittels Weißlicht-Interferometrie. Es zeigt sich, dass die Membran nach oben verbogen ist. Durch Anpassen der intrinsischen Materialspannung im FEM-Modell kann die statische Verbiegung der Membran in guter Genauigkeit nachgestellt werden. Dies zeigt das untere Diagramm in Abbildung 3, in der das Höhenprofil auf dem eingezeichnete Schnitt durch die Membran mit der statischen Verbiegung des FEM-Modells verglichen wird. Die intrinsische Materialspannung im FEM-Modell beeinflusst auch die erste Eigenfrequenz der Membran und ist ebenso auf die gemessene Vakuumresonanzfrequenz von 39 kHz abgestimmt. Im folgenden Abschnitt wird die Eignung des Mikrofondesigns aus Abb. 2 für einen Regelbetrieb unter Krafrückkopplung untersucht, um daraus Erkenntnisse darüber zu erhalten, welche Eigenschaften der Membran für die Krafrückkopplung wichtig sind und wie diese ggf. optimiert werden müssen.

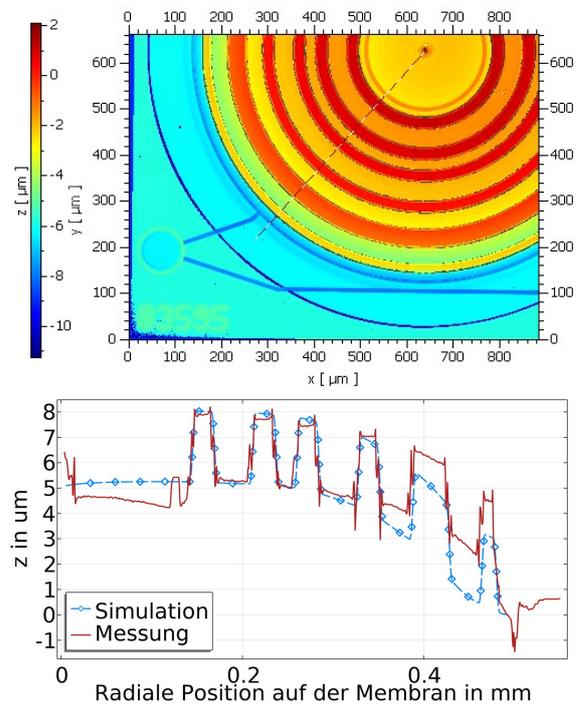


Abb. 3: Weißlicht-Interferometrie-Aufnahme des Benchmark-Mikrofons. Die untere Abbildung zeigt das Höhenprofil entlang des eingezeichneten Schnitts durch die Membran und den Vergleich mit der simulierten Auslenkung.

## Ergebnisse

Abb. 4 zeigt eine Proof-of-Concept Messung des Regelungsprinzips mit den zugehörigen Simulationsergebnissen. Sie zeigt die maximale dynamische Membranauslenkung aus der Ruhelage aus Abb. 3 im Profil für vier verschiedene Anregungen. Zunächst wird das Mikrofon mit einem Lautsprecher akustisch bei 1kHz mit einem Schalldruck von 101dB(SPL) angeregt (blau) und die Membranauslenkung mit einem Laser-Doppler-Vibrometer (LDV) gemessen. Die Sensorspannung wird hier wie im regulären Mikrofonbetrieb zwischen „Berg“- und „Bottomelektrode“ gemessen. Danach wird der Lautsprecher abgeschaltet, und das Mikrofon selbst wie ein Lautsprecher betrieben, indem zwischen der „Tal“- und „Bottomelektrode“ eine Aktuierungsspannung von  $V = 0.84\text{V}$  mit einer Frequenz von 1 kHz angelegt wird (rot). Im dritten Schritt werden beide Anregungsformen mit einer Phasenverschiebung von  $180^\circ$  überlagert, um die in Versuch 1 gemessene Spannung zu kompensieren (grün). In diesem Betrieb kann zwischen „Berg“- und „Bottom“-Elektrode eine Sensorspannung von nahezu 0V gemessen werden, der Zustand, der sich unter Rückkopplung des Messsignals einstellen würde. Man erkennt, dass dabei die Membranauslenkung nicht vollständig kompensiert wird. Dies bedeutet, dass die Regelung der Membran kaum eine Verringerung der mechanischen Spannung des piezoelektrischen Materials zwischen den Messelektroden bewirken und somit auch keinen messtechnischen Vorteil bieten würde. Dieser könnte jedoch erreicht werden, wenn die Messspannung schon bei einer geringeren Aktuierungsspannung kompensiert werden würde. Die gelbe Kurve zeigt, dass die Aktuierungsspannung von  $V = 0.54\text{V}$  zu einer deutlichen Verringerung der Membranauslenkung führt, wobei allerdings die Sensorspannung nicht zu 0 V kompensiert wird. Diese mittels FEM-Modell der Membran virtuelle durchgeführte Experiment wird durch die Messergebnisse bestätigt. Lediglich die Aktuierungsspannungen mussten angepasst werden, da die Simulation im Vakuum durchgeführt wird und keine Dämpfungseffekte berücksichtigt wurden. Das mittels Simulation durchgeführte virtuelle Experiment ermöglicht nun tiefere Einblicke in das Membranverhalten unter Krafrückkopplung. Abb. 5 zeigt die mechanische Spannung in der Membran in den vier Anregungsmodi. Gezeigt ist die Summe der Radial- und Azimuthalkomponente der mechanischen Spannung, die ausschlaggebend für die im piezoelektrischen Material erzeugten Ladungen sind, da sie sich

über den  $d_{31}$ -Koeffizienten im piezoelektrischen Transversaleffekt auf das erzeugte elektrische Feld auswirken.

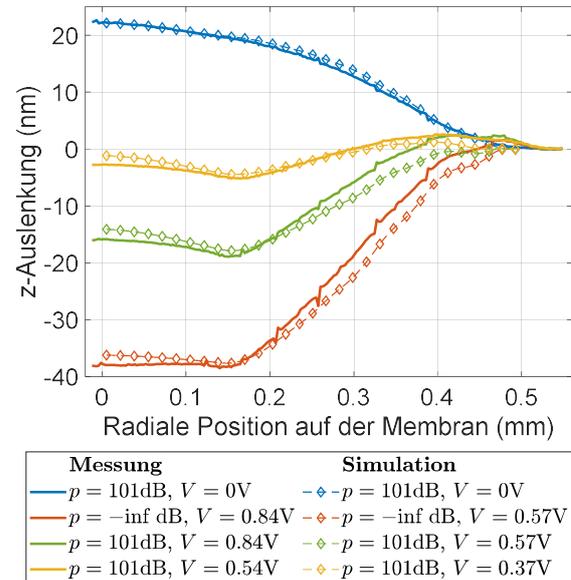


Abb. 4: LDV-Messung und FEM-Simulation der maximalen Auslenkung des Membranprofils des Benchmark-Designs bei a) rein akustischer Anregung mit einer Frequenz von 1kHz (blau), b) rein elektrischer Anregung mit einer Frequenz von 1kHz (rot), c) mit einer Kombination beider Anregungssignale unter  $180^\circ$  Phasenverschiebung (grün) und d) gleicher Kombination aber verringerter elektrischer Aktuierungsspannung (gelb).

Abb. 5 a) zeigt die mechanische Verspannung in der Membran im regulären Mikrofonbetrieb. Der quasi-bimorphe Effekt, den die Korrugationen bewirken, kann an der positiven mechanischen Spannung an den Bergelektroden bei gleichzeitiger negativer mechanischer Spannung an den Talelektroden beobachtet werden. Die ungleichnamigen mechanischen Spannungen erzeugen demnach ungleichnamige elektrische Spannungen, die mit der Bottomelektrode als elektrischer Masse, auch differentiell, ausgelesen werden können. Abb. 5 b) zeigt die mechanische Spannungsverteilung bei rein elektrischer Aktuierung mit 0.57V zwischen „Tal“- und „Bottomelektrode“. Unter den Talelektroden ergibt sich im piezoelektrischen Material durch die Aktuierung eine hohe Zugspannung. Die an den Tälern induzierten Momente wirken über den Hebel der Schrägen der Korrugationen auf die Berge und erzeugen eine Druckspannung. Auffällig ist, dass am

Berg der innersten Wellung (B1) im Gegensatz zu den Bergen der anderen Wellungen eine Zugspannung resultiert. Kombiniert man die beiden Anregungsarten, sodass die elektrische Spannung an der Bergelektrode auf 0V reduziert wird, ergibt sich die mechanische Spannungsverteilung aus Abb. 5 c). Man erkennt, dass auch die mechanische Spannung an den Bergen reduziert wird. Der innerste Berg (B1) und äußerste Berg (B6) weisen jedoch immer noch moderate mechanische Verspannungen auf. Die elektrische Spannung wird also nur auf 0V kompensiert, weil alle Berge elektrisch kurzgeschlossen sind und sich die erzeugten Ladungen ausgleichen. Diese Eigenschaft des Benchmark-Mikrofondesigns ist für den Regelbetrieb also nicht optimal, da die Nichtlinearitäten, die durch hohe mechanische Spannungen verursacht werden, nicht verhindert werden können. Abb. 5 d) zeigt die

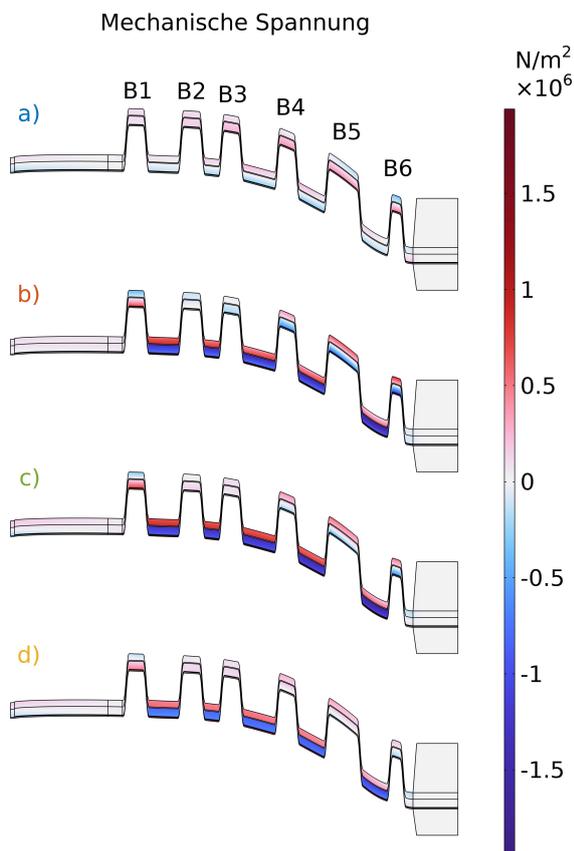


Abb. 5: Summe der Radial- und Azimutalkomponente der mechanischen Spannung in der Membran, die die im Text beschriebenen vier verschiedenen Anregungskonfigurationen (a-d), erzeugen.

mechanische Verspannung bei Betrieb mit geringerer elektrischer Spannungsamplitude,

die zu einer verminderten Verspannung in den Bergelektroden führen würde. Eine Änderung, die diese Eigenschaft der Membran verbessern könnte, wäre den Berg B1 elektrisch nicht an die Bergelektrode anzuschließen. Damit behält man die mechanische Relaxation der intrinsischen Verspannung der Membran durch die Korrugation bei, verringert aber den ungewünschten elektrischen Effekt auf die Bergelektrode. Abb. 6 zeigt den Vergleich zwischen dem so erhaltenen Biegeprofil und dem ursprünglichen Profil aus Abb. 3 bei jeweiliger Spannungskompensation. Man erkennt, dass sich die Auslenkung im modifizierten Fall um etwa 30% verringert, da die Messspannung mit einer 11% geringeren Aktuierungsspannung kompensiert werden kann.

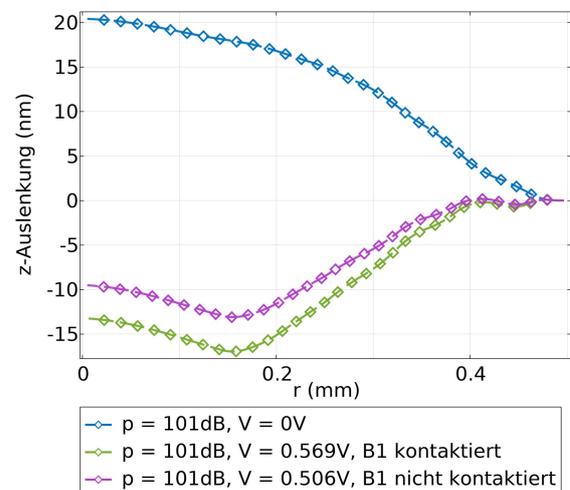


Abb. 6: FEM-Simulation der Auslenkung des Membranprofils von Design A mit/ohne elektrischer Kontaktierung des innersten Korrugationsberges (B1) bei rein akustischer Anregung bei 1kHz (blau), mit zusätzlichem 180° phasenverschobenem elektrischen Anregungssignal, welches die Messspannung kompensiert (grün/violett).

## Diskussion der Ergebnisse

Es stellt sich die Frage, ob sich die im vorigen Abschnitt durch Krafterückkopplung erhaltene Verbesserung der mechanischen Performanz auch in der elektrischen Performanz niederschlägt. Im Wesentlichen besteht diese aus zwei Aspekten: der elektrischen Energie, die die Membran als Sensor liefert, und der elektrischen Energie, die zur Kompensation des Messsignals aufgebracht werden muss.

Tab. 1 vergleicht die Energien der beiden Konfigurationen, die sich durch Gleichung 1 mit der simulierten Maxwellkapazität  $C$  und der Elektrodenladung  $Q$  ergeben.

$$E = \frac{1}{2} Q^2 C^{-1} \quad (1)$$

Es zeigt sich, dass ohne elektrische Kontaktierung des innersten Korrugationsberges (B1) die zur Kompensation der Messspannung benötigte Aktuierungsenergie reduziert wird. Gleichzeitig ist die Sensorenergie leicht erhöht. Dies zeigt, dass die wohlüberlegte Kontaktierung der Elektroden zu einer verbesserten Sensorleistung beitragen kann. Dazu zählt selbstverständlich auch die Wahl, ob die Berg- oder Talelektrode zur Aktuierung oder zum Messen genutzt wird. Die dritte Zeile in Tab. 1 zeigt die Sensor- und Aktuierungsenergie im umgekehrten Fall, dass die Talelektrode das Messsignal liefert, und die Bergelektrode zur Gegenaktuierung genutzt wird. Hier wird ersichtlich, dass sich zwar die Aktuierungsenergie um 66% verringert, gleichzeitig aber die Sensorenergie um 77% sinkt. Da die Sensorleistung in dieser Anwendung im Fokus steht, ist es sicherlich zielführender diese Größe als wichtiger zu bewerten. Ein dezidierter Trade-off muss hier allerdings mit dem Schaltungsdesign vereinbart werden.

Tab. 1: Vergleich zwischen der elektrischen Performanz des Benchmark-Designs mit bzw. ohne elektrischer Kontaktierung des innersten Korrugationsberges (B1).

| Elektrodenkonfiguration            | $E_{\text{Sensor}}$ (aJ) | $E_{\text{Aktuierung}}$ (pJ) |
|------------------------------------|--------------------------|------------------------------|
| <b>B1 kontaktiert</b>              | 144.2                    | 11.7                         |
| <b>B1 nicht kontaktiert</b>        | 147.0                    | 9.3                          |
| <b>Sensor und Aktor vertauscht</b> | 33.7                     | 3.2                          |

## Zusammenfassung

Diese Arbeit zeigt die Möglichkeit zur Regelung durch Kraftrückkopplung für gewellte piezoelektrische Mikrofone durch sowohl Messung als auch Simulation eines Benchmark-Mikrofondesigns. Die Aktuierung eines Elektrodenpaares kann dabei sowohl das elektrische Signal des anderen Elektrodenpaares kompensieren als auch die mechanische Spannung im eingebetteten piezoelektrischen Material reduzieren. Da die Sättigung der mechanischen Spannung die

Quelle von Nichtlinearitäten in der Sensorperformanz darstellt, kann geschlussfolgert werden, dass die Regelung eines geeigneten Mikrofondesigns die Sensorlinearität erhöhen kann. In der Performanz des geregelten Mikrofans besteht ein Konflikt zwischen der Sensorenergie und der zur Kompensation der Messspannung benötigten Aktuierungsenergie. Also muss ein Kompromiss (Trade-off) im Schaltungsdesign gefunden werden.

## Ausblick

Eine weiteres Stellrad zur Optimierung der Sensorperformanz stellt die Längenanpassung der Membrankorugationen dar. [1] Durch die intrinsischen Materialspannungen ist die manuelle Suche nach einem noch performanteren Membrandesign sehr komplex. In der Literatur wird daher auf Optimierungsalgorithmen zurückgegriffen, die die einzelnen geometrischen Parameter der Membrankorugationen variieren, um die Zielgröße der Sensorenergie zu optimieren und damit optimierte Membrandesigns zu finden. [3] Um für den beschriebenen Zielkonflikt zwischen maximaler Sensor- und minimaler Aktuierungsenergie einen möglichst guten Kompromiss zu finden, können Mehrzieloptimierungsalgorithmen angewandt werden. Diese finden Pareto-optimale Lösungen für das Problem und erleichtern somit die Abschätzung des bestmöglichen Mikrofondesigns.

## Literaturnachweis

- [1] Bosetti, G., Bretthauer, C., Bogner, A., Krenzer, M., Gierl, K., Timme, H.-J., Heiss, H., & Schrag, G. (2023). A Novel High-SNR Full Bandwidth Piezoelectric MEMS Microphone Based on a Fully Clamped Aluminum Nitride Corrugated Membrane. 22nd International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers), 366–369.
- [2] Lang, C., & Tielert, R. (1999). A low noise accelerometer with digital PID-type controller and multibit force feedback. Proceedings of the 25th European Solid-State Circuits Conference, 250–253.
- [3] Bosetti, G., Bretthauer, C., Bogner, A., Krenzer, M., Gierl, K., Heiss, H., & Schrag, G. (2024). Design Optimization of a Corrugated Piezoelectric MEMS Microphone applying Genetic Algorithms. 25th International Conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems (EuroSimE), 1–5. doi: 10.1109/EuroSimE60745.2024.10491462

# Miniaturisierter resonanter Wägesensor für die Simultane Thermische Analyse (STA)

*Johanna Baumgärtner<sup>1</sup>, Ralf Moos<sup>1</sup>, Jaroslaw Kita<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Lehrstuhl für Funktionsmaterialien, Universität Bayreuth, 95440 Bayreuth, Deutschland, funktionsmaterialien@uni-bayreuth.de*

## Zusammenfassung

Die simultane Bestimmung von Massenänderungen mittels Thermogravimetrie (TG) und kalorischen Effekten mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) stellt die bedeutendste Kombination thermischer Analyseverfahren dar und wird als Simultane Thermische Analyse (STA) bezeichnet. Im Gegensatz zu konventionellen STA-Geräten, bei denen die Probe in einem Ofen erwärmt wird, wurde ein miniaturisierter Sensor in keramischer Mehrlagentechologie mit eingebettetem Heizleiter und Temperatursensoren entwickelt. Das resonante Messprinzip des Wägesensors basiert auf der Verschiebung der Resonanzfrequenz in Abhängigkeit von der aufgegebenen Probenmasse. Die Schwingungsanregung und Frequenzmessung erfolgt dabei parallel über zwei auf den Stegen des Sensors aufgebrachte Piezoelemente. Die Funktionsfähigkeit des Sensors konnte anhand einer Kalibrierung bei Raumtemperatur sowie an einer anwendungsnahen Simultanen Thermischen Analyse von Kupfersulfat-Pentahydrat nachgewiesen werden. Die Empfindlichkeit des Wägesensors beträgt  $-1,40 \text{ Hz/mg}$ . Der Vergleich mit den Ergebnissen eines konventionellen STA-Gerätes zeigt eine gute Übereinstimmung und eine vielversprechende Auflösung.

**Keywords:** Simultane Thermische Analyse, Thermogravimetrie, DSC, Resonanzfrequenz, Piezoelektrizität

## Motivation

In der „Simultanen Thermischen Analyse“ (STA) werden zwei thermische Analyseverfahren kombiniert, mit dem Vorteil, dass lediglich eine Messung an derselben Probe durchgeführt werden muss und die erhaltenen Ergebnisse aufgrund identischer Umgebungsbedingungen tatsächlich korrelierbar sind [1]. Die bedeutendste Kombination ist die Bestimmung von Massenänderungen in Abhängigkeit von der Temperatur oder Zeit mittels Thermogravimetrie (TG) und die simultane Bestimmung kalorischer Effekte mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) [2]. Konventionelle DSC-Geräte bestehen aus einem Ofen, der die Probe und eine Referenz kontrolliert aufheizt, während deren Temperaturen über zwei Temperatursensoren kontinuierlich gemessen werden. Aus der Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz wird die von der Probe abgegebene und aufgenommene Wärmemenge ermittelt. In Kombination mit der TG ist der Probenträger zusätzlich mit einer thermostatisierten elektronischen Mikrowaage verbunden. Die Nachteile dieser komplexen Geräte liegen unter anderem

in der großen Bauform und den begrenzten Heiz- und Kühlraten aufgrund der hohen Wärmekapazität des Ofens. Insbesondere in der TG werden Zersetzungsprozesse herbeigeführt, wobei aggressive Gase entstehen können, welche die Temperatursensoren oder die Ofenauskleidung schädigen.

Als Alternative wurde in Zusammenarbeit mit der Firma Linseis Messgeräte GmbH, Selb ein miniaturisierter DSC-Sensor in keramischer Mehrlagentechologie (engl. Low Temperature Cofired Ceramics, LTCC) entwickelt. Ermöglicht durch den mehrschichtigen Aufbau verfügt dieser anstelle eines Ofens über einen eingebetteten Heizleiter sowie über integrierte Temperatursensoren und Referenz (Abbildung 1a). Nähere Informationen zur Herstellung und zum Funktionsprinzip des DSC-Sensorchips wurden bereits publiziert [3-5].

Zur Integration der Wägefunktionalität für die thermogravimetrische Analyse wurde der Sensor weiterentwickelt und auf dessen Rückseite um zwei Piezokonraktoren erweitert, die den Sensor berührungslos zu Schwingungen anregen und dessen Schwingfrequenz messen (Abbildung 1b).

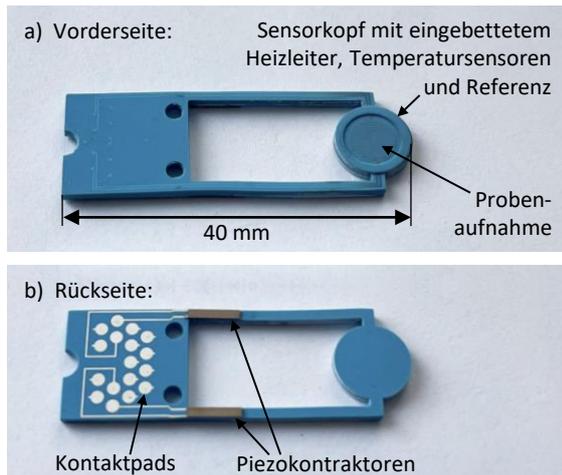


Abb. 1: Miniaturisierter keramischer STA-Sensor mit in den Sensorchip eingebetteten Funktionselementen (Heizleiter, Temperatursensoren und Referenz). a) Vorderseite mit Probenaufnahme. b) Rückseite mit Piezokontraktoren zur Schwingungsanregung und -messung.

### Funktionsprinzip des Wägesensors

Das resonante Messprinzip des Wägesensors beruht auf der Verschiebung der Resonanzfrequenz des Sensorchips in Abhängigkeit von der aufgegebenen Probenmasse.

Ein Piezoelement, das auf der Oberfläche der Stege des Sensors angebracht ist, erzeugt durch eine periodische sinusförmige Kraft die Schwingungsanregung des Sensors. Parallel dazu wird die Schwingfrequenz mit dem zweiten Piezoelement gemessen, die aufgrund der vorliegenden erzwungenen Schwingung der Erregerfrequenz entspricht. Bei Annäherung der Erregerfrequenz an die Resonanzfrequenz nimmt die Schwingungsamplitude zu und erreicht in der Resonanz ihr Maximum. Um eine hohe Abtastrate des Wägesensors zu ermöglichen, wird ein Frequenzsweep in einem engen Bereich um die Resonanz durchgeführt und die Resonanzfrequenz über das Amplitudenmaximum ermittelt. Nach der Kalibrierung des Sensors kann die detektierte Frequenzänderung in eine Massenänderung umgerechnet werden.

Alternative Möglichkeiten der Anregung und Frequenzmessung wurden ebenfalls publiziert und umfassen piezoresistive, optische und akustische Methoden [6].

### Messungen

Zur Bestimmung der Empfindlichkeit des Wägesensors wurde eine Messung mit Kalibrierproben unterschiedlicher Masse bei

Raumtemperatur durchgeführt. Die gemessene Resonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Probenmasse ist in Abbildung 2a für drei Reproduktionsmessungen dargestellt. Mit zunehmender Probenmasse verschiebt sich die Resonanzfrequenz nach unten. Für kleine Massenänderungen kann dabei ein linearer Zusammenhang angenommen und beobachtet werden. Die aus der Steigung ermittelte Empfindlichkeit beträgt  $-1,40 \text{ Hz/mg}$  und zeigt eine sehr gute Reproduzierbarkeit.

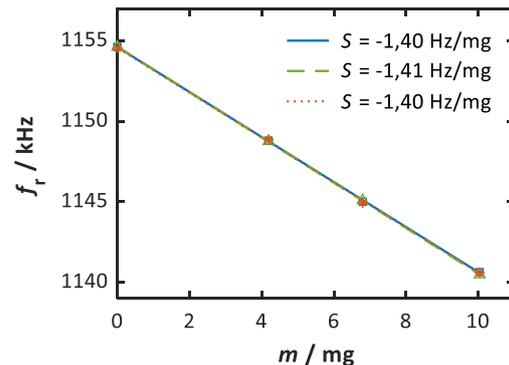


Abb. 2: Bestimmung der Empfindlichkeit des Wägesensors bei Raumtemperatur: Resonanzfrequenz in Abhängigkeit der Probenmasse für drei Messungen.

Zur Charakterisierung der STA-Funktionalität wird Kupfersulfat-Pentahydrat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ , ein häufig verwendetes Referenzmaterial) vermessen, da es beim Erwärmen durch den Verlust von Kristallwasser drei definierte Massenverlustschritte aufweist [1].

Abbildung 2b zeigt die simultan aufgenommenen DSC- und TG-Kurven des miniaturisierten Sensorchips für drei Reproduktionsmessungen (blau, grün, rot) im Vergleich zu einem konventionellen STA-Gerät (TG/DTA, schwarz). Die Differenzthermoanalyse (DTA) lässt in Abgrenzung zur DSC lediglich qualitative Aussagen zu und dient der Ermittlung charakteristischer Temperaturen [8]. Zur Kompensation des temperaturabhängigen E-Moduls und der thermischen Ausdehnung, welche Auswirkungen auf die Resonanzfrequenz zeigen, wurde für die Chip-Messungen eine rechnerische Basislinienkorrektur durchgeführt. Die Heizrate aller Messungen betrug  $10 \text{ K/min}$  bei Probenmassen von ca.  $5 \text{ mg}$ .

Der Massenverlust ist im DSC- bzw. DTA-Signal als endothermer Peak sichtbar, während das TG-Signal die Probenmasse prozentual bezogen auf die Anfangsmasse angibt. Die geringe Abweichung der Onset-Temperaturen der Massenverlustschritte

resultiert aus den unterschiedlichen atmosphärischen Verhältnissen. Während die Sensormessung in ruhender Luft erfolgte, wurde beim konventionellen Gerät zum Schutz der Apparatur ein Stickstoffvolumenstrom von 100 ml/min angelegt. Jedoch stimmen die Onset-Temperaturen der mit dem STA-Sensor gemessenen DSC- und TG-Kurven sehr gut überein. Weiterhin zeigen die Chip-Messungen eine gute Reproduzierbarkeit. Der Vergleich mit dem TG-Signal des konventionellen Gerätes offenbart zudem eine gute Übereinstimmung in der Höhe der Stufen.

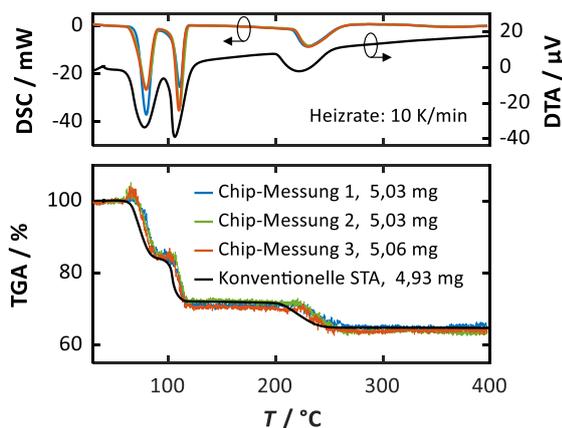


Abb. 3: Simultane Thermische Analyse von Kupfersulfat-Pentahydrat mit dem miniaturisierten Sensorchip (blau, grün, rot) im Vergleich zu einer konventionellen STA (schwarz): DSC-Signal (Chip-Messung) bzw. DTA-Signal (konventionelle STA) und TG-Signal bei einer Heizrate von 10 K/min. Daten der Chip-Messungen entnommen aus [8].

### Zusammenfassung

Es wurde ein miniaturisierter STA-Sensor entwickelt, welcher alle notwendigen Funktionselemente zur Durchführung einer kombinierten DSC-TG-Analyse aufweist. Das Funktionsprinzip der Massenbestimmung über die Verschiebung der Resonanzfrequenz wurde zunächst bei Raumtemperatur anhand einer Kalibriermessung nachgewiesen. Die daraus ermittelte Empfindlichkeit des Wägesensors beträgt  $-1,40 \text{ Hz/mg}$ . Die STA-Funktionalität des Sensors konnte in einer Messung bis  $400 \text{ °C}$  anhand eines Referenzmaterials (Kupfersulfat-Pentahydrat) reproduzierbar gezeigt werden. Beim Vergleich mit einem konventionellen Gerät kann eine gute Übereinstimmung in der Höhe der Stufen festgestellt werden.

Die durchgeführten Messungen legen nahe, dass mit dem miniaturisierten Wägesensor kombinierte TG- und DSC-Messungen mit vielversprechender Auflösung möglich sind.

Wir danken der Bayerischen Forschungsförderung für die Unterstützung im Projekt „Miniaturisiertes DSC-Gerät mit integrierter Wägeeinrichtung (WDSC)“.

### Literaturnachweis

- [1] G.W.H. Höhne, W.F. Hemminger, H.-J. Flammersheim: *Differential Scanning Calorimetry*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, Germany (2003), doi: 10.1007/978-3-662-06710-9.
- [2] J. Van Humbeeck, Simultaneous Thermal Analysis, In: M.E. Brown (ed.), *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*, Elsevier Science B.V. (1998), p. 497-508, doi: 10.1016/S1573-4374(98)80014-9.
- [3] W. Missal, J. Kita, E. Wappler, F. Gora, A. Kipka, T. Bartnitzek, F. Bechtold, D. Schabbel, B. Paw-lowski, R. Moos: Miniaturized Ceramic Differential Scanning Calorimeter with Integrated Oven and Crucible in LTCC Technology, *Sensors and Actuators A: Physical*, 172, 21–26 (2011); doi: 10.1016/j.sna.2011.01.025.articles.
- [4] W. Missal, J. Kita, E. Wappler, F. Bechtold, R. Moos: Calorimetric Sensitivity and Thermal Resolution of a Novel Miniaturized Ceramic DSC Chip in LTCC Technology, *Thermochimica Acta*, 543, 142–149 (2012); doi: 10.1016/j.tca.2012.05.019.
- [5] J. Kita, W. Missal, E. Wappler, F. Bechtold, R. Moos: Development of a Miniaturized Ceramic Differential Calorimeter Device in LTCC Technology, *Journal of Ceramic Science and Technology*, 4, 137–144 (2013); doi: 10.4416/JCST2013-00008.
- [6] J. Distler, T. Wöhr, R. Werner, M. Gerlach, M. Gollner, F. Linseis, J. Kita, R. Moos: Miniaturized differential scanning calorimeter with an integrated mass sensing system: first steps, *Journal of Sensors and Sensor Systems*, 12, 9–19 (2023), doi: 10.5194/jsss-12-9-2023.
- [7] L. Cheng, W. Li, Y. Li, Y. Yang, Y. Li, Y. Cheng, D. Song: Thermal analysis and decomposition kinetics of the dehydration of copper sulfate pentahydrate, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 135, 2697-2703 (2019); doi: 10.1007/s10973-018-7595-y.
- [8] J. Distler, R. Werner, M. Gerlach, M. Gollner, F. Linseis, J. Kita, R. Moos: Development of a Miniaturized Combined DSC and TGA Sensor, *Proceedings SMSI 2023*, 8.-11. Mai 2023, Nürnberg, Germany, p. 294-295, doi: 10.5162/SMSI2023/P07.

# Batch-Fabrikation und Schwingungscharakterisierung ko-resonant gekoppelter Cantilever-Systeme für Sensoranwendungen

*Ioannis Lampouras<sup>1</sup>, Julia Körner<sup>2</sup>*

*<sup>1</sup>Leibniz Universität Hannover, Hannover, 30167, Deutschland*

*[lampouras@geml.uni-hannover.de](mailto:lampouras@geml.uni-hannover.de); [koerner@geml.uni-hannover.de](mailto:koerner@geml.uni-hannover.de)*

## Zusammenfassung

In diesem Beitrag wird ein Herstellungsprozess für ko-resonant gekoppelte Cantilever-Sensoren vorgestellt. Das Funktionsprinzip derartiger Sensoren beruht auf der mechanischen Kopplung in Kombination mit der Eigenfrequenzanpassung beider Schwinger, womit eine sehr hohe Messempfindlichkeit für die Detektion kleinster Massen und Kräfte erreicht werden kann.

Die nötigen Voraussetzungen zur Einstellung eines ko-resonanten Zustandes stellen hohe Anforderungen an die Präzision und Kontrolle eines möglichen Herstellungsprozesses. Hier wird ein neu entwickelter Batch-Prozess vorgestellt, mit dem es erstmals möglich wird, ko-resonant gekoppelte Strukturen mit vordefinierten Parametern und Eigenschaften auf Basis von Silizium-Nitrid reproduzierbar durch Mikrofabrikation herzustellen. Sowohl bei der statischen (Abmessungen) als auch der dynamischen Charakterisierung (Schwingungsverhalten) zeigen die erzeugten Strukturen die gewünschten Eigenschaften.

**Keywords:** Cantilever-Sensoren, ko-resonantes Prinzip, Mikrofabrication, Batch-Prozess, Silizium-Nitrid

## Motivation

Cantilever Sensoren finden eine breite Anwendung zur Untersuchung von Materialien, beispielweise mittels Rastersondenmethoden, sowie für Gassensoren oder Massendetektion [1,2]. Im Zuge einer zunehmenden Miniaturisierung der zu untersuchenden Proben bzw. immer kleineren Messgrößen ist eine Steigerung der Sensitivität eine zentrale Herausforderung für derartige Sensoren. Dieser kann zum Beispiel durch eine Reduzierung der Abmessungen in den Nanometerbereich begegnet werden. Auf Grund der geringen Federkonstante und effektiven Masse des Cantilevers kann dadurch eine sehr hohe Empfindlichkeit erreicht werden, jedoch ist eine stabile und zuverlässige Schwingungsdetektion mit in kommerziellen Geräten etablierten Laser-basierten Methoden kaum möglich. Stattdessen müssen komplexe Methoden zur Bestimmung des Schwingungsverhaltens eingesetzt bzw. völlig neue Ansätze zur Steigerung der Empfindlichkeit entwickelt werden [3,4].

## Das ko-resonante Prinzip

Die Nutzung eines ko-resonanten Zustandes von gekoppelten Schwingern ist ein solches Konzept, mit dem eine deutliche Steigerung der Empfindlichkeit erreicht werden kann, während weiterhin eine Detektion des

Schwingungszustandes mit etablierten Methoden möglich ist [5]. Es basiert auf der mechanischen Kopplung und Eigenfrequenzanpassung zwischen einem Mikrocantilever und einem hochempfindlichen Nanocantilever. Wenn die Eigenfrequenzen dieser beiden Schwinger trotz deutlich unterschiedlicher Geometrien auf eine Abweichung von weniger als 20% angepasst werden, entsteht ein ko-resonanter Systemzustand. Hierbei wird jede Änderung des Schwingungszustandes des Nanocantilevers durch einen äußeren Einfluss (z.B. Massebelastung oder Kraftwirkung) auf den Mikrocantilever übertragen, an welchem die Schwingungsdetektion mit Laser-basierten Methoden erfolgt. In verschiedenen Experimenten konnten mit diesem Prinzip Signalsteigerungen um mehrere Größenordnungen erreicht werden [5-7].

## Herausforderung: Sensorherstellung

Der Kernaspekt des Konzeptes ist die Eigenfrequenzanpassung der Schwinger während diese gleichzeitig geometrisch auf ihre jeweilige Aufgabe optimiert sind, d.h. der Nanocantilever möglichst sehr biegeweich und mit geringer Masse (d.h. Dicken im Nanometerbereich), und der Mikrocantilever mit einer Breite von mindestens 5-10  $\mu\text{m}$  und einer Dicke im einstelligen Mikrometerbereich zur

stabilen Schwingungsdetektion.

Eine Möglichkeit der Frequenzanpassung ist das Trimmen bzw. die Masseabscheidung auf dem Nanocantilever, um dessen üblicherweise höhere Eigenfrequenz an die des Mikrocantilevers anzunähern. Dies ist jedoch ein Fehleranfälliger Prozess, der zudem kaum die Einstellung vorhersagbarer Sensorparameter erlaubt und für eine Massenproduktion gleichartiger Sensoren ungeeignet ist.

Eine weitere Möglichkeit besteht in der Wahl geeigneter Abmessungen, so dass eine inhärente Eigenfrequenzanpassung erreicht wird. Diese passenden Geometrien können auf Grundlage theoretischer Modelle ausgehend von den gewünschten Sensorparametern errechnet werden [8]. Dies stellt jedoch hohe Anforderungen an einen Herstellungsprozess, da die berechneten Abmessungen mit hoher Präzision erzeugt werden müssen. Das betrifft insbesondere das Aspektverhältnis des Nanocantilevers, für welchen üblicherweise Dicken im Bereich weniger Nanometer bei Längen von mehreren zehn Mikrometern erforderlich sind.

#### Lösung: Batch-Prozess für ko-resonante Sensoren auf Silizium-Nitrid-Basis

Hier wird ein Prozess vorgestellt, mit dem derartige ko-resonant gekoppelte Cantileversysteme aus Siliziumnitrid mit konventionellen Mikrostrukturierungsmethoden hergestellt werden können (Abb. 1 und 2) [9].

Das Ausgangsmaterial ist 1  $\mu\text{m}$  dickes spannungsarmes Siliziumnitrid (SiN) auf einem 380  $\mu\text{m}$  Siliziumwafer. Zunächst werden auf der Vorderseite des Wafers die Geometrie des Mikrocantilevers und der Bereich des Nanocantilevers photolithographisch definiert und mittels Trockenätzen auf die gewünschte Dicke des Nanocantilevers abgedünnt (Zieldicke im Beispielsensor: 100 nm). Auf der Rückseite des Wafers wird der gesamte Sensorbereich definiert und das Rückseitensilizium mittels nasschemischem KOH-Ätzen entfernt. Anschließend wird der Nanocantilever mittels Trockenätzschritt auf der Vorderseite in der gewünschten Länge freigestellt und abschließend der Fotolack mittels Sauerstoffplasma entfernt, um ein Verbiegen oder Abreißen des Nanocantilevers zu verhindern.

Mit dem entwickelten Herstellungsprozess können ko-resonant gekoppelte Cantilever-Sensoren mit geometrischer Eigenfrequenzanpassung und vordefinierten Sensorparametern mit hoher Präzision und Reproduzierbarkeit im Batch-Prozess hergestellt werden. Bei der Prozessierung mehrerer Wafer

wurde eine durchschnittliche Ausbeute von intakten Sensoren pro Wafer von 83,6% bestimmt. Als intakt gelten dabei alle Sensoren, bei denen der Nanocantilever nicht abgerissen oder verbogen ist.

Für die wichtigsten Geometrieparameter Länge und Dicke des Nanocantilevers, welche schlussendlich die Empfindlichkeit des System bestimmen, wurde eine Abweichung von  $\pm 1,4\%$  bzw.  $\pm 20\%$  zwischen den hergestellten und den erwarteten Werten erreicht. Dies führt zu einer Streuung der Eigenfrequenz des Nanocantilevers von  $\pm 11\%$  [9].

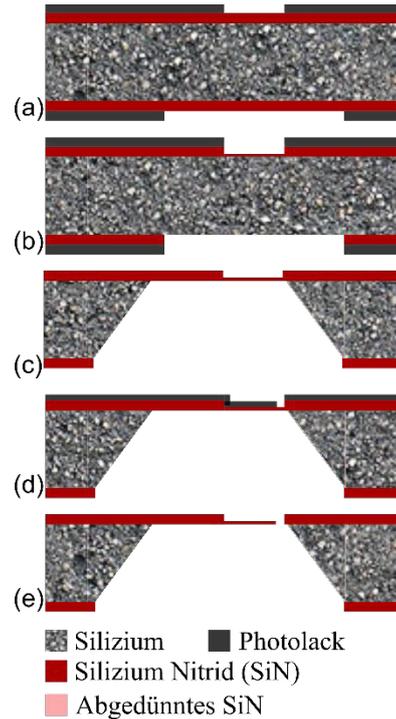


Abb. 1: Seitenansicht der wichtigsten Prozessschritte zur Herstellung ko-resonant gekoppelter Systeme. (a) Photolackstrukturierung der Vorder- und Rückseite; (b) Abdünnen des Nanocantilever-Bereiches auf der Vorderseite und Öffnen des SiN der Rückseite; (c) Freistellen der Struktur durch KOH-Ätzen des Rückseitensiliziums; (d) Definieren der Nanocantileverlänge; (e) Fertige Struktur nach RIE zum Release des Nanocantilevers und Entfernung des Photolackes mittels Sauerstoffplasma (angelehnt an [9]).

Die vergleichsweise große Schwankungsbreite der Dicke des Nanocantilevers resultiert maßgeblich aus der Dickenvariation der SiN-Schicht des Ausgangswafers. Die Prozessierung mehrerer Wafer hat gezeigt, dass eine präzise Vorcharakterisierung der SiN-Dicken mittels Ellipsometrie sehr wichtig ist, um

im Layout die Geometrien der beiden Cantilever, sowie im Prozess die Trockenzeit zum Abdünnen abzustimmen.

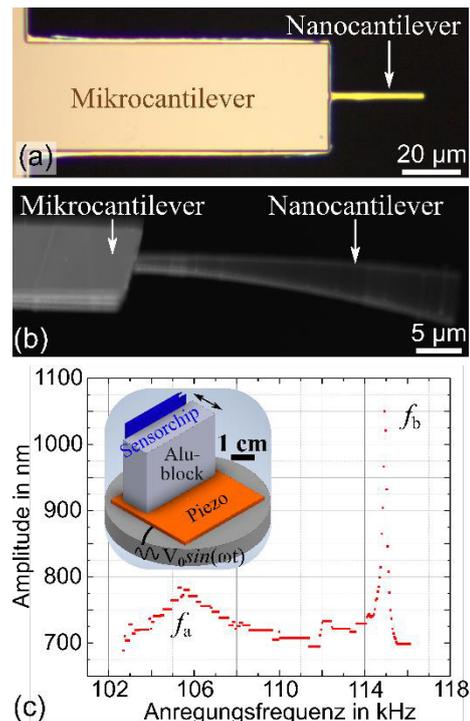
In diesem Fall liegen reproduzierbar ca. 70% der hergestellten Strukturen pro Wafer in einem Bereich von  $\pm 20\%$  des vordefinierten Frequenzanpassungsgrades [9].

### Charakterisierung der dynamischen Schwingungseigenschaften

Zusätzlich zur Analyse der geometrischen Abmessungen wurde das dynamische Schwingungsverhalten der hergestellten Systeme charakterisiert um zu ermitteln, ob das berechnete Verhalten und mithin die gewünschten Sensoreigenschaften erreicht werden können. Hierzu wurden entsprechende Schwingungsexperimente in der Vakuumkammer eines Rasterelektronenmikroskops (REM) durchgeführt. Der dafür entworfene Schwingungs-Probenhalter besteht aus einer Scherpiezo-Platte mit einem aufgeklebten Aluminiumblock auf dem das zu charakterisierende Sensorsystem mittels Leitsilber angebracht wird (Abb. 2c). Der Piezo wird von außen mit einem Funktionsgenerator mit einer sinusförmigen Wechselspannung angeregt. Durch die Geometrie des Probenhalters wird die Scherbewegung des Piezos in eine Schwingungsanregung des gekoppelten Cantileversystems in dessen Vorzugsrichtung übersetzt und die Auslenkung kann direkt im REM beobachtet werden (vgl. Inset in Abb. 2c).

**Tab. 1:** Eigenschaften des in Abb. 2 gezeigten ko-resonanten Systems. Bei  $f_{\text{eigen}}$  handelt es sich um die Eigenfrequenzen der Einzelbalken, die aus den geometrischen Abmessungen berechnet wurden. Die Resonanzfrequenzen des gekoppelten Systems wurden aus Schwingungsexperimenten und aus theoretischen Rechnungen bestimmt.

| Einzelcantilever   |                      |                      |
|--------------------|----------------------|----------------------|
|                    | Mikrocantilever      | Nanocantilever       |
| Länge              | 103,1 $\mu\text{m}$  | 34 $\mu\text{m}$     |
| Breite             | 39,5 $\mu\text{m}$   | 2 $\mu\text{m}$      |
| Dicke              | 0,9884 $\mu\text{m}$ | 0,1034 $\mu\text{m}$ |
| $f_{\text{eigen}}$ | 145,58 kHz           | 139,63 kHz           |
| Gekoppeltes System |                      |                      |
|                    | $f_a$ (linker Peak)  | $f_b$ (rechter Peak) |
| Messung            | 105,8 kHz            | 114,8 kHz            |
| Rechnung           | 138,47 kHz           | 146,80 kHz           |



**Abb. 2:** (a) Draufsicht auf ein exemplarisches hergestelltes ko-resonantes Cantilever-System aus SiN. (b) Seitenansicht im Schwingungsfall (Anregungsfrequenz 116,4 kHz, Spannungsamplitude am Piezo 1000 mV, wobei nur das freie Ende des Mikrocantilevers und der Nanocantilever gezeigt ist. (c) Amplitudenfrequenzgang des exemplarischen Sensors (Eigenschaften in Tab. 1). Das Inset zeigt eine schematische Darstellung des Schwingungsprobenhalters.

Zu Aufnahme von Amplitudenfrequenzgängen wird die Anregungsfrequenz des Piezos im entsprechenden Bereich um die Resonanzfrequenz des Systems gesweept und für jede Frequenz ein REM-Bild gespeichert. Mittels Postprozessing können aus diesen Bildern die Amplituden beider Cantilever bestimmt und daraus die Amplitudenfrequenzgänge ermittelt werden (vgl. Abb. 2c). Anhand derartiger Kurven können außerdem weitere Systemeigenschaften, z.B. Gütefaktoren der Resonanzpeaks, Frequenzverschiebung bei einer Massenbeladung oder linearer Schwingungsbereich bestimmt und mit den berechneten Modellvorhersagen verglichen werden.

In Tab. 1 sind die relevanten Werte für einen exemplarischen Sensor zusammengefasst. Erste Untersuchungen zeigen eine gute Übereinstimmung der experimentell ermittelten

und per Design definierten Sensorparameter. Weiterführende Untersuchungen werden sich mit dem Dämpfungsverhalten, sowie spezifischen Anwendungen beschäftigen.

### Zusammenfassung und Ausblick

Mit dem beschriebenen Herstellungsprozess können erstmals ko-resonante Sensorstrukturen auf Basis von Silizium-Nitrid mit vordefinierten Eigenschaften reproduzierbar und im Batch-Verfahren hergestellt werden. Der Grad der Eigenfrequenzanpassung wird dabei über die Abmessungen der beiden Cantilever eingestellt, was eine sehr gute Präzision und Prozesskontrolle erfordert.

Die Charakterisierung der statischen und dynamischen Eigenschaften zeigt, dass die hergestellten ko-resonanten Strukturen das gewünschte Verhalten aufweisen. Damit ist eine wichtige Grundlage für zukünftige breitere Anwendung des ko-resonanten Sensorprinzips geschaffen.

### Literaturnachweis

- [1] A. Boisen, S. Dohn, S. S. Keller, S. Schmid, M. Tenje, *Report on Progress in Physics* 74, 036101 (2011); doi:10.1088/0034-4885/74/3/036101
- [2] B. N. Johnson, R. Mutharasan, *Biosensors and Bioelectronics* 32, 1 (2012); doi:10.1016/j.bios.2011.10.054
- [3] S. An, B. Kim, S. Kwon, G. Moon, M. Lee, W. Jhe, *PNAS* 115, 2884 (2018); doi:10.1073/pnas.1716067115
- [4] S. Leahy, Y. Lai, *Journal of Applied Physics* 122, 064502 (2017); doi:10.1063/1.4989959
- [5] C. F. Reiche, J. Körner, B. Büchner, T. Mühl, *Nanotechnology* 26, 335501 (2015); doi:10.1088/0957-4484/26/33/335501
- [6] J. Körner, C. F. Reiche, R. Ghunaim, R. Fuge, S. Hampel, B. Büchner, T. Mühl, *Scientific Reports* 7, 8881 (2017); doi:10.1038/s41598-017-08340-z
- [7] J. Körner, *Journal of Materials Research* 33, 2504 (2018); doi:10.1557/jmr.2018.295
- [8] J. Körner, *Beilstein Journal of Nanotechnology* 9, 2546–2560 (2018); doi:10.3762/bjnano.9.237
- [9] I. Lampouras, M. Holz, S. Strehle, J. Körner, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 34, 015005 (2024); doi:10.1088/1361-6439/ad0d80

### Danksagung

Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft finanziert (DFG Projekt KO5508/3-1). Die Autoren danken dem Zentrum für Mikro- und Nanotechnologien der TU Ilmenau und insbesondere Steffen Strehle, Mathias Holz, Arne Albrecht, Christian Koppka und Henry Romanus sowie Manouela Breiter und Andrea Knauer für die Unterstützung der Arbeiten.

# Inline-Monitoring der Aushärtung von applizierten Klebstoffen mittels kostengünstiger Terahertz-Methoden

*Marcel Mayr<sup>1</sup>, Luis Wachter<sup>1</sup>, Michael Heilig<sup>1</sup>, Linda Mittelberg<sup>1</sup>, Benjamin Baudrit<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>SKZ-KFE gGmbH, Friedrich-Bergius-Ring 22, D-97076 Würzburg

Im Rahmen eines Forschungsprojektes wurden die Terahertz (THz)- und Mikrowellenradar-Technik für die Überwachung der Aushärtung von physikalisch sowie chemisch härtenden Klebstoffen, die zwischen verschiedenen Substraten appliziert wurden, untersucht. Dabei wurde auch die Abhängigkeit der Umgebungsbedingung wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit betrachtet. Zur Durchführung von Vergleichsmessungen wurden die Referenzverfahren Rheologie, Differenzkalorimetrie und Infrarot-Spektroskopie eingesetzt. Es wurde gezeigt, dass eine Verbindung zwischen den Messsignalen und dem Aushärtevergang besteht. Weiterhin wurde ein mathematischer Zusammenhang identifiziert, dessen Parameter Aussagen über einzelne Kennwerte des Aushärtevergangs zulassen.

**Keywords:** Zerstörungsfreie Prüfung, Terahertz-Technik, Mikrowellenradar, Klebstoffe, Materialkenn-daten

## Einleitung

Am Kunststoff-Zentrum SKZ, einem Mitglied der Zuse-Gemeinschaft, werden zerstörungsfreie Messtechniken entwickelt und eingesetzt, um Informationen über Kunststoffbauteile und kunststoffverarbeitende Prozesse, die mit bloßem Auge nicht sichtbar sind, zu erhalten. Ein Forschungsschwerpunkt liegt hierbei in der messtechnischen Erfassung und Charakterisierung von Aggregatzustandsänderungen. Diese treten beispielsweise während der Verarbeitung beim Aufschmelzen und Erstarren von Thermoplasten oder bei der Aushärtung von Klebstoffen auf. So werden letztere zunächst flüssig viskos zwischen Substraten appliziert und ändern im Rahmen der Aushärtung ihren Aggregatzustand durch Vernetzung, um ihre Klebwirkung zu entfalten. Bei den meisten industrierelevanten Applikationen ist die Klebeschicht im Anschluss von außen nicht mehr zugänglich und damit mit herkömmlichen Methoden nicht prüfbar. Um dennoch sicherzustellen, dass die Aushärtung vor der Weiterverarbeitung zuverlässig stattgefunden hat, wird gängiger Weise mit großen Sicherheitsfaktoren in Bezug auf seitens der Hersteller definierten Aushärtezeiten gearbeitet. Die realen Aushärtezeiten sind jedoch maßgeblich von den vor Ort herrschenden Produktionsbedingungen abhängig. So beeinflussen je nach Klebstoffsystem die Temperatur, Luftfeuchtigkeit, die angesetzte Klebstoffmenge und das Mischungsverhältnis zweikomponentiger (2K) Klebstoffe die Aushärtereaktion signifikant. Herstellerangaben für untersuchte Kleinmenge im Labor dienen daher primär der Orientierung und können nicht zur

Optimierung technischer Abläufe genutzt werden.

Zur Lösung dieser Frage wurde in einem Forschungsprojekt die Terahertz (THz)- sowie die Mikrowellenradar-Technik eingesetzt, um anhand der generierten Messsignale Aussagen über das Klebstoffverhalten an einem geklebtem Bauteil treffen zu können.

## Stand der Technik

Zum Stand der Technik zählen zahlreiche Methoden zur Charakterisierung von Klebstoffen, die jedoch zumeist für die Untersuchung von Kleinstmengen im Labor geeignet sind. Sie arbeiten daher in der Regel nicht zerstörungsfrei, berührungslos sowie geometrieunabhängig und sind daher nicht zur Anwendung an Realbauteilen, bei denen die applizierten Klebstoffe oftmals nicht von außen direkt zugänglich sind, geeignet: Rheologie [1], Chromatografie [2], Infrarot (IR)-Spektroskopie [3, 4], Massenspektrometrie [5, 6], mikroskopische Methoden [7, 8], dynamisch-mechanische Analyse [9, 10], Computertomografie [11, 12], Zugscherprüfung [13], dynamische Differenzkalorimetrie [14] oder unilaterale Magnetresonanz [15–17].

Zusammenfassend besteht aktuell kein geeignetes System zur Aushärteüberwachung für applizierte Klebungen, welches zusätzlich mobil eingesetzt werden kann.

## THz- und Mikrowellenradar-Messtechnik

Die THz- und Mikrowellenradar-Technik sind berührungslose und zerstörungsfreie Messmethoden, welche in Transmissions- und Reflexionsanordnung genutzt werden können [18, 19]. Beide Messanordnungen ermöglichen integral

durch ein geklebtes System zu messen, wobei in Reflexionsgeometrie zusätzlich Informationen über Grenzschichten erhalten werden. Dies ermöglicht zusätzlich die Gewinnung von Dickeninformationen, was z. B. bei einem Klebstoffschumpf interessant ist, sowie Tiefeninformationen, die helfen können, die Vernetzung entlang des Bauteilquerschnitts zu erfassen. Bei der Aushärteüberwachung wird die Änderung der Absorption der elektromagnetischen Wellen genutzt, die sich auf eine Änderung der Polymerkettenlänge der Klebstoffe je nach Aushärtefortschritt zurückführen lässt. Messtechnisch lassen sich Absorptionseigenschaften über die Dämpfung der Messsignale erfassen. In Abbildung 1 ist das Funktionsprinzip eines THz-Zeitbereichsspektrometers in Transmissionsanordnung dargestellt. Dabei werden mittels eines Laserpulses in halbleiterbasierten photoleitenden Antennen THz-Wellen erzeugt und anschließend von einem Empfänger mittels einer Verschiebestrecke detektiert. Zwischen den THz-Antennen befindet sich das geklebte System, welches mit den THz-Wellen wechselwirkt.

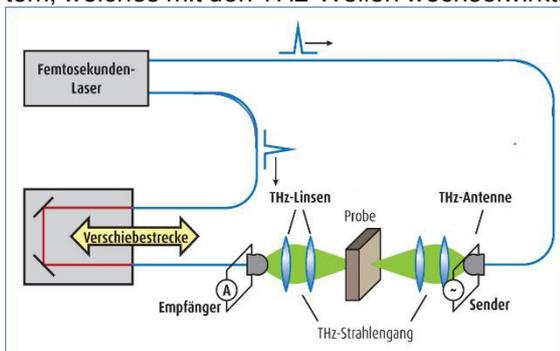


Abbildung 1: Funktionsprinzip eines THz-Zeitbereichsspektrometers

Die genutzte Mikrowellenradar-Technik basiert auf dem Prinzip von frequenzmodulierten, kontinuierlichen Wellen (engl.: frequency modulated continuous wave, FMCW, vgl. Abbildung 2 (1)). Die Radarwellen werden an Grenzflächen wie dem Übergang zum Klebstoff reflektiert und transmittiert und gelangen anschließend wieder zum Radar (2). In diesem findet eine Mischung zwischen der ausgesendeten und der empfangenen Frequenzrampe statt, dessen Zwischenfrequenzen genau den Abständen der Grenzflächen vom Radar entsprechen ((3) und (4)). Auch bei der Mikrowellenradar-Technik werden Dämpfungseffekte genutzt, um Aussagen über die Aushärtung des Klebstoffes zu treffen.

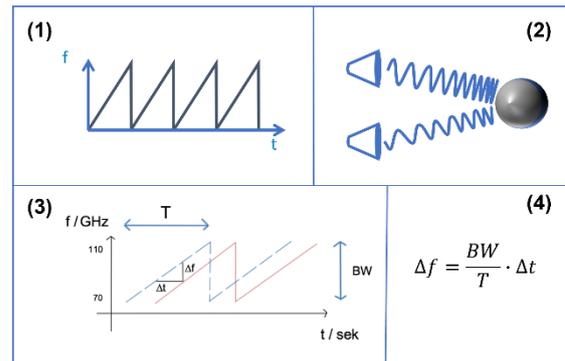


Abbildung 2: Funktionsprinzip eines FMCW-Radars

### Klebstoffe

Zum einen gibt es physikalisch abbindende Systeme wie z. B. Dispersions-, Lösemittel- oder Schmelzklebstoffe. Dabei verfestigt sich der Klebstoff durch physikalische Prozesse wie z. B. das Verdunsten des Lösungsmittels. Zum anderen existieren chemisch abbindende Adhäsive, die auch Reaktionsklebstoffe genannt werden und mittels Polymerisation, Polyaddition oder Polykondensation aushärten [20]. In dem Forschungsprojekt wurden sowohl physikalisch abbindende Systeme sowie Reaktionsklebstoffe untersucht, wobei diese entweder als ein- oder zweikomponentige Systeme vorlagen. Weiterhin wurden die Klebstoffe zwischen Substraten appliziert und anschließend gemessen, damit eine reale Anwendung nachgestellt werden kann, da die meisten Klebstoffe nach Anwendung von außen nicht mehr zugänglich sind.

### Durchführung der Messungen

Es wurden Messaufbauten zur Untersuchung der Klebstoffe mittels THz- sowie Mikrowellenradar-Technik konstruiert. Neben einem Aufbau zur gleichzeitigen Untersuchung von drei länger aushärtenden Klebstoffen wurde auch ein Aufbau zur Untersuchung schnell härtender Klebstoffproben jeweils in Transmissionsgeometrie aufgebaut (vgl. Abbildung 3). Zusätzlich wurde eine Klimakammer konstruiert, in welcher eine konstante Temperatur und Luftfeuchtigkeit während einer Messung eingestellt werden konnte.

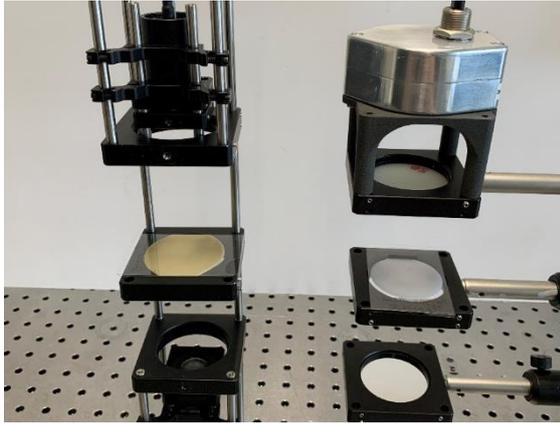


Abbildung 3: Messaufbau für die THz-Technik (links) und das Mikrowellenradar (rechts) zur Untersuchung der Aushärtung von zwischen Materialien (Glas) applizierten Klebstoffen

### THz- und Mikrowellenradar-Ergebnisse

Abbildung 4 zeigt vergleichend THz-Messsignale einer Referenzmessung (Substrate ohne Klebstoff) und mehrere Probenmessungen mit dem applizierten Klebstoff SikaFast 555 L05 der Firma Sika Deutschland GmbH zu verschiedenen Aushärtezeiten. Aufgrund des Klebstoffes kommt es gegenüber dem Referenzsignal zu einer zeitlichen Verschiebung und einer Dämpfung. Weiterhin ist eine Abnahme der Dämpfung des THz-Signals im Laufe der Aushärtung zu sehen. Die Auswertung der THz-Amplitude bei der Probenmessung über die Aushärtezeit ist in Abbildung 5 an drei parallel gemessenen Polymerisationsklebstoffen SikaFast 555 L05 der Firma Sika Deutschland GmbH zu sehen, welcher mit Kettenwachstumsreaktion aushärtet. Hierbei ist ab etwa 6 min eine steigende Zunahme der Amplitude zu erkennen, welche ab etwa 15 min in Sättigung geht. Dieses Verhalten ist mit einer Aushärtereaktion des Klebstoffes zu korrelieren, was in den späteren Referenzmessungen bestätigt wird. Der geringe Versatz zwischen den drei Probenmessungen konnte mit einem Unterschied in der jeweiligen Klebstoffdicke erklärt werden. So ist in Grün die dünnste ( $1,30 \pm 0,02 \text{ mm}$ ) und in Rot ( $1,52 \pm 0,02 \text{ mm}$ ) die dickste Klebeschicht gezeigt. Vergleichend zu diesen Messungen sind in Abbildung 6 die Ergebnisse einer THz-Messung an dem Polyadditionsklebstoff SikaForce 7570 HP der Firma Sika Deutschland GmbH dargestellt. Dieser Klebstoff härtet mittels Stufenwachstumsreaktion aus und hat nach den Herstellerangaben eine größere Aushärtezeit, was sich in der später eintretenden Sättigung zeigt.

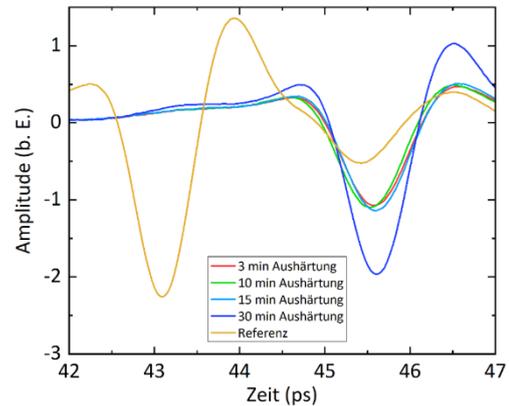


Abbildung 4: Vergleich von THz-Messsignalen zwischen einer Referenzmessung (Substrat ohne Klebstoff) und an Klebungen zu unterschiedlichen Aushärtezeiten bei dem Klebstoff SikaFast 555 L05

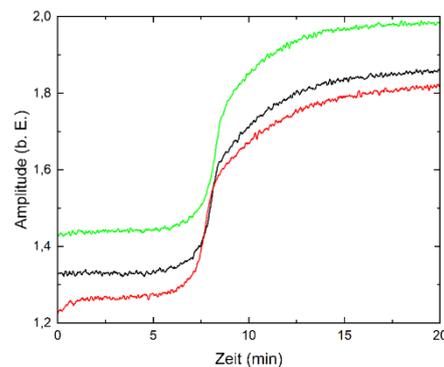


Abbildung 5: Vergleich von drei THz-Messungen in Transmissionsgeometrie an dem Polymerisationsklebstoff SikaFast 555 L05 und Darstellung der ausgewerteten THz-Amplitude

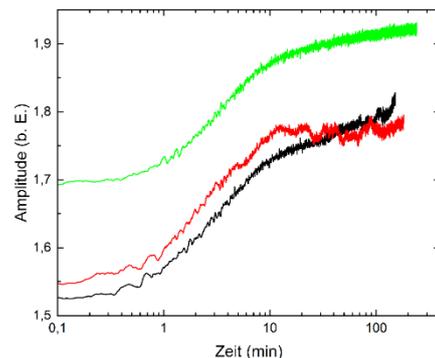


Abbildung 6: Vergleich von drei THz-Messungen in Transmissionsgeometrie an dem Polyadditionsklebstoff SikaForce 7570 HP und Darstellung der ausgewerteten THz-Amplitude

Um die Aushärteverläufe zu modellieren, wurde eine doppelte Sigmoidfunktion verwendet, die eine gute Anpassung der Aushärteverläufe liefert (vgl. Gleichung (1)):

$$y = A_1 + (A_2 - A_1) \cdot \left[ \frac{p}{1 + 10^{(x_1 - x)/k_1}} + \frac{1 - p}{1 + 10^{(x_2 - x)/k_2}} \right] \quad (1)$$

Hierbei sind  $A_1$  und  $A_2$  die untere und obere Grenze des Verlaufs,  $p$  die Position des Plateaus (Terrassenpunkt) und  $k_{1,2}$  und  $x_{1,2}$  die Steigung bzw. die Position der Wendepunkte. Die jeweiligen Positionen  $x_{1,2}$  und  $p$  geben demnach eine Aussage über charakteristische Zeiten der Aushärtung, wobei die Steigungen  $k_{1,2}$  die Geschwindigkeit der Aushärtung wiedergeben. In die Werte von  $A_{1,2}$  geht z. B. die Dicke der Klebstoffschicht ein. In Abbildung 7 ist dazu die Modellierung des Aushärteverlaufs über den realen Aushärteverlauf aus den THz-Messdaten bei dem Polymerisationsklebstoff SikaFast 555 L05 vergleichend dargestellt, wobei sich ein Korrelationskoeffizient  $R^2$  von 0,998 ergibt.

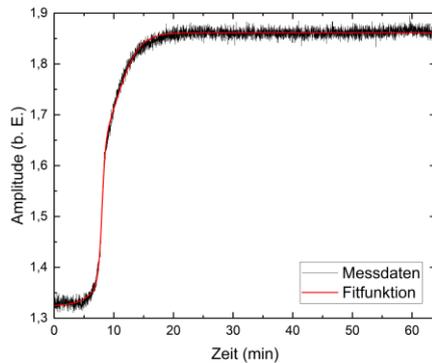


Abbildung 7: Anwendung der doppelten Sigmoidfunktion an die gemessene THz-Amplitude bei dem Polymerisationsklebstoff SikaFast 555 L05

Neben der THz- wurden auch die Mikrowellenradar-Technik zur Aushärteüberwachung der Klebstoffe genutzt, wobei Vorgehensweise und Auswertung identisch zu den THz-Messungen sind. Für einen guten Vergleich zur THz-Technik wurde die 300-GHz- sowie 24-GHz-Mikrowellenradar-Technik zur Aushärteüberwachung an einem Polymerisationsklebstoff Araldite 2020 der Firma Huntsman Advanced Materials GmbH getestet. Die Ergebnisse der einzelnen Messtechniken sind in Abbildung 8, Abbildung 9 und Abbildung 10 zu sehen. Zusätzlich sind die herstellerseitig charakteristischen Zeiten der Topfzeit und der Anfangsfestigkeit dargestellt. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung der Verläufe der einzelnen Messtechniken zueinander sowie in Bezug auf Änderungen zu den charakteristischen Zeiten der Topfzeit und Anfangsfestigkeit. Erstaunlicherweise ist somit auch die sehr kostengünstige 24-GHz-Mikrowellenradar-Technik in der Lage, Aushärteverläufe bei diesem Klebstoff darzustellen.

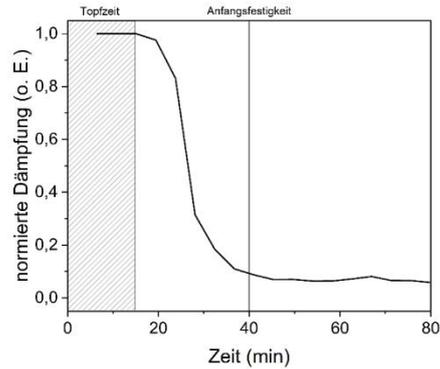


Abbildung 8: Normierte THz-Signaldämpfung während der Aushärtung des Polymerisationsklebstoffes Araldite 2020 und Vergleich mit charakteristischen Aushärtezeiten

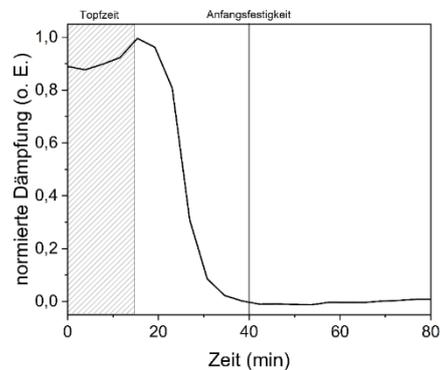


Abbildung 9: Normierte Signaldämpfung eines 300-GHz-Mikrowellenradars während der Aushärtung des Polymerisationsklebstoffes Araldite 2020 und Vergleich mit charakteristischen Aushärtezeiten

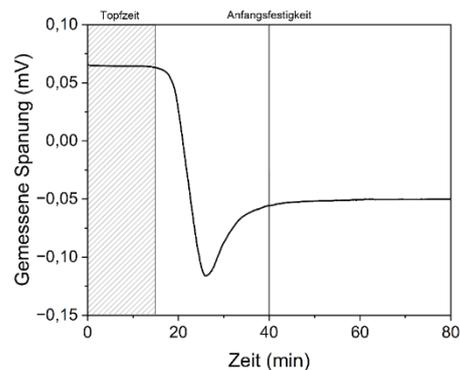


Abbildung 10: Gemessene Spannung eines kostengünstigen 24-GHz-Mikrowellenradars während der Aushärtung des Polymerisationsklebstoffes Araldite 2020 und Vergleich mit charakteristischen Aushärtezeiten

### Vergleich zu Referenzverfahren

In Abbildung 11 und Abbildung 12 sind die aus den rheologischen Messungen ermittelten komplexen Viskositäten bei dem Polymerisationsklebstoff SikaFast 555 L05 und dem Polyadditionsklebstoff SikaForce 7570 HP dargestellt. Die

komplexe Viskosität ist in der Rheologie ein mechanisches Maß für die Aushärtung und zeigt eine gute Vergleichbarkeit zu den Ergebnissen der THz-Messungen aus Abbildung 5 und Abbildung 6. Beispielsweise zeigt der Verlauf der komplexen Viskosität des Klebstoffes SikaFast 555 L05 in Abbildung 11 eine Sättigung ab 15 min Aushärtung. Dies kann ebenfalls aus den THz-Messungen aus Abbildung 5 und Abbildung 7 abgelesen werden.

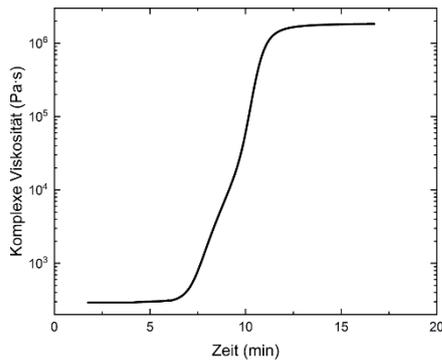


Abbildung 11: Aus den rheologischen Untersuchungen ermittelte komplexe Viskosität des Polymerisationsklebstoffes SikaFast 555 L05 während dessen Aushärtung

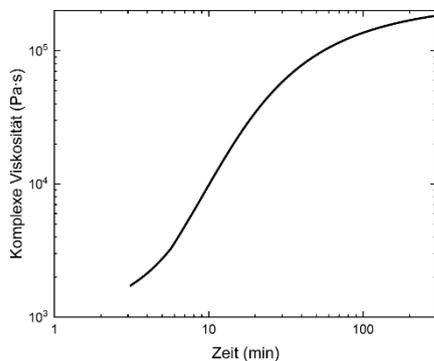


Abbildung 12: Aus den rheologischen Untersuchungen ermittelte komplexe Viskosität des Polymerisationsklebstoffes SikaForce 7570 HP während dessen Aushärtung

Weiterhin wurden Referenzmessungen mittels NIR-Spektroskopie an verschiedenen Klebstoffen durchgeführt und die Absorbanz der NIR-Wellen an den Klebstoffen über die Aushärtezeit betrachtet. In Abbildung 13 sind beispielhaft die Ergebnisse von drei Messungen des Polymerisationsklebstoffes SikaFast 555 L05 dargestellt. Der stufenförmige Übergang ergibt sich aus der Aushärtung des Klebstoffes und

zeigt eine gute Vergleichbarkeit zu den Ergebnissen der Rheologie und THz-Technik.

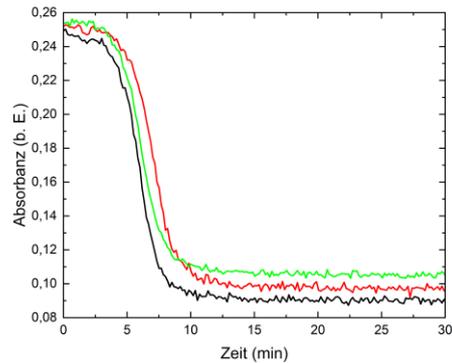


Abbildung 13: Aus den NIR-Messungen ermittelte Absorbanz der NIR-Wellen durch den Polymerisationsklebstoff SikaFast 555 L05 über dessen Aushärtezeit

### Betrachtung der Umgebungseinflüsse

Zur Untersuchung der Abhängigkeit der Klebstoffaushärtung von Umgebungsbedingungen, wurden Untersuchungen der Aushärtung bei verschiedenen Umgebungstemperaturen und Luftfeuchtgraden durchgeführt. Die ausgewertete THz-Amplitude bei der Aushärtung des Polymerisationsklebstoffes Araldite 2020 ist in Abbildung 14 in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur dargestellt. Hierbei konnte mit der THz-Technik beobachtet werden, dass die Aushärtereaktion bei einer höheren Temperatur, wie es zu erwarten war, früher vonstattengeht, da die einzelnen Molekülketten aufgrund der zusätzlichen Energie durch die erhöhte Temperatur beweglicher sind und sich somit schneller Verbindungen auf molekularer Ebene einstellen.

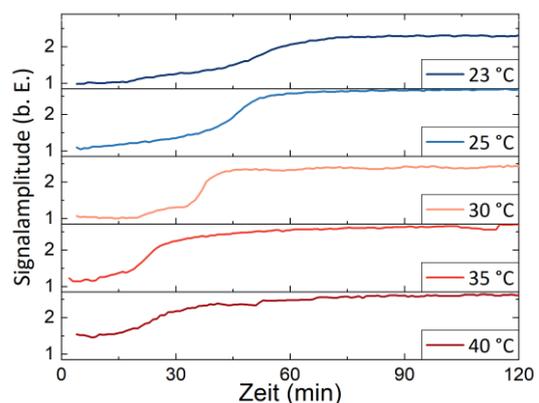


Abbildung 14: Gemessene THz-Amplitude während der Aushärtung des Polymerisationsklebstoffes Araldite 2020 in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur

## Zusammenfassung und Fazit

Die THz- und Mikrowellenradar-Untersuchungen an aushärtenden und zwischen Substraten applizierten Klebstoffen haben gezeigt, dass eine Überwachung der Aushärtereaktion mit diesen Messtechniken möglich ist. Auch zeigten sich gute Übereinstimmung mit den herstellerseitig angegebenen charakteristischen Aushärtezeiten sowie zu den Referenzmessungen mittels Rheologie oder NIR-Spektroskopie. Aus den Untersuchungen bei variablen Umgebungstemperaturen konnte eine Abhängigkeit in Bezug auf den Zeitpunkt der Aushärtung mittels THz-Technik festgestellt werden. Weiterhin wurde eine Modellierungsfunktion vorgeschlagen und beispielhaft angewendet, anhand welcher die mittels THz-Technik gemessenen Aushärtekurven simuliert und perspektivisch als Vorhersage-Modelle genutzt werden könnten. Die berührungslose Aushärteüberwachung von Klebstoffen stellt somit ein weiteres potenzielles Anwendungsfeld für die THz- sowie die Mikrowellenradar-Technik dar. Zukünftig besteht die Möglichkeit, diese Messtechniken im Produktionsprozess einzusetzen und Zeit sowie Kosten zu sparen, da direkt im Prozess reale Aushärtungen festgestellt werden können und letztlich Produktionsschritte verkürzt werden könnten. Das IGF-Vorhaben 22161 N der Forschungsvereinigung Fördergemeinschaft für das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum e.V. – FSKZ wurden über die Arbeitsgemeinschaft industrielle Forschungsvereinigungen (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

## Literatur

- [1] J. Jaruchattada, A. Fuongfuchat und C. Patamaprom, "Rheological investigation of cure kinetics and adhesive strength of polyurethane acrylate adhesive," *J of Applied Polymer Sci*, Jg. 123, Nr. 4, S. 2344–2350, 2012, doi: 10.1002/app.34754.
- [2] D. D. Bly, "Gel permeation chromatography," *Science (New York, N.Y.)*, Jg. 168, Nr. 3931, S. 527–533, 1970, doi: 10.1126/science.168.3931.527.
- [3] O. Faix, "Fourier Transform Infrared Spectroscopy," in *Methods in lignin chemistry* (Springer Series in Wood Science), S. Y. Lin und C. W. Dence, Hg., Berlin, Heidelberg: Springer, 1992, S. 83–109.
- [4] H. Rosenkrantz und L. Zablow, "The 9-10  $\mu$  Region of Infrared Absorption Spectra of Steroids in Relation to Chemical Structure 1," *J. Am. Chem. Soc.*, Jg. 75, Nr. 4, S. 903–907, 1953, doi: 10.1021/ja01100a038.
- [5] R. A. Pethrick, "Design and ageing of adhesives for structural adhesive bonding – A review," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, Jg. 229, Nr. 5, S. 349–379, 2015, doi: 10.1177/1464420714522981.
- [6] I. Bertelli, M. Mattonai, J. La Nasa und E. Ribechini, "Study of thermal behavior and molecular composition of mixtures of resinous materials and beeswax found as adhesives in archaeological finds," *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, Jg. 171, S. 105936, 2023, doi: 10.1016/j.jaap.2023.105936.
- [7] D. Payne, "Use and limitations of light microscopy for diagnosing malaria at the primary health care level," *Bulletin of the World Health Organization*, Jg. 66, Nr. 5, S. 621–626, 1988.
- [8] H Ma, KJ Shieh, TX Qiao, *Study of transmission electron microscopy (TEM) and scanning electron microscopy (SEM)*, 2006.
- [9] R. Hardis, J. L. Jessop, F. E. Peters und M. R. Kessler, "Cure kinetics characterization and monitoring of an epoxy resin using DSC, Raman spectroscopy, and DEA," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 49, S. 100–108, 2013. doi: 10.1016/j.compositesa.2013.01.021. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X13000596>
- [10] G. W. Ehrenstein, G. W. Ehrenstein, E. Bittmann und L. Hoffmann, Hg. *Duroplaste: Aushärtung - Prüfung - Eigenschaften*. München, Wien: Hanser, 1997.
- [11] A. Grießer, R. Westerteiger, E. Glatt, H. Hagen und A. Wiegmann, "Identification and analysis of fibers in ultra-large micro-CT scans of nonwoven textiles using deep learning," *The Journal of The Textile Institute*, Jg. 114, Nr. 11, S. 1647–1657, 2023, doi: 10.1080/00405000.2022.2145429.
- [12] I. Dumbryte, A. Vailionis, E. Skliutas, S. Juodkazis und M. Malinauskas, "Three-dimensional non-destructive visualization of teeth enamel microcracks using X-ray micro-computed tomography," *Scientific reports*, Early Access. doi: 10.1038/s41598-021-94303-4.
- [13] M. Heilig, E. Kraus, T. Hochrein und M. Bastian, "Charakterisierung und Qualitätssicherung von Oberflächenvorbehandlungen auf Kunststoffbauteilen," *Chemie Ingenieur Technik*, Jg. 95, Nr. 9, S. 1428–1440, 2023, doi: 10.1002/cite.202200073.
- [14] Analysieren & Prüfen. "Dynamische Differenzkalorimeter (DSC) / Differenz-Thermoanalysegeräte (DTA)." Zugriff am: 1. Dezember 2023. [Online.] Verfügbar: <https://analyzing-testing.netzsch.com/de/produkte-und-loesungen/dynamische-differenzkalorimetrie-dsc-differenz-thermoanalyse-dta>
- [15] A. J. Brandolini, "Nuclear Magnetic Resonance of Coating and Adhesive Systems," in *Encyclopedia of analytical chemistry: Applications, theory and instrumentation*, R. A. Meyers, Hg., Chichester: Wiley, 2000.
- [16] N. Halmen, C. Kugler, E. Kraus, B. Baudrit, T. Hochrein und M. Bastian, "Single-sided NMR

- for the measurement of the degree of cross-linking and curing," *J. Sens. Sens. Syst.*, Jg. 7, Nr. 1, S. 21–30, 2018, doi: 10.5194/jss-7-21-2018.
- [17] R. P. Cocker, D. L. Chadwick, D. J. Dare und R. E. Challis, "A low resolution pulsed NMR and ultrasound study to monitor the cure of an epoxy resin adhesive," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Jg. 18, Nr. 5, S. 319–331, 1998, doi: 10.1016/S0143-7496(98)00013-X.
- [18] J. El Haddad, B. Bousquet, L. Canioni und P. Mounaix, "Review in terahertz spectral analysis," *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, Jg. 44, S. 98–105, 2013. doi: 10.1016/j.trac.2012.11.009. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165993613000022>
- [19] J. Barowski, M. Zimmermanns und I. Rolfes, "Millimeter-Wave Characterization of Dielectric Materials Using Calibrated FMCW Transceivers," *IEEE Trans. Microwave Theory Techn.*, Jg. 66, Nr. 8, S. 3683–3689, 2018, doi: 10.1109/TMTT.2018.2854180.
- [20] G. Habenicht, *Kleben: Grundlagen, Technologien, Anwendungen*, 6. Aufl. (VDI-Buch). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009.

# Produktionsnahe Messtechnik für Sensor- und Motormagnete

*Dr. Rolf Slatter<sup>1</sup>, Dipl.-Ing. Bernd Böhle<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>ELSOMA GmbH, Kurzer Morgen 7, 58239 Schwerte  
[rolf.slatter@elsoma.de](mailto:rolf.slatter@elsoma.de), [bernd.boehle@elsoma.de](mailto:bernd.boehle@elsoma.de)

## Zusammenfassung

Die steigende Nachfrage nach Dauermagneten in den Bereichen Elektromobilität und Industrieautomation führt zu einem erhöhten Bedarf an produktionsintegrierten Messgeräten als notwendige Ergänzung zu herkömmlichen laborgestützten Geräten, wie z.B. 3D-Magnetmappern.

Bei der Wahl des Messverfahrens müssen mehrere Faktoren berücksichtigt werden. Für die Entwicklung und Prüfung unter Laborbedingungen erhöhen Geräte mit verbesserter Genauigkeit die Größenordnung der Genauigkeit. Für die Seriencharakterisierung sind zerstörungsfreie Messverfahren wirtschaftlicher und werden eher eingesetzt. Bei der Qualitätskontrolle in der Massenproduktion sind wirtschaftliche Faktoren (d. h. die Kosten als eine Funktion des Durchsatzes und der Messdauer pro Magnet) und die erforderliche Genauigkeit von besonderer Wichtigkeit.

Mit kompakten, tragbaren Flussdichtemessgeräten können sowohl die Flussdichte als auch die Magnetisierungsrichtung überprüft werden, bevor die Magnete am Rotor befestigt werden bzw. bevor Sensormagnete endmontiert werden. Es ist auch möglich, Magnete zu klassifizieren, damit Magnete mit ähnlichen Eigenschaften zusammengebaut werden, um eine schlechte Motorleistung zu vermeiden. Diese Geräte können entweder manuell oder als Teil einer automatisierten Produktionslinie verwendet werden. Wichtig ist, dass die Geräte einfach zu bedienen sind und keine speziellen Kenntnisse erfordern, um sie effektiv zu nutzen. Potenzielle Nutzer sind sowohl Motor- als auch Sensorhersteller.

**Keywords:** Magnetische Messtechnik, Dauermagnete, magnetische Sensoren, Elektromotoren

## Einleitung

Ein Dauermagnet, oft auch Permanentmagnet genannt, ist ein Magnet, der seine magnetische Wirkung dauerhaft (permanent) ohne Energiezufuhr aufrechterhalten kann. Dauermagnete besitzen an ihrer Oberfläche je einen oder mehrere Nord- und Südpole.

Der Anwendungsbereich von Dauermagneten ist äußerst breit. Sie sind in der Automobilindustrie, der Luft- und Raumfahrt, der Akustik, der Telekommunikation, der Energieerzeugung und vielen anderen Bereichen unverzichtbar geworden.

Physikalisch gesehen ist ein Dauermagnet ein metastabiles System. Schwankungen bei der chemischen Zusammensetzung und bei der Verarbeitung können zu Schwankungen der magnetischen Eigenschaften führen. Um die optimale Leistung für die jeweilige Anwendung zu erzielen, ist eine sorgfältige Kontrolle der unbearbeiteten Teile und der fertig bearbeiteten Magnete unverzichtbar.

In diesem Beitrag werden die gebräuchlichsten Messverfahren für die magnetischen Eigenschaften von Dauermagneten vorgestellt sowie ihre Vorteile und Grenzen erläutert. Dabei liegt der Fokus auf produktionsnahen Verfahren und Geräten, die bei der Wareneingangs- oder Wareneingangsprüfung bzw. bei In-Line Prüfungen benutzt werden können.



*Abb. 1: ELSOMA C10 Flussdichtemessgerät bei der Wareneingangsprüfung von Motormagneten*

### Dauermagnete sind überall

Aufgrund ihrer starken Magnetkräfte werden Dauermagnete in vielen unterschiedlichen Bereichen eingesetzt. Die Anwendungsmöglichkeiten sind so vielfältig wie die Magnete selbst. Von der Industrie über den Haushalt bis hin zur Technik und zum Bauwesen – überall finden sich Einsatzbeispiele für Dauermagnete. Zum Beispiel werden Dauermagnete häufig in der Elektronik und in der Industrie eingesetzt. Sie können beispielsweise in Motoren, Generatoren oder Sensoren verwendet werden [1].

Auch in Haushaltsgeräten wie Staubsaugern oder Kühlschränken finden sich Dauermagnete. Permanentmagnete gibt es in unterschiedlichen Ausführungen und Größen. Sie können unter anderem als Ringmagnete, Scheibenmagnete, Quadermagnete oder Stabmagnete hergestellt werden.

Dauermagnete werden heute mithilfe spezieller Legierungen aus Metallen wie z. B. Eisen (Fe), Nickel (Ni) und Aluminium (Al) mit Zusätzen aus Kobalt (Co), Mangan (Mn) und Kupfer (Cu) hergestellt. Trotz der Vielzahl an Werkstoffen haben sich aus anwendungstechnischen und preislichen Gründen nur drei Werkstoffgruppen durchgesetzt: keramische Magnete wie z. B. Hartferrite, metallische Magnete wie z. B. Al-NiCo und kunststoff- bzw. gummigebundene Magnete.

Durch das Sinterverfahren werden besonders starke Dauermagnete, wie z. B. Neodym-Eisen-Bor (NdFeB) und Samarium-Cobalt (SmCo) hergestellt. Diese Stoffe (Neodym und Samarium) gehören zu den sogenannten Seltenmetallen. Das Element Neodym besitzt dabei die stärkste magnetische Kraft aller bekannten Materialien und ist damit auch einer der am häufigsten verwendeten Permanentmagnete. Das Sinterverfahren jedoch begrenzt die Formflexibilität des Magnets und spritzgossene, kunststoffgebundene Magnete bieten eine hohe Freiheit bei der Magnetgeometrie, wenn auch bei etwas abgeschwächten magnetischen Eigenschaften.

### Steigende Anforderungen an Mess- und Prüftechnik

Über die Anwendungsbereiche hinweg steigen die Qualitätsanforderungen an Dauermagneten. Im Bereich der Sensorik steigen die Anforderungen an die Genauigkeit von magnetischen Messsystemen, bestehend aus Magnetsensoren und Dauermagneten als Maßverkörperung, stetig. Drehgeber oder Motor-Feedback-Systeme müssen eine immer höhere

Präzision leisten, um entweder eine genauere Positionierung zu realisieren beziehungsweise einen besseren Wirkungsgrad und geringere Drehmoment-Rippel zu ermöglichen.

Bei Magneten für Elektromotoren gibt es eine ähnliche Entwicklung. Die Gleichmäßigkeit und Richtung der Magnetisierung bei Segmentmagneten hat einen großen Einfluss auf das Geräusch- und Schwingungsverhalten (NVH), und gerade im Fahrzeugbereich steigen die Anforderungen aktuell stark an.

Diese Anforderungen stellen neue Ansprüche nicht nur an die eingesetzten Sensoren, sondern auch an die verwendeten Magnete und folge dessen an die eingesetzte Messtechnik bei Wareneingangs- und Warenausgangsprüfungen entlang der Wertschöpfungskette.

Bei der Wahl des Messverfahrens müssen mehrere Faktoren berücksichtigt werden. Für die Entwicklung und Prüfung unter Laborbedingungen erhöhen Geräte mit verbesserter Genauigkeit die Größenordnung der Genauigkeit. Für die Seriencharakterisierung sind zerstörungsfreie Messverfahren wirtschaftlicher und werden eher eingesetzt. Bei der Qualitätskontrolle in der Massenproduktion sind wirtschaftliche Faktoren (d. h. die Kosten als eine Funktion des Durchsatzes und der Messzeit pro Magnet) und die erforderliche Genauigkeit von besonderer Wichtigkeit. Auf Basis der relativen Bedeutung dieser Faktoren während des Lebenszyklus des Produktes kommen sehr unterschiedliche Verfahren und Geräte zum Einsatz [2, 3, 4].



Abb. 2: Fluxmeter mit Helmholtzspule

In frühen Entwicklungsphasen, wo es primär um Materialforschungsaufgaben geht, werden häufig Vibrationsmagnetometer (VSM: vibrating sample magnetometer) benutzt. Es handelt sich dabei um ein Magnetometer zur Bestimmung magnetischer Eigenschaften (z. B.

des magnetischen Moments) einer Probe. Die zu untersuchende Probe wird in periodische Schwingungen versetzt und die so induzierte Spannung gemessen.

Für die Messung der magnetischen Feldstärke und der magnetischen Induktion ist ein Flussdichtemessgerät bzw. Feldstärkenmessgerät mit Hallsonde seit längerem das am häufigsten eingesetzte Gerät. Die Verwendung von Helmholtzspulen (**Abb. 2**) zur Messung der Remanenz in offenen Kreisen und des magnetischen Moments macht dieses Gerät in Labors und bei der Eingangskontrolle von Magneten allgegenwärtig [5, 6]. Wenn die Homogenität und die 3D-Komponenten des Magnetfelds erfasst werden müssen, kommen 3D-Magnetmapper zum Einsatz (**Abb. 3**) [7]. Solche Geräte jedoch sind eher für den Laboreinsatz konzipiert und sollen unter eng kontrollierten Umgebungsbedingungen eingesetzt werden. Für produktionsnahe Messungen geht es eher um Robustheit, Flexibilität und Wirtschaftlichkeit, was zu dem Einsatz von anderen Messgerädetypen führt.



Abb. 3: 3D magnetische Mapper

### Flussdichtemessgeräte für produktionsnahe Messungen

Die Messung magnetischer Größen können fast immer auf die Messung eines magnetischen Flusses zurückgeführt werden. Daher ist ein Flussdichtemessgerät (engl. Fluxmeter) das vielseitigste Messgerät in der Magnettechnik [4]. Um den besonderen Anforderungen von produktionsnahen magnetischen Messungen gerecht zu sein, hat die ELSOMA GmbH mit Sitz in Schwerte bei Dortmund sich spezialisiert auf die Entwicklung von Flussdichtemessgeräten für stationäre und winkelbasierte Messungen.

Beispielhaft ist das ELSOMA C10 (**Abb. 1**), ein modulares Gerät, das eine Vielzahl von Mess-

aufgaben im Produktionsumfeld erledigen kann. Bei scheibenförmigen oder rechteckigen Dipolmagneten, wie sie sehr oft für on- und off-axis-Winkelmessung oder für Schaltvorgänge eingesetzt werden, können Werkstoffinhomogenitäten oder Fertigungsfehler zu einer asymmetrischen Magnetisierung oder zu inhomogenem Magnetfeldverlauf führen. Mit dem C10 Flussdichte-Messgerät werden solche Fehler deutlich schneller erfasst als bei bisherigen Lösungen, wie z. B. Helmholtz-Spulen.

Diese tragbare Lösung ist flexibel einsetzbar für Wareneingangs- und Wareenausgangsprüfungen sowie im Servicebereich. Der Konfiguration ist sehr bedienerfreundlich und die Auswertung der Messergebnisse erfolgt mittels Webinterface.

Das zu prüfende axial- oder radialmagnetisierte Bauteil wird dabei typischerweise in eine spezifische Vorrichtung eingelegt (**Abb. 4**). Ein spezieller, hochempfindlicher und präziser 3D-Sensorchip erfasst alle drei magnetischen Feldkomponenten mit nur einer Messung. Das Messgerät stellt dem Anwender sowohl die Flussdichtekomponenten als auch die Raumwinkel des Flussdichtevektors zur Verfügung. Damit werden magnetische Fehlwinkel an Magneten schnell und präzise überprüft.

Eine einfache und flexible Integration in automatisierte Fertigungsanlagen ermöglicht das mit einem Akku ausgestattete tragbare C10 Flussdichte-Messgerät mittels Ethernet- und USB-Schnittstellen sowie digitalem E/A-Interface. Ein Browser User Interface unterstützt die schnelle Konfiguration des Geräts sowie die Visualisierung von Messergebnissen. Kundenspezifische Software-Erweiterungen sind jederzeit möglich. Ein interner Datenspeicher vereinfacht die Überwachung von Messreihen zur Qualitätssicherung oder Wareneingangskontrollen. Diese Messreihen können mittels der Netzwerkschnittstelle problemlos abgerufen werden.

Neben den o.g. Vorrichtungen mit 3D-Sonde bietet ELSOMA eine breite Palette an weiteren axialen und transversalen Mess-Sonden zur Erweiterung des Messgeräts an. Mithilfe dieser Sonden können Flussdichten im Bereich 10  $\mu\text{T}$  bis 5 T mit einer Auflösung bis 1  $\mu\text{T}$  und einem Messfehler kleiner 1 % erfasst werden.



Abb. 4: ELSOMA C10 Flussdichtemessgerät mit Messvorrichtung

Der Bedarf an magnetischen Winkelmess-Systemen bzw. magnetischen Drehgebern nimmt kontinuierlich zu. Somit steigt auch der Bedarf an schneller, präziser Messtechnik zur Überprüfung und Sicherung der Qualität der eingesetzten zwei- und mehrpoligen Ring- und Zylindermagneten.

Dabei muss die Flussdichte des Magnetfelds an mehreren kodierten Spuren präzise, produktiv und kosteneffektiv erfasst werden. Hier kommt das CE-gekennzeichnete Flussdichtemessgerät ELSOMA A05 für winkelbasierte Messungen zum Einsatz. Das Gerät verfügt über einen speziellen, hochempfindlichen und präzisen 3D-Sensorchip zur Erfassung von allen drei magnetischen Feldkomponenten mit nur einer Messung (Abb. 5).



Abb. 5: ELSOMA A05 winkelbasiertes Flussdichtemessgerät

Der zu prüfende Magnet wird mittels Wechsellagerung auf einer Antriebswelle mit spielfreier vorgespannter Lagerung aufgenommen. Diese Welle wird mittels Zahnriemen angetrieben, um einen eventuellen Störfeld einfluss des Motors zu vermeiden. Der Drehwinkel der Welle wird mittels hochauflösendem optischen

Winkelmesssystem als Referenzmesssystem erfasst (Abb. 6).

Der werkskalibrierte 3D-Hall-Sensor misst die Flussdichte mit einer Auflösung von  $10 \mu\text{T}$  und einer Messunsicherheit von kleiner  $\pm 1,25 \%$ .

Individuelle Softwarelösungen zur Auswertung der Messergebnisse sind realisierbar und kundenspezifische Anpassungen und Erweiterungen sind jederzeit möglich. Das Gerät ist flexibel bei Wareneingangs- oder Warenausgangsprüfungen einsetzbar, da mehrere Schnittstellen die Einbindung in automatisierten Fertigungsanlagen vereinfachen.

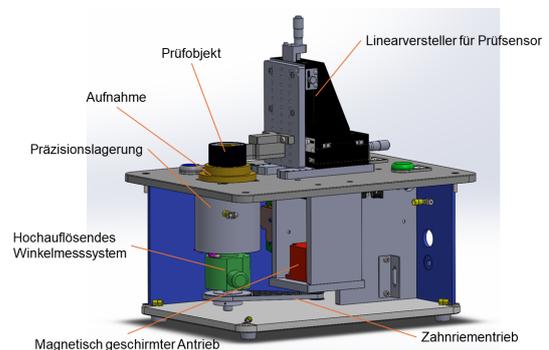


Abb. 6: Interner Aufbau des ELSOMA A05 winkelbasierten Flussdichtemessgeräts

Es erstellt Messprotokolle gemäß der neuen DIN SPEC 91411 „Anforderungen an die technische Darstellung von magnetischen Maßverkörperungen in Konstruktionszeichnungen“ [8]. Dabei sind Messgrößen wie Pollängen- oder Pollageabweichungen neben Flussdichteabweichungen mess- und darstellbar (Abb. 7).

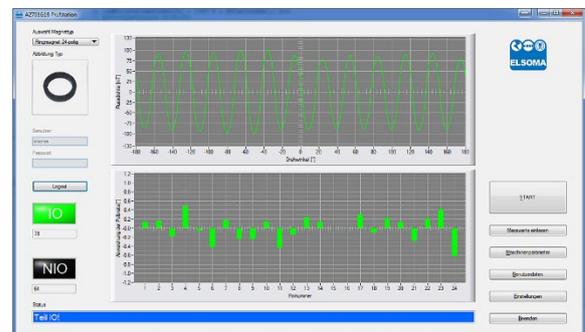


Abb. 7: Auswertung gemäß DIN SPEC 91411

Die C10 und A05 Flussdichte-Messgeräte sind ideal geeignet für Messaufgaben bei Firmen in den folgenden Anwendungsbereichen:

- Magnethersteller
- Magnetanwender
- Drehgeberhersteller
- Sensorhersteller
- Motorhersteller
- Automobil-Zulieferer

### Ausblick

Begünstigt durch den deutlich gestiegenen Bedarf an Magneten für Elektromotoren sowie für Sensoren gibt es aktuell sehr viel Innovation im Bereich der Magnettechnik. Neue magnetische Legierungen mit geringeren Anteilen (oder keine) Seltenerdwerkstoffe werden entwickelt [1] und auch neue Fertigungsverfahren, z. B. Sputtern von hartmagnetischen Schichten, erreichen Serienreife [7, 9, 10].

Last, but not least, führen neue Applikationen zu ganz neuen Anforderungen an Magnete und die damit verbundene Messtechnik. Es wird nicht langweilig für die Hersteller von magnetischen Messgeräten.

Aktuell entwickelt ELSOMA eine neue Generation an noch präziseren Flussdichtemessgeräten, angelehnt an die Anforderungen der neuen DIN SPEC 91479 „Charakterisierung Maßverkörperungen für magnetische Weg- und Winkelmeßsysteme“. Dabei muss weiterhin die Wirtschaftlichkeit beibehalten werden, um solche Geräte in einem Produktionsumfeld einsetzen zu können.

### Literatur

- [1] Gauß, R. & Gutfleisch, O., „Magnetische Materialien – Schlüsselkomponenten für neue Energietechnologien“ in Kausch, P. et al, Rohstoffwirtschaft und gesellschaftliche Entwicklung – Die nächsten 50 Jahre, Springer Verlag, Berlin, 2016
- [2] Kausch, P. et al, Rohstoffwirtschaft und gesellschaftliche Entwicklung – Die nächsten 50 Jahre, Springer Verlag, Berlin, 2016
- [3] Möwius, S., Kropff, N., & Velicescu, M., „Measurement technologies for permanent magnets“, ACTA IMEKO, December 2018, Volume 7, Number 4, s. 15-20
- [4] Trout, S., „Magnetic Testing of Bonded Magnets“, NATO/ ARW Conference on Bonded Magnets, August 22.-23., 2002, Newark, USA
- [5] Cassing, W. et al, Dauermagnete: Mess- und Magnetisieretechnik, Expert Verlag, Renningen, 2007
- [6] Popovic, D. P. et al, „An overview of commercially available teslameters for applications in modern science and industry“, ACTA IMEKO, April 2017, Volume 6, Number 1, s. 1-7
- [7] Rivera, S. & Slatter, R., „Pole positioning for precise magnetic measurement systems“, 26th IMEKO TC4 International Symposium, Pordenone, Italy, September 20.-21. 2023
- [8] Gerber, J. & Slatter, R., „DIN SPEC 91411: A standardized representation of magnetic scales“, 26th IMEKO TC4 International Symposium, Pordenone, Italy, September 20.-21. 2023
- [9] Croat, J. J. & Ormerod, J. (Hrsg.), Modern Permanent Magnets, Woodhead Publishing, Kidlington (UK), 2022
- [10] Wu, C. & Jin, J., Frontiers in Magnetic Materials – From Principles to Material Design and Practical Applications, CRC Press, Boca Raton (USA), 2023

# Zustandsüberwachung der Altsandregeneration über die komplexe Permittivität von Formstoffen

*Luca Bifano, Gerhard Fischerauer*  
*Universität Bayreuth, Lehrstuhl für Mess- und Regeltechnik*  
*Universitätsstraße 30, 95447 Bayreuth*

## Zusammenfassung

Bei der Altsandregeneration wird aus zum Abguss verwendetem Altsand ein Neusandersatz generiert, der zum Erzeugen neuer Formen verwendet wird. Da es im Moment kein inlinefähiges Messsystem zur Überwachung des Prozesses gibt, beschränkt man sich auf herkömmliche Labormethoden, die aufgrund ihrer Dauer und Kosten zu ersetzen sind. Eine Alternative dazu bietet die elektrische Impedanzspektroskopie. Da deren Ergebnisse allerdings von der Geometrie der Messsonde abhängen und damit eine Übertragung gewonnener Erkenntnisse von einer auf eine andere Sondengeometrie nicht ohne weiteres möglich ist, bietet sich an, die Materialcharakteristika in Form der komplexen Permittivität aus den Impedanzdaten zu extrahieren und die Empfindlichkeit der Methode zu bewerten. In dieser Arbeit wurden dazu zwei Formstoffgruppen untersucht: definierte Gemische aus Form-, Chromitsand und Regenerat sowie verschieden weit regenerierter Altsand. Nachdem die Randeffekte des elektrischen Feldes über eine Modellvorstellung eliminiert wurden, zeigte die komplexe Permittivität der Gemische eine deutliche Systematik mit der Zusammensetzung (steigende Permittivität mit steigendem Form- und Chromitsandanteil). Mit an die Daten angepassten Flächen konnte die reelle Permittivität des verwendeten Regenerats auf Werte zwischen 3,1 und 3,3 abgeschätzt werden. Bei niedrigen Frequenzen und hohem Chromit- bzw. Formsandanteil war dabei die Empfindlichkeit am höchsten. Aus den aus den Regeneraten erhaltenen Permittivitätswerten wurde ein deutlicher Zusammenhang zwischen Regenerationsdauer bzw. -intensität und der Permittivität sichtbar, wobei sich die Permittivität des Regenerats zunehmend dem Wert von Quarzsand (ideales Ziel der Regeneration) näherte.

**Keywords:** Elektrische Impedanzspektroskopie (EIS), komplexe Permittivität, Empfindlichkeit, Altsandregeneration, Formstoffe.

## Einleitung

In Gießereien, die ihre Gussproduktion mit verlorenen Formen und Kernen aus Formstoffen mit dem Formgrundstoff Quarzsand durchführen, wird der Formstoff im Kreislauf gefahren [1]. Trotzdem muss während der Aufbereitung von frischem Formstoff kontinuierlich Quarzneusand zudosiert werden. Das wiederum führt dazu, dass an anderer Stelle Formstoff aus dem Kreislauf entnommen werden muss und deponiert wird. Sowohl die Beschaffung des Rohstoffes Quarzsand als auch die Altsandentsorgung auf Deponien ist u.a. auch wegen des dabei anfallenden Transports kostenintensiv. Zur Kostenreduktion und aus Umweltgründen existiert in Gießereien deswegen der Ansatz der Altsandregeneration [2]. Dabei wird ein gewisser Anteil des benutzten Altsandes nicht direkt den Mischern zur Formstoffaufbereitung zugeführt, sondern in Regeneratoren so aufbereitet, dass das bei Prozessende erhaltene Regenerat anstelle von Quarzneu-

sand der Formstoffaufbereitung zur Verfügung steht [2]. Freilich ist eine vollständige Substitution von Neusand durch Regenerat nicht möglich. Trotzdem gewinnt die Altsandregeneration zunehmend an Bedeutung.

Während der mechanischen Regeneration, die Gegenstand dieser Arbeit ist, werden die sich im Altsand befindenden Bindemittelreste sowie Staubpartikel durch eine reibende Belastung (z.B. durch einen Schleifstein) und eine Absaugung entfernt. Zurück bleiben im Idealfall die Quarzsandkörner [3]. Dauer und Intensität des Prozesses orientieren sich dabei an Erfahrungswerten der jeweiligen Gießerei, allgemeingültige Qualitätskriterien für qualitativ hochwertiges Regenerat variieren von Gießerei zu Gießerei, wobei auch die Komplexität der Gussprodukte die Qualitätsbeurteilung des Regenerats mitbestimmt. Diese Beurteilung erfolgt dabei auf Basis standardisierter Labormethoden, ein in-situ-fähiges Messverfahren existiert nicht, weshalb eine automatisierte Prozessregelung im Moment nicht möglich ist.

Eine mögliche Alternative zu den herkömmlichen Laborverfahren ist die elektrische Impedanzspektroskopie (EIS), wobei die Messung in die Regeneration integriert werden kann. Die EIS bietet als Vorteile u.a. eine hohe Informationsdichte, eine im Vergleich zur Altsandverweildauer im Regenerator kurze Messzeit und die Unbedenklichkeit für die Gesundheit der Anlagenmitarbeiter. EIS-Untersuchungen zur prinzipiellen Eignung der Methode in diesem Anwendungsgebiet zeigten grundsätzlich bereits positive Ergebnisse: Aus den Impedanzen extrahierte Merkmale wiesen ein systematisches Verhalten mit voranschreitender Regeneration auf, wobei auch Unterschiede hinsichtlich der Regenerationsintensität deutlich wurden. Validiert wurden die Ergebnisse mit Labormethoden [4].

Da die Impedanz aber sowohl von der Messsondenfüllung als auch von der -geometrie abhängt, können die erhaltenen Ergebnisse nicht auf Messsonden anderer Geometrie übertragen werden. Gerade das ist ein großer Nachteil der Methode, da die Regeneratorge-stalt je nach Typ und Hersteller variiert und somit nicht ein einziger Messsondenentwurf für alle am Markt verfügbaren Regeneratoren verwendet werden kann. Um den Aufwand (Aufnehmen der Impedanzen für jede Geometrie, Auswerten der Daten und Interpretation der Ergebnisse) zu reduzieren und gleichzeitig die Lernrate (Interpretation der Ergebnisse sollte immer gleich sein) zu erhöhen, bietet es sich deshalb an, während der Regeneration die komplexe Permittivität anstatt der Impedanz zu beobachten. Sie ist als Materialkenngröße unabhängig von der Messsondengeometrie. Hier gilt es nun u.a. festzustellen, in wieweit die Empfindlichkeit der Permittivität von der Betriebsfrequenz sowie der Formstoffzusammensetzung abhängt und ob bzw. wie sehr sich der Regenerationsfortschritt in der Permittivität niederschlägt.

### Experimentelles

Zur Aufnahme der Impedanzen bei den Frequenzen 10 kHz, 100 kHz und 1 MHz wurde das LCR-Meter E4980A von Agilent verwendet. Bei den untersuchten Formstoffen handelte es sich zum einen um definierte Mischungen aus Formsand, Chromitsand und Regenerat (FCR-Gemische, vgl. [5]) und zum anderen um verschieden weit prozessiertes Regenerat, wobei die Regeneration bei zwei verschiedenen Intensitätsstufen durchgeführt wurde (vgl. [4]). Zur Untersuchung der FCR-Gemische wurde eine Messsonde der Plattenkondensatorgeometrie (quadratische Kupferelektroden mit Kantenlänge 4 cm und Abstand 1,7 cm)

eingesetzt. Die Regenerate wurden in einem Zylinderkondensator vermessen (Aluminiumelektroden der Höhe 10 cm, wobei die innere Elektrode einen Durchmesser von 2 cm aufwies und der Abstand zur äußeren Elektrode 1 cm war). Die Sonden sind in [5] und [4] beschrieben.

### Verkleinerung des Randeinflusses

Zur Extraktion der frequenzabhängigen relativen Permittivitäten  $\epsilon_r(\omega)$  aus den gemessenen Impedanzen  $Z(\omega)$  der gefüllten Messzelle gilt nach [6], wenn elektrische Streufelder vernachlässigbar sind:

$$\epsilon_r(\omega) = \frac{1}{j\omega C_0 \cdot Z(\omega)} \quad (1)$$

Dabei ist  $C_0$  die Leerkapazität der Messsonde, bei einem Plattenkondensator also  $C_0 = \epsilon_0 A/d$  mit der Elektrodenfläche  $A$ , dem Elektrodenabstand  $d$  und der elektrischen Feldkonstante  $\epsilon_0 = 8,854 \text{ pF/m}$ . In der Realität wird das mit Gl. (1) ermittelte  $\epsilon_r(\omega)$  von Messsonde zu Messsonde unterschiedlich ausfallen, weil die auftretenden Randeinflüsse (Streufelder) geometrieabhängig sind. Um den Einfluss dieser Fehlerquelle zu minimieren, müssen die sondenspezifischen Randeinflüsse berücksichtigt werden (Abb. 1).

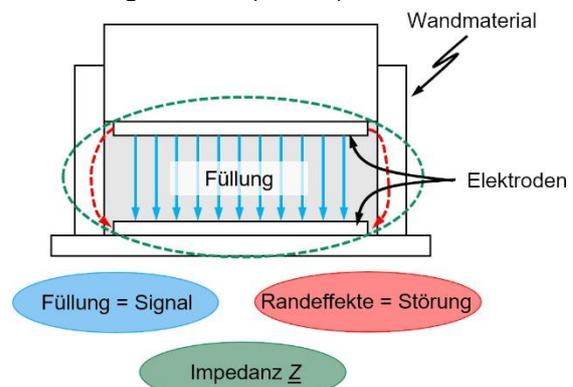


Abb. 1: Schematische Messanordnung einer gefüllten Messsonde.

Das elektrische Feld durchsetzt schematisch sowohl die Füllung (Signal, in Blau) als auch Randbereiche der Sondengeometrie (Störeinfluss, in Rot), z.B. die Sondenwand. In die Impedanz fließen beide Anteile ein (in Grün). Zur Beschreibung der gemessenen Impedanz wurde ein Ersatzschaltbild nach [7] verwendet, das das Signal und die Störung jeweils als Parallelschaltung aus einer Kapazität  $C_i$  und einem Leitwert  $G_i$  ( $i$  für Signal bzw. Störung) modelliert, die wiederum elektrisch parallel liegen (vgl. Abb. 2).

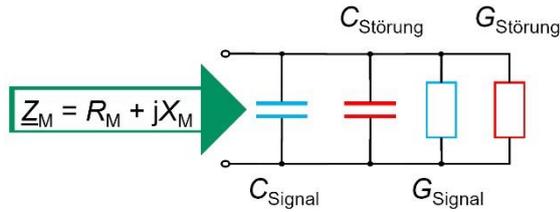


Abb. 2: Ersatzschaltbild zur Bestimmung von  $\varepsilon_r(\omega)$  der Messsondenfüllung aus der gemessenen Impedanz  $\underline{Z}(\omega)$  nach [7].

Aus dem gemessenen Impedanzspektrum  $\underline{Z}_M(\omega) = R_M + jX_M$  ergibt sich die Admittanz  $\underline{Y}_M(\omega)$  eines parallelen GC-Gliedes zu

$$\underline{Y}_M(\omega) = 1/\underline{Z}_M(\omega) = j\omega C_M + G_M. \quad (2)$$

$G_M$  und  $C_M$  lassen sich also aus der Resistanz  $R_M$  und Reaktanz  $X_M$  mittels

$$G_M = \frac{R_M}{R_M^2 + X_M^2}, \quad (3)$$

$$C_M = -\frac{X_M}{\omega \cdot (R_M^2 + X_M^2)} \quad (4)$$

bestimmen. Um  $\varepsilon_r(\omega)$  zu extrahieren, wurde nun die vereinfachende Annahme getroffen, dass unabhängig von der Messsondenfüllung  $C_{\text{Störung}}$  und  $G_{\text{Störung}}$  für eine Messsondengeometrie konstant sind. Über Leermessungen der Messsonden wurden dann  $G_{\text{Störung}}$  und  $C_{\text{Störung}}$  generiert, da bei der Leermessung gelten muss:

$$G_{\text{Signal}} = 0 \rightarrow G_{\text{Störung}} = G_M^L, \quad (5)$$

$$C_{\text{Signal}} = C_0 \rightarrow C_{\text{Störung}} = C_M^L - C_0 \quad (6)$$

mit der theoretischen Leerkapazität  $C_0$  der Messsonde. Damit und mit dem obigen Ersatzschaltbild wurden die rein auf die Füllung zurückzuführenden Werte  $G_{\text{Signal}}$  und  $C_{\text{Signal}}$  über

$$G_{\text{Signal}} = G_M^F - G_M^L, \quad (7)$$

$$C_{\text{Signal}} = C_M^F - (C_M^L - C_0) \quad (8)$$

berechnet.  $\varepsilon_r(\omega)$  ergibt sich dann zu

$$\varepsilon_r(\omega) = \frac{d}{\varepsilon_0 A} \cdot \left( C_{\text{Signal}} + j \frac{G_{\text{Signal}}}{\omega} \right). \quad (9)$$

## Ergebnisse für FCR-Gemische

### (a) Bewertung der Permittivitätsdaten

Auf die beschriebene Weise wurde  $\varepsilon_r(\omega)$  aus den Impedanzen ermittelt und  $\varepsilon_r'(\omega) = \text{Re}\{\varepsilon_r(\omega)\}$  bzw.  $\varepsilon_r''(\omega) = \text{Im}\{\varepsilon_r(\omega)\}$  über dem Form- und Chromitsandanteil als Punktwolke aufgetragen (Abb. 3). Pro Zusammensetzung und Frequenz existieren 20 Einzelmesspunkte, die allerdings in der Darstellung nicht getrennt aufgelöst werden. An die bei derselben Messfrequenz gewonnenen Punkte wurde jeweils eine Fläche mittels Regression angepasst. Die so erhaltenen drei Flächen sind ebenfalls in Abb. 3 eingetragen. Die dazu verwendete Funktion gehörte dem Zusammenhang

$$\varepsilon_r'(x_1, x_2) = d + cx_1 + bx_2 + ax_1x_2, \quad (10)$$

und analog für  $\varepsilon_r''$ . Dabei bezeichnet  $x_1$  den Chromit- und  $x_2$  den Formsandgehalt.

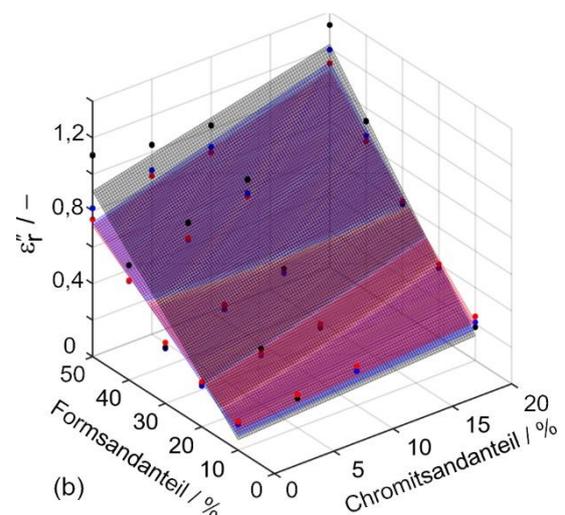
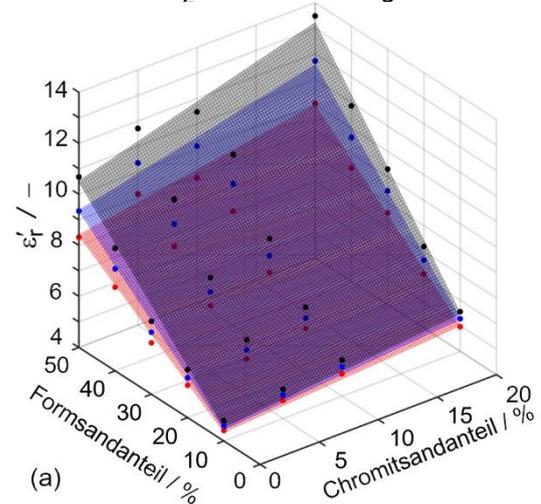


Abb. 3:  $\varepsilon_r'$  (a) und  $\varepsilon_r''$  (b) über dem Form- und Chromitsandanteil bei 10 kHz (schwarz), 100 kHz (blau) und 1 MHz (rot). Punkte = Messwerte, Flächen = Regressionsflächen.

Die Qualität der Regression lässt sich anhand der Regressionsparameter, ihrer 95 %-Konfidenzintervalle und des Bestimmtheitsmaßes  $R^2$  beurteilen. Beispielhaft ist dies für die Messungen bei 10 kHz in Tab. 1 dargestellt. Danach gilt für das reine Regenerat ( $x_1 = 0$ ,  $x_2 = 0$ ), das zur Herstellung der hier eingesetzten FCR-Mischungen verwendet wurde:  $\varepsilon'_r(f = 10 \text{ kHz}) = d \approx 3,1$ .

Tab. 1: Regressionsergebnis für die mit FCR-Gemischen bei 10 kHz gewonnenen  $\varepsilon'_r$ -Messwerte. Es war  $R^2 = 0,983$ . Die Messunsicherheiten sind auf einem Konfidenzniveau von 95 % ermittelt.

| Parameter | Wert              | Erweiterte rel. Messunsicherheit |
|-----------|-------------------|----------------------------------|
| $d$       | 3,064             | 4 %                              |
| $c$       | $0,024 (\%)^{-1}$ | 43 %                             |
| $b$       | $0,149 (\%)^{-1}$ | 2 %                              |
| $a$       | $0,002 (\%)^{-2}$ | 14 %                             |

Die Messungen bei den anderen Frequenzen und für  $\varepsilon''_r$  führten zu qualitativ ähnlichem Verhalten (alle  $R^2$ -Werte  $> 0,94$ ). Für die weiteren Frequenzen wurde  $\varepsilon'_r(f = 100 \text{ kHz}) \approx 3,2$  bzw.  $\varepsilon'_r(f = 1 \text{ MHz}) \approx 3,3$  abgeschätzt. An diesen beiden Werten erkennt man, dass es sich bei dem aus der Regression ermittelten  $\varepsilon'_r$ -Wert von reinem Regenerat nur um eine Schätzung handeln kann: Bei niedrigen Form- und Chromitsandanteilen sollte sich  $\varepsilon'_r$  des Regenerats aufgrund seiner stofflichen Ähnlichkeit ähnlich wie bei Quarzsand verhalten, d. h., es sollte mit steigender Frequenz abnehmen [5]. Gerade das gegenteilige Verhalten zeigen aber die hier generierten Werte.

Dieser Widerspruch entsteht dadurch, dass bei der hier vorliegenden Mischung mit dem höchsten Regeneratanteil immer noch ein Formsandanteil von 10 % im Formstoffgemisch vorlag, sodass dieser Mischzustand noch zu verschieden von dem des reinen Regenerats ist. Eine Regression basierend auf diesen Gemischzusammensetzungen und den dazugehörigen Daten führt bei Extrapolation auf Punkte außerhalb des für die Regression zur Verfügung stehenden Bereichs – und das reine Regenerat liegt außerhalb – zu größerer Unsicherheit. Man vergleiche etwa mit dem Working-Hotelling-Konfidenzband einer Regressionsgeraden [8].

Darüber hinaus zeigt sich an Abb. 3, dass  $\varepsilon'_r$  systematisch sowohl vom Form- als auch vom Chromitsandanteil abhängt: Steigt einer der beiden Sandgehalte, steigt auch  $\varepsilon'_r$ . Umgekehrt verhält sich  $\varepsilon'_r$  mit der Frequenz: Bei

höherer Frequenz sinkt  $\varepsilon'_r$ . Eine ähnlich deutliche Systematik war bei  $\varepsilon''_r$  nicht zu erkennen: Zwar steigt  $\varepsilon''_r$  mit zunehmendem Form- und Chromitsandgehalt an, das Frequenzverhalten scheint aber abhängig von der Zusammensetzung zu sein.

### (b) Bewertung der Empfindlichkeiten

Die mittlere Empfindlichkeit von  $\varepsilon'_r$  auf den Formsandanteil  $FS$  bzw. den Chromitsandanteil  $CS$  wurde abhängig von der Betriebsfrequenz und vom jeweils anderen Sandanteil wie folgt bestimmt:

$$\bar{S}_{CS}^{\varepsilon'_r}(f, FS) = \frac{\varepsilon'_r(CS = 20 \% ; f, FS) - \varepsilon'_r(CS = 0 ; f, FS)}{20 \% - 0 \%}, \quad (11)$$

$$\bar{S}_{FS}^{\varepsilon'_r}(f, CS) = \frac{\varepsilon'_r(FS = 50 \% ; f, CS) - \varepsilon'_r(FS = 10 \% ; f, CS)}{50 \% - 10 \%}. \quad (12)$$

(Wir verwenden die Notation  $S_X^Y$  für die Empfindlichkeit der Größe  $y$  auf die Größe  $x$ . Es gilt  $S_X^Y = \partial y / \partial x$ .) Die Ergebnisse sind in Abb. 4 dargestellt. Die zur Generierung der Regressionsflächen verwendete Modellgleichung entsprach der Form von Gl. (10), wobei  $x_1$  die Frequenz und  $x_2$  die Zusammensetzung berücksichtigte. Die erhaltenen Werte für das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  betragen 0,820 (in Abb. 4(a)) bzw. 0,772 (in Abb. 4(b)) und lagen damit deutlich unterhalb der Werte, die sich bei der Regression der Permittivitätsmesspunkte ergeben hatten. Eine Modellverfeinerung sollte folglich angestrebt werden, wenn die Ergebnisse quantitativ ausgewertet werden sollen.

Dennoch zeigte sich, dass  $\varepsilon'_r$  umso empfindlicher auf den Form- oder Chromitsandanteil reagierte, je höher der jeweils andere Sandanteil war. Mit der Frequenz nahm die Empfindlichkeit in allen Fällen ab (z. B. Abnahme der Empfindlichkeit auf  $FS$  um 20 % pro Frequenzdekade bei  $CS = 20$  %). Die Empfindlichkeit auf den Chromitsandanteil hing stärker vom Formsandanteil ab als umgekehrt.

Zusammenfassend ergab sich

$$\bar{S}_{FS}^{\varepsilon'_r} \approx 1,5 \cdot \bar{S}_{CS}^{\varepsilon'_r}. \quad (11)$$

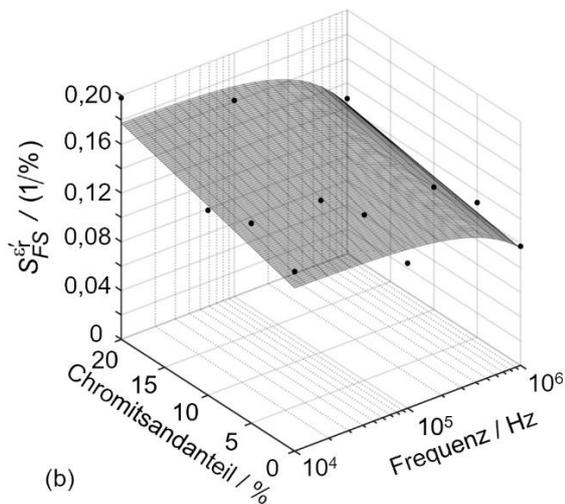
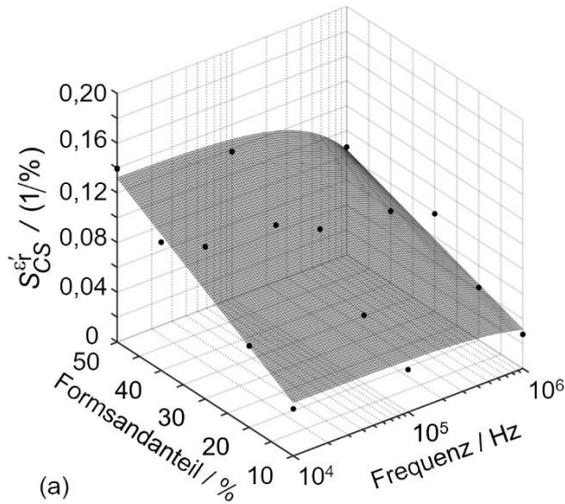


Abb. 4: Mittlere Empfindlichkeit von  $\epsilon_r'$  auf (a) den Chromitsandanteil und (b) den Formsandanteil in Abhängigkeit von der Zusammensetzung und der Frequenz. Bei den Punkten handelt es sich um Messwerte, extrahiert aus  $\epsilon_r'$ , die Fläche ist Ergebnis einer Regression.

### Ergebnisse für Regenerate

Mit den Gl. (2) bis (9) wurden auch die Impedanzen der verschieden weit regenerierten Altsandproben ausgewertet und  $\epsilon_r(\omega)$  extrahiert. Die aus Einzelmessungen erhaltenen Mittelwerte von  $\epsilon_r'$  sind über den verschiedenen Zeitpunkten der Regeneration in Abb. 5 aufgetragen. Die relative Standardunsicherheit von zehn Wiederholmessungen lag bei jedem Messpunkt und jeder Frequenz unterhalb von 1,5 %.

Abb. 5(a) zeigt  $\epsilon_r'$  bei einer Regeneration mit niedriger Intensität, 5(b) zeigt die Werte einer Regeneration mit hoher Intensität.

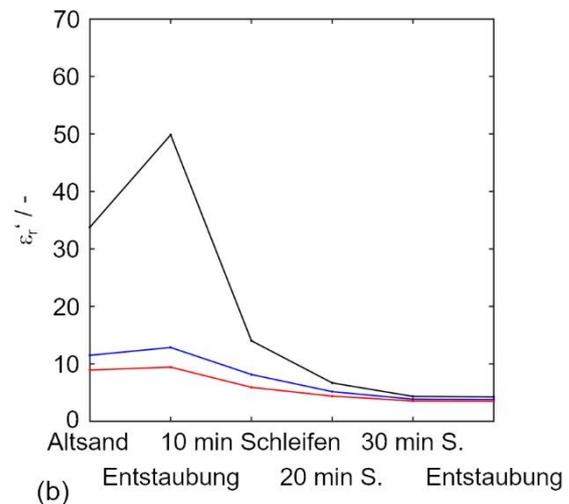
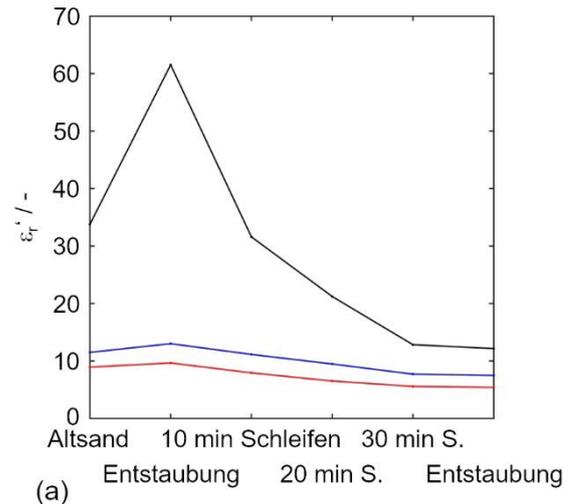


Abb. 5:  $\epsilon_r'$  bei (a) niedriger und (b) hoher Regenerationsintensität. Messung bei 10 kHz (schwarz), 100 kHz (blau) und 1 MHz (rot) zu den Regenerationszeitpunkten „Entstaubung“, „10 min Schleifen“, „20 min Schleifen“, „30 min Schleifen“ und „weitere Entstaubung“.

Aus Abb. 5 wird deutlich, dass mit fortschreitender Regeneration  $\epsilon_r'$  abnimmt. Dies gilt sowohl für die niedrige als auch die hohe Regenerationsintensität, wobei sich bei letzterer  $\epsilon_r'$  schneller ändert und ein niedrigerer Wert erreicht wird. Der Endwert ist 5,4 bis 12 bei niedriger Intensität und 3,5 bis 4,3 bei hoher Intensität. Darüber hinaus zeigt sich, dass  $\epsilon_r'$  bei hoher Regenerationsintensität am Ende bei allen drei untersuchten Frequenzen zum selben Wert konvergiert. Gerade dieses Verhalten deutet unter Hinzunahme der zuvor anhand der FCR-Gemische gewonnenen Erkenntnisse darauf hin, dass eine zunehmend einheitlichere Zusammensetzung am Ende der intensiven Regeneration vorlag. Dies ist konsistent mit Abb. 4(a), in der ebenfalls bei abnehmendem Form- und Chromitsandanteil eine Konvergenz

zum selben Wert für  $\varepsilon'_f$  erkennbar ist. Eine solche Konvergenz ist Ausdruck dafür, dass keine Änderung der stofflichen Zusammensetzung bei einer weiter fortschreitenden Regeneration zu erwarten ist, und signalisiert das Ende der Regeneration. Die  $\varepsilon'_f$ -Werte am Ende der intensiveren Regeneration ähneln denen von Quarzsand,  $\varepsilon'_{f, \text{Quarz}}(f = 10 \text{ kHz}) \approx 2,5 \dots 3,0$  [5], [9]. Dies ist ein Indikator dafür, dass das Prozessziel der Altsandregeneration erreicht wurde. Die weniger intensiv durchgeführte Regeneration weist am Ende hingegen noch eine größere Abweichung zu diesem Wert auf, was darauf schließen lässt, dass hier das Prozessziel noch nicht erreicht wurde.

### Fazit

Es konnte gezeigt werden, dass sich die Materialfunktion  $\varepsilon_f(\omega)$  von Formstoffproben in dem hier untersuchten Messbereich systematisch mit der Zusammensetzung und der Frequenz verhält. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass sich  $\varepsilon_f(\omega)$  prinzipiell als Messgröße in Anlagen des Formstoffkreislaufs in Gießereien eignet. Die Untersuchung der Empfindlichkeit hat ergeben, dass die Zusammensetzung des Formstoffes einen Einfluss hat. Konkret reagierte die Messgröße  $\varepsilon'_f(\omega)$  anderthalb Mal so empfindlich auf den Formsandanteil wie auf den Chromitsandanteil. Außerdem wurde eine deutliche Frequenzabhängigkeit beobachtet: Bei einem Chromitsandanteil von 20 % sank die Empfindlichkeit auf den Formsandanteil mit ca. 20 % pro Frequenzdekade.

Für eine möglichst hohe Empfindlichkeit ist es also empfehlenswert, möglichst niedrige Messfrequenzen zu wählen. Dies steht allerdings im Widerspruch zu den prozessbedingten Restriktionen der Messzeit. Die meist kurzen Prozessdauern (Mischzeiten < 10 Minuten, Regenerationszeiten < 45 Minuten) erlauben jedenfalls keine Aufnahme von Impedanzspektren im mHz-Bereich, wie es etwa bei elektrochemischen Systemen häufig praktiziert wird. Es muss zwischen einer hohen Empfindlichkeit und einer niedrigen Messzeit abgewogen werden.

Der Permittivitätsverlauf des Altsandes während der Regeneration lieferte ermutigende Ergebnisse: Mit fortschreitender Regeneration näherte sich  $\varepsilon'_f$  zunehmend dem Wert von Quarzsand an. Dieser Effekt beschleunigte sich bei hoher Regenerationsintensität, wobei auch der am Ende erreichte Wert deutlich näher an dem von Quarzsand lag. Eine bleibende Abweichung ( $\Delta\varepsilon'_f = 1,5$ ) weist trotzdem darauf hin, dass eine ideale Regeneration hin zu reinem Quarzsand nicht erreicht wird.

### Literaturnachweis

- [1] W. Tilch, H. Polzin und M. Franke, Praxis-handbuch bentonitgebundener Formstoff. Berlin: Schiele & Schön, 2. Aufl. 2019, S. 384.
- [2] R. Roller, K. Berndt, V. Buck, M. Dahlmann, L. Leineweber, J. Ludwig, C. Appelt, M. Pröm, H. Rödter, M. Schlotterbeck und R. Wintgens, Fachkunde Gießereitechnik. Haan-Gruiten: Europa-Lehrmittel, 9. Aufl. 2021, S. 464.
- [3] D. Wijnker, „Erfahrungen beim Regenerieren von Grünsand-Kernsandgemisch im Grünsandformverfahren“, *Giesserei-Praxis*, Nr. 10, S. 447–458, 2014.
- [4] L. Bifano, M. Weider, A. Fischerauer, G. Wolf und G. Fischerauer, „In situ monitoring of used-sand regeneration in foundries by impedance spectroscopy“, *J. Sens. Syst.*, Bd. 11, S. 287–298, 2022. DOI: 10.5194/jsss-11-287-2022.
- [5] L. Bifano, A. Fischerauer und G. Fischerauer, „Investigation of complex permittivity spectra of foundry sands“, *Technisches Messen*, Bd. 87, Nr. 5, S. 372–380, 2020. DOI: 10.1515/teme-2019-0121.
- [6] F. Kremer und A. Schönhals (Hrsg.), Broadband dielectric spectroscopy Berlin, Heidelberg: Springer, 2003, S. 729.
- [7] W. J. K. Raymond, C. K. Chakrabarty, G. C. Hock und A. B. Ghani, „Complex permittivity measurement using capacitance method from 300 kHz to 50 MHz“, *Measurement*, Bd. 46, Nr. 10, S. 3796–3801, 2013. DOI: 10.1016/j.measurement.2013.06.039.
- [8] H. Working und H. Hotelling, „Applications of the theory of error to the interpretation of trends“, *J. American Statistical Association*, Bd. 24, Nr. 165, S. 73–85, 1929. DOI: 10.2307/2277011.
- [9] R. F. Harrington, Time-harmonic electromagnetic fields. New York: IEEE Press, Wiley-Interscience, 2001, S. 496.

# Dichtheit von Sensorsystemen

Typprüfung vs. Stückprüfung | Prüfparameter | Dichtheitsprüfung im Fertigungsprozess

*Dr. Joachim Lapsien<sup>1</sup>,*

*<sup>1</sup>CETA Testsysteme GmbH, Marie-Curie-Str. 35-37, 40721 Hilden, Deutschland*

## Zusammenfassung

Sensorsysteme werden unter den unterschiedlichsten Bedingungen eingesetzt und sind einer Vielzahl von Einflüssen ausgesetzt. Entsprechend vielfältig sind die Anforderungen. Hierzu gehört bisweilen auch die Dichtheit gegen Verschmutzung und Feuchtigkeit, deren Anforderungen in der Definition der IP-Schutzarten beschrieben sind. Hierbei handelt es sich um Typprüfungen. Prototypen und Baumuster werden strikt nach den Vorgaben der angestrebten IP-Schutzart im Labor auf die Dichtheit gegen das Eindringen von Fremdkörpern und Feuchtigkeit geprüft. Die Stückprüfung hingegen dient dem Nachweis einer gleichbleibenden Fertigungsqualität. Die in den Fertigungsprozess integrierte Dichtheitsprüfung kann nicht unter den Bedingungen der Laborprüfung durchgeführt werden. Hier gilt es entsprechende Vorgaben für die Prüfung in der Produktionslinie festzulegen. Dieses sind der Prüfdruck und die zulässige Leckrate. In Abhängigkeit von der geforderten Leckrate ist dann die Auswahl eines geeigneten Prüfverfahrens möglich. Praktische Ansätze zur Festlegung der Prüfparameter Prüfdruck und Leckrate werden behandelt.

**Keywords:** Dichtheitsprüfung, Typprüfung, IP-Schutzart, Stückprüfung, End-of-Line-Prüfung

## Dichtheit und Sensorsysteme

Sensorsysteme werden in fast jedem industriellen Bereich verwendet und müssen eine Vielzahl von Anforderungen erfüllen. Wenn sie in feuchtigkeitsbelasteter Umgebung verwendet werden, müssen sie wasserdicht sein. Denn das Eindringen von Flüssigkeiten kann zu schwerwiegenden Funktionsstörungen des Sensorsystems und der Elektronik führen. Häufig wird ein Dichtheitsgrad entsprechend einer IP-Schutzart (z. B. IP 67) gefordert. In der Definition der IP-Schutzarten wird nur beschrieben, wie ein geeigneter Labortest durchzuführen ist. Hierbei handelt es sich um eine Typprüfung.



Abb. 1: Lichtschrankensensor [1]

## Typprüfungen und Stückprüfungen

Die Typprüfung hat das Ziel festzustellen, dass die Bestimmungen der Norm für die betreffenden Schutzarten von einem Prototypen oder Baumuster erfüllt werden. Sie dient dem Nachweis, dass das Produkt die vom Hersteller angegebene Eigenschaft besitzt und den Anforderungen entspricht. Bei Produkten, die in geringer Stückzahl hergestellt werden, sowie im Allgemeinen auch bei in Einzelausführung gebauten Geräten, reicht eine vereinfachte Typprüfung aus.

Die Stückprüfung dient dem Nachweis einer gleichbleibenden Produktqualität. Bei der Fertigung großer Stückzahlen und in einigen Branchen ist es schon seit Jahren üblich, dass jedes Produkt zu 100 % produktionsbegleitend auf Dichtheit geprüft wird. Dies ist insbesondere dann der Fall, je komplexer und wertiger das Produkt ist, so dass sich eine Nacharbeit wirtschaftlich lohnt, oder je sensibler und kritischer die Anwendung ist, in der das Produkt eingesetzt wird, oder wenn der dichtheitsbedingte Ausfall hohe Folgeschäden auslöst. Hier verlässt man sich nicht auf die Typprüfung. So werden beispielsweise Produkte, die im Automotive-Bereich eingesetzt werden, zu 100 % auf Dichtheit geprüft.

## Typprüfung

### IP-Schutzarten für Wasserprüfungen

Bei den IP-Schutzartenprüfungen handelt es sich um Typprüfungen. Hierbei werden Prototypen und Baumuster strikt nach den Vorgaben der angestrebten IP-Schutzart im Labor auf die Dichtheit gegen das Eindringen von Feuchtigkeit geprüft. Das Ergebnis der Prüfung wird in einem Prüfzertifikat zusammengefasst.

#### Vorteile der Typprüfung

- Erkennung und Vermeidung von Fehlern schon in der Entwicklungsphase.
- Schaffung von Vertrauen in das Produkt durch das Prüfzertifikat einer neutralen Prüfstelle.
- Minderung des Risikos der Produkthaftung durch eine erfolgreiche Baumusterprüfung
- Verringerung der Herstellkosten durch eine erfolgreiche Eignungsprüfung.
- Die erfolgreich bestandene Typprüfung bescheinigt eine erhöhte Produktsicherheit und -zuverlässigkeit.

#### Nachteile der Typprüfung

- Tests werden nur an einem Baumuster oder Prototypen durchgeführt.
- Die Typprüfung ist eine Laborprüfung und nicht in den Produktionsprozess integrierbar.
- Das Prüfzertifikat der Typprüfung sagt nichts über die Konstanz der Fertigungsbedingungen der Serienprodukte aus.

## Stückprüfung

### Produktionsbegleitende Dichtheitsprüfung

Bei der in den Produktionsprozess integrierten Dichtheitsprüfung werden alle dichtheitsrelevanten Komponenten und Montageprozesse abgeprüft. Hierzu gehören beispielsweise die Vollständigkeit der Schweißnaht, Klebnaht oder Schraubverbindungen, die Maßhaltigkeit der eingesetzten abdichtenden Komponenten und deren korrekte Platzierung, das Vorhandensein der dichtenden Elemente (z.B. O-Ringe, Dichtmatten), die Rauigkeit bzw. Unversehrtheit von Oberflächen, auf denen abgedichtet wird, die Dichtheit der Steckverbinder und Kabeldurchführungen und korrekt montierte und unbeschädigte Druckausgleichselemente. Nur wenn die Summe der Einzelleckagen geringer ist als die zulässige Gesamtleckrate, wird das Produkt als dicht bewertet.

#### Vorteile der Stückprüfung

- Jedes Prüfteil wird geprüft.
- Messwerte können aufgezeichnet werden und sind somit rückverfolgbar.

- Produktionsprobleme werden sehr schnell erkannt.
- Erhöhte Sicherheit hinsichtlich der Qualität der ausgelieferten Produkte.
- Absicherung des Produktionsprozesses.

#### Nachteile der Stückprüfung

- Notwendigkeit der Festlegung produkt-spezifischer Prüfparameter.
- Kosten für die Integration eines Dichtheitsprüfstandes.
- Aufwand der begleitenden Dokumentation.

## **Übersicht über industrielle Dichtheitsprüfverfahren**

Im industriellen Bereich werden – je nach Leckrate – als Prüfmedien Wasser, Druckluft, Wasserstoff (Formiergas: 5 % Wasserstoff, 95 % Stickstoff) und Helium eingesetzt. In Abhängigkeit von der Größe der zulässigen Leckrate ist vorab zu entscheiden, welches Prüfmedium eingesetzt wird (Tab. 1).

*Tab. 1: Übersicht über Prüfmedien, industrielle Dichtheitsprüfmethoden und die damit nachweisbaren Luftleckraten [1]*

| Prüfmedium                  | Luftleckrate (*)                   | Messung / Nachweis                |
|-----------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|
| Wasser                      | $> 10^{-2}$ mbar <sup>*/l</sup> /s | Luftblasen                        |
| Druckluft                   | $> 10^{-3}$ mbar <sup>*/l</sup> /s | Druckänderung<br>Massendurchfluss |
| Wasserstoff<br>(Formiergas) | $> 10^{-6}$ mbar <sup>*/l</sup> /s | H <sub>2</sub> -Konzentration     |
| Helium                      | $> 10^{-9}$ mbar <sup>*/l</sup> /s | He-Konzentration                  |

(\*) Anmerkung: 1 mbar<sup>\*/l</sup>/s = 60 ml/min

Für die Dichtheitsprüfung im Produktionsprozess sind als Vorgaben der Prüfdruck und die zulässige Leckrate notwendig.

## **Methoden zur Festlegung der Prüfdruckes**

Für die Wahl des Prüfdruckes gibt es verschiedene Ansätze, wenn keine produkt-spezifischen Vorgaben für die Dichtheitsprüfung existieren. Der Prüfdruck kann aus dem Betriebsdruck, Außendruckänderungen im Betrieb (barometrische Druckänderungen), anhand des spezifizierten Temperaturbereiches des Produktes (temperaturbedingte Druckänderungen) oder bisweilen auch anhand der Prüfbedingungen bei einer IP-Schutzartenprüfung (z. B. aus der Tauchtiefe) abgeleitet werden. Zudem ist die Richtung der Druckbelastung festzulegen, d.h. ob das Produkt mit positivem oder negativem Überdruck geprüft wird.

Betriebsdruck (plus Sicherheitszuschlag)

Wenn bekannt ist, welcher maximale Druck im Betrieb des Produktes (z. B. bei Druckbehältern, Pumpen, Zylindern) auftreten kann, kann dieser für weitere Entscheidungen herangezogen werden. Da es sich um Betriebsdrücke handelt, muss das Produkt auch für höhere Drücke ausgelegt sein. Hierzu gibt es in der Regel Vorgaben zum Sicherheitszuschlag. Der sich so ergebende Druck sollte auch der Prüfdruck bei der Dichtheitsprüfung sein.

Barometrische Druckänderungen

Einige Produkte sind im Betrieb aufgrund von unterschiedlichen Höhen über dem Erdboden (z. B. bei Höhenfahrten, Luftfahrt) unterschiedlichen Außendrücken ausgesetzt.

Quantitativ wird der höhenabhängige Luftdruck durch die sogenannte „barometrische Höhenformel“ (Gl. 1) beschrieben. Für Höhen bis ca. 100 km gilt:

$$p(h) = p_0 \cdot \exp\left(-\frac{h(m)}{7.990 \text{ m}}\right) \quad (\text{Gl. 1})$$

wobei

$p_0 = 101.325 \text{ Pa}$  (Luftdruck in Meereshöhe,  $0^\circ\text{C}$ )

$h = \text{Höhe in m über Normal-Null}$

In Tab. 2 sind die Luftdrücke in unterschiedlichen Höhen und die Differenz zum Normaldruckniveau aufgeführt.

Tab. 2: Anwendung der barometrischen Höhenformel und Berechnung des Druckunterschiedes zum Normaldruckniveau [1]

| Höhe $h$ | Druck $p(h)$ | Druckdifferenz $p(h) - p_0$ |
|----------|--------------|-----------------------------|
| 0 m      | 101.325 Pa   | 0 Pa = 0 mbar               |
| 500 m    | 95.179 Pa    | -6.146 Pa = -61,5 mbar      |
| 1.000 m  | 89.405 Pa    | -11.920 Pa = -119,2 mbar    |
| 5.000 m  | 54.193 Pa    | -47.132 Pa = -471,3 mbar    |
| 10.000 m | 28.574 Pa    | -72.751 Pa = -727,5 mbar    |

In der Nähe der Erdoberfläche gilt näherungsweise: Mit je 8 m Höhenunterschied ändert sich der Luftdruck um je 100 Pa, entsprechend 1 mbar. Bei sehr genauen Luftdruckberechnungen muss beachtet werden, dass die Lufttemperatur mit der Höhe abnimmt. Auch bei Dichtheitsprüfungen mit negativem Überdruck ist der höhenabhängige Luftdruck bei der Parametrierung der Prüfaufgabe zu beachten. In Meereshöhe ist es in der Regel problemlos möglich den gewünschten negativen Überdruck im Prüfteil zu erreichen. Anders stellt es sich dar, wenn sich die Produktionslinie und der Prüfstand in höheren Lagen (z. B. in Mexiko) befinden. Aufgrund der

Abnahme des Luftdruckes mit der Höhe kann dann der Fall eintreten, dass die Evakuierung des Prüfteils auf den vorgesehenen Zieldruck nicht mehr möglich ist.

Temperaturbedingte Druckänderungen

Wenn das Produkt für einen Temperaturbereich spezifiziert ist, so kann daraus ein entsprechender Druckbereich abgeleitet werden, dem das Produkt in der Praxis ausgesetzt ist. Wenn das Prüfteil zudem gekapselt ist, so ist dies auch die im Prüfteilinneren auftretende Druckbelastung. Mit Hilfe der idealen Gasgleichung für den Fall eines konstanten Volumens (isochore Zustandsänderung) lässt sich die temperaturbedingte Druckänderung berechnen (Gl. 2):

$$\Delta p = p_1 \cdot \frac{\Delta T}{T_1} \quad (\text{Gl. 2})$$

In diese Formel sind die Absolutdrücke und die absoluten Temperaturen einzusetzen. Ist das Produkt für einen Betrieb in einem Temperaturbereich von  $-40^\circ\text{C}$  bis  $+120^\circ\text{C}$  zugelassen, ergeben sich ausgehend von dem Ausgangszustand (Atmosphärenluftdruck 1013 mbar und  $+20^\circ\text{C}$ ) folgende temperaturbedingte Druckänderungen:

Abkühlung:  $+20^\circ\text{C}$  ( $T_1 = 293,15 \text{ K}$ ) auf  $-40^\circ\text{C}$ , d.h.  $\Delta T = -60 \text{ K} \Rightarrow \Delta p = -207,33 \text{ mbar}$

Erwärmung:  $+20^\circ\text{C}$  ( $T_1 = 293,15 \text{ K}$ ) auf  $+120^\circ\text{C}$ , d.h.  $\Delta T = +100 \text{ K} \Rightarrow \Delta p = +345,56 \text{ mbar}$

Falls das Produkt bei Atmosphärendruck schon die Minimal- bzw. Maximaltemperatur angenommen hat und schockartig erwärmt oder abgekühlt wird, ergeben sich die folgenden temperaturbedingten Druckänderungen.

Erwärmung:  $-40^\circ\text{C}$  ( $T_1 = 233,13 \text{ K}$ ) auf  $+120^\circ\text{C}$ , d.h.  $\Delta T = +160 \text{ K} \Rightarrow \Delta p = +695,35 \text{ mbar}$

Abkühlung:  $+120^\circ\text{C}$  ( $T_1 = 393,15 \text{ K}$ ) auf  $-40^\circ\text{C}$ , d.h.  $\Delta T = -160 \text{ K} \Rightarrow \Delta p = -412,26 \text{ mbar}$

Je nach dem, welches Szenario in der Praxis am häufigsten auftritt bzw. das größte Risiko darstellt, ist der Prüfdruck entsprechend zu wählen. Inwiefern hier noch ein Sicherheitszuschlag zu berücksichtigen ist, ist seitens des Herstellers zu entscheiden. Zudem ist zu beachten, für welche Druckbelastungen die verbauten Komponenten ausgelegt sind.

Wenn in dem Produkt ein Druckausgleichselement integriert ist, welches wasserdicht aber luftdurchlässig ist, so gleicht sich der im Inneren auftretende Druck aus und der berechnete Maximaldruck tritt in der Praxis nicht auf. Der zeitliche Druckausgleich hängt vom spezifischen Luftleitwert des Druckausgleichselements, von der durchflussaktiven Öffnung und von der Druckdifferenz ab.

### Ableitung aus der Tauchtiefe

Einige Produkte werden gemäß DIN IEC 60529 nach IP-Schutzarten für Gehäuse (International Protection) spezifiziert, z. B. IP 67. Die erste Ziffer beschreibt den Schutz gegen Fremdkörper und gegen Berührung und die zweite Ziffer den Schutz gegen Wasser. IP-Schutzarten legen fest, in welchem Umfang ein Produkt Umwelteinflüssen ausgesetzt werden kann, ohne beschädigt zu werden oder ein Sicherheitsrisiko darzustellen. Bei der industriellen Dichtheitsprüfung geht es sehr häufig darum, dass das Produkt dicht gegen Feuchtigkeit und Flüssigkeit ist.

Bei den IP-Schutzartenprüfungen handelt es sich um Typprüfungen. Hierbei werden Prototypen und Baumuster strikt nach den Vorgaben der angestrebten IP-Schutzart im Labor auf Dichtheit geprüft.

Die Durchführung einer Typprüfung ist mit hohem experimentellem Aufwand verbunden. Diese Prüfungen werden von besonders ausgestatteten Laboren und Instituten durchgeführt. Hierbei werden spezielle Prüfvorrichtungen eingesetzt, und das Prüfteil wird je nach IP-Schutzart Wasser mit unterschiedlicher Intensität und Einwirkzeit ausgesetzt.

Es ist offensichtlich, dass sich derartige Prüfvorrichtungen nicht als produktionsbegleitende Prüfung integrieren lassen. So kann weder mit Feuchtigkeit oder mit Flüssigkeiten gearbeitet werden, und die Prüfdauer (Einwirkzeiten der Feuchtigkeit oder Flüssigkeit) entspricht in keinsten Weise den in der Industrie üblichen Produktionstaktzeiten.

Tab. 3: Auszug aus der Prüfspezifikation der IP-Schutzarten [2], [3]

| IP-Schutzart                    | Test                       | Testvorschrift   |
|---------------------------------|----------------------------|--|
| IP X7<br>Zeitweilige<br>Flutung | Tauchbecken<br>Tiefe: 1 m  | Wassersäule 150 mm<br>über höchsten Punkt<br>des Gehäuses<br>Niedrigster Punkt des<br>Gehäuses 1 m unter<br>Wasser<br>t = 30 Minuten |
| IP X8<br>Dauerflutung           | Tauchbecken<br>Tiefe > 1 m | Wassersäule >150 mm<br>über dem Prüfling<br>Tauchtiefe wählbar<br>t = ∞  |

Für die produktionsbegleitende Dichtheitsprüfung liefert die IP-Schutzartprüfung keine direkten Vorgaben. Anhand der Prüfbedingungen einiger IP-Schutzartprüfungen (Tab. 3) kann zumindest der Prüfdruck abgeleitet werden. So handelt es sich bei der IP 67 und IP 68 um Tauchprüfungen, bei der sich das Produkt in einer definierten Tiefe in einem Tauchbecken befindet.

Der in der Tauchtiefe auf das Produkt einwirkende hydrostatische Druck lässt sich gemäß folgender Formel (Gl. 4) berechnen:

$$\Delta p = \rho \cdot g \cdot \Delta h \quad (\text{Gl. 4})$$

Für  $\Delta h = 1$  m Wassertiefe (Wasserdichte  $\rho = 998,2$  kg/m<sup>3</sup> bei 20°C, Erdbeschleunigung  $g = 9.81$  m/s<sup>2</sup>) ergibt sich  $\Delta p = 9792,3$  Pa = 97,9 mbar. In der Praxis wird bei 1 m Wassertiefe der Einfachheit halber mit einem Druck von 100 mbar gerechnet.

### Richtung der Druckbelastung

Neben dem Prüfdruck ist auch die Richtung der Druckbelastung festzulegen, d.h. ob mit positivem oder negativem Überdruck geprüft wird. Hier gibt es einige Aspekte zu beachten:

Bisweilen ist es aufwändig die Druckbelastung konform der IP-Schutzart zu erzeugen. Dies würde bedeuten, dass das Prüfteil komplett mit dem Prüfdruck von außen beaufschlagt werden muss. Dieses ist möglich, erfordert aber eine Haubenprüfung. Da die Haube für die Aufnahme des Prüfteils ausgelegt werden muss, kann es bei unterschiedlichen Produktvarianten sehr schnell komplex werden. Alternativ zur Druckbeaufschlagung von außen, kann negativer Überdruck im Inneren des Produktes angelegt werden. Dann entspricht die Richtung der Druckbelastung der der IP-Schutzartprüfung.

Der Einsatz von negativem Überdruck kann unter Umständen sogar zur Montageunterstützung eingesetzt werden. Wenn im Inneren eines Produktes, das durch Klebung gefügt wird, ein negativer Unterdruck angelegt wird, so werden die zu verklebenden Komponenten besser in das Klebbett gedrückt und unter Umständen - und je nach Klebertyp - kann eine bessere Vernetzung erreicht werden.

Grundsätzlich machen sich externe temperaturbedingte Störungen bei negativem Überdruck aufgrund der verringerten Anzahl von Molekülen nicht so stark bemerkbar. Allerdings stellen sich diese Vorteile erst bei nennenswertem negativem Überdruck ein.

Korrelationsuntersuchungen zur Beurteilung, ob die Richtung der Druckbeaufschlagung kritisch ist oder nicht, sind deutlich aufwändiger. Denn es wird zumindest eine Haube benötigt, um die Druckbeaufschlagung von außen auf das Prüfteil nachzustellen.

Wenn die Gefahr besteht, dass der negative Überdruck im Inneren des Prüfteils dazu führen könnte, dass Mikroleckagen zugeedrückt werden, so sollte mit positivem Überdruck geprüft werden. Da dieses dann sogar die "schärfere" Prüfung ist, bei der Leckagen sogar deutlicher erkannt werden, ist dies vor dem

Hintergrund der Reduzierung von Risiken durchaus sinnvoll.

### Methoden zur Festlegung der Leckrate

Für die Wahl der Leckrate gibt es diverse Ansätze, wenn keine produktspezifische zulässige Leckrate vorgeschrieben ist: Messung der aus den Lecks austretenden Gasmenge, Umrechnung einer Flüssigkeitsleckrate in eine Gasleckrate, Viskositätsbetrachtung, Vererbung von Leckraten ähnlicher Produkte, Zugrundelegung industriell üblicher Orientierungswerte, Korrelationsversuche, Vermessung realer Produktionsfehler oder Untersuchung von Feldrückläufern.

#### Leckratenermittlung über die aus der Leckage austretenden Luft

Eine Luftleckrate kann experimentell wie folgt ermittelt werden: Ein grenzwertiges Prüfteil wird in einem Wasserbad mit dem Prüfdruck beaufschlagt. Die aus dem Leck austretende Luft wird in einem umgestülpten, mit Wasser gefüllten, Behälter mit Volumenskala (z.B. Reagenzglas) über einen Zeitraum aufgefangen. Die aufsteigenden Luftblasen verdrängen das Wasser im Behälter. Nach Ablauf der Messzeit wird das Luftvolumen im Behälter abgelesen und die daraus resultierende Luftleckrate berechnet. Bei sehr geringen Prüfdrücken ist der hydrostatische Gegendruck des Wassers in der Tiefe der Leckage zu berücksichtigen, und der Prüfdruck ist entsprechend zu korrigieren.

#### Ableitung einer Gasleckrate aus einer Flüssigkeitsleckrate

Das Strömungsverhalten von Gasen und Flüssigkeiten wird durch die dynamische Viskosität  $\eta$  bestimmt (Einheit  $\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2 = \text{kg}/(\text{m}\cdot\text{s})$ ).

Zur Abschätzung einer Gasleckrate  $\Delta V/\Delta t_{\text{Gas}}$  ausgehend von einer bekannten Flüssigkeitsleckrate  $Q_{\text{Flüssigkeit}}$  kann die folgende Formel (Gl. 5) verwendet werden:

$$\frac{\Delta V}{\Delta t_{\text{Gas}}} = Q_{\text{Flüssigkeit}} \cdot \frac{p_1 + p_2}{2} \cdot \frac{\eta_{\text{Flüssigkeit}}}{\eta_{\text{Gas}}} \quad (\text{Gl. 5})$$

Beispiel: Ein Ventil wird mit Wasser und 2 bar positivem Überdruck ( $p_{1,\text{absolut}} = 3013 \text{ mbar}$ ) beaufschlagt. Alle 10 Minuten tritt ein Wassertropfen ( $\odot: 5 \text{ mm}$ ) gegen Atmosphäre ( $p_{2,\text{absolut}} = 1013 \text{ mbar}$ ) aus. Dies entspricht einer Wasserleckrate von  $q_{\text{Wasser}} = 1,09 \cdot 10^{-7} \text{ l/s}$  oder 3,4 l Wasser pro Jahr. Mit den dynamischen Viskositäten von Wasser und Luft (bei  $20^\circ\text{C}$ :  $\eta_{\text{Wasser}} = 1,002 \cdot 10^{-3} \text{ N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$ ,  $\eta_{\text{Luft}} = 1,815 \cdot 10^{-5} \text{ N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$ ) ergibt sich eine Luftleckrate von  $\Delta V/\Delta t = 0,0121 \text{ mbar}\cdot\text{l/s}$  (entsprechend  $0,726 \text{ cm}^3/\text{min}$  Luft unter Normal-

druck). Bei diesen Betrachtungen ist zu beachten, dass diese für ideale Verhältnisse gelten (laminare Strömung, unveränderliches kapillares Leck). In der Praxis liegen meist gänzlich andere Verhältnisse vor. Handelt es sich bei dem Leck um Mikroporositäten, Haarrisse oder weitet sich das Leck bei Druckbeaufschlagung auf, so lassen sich diese Effekte nicht mehr in geschlossener Form quantitativ beschreiben. Zu beachten ist, dass die Viskosität von Gasen mit steigender Temperatur zunimmt. Dieses hängt mit der zunehmenden thermischen Bewegung der Gasmoleküle zusammen. Bei Flüssigkeiten hingegen nimmt die Viskosität mit steigender Temperatur ab. Somit ist die Temperatur ein Einflussfaktor und sollte beachtet werden.

#### Viskositätsbetrachtung

Wenn gefordert ist, dass das Produkt dicht gegen ein Medium sein muss, so ist es möglich durch einen Vergleich der dynamischen Viskosität des Mediums mit dem als Referenzmedium gewählten Wassers eine Abschätzung für eine Leckrate vorzunehmen.

Hierbei sollten auch die verschiedenen Betriebstemperaturen des Produktes beachtet werden. Dabei werden die dynamischen Viskositäten des Betriebsmediums in Abhängigkeit von der Temperatur mit den entsprechenden dynamischen Viskositäten von Wasser gegenübergestellt. D.h. rechnerisch wird ein Bezug zur Wasserdichtheit hergestellt, wobei z. B. für  $20^\circ\text{C}$  eine Luftleckrate von  $0,6 \text{ ml/min}$  als „Ankerwert“ verwendet wird.

Werden Leckraten auf der Basis eines Vergleiches von dynamischen Viskositäten festgelegt, so sollte - je nach Medium - eventuell noch ein Sicherheitsabschlag an der so berechneten Leckrate vorgenommen werden.

#### Vererbung von Leckraten

Wenn ähnliche oder leicht modifizierte Produkte hergestellt werden, die sich – aus der Sicht der Dichtheitsprüfung – nur geringfügig voneinander unterscheiden und wenn bei der Produktion ähnlich gut überwachte Montageprozesse zum Einsatz kommen, so kann es durchaus legitim sein, die Leckrate des einen Produkttyps auch bei der anderen Produktvariante zugrunde zu legen. Zur Beurteilung, ob die Produkte aus prüftechnischer Sicht ähnlich sind, sollten relevante Kriterien herangezogen werden (z. B. Montageprozess, Ausschussquote, Quote der Produktrückläufer aufgrund von Leckagen, befüllbares Volumen, Art der Füge-technik, Wandstärke, Art der Adaption, intern verbaute Komponenten).

Und es muss geprüft werden, inwiefern, trotz gleicher Leckrate, Anpassungen am Prüf-

prozess notwendig sind, wie z. B. an der Füllzeit, an der Stabilisierzeit und damit an der Gesamtprüfzeit. Findet hierzu keine qualifizierte Überprüfung statt, so besteht die Gefahr, dass entweder zu scharf oder zu unscharf geprüft wird.

#### Verwendung von industriell üblichen Orientierungswerten

In der Literatur findet man Informationen zur Dichtheit in Abhängigkeit von der Leckrate und Lochgröße. In Tab. 4 sind einige Orientierungswerte aufgeführt. Die Leckrate hat üblicherweise die Einheit „mbar\*l/s“ bzw. „ml/min“, wobei  $1 \text{ mbar} \cdot \text{l/s} = 60 \text{ ml/min}$ .

Tab. 4: Orientierungswerte zu Dichtheit, Lochgröße und Leckrate [4]

| Dichtheit       | Lochgröße        | Leckrate                                   |
|-----------------|------------------|--|
| Wasserdicht     | 10 $\mu\text{m}$ | $< 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$  |
| Dampfdicht      | 3 $\mu\text{m}$  | $< 10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$  |
| Bakteriendicht  | 1 $\mu\text{m}$  | $< 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$  |
| Öldicht         | 300 nm           | $< 10^{-5} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$  |
| Virendicht      | 100 nm           | $< 10^{-6} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$  |
| Gasdicht        | 30 nm            | $< 10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$  |
| „absolut dicht“ | 1 nm             | $< 10^{-10} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$ |

Diese Orientierungswerte beruhen auf einer Modellrechnung: In einem Behälter, der auf einen negativen Überdruck von -1 bar evakuiert wurde, befindet sich ein Loch. Wenn dieses plötzlich geöffnet wird, so dringt die über dem Lochquerschnitt anstehende Luftsäule (Atmosphärendruck von 1013 hPa) mit Schallgeschwindigkeit in den Behälter ein. Dies erzeugt einen von der Lochgröße abhängigen Volumenstrom, die Leckrate. Die in Tab. 4 angegebenen Leckraten können als ersten Ansatz für Prüfungen im Druckbereich bis 1 bar zugrunde gelegt werden.

In der Praxis stellt man fest, dass Produkte, die wasserdicht sein sollen, je nach Produktart, mit zulässigen Leckraten zwischen 0,6 ml/min und 8 ml/min geprüft werden. Ähnlich groß ist die Spanne der zulässigen Leckraten für Öldichtheit, die auch von den Eigenschaften des Öls abhängt. Hieran ist zu erkennen, dass die Verwendung von Orientierungswerten unter Umständen den Prüfprozess unnötig verschärft. Weiterhin ist zu beachten, dass nur selten ein einzelnes Loch als Leck vorhanden ist. Die Gesamtleckage ergibt sich eher aus einer Vielzahl von Mikroporositäten.

Ableitung aus Korrelationsversuchen im Labor  
Industriell übliche Orientierungswerte können für die zulässige Leckrate eines Produktes zugrunde gelegt werden.

Sicherheitshalber sollte die Festlegung der Leckrate durch Laboruntersuchungen abgesichert werden, da sonst die Gefahr besteht, dass zu scharf geprüft wird, verbunden mit einer zu hohen Ausschussquote.

Hierbei werden Prüfteile mit unterschiedlichen Produktionsgütern mit einer geeigneten Prüfmethode zerstörungsfrei auf Dichtheit geprüft. Dabei ist zu beachten, dass alle in der Produktionspraxis auftretenden Fehlerbilder geprüft werden.

Anschließend erfolgt eine Laborprüfung unter den Bedingungen der angestrebten IP-Schutzart. Diese Prüfung ist in der Regel zerstörend, da das Eindringen von Feuchtigkeit nachgewiesen werden muss. Unter bestimmten Bedingungen kann aber auch eine begleitende Funktionsprüfung stattfinden, um die Funktion und die leakagebedingte Beeinträchtigung der Funktion des Produktes nachzuweisen.

Anhand einer Korrelation der Dichtheitsprüfung mit dieser unabhängigen Untersuchung kann dann entschieden werden, welche Leckrate noch tolerabel ist. Dieses ist ein für die Auditierung des Prozesses sehr sinnvolles Vorgehen.

#### Vermessung realer Produktionsfehler

Bei Produkten, für die keine IP-Schutzart gefordert ist, verzichtet man auf die unabhängige Prüfung. Dann werden Prüfteile mit typischen in der Praxis real auftretenden Produktionsfehlern präpariert und mit einer geeigneten Methode zur Dichtheitsprüfung vermessen. Das Ziel ist die eindeutige Erkennung der kritischen Fehler und die Ableitung einer korrespondierenden Leckrate.

#### Analyse von Feldrückläufern

Anhand von undichten Rückläufern aus dem Feld kann die während der Inverkehrbringung verwendete zulässige Leckrate bestätigt oder auch angepasst werden. Hierzu können Produkte beispielsweise unter Wasser abgedrückt werden und die austretende Luft aufgefangen werden. Dabei kann auch direkt das Leck lokalisiert werden. Alternativ kann natürlich auch eine Dichtheitsprüfung zur Leckageermittlung durchgeführt werden.

Allerdings ist hierbei zu beachten, dass Feldrückläufer aufgrund des Praxisbetriebs eventuell durch Feuchtigkeit oder Schmutz kontaminiert sind. Metallische Teile können korrodiert sein. Dieses kann Einfluss auf die gemessene Luftleckrate haben. So kann beispielsweise der Fall eintreten, dass

Leckagen sich durch Korrosion oder Verschmutzung temporär verschließen, so dass bei der Nachuntersuchung unter Umständen sogar zu geringe Leckraten festgestellt werden. Bei der Untersuchung von Feldrückläufern müssen die gemessenen Leckagen also besonders kritisch bewertet werden.

### Anmerkungen

Bei der Dichtheitsprüfung von Komponenten, die später in ein Gesamtsystem verbaut werden, ist zu beachten, dass sich das Leckratenbudget additiv zusammensetzt. Wenn die zulässige Gesamtleckrate des Systems bekannt ist, so muss für die zulässige Leckrate der Komponente eine entsprechend geringere Leckrate festgelegt werden. Und die Dichtheitsprüfung der Komponente sollte zumindest bei dem gleichen Prüfdruck stattfinden, mit dem das Gesamtsystem auf Dichtheit geprüft wird.

Falls der gemessene Druckverlust sehr gering ist, kann der Prüfdruck erhöht werden, um das Messignal zu vergrößern. Dies hat natürlich eine Auswirkung auf die Leckrate, die an den neuen Prüfdruck angepasst werden muss. Dieses Vorgehen ist nur möglich, wenn der neue Prüfdruck innerhalb der Belastungsgrenzen des Bauteils liegt. Weicht der neu gewählte höhere Prüfdruck stark von dem ursprünglichen Prüfdruck ab, wird empfohlen eine dem Prüfteil angepasste und durch Versuche validierte Leckrate festzulegen.

Montagebedingte Druckänderungen beim Fügen von Teilen können aufgrund des sich einstellenden positiven Überdruckes im Prüfteil Risiken für Klebprozesse darstellen. Es ist sicherzustellen, dass ein noch nicht hinreichend ausgehärteter Kleber durch die mechanisch bedingte Druckbelastung nicht aus dem Klebbett herausgedrückt wird.

Alternativ kann ein Druckausgleichselement integriert werden, durch das der mechanisch bedingte Druck wieder abgelassen wird.

### Grenzen

Um die Ursachen für undichte Produkte systematisch zu erfassen, bietet sich die Durchführung einer Fehlerbaumanalyse an. Hierbei werden auch Aspekte analysiert, die den Prüfprozess (z. B. Prüfdruck, Richtung der Druckbeaufschlagung, Leckrate) betreffen.

Mit dem Prüfdruck lassen sich temperaturbedingte Druckänderungen nachstellen, aber nicht temperaturbedingte Mikrospalte, die sich durch unterschiedliche Material-Ausdehnungskoeffizienten bilden. Durch entsprechende Materialauswahl, konstruktive Maßnahmen und unabhängige Absicherungen ist sicherzustellen, dass dieses in der Praxis kein Problem darstellt.

Mit der Dichtheitsprüfung im Produktionsprozess lässt sich die Dichtheit des Produktes zum Zeitpunkt der Inverkehrbringung prüfen. Inwiefern das Produkt aber langzeitdicht ist, ist durch unabhängige Tests (künstliche Alterung, Untersuchung der Materialbeständigkeit) sicherzustellen. Das Produkt kann auch nach einer Zeit des Betriebes wieder auf Dichtheit geprüft werden, wobei zu beachten ist, dass eventuelle Verschmutzungen, Betriebsstoffe im Produkt oder Korrosionseffekte die Dichtheitsprüfung nicht beeinflussen bzw. eine Gefahr für das Prüfgerät darstellen.

Das Kriechverhalten von Öl kann bei der Leckratenabschätzung auf Grundlage des Vergleiches von dynamischen Viskositäten nicht erfasst werden. In diesem Fall sollten unabhängige Versuche durchgeführt werden, um abzusichern, dass die Leckrate zur Produkteigenschaft passt. Bisweilen wird hierbei ein zusätzlicher Sicherheitsabschlag (z. B. Halbierung der rechnerisch abgeleiteten Leckrate) zur Berücksichtigung des Kriechverhaltens angebracht.

### Literaturnachweis

- [1] Fotos, Grafiken und Tabellen  
CETA Testsysteme GmbH, Hilden
- [2] Übersicht über die IP-Schutzartenprüfung,  
ITS GmbH Innovative Mess- u. Testsysteme GmbH
- [3] Übersicht IP-Schutzarten  
Asskühl GmbH & Co. KG
- [4] Grundlagen der Vakuumtechnik  
Leybold GmbH, Köln

# Towards Technology-Independent Software Requirements in Legal Metrology

*Marko Esche<sup>1</sup>, Martin Nischwitz<sup>1</sup>, Felix Salwiczek<sup>1</sup>, Peter Eekhout<sup>2</sup>*

*<sup>1</sup>Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Department 8.5 „Metrological IT“, Abbestr. 2-12, 10587 Berlin, Germany*

*<sup>2</sup>Dutch Authority for Digital Infrastructure, Department “Admission and Standardisation”, Emmasingel 1, 9726 AH Groningen, The Netherlands*

## Abstract

Current practice for software examination of measuring instruments subject to legal control is based on requirements for physically separable instrument components. This approach has resulted in frequent updates to harmonized software requirement documents in recent years, while simultaneously putting serious strain on resources at standards setting bodies, such as the European Cooperation in Legal Metrology WELMEC. With the aim of establishing a future-proof method for software examination that does not restrict the use of new technologies and requires fewer revisions, an asset-based approach for software requirements is presented. This approach is based on a previously established risk assessment method based on ISO 27005 and ISO 18045 vulnerability analysis. With the help of several practical examples the applicability and fitness for purpose of the new approach is investigated and compared with the current component-based method for software examination. Based on this comparison, suggestions for further improvement of the method are derived.

**Keywords:** Legal Metrology, Conformity Assessment, Software Examination, Requirements, Risk Assessment

## Introduction

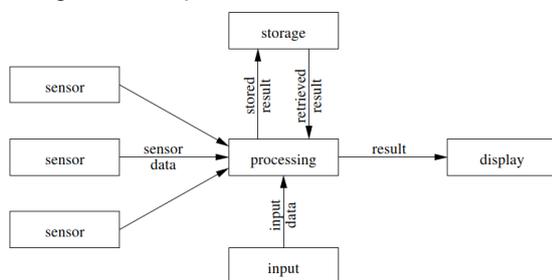
A sizeable portion of measuring instruments used in the European Union (EU) for commercial transactions, such as utility meters, taximeters and length measuring instruments, are subject to legal requirements laid down in the Measuring Instruments Directive (MID) [1] or the Non-Automatic Weighing Instrument directive [2]. This practice is usually referred to as Legal Metrology. Among these requirements are metrological requirements regarding measurement errors but also software requirements which aim to ensure securing and protection for certain assets against inadmissible influence. Any measuring instrument that falls under the scope of Legal Metrology has to undergo a conformity assessment procedure in cooperation with a so-called Notified Body before being made available on the common EU market. Germany's national metrology institute Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) is one such Notified Body. Measuring instruments are also regularly checked to ensure compliance when they are put on the market and while they are in use. The Dutch Authority for Digital Infrastructure

(RDI) is one market surveillance and inspection body tasked with monitoring measuring instruments under the scope of Legal Metrology.

Similar to the aforementioned separation of requirements for metrological and software characteristics, conformity assessment itself is usually also split into metrological tests and software examination, which then produce separate test reports which are combined by an evaluator who determines if a certificate can be issued. To assist the software examination, the European Cooperation in Legal Metrology (WELMEC) has been publishing consecutive versions of the WELMEC 7.2 Software Guide [3] since 2004. This guide transfers the essential requirements of the MID to practically implementable requirements and also offers the manufacturers corresponding “acceptable solutions” as exemplary implementations. All versions of the guide have been identified by the EU commissions working group “Measuring Instruments” (wgMI) as normative documents which can be used to demonstrate compliance of a measuring instrument's software with the essential requirements of the MID Annex I [4]. In recent years, the guide was revised on an almost yearly basis to correct

editorial and technical errors and adapt or specify additional requirements to address new technologies. In order to pave the way for speedier implementation of yet unknown technologies, the responsible WELMEC Working Group 7 “Software” set up a drafting group in March 2022 to recast the existing software guide.

Since its initial conception in 2004, the WELMEC 7.2 Software Guide has always consisted of six central parts: a basic requirement set for measuring instruments using build-for-purpose hardware and software, another basic requirement set for measuring instruments using universal devices such as tablets and PCs and four extensions for long-term storage of measurement data (Extension L), transmission of measurement data (Extension T), software separation (Extension S) and software download (Extension D). Most recently, requirements for operating systems (Extension O) were separated from the basic requirement set for measuring instruments using universal devices and introduced as a separate Extension O. As such, the guide currently mimics the setup of classical, fully integrated measuring instruments [5], where dedicated physical components containing clearly identifiable software modules fulfil specific requirements. See Figure 1 for a complex measuring system using said components.



*Fig. 1: Distributed measuring instrument processing data originating from multiple sensors. [5]*

This approach offers very little flexibility with regard to applying certain securing and protection requirements when technical deviations (such as cloud computing or web-based indication solutions) come into play, e.g., it is typically not possible to secure the operating system of a cloud server against intentional manipulation by the cloud provider but the component-based approach does not offer means to establish if such a protection is indeed necessary. By using a risk-based approach, it might be possible to establish that only protection against manipulations of

specific assets derived from the essential requirements in the MID has to be ensured.

Risk assessment has been a mandatory part of most conformity assessment procedures in the MID since 2004. To aid manufacturers and conformity assessment bodies with conducting risk assessments (see [6][7]) WELMEC has published a harmonized risk assessment method, see WELMEC 7.6 Risk Assessment Guide [8]. Whereas risk assessment currently plays the role of an add-on to classical software examination, it is proposed to use it as a basic tool for software examination in the recast guide: Requirements in Guide 7.2 will be rewritten and restructured to enable a risk-based software examination. For that purpose, the Guide will contain a chapter on general protection and securing of the identified assets. To evaluate if the solutions of the manufacturer are adequate to prevent inadmissible influence under certain circumstances such as data transmission, data storage, usage of operating systems, etc., a risk assessment is carried out. The responsible drafting group has also proposed to separate the aforementioned acceptable solutions from Guide 7.2 and move them to two “living” guides 7.3 and 7.4.

The main contribution of the paper will be to explain this new approach and validate it using a number of generic measuring instrument examples. These will also be used to evaluate the applicability of and potential remaining issues with the anticipated recast guide and illustrate how established acceptable solutions and risk assessment can work together to ensure the applicability of the revised software guide to arbitrary technologies. The remainder of the paper is structured as follows: The next section briefly describes the current component-based approach to software examination as laid out in the current WELMEC 7.2 Software Guide [3]. Section 3 revisits the previously published risk assessment method used as a foundation for the new asset-based approach. The approach itself is introduced and explained in detail in Section 4. Afterwards, an attempt is made to validate the applicability of the new approach using a number of generic measuring instrument examples in Section 5. Finally, Section 6 summarizes the paper and provides suggestions for further work.

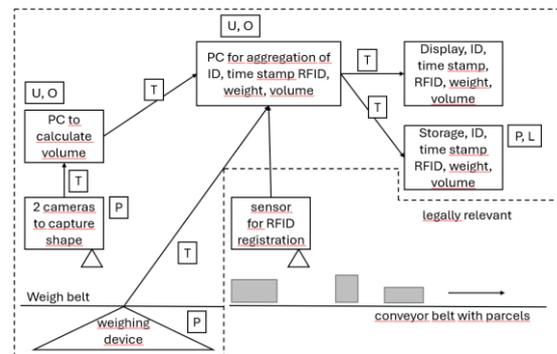
### **Component-Based Requirements in WELMEC Guide 7.2: 2023**

The central paradigm behind the current state of the art in software examination for regulated measuring instruments, i.e., the WELMEC 7.2 Software Guide, is a combination of protection and securing requirements for physically

separable and locatable components: For each component individually, the guide imposes a combination of protection and securing requirements for software, measurement data and parameters. Regardless of the fact whether basic requirement set P for built-for-purpose devices or requirement U for universal devices is used, this encompasses measures that make changes in software, measurement data and parameters evident, i.e., protection measures for intentional and accidental changes, together with securing measures to prevent inadmissible influence. Additionally, interface protection is prescribed by the Guide in requirements P4, U4. This interface protection aims to prevent influence on software, parameters and measurement data through physically available interfaces, such as serial, Ethernet or Bluetooth ports, regardless of the fact if additional protection and securing measures exist within a physical component. Should measurement data be stored within a component, the additional Extension L for long-term storage applies. The extension mandates a minimum content of stored datasets and requires that any dataset can be traced back to the originating component and the corresponding measurement. Simultaneously, protection measures are demanded to detect accidental and intentional changes or loss of datasets in storage. This automatically implies that these protection measures are checked upon retrieval of stored data (see requirement L6 in [3]). Similarly, another extension exists for the transmission of measurement data between physically separable components. This Extension T again prescribes a minimum content for transmitted datasets and mandates protection requirements to detect unintentional or intentional changes or loss of data during transmission. In addition, requirements exist for the checking of protection measures by the receiver.

It should be noted that a distinction is made in [3] between so-called legally relevant and not legally relevant components: Any component that is needed to fulfil or can influence compliance with the essential requirements of the MID [1] is considered to be legally relevant. Following the above description, this implies that retrieval software for stored data and receiver for transmitted data are legally relevant. Any component that does not fulfil either criterion is deemed to be not legally relevant and is disregarded during software examination. It follows that any communication with a not legally relevant component must be done via a protective interface.

The application of the basic requirement sets and extensions to a complex combined measuring instrument for weight and length is illustrated in Figure 2.



*Fig. 2: Combined measuring instrument for dimensions and weight of parcels on a conveyor belt. The letters in boxes next to the individual components and communication connections indicate the applicable requirement sets of the WELMEC 7.2 Software Guide.*

The instrument contains two sensor inputs, namely cameras for optical length measurements, and an automatic weighing instrument to measure the weight of parcels. In addition, an RFID sensor is used to provide additional identification information for parcels apart from their ID number and a timestamp. The latter can be considered not-legally relevant. This is denoted by the dashed box for the legally relevant part of the instrument in Figure 2.

It should be noted that the described structure and requirements of the WELMEC 7.2 Software Guide have been applied to thousands of measuring instruments over the past twenty years and should be considered as proven-in-use.

### **Software Risk Assessment Based on ISO 27005 and ISO 18045**

Since 2014, the MID [1] requires manufacturers of measuring instruments to submit an analysis of the risks associated with their instrument during conformity assessment. To aid manufacturers with the risk assessment for software aspects, PTB developed and published a risk analysis method [6][7], which was later adopted and harmonized in a separate guide WELMEC 7.6 Risk Assessment for Measuring Instruments. [8] This method consists of three main phases, namely risk identification, risk analysis and risk evaluation.

During risk identification, assets to be protected are defined. In the context of the Risk Assessment Guide [8], these are software, parameters, measurement data, records and indication. The guide demonstrates that the MID requires three security properties, namely integrity, authenticity, and availability, for each asset mentioned. Based on these properties, generic threats can be formulated, e.g., 'An attacker manages to invalidate integrity of a stored record.' In principle, each combination of asset and security property needs to be reflected by a threat.

During risk analysis, each threat is assigned at least one technical attack vector that details how the threat might be realized for a specific measuring instrument, e.g., 'An attacker tries arbitrary password combinations to obtain administrator privileges on a measuring instrument and subsequently deletes all protected stored records.' For each such attack vector, a vulnerability analysis in accordance with ISO 18045 is used to assign point scores to the attack for needed time, expertise, knowledge, window of opportunity and equipment. The resulting sum score is then mapped to a probability score between 1 and 5. In addition, the potential impact of the attack is reflected by an impact score, which takes on a maximum value of 1 if all future or past measurements are affected by an attack. If several alternative attack paths exist to realize a threat, Attack Probability Trees [7] can be used to combine partial attacks or to determine the most likely attack vector. The product of impact and probability score finally yields the numerical risk associated with the original threat.

In the risk evaluation phase, the assessor has to check if the risks resulting from each score are acceptable, i.e. if the calculated risk score is below a predefined threshold. In case not all risks have been adequately mitigated by the instrument manufacturer's chosen design, the implementation needs to be amended and the risk assessment is repeated.

See the original publication [7] for a more detailed explanation with illustrative examples.

### **Proposal for Asset-Based Software Requirements**

The harmonized risk assessment method published as guide WELMEC 7.6 Software Risk Assessment for Measuring instruments extends the originally described list of assets from [7] to also include inscriptions accompanying the indication, since these might be realized by software, too. As described in the introduction, the asset-based

approach attempts to keep the current practice of using established acceptable solutions to demonstrate compliance with certain requirements while at the same time requiring no more frequent updates to the requirements themselves and opening said requirements for potential future technological solutions, too. The responsible WELMEC WG7 drafting group has determined three essential building blocks for the approach:

Firstly, currently established acceptable solutions for component-based requirements will be moved to a separate Guide 7.3.

Secondly, each acceptable solution will be subjected to a risk assessment by WELMEC WG7, which will document the outcome for future reference and to ensure comparability between technical solutions for a certain requirement.

Thirdly, the risk assessment method described above will be referenced in Guide 7.2 as an option to demonstrate that the level of protection realized by a new technological solution is comparable to other solutions for the same risk class.

To this end, all technical component-based requirements in Guide 7.2, e.g., interface protection in requirements P4/U4, will be replaced by the following new umbrella requirement for the six assets, "All instances of the assets in the instrument shall be adequately secured and protected against changes and inadmissible influences to ensure availability, integrity, and authenticity."

The envisioned effect of this separation is threefold: Guide 7.2 will remain the central requirement document but will become more technologically independent which is expected to promote technical progress because it is clear at the outset which requirements new innovations must meet. Frequent revisions of the Guide 7.2 requirement document should also no longer be necessary. Guides 7.3 (acceptable solutions) and 7.4 (complex configurations) can dynamically change if new acceptable solutions are put forward or old solutions become obsolete. The existing risk assessment procedure in Guide 7.6 can be kept and will be used to assess new technological solutions for which no acceptable solutions exist. In this manner, it is expected that examination practice for classical fully integrated instruments that implement the acceptable solutions will not change, while implementations using other solutions or new technologies can be evaluated using risk assessment to check the implementations' resistance to certain threats. Again, this should then allow for a speedy implementation of new technologies and also offer a harmonized

European approach of assessing such technologies.

### Applicability to Exemplary Measuring Instruments

In this section, three examples of generic measuring instruments will be described. For each example, the applicability of component-based current software requirements and asset-based software requirements as proposed above will be investigated. The examples feature both, technical solutions already established in the market and known technical solutions not yet used in legal metrology.

#### Example 1: Simple Length Measuring Instrument

The first exemplary measuring instrument shall consist of two components. One of these is a distance sensor on an embedded device, the other is a universal device connected to the sensor via a dedicated serial communication link. The universal device calculates the measurement result based on transmitted raw sensor data and indicates it on an integrated display for user and customer. Figure 3 depicts the two components and their functions.

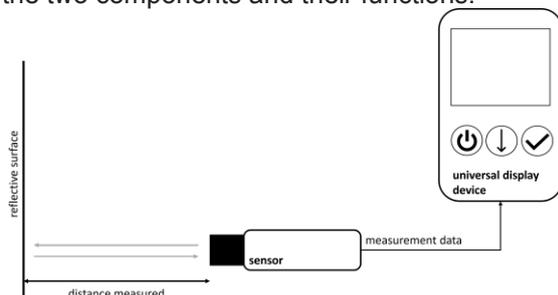


Fig. 3: A sensor on an embedded device measures the distance to a surface using an optical measurement principle and sends the obtained raw data to a universal device for processing and indication.

From the perspective of the current WELMEC 7.2 Software Guide 2023 [3], requirement block P would apply for the embedded device with the sensor and requirement block U would apply to the universal device for processing measurement data and indicating the result. Regarding the separable communication link, interface protection would be required for the corresponding interfaces on both devices, while the link itself would be subjected to requirements for transmission of measurement data, i.e., Extension T. This would ensure protection and securing of measurement data, parameters, and software in each device as

well as protection and securing of measurement data during transmission. Software and measurement data protection on the universal device would similarly also ensure adequate protection and securing of the indication of the measurement result. Thus, the new umbrella requirement in the recast guide given above would also be fulfilled. It can be deduced that the first example instrument can be adequately addressed by both the current and future version of WELMEC software guidance.

#### Example 2: Measurement Data Processing in the Cloud

The second exemplary measuring instrument shall consist of a number of dedicated physically protected and secured sensors for liquids other than water which generate raw measurement data that are sent to a cloud application, i.e., an application running on a virtualized server that may change its physical location and undergo software modifications arbitrarily. To ensure authenticity of the measurement data and to enable checking of the cloud application's functionality, homomorphic signatures [9] are used, which accompany the datasets during each processing step. A retrieval application on a fully protected and secured physical indication device retrieves the measurement result, verifies the homomorphic signatures (thereby demonstrating correct functioning of the cloud application) and displays the result.

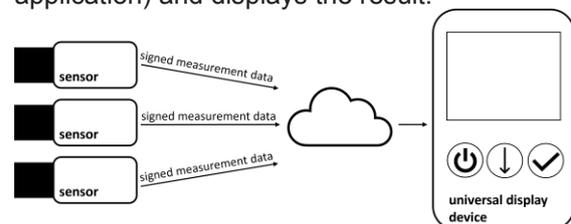


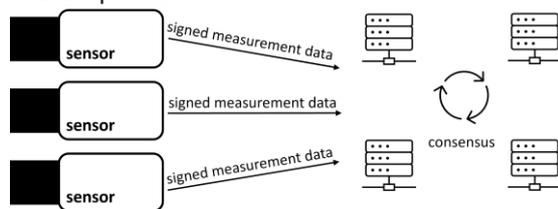
Fig. 4: A number of sensors obtain measurement data and sign them using homomorphic signatures before transmitting them to the cloud, where data and signatures are processed simultaneously. A retrieval device downloads the calculated result from the cloud and verifies the accompanying signature.

From the perspective of the current Guide 7.2, sending and retrieving device would classify either as type P or type U and can therefore be readily examined. The communication between both devices would fall under Extension T for data transmission, which could ensure end-to-end protection of transmitted data, if the data itself is static. However, once the cloud acts as

a processor rather than a simple storage and retrieval system, neither Extension T nor Extension L for long-term storage would be applicable. Instead, the examiner would have to come up with a way to apply requirement set U to the cloud, even though homomorphic signatures would enable checking of all performed calculations on the receiver side without additional protective measures in the cloud. In the current Guide 7.2, requirement set U would automatically result in application of extension O, which would mandate securing and protection of the cloud's underlying operating system regardless of the homomorphic signature scheme. Thus, the asset-based approach would not only provide more flexibility for manufacturers with regard to the second example but would also ensure that examiners can successfully deal with a technical solution not yet established in Legal Metrology.

### Example 3: Measurement Data Processing Using Smart Contracts

In the third example, physically protected and secured smart utility meters communicate with a network of servers running a blockchain implementation. Every 15 minutes a new cumulative register value is transmitted by each utility meter. In the blockchain, smart contracts [10] are implemented to verifiably calculate the energy consumption for the current time interval and to assign different tariffs to the energy consumption values according to external triggers such as time, market prices etc.



*Fig. 5: Multiple sensors collect data and send them to a blockchain network where smart contracts are executed on the data in iterative consensus rounds. All processing steps of the smart contracts can later be verified by check the corresponding blocks and their signatures.*

Similar to the second example, both the current Guide 7.2 and the new asset-based approach can easily deal with the smart utility meters as sending devices of either type P or type U. Data processing and retrieval in the blockchain, however, pose a problem for the current component-based requirements, since there is no physical component to secure and

protect. Instead, verifiable execution of the smart contract by a majority of blockchain nodes can prove that the agreed algorithm for assignment of tariffs etc. has been correctly realized. Here, no trusted receiving or checking device is needed at all, since the structure of the blockchain ensures that all nodes perform the correct calculation with high probability. Once new blocks have been added to the blockchain, it can be assumed that previous blocks do not change anymore and that the calculation results are accepted by all parties involved. Again, it would be extremely difficult to demonstrate compliance with MID requirements using the current Guide 7.2, whereas an asset-based risk analysis of the solution will likely identify the used signature algorithm of the blockchain as the weakest link. If state-of-the-art cryptography is used, it should be easy to demonstrate that the blockchain solution achieves an adequate level of protection both during processing and during storage of results.

It should be noted that the risk assessment methodology described here currently only addresses intentional manipulations of the assets and their security properties. To address all essential requirements of the MID, such as protection against unintentional modification and random errors, the methodology would need to be extended to cover such effects, too.

### Summary

In this paper, current practice for software examination in Legal Metrology was set into contrast with a new asset-based approach currently being discussed in WELMEC Working Group 7. It was shown with the help of a 'classical' example that both approaches can efficiently address established hardware-based securing and protection solutions for measuring instruments. However, it has also been demonstrated that the current requirements, with a strong focus on hardware as a trust anchor for software protection, will likely reach its limitations when technologies already used in other IT fields, such as cloud computing, are subjected to a conformity assessment. Specifically for blockchain implementations, which replace trust in hardware for example with a trust in the majority of executing nodes, new ways of demonstrating compliance with the essential requirements of the MID are needed. With the help of examples for cloud computing and smart contracts, it was shown that the asset-based new examination approach can be a viable alternative.

It should be noted that the MID itself might eventually need to be updated since it currently references certain technical solutions, i.e., protective interfaces, software identification and software separation, which might not be needed in the future. But even after a potential MID modification, the asset-based approach would still remain valid given that the definition of assets and security properties could easily be amended to follow new legal texts. Future work will focus on extending the risk assessment methodology to random errors and on providing a complete draft implementation for a new WELMEC software guide. Once this draft is available additional practical examples will be used to validate the complete approach.

## References

- [1] "Directive 2014/32/EU of the European Parliament and of the Council of 26 February 2014 on the harmonisation of the laws of the Member States relating to the making available on the market of measuring instruments," European Union, Council of the European Union; European Parliament, Directive, February 2014
- [2] "Directive 2014/31/EU of the European Parliament and of the Council of 26 February 2014 on the harmonisation of the laws of the Member States relating to the making available on the market of non-automatic weighing instruments," European Union, Council of the European Union; European Parliament, Directive, March 2014
- [3] "WELMEC 7.2 Software Guide," European cooperation in legal metrology, WELMEC Secretariat, Braunschweig, Standard, March 2023
- [4] Working Group Measuring Instruments (E01349), [http://ec.europa.eu/growth/single-market/goods/building-blocks/legal-metrology/index\\_en.htm](http://ec.europa.eu/growth/single-market/goods/building-blocks/legal-metrology/index_en.htm), accessed January 8, 2024
- [5] M. Esche, M. Nischwitz and F. Grasso Toro, "Investigation into the Applicability of Software Requirements from Legal Metrology to Sensor Networks," 2022 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), Ottawa, ON, Canada, 2022, pp. 1-6, doi: 10.1109/I2MTC48687.2022.9806447
- [6] M. Esche and F. Thiel, "Incorporating a measure for attacker motivation into software risk assessment for measuring instruments in legal metrology," in Proceedings of the 18th GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2016, Nuremberg, Germany, May 2016, pp. 735 – 742, doi: 10.5162/sensoren2016/P7.4.
- [7] M. Esche, F. Grasso Toro, and F. Thiel, "Representation of attacker motivation in software risk assessment using attack probability trees," in Proceedings of the Federated Conference on Computer Science and Information Systems, Prague, Czech Republic, September 2017, pp. 763–771. doi: 10.15439/2017F112
- [8] "WELMEC 7.6 Software Risk Assessment for Measuring instruments," European cooperation in legal metrology, WELMEC Secretariat, Braunschweig, Standard, March 2021
- [9] Sergey Gorbunov, Vinod Vaikuntanathan, and Daniel Wichs, "Leveled Fully Homomorphic Signatures from Standard Lattices", Proceedings of the 47th annual ACM symposium on Theory of Computing (STOC '15). Association for Computing Machinery, New York, NY, USA, 2015, pp. 469–477, doi:10.1145/2746539.274657
- [10] B. K. Mohanta, S. S. Panda and D. Jena, "An Overview of Smart Contract and Use Cases in Blockchain Technology," 2018 9th International Conference on Computing, Communication and Networking Technologies (ICCCNT), Bengaluru, India, 2018, pp. 1-4, doi: 10.1109/ICCCNT.2018.8494045

# Auswahl geeigneter Sicherheitselemente aus LTCC für eine vertrauenswürdige Elektronik

*Dr. rer. nat. Annett Schroeter<sup>1</sup>, Dr.-Ing. Uwe Krieger<sup>1</sup>, Dr.-Ing. Gunter Hagen<sup>2</sup>, Dr.-Ing. Christoph Lehnberger<sup>3</sup>, Dr.-Ing. Peter Uhlig<sup>4</sup>, Dr.-Ing. Hartmut Stoltenberg<sup>5</sup>, Dipl.-Ing. Adrian Goldberg<sup>6</sup>*

<sup>1</sup>VIA electronic GmbH, Robert-Friese-Straße 3, 07629 Hermsdorf, Germany

<sup>2</sup>KMS Technology Center GmbH, Gostritzer Straße 61-63, 01217 Dresden, Germany

<sup>3</sup>ANDUS ELECTRONIC GmbH LEITERPLATTENTECHNIK, Görlitzer Str. 52, 10997 Berlin, Germany

<sup>4</sup>IMST GmbH, Hybridtechnologie, Carl-Friedrich-Gauss-Str. 2, 47475 Kamp-Lintfort, Germany

<sup>5</sup>PRIGNITZ Mikrosystemtechnik GmbH, Margarethenstraße 61, 19322 Wittenberge / Elbe, Germany

<sup>6</sup>Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme - IKTS, Winterbergstraße 28, 01277 Dresden, Germany

## Zusammenfassung

Im Rahmen des Projektes VE-CeraTrust haben die Projektpartner gemeinsam mit der VIA electronic GmbH (VIA) verschiedene Sicherheitselemente für elektronische Bauteile entworfen, und diese sowohl in Mehrlagen-Keramik (Low Temperature Cofired Ceramics - LTCC) als auch in klassischen Leiterplatten (printed circuit boards - PCB) aufgebaut und getestet. So entstand ein Katalog verschiedener Sicherheitselemente, die einzeln oder in Kombination, die Vertrauenswürdigkeit der jeweiligen Elektronik erhöhen, zum Beispiel durch Verhinderung oder Erschweren des Reverse Engineering. VIA prägte zur Identifikation, als nicht-nachahmbare Fingerprints (PUF, physical unclonable function) u. a. Data Matrix Codes (DMC) in LTCC-Tapes mit verschiedenen Stempeln (minimaler Durchmesser von 50 µm). Zum Manipulationsschutz dienten darüber hinaus verschiedene Elemente, wie z. B. Kavitäten in LTCC zur Abschirmung akustischer Wellen. Zudem wurden Elemente, wie Widerstände oder Heizer auf LTCC-Basis, in PCB integriert, um die Vorteile verschiedener Materialsysteme zu nutzen, das Auslesen von Daten zu erschweren, und damit insgesamt das Sicherheitslevel zu erhöhen. Die vorliegende Veröffentlichung zeigt den aktuellen Stand einiger dieser Sicherheitselemente, welche modular als Elektronik-Bausteine dienen.

**Keywords:** Sicherheitselemente, LTCC, Identifikation, Fingerprint, Manipulationsschutz, Tamper-Sensorik

## VE-CeraTrust – Sicherheitselemente mit LTCC

Die Themen rückverfolgbare Produktions- und Lieferketten sowie Sicherheit gewinnen in der Elektronik zunehmend an Relevanz. Gleichzeitig kommen immer mehr und immer komplexere Elektronik-Anwendungen in verschiedenen Lebensbereichen zum Einsatz (z. B. in Automotive oder bei Smart Devices), Digitalisierung und Konnektivität haben in den letzten Jahren rasant zugenommen [1, 2]. Mehr denn je sind Manipulation und Fälschung in der Elektronik eine Gefahr, wodurch der Bedarf an zuverlässigen Elementen steigt [3, 4]. Bereits die Hardware bzw. insbesondere die Auswahl geeigneter Materialien ist von entscheidender Bedeutung für sichere elektronische Anwendungen. Daher hatte das Projekt VE-CeraTrust das Ziel durch

Integration verschiedener Sicherheitsfunktionen (zur Identifikation und zum Manipulationsschutz) in Mehrlagenschaltungen u. a. aus LTCC und PCB die Sicherheit elektronischer Anwendungen zu erhöhen.



Abb. 1: Konzept des Projektes VE-CeraTrust für vertrauenswürdige Elektronik

Während klassische Leiterplatten (PCB) auf dem Markt besonders aufgrund ihrer ökonomischen Eigenschaften (u. a.

kostengünstige Herstellung) geschätzt werden, kommt LTCC – ein keramisches Material, das ebenfalls auf dem Elektronikmarkt bereits etabliert ist (z. B. in Multi-Chip-Modulen) – aufgrund seiner besonderen technischen Eigenschaften zum Einsatz, z. B. in rauen Umgebungen (Temperaturstabilität bis 300°C oder Resistenz gegenüber aggressiven Medien, siehe Tabelle 1) [5, 6, 7]. Zudem besitzt LTCC eine längere Lebensdauer als die meisten anderen organischen Materialien, wie z. B. FR4. Darüber hinaus ist LTCC für seine hervorragenden HF-Eigenschaften bekannt [5]. Die Idee war, die Vor- und Nachteile verschiedener Materialsysteme zu verbinden sowie Sicherheitselemente zu entwickeln, und damit den Schutz und die Sicherheit elektronischer Anwendungen zu erhöhen.

Tab. 1: *Eigenschaften von PCB (FR4) und LTCC [7]*

| Technische Eigenschaften               | PCB | LTCC |
|--|-----|------|
| Lebensdauer                            | -   | +    |
| Isolationswiderstand                   | -   | +    |
| Hochtemperaturbeständigkeit            | -   | +    |
| Korrosionsbeständigkeit                | -   | +    |
| Wärmeleitfähigkeit                     | -   | +    |
| Elektrische Leitfähigkeit              | +   | +/-  |
| Integrationsdichte                     | +/- | +/-  |
| Integration von passiven Komponenten   | -   | +    |
|  |     |      |
| Ökonomische Eigenschaften              | PCB | LTCC |
| Kosten pro Anbindung                   | ++  | +/-  |
| Kosten für Entwicklung und Werkzeugbau | +++ | +    |
| Zeit bis zur Markteinführung           | ++  | +    |
| Infrastruktur der Lieferanten          | ++  | -    |
| Infrastruktur der Maschinen            | ++  | -    |

Die Herstellung von LTCC-Mehrschichtsystemen bei VIA beginnt mit sogenannten „grünen Tapes“, in die Löcher für Durchkontaktierungen, d. h. Vias, Kavitäten oder Hohlräume gestanzt werden. Auf den Stanzprozess folgt in der Regel der Siebdruck, bei dem die Durchgangslöcher, sogenannte „Vias“ gefüllt und Leiterbahnen aufgedruckt werden. Nach dem Druck werden die Tapes gestapelt und laminiert, um die Multilagen aufzubauen. Außerdem können vor dem Sintern Hohlräume oder Kanten geätzt werden. Das Sintern der Tapes, die neben Aluminiumoxid aus Glaspulver und organischen Bindemitteln und Weichmachern bestehen, erfolgt bei ca. 850°C bis 900°C Spitzentemperatur [8]. Im sogenannten Post-Firing-Verfahren können zusätzliche Deck-

schichten (z. B. für Widerstände) mittels Siebdruck erzeugt und eingebrannt werden. Anschließend werden die Substrate optisch inspiziert, elektrisch getestet und die Module vereinzelt.

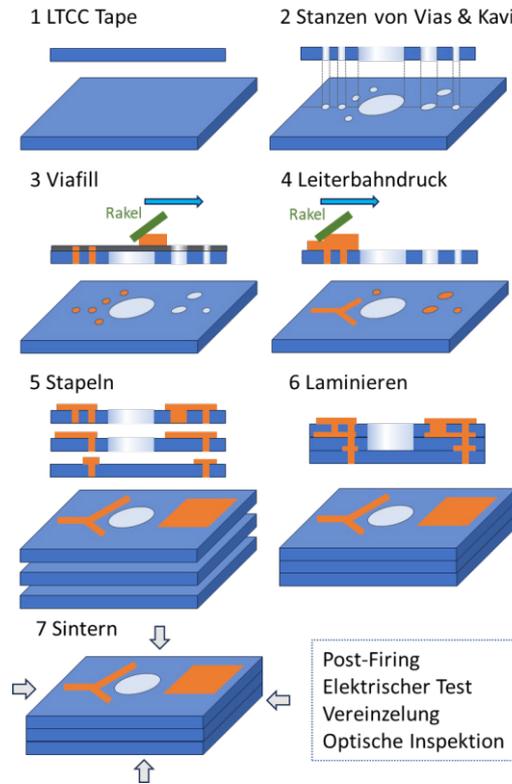


Abb. 2: *Schematische Darstellung der LTCC-Prozessschritte*

**Prägen von DMC in LTCC zur Identifikation**

Bereits beim ersten Schritt der LTCC-Prozessierung, dem Stanzen, können mit der Stanzvorrichtung mit nur geringem Mehraufwand Markierungen wie DMC oder QR-Codes in das Keramik-Tape eingepreßt werden, ein Verfahren, das innerhalb dieses Projekts etabliert, eingesetzt und analysiert wurde [9].

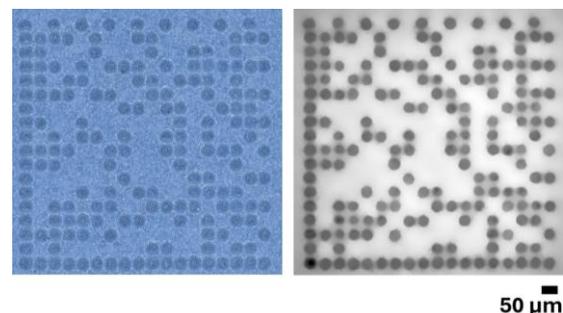


Abb. 3: *Gepprägter und gesintertes DMC in Micromax™ 951™(Celanese) – Draufsicht links, Höhendarstellung monochromatisch rechts (schwarz – tiefster, weiß – höchster Punkt)*

VIA gelang es innerhalb des Projektes DMC in LTCC-Tapes mit minimalen Stempeldurchmessern von ca. 50  $\mu\text{m}$  zu prägen und zu prozessieren. In Abbildung 3 sind exemplarisch ein solches gesintertes Keramiksubstrat und das zugehörige Höhenprofil des DMC, mit einer Kantenlänge von 0,78 mm dargestellt. Die Codes der so prozessierten, gesinterten Substrate konnten mit einem industriellen Reader (von Keyence) zu 100 % ausgelesen werden. Auf diese Weise wird eine Markierung und spätere Rückverfolgbarkeit von Substraten oder sogar einzelner Module ermöglicht. Abbildung 4 zeigt exemplarisch die erste Tapelage eines RFID-Moduls (Radio Frequency Identification) im Grünzustand mit vier kreisförmig angeordneten Stanzungen für die Vias in den Ecken und einem geprägten DMC in der Mitte des Moduls. Die ideale Prägetiefe im Grünzustand lag bei 20  $\mu\text{m}$  bis maximal 50  $\mu\text{m}$ . Bei deutlich höheren Prägetiefen als 50  $\mu\text{m}$  bestand die Gefahr, dass sich das Tape zu stark verformt und Tapematerial in benachbarte Einzelprägungen gedrückt würde. Dadurch könnten die Codes schließlich schlechter oder nicht mehr lesbar sein sowie das Tape zerstört werden.

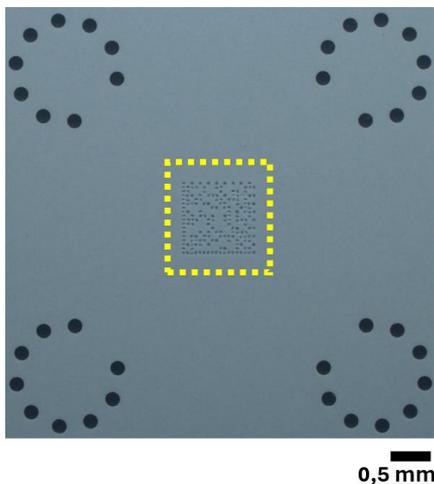


Abb. 4: RFID-Modul Draufsicht auf ungesinterte Toplage mit geprägtem DMC in der Mitte des Bildes

Neben dem eigentlichen Code dient die Prägereihenfolge als zusätzliches Sicherheitsmerkmal. Denn je nach Reihenfolge der einzelnen Prägung wird das LTCC-Material in unterschiedliche Richtungen verdrängt, wodurch neben kreisförmigen auch halbkreis- und viertelförmige Einzelprägungen entstehen (gelbe Hervorhebung in Abbildung 5B).

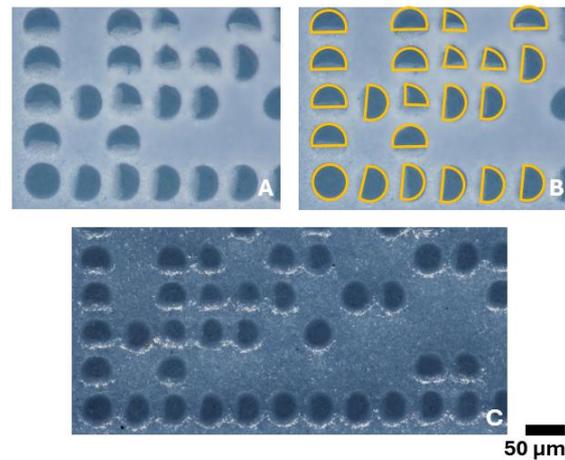


Abb. 5: Ausschnitt aus DMC im Grünzustand (A, B) und gesintert (C)

Eine randomisierte Prägereihenfolge führt so zu einem spezifischen Muster, das nur schwer nachzuahmen ist. In Kombination mit weiteren Merkmalen des DMC, wie z. B. durch das Prägen mit einer angeschrägten Stempelspitze, lässt sich der Code weiter individualisieren. Einzelne markierte Module können auf diese Weise mit einem Fingerabdruck versehen werden, welcher beispielsweise mittels automatischer optischer Inspektion (AOI) ausgelesen und zugeordnet werden kann.

Zudem wurden Substrate hergestellt bei dem der DMC nach dem Prägen mit metallischer Paste, wie sie für Leiterbahnen in der LTCC-Prozessierung üblich sind (Abbildung 6A), überdruckt und anschließend gesintert wurden.

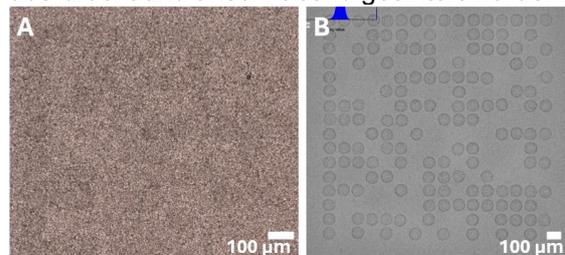


Abb. 6: DMC (Stempel:  $\varnothing$  100  $\mu\text{m}$ ), nach dem Prägen überdruckt mit konventioneller LTCC-Silberpaste unter dem Lichtmikroskop (A) und Röntgenmikroskopie-Aufnahme (B) [9]

Bei höheren Schichtdicken als den geprägten Strukturen des DMC, war die Struktur des DMC mit einfacher optischer Mikroskopie nicht mehr aufzulösen. Unter Röntgenmikroskopie ist der Code allerdings gut zu erkennen und kann ausgelesen werden (Abbildung 6B). Damit können auf diese Weise DMC als versteckte Sicherheitsmerkmale in LTCC gezielt platziert werden.

### Manipulationsschutz mit LTCC

Als Schutz vor diagnostischem Ultraschall wurden Kavitäten in LTCC erzeugt, bis hin zu minimalen Durchmessern  $< 80 \mu\text{m}$  im gesinterten Zustand (siehe Abbildung 7A). Darunterliegende metallische Strukturen, z. B. Leiterbahnen, wurden bei bestimmten Dimensionen der Kavitäten erfolgreich vor den akustischen Wellen abgeschirmt, sodass bei verschiedenen Fokussierungen des Ultraschalls lediglich die Kavitäten erkennbar sind, jedoch nicht die darunter liegenden Strukturen (Abb. 2B, C). Zudem wurden zur Abschirmung elektromagnetischer Wellen Designs entworfen, welche im nächsten Schritt parallel in LTCC, HTCC und PCB aufgebaut werden.

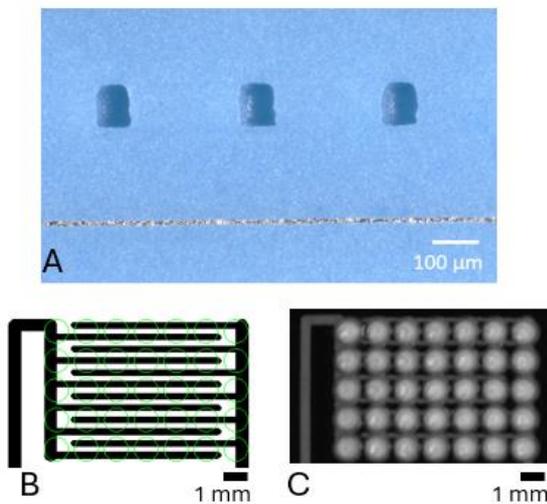


Abb. 7: Geschliffenes, gesintertes Substrat mit Kavitäten über der Leiterbahnstruktur (A), Illustration Draufsicht mit Kavitäten (grün) über Leiterbahnstruktur (schwarz, B), Ultraschallmikroskopie des gesinterten Substrates (C)

### Kombination von LTCC und herkömmlichen Leiterplatten aus FR4

Die Kombination von FR4-Leiterplatten mit anderen Materialien wie z. B. LTCC ist in der Vergangenheit für verschiedene Anwendungen bereits durchgeführt worden. So wurden z.B. diskrete Bauteile und blanke Chips integriert, um die Bauteildichte zu erhöhen. Elektrooptische Leiterplatten wurden durch Integration von Wellenleitern hergestellt [10]. Die Einbettung von Kupferleitungen und Fluidikkanälen wurde entwickelt, um das Wärmemanagement zu verbessern. LTCC-Komponenten mit einer Vielzahl von Sensor- und Aktuatorfunktionen wurden in Leiterplatten

integriert, um die Robustheit gegenüber Manipulationen an der Elektronik zu erhöhen.

Für die Integration von LTCC in Leiterplatten gibt es dabei im Wesentlichen zwei Einbettungsverfahren (siehe Abbildung 8). Die erste Methode (A) ähnelt dem Einbettungsprozess für diskrete Bauteile. Das Bauteil wird als Flip-Chip im SMD-Reflow-Verfahren auf eine Innenlage gelötet, anschließend mehrlagig laminiert und die Leiterplatte fertiggestellt.

Die zweite Methode (B) entstammt der Chip-on-Board-Technologie. Das LTCC-Modul wird vor der Mehrlagenlaminiierung auf die Innenlage aufgebracht. Der elektrische Kontakt zum LTCC wird durch Verkupferung der mittels Laser gebohrten Blind-Vias hergestellt.

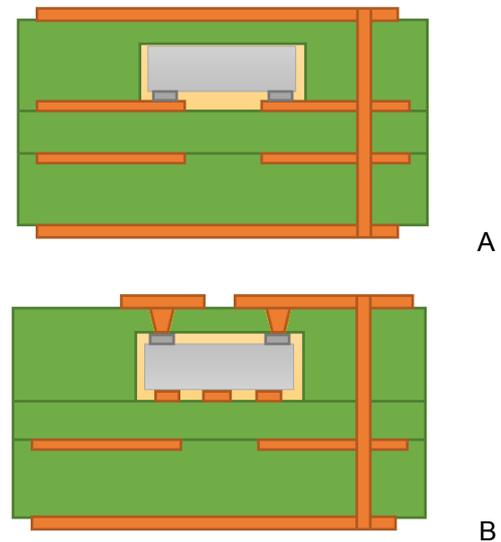


Abb. 8: Keramik in PCB (FR4) – Gelötet auf Innenlagen (A) oder kontaktiert durch lasergebohrte und verkupferte Löcher (B)

Um die Qualität und die Vorteile von LTCC zu gewährleisten, müssen die verwendeten Werkstoffkombinationen gut durchdacht und kompatibel sein. Die Migration oder Diffusion von Metallen, insbesondere während des Sinterns, die zu einer zusätzlichen Drift von Bauelementen führen kann, ist nur eine der Herausforderungen. Die für HF- oder Mikrowellenanwendungen verwendeten Materialien (z. B. Widerstandspaste) reagieren empfindlich auf Änderungen der Prozessparameter im Vergleich zu Standard-LTCC-Tapes oder Leiterpasten [11]. Daher wurden in einem ersten Versuch LTCC-Testwiderstandsmodule (von IMST, siehe Abbildung 9) vor und nach der Integration in

die Leiterplatte (bei ANDUS) analysiert, um die Langzeitstabilität zu untersuchen.

Dazu wurden LTCC-Tapes aus Micromax™ GreenTape™ 9K7 verwendet, mit der Widerstandspaste HFB22 mit  $200\Omega/\square$  bedruckt und Substrate mit Widerständen auf Toplage (A) sowie mit vergrabenen Widerständen (B) hergestellt [11].

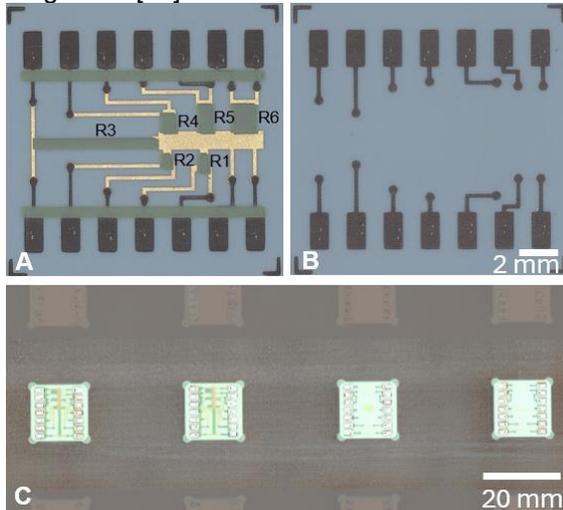


Abb. 9: Gesinterte LTCC-Substrate mit Widerständen auf Toplage (A) und vergrabenen (B), beide anschließend integriert in FR4 (C)

Die Abmessungen sowie die Seitenverhältnisse (Länge zu Breite) für die Widerstände R1 bis R6 sind in Tabelle 2 angegeben.

Tab. 2: Maße der LTCC-Widerstände

| Widerstands-Aspektverhältnis | R1  | R2  | R3   | R4  | R5   | R6   |
|------------------------------|-----|-----|------|-----|------|------|
| Länge [ $\mu\text{m}$ ]      | 500 | 250 | 6000 | 500 | 1000 | 1000 |
| Breite [ $\mu\text{m}$ ]     | 250 | 250 | 300  | 500 | 500  | 1000 |
| Länge / Breite               | 2   | 1   | 20   | 1   | 2    | 1    |

In Abbildung 10 sind die Widerstandswerte vor und nach dem Einbau in die Leiterplatte dargestellt. Es zeigte sich, dass sich die Widerstandswerte durch die Integration in FR4 nicht signifikant änderten, d. h. die Werte innerhalb der ermittelten einfachen Standardabweichung lagen. Dies zeigt die gute Voraussetzung der Integration von LTCC in FR4.

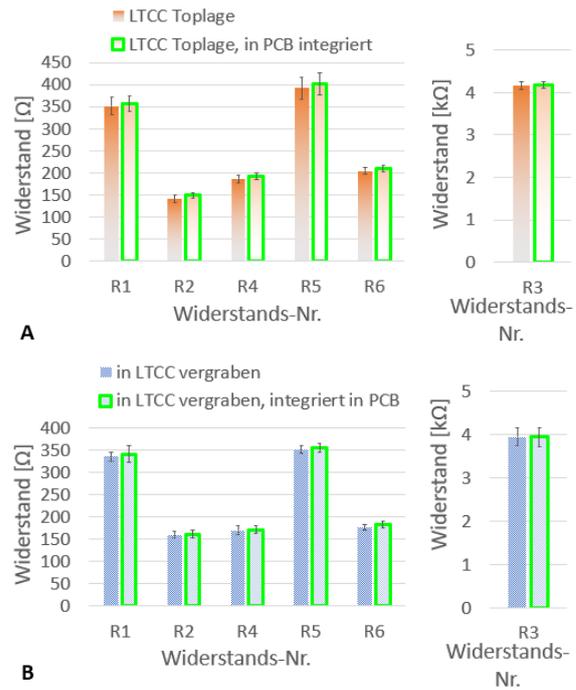


Abb. 10: Vergleich der LTCC-Widerstände von R1-R6 (jeweils  $n = 4$ , Toplage A, vergrabene B) vor und nach der Integration in FR4 (nach der Integration: Balken in hellgrüner Umrandung)

Aktuell laufen Zuverlässigkeitstests von in FR4 integrierten LTCC-Elementen, um deren Langzeitstabilität zu prüfen. Im Falle eines gemischten Metallsystems oder sogar einer Mischung verschiedener Materialsysteme könnte der Einfluss von Temperaturänderungen oder höherer Luftfeuchtigkeit größere Auswirkungen auf die Zuverlässigkeit des Systems haben. Beispielsweise ist die Wärmebeständigkeit von LTCC besser und der Wärmeausdehnungskoeffizient von LTCC niedriger im Vergleich zu gewöhnlichem Leiterplattenmaterial wie FR4 [9, 6]. Darüber hinaus ist LTCC feuchtigkeitsbeständiger als PCB [12]. Die Tatsache, dass Leiterplatten Feuchtigkeit absorbieren, kann nicht nur in der Schiffs- oder Automobilelektronik, sondern auch in jeder anderen Umgebung mit wechselnder Luftfeuchtigkeit eine Herausforderung darstellen. Neben den Auswirkungen der Kombination von LTCC und PCB muss auch die Migration der verwendeten Metalle berücksichtigt werden: Beispielsweise sind Silber oder Kupfer als Metalle bekannt, bei denen es zu Ionenmigration kommt [8].

### Integration von LTCC-Sicherheitselementen in PCB

LTCC-Komponenten, wie Heizelemente, wurden in Leiterplatten integriert, um elektronische Geräte vor Manipulation zu

schützen. Die Idee ist, dass sobald ein Angriff oder eine Störung auf eine zu schützende Struktur erkannt wird, die aktivierte Heizung den Halbleiter ( $\Delta T > 250 \text{ K}$ ) und die Leiterplatte thermisch beeinflusst oder zerstört (siehe Abbildung 11).

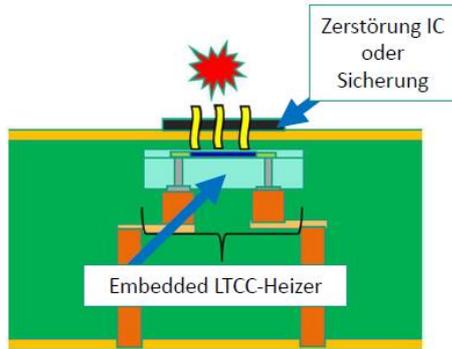


Abb. 11: Illustration eines Heizelementes integriert in PCB, Seitenansicht

Zunächst wurde dazu das Konzept eines mäanderförmigen Temperatursensors modifiziert und aktiv als Heizelement ausgelegt (IKTS Dresden). Der Heizwiderstand wurde auf die Heizleistung und Versorgungsspannung ausgelegt, um ihn anschließend in der Nähe oder unter dem zu schützenden IC zu platzieren. Ein Beispiel für eine Einbettung eines LTCC-Heizers in PCB wird in Abbildung 12 gezeigt.

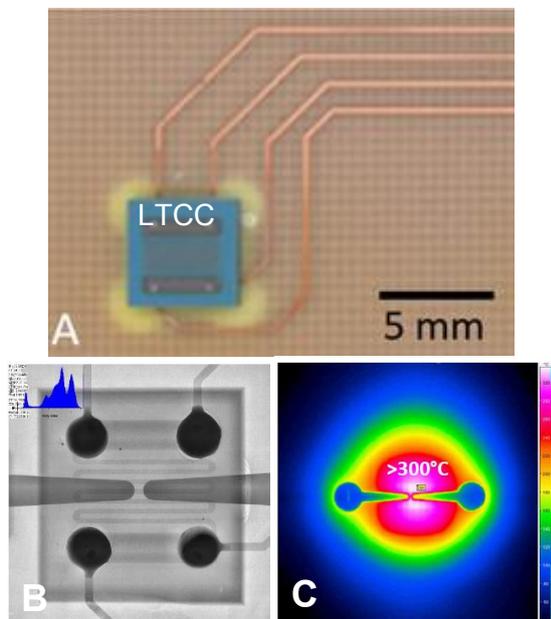


Abb. 12: Draufsicht auf Heizelement integriert in PCB (A), zugehörige Röntgenmikroskopie- (B) und Thermografie-Aufnahme (C)

Bei einer elektrischen Leistung von 4 Watt wurde die Höchsttemperatur des keramischen

Heizelements von bis zu  $650 \text{ }^\circ\text{C}$ , an Luft gemessen, erreicht. Nach der Integration der Heizer aus LTCC wurden so Temperaturen auf der Oberfläche der PCB von mehr als  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  erzielt.

Neben Heizern wurden u. a. auch Drucksensoren in FR4 integriert und untersucht (Abbildung 13).

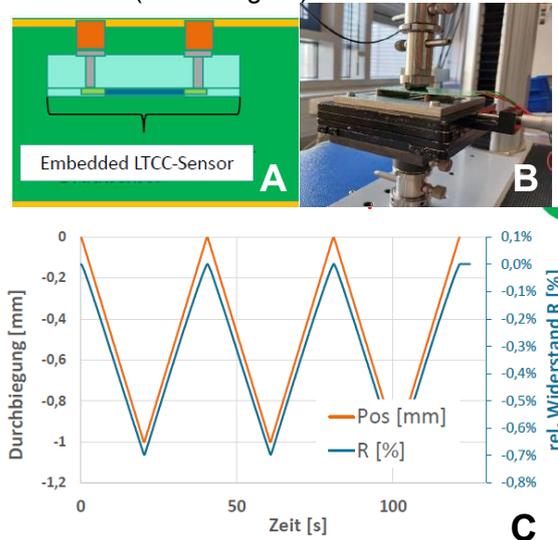


Abb. 13: Drucksensor integriert in FR4 – illustrierte Seitenansicht (A), Setup zur Gauge-Messung in FR4 (B), Zeit- und Verformungsabhängige Vermessung (C)

Die in FR4 eingebetteten Drucksensoren zeigten in der verformungsabhängigen Vermessung für verschiedene Durchbiegungen reversible Widerstandsänderungen. Somit lassen sich LTCC-Drucksensoren in FR4 als Tamper-Sensorik nutzen.

#### RFID-Tag aus LTCC

Als weiteres LTCC-Sicherheitselement wurde ein „Chipless RFID-Tag“ in LTCC realisiert, der ein empfangenes HF-Signal (Abfrage) charakteristisch verändert und wieder abstrahlt (Antwort) (Abbildung 14) [13]. Dabei werden anders als bei den üblichen RFID-Tags keine Halbleiterbauteile eingesetzt. Das bietet neben der Einsparung der Chips den Vorteil, dass der Schaltungsträger sehr früh in der Prozesskette gekennzeichnet wird und alle weiteren thermischen und chemischen Prozessschritte übersteht. So können vom Schaltungsdesign unabhängige Sicherheitsmerkmale auf Substrat, Baugruppe und Geräteebene in PCB, Dickschicht und LTCC realisiert werden.

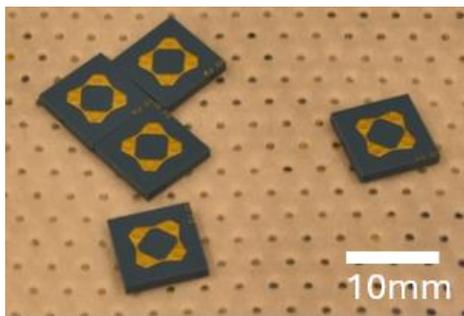
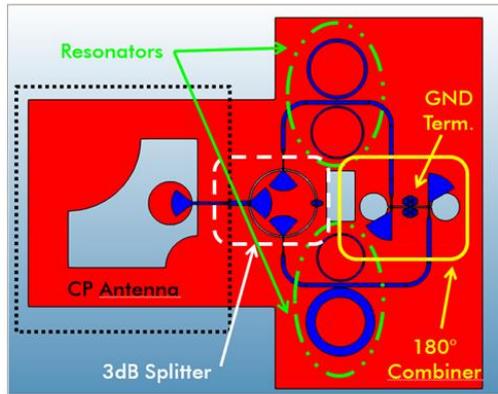
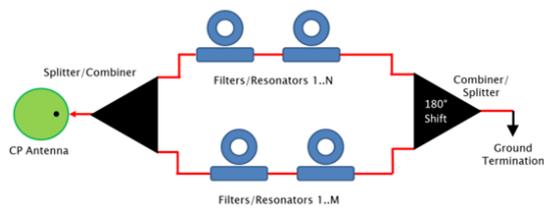


Abb. 14: Schematische Darstellung des Konzeptes (A) und des Designs eines RFID-Tags (B), RFID-Tags in LTCC-Technologie gefertigt

### Weitere Sicherheitselemente

Neben den hier vorgestellten Sicherheitselementen aus LTCC wurden im Rahmen des Projektes weitere Sicherheitselemente u. a. durch den Projektpartner ANDUS in FR4 (PCB) realisiert. In Abbildung 15 ist ein versteckter Polymerleiterzug (in Hellgrün) illustriert. Eine solche „C-ID“ lässt sich kostengünstig in die Leiterplatte als versteckte Struktur integrieren.

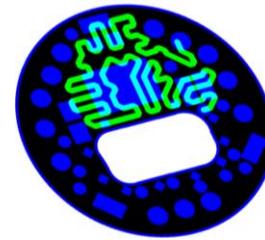


Abb. 15: Schematische Darstellung eines Multilagen-Aufbaus mit Polymer-Leiterzug, kurz „C-ID“ (in Hellgrün)

Mit verschiedenen „einfachen“ Methoden war die „C-ID“ nicht zu erkennen. So konnte diese weder in der optischen Mikroskopie noch in der Profilometrie (3) oder im 2D-Röntgen registriert werden. Erst im 3D-Röntgen wurde die Struktur erkannt, siehe Abbildung 16.

A

B

C

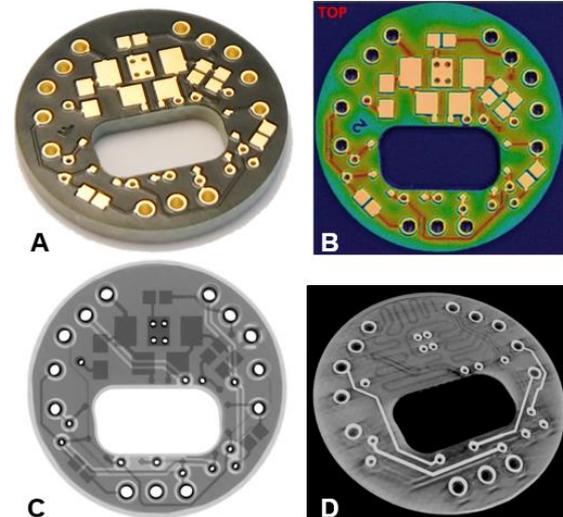


Abb. 16: Analyse eines PCB-Boards (Durchmesser ca. 20 mm) mit versteckter C-ID – optische Inspektion (A), Profilometrie (B), 2D-Röntgen (C), 3D-Röntgen (D)

### Ausblick

Keramische Multilagenschaltungen (LTCC), die in Leiterplatten integriert werden, eröffnen der Mikroelektronik und Leiterplattentechnik neue Möglichkeiten, die sonst nur durch SMD-Bestückung oder andere Verpackungstechniken möglich sind. Vorab getestete und kalibrierte Sensormodule („bekannte gute Module“) in LTCC [14,15] können in größere Leiterplattensysteme integriert werden. Verlustarme LTCC-Materialsysteme sind besonders nützlich für HF- und Mikrowellenmodule. Aufgrund der Permittivität typischer LTCC-Dielektrika [14-16] und der Möglichkeit der dreidimensionalen Integration sind sehr kompakte Mikrowellenmodule wie Filter [16], Dämpfungsglieder und

Leistungsteiler [17] möglich. Für die Mikrowellenmodule gilt das Gleiche wie für die Sensormodule: Das einzelne Bauteil kann getestet und abgestimmt werden, bevor es in das Leiterplattensystem integriert wird. Dies ist ein entscheidender Vorteil für die Prozessierung und den Aufbau des Gesamtsystems.

### Zusammenfassung

Neue Sicherheitsfunktionen auf Basis keramischer Multilagenschaltungen (LTCC) bzw. die folgenden Sicherheitselemente wurden entwickelt, in klassische Leiterplatten integriert und in diesem Beitrag vorgestellt:

- Geprägte DMC in LTCC zur Identifikation
- Kavitäten in LTCC zur Abschirmung akustischer Wellen
- LTCC-Heizelement als aktiver Tamper-Schutz
- LTCC-Drucksensor als Tamper-Sensor
- RFID-Tag aus LTCC zur Identifikation
- Versteckter Polymerleiterzug in PCB zur Identifikation („C-ID“)

Mit einer geeigneten Kombination dieser neu entwickelten Sicherheitsfunktionen können elektronische Anwendungen zukünftig sicherer gestaltet werden, sodass Produktionsketten besser rückverfolgt, Angriffe besser und schneller erkannt sowie Daten geschützt werden können als ein Beitrag zu einer vertrauenswürdigen Elektronik.

### Danksagung

Die vorgestellte Arbeit wurde vom Bundesministerium für Bildung und Forschung im Rahmen des Projekts VE-CeraTrust / 16ME0330K finanziell gefördert. Die Autoren danken allen Kooperationspartnern.



[www.VE-CeraTrust.de](http://www.VE-CeraTrust.de)

### Literaturnachweis

- [1] Key business figures of the German electro and digital sector, *ZVEI* (2024), <https://www.zvei.org/en/press-media/publications/key-business-figures-of-the-german-electro-and-digital-industry>
- [2] Global Automotive Cybersecurity Report, *Upstream Security Ltd* (2024), <https://upstream.auto/reports/global-automotive-cybersecurity-report/>
- [3] VDMA press release, 01.06.2022, VDMA: Measures against product piracy in mechanical engineering pay off, [https://www.thenewsmarket.com/news/vdma--measures-against-product-piracy-in-](https://www.thenewsmarket.com/news/vdma--measures-against-product-piracy-in-mechanical-engineering-pay-off/s/c4f490e9-c2df-4403-8494-e011b9482550)
- [4] M. Yasin, J. Rajendran, O. Sinanoglu; M. Ismail, & M. Sawan: Trustworthy Hardware Design: Combinational Logic Locking Techniques, Cham: *Springer International Publishing* (2019)
- [5] [https://www.ikts.fraunhofer.de/de/abteilungen/el/elektronik\\_mikrosystem\\_biomedizintechnik/hybrid\\_e\\_mikrosysteme/mikrosysteme\\_ltcc\\_htcc.html](https://www.ikts.fraunhofer.de/de/abteilungen/el/elektronik_mikrosystem_biomedizintechnik/hybrid_e_mikrosysteme/mikrosysteme_ltcc_htcc.html), letzter Zugriff: 25.03.2024
- [6] M. T. Sebastian and H. Jantunen, "Low loss dielectric materials for LTCC applications: a review", *International Materials Reviews* 53(2): 57–90 (2008), doi:10.1179/174328008X277524
- [7] F. Bechtold, Anwendung von LTCC für Sensoren und Mikrosysteme, VIA electronic GmbH, Hermsdorf, *Forschungs- und Technologieforum des FTVT*, Ilmenau (2009), Vortrag
- [8] Y. Imanaka: Multilayered Low Temperature Cofired Ceramics (LTCC) Technology, *Springer* (2004)
- [9] U. Krieger et al., "LTCC-based Ceramic Substrates for Identification of Trustworthy Electronics" *EMPC 2023*, Vortrag
- [10] U. Grünhaupt, H.-J. Gevatter. Elektronische Komponenten. In: Bender, B., Göhlich, D. (eds) *Dubbel Taschenbuch für den Maschinenbau 2: Anwendungen*. Springer Vieweg, Berlin, Heidelberg (2020), [https://doi.org/10.1007/978-3-662-59713-2\\_29](https://doi.org/10.1007/978-3-662-59713-2_29)
- [11] P. Uhlig et al., "LTCC Resistors – The Influence of Production Conditions on the Absolute Value and its Reproducibility," *IMAPS Nordic Conference on Microelectronics Packaging (NordPac)*, Oulu, Finnland, pp. 61–66 (2018). doi: 10.23919/NORDPAC.2018.8423847.
- [12] T. Rovensky, "Influence of Accelerating Ageing on LTCC and PCB Substrates' Dielectric Properties in GHz Area," 39th *International Spring Seminar on Electronics Technology* (ISSE, 2016)
- [13] S. Preradovic and N. Karmakar, "Chipless RFID: Bar Code of the Future," *IEEE Microwave Magazine*, vol. 11, no. 7, pp. 87–97, Dec. 2010, doi: 10.1109/mmm.2010.938571.
- [14] D. Belavic et al., "Design of a Capacitive LTCC-based Pressure Sensor," in 2009 *15th International Symposium for Design and Technology of Electronics Packages* (SIITME), 2009-09. doi: 10.1109/siitme.2009.5407406.
- [15] L. J. Golonka, "Technology and applications of Low Temperature Cofired Ceramic (LTCC) based sensors and microsystems," *Bull. Polish Acad. Sci.*, vol. 54, no. 2, pp. 221–231 (2006).
- [16] P. Uhlig, J. Kassner, C. Günner, E. Noack: Micro-wave Filter Design Optimized for Ceramic Multilayer Technique, *Proc. Int. Conf. Exhib. Ceram. Interconnect Ceram. Microsyst. Technol.*, CICMT 2016
- [17] T. Klein, P. Uhlig, C. Günner, and R. Kulke, "Sub-strate-integrated divider networks in LTCC with optimized tolerance / isolation properties for Ka-Band satellite systems," in *Proc. Intl. Symp. Microel.* 47th, 2014. doi: 10.4071/isom-THP22.

# Test Plan of Collision Warning for Road Traffic in Smart Cities

Marie-Sofie Schlotter<sup>1</sup>, Mohammad R. Mousavi<sup>2</sup>, Christoph Cammin<sup>3</sup>, Christoph Beutelspacher<sup>4</sup>,  
Stephan Ludwig<sup>2</sup>

<sup>1</sup>T-Systems International GmbH, Fasanenweg 5, 70771 Leinfelden-Echterdingen, Deutschland

<sup>2</sup>Hochschule Aalen, Beethovenstraße 1, 73430 Aalen, Deutschland

<sup>3</sup>Helmut-Schmidt-Universität/Universität der Bundeswehr Hamburg, Holstenhofweg 85, 22043  
Hamburg, Deutschland

<sup>4</sup>Zentrum für Digitale Entwicklung GmbH, In der Waage 9, 73463 Westhausen, Deutschland

## Abstract

Urban road traffic comprises many different road users like heavy trucks, buses, individual cars, motorbikes, (E-)bikes, and pedestrians. The latter are among the vulnerable road users (VRUs), whose safety and protection on the road are of special social interest. Since it can be assumed that not all vehicles will be equipped with comprehensive sensor technology, such as the kind that is required for autonomous driving in the next few years, and since such technology is hardly feasible for VRUs, appropriate infrastructure-based sensor technology will have to be used to detect critical traffic situations. Special cameras with integrated image analysis for data protection-compliant recognition in combination with a mobile 5G-based cloud application and smartphone apps are suggested for this task. If there are potential collisions, timely collision warnings have to be received by the road users and VRUs. A test plan for evaluating the collision warning system for a complete end-to-end (E2E) system test is defined during the planning phase of the project 5G-trAAffic that includes both functionality and accuracy tests is described in this paper. The tests show that there is a significant difference in the precision between several types of smartphones and applications that are used. The complementary algorithm and processing to get the best performance and the best accuracy should be implemented in general cases including several types of smart phones.

**Keywords:** Smart City, Road Traffic, Collision Warning, Positioning, 5G

## Introduction

The number of passenger cars has increased in the past decades and currently (as of Jan. 2024) amounts to around 49.1 million in Germany [1]. As the number of road users increases, so does the potential risk of accidents. In urban traffic, a large number of different road users are encountered, such as trucks, buses, cars, motorbikes, (E-)bikes, and pedestrians.

The latter are among the vulnerable road users (VRUs), whose safety and protection are of special interest.

Urban intersections in particular often represent a major accident hotspot.

Despite the efforts of numerous national and international programs and technological progress, the vision of zero traffic accidents ("Vision Zero" [2]) remains a major challenge.

At present, 5G mobile networks are being deployed in many regions. This generation of mobile communications incorporates higher

reliability, lower latency, and enhanced vehicle-to-everything (V2X) functionalities, compared to its predecessors. This opens new potential that can also contribute to improving road safety.

Since it can be assumed that not all vehicles will be equipped with comprehensive sensor technology, such as the kind that is required for autonomous driving in the next few years and since such technology is hardly feasible for VRUs, appropriate sensor and actuator technology has to be established.

In the project "5G-trAAffic" [3], a combination of infrastructure-based sensors or/and smartphones equipped with a dedicated app are proposed to detect critical traffic situations to protect road users.

In particular, cameras with integrated image analysis for data protection-compliant recognition (i.e., "AI cameras") in combination with a mobile 5G-based cloud application and the smartphone apps are suggested in [3]. If

there are potential collisions, timely collision warnings have to be received by the road users and VRUs. These warnings are to be sent via the app as well as via infrastructure-based optical or acoustic warning devices at key hazard points in order to warn road users without an app [3].

A test plan for evaluating the collision warning system for a complete end-to-end system test is defined during the planning phase of the project 5G-trAAffic that includes both functionality and accuracy tests, a part of which is described in this paper. The focus in this paper is on investigations into the accuracy of the positioning without the help of cameras.

This paper is organized as follows: In the following section, related work including standards, research projects and scientific work will be presented. This is followed by a section related to the general test plan approaches in this project. Initial testing and associated results gained at a Smart City campus are described thereafter. The measurements of the positioning accuracy of various smartphones, each with two different apps in the context of collision warning, are then presented in detail. Finally, a conclusion and an outlook are shown.

### Related Work

Within the last five years, more than 400 research projects on traffic were funded solely by the "mFund" program of the German Federal Ministry for Digital and Transport (german: Bundesministerium für Digitales und Verkehr) [4]. Most of these projects address aspects of traffic management, still many aim at the protection of vulnerable road users, especially in the vicinity of intersections.

As examples, a few of these similar projects are mentioned below: in particular, as part of the "TAVF (Test Track for Automated and Connected Driving in Hamburg)" a few similar projects [5]:

The project "5G-Loginnov" [6,7] addresses innovations by the usage of 5G technology related to the area of ports. One aspect of this is how 5G can enhance hybrid V2X communications and intelligent traffic management. As one aspect, the protection of VRUs by an app-based collision warning service is investigated [6,7].

To assess the literature of collision avoidance system in intelligent traffic systems (ITS), a set of performance criteria are provided. As a first

step, the safety assessment as the key concept in this area should be explained. It is known as a process of the considered participants and moving objects in the assessed area e.g., the intersection to find dangerous conditions and hazard location which leads to predict probable crashes. This results in a large number of sub-aspects such as communication (e.g. V2X), mobile edge cloud computing, positioning accuracy, computer vision, multi-sensor data fusion as well as non-technical aspects such as the consideration of laws and (traffic) regulations through to traffic psychology. A selection of related technical work is summarized below.

In the early work [8], a prototype of pedestrian-to-vehicle communication system for the prevention of pedestrian accidents was developed. As this prototype was published already in 2008, it is based on the 3G and WLAN standards of the time, whereby (C-)V2X in particular was not yet sufficiently developed and standardized. However, already an algorithm for estimating the collision risk and the need for caution was developed and the system could exchange information between pedestrians and vehicles with enough time and distance to avoid the collision in that work.

In the paper [9], a collision avoidance service between vehicles at an intersection is presented. Thereby, the service is implemented on a Multiaccess Edge Computing (MEC) infrastructure. The end-to-end delay is computed considering standardized Cooperative Awareness Messages (CAM) for different scenarios. In all scenarios, 80% of the end-to-end latency values were below 45 ms and latency values were recorded to be lower than 60 ms in 99.999% of the cases [9]. In conclusion, it has been shown that communication can essentially take place quickly and reliably enough.

Numerous recent publications address the positioning accuracy of smartphones, e.g. [10-13]. In [10], an augmentation system for ionospheric corrections was evaluated, using a smartphone as GNSS receiver. Evaluation different methods, finally horizontal positioning accuracies between about 0.8 m to 2.3 m could be reached. The positioning performance of a smartphone using (only) a single-frequency GNSS receiver chip was evaluated in [11]. If utilized as single-point positioning system, a pseudo range single-point positioning error of up to 100 m along a track was observed. However, using an RTK (Real

Time Kinematic) approach provided by a reference GNSS receiver, the positioning error of the smartphone could be lowered below 5 m in most test cases. The accuracy of vehicles mutual positioning was examined in [12]. Therefore, two cars equipped with smartphones drove on different road types and performed maneuvers like overtaking, advancing, etc. Utilizing a filter algorithm, a relative positioning error between 1.9 m to 2.6 m (standard deviation) could be achieved. In [13], the performance of positioning algorithms of GNSS and 5G for smartphones was evaluated. Using simulations for the 5G network, positioning errors below 0.5 m, each in latitude and longitude direction was achieved.

In [14] the accuracy of GNSS receivers is evaluated. Using quasi-multiple measurements obtained from different GNSS receivers with integrated inertial measurement units (IMUs) and combining their individual outputs, the position uncertainty could be significantly reduced to final uncertainty in the order of one centimeter (standard deviation) along street railway tracks. Consequently, a sufficiently high level of accuracy can be achieved with a correspondingly high level of effort and the use of special hardware.

The ETSI (European Telecommunications Standards Institute) has developed various standards for (C-)V2X communication and intelligent traffic systems (ITS) [15].

The 5G Automotive Association (5GAA) as an association of car manufacturers and telecommunications companies, addresses aspects and services of connected driving. Among other things, system requirements defined for various applications. These also include requirements for positioning accuracy in the context of various safety-relevant applications [16], which will be discussed in more detail below.

### Test Plan and Setup

The test plan and the setup mainly depend on the requirements of the collision warning system. To check the accuracy of the collision warning messages, the ratio of “true positive” warnings (warning sent when a collision is expected), the ratio of “false positive” warnings (warning sent when no collision is expected), the ratio of “true negative” warnings (no warning sent when a collision is expected) and the ratio of “false negative” warnings (no warning sent when no collision is expected) are measured in this step. Additionally, they

also assess whether the warnings are issued on time.

Further collision warning scenarios that are covered by the test plan are car versus bike, car versus pedestrian, bike versus pedestrian, and bike versus bike. Each scenario has various permutations in terms of position, velocity, and other movement patterns of road users.

Some requirements can be considered as following: the position, dimension, velocity, and direction of actors shall be calculated and the position accuracy shall be better than 50 cm, according to [15]. For location sensors, an allocated reference position shall be provided.

An appropriate visible scene or detecting area shall be provided by the sensor e.g., the camera shall have a vision distance of at least 100 m. Also, the sensors shall operate under all weather and light conditions. Data transfer of the sensor shall be provided by a 5G link which has the proper capacity for data transmission and sufficient low latency.

In the 5GAA Whitepaper [16], the service level requirements for different use cases are derived, including requirements for position accuracy. Depending on the use case, the values vary. For the use case of Hazardous Location Warning, [16, Sect. 4.7] a position accuracy of 1.5 m (3 sigma) for lane-specific information and 5 m (1 sigma) non-lane-specific information is required.

For the use case of a “Cross-Traffic Left-Turn Assist”, also 1.5 m (3 sigma) are listed [16, Sect. 4.1]. However, for “the use case of “Vulnerable Road User” [16, Sect. 4.12] an accuracy of 1 m (3 sigma) is required with the following note: “In order to correct positioning based on GNSS (e.g., GPS, Galileo), this accuracy should be enhanced via the 3GPP System. The 3GPP System shall provide positioning accuracy of 1 – 2 m, [...]”.

Addressing the whole accuracy which includes calculating the precise location of the VRUs and location of cars, the first step is measuring the accurate location of road users.

The initial test field was set up at ZDE Smart City Campus in Westhausen. On the large parking lot available at the campus (approx. 55 m by 40 m) the entry situation of Rathausstiefgarage Aalen was reproduced with semi-permanent tape markings on the ground. 3 car lanes and a bike line crossing the garage entry and exit car lanes were projected on the ground and reproduced. Reference points were defined and marked. These points have

then been digitally surveyed with a precision of 2 cm. For campus layout see Figure 1. On the test site, two AI cameras were mounted on a mobile pole (6.3 m high, placed in the same position as an available pole in the real setup) and pointed to two relevant sections. Angles were reconfigured and optimized several times during the testing process. Simulated traffic users were equipped with 5G smartphones. Uplink of the cameras and smartphones was transmitted through the 5G campus network available from ZDE.



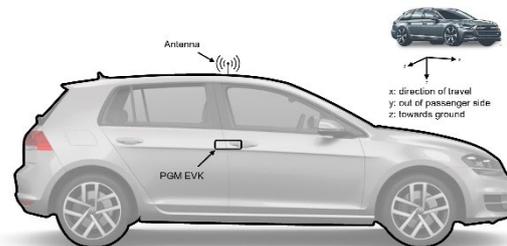
**Fig. 1:** Smart city campus test site plan of ZDE in Westhausen. The red area represents a cycle-foot path and the yellow area represents a street / Underground parking garage entrance. The blue- and orange line triangles indicate the visible areas of the observing cameras. (This figure was created by ZDE and contains material from Google.)

During the initial tests, the overall system was successfully put into operation and thus the basic functionality could be confirmed.

However, the initial tests also identified issues that need to be addressed for further development. Overall, it was found that, when viewed in isolation, the AI cameras sometimes produced better results and sometimes the smartphones. In addition, there were significant deviations in the position between different smartphones, which gave rise to further investigations. To understand the capabilities of geolocation accuracy, further tests were planned outside of the ZDE Campus.

This collection of tests was designed to explore the performance of multiple smartphones and applications over various routes, each differing in length. Given the lack of suitable geolocation references in this specific area, the necessity

to devise an original framework became apparent. This led to the integration of the Starling Precision GNSS Module Evaluation Kit (PGM EVK) [17], a component that has been used in similar projects like 5G-Loginnov. The device is distinguished by its capabilities to provide real-time precision GNSS and IMU measurements and is enhanced by Swift's Skylark cloud-based precise corrections service [17]. For optimal results, a magnet-mount antenna was placed on the roof of the test vehicle - ideally as close to the center as possible - to ensure an unobstructed view of the sky, with the PGM EVK situated directly underneath inside the car (Figure 2).



**Fig. 2:** Mounting of the antenna on the roof and the PGM EVK in the car.

The evaluation extended to a variety of smartphones, including the iPhone 13 Pro, OnePlus 9 Pro, Samsung S21 5G, Oppo Find X3, Oppo Find X5, and Motorola moto g 5G Plus. This selection was aimed at covering a wide range of manufacturers and thereby gauging the performance across different hardware. The applications chosen for this test were LCMM (Low Carbon Mobility Management), developed by T-Systems International and DSA (Digital Safety Assistant), developed by Continental, representing tools with potential implications for mobility and safety.

Additionally to the equipment used, the routes were selected to provide a diverse set of data points:

The "long route" solely focused on the comparison between LCMM's performance on different smartphones and the Starling PGM. The route is shown in Figure 3 and corresponds roughly to a mirrored "L" with a short section running east-west (almost in latitude direction) and a longer section running mainly north-south (longitude direction). A car was driven back and forth along this route three times and test data was recorded.



Fig. 3: Long route across the city of Aalen (background map: OpenStreetMap contributors).

The “short route” (Figure 4) included a stretch from the intersection at Friedrichstraße/ Gartenstraße to the administrative district office in the City of Aalen, facilitating a direct comparison among DSA and LCMM (simultaneously) as well as the Starling PGM. This route was also traveled three times by car.

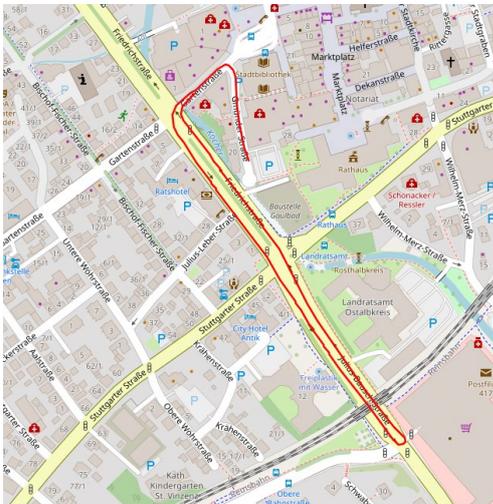


Fig. 4: Short route across the city of Aalen (background map: OpenStreetMap contributors).

## Results

The primary goal of this test setup was the collection and analysis of data that would allow for a meaningful comparison between the various smartphones and applications. Specifically, the tests were aimed to determine the accuracy levels of manufacturers and ascertain whether different applications yield disparate results when tested on the same

device. This test endeavors to provide an insight into the precision of GNSS measurements across different technologies, potentially leading to conclusions for further tests.

In order to measure the drift of the position of the PGM EVK over time, it was set up at a static location and the position was recorded over time. Figure 5 shows the horizontal distance to the median recorded position over a time period of 40 minutes, which corresponds to slightly more than the test drives. Overall (despite cloud cover and rain on the day of the measurement), a horizontal distance to the median position of below 0.35 m was maintained. This value is considered as precise enough and thus taken as reference for further measurements and comparison.

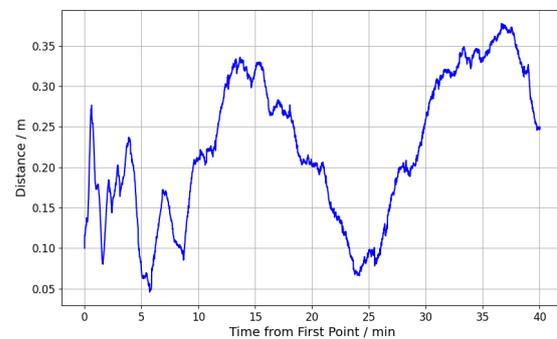


Fig. 5: Horizontal difference to the median position over time of the PGM EVK.

Further measurements were taken while the vehicle was moving (i.e., “drive tests”).

The Starling PGM EVK is equipped with a function to estimate the accuracy of the output function. The histogram of the horizontal accuracy (i.e., combined in longitude and latitude direction) during drive tests is shown in Figure 6. The median is below 0.2 m and 99% of the estimated accuracy values are below 0.4 m. This accuracy also fulfills the requirements of ETSI [15] and 5GAA [16], as stated before. The next step was to compare the various smartphones with the PGM EVK during the test drives.

Figure 7 and Figure 8 show examples of the deviations of the logged position of various smartphones with the LCMM app for a test drive (long route). The (approximate) point symmetry to the center of the recording with the positive and negative values results from the outward and return journey and from the fact that no absolute value was calculated in this case.

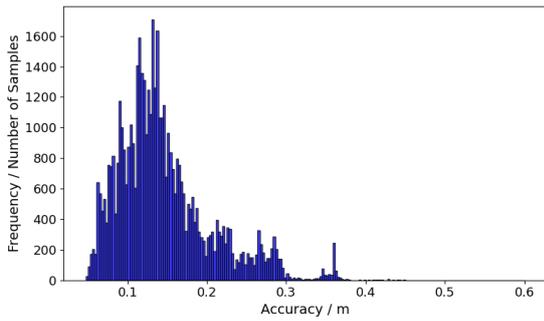


Fig. 6: Histogram of the estimated horizontal accuracy of the PGM EVK, calculated over all drive tests.

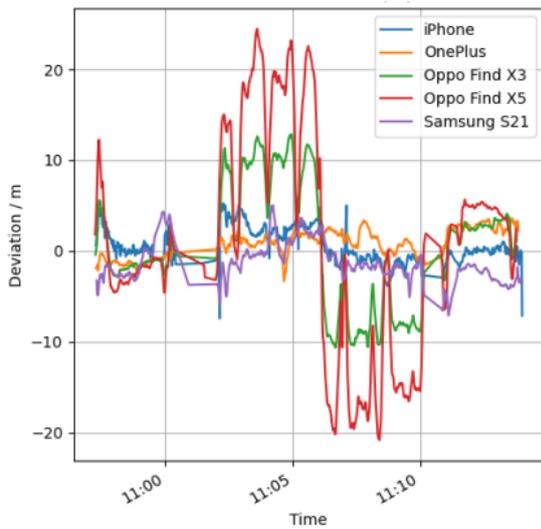


Fig. 7: Latitude deviation using LCMM app.

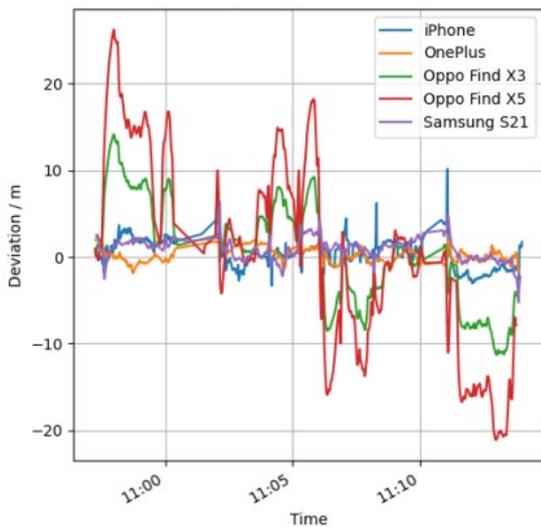


Fig. 8: Longitude deviation using LCMM app.

The accuracy of the smartphones sometimes differs significantly and varies over time and distance/position. In some parts of the route, some smartphones show very large deviations

of more than 20 m. It is noticeable that at certain times or route sections the deviation is large either in the latitude direction or in the longitude direction. A linear progression over time occurs when the vehicle comes to a standstill, which are recognized by the LCMM app and during which no new waypoints are recorded. Other test drive with the LCMM lead to similar results.

Table 1 shows the root mean squared deviation (RMSD) for the LCMM app in latitude and longitude direction over all test drives.

For all smartphones, the RMSD in latitude direction was lower than in longitude direction. Possible reasons for this behavior might be narrower street and shadowing during the route section in latitude direction of the long route. While the RMSD for all other smartphones is in the order of 2 m to 3 m, the Oppo smartphones perform worse with LCMM app.

Tab. 1: Average of RMSD over the trials (test drives) for each smartphone, using the LCMM app.

| Phone (using LCMM) | Average RMSD Latitude / m | Average RMSD Longitude / m |
|--------------------|---------------------------|----------------------------|
| iPhone 13 Pro      | 2.57                      | 1.81                       |
| OnePlus 9 Pro      | 2.28                      | 1.73                       |
| Oppo Find X3       | 5.80                      | 5.23                       |
| Oppo Find X5       | 10.89                     | 9.40                       |
| Samsung S21 5G     | 2.78                      | 1.86                       |

The absolute values of the position deviations to the PGM EVK recorded by the smartphones using the DSA app are presented in Figure 9 and Figure 10 (short route). Generally, the deviations are in the same order of magnitude as with the LCMM app. Again, there are significant differences between the accuracy in latitude and longitude direction. However, the Oppo Find X5 and Oppo Find X3 perform more accurately with the DSA app. In contrast, the Samsung S21 5G has less accuracy in this particular test drive.

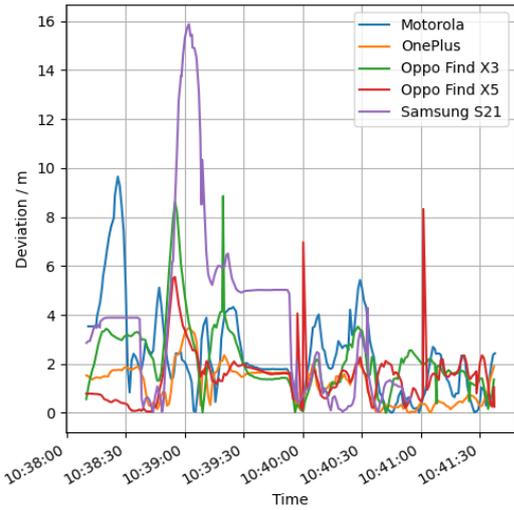


Fig. 9: Latitude deviation (absolute value) using DSA app.

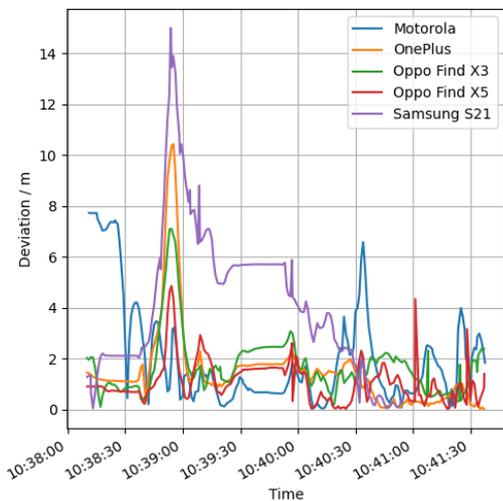


Fig. 10: Longitude deviation (absolute value) using DSA app.

Figure 11 shows the total horizontal deviation for both apps as comparison.

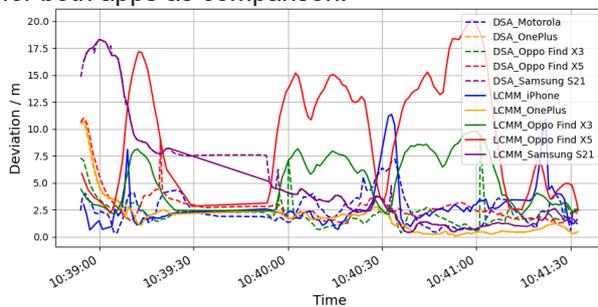


Fig. 11: Comparison of horizontal deviation between LCMM and DSA.

Some devices, like the OnePlus 9 Pro provide almost the same performance with each app. In contrast to this, the Oppo smartphones had

a significantly reduced accuracy if using the LCMM app. For almost all smartphones, there are outliers with significantly reduced accuracy. Overall, there are smartphones that perform slightly better on average. Table 2 lists the average of RMS horizontal deviation for both apps. Apart from the exceptions Oppo Find X3 / X5 with LCMM app and Samsung S21 5G, all values are between 3 m to 4 m.

Tab. 3: Average RMS deviation for LCMM and DSA app (\* = not measured).

| Phone                   | LCMM app RMS / m | DSA app RMS / m |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| iPhone 13 Pro           | 3.26             | _*              |
| OnePlus 9 Pro           | 3.18             | 3.41            |
| Oppo Find X3            | 6.23             | 3.86            |
| Oppo Find X5            | 11.40            | 3.87            |
| Samsung S21 5G          | 6.76             | 6.69            |
| Motorola moto g 5G Plus | _*               | 3.26            |

**Conclusion and Outlook**

Based on the test plan for an infrastructure and mobile communication based collision warning system, the position accuracy of smartphones was examined in detail. For this purpose, different smartphones with two different apps were analyzed. Apart from individual combinations, an average accuracy of 3 to 4 m (RMS horizontal) was achieved in most cases compared to the reference value. This achieves sufficient accuracy for the 5GAA use case “Hazardous Location Warning” (non-lane specific). However, for the collision warning use cases, a higher (average) accuracy would be desirable. In addition, especially in the area of intersections and accident hotspots, no inaccuracy peaks should occur to enable a reliable service.

As an outlook, there is an overall need to improve accuracy and reliability. One approach is to integrate AI cameras into the overall system with improved algorithms for sensor data fusion. Another approach is the integration of data from modern vehicles, which already have numerous sensors for precise navigation.

In future tests that include smartphones, there should be multiple phones of the same make and model to rule out that deviances in the data collection are due to a fault sensor or smartphone specific issues. In addition, improved performance can be expected in the

future through the availability of 5G and beyond technologies, which promise their own localization, so that a reliable collision warning system at intersections can be realized in the future.

### Acknowledgement

This work is conducted within the project "5G-trAAffic" (FKZ: 45FGU116), funded by the Federal Ministry for Digital and Transport (Bundesministerium für Digitales und Verkehr (BMDV)).

### References

- [1] Statista, "Autos in Deutschland 2023," (last access: 06.04.2024). [Online]. Available: <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/12131/umfrage/pkw-bestand-in-deutschland/>
- [2] U.S. Department of Transportation – Federal Highway Administration, "Zero Deaths and Safe System", (last access: 24.01.2024). [Online]. Available: <https://highways.dot.gov/safety/zero-deaths>
- [3] C. Cammin et al., "Concept for a Real-Time IoT-Architecture for Collision Avoidance in Smart Cities based on the 5G Mobile Technology," 2023 IEEE International Conference on Omni-layer Intelligent Systems (COINS), Berlin, Germany, 2023, pp. 1-7, doi: 10.1109/COINS57856.2023.10189240
- [4] Bundesministerium für Digitales und Verkehr (BMDV), BMDV - Begleitforschung mFUND. [Online]. Available: <https://bmdv.bund.de/SharedDocs/DE/Artikel/DG/mfund-projekte/begleitforschung-datenzugang-und-datenbasierte-anwendungen-wik.html> (accessed: 03. Apr. 2024).
- [5] TAVF, Test track for automated and connected driving in Hamburg. [Online]. Available: <https://tavf.hamburg/> (accessed: 15. Mar. 2024).
- [6] 5g-loginnov.eu, Home Page - 5g-loginnov.eu. [Online]. Available: <https://5g-loginnov.eu/> (accessed: 15. Mar. 2024).
- [7] 5g-loginnov.eu, Library - 5g-loginnov.eu. [Online]. Available: <https://5g-loginnov.eu/library/> (accessed: 15. Mar. 2024).
- [8] C. Sugimoto, Y. Nakamura, Y. Hashimoto, "Prototype of pedestrian-to-vehicle communication system for the prevention of pedestrian accidents using both 3G wireless and WLAN communication," 2008 3rd International Symposium on Wireless Pervasive Computing, Santorini, Greece, 2008, pp. 764-767, doi: 10.1109/ISWPC.2008.4556313
- [9] G. Avino et al., "A MEC-based Extended Virtual Sensing for Automotive Services," 2019 AEIT International Conference of Electrical and Electronic Technologies for Automotive (AEIT AUTOMOTIVE), Turin, Italy, 2019, pp. 1-6, doi: 10.23919/EETA.2019.8804512
- [10] B. Liu et al., "Smartphone-Based Positioning Augmented by BDSBAS Ionospheric Corrections," in IEEE Geoscience and Remote Sensing Letters, vol. 20, pp. 1-5, 2023, Art no. 1000805, doi: 10.1109/LGRS.2023.3257317
- [11] J. Guo, H. Zhang, X. Liu, D. Zhou and Y. Hou, "Oppo Reno5pro Smartphone Single-frequency GNSS Positioning Performance Evaluation," 2022 IEEE International Conference on Unmanned Systems (ICUS), Guangzhou, China, 2022, pp. 1415-1419, doi: 10.1109/ICUS55513.2022.9986642
- [12] R. S. Kulikov, A. A. Chugunov, D. V. Tsaregorodcev, N. I. Petukhov and A. P. Malyshev, "Investigating of the Accuracy of Vehicles Mutual Positioning Using Smartphones," 2020 International Youth Conference on Radio Electronics, Electrical and Power Engineering (REEPE), Moscow, Russia, 2020, pp. 1-4, doi: 10.1109/REEPE49198.2020.9059247
- [13] Q. Liu, C. Gao, A. Xhafa, W. Gao, J. A. López-Salcedo and G. Seco-Granados, "Performance Analysis of GNSS + 5G Hybrid Positioning Algorithms for Smartphones in Urban Environments," in IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 73, pp. 1-9, 2024, Art no. 9502709, doi: 10.1109/TIM.2023.3338677
- [14] J. Skibicki, et al. "Reducing the Uncertainty of the Moving Object Location Measurement with the Method of Quasi-Multiple Measurement in GNSS Technology in Symmetrical Arrangement", Sensors 2023, 23, 2657. doi: 10.3390/s23052657
- [15] ETSI TS 103 300-2, Intelligent Transport System (ITS); Vulnerable Road Users (VRU) awareness; Part 2: Functional Architecture and Requirements definition; Rel. 2, 2020, [online] Available: [https://www.etsi.org/deliver/etsi\\_ts/103300\\_103399/10330002/02.01.01\\_60/ts\\_10330002v020101p.pdf](https://www.etsi.org/deliver/etsi_ts/103300_103399/10330002/02.01.01_60/ts_10330002v020101p.pdf) (accessed: 03. Apr. 2024)
- [16] 5G Automotive Association (5GAA): "White Paper: C-V2X Use Cases Methodology, Examples and Service Level Requirements" [Online] Available: [https://5gaa.org/content/uploads/2019/07/5GAA\\_191906\\_WP\\_CV2X\\_UCs\\_v1-3-1.pdf](https://5gaa.org/content/uploads/2019/07/5GAA_191906_WP_CV2X_UCs_v1-3-1.pdf) (accessed: 03. Apr. 2024)
- [17] swift Navigation: PGM Evaluation Kit, [Online] Available: <https://support.swiftnav.com/support/solutions/articles/44002129828-pgm-evaluation-kit> (accessed: 03. Apr. 2024)

# Ultrasound-based Detection of Objects in Grain Fields

*Florian Troendle<sup>1</sup>, Benedikt George<sup>1</sup>, Florian Hubert<sup>1, 2</sup> and Stefan J. Rupitsch<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Laboratory for Electrical Instrumentation and Embedded Systems, Department of Microsystems Engineering - IMTEK, University of Freiburg, Freiburg, Germany

<sup>2</sup> Siemens Healthineers AG, Corporate Testing Laboratory, Erlangen, Germany  
florian.troendle@imtek.uni-freiburg.de

**Summary:** Foreign objects in a crop, such as stones, can cause serious damages if they collide with a grain harvester. Machine damages result in downtimes during the tightly scheduled harvesting phase and lead to additional costs. Currently, there are no technical systems that warn an operator in the case of a collision with foreign objects during harvesting. Therefore, this contribution examines ultrasound-based methods for stone detection. Since ultrasonic sensors are very robust and reliable, these transducers are very common in the agricultural sector. The propagation of acoustic waves within a grain field was examined using a realistic replication. The evaluation criteria during the experiments were the attenuation of the acoustic signal by the crop, the influence of the soil and the arrangement of the ultrasonic sensors. We used mono-frequency, sinusoidal burst sequences with a frequency of 50 kHz and a duty cycle of 0.01 % as acoustic stimulation signals. A synthetic aperture focusing technique was applied to improve the lateral resolution. A vertical alignment of the ultrasonic transducers produced the best possible object resolution.

**Keywords:** Ultrasonic imaging, object detection, synthetic aperture focusing technique, agriculture, sound propagation

## Introduction

Detecting stones in a crop is a challenging task for a grain harvester driver. A stone collision can cause major damages to the harvester. Machine damages result in long down times during the harvesting phase and, thus, in higher harvesting costs. In extreme cases, a stone entering the grain harvester can cause flying sparks, which may lead to a fire in the machine or in the grain field. Therefore, preventive measures must be taken out to reduce the risk of a stone collision damage. In practice, many farmers collect the stones by hand before sowing. However, this measure is labor-intensive. Developing a stone-detection sensor principle offers the potential to increase the operational safety of harvesting machines significantly. Since field work becomes more and more autonomous, sensor technology will become increasingly relevant.

Detecting stones and other foreign objects lying on the farmland face several particular challenges. In addition to severe climatic conditions, such as heat, high dust concentrations, wetness, mechanical stresses caused by shocks and vibrations set high requirements for a stone sensor. A robust sensor system is required that can be used reliably in these different ambient conditions.

Due to their reliability, ultrasonic-based distance sensors have been established in many applications. Sound can propagate undisturbed in almost any environment. Therefore, particles in the air do not affect the functionality of ultrasonic sensors, in contrast to optical sensors. Ultrasonic sensors are also insensitive to contamination, since the sensor's surface cleans itself through vibration. Thanks to these advantages,

ultrasound-based sensors are currently applied in systems for navigating a robot between rows of fruit [1] or for measuring moisture in grain silos [2]. The aim of this contribution is to propose a suitable measurement method based on an acoustic sensor principle.

## Materials and Methods

Our experimental setup comprises a realistic grain field replica (GFR) (depicted in Fig. 1), a broadband electrostatic ultrasonic transducer (Senscomp 7000, active transducer diameter  $\varnothing d_t = 28,7$  mm, center frequency  $f_0 = 50$  kHz), and a 1/4" Bruel&Kjaer measurement microphone (type 4939-A-001) [3, 4]. The investigated GFR consisted of row-wise arranged wheat stalks with a spacing of 120 mm, resulting in a plant density of 800 plants/m<sup>2</sup>. Plant spikes reached up to a height  $h = 600$  mm. Both the transmitter and receiver are mounted on a custom-made 1-D positioning stage above the GFR (see Fig. 5). Our prior investigations have shown that this vertical setup is best suited for the object detection due to the highest signal-to-noise ratio (SNR) observed in echo measurements [5].

A schematic of the complete setup is presented in Fig. 3. To reduce undesired environmental sound interferences and reflections from the propagating sound pulse itself, we placed the setup in an acoustic chamber. As a target object, we utilized a stone with a cross-sectional diameter of approximately  $\varnothing d_s \approx 120$  mm.

For the object detection, we scanned the GFR by moving the transducer stepwise ( $\Delta x = 2 \cdot 10^{-3}$  m) along the  $x$ -direction over a total distance of  $x = 700$  mm while transmitting

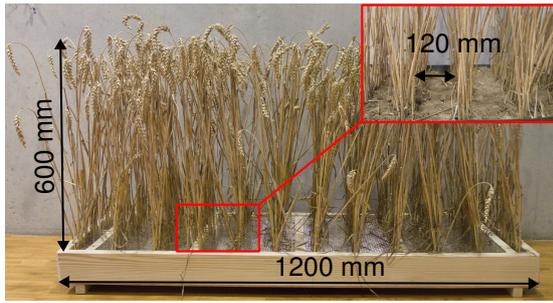


Fig. 1: Replica of the grain field.

sinusoidal burst sequences, each consisting of a 10-cycle, 50kHz burst with a duty cycle of  $D = 0.01\%$ . Echoes were digitized using an oscilloscope and saved on the computer for subsequent signal processing. The processing procedure involved downsampling of the bandlimited echo, zero-phase bandpass filtering, and calculation of its A-scan, i.e., the echo's envelope obtained through the Hilbert transform. Subsequently, we merged the A-scans to generate a two dimensional, cross-section brightness scan (B-scan) of the GFR (see Fig. 4). Both A-scans and B-scans are popular in medical imaging [6, 7] but have demonstrated utility in our application.

However, as the reflection of the echoes strongly depend on the stone's curvature, the echo's amplitude can be weak leading to a bad SNR and low image quality. Furthermore, the object is located in the positive defocus zone (PDZ) beyond the natural focal plane  $F$ , which reads as

$$F = \frac{\varnothing d_t^2 \cdot f_0}{4 \cdot c} \approx 30 \text{ mm}. \quad (1)$$

On their natural propagation path, the ultrasound pulses pass through the focal area before diverging in a cone under the transducer's pulse-echo beam spread angle (PEBSA)  $\alpha$  within the PDZ. As a result, echoes from objects located within the PDZ become distorted, causing crescent-shaped echoes.

To address this challenge, we employed a synthetic aperture focusing technique (SAFT) to enhance the B-scan's lateral image resolution by considering each pixel within the PEBSA. In doing so, the focal area is assumed to be a point acting as a virtual source  $S$ . The underlying algorithm is based on the delay-and-sum (DAS) technique, which can be expanded using weighting functions such as Hamming window or Boxcar [8]. The Hamming window is utilized to suppress side lobes, whereas the Boxcar window corresponds to the calculation of a mean [9]. Typically, the weighting approach considers the vertical angle of the transducer relative to the object. Echoes reflected from positions close to the maximum PEBSA underlie weaker weighting compared to echoes reflected on the transducer axis. In contrast, we developed and imple-

mented an *inverse directivity* method to compensate, i.e., invert this angle-dependent weighting approach similar to [10].

We applied the SAFT method to echoes within the transducer's -6 dB PEBSA, which is defined as

$$\alpha_{-6 \text{ dB}} = \arcsin \left( \frac{0.51 \cdot c}{f_0 \cdot \varnothing d_t} \right) \cdot 2, \quad (2)$$

with the speed of sound in air  $c_{\text{air}} = 343 \text{ m/s}$ , the ultrasound frequency  $f_0$ , and the transducer's active diameter  $\varnothing d_t$ .

The method's related weighting factor  $k$  in the interval  $\gamma = [-7^\circ, 7^\circ]$  reads as

$$k(\gamma) = 1 - 1.5660 \cdot \gamma^2 + 0.6205 \cdot \gamma^4. \quad (3)$$

The angle  $\gamma$  indicates the location of the virtual source  $S$  to be evaluated relative to the transducer axis.

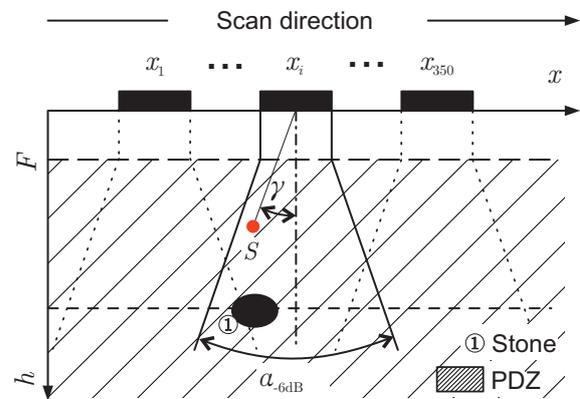


Fig. 2: Geometric representation of the SAFT [7].

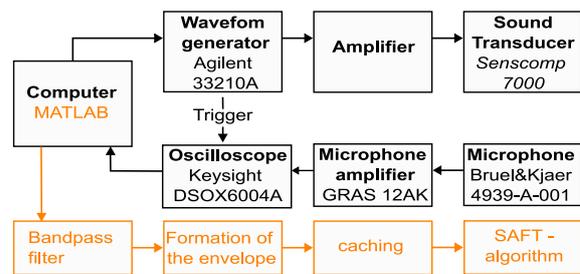


Fig. 3: Schematic representation of the measurement sequence and processing of the data.

## Results

The B-scan of our vertical pulse-echo approach is depicted in Fig. 4. The conventional B-scan, as shown in Fig. 4, exhibits speckles in the upper image cluster  $c_1$  (interval  $x = [0; 700]$  mm and  $h = [400; 600]$  mm), which are caused by the spikes of the plants. A second cluster can be identified in cluster  $c_2$  (interval  $x = [0; 700]$  mm and  $h \approx 0$  mm), which captures the reflections

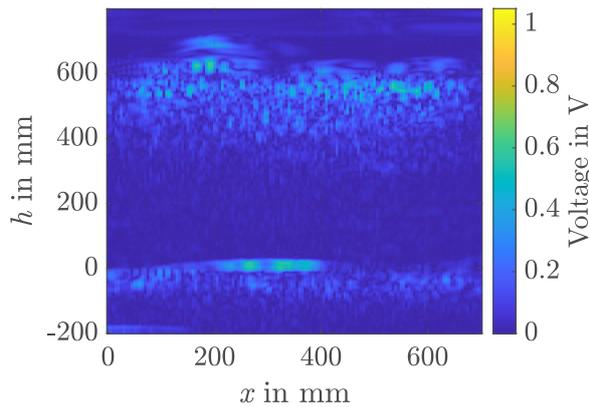


Fig. 4: B-Scan of the grain field with echoes from grain spikes, ground, and stone.

from the ground of the GFR. Additionally, a third cluster  $c_3$  (interval  $x = [200; 420]$  mm and  $h = [0; 100]$  mm) highlights the stone within the GFR. The stone's crescent-shaped echo can be clearly seen.

Given that the conventional B-scan failed to satisfactorily identify the stone, we post-processed the B-scan using the SAFT algorithm, employing the three weighting methods (see Fig. 6). For comparison, Fig. 6 (a) presents the dB-scaled B-scan in addition. Fig. 6 (b) illustrates the B-scan post-processed using the Boxcar method, which notably enhances the lateral resolution (in the  $x$ -direction), emphasizing the contrast of the stone's edge profile. By applying the Hamming weighting, we succeeded in reducing the speckles; however, it also caused blurring of the stone echo [see Fig. 6 (c)]. Conversely, the *inverse directivity* method accentuated the echoes of the stone compared to the surrounding area, resulting in the best image contrast and enhancing the likelihood of stone detection. Although the stone's edge profile hardly improved with this method, it remains relevant for detecting objects where accurately capturing shape is of secondary importance.

### Discussion and Summary

This contribution introduced an ultrasound-based method for detection of foreign objects in a grain field. A SAFT algorithm was exploited for two-dimensional imaging, which improved the lateral resolution. For the experimental verification, a realistic replicate of a grain field was used. A vertical pulse-echo arrangement could provide a sensitivity improvement due to the shorter distance traveled in the grain crop. The attenuation of the grain stalks and the selection of an appropriate weighting function for the signal processing were the main challenges concerning the ob-

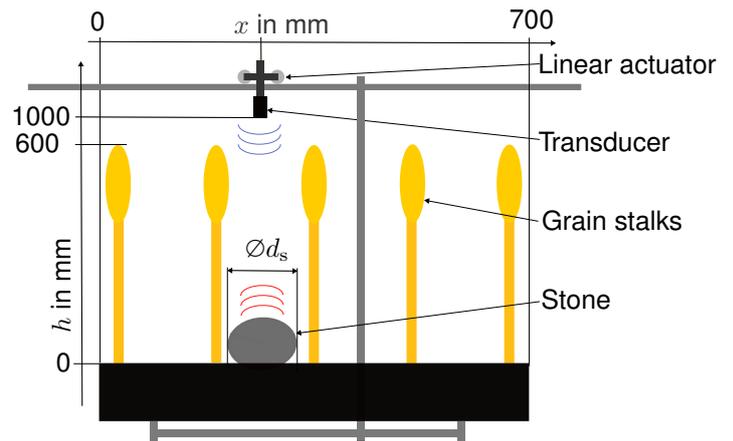


Fig. 5: Schematic representation of the vertical pulse-echo setup, with transmitted pulses illustrated in blue and echoes highlighted in red.

ject detection. In our measurements, all test objects were successfully detected.

Our future work will concentrate on a practical verification of the proposed detection concept. For example, measurements during the harvesting phase should clarify in which extent noise and vibrations of the harvester have a cross-influence on our object detection algorithm.

In addition to object detection, the data obtained can also be used to measure the ground contour. This can enable improved height control of the cutterbar. Furthermore, the density of the ears per square meter can be derived from the scans and, thus, the corn yield can be predicted. This enables an optimization of the harvester's forward speed. Therefore, our future research will also go towards this direction.

### References

- [1] N. M. Thamrin et al. "Tree detection profile using a single non-intrusive ultrasonic sensor for inter-row tracking application in agriculture field". In: *2013 IEEE 9th International Colloquium on Signal Processing and its Applications (CSPA 2013)*. Piscataway, NJ, 2013, pp. 310–313. DOI: [10.1109/CSPA.2013.6530063](https://doi.org/10.1109/CSPA.2013.6530063).
- [2] Anchen Shao and Jian Chu. "Design and Research of an Ultrasonic Grain Moisture Content Detection Device". In: *2021 IEEE 4th Advanced Information Management, Communicates, Electronic and Automation Control Conference (IMCEC)*. 2021, pp. 692–696. DOI: [10.1109/IMCEC51613.2021.9482332](https://doi.org/10.1109/IMCEC51613.2021.9482332).
- [3] SensComp Inc. *Series 7000 Ultrasonic Sensor Datasheet*. 2022.
- [4] Bruel&Kjaer. *1/4-inch Free-Field Microphone Type 4939 Datasheet*. 2021.

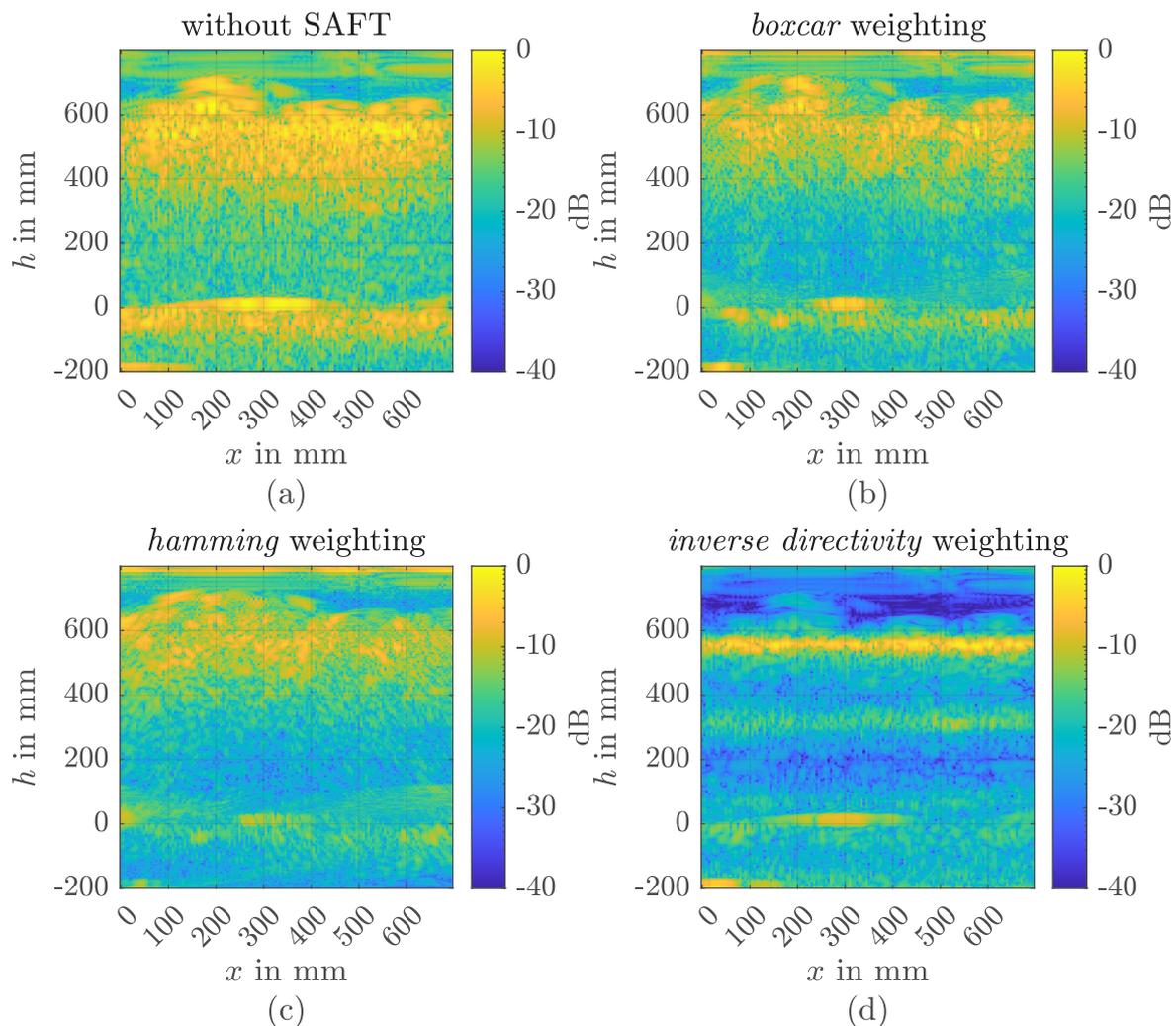


Fig. 6: (a) Conventional B-scan of the grain field and (b)-(d) post-processed B-scans by applying the SAFT algorithm using several weighting methods.

- [5] Florian Tröndle. "Evaluation eines geeigneten akustischen Messverfahrens zur Erkennung von Fremdkörpern in einem erntereifen Getreidebestand". Bachelor Thesis (Supervisors: Benedikt George, Stefan J. Rupitsch). IMTEK Uni Freiburg, 2023.
- [6] Stefan J. Rupitsch. *Piezoelectric Sensors and Actuators*. Berlin: Springer, 2019.
- [7] Michael Wüst, Johannes Eisenhart, Michael Nierla, Stefan J. Rupitsch. "Simulationsgestützte synthetische Aperaturfokussierungstechnik für die Anwendung in der Ultraschalmikroskopie". In: *DAGA 2018 München* (2018).
- [8] Stefan J. Rupitsch and Bernhard G. Zagar. "Acoustic Microscopy Technique to Precisely Locate Layer Delamination". In: *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* 56.4 (2007), pp. 1429–1434. DOI: [10.1109/TIM.2007.899866](https://doi.org/10.1109/TIM.2007.899866).
- [9] C.H. Frazier and W.D. O'Brien. "Synthetic aperture techniques with a virtual source element". In: *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control* 45.1 (1998), pp. 196–207. DOI: [10.1109/58.646925](https://doi.org/10.1109/58.646925).
- [10] Stefan J. Rupitsch and Bernhard G. Zagar. "Verfahren zur Erhöhung der örtlichen Auflösung bei synthetisch fokussierten Ultraschalltransducern (A Method to Increase the Spatial Resolution of Synthetically Focussed Ultrasound Transducers)". In: *tm - Technisches Messen* 75.4 (2008), pp. 259–267. DOI: [10.1524/teme.2008.0836](https://doi.org/10.1524/teme.2008.0836).

# Auswertung der modalen Dämpfung von geführten akustischen Wellen in faserverstärkten Kunststoffplatten

*Leander Claes<sup>1</sup>, Tim Hetkämper<sup>1</sup>, Henning Zeipert<sup>1</sup>, Bernd Henning<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> *Elektrische Messtechnik, Universität Paderborn, Warburger Straße 100, 33098 Paderborn, Deutschland*

## Kurzfassung

In diesem Beitrag wird gezeigt, wie die Dämpfung von geführten akustischen Wellen in faserverstärkten Kunststoffplatten messtechnisch erfasst werden kann. Dafür werden unter Ausnutzung des thermoelastischen Effekts breitbandige Ultraschallwellen in der Probe angeregt und mittels eines piezoelektrischen Schallwandlers detektiert. Eine Auswertung im Frequenz-Wellenzahl-Bereich liefert Informationen über die ausbreitungsfähigen Moden in der Probe. Zum anderen wird mit einer erweiterten Signalverarbeitungsmethode die Dämpfung der Moden bestimmt. Basierend auf diesen Messergebnissen wird ein viskoelastisches, effektives Materialmodell für den faserverstärkten Kunststoff identifiziert.

**Keywords:** Ultraschall, Geführte Wellen, Dämpfung, Faserverstärkte Kunststoffe

## Motivation

Die Einsatzbereiche von faserverstärkten Kunststoffen reichen von der Automobilindustrie bis hin zur Luft- und Raumfahrttechnik. Durch die häufige Verwendung in sicherheitskritischen Bereichen ist eine zuverlässige Methode zur Prüfung und Überwachung der aus faserverstärkten Kunststoffen gefertigten Bauteile notwendig. Vorgegangene Arbeiten zeigen, dass die Auswirkungen eigenschaftsändernder Effekte, wie etwa einer Hydrolyse der Kunststoffmatrix oder einer nachlassenden Faser-Matrix-Haftung, durch akustische Verfahren zerstörungsfrei erfasst werden können [1]. Bei der Untersuchung von faserverstärkten Kunststoffen wird dabei bisher nur das effektive elastische Verhalten der Proben im Ultraschallbereich betrachtet. Studien an homogenen Kunststoffen [1] legen jedoch nahe, dass insbesondere das dissipative Verhalten, also die Dämpfung, die Schallwellen erfahren, geeignet ist, um Eigenschaftsänderungen zu quantifizieren. Es wird daher eine Methode zur experimentellen Bestimmung der modalen Dämpfung [2] von geführten Ultraschallwellen in plattenförmigen Proben für die Anwendung an faserverstärkten Kunststoffen angepasst. Um das beobachtete akustische Verhalten bezüglich der Dämpfung besser quantifizieren zu können, werden die Parameter eines viskoelastischen Materialmodells bestimmt. Dazu wird die Annahme getroffen, dass sich das Material der Probe näherungsweise als ein homogener, anisotroper Festkörper beschreiben lässt. Die Parameter des Materials lassen sich jedoch nicht direkt aus der Messung bestimmen. Stattdessen wird ein inverses Problem gelöst, bei dem Simulations-

ergebnisse eines numerischen Modells der Probe mit den Messdaten in Übereinstimmung gebracht werden.

## Experimenteller Aufbau

Grundlage für die im Rahmen dieses Beitrags durchgeführten Messungen bildet eine von Alleyne und Cawley entwickelte Methode zur experimentellen Bestimmung der Dispersionseigenschaften von geführten Wellen [3]. Die Methode basiert darauf, dass Messdaten mit zeitlicher und örtlicher Auflösung entlang des Wellenleiters aufgenommen werden. Eine zweidimensionale Fourier-Transformation der ermittelten Messdatenmatrix liefert dann eine Abbildung im Frequenz- und Wellenzahlbereich, in der die sich in der Probe ausbreitenden Moden als Gitter sichtbar sind. Diese Abbildung hat Ähnlichkeit mit einem Dispersionsdiagramm für den untersuchten Wellenleiter. Weiterhin wird nur dann eine große Anzahl an Moden in der resultierenden Abbildung sichtbar, wenn die Anregung und die Detektion der Wellen im Orts- und Zeitbereich breitbandig sind. Die örtliche Auflösung wird in der Regel realisiert, indem die Anregung und/oder die Detektion im Versuchsaufbau in äquidistanten Schritten bewegt wird. Der Einsatz von kontaktlosen Methoden zur Detektion und/oder Anregung von Ultraschallwellen bietet sich hier an. Eine kontaktlose Detektion kann zum Beispiel interferometrisch erfolgen [4, 5], während für eine kontaktlose Anregung der photoakustische Effekt durch gepulste oder modulierte Laserstrahlung genutzt werden kann [2, 6, 7].

Für die hier durchgeführten Studien wird der in

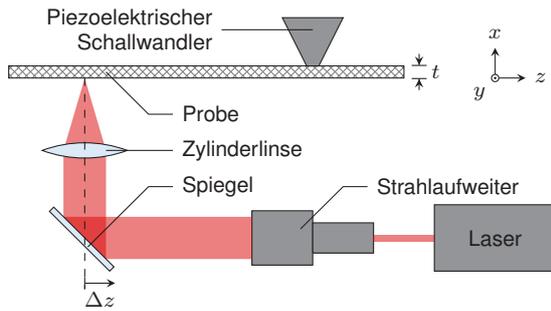


Abb. 1: Experimenteller Aufbau zur Anregung und Detektion breitbandiger Ultraschallwellen in faserverstärkten Kunststoffplatten.

Abbildung 1 schematisch dargestellte Aufbau eingesetzt. Zur breitbandigen Anregung akustischer Wellen wird gepulste Laserstrahlung (Pulsdauer 1,5 ns, Pulsenergie etwa 500  $\mu$ J) verwendet. Die vom Laser (FLARE NX 1030, Coherent) bereitgestellte infrarote Strahlung wird zunächst aufgeweitet und dann mithilfe einer Zylinderlinse auf eine Linie auf der Probenoberfläche fokussiert. Über eine Linearachse (X-LSM200A, Zaber Technologies) kann der Fokus entlang der Ausbreitungsrichtung der akustischen Wellen reproduzierbar positioniert werden. Zur Detektion der akustischen Wellen wird ein breitbandiger, piezoelektrischer Schallwandler verwendet [8]. Als aktives Element wird im Schallwandler eine streifenförmige Piezokeramik eingesetzt (PIC255, PI Ceramic).

Zur Erfassung einer zweidimensionalen Datenmatrix (vergleiche [3]) mit örtlicher und zeitlicher Auflösung wird für eine Anzahl äquidistanter Anregungspositionen (hier 1500 Positionen mit einer Schrittweite von 100  $\mu$ m) jeweils ein Zeitsignal aufgenommen. Auf den so aufgenommenen Datensatz wird die zweidimensionale Fourier-Transformation angewandt. Es ergibt sich eine komplexe, zweidimensionale Matrix im Frequenz-Wellenzahl-Bereich, in der die sich ausbreitenden Moden im Betrag als Grate sichtbar sind (Abbildung 2). Die Probe ist eine mit zwei Glasfasergewebelagen in Leinwandbindung verstärkte Polyamid 6 Platte mit einer Gesamtdicke von etwa 1,4 mm. Es sind deutlich zwei Moden erkennbar, die in einer isotropen Probe mit der A0- und S0-Mode korrespondieren. Vorangegangene Arbeiten zeigen jedoch, dass faserverstärkte Kunststoffe, wie die hier untersuchte Probe, akustisch effektives orthotropes Verhalten zeigen [9]. Weiterhin sind im Bereich von etwa 1 MHz einige Moden höherer Ordnung teilweise sichtbar. In einem weiteren Verarbeitungsschritt wird aus den aufgenommenen Messdaten die modale

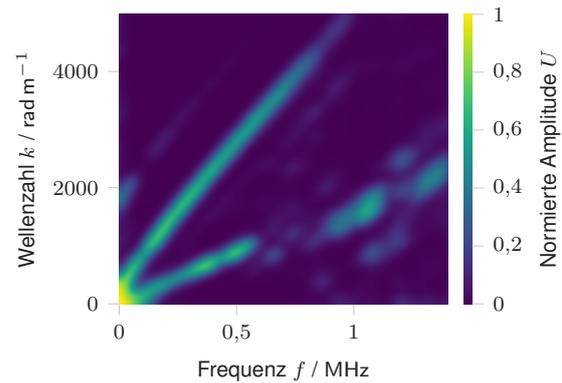


Abb. 2: Messdaten für die Dispersionseigenschaften von akustischen Wellen in einer faserverstärkten Kunststoffplatte im spektralen Bereich.

Dämpfung ermittelt. Dafür wird die von Johannesmann [2] entwickelte Methodik angewandt, bei der der Datensatz zunächst über die räumliche Achse in eine Anzahl (zum Beispiel vier) gleich große Segmente unterteilt wird. Die zweidimensionale Fourier-Transformation wird auf jedem Segment einzeln angewandt, wodurch mehrere Abbildungen im Frequenz-Wellenzahl-Bereich entstehen, in denen die Amplitude die mittlere Signalstärke der jeweiligen Mode auf dem räumlichen Segment repräsentiert. Um das Abklingen der Amplitude über den Ort zu ermitteln, kann nun ein exponentieller Ausdruck der Form

$$u(f, k) = A(f, k)e^{-\alpha(f, k) \cdot z} \quad (1)$$

für jeden Bildpunkt in den Abbildungen identifiziert werden. Die Ortskonstante  $\alpha(f, k)$  entspricht dabei gerade der Dämpfung, die eine Mode mit der jeweiligen Frequenz  $f$  und Wellenzahl  $k$  erfährt. Diese Methode liefert dabei allerdings ebenfalls Werte für Frequenz-Wellenzahl-Tupel, an denen im Datensatz keine Mode auftritt. Aus diesem Grund wird für eine übersichtlichere Darstellung die Abbildung  $\alpha(f, k)$  mit den in Abbildung 2 ermittelten Werten für die Amplitude maskiert. Die resultierende Darstellung (Abbildung 3) zeigt, wie die Dämpfung der beobachteten Moden von der Frequenz beziehungsweise von der Wellenzahl abhängt. Im Weiteren sollen sowohl die Position der Moden im Frequenz-Wellenzahl-Bereich (Abbildung 2) als auch die modale Dämpfung (Abbildung 3) als Grundlage für die Formulierung inverser Probleme zur Bestimmung der viskoelastischen Materialparameter der Probe dienen.

### Materialmodellierung

Basierend auf den ermittelten Messdaten soll für das effektive akustische Verhalten des Materials der Probe ein geeignetes Modell identifiziert

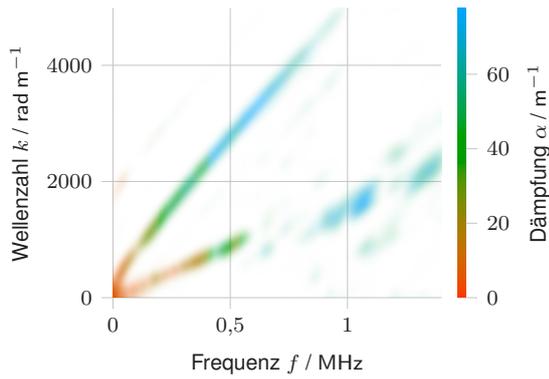


Abb. 3: Messdaten für die modale Dämpfung von akustischen Wellen in einer faserverstärkten Kunststoffplatte, bestimmt mit der Methode nach Johannesmann [2].

werden. Um viskoelastisches Verhalten zu beschreiben, aber gleichzeitig die Anzahl der zu identifizierenden Parameter gering zu halten, wird an dieser Stelle das Kelvin-Voigt-Modell verwendet [10]. In diesem Modell wird mithilfe einer zusätzlichen Zeitkonstante  $\tau$  der Zusammenhang zwischen der mechanischen Spannung  $T$  und der mechanischen Dehnung  $S$  im Zeitbereich wie folgt beschrieben:

$$T = C(S + \tau \partial_t S), \quad (2)$$

wobei  $C$  die Steifigkeitsmatrix des Materials und  $\partial_t S$  die Ableitung der mechanischen Dehnung nach der Zeit  $t$  sind. Im Frequenzbereich nimmt das Kelvin-Voigt-Modell analog folgende Form an:

$$T = C(S + j\omega\tau S) = (1 + j\omega\tau)C \cdot S, \quad (3)$$

wobei  $j$  hier die imaginäre Einheit ist und  $\omega$  die Kreisfrequenz. Vorangegangene Arbeiten zur Identifikation des viskoelastischen Materialverhaltens zeigen, dass zum Beispiel bei der Beschreibung akustischer Vorgänge longitudinale und transversale Wellen unterschiedlich starke Dämpfung erfahren [11, 2]. Um derartige Effekte bei der Modellierung des Materialverhaltens zu berücksichtigen, ohne zum Beispiel für jeden von null verschiedenen Eintrag der Steifigkeitsmatrix eine andere Zeitkonstante annehmen zu müssen, empfehlen Theocaris und Sokolis [12] eine spektrale Zerlegung der Steifigkeitsmatrix durchzuführen, um dann für jeden Eigenwert das Dämpfungsverhalten separat zu quantifizieren. Aufgrund der Dimension der Steifigkeitsmatrix (in Voigtscher Notation  $6 \times 6$ ) müssten so zur Beschreibung eines anisotropen Materials maximal sechs verschiedene Dämpfungsmodelle identifiziert werden.

Die spektrale Zerlegung der Steifigkeitsmatrix

wird wie folgt durchgeführt:

$$C = \sum_{i=1}^6 \lambda_i p_i p_i^T = \sum_{i=1}^6 \lambda_i P_i, \quad (4)$$

wobei  $\lambda_i$  die Eigenwerte der Steifigkeitsmatrix und  $p_i$  die normierten und orthogonalisierten Eigenvektoren sind. Die Matrizen  $P_i = p_i p_i^T$  werden Eigendyaden genannt. Nach Theocaris und Sokolis werden die Eigenwerte  $\lambda_i$  modifiziert, um von der Art der Deformation abhängiges Dämpfungsverhalten zu realisieren. Für das Kelvin-Voigt-Modell etwa wie folgt:

$$C = \sum_{i=1}^6 \lambda_i (1 + j\omega\tau_i) P_i. \quad (5)$$

Hier ist ersichtlich, dass nun sechs verschiedene Zeitkonstanten  $\tau_i$  angenommen werden können. Im Fall isotropen Materialverhaltens lässt sich das elastische Verhalten eines Materials mit nur zwei Parametern, zum Beispiel mit dem Kompressionsmodul  $K$  und dem Schermodul  $\mu$ , beschreiben. In diesem Fall nimmt die Steifigkeitsmatrix die folgende Form an:

$$C = \begin{pmatrix} K + \frac{4}{3}\mu & K - \frac{2}{3}\mu & K - \frac{2}{3}\mu & 0 & 0 & 0 \\ K - \frac{2}{3}\mu & K + \frac{4}{3}\mu & K - \frac{2}{3}\mu & 0 & 0 & 0 \\ K - \frac{2}{3}\mu & K - \frac{2}{3}\mu & K + \frac{4}{3}\mu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu \end{pmatrix}. \quad (6)$$

Eine Eigenwertzerlegung dieser Matrix ergibt nur drei verschiedene Eigenwerte ( $\lambda_1 = 3K$ ,  $\lambda_{2,3} = 2\mu$ , und  $\lambda_{4,5,6} = \mu$ ), die in unterschiedlicher Anzahl auftreten. Um die Anzahl der zu identifizierenden Parameter weiter zu reduzieren, kann für gleiche oder ähnliche Eigenwerte das gleiche Dämpfungsmodell angenommen werden [11, 13, 2]. Ausgehend von der Abhängigkeit vom Kompressions- beziehungsweise vom Schermodul kann zum Beispiel für die Eigenwerte  $\lambda_{2..6}$  das gleiche Dämpfungsverhalten angenommen werden. Dies entspricht analog zur Fluidodynamik einer Aufteilung der Quantifizierung des Dämpfungsverhaltens in volumeninvariante und forminvariante Deformationen. Obwohl das hier vorliegende Material nicht isotrop ist, soll diese Annahme hier trotzdem getroffen werden, um eine Überparametrisierung des Dämpfungsmodells zu vermeiden. Die viskoelastische Materialbeschreibung ist also:

$$C = \lambda_1 (1 + j\omega\tau_1) P_1 + \sum_{i=2}^6 \lambda_i (1 + j\omega\tau_2) P_i. \quad (7)$$

Es müssen mit  $\tau_1$  und  $\tau_2$  also neben den Größen zur elastischen Beschreibung des Materials zwei

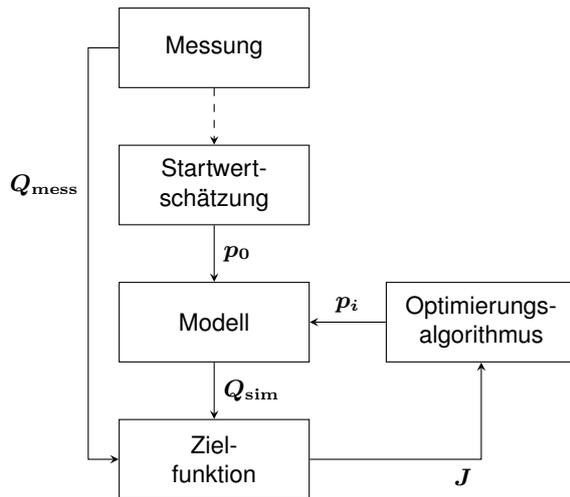


Abb. 4: Schema eines inversen Verfahrens zur Bestimmung der Parameter  $p$  aus der Messgröße  $Q_{\text{mess}}$ .

weitere Parameter identifiziert werden. Die Eigenwerte  $\lambda_i$  und die Eigendyaden  $P_i$  werden dabei aus der Steifigkeitsmatrix des zu identifizierenden, anisotropen Materials für den faserverstärkten Kunststoff bestimmt.

#### Identifikation viskoelastischer Materialparameter

Da sich die zu bestimmenden viskoelastischen Materialparameter nicht direkt aus den erfassten Messdaten (Abbildung 2 und Abbildung 3) bestimmen lassen, gestaltet sich die Auswertung der Messergebnisse als inverses Problem: Es ist zwar möglich, für gegebene Parameter  $p$  mithilfe eines Modells ein den Messdaten ähnliches Ergebnis  $Q_{\text{sim}}$  zu generieren, jedoch kann dieses Modell nicht invertiert werden. Aus diesem Grund wird ein iterativer Ansatz zur Lösung des inversen Problems gewählt, bei dem die Parameter  $p$  durch einen Optimierungsalgorithmus angepasst werden, bis die gemessene und die simulativ bestimmte Größe ( $Q_{\text{mess}}$  und  $Q_{\text{sim}}$ ) übereinstimmen (Abbildung 4). Das Maß der Übereinstimmung wird dabei durch die Zielfunktion quantifiziert. Um eine effiziente und zuverlässige Lösung des inversen Problems zu gewährleisten, werden gradientenbasierte Optimierungsverfahren eingesetzt. Voraussetzung hierfür ist, dass zunächst auf Basis von Näherungsannahmen Startwerte geschätzt werden, in deren Nähe bei der Optimierung ein lokales Minimum in der Zielfunktion gesucht wird.

Auf Grundlage der Messergebnisse kann angenommen werden, dass sich die Probe wie ein anisotroper akustischer Plattenwellenleiter verhält. Daher können zur Modellierung des akustischen

Verhaltens der Probe semianalytische Verfahren, wie zum Beispiel die *Scaled Boundary Finite Element Method* [14], verwendet werden. Grundlage hier ist, dass für prismatische Körper, also für Körper mit konstanter Querschnittsgeometrie, die Wellenausbreitung in eine Raumrichtung durch harmonische Ansätze beschrieben werden kann. Dadurch kann das zugrundeliegende numerische Modell signifikant vereinfacht werden. Im vorliegenden Fall des Plattenwellenleiters genügt zum Beispiel eine Diskretisierung der Dickenrichtung  $x$  mit Linienelementen. Das Modell liefert für gegebene anisotrope, viskoelastische Materialparameter dann ein diskretes Dispersionsdiagramm als Tupel von Kreisfrequenz  $\omega$  und komplexer Wellenzahl  $\underline{k} = \mathbf{k} + j\mathbf{a}$ .

Vorangegangene Untersuchungen [9] zeigen, dass sich das elastische Verhalten von faserverstärkten Kunststoffen näherungsweise durch ein effektives, orthotropes Material beschreiben lässt. Auf dieser Grundlage ergeben sich neun zu schätzende, elastische Materialparameter für eine vollständige, dreidimensionale Beschreibung. Im Rahmen dieser Studie wird jedoch nur die  $x$ - $z$ -Schnittebene betrachtet, wodurch sich die Anzahl der elastischen Parameter auf vier reduziert (in Voigtscher Notation  $C_{11}$ ,  $C_{13}$ ,  $C_{33}$  und  $C_{55}$ ). Als Startwerte für diese Parameter werden vom Hersteller der Probe durch zerstörende Prüfverfahren bestimmte Werte herangezogen [9]. Für die Parameter des Dämpfungsmodells werden durch empirische Versuche die zu erwartende Größenordnung der Zeitkonstanten ermittelt und als Startwerte verwendet ( $\tau_1 = \tau_2 = 100$  ns).

Das Aufstellen einer geeigneten Zielfunktion sowie der Entwurf einer Optimierungsstrategie gestalten sich aufgrund der Komplexität der Messdaten und aufgrund der Unterschiede in den Dimensionen von Mess- und Simulationsdatensatz anspruchsvoll. In dieser Studie werden daher für die elastischen Größen und für die Dämpfungsparameter zwei separate inverse Probleme nacheinander gelöst. Die Grundlage für dieses Vorgehen bildet die Näherungsannahme, dass das Dämpfungsmodell den Realteil der Wellenzahl nur in geringem Maße beeinflusst.

Zur Bestimmung der elastischen Parameter wird die Zielfunktion in Anlehnung an die bisherigen Untersuchungen aufgestellt [9]: Zunächst wird die normierte Amplitude  $U$  (Abbildung 2) für jedes vom Simulationsmodell ausgegebene Tupel aus der Kreisfrequenz  $\omega$  und dem Realteil der Wellenzahl  $k$  ausgewertet. Durch die Normierung kann dieser Wert maximal eins sein ( $U \leq 1$ ) und ist näher an eins, wenn die vom Simulationsmodell gelieferten Tupel mit den Graten in  $U$  übereinstimmen. Für die gradientenbasierte Optimierung soll ein *Trust Region*-Algorithmus verwendet werden.

Hierfür ist es vorteilhaft, die Zielfunktion zur Bestimmung der elastischen Parameter  $\mathbf{J}_{\text{el}}$  so zu formulieren, dass sie mit der Methode der kleinsten Quadrate gelöst werden kann:

$$\mathbf{J}_{\text{el}} = 1 - U(\omega, \mathbf{k}(\mathbf{p}_{\text{el}})). \quad (8)$$

Da in der verwendeten Implementierung des Modells die Kreiswellenzahl vorgegeben wird, hängt in diesem Fall  $k$  von den elastischen Parametern  $\mathbf{p}_{\text{el}} = (C_{11}, C_{13}, C_{33}, C_{55})$  ab. Mit der Methode der kleinsten Quadrate wird also folgendes Optimierungsproblem zur Bestimmung der elastischen Parameter  $\mathbf{J}_{\text{el}}$  gelöst:

$$\min_{\mathbf{p}_{\text{el}}} \|\mathbf{J}_{\text{el}}\|_2^2 = \min_{\mathbf{p}_{\text{el}}} \|1 - U(\omega, \mathbf{k}(\mathbf{p}_{\text{el}}))\|_2^2, \quad (9)$$

wobei in diesem ersten Schritt noch keine Dämpfung berücksichtigt wird ( $\tau_1 = \tau_2 = 0$ ).

Das Modell liefert mit dem Imaginärteil der komplexen Wellenzahl  $\Im(\underline{k}) = a$  die modale Dämpfung, welche durch Lösung eines zweiten inversen Problems mit den Messdaten  $\alpha$  (Abbildung 3) abgeglichen werden kann. Die Zielfunktion kann hier klassisch als Differenz zwischen der simulativ bestimmten und der gemessenen, modalen Dämpfung aufgestellt werden:

$$\mathbf{J}_{\text{da}} = a - \alpha(\omega, \mathbf{k}(\mathbf{p}_{\text{da}})), \quad (10)$$

mit dem Vektor der Dämpfungsparameter  $\mathbf{p}_{\text{da}} = (\tau_1, \tau_2)$ . Analog zum ersten Schritt soll folgendes Optimierungsproblem mit einem *Trust Region*-Algorithmus gelöst werden:

$$\min_{\mathbf{p}_{\text{da}}} \|\mathbf{J}_{\text{da}}\|_2^2 = \min_{\mathbf{p}_{\text{da}}} \|a - \alpha(\omega, \mathbf{k}(\mathbf{p}_{\text{da}}))\|_2^2. \quad (11)$$

Insbesondere im Zusammenhang mit der modalen Absorption ergibt sich jedoch das Problem, dass das Modell zwar für jede theoretisch ausbreitungsfähige Mode die komplexe Wellenzahl und die Kreisfrequenz liefert, in der Messung aber nur eine Untermenge dieser Moden auftritt. Entsprechend werden bei der Lösung des inversen Problems zur Bestimmung der Dämpfungsparameter nicht alle vom Simulationsmodell ausgegebenen Tupel berücksichtigt, sondern nur die, bei denen die normierte Amplitude (Abbildung 2) einen Schwellwert von 0,1 überschreitet.

Die Validität der Optimierungsergebnisse kann zum Beispiel grafisch überprüft werden, indem Mess- und Simulationsergebnisse zusammen dargestellt werden (Abbildung 5). Sowohl die Positionen der Moden im Frequenz-Wellenzahl-Bereich als auch die durch die Farbe repräsentierte modale Dämpfung stimmen gut überein. Es ist weiter ersichtlich, dass nach dem identifizierten Modell die in der Messung nicht beobachteten Moden eine sehr hohe Dämpfung aufweisen.

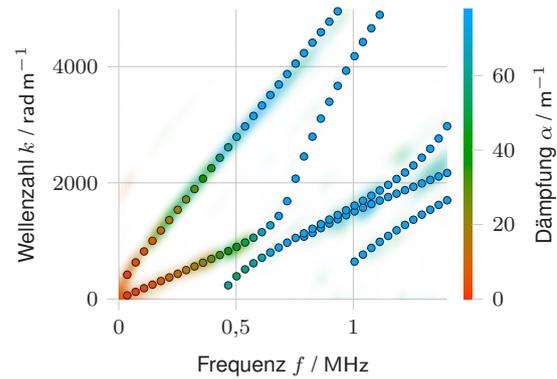


Abb. 5: Messdaten für die modale Dämpfung von akustischen Wellen in einer faserverstärkten Kunststoffplatte überlagert vom Simulationsergebnis mit den identifizierten viskoelastischen Materialparametern. Sowohl die Position der Moden also auch deren Dämpfung (Farbe) sind in guter Übereinstimmung.

Tab. 1: Identifizierte effektive Materialparameter für den untersuchten faserverstärkten Kunststoff.

| Parameter | Wert | Einheit |
|-----------|------|---------|
| $C_{11}$  | 9,3  | GPa     |
| $C_{13}$  | 5,9  | GPa     |
| $C_{33}$  | 27,8 | GPa     |
| $C_{55}$  | 2,8  | GPa     |
| $\tau_1$  | 73   | ns      |
| $\tau_2$  | 149  | ns      |

Dies lässt den Schluss zu, dass die Moden gerade aufgrund der hohen Dämpfung nicht beobachtet werden, da sie abgeklungen sind, bevor sie den Schallwandler erreichen.

Die Ergebnisse des Identifikationsprozesses sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Deutlich zu erkennen ist der ausgeprägte Unterschied in der Steifigkeit in Richtung der Fasern ( $C_{33}$ ) und orthogonal dazu ( $C_{11}$ ). Die beiden identifizierten Zeitkonstanten für das spektral-zerlegte Kelvin-Voigt-Dämpfungsmodell zeigen sich etwa um einen Faktor zwei unterschiedlich.

### Zusammenfassung und Ausblick

Durch eine erweiterte Auswertung von Messdaten mit zeitlicher und örtlicher Auflösung lässt sich neben den dispersiven Eigenschaften geführter akustischer Wellen auch die modale Dämpfung ermitteln. Auf Basis dieser Messergebnisse kann ein viskoelastisches Materialmodell durch Lösung von inversen Problemen identifiziert werden. Zur Beschreibung des viskoelastischen Verhaltens wird hier das Kelvin-Voigt-Modell zusammen mit

einer spektralen Zerlegung der Steifigkeitsmatrix verwendet, um von der Bewegungsform (zum Beispiel volumeninvariante und forminvariante Deformationen) abhängige Dämpfungsparameter zu wählen.

Die identifizierten viskoelastischen Materialparameter beschreiben lediglich das Verhalten der Probe in einer Schnittebene. Für eine vollständige, dreidimensionale Beschreibung des Materials muss der Prozess für die Schallausbreitung in unterschiedliche Richtungen durchgeführt werden. Weitere Studien haben das Ziel, die ermittelten viskoelastischen Parameter als Analysegröße für Alterungseffekte im Material einzusetzen, etwa für eine nachlassende Faser-Matrix-Haftung. Außerdem soll aufgeklärt werden, inwiefern die Struktur des Fasergewebes die Ausbreitung akustischer Wellen beeinflusst.

### Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Förderung des Projekts 495847374 (FaMOUS: Ein ultraschallbasiertes Messverfahren unter Berücksichtigung viskoelastischer Eigenschaften zur Charakterisierung der Faser-Matrix-Haftung bei Organoblechen sowie deren realitätsnahe Modellierung).

### Literaturnachweis

- [1] M. Webersen. „Zerstörungsfreie Charakterisierung der elastischen Materialeigenschaften thermoplastischer Polymerwerkstoffe mittels Ultraschall“. Diss. Universität Paderborn, 2021. DOI: 10.17619/UNIPB/1-1088.
- [2] S. Johannesmann, L. Claes, N. Feldmann, H. Zeipert und B. Henning. „Lamb wave based approach to the determination of acoustic material parameters“. In: *tm - Technisches Messen* 89.7–8 (März 2022), S. 493–506. DOI: 10.1515/teme-2021-0134.
- [3] D. Alleyne und P. Cawley. „A 2-dimensional Fourier transform method for the quantitative measurement of Lamb modes“. In: *IEEE Symposium on Ultrasonics*. IEEE, 1990. DOI: 10.1109/ultsym.1990.171541.
- [4] Y. Lugovtsova, J. Bulling u. a. „Damage quantification in an aluminium-CFRP composite structure using guided wave wavenumber mapping: Comparison of instantaneous and local wavenumber analyses“. In: *NDT and E International* 122 (Sep. 2021), S. 102472. DOI: 10.1016/j.ndteint.2021.102472.
- [5] M. Ponschab, D. A. Kiefer und S. J. Rupitsch. „Towards an Inverse Characterization of Third Order Elastic Constants Using Guided Waves“. In: *2019 IEEE International Ultrasonics Symposium*. IEEE, 2019. DOI: 10.1109/ultsym.2019.8926294.
- [6] F. Singer. „Mess- und Analysemethoden in der Laserakustik bei breitbandiger Laseranregung“. In: *tm - Technisches Messen* 82.1 (2015). DOI: 10.1515/teme-2014-0030.
- [7] C. Grünsteidl, T. Berer, M. Hettich und I. Veres. „Determination of thickness and bulk sound velocities of isotropic plates using zero-group-velocity Lamb waves“. In: *Applied Physics Letters* 112 (2018). DOI: 10.1063/1.5034313.
- [8] L. Claes, T. Meyer, F. Bause, J. Rautenberg und B. Henning. „Determination of the material properties of polymers using laser-generated broadband ultrasound“. In: *Journal of Sensors and Sensor Systems* 5.1 (2016), S. 187–196. ISSN: 2194-878X. DOI: 10.5194/jsss-5-187-2016.
- [9] S. Johannesmann, J. DÜchting, M. Webersen, L. Claes und B. Henning. „An acoustic waveguide-based approach to the complete characterisation of linear elastic, orthotropic material behaviour“. In: *tm - Technisches Messen* 2018.85 (2018), S. 478–486. ISSN: 0171-8096. DOI: 10.1515/teme-2017-0132.
- [10] D. Gutierrez-Lemini. *Engineering Viscoelasticity*. Boston, MA und s.l.: Springer US, 2014. DOI: 10.1007/978-1-4614-8139-3.
- [11] F. Bause, J. Rautenberg u. a. „Ultrasonic transmission measurements in the characterization of viscoelasticity utilizing polymeric waveguides“. In: *Measurement Science and Technology* 27.10 (2016), S. 105601. DOI: 10.1088/0957-0233/27/10/105601.
- [12] P. S. Theocaris und D. P. Sokolis. „Spectral decomposition of the compliance fourth-rank tensor for orthotropic materials“. In: *Archive of Applied Mechanics (Ingenieur Archiv)* 70.4 (Mai 2000), S. 289–306. ISSN: 1432-0681. DOI: 10.1007/s004199900066.
- [13] N. Feldmann, V. Schulze u. a. „Modelling damping in piezoceramics: A comparative study“. In: *tm - Technisches Messen* 88.5 (2021), S. 294–302. DOI: 10.1515/teme-2020-0096.
- [14] H. Gravenkamp, C. Song und J. Prager. „A numerical approach for the computation of dispersion relations for plate structures using the Scaled Boundary Finite Element Method“. In: *Journal of Sound and Vibration* 331.11 (Mai 2012), S. 2543–2557. ISSN: 0022-460X. DOI: 10.1016/j.jsv.2012.01.029.

# Bestimmung der Materialeigenschaften von Rohren und innen liegenden Schichten mittels geführten akustischen Wellen

Alexander Backer<sup>1</sup>, Sabrina Tietze<sup>1</sup>, Klaus Stefan Drese<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institut für Sensor- und Aktortechnik (ISAT), Hochschule für angewandte Wissenschaften Coburg, Am Hofbräuhaus 1b, 96450 Coburg, Deutschland,

Alexander.Backer@hs-coburg.de, Sabrina.Tietze@hs-coburg.de, Klaus.Drese@hs-coburg.de

## Zusammenfassung

Für die nichtinvasive Durchflussmessung werden meist Ultraschallsensoren verwendet, die reversibel an das zu untersuchende Rohrsystem angebaut werden. Die Messgenauigkeit dieser Sensoren wird durch mögliche Ablagerungen im Rohrrinneren beeinflusst.

In dem hier vorgestellten Forschungsvorhaben, soll es mit Hilfe eines ultraschallbasierten Messverfahren möglich sein, sowohl die Materialeigenschaften und Wandstärke des Rohres direkt zu ermitteln als auch eventuell vorhandene Schichten im Rohrrinneren zu detektieren und zu charakterisieren. Mit Hilfe dieser zusätzlichen Messgrößen soll zukünftig eine präzisere Durchflussmessung von klemmbaren Ultraschalldurchflusssensoren ermöglicht werden. Um die Algorithmen zur Charakterisierung der Materialeigenschaften zu erproben, wurden zunächst Simulationen zur Wellenausbreitung der geführten akustischen Wellen und deren Interaktion mit Schichten durchgeführt. Es erfolgte die Auswertung der beiden Grundmoden, A0 und S0, in einem definierten Frequenzbereich. Im Anschluss erfolgte die experimentelle Überprüfung auf einer ebenen Platte mit definierten Schichten von 415 µm und 780 µm. Die bisherigen Messergebnisse zeigen, dass es möglich ist mit dem entwickelten Algorithmus das Material und die Schichten zu charakterisieren. Die noch vorhandene Abweichung der Materialdaten von den Literaturwerten ergibt sich u. a. aus dem Schwingungsverhalten der Piezokeramik. Zukünftig soll die Auswertung durch direkte Messung der Schwingungseigenschaften der Piezokeramik weiter optimiert werden.

**Keywords:** Geführte Akustische Wellen, Materialeigenschaften, Rohrsysteme, Schichtdickenbestimmung, Ultraschall-Durchflussmessung

## Einleitung

Für die Durchflussmessung in Rohrleitungen stehen verschiedene Sensoren zur Verfügung. Für die nichtinvasive Durchflussmessung werden meist Ultraschallsensoren verwendet, die reversibel an das zu untersuchende Rohrsystem angebaut werden. Bei der Installation dieser Sensoren ist es wichtig, die Materialeigenschaften des Rohres, den Rohrumfang und die Wandstärke zu kennen, um eine zuverlässige Durchflussmessung zu gewährleisten. Die Messgenauigkeit wird auch durch mögliche Ablagerungen beeinflusst. So verfälschen z. B. aufwachsende Kalkschichten im Rohrwassersystem das Messergebnis. Zudem ist vor allem bei bestehenden Rohrsystemen nicht bekannt, ob bereits eine Schicht im Rohrrinneren vorhanden ist und somit zur Messgenauigkeit beiträgt.

Die Ausbreitung geführter akustischer Wellen ist abhängig von den Materialeigenschaften. Außerdem konnte in vergangenen Arbeiten bereits gezeigt werden, dass diese Art von

Ultraschallwellen gegenüber Schichtanlagerungen sensitiv sind [1,2].

Im aktuellen Forschungsvorhaben soll mit Hilfe eines zusätzlichem Ultraschallsensors, sowohl die Materialeigenschaften und Wandstärke des Rohres direkt, als auch vorhandene Schichten im Rohrrinneren detektiert und charakterisiert werden. Mit Hilfe dieser zusätzlichen Messgrößen soll zukünftig eine präzisere Durchflussmessung von klemmbaren Ultraschalldurchflusssensoren ermöglicht werden.

## Algorithmus und Messmethodik

Für die Bestimmung der Materialeigenschaften und Schichtstärken wurde ein Algorithmus entwickelt, der diese Eigenschaften anhand von aufgenommenen Ultraschallsignalen berechnet und in diesem Abschnitt genauer vorgestellt wird.

Das Grundprinzip des Algorithmus beruht darauf, dass das Messsignal mit Hilfe von berechneten Dispersionsdiagrammen und

propagierten Signalen mit einem Optimierungsverfahren angenähert wird. Das Optimierungsergebnis entspricht dann dem zugrunde liegenden Messsystem und enthält dabei Informationen über die Materialeigenschaften und Schichtdicken. Das Vorgehen lässt sich dabei in die Datenvorverarbeitung und dem Optimierungsschritt unterteilen. Die einzelnen Schritte der Datenvorverarbeitung sind in Abb. 2 dargestellt.

Als Messsignale dienen die akustischen Wellen, die sich entlang der zu untersuchenden Oberfläche ausbreiten, diese durchdringen und dabei mit angrenzenden Schichten interagieren. Bei Platten spricht man von Lambwellen. Bei Rohren werden die umlaufenden – Circumferential – Wellen verwendet. Je größer der Rohrdurchmesser im Vergleich zur Wellenlänge ist, desto mehr verhalten sich die umlaufenden Moden wie eine Lambwelle auf einer Platte. Der Unterschied des Dispersionsdiagramms ist in Abb. 1 für ein DN80 Aluminiumrohr – Außendurchmesser 88,9 mm – mit 1,5 mm Wandstärke und eine 1,5 mm dicke Platte mit identischen Materialeigenschaften dargestellt.

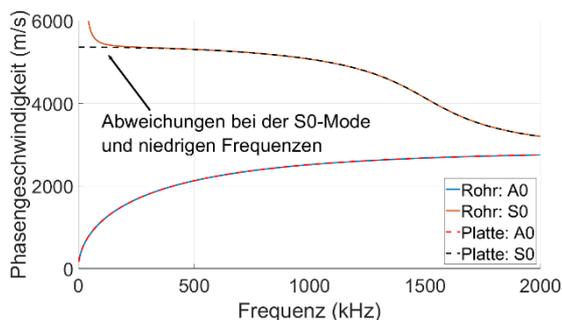


Abb. 1: Vergleich der Dispersionsdiagramme einer 1,5 mm Platte und eines Rohrs mit einer Wandstärke von 1,5 mm und einem Außendurchmesser von 88,9 mm

Neben unterschiedlichen Frequenzen kann der Algorithmus auch unterschiedliche Moden verarbeiten. Dabei gilt, je mehr Moden und Frequenzen verwendet werden, desto genauer ist das Berechnungsergebnis.

Als Messsignal wird ein Hanning gefensterter 5-fach Sinusburst verwendet. Die Anregefrequenz und Periodenanzahl wird dabei so gewählt, dass eindeutig voneinander getrennte Moden ohne die Überlagerungen von anderen Wellengruppen, wie sie z.B. durch Reflexionen an Rohrenden entstehen können, entstehen. Um den Einfluss von Signalrauschen und Signalstörungen zu minimieren, werden die Messsignale mit einem Bandpassfilter gefiltert. Die untere und obere Grenze des Filters wird

dabei anhand der Anregefrequenz und der verwendeten Periodenanzahl des Sendesignals gewählt.

Im nächsten Schritt werden die relevanten Signalbereiche – unterschiedliche Moden bei unterschiedlichen Frequenzen – aus den Messsignalen extrahiert.

Für das Annähern des Messsignals durch ein propagiertes Signal wird noch ein Ausgangssignal für die Berechnung benötigt. Dabei kann entweder das beim Senden verwendete Signal – Hanning gefensterter Sinusburst – oder ein Referenzsignal verwendet werden. Das Referenzsignal kann dabei z.B. das Messsignal sein, bevor es zu einem Schichtwachstum gekommen ist.

Im 5. Schritt werden die Frequenzanteile des zu propagierenden Signals anhand der gemessenen Frequenzanteile der im 3. Schritt extrahierten Wellengruppen korrigiert. Damit können Signalverzerrungen, wie sie z.B. durch die frequenzabhängige und modenabhängige Übertragungsfunktion der Ultraschallwandler entstehen, teilweise kompensiert und somit die Genauigkeit des Algorithmus erhöht werden. Für jedes Messsignal ergibt sich somit ein darauf angepasstes zu propagierendes Signal.

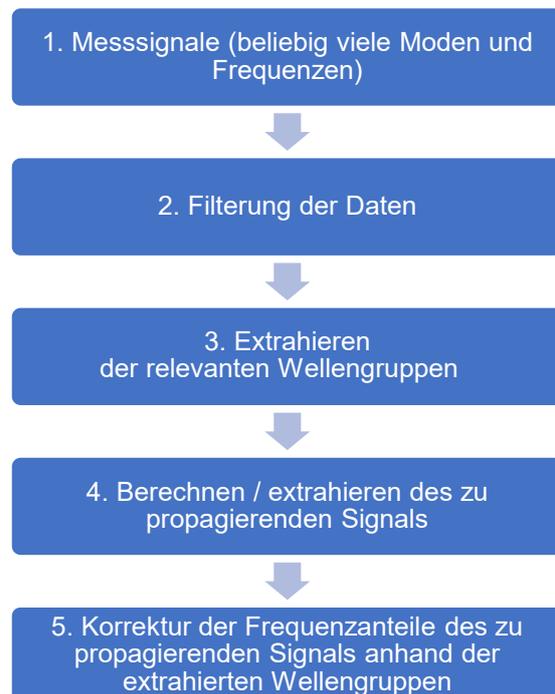


Abb. 2: Datenvorverarbeitung für den Optimierungsalgorithmus

Die vorverarbeiteten Daten werden anschließend dem Optimierungsalgorithmus übergeben. Der zyklische Durchlauf des Algorithmus ist in Abb. 3 dargestellt. Basierend auf den Startparametern und des vorliegenden Messsystems wird ein Dispersionsdiagramm berechnet. Die Berechnung erfolgt mit der Spectral Collocation Method (SCM). Im Unterschied zu Nullstellenverfahren, wie die Global Matrix Method (GMM), findet die SCM immer alle existierenden Moden und ermöglicht somit eine vollautomatisierte Berechnung der Dispersionsdiagramme für variierende Materialeigenschaften und Schichtdicken.

Dabei wird im Algorithmus zwischen Ein- und Mehrschichtsystemen mit und ohne Fluidbelegung von Rohren und Platten unterschieden [3,4,5].

Mit dem so berechneten Dispersionsdiagramm wird, das im Schritt 5 der Datenvorverarbeitung erzeugte Signal propagiert. Propagiert bedeutet hierbei, dass die dispersionsbedingte Signalveränderung bei der Ausbreitung einer geführten akustischen Welle simuliert wird. Dies lässt sich mit der Formel (1) realisieren [6].

$$u(x, t) = \int_{-\infty}^{\infty} F(\omega) e^{i(k(\omega)x - \omega t)} d\omega \quad (1)$$

Dabei ist  $F(\omega)$  die schnelle Fourier-Transformation (fast Fourier transform, FFT) des zu propagierenden Signals,  $k(\omega)$  die mittels der SCM für die jeweilige Mode berechnete frequenzabhängige Wellenzahl und  $x$  die zu propagierende Distanz, die dem Abstand zwischen Sender- und Empfängerpiezo entspricht. Das propagierte Signal  $u(x, t)$  kann dabei mittels der inversen Fouriertransformation berechnet werden.

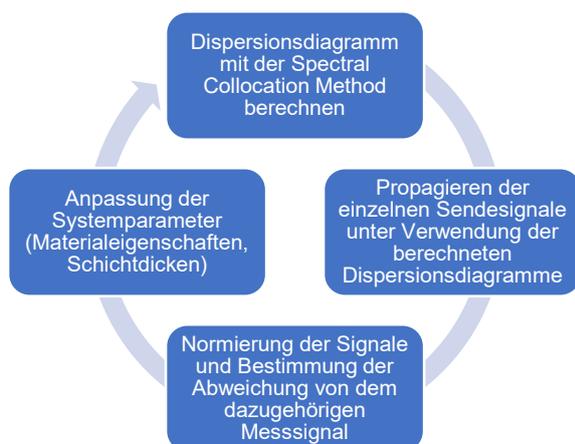


Abb. 3: Programmablaufplan des Algorithmus zur Berechnung der Materialeigenschaften und Schichtdicken

Dieser Schritt wird für jedes zu propagierendes Signal wiederholt, wodurch sich die gleiche Anzahl an propagierten Signalen, wie Messsignale ergeben.

Bevor das propagierte Signal mit dem dazugehörigen Messsignal verglichen wird, werden beide jeweils mit ihrer Wurzel der mittleren quadratischen Abweichung von der Nulllinie normiert. Anschließend wird die mittlere quadratische Abweichung des propagierten Signals zum jeweiligen Messsignal bestimmt. Das Minimum der summierten Abweichung der einzelnen Signale ist dabei die zu optimierende Größe.

Bevor der nächste Zyklus beginnt, werden die für die Berechnung des Dispersionsdiagramms verwendeten Materialeigenschaften und Schichtdicken variiert. Durch dieses Vorgehen wird das berechnete Dispersionsdiagramm so lange iterativ angepasst, bis es die experimentell bestimmten Messdaten ausreichend genau nachbilden kann und somit ein Abbruchkriterium der Optimierung erreicht wird.

### Simulationen

Zur Überprüfung der Funktionsfähigkeit des Algorithmus sowie der Untersuchung des Einflusses von unterschiedlichen Startparametern bei der Optimierung wurden Simulationen in COMSOL Multiphysics durchgeführt. Simuliert wurde die zweidimensionale Wellenausbreitung auf einer 1,5 mm dicken und 250 mm langen Aluminiumplatte mit einem E-Modul von 68 GPa, einer Poissonzahl von 0,35 und einer Dichte von 2700 kg/m<sup>3</sup>. Im zweiten Schritt wurde die Simulation der Aluminiumplatte um eine einseitige Schichtbelegung erweitert. Dabei wurde ein E-Modul von 3,3 GPa, eine Poissonzahl von 0,38 und eine Dichte von 1200 kg/m<sup>3</sup> verwendet und Schichtdicken von 200 µm, 400 µm, 600 µm und 800 µm simuliert. Die Materialeigenschaften sind vergleichbar mit einer Epoxidharzschicht. Die Anregung der A0-Mode der Lambwelle erfolgte über eine antisymmetrische, die der S0-Mode über eine symmetrische Verschiebung der zwei Plattenkanten auf einer Seite der Platte. Als Anregesignal wurde ein 300 kHz Hanning gefensterter 5-fach Sinusburst mit 5 Schwingungsperioden verwendet. Ausgewertet wurde die Oberflächenauslenkung der Schicht abgewandten Seite in einem Abstand von 100 mm und 150 mm von der Anregungsposition.

### Experimentelle Untersuchungen

Das simulierte Modell einer Platte mit Schichtbelegung wurde zudem in einem Experiment umgesetzt. Die experimentell und anhand von Datenblättern ermittelten Materialeigenschaften sind die im Abschnitt

Simulation genannten. Die mit einer Messschraube gemessene Dicke der Aluminiumplatte betrug 1,465 mm. Die Länge und Breite jeweils 1000 mm. Als im Plattenzentrum gelegene Messstrecke wurden zwei Scheibenpiezos mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Dicke von 0,5 mm aus dem Material PIC255 der Firma PICeramic, die in einem Abstand von 297 mm mit dem UHU Plus Schnellfest Zweikomponentenkleber aufgeklebt wurden, verwendet. Als Schicht wurde das 3D Druck Harz Aqua Gray der Firma Phrozen verwendet. Die Schicht wurde auf der piezoabgewandten Seite, mit einem Metallrakel gleichmäßig aufgebracht und anschließend unter UV-Licht ausgehärtet. Bevor die zweite, dickere Schicht aufgebracht wurde, wurde zuerst die erste Schicht entfernt, um mögliche Einflüsse einer unvollständigen Schichtverbindung zu verhindern. Die jeweilige Schichtdicke wurde nach der Messung durch das Ablösen der Schicht und Vermessen mit einer Messschraube bestimmt und betrug 415  $\mu\text{m}$  bzw. 780  $\mu\text{m}$ . Als Anregesignal wurde ein Hanning gefensterter 5-fach Sinusburst mit 5 Schwingungsperioden, 10  $V_{pp}$  und Frequenzen zwischen 100 kHz und 300 kHz verwendet, der mit einem Agilent 33521B Funktionsgenerator erzeugt wurde. Die Messdatenaufnahme erfolgte mit einem LeCroy HDO6034 Oszilloskop.

### Ergebnisse und Diskussion

Im ersten Schritt wurden die Simulationsdaten der Aluminiumplatte ohne Schicht ausgewertet und dabei die Anzahl der zu optimierenden bzw. unbekannt Parameter sowie die Startwerte für den Optimierer variiert. Durch die simulierte, ideale Anregung der Platte durch eine vorgegebene Verschiebung sind die Ergebnisse der Auswertung von den beiden Punkten zueinander, dem Verwenden eines Referenzsignals oder des idealen Anregesignals und einem einzelnen Punkt nahezu identisch. Durch die über weite Frequenzbereiche gute Übereinstimmung der Dispersionsdiagramme – siehe Abb. 1 – und damit auch dem Verhalten von geführten akustischen Wellen auf Platten und Rohren lassen sich die durchgeführten Simulationen und Experimente auch auf Rohrsysteme übertragen. In diesem Beitrag wurde sich aufgrund des erschwerten Aufbringens einer definierten Schicht im Inneren von Rohren auf Experimente und dazu passend auch auf Simulationen mit Platten konzentriert. Die Ergebnisse der Auswertung der zwei Punkte – Abstand von 100 mm bzw. 150 mm von der Anregeposition – zueinander sind in Tab. 1 dargestellt. In dieser, wie auch bei allen folgenden Tabellen sind die Ergebnisse des Algorithmus als Zahlenwert eingetragen. Leere

Felder stehen für Parameter, die vorgegeben und somit als bekannt angenommen wurden. Die nummerierten Spalten unterscheiden sich durch die ausgewerteten Moden, die gewählten Startparameter bzw. der Anzahl an zu optimierenden Parametern. Die Startparameter wurden dabei um  $\pm 20\%$  um den tatsächlichen Wert variiert. Als unteres Optimierungslimit wurde 50% und als oberes Limit 200% des tatsächlichen Wertes verwendet. Die Startparameter für das E-Modul wurden somit beispielhaft zwischen 54,4 GPa und 81,6 GPa variiert und der Optimierer konnte zwischen 34 GPa und 136 GPa nach einem Minimum suchen.

Wie in der Tabelle zu sehen ist, konnte der Algorithmus die Materialdicke bei allen ausgewerteten Fällen eindeutig bestimmen. Bei der 1. Spalte wurde abweichend zu den anderen drei Spalten nur die A0-Mode bei der Berechnung berücksichtigt. Dabei konnten geringe Abweichungen bei der Poissonzahl und Materialdicke beobachtet werden. Durch das zusätzliche Auswerten der S0-Mode und den damit einhergehenden Informationsgewinn ist diese Abweichung nicht mehr aufgetreten. Auffällig sind die starken Unterschiede von E-Modul und Dichte bei Spalte 2 und 3, die sich lediglich in den gewählten Startparametern unterscheiden. Die Ursache hierfür lässt sich bei der Abhängigkeit des Dispersionsdiagramms von den vier Größen – E-Modul, Poissonzahl, Dichte und Plattendicke – finden. Wird das E-Modul und die Dichte um den gleichen Faktor verändert, bei konstanter Poissonzahl und Plattendicke, erhält man ein identisches Dispersionsdiagramm. Entsprechend gibt es eine unendliche Anzahl von Lösungen des Optimierungsproblems. Erst durch die Vorgabe einer der beiden Parameter, wie bei Spalte 4 die Dichte, ergibt sich ein eindeutiges Ergebnis.

Tab. 1: Ergebnisse des Algorithmus für eine 1,5 mm dicke, simulierte Aluminiumplatte

| Nr.                                 | 1     | 2     | 3     | 4     |
|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| $E_p$ (GPa)                         | 74,40 | 75,10 | 65,03 | 68,00 |
| $\nu_p$                             | 0,351 | 0,350 | 0,350 | 0,350 |
| $\rho_p$ ( $\text{kg}/\text{m}^3$ ) | 2953  | 2982  | 2582  |       |
| $d_p$ (mm)                          | 1,499 | 1,500 | 1,500 | 1,500 |

Die Ergebnisse für eine einseitige, 400  $\mu\text{m}$  dicke Schichtbelegung sind in Tab. 2 zu sehen. Die starke Variation des E-Moduls und der Dichte der Platte bei unterschiedlichen Startparametern konnte nicht mehr beobachtet werden. Der Einfluss der zusätzlichen Schicht sorgt dafür, dass es keine unendliche Anzahl an möglichen Kombinationen mehr gibt. Die Parameter können somit eindeutig bestimmt werden.

Dennoch werden die simulierten Parameter nicht exakt berechnet und es gibt eine Abhängigkeit von den gewählten Startparametern. Dies lässt sich ebenfalls auf die hohe Anzahl an Freiheitsgraden zurückführen, die eine Vielzahl an möglichen Parameterkonfigurationen ermöglicht, mit denen sich das gemessene Signal annähern lässt. Die Anzahl an möglichen Parameterkonfigurationen, mit denen das Signal ausreichend genau angenähert werden kann, lässt sich dabei durch zwei Möglichkeiten reduzieren. Die erste ist das Reduzieren der Freiheitsgrade. Dies kann durch die Vorgabe von bekannten oder angenommenen Parametern erfolgen. Diese können z.B. aus Datenblättern entnommen oder durch zusätzliche Messungen bestimmt werden. Die zweite Möglichkeit ist die Erhöhung der Informationen für den Algorithmus. Dies kann durch das Auswerten von mehreren Signalen mit unterschiedlichen Frequenzen oder das Einbeziehen von weiteren Moden erfolgen. So unterscheiden sich auch hier Spalte 1 und 2 nur darin, dass bei der Spalte 1 nur die A0-Mode und bei der Spalte 2 die A0- und S0-Mode ausgewertet wurde. Durch das Einbeziehen der zweiten Mode wird die Poissonzahl annähernd richtig berechnet und auch die Abweichung der Aluminiumplattendicke nimmt stark ab. In den Spalten 3 und 4 wird neben der Auswertung von zwei Moden auch die Anzahl der Freiheitsgrade durch die Vorgabe von einigen Materialeigenschaften reduziert. Dadurch ist es in der 4. Spalte möglich die Materialeigenschaften und Schichtdicken exakt zu bestimmen.

So kann z. B. durch Referenzmessung und somit bekanntem Grundmaterial und bekannter Schichtbelegung, die Schicht (Spalte 4) sehr gut bestimmt werden. Aber auch bei unbekanntem Schichtparametern, lässt sich zumindest die Schichtdicke bis auf ca. 20  $\mu\text{m}$  (Spalte 1 und 2) genau bestimmen, was im Fall von Ultraschalldurchflussmessgeräten die Genauigkeit verbessert. Ob auch die Schichteigenschaften relevant sind, muss dann vom späteren Anwendungsfall her unterschieden werden.

Mit Hilfe der Simulationen konnte nicht nur die Funktionsfähigkeit des Algorithmus überprüft, sondern auch die Empfindlichkeit auf Startparameter und auf die Anzahl der zu optimierende Parameter untersucht werden. Weitere Einflussfaktoren wie das Schwingungsverhalten des Piezos, Fertigungstoleranzen oder auch Signalstörungen müssen jedoch experimentell untersucht werden. Wie zuvor beschrieben, wurde die Simulation durch ein Experiment

nachgestellt und die dabei aufgenommenen Messdaten ausgewertet.

Tab. 2: Ergebnisse des Algorithmus für eine 1,5 mm dicke, simulierte Aluminiumplatte mit einer 400  $\mu\text{m}$  dicken, einseitigen Schichtbelegung

| Nr.                                 | 1     | 2     | 3     | 4     |
|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| $E_p$ (GPa)                         | 66,17 | 66,40 |       |       |
| $\nu_p$                             | 0,256 | 0,348 |       |       |
| $\rho_p$ ( $\text{kg}/\text{m}^3$ ) | 2707  | 2611  |       |       |
| $d_p$ (mm)                          | 1,563 | 1,492 | 1,501 | 1,500 |
| $E_s$ (GPa)                         | 3,766 | 3,729 | 3,274 | 3,305 |
| $\nu_s$                             | 0,318 | 0,359 | 0,384 | 0,380 |
| $\rho_s$ ( $\text{kg}/\text{m}^3$ ) | 1210  | 1215  | 1218  |       |
| $d_s$ (mm)                          | 0,381 | 0,420 | 0,394 | 0,400 |

Neben den Ergebnissen soll hierbei noch einmal kurz auf die Funktionsweise des Algorithmus sowie die vom Algorithmus verwendeten Daten eingegangen werden.

In Abb. 4 oben ist das Messsignal zu erkennen. Der extrahierte Bereich der A0-Mode ist orange eingefärbt. Rotgestrichelt ist das korrigierte Anregesignal dargestellt. Wie in der Abbildung unten zu erkennen, kann das elektrisch Anregesignal nicht als Ausgangspunkt für die Propagation genommen werden. Durch die Eigenschaften der Piezokeramik zeigt sich eine leichte Frequenzverschiebung nach links. Für die Anwendung des Algorithmus ist es notwendig das tatsächliche Anregesignal mit den darin enthaltenen Frequenzanteilen zu verwenden, weshalb die elektrische Anregung um die Abweichung zu dem gemessenen Signal korrigiert werden muss.

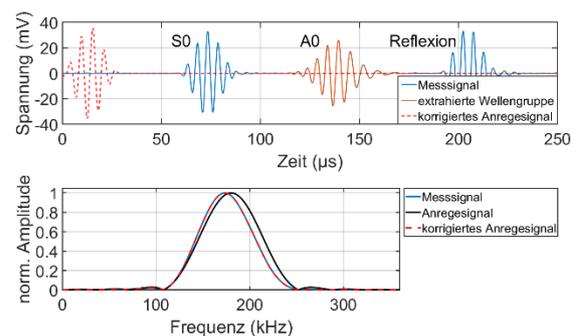


Abb. 4: Aufgenommenes Messsignal bei einer Anregungsfrequenz von 180 kHz und Auswertung der A0-Mode

In Abb. 5 sind oben beispielhaft für 120 kHz, 180 kHz und 240 kHz die aus den experimentell aufgenommenen Messdaten extrahierten Signalanteile blau dargestellt. Ausgewertet wurde die A0- und S0-Mode. Orange überlagert ist das im aktuellen Optimierungszyklus

berechnete Signal, das bereits eine sehr gute Übereinstimmung mit den experimentellen Daten zeigt. Im darunterliegenden Balkendiagramm sind die Startparameter blau und die im aktuellen Optimierungszyklus verwendeten Parameter orange dargestellt. Die schwarze Linie zwischen den beiden Balken zeigt die untere und obere Parametergrenze und damit den Bereich, in dem sich der Optimierungsalgorithmus bewegen kann.

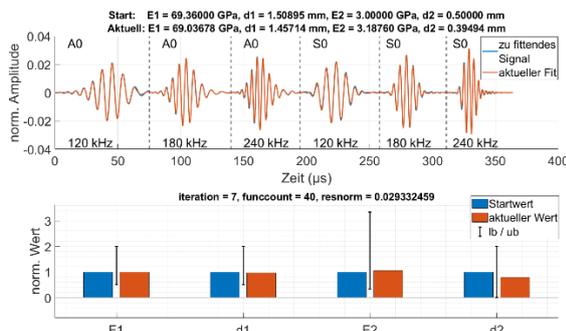


Abb. 5: oben: Überlagerung der zu fittenden Signale mit dem im aktuellen Berechnungsschritt berechneten Signale, unten: Darstellung der Startparameter, der im aktuellen Berechnungsschritt verwendeten Parameter und der unteren und oberen Parametergrenzen

Die experimentellen Ergebnisse für die Aluminiumplatte sind in Tab. 3 zusammengefasst. Hierbei zeigt sich, dass die Materialdicke zuverlässig bestimmt werden kann, während die Materialeigenschaften, je nach festgehaltenem Parameter, unterschiedlich stark abweichen. Dies ist vor allem auf den bei den simulierten Daten bereits erwähnten Zusammenhang zwischen E-Modul und Dichte zurückzuführen.

Tab. 3. Ergebnisse des Algorithmus für eine 1,465 mm dicke Aluminiumplatte

| Nr.                           | 1     | 2     | 3     | 4     |
|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| $E_P$ (GPa)                   | 74,96 | 73,45 | 61,91 | 68,01 |
| $\nu_P$                       | 0,362 |       |       |       |
| $\rho_P$ (kg/m <sup>3</sup> ) | 3003  | 2916  | 2458  |       |
| $d_P$ (mm)                    | 1,468 | 1,464 | 1,464 | 1,464 |

In Tab. 4 und Tab. 5 sind die Ergebnisse des Algorithmus für die Aluminiumplatte mit einer 415 µm bzw. 780 µm dicken, einseitigen Schichtbelegung zusammengefasst. Bei der Auswertung wurde das Messsignal ohne Schichtbelegung als Referenzsignal verwendet und so die Genauigkeit des Algorithmus erhöht. In den Spalten 1 und 2 ist eine deutliche Überschätzung der Dicke der aufgetragenen Harzschicht zu erkennen, wohingegen die Dichte unterschätzt wird. Erst durch das

Vorgeben von einigen Materialeigenschaften lässt sich diese Abweichung reduzieren. Sobald die Daten vorgegeben werden findet eine Unterschätzung der Schichtdicke statt, welche mit zunehmender Schichtdicke größer wird.

Tab. 4. Ergebnisse des Algorithmus für eine 1,5 mm dicke Aluminiumplatte mit einer 415 µm dicken, einseitigen Schichtbelegung

| Nr.                           | 1     | 2     | 3     | 4     |
|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| $E_P$ (GPa)                   | 69,10 | 69,65 |       |       |
| $\nu_P$                       |       |       |       |       |
| $\rho_P$ (kg/m <sup>3</sup> ) |       |       |       |       |
| $d_P$ (mm)                    | 1,423 | 1,437 |       |       |
| $E_S$ (GPa)                   | 4,142 | 4,159 | 2,462 | 3,254 |
| $\nu_S$                       |       |       |       |       |
| $\rho_S$ (kg/m <sup>3</sup> ) | 987   |       | 1014  |       |
| $d_{S415}$ (mm)               | 0,516 | 0,444 | 0,395 | 0,352 |

Tab. 5. Ergebnisse des Algorithmus für eine 1,5 mm dicke Aluminiumplatte mit einer 780 µm dicken, einseitigen Schichtbelegung

| Nr.                           | 1     | 2     | 3     | 4     |
|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| $E_P$ (GPa)                   | 66,75 | 71,15 |       |       |
| $\nu_P$                       |       |       |       |       |
| $\rho_P$ (kg/m <sup>3</sup> ) |       |       |       |       |
| $d_P$ (mm)                    | 1,442 | 1,405 |       |       |
| $E_S$ (GPa)                   | 2,411 | 4,042 | 2,541 | 3,307 |
| $\nu_S$                       |       |       |       |       |
| $\rho_S$ (kg/m <sup>3</sup> ) | 757   |       | 1028  |       |
| $d_{S780}$ (mm)               | 0,842 | 0,789 | 0,696 | 0,657 |

Als mögliche Ursache wird das nicht bekannte Schwingungsverhalten der Piezokeramik gesehen, wodurch es sowohl beim Senden als auch beim Empfangen zu einer Phasenverschiebung kommt. Auch können Wellenanteile gegebenenfalls nicht korrekt durch die Piezokeramik aufgenommen werden. So ist es möglich, dass die Scheranteile der Welle nicht vollständig detektiert werden. Dadurch kommt es zu einer Abweichung in den Amplituden der Wellengruppe, was wiederum zu einem Fehler im Algorithmus führt. Auch ist es denkbar, dass die Zunahme der Schichtdicke und dadurch der Masse oberhalb des Schallwandlers beim Senden zu einer Verzerrung des angeregten Signals führt. Diese Faktoren könnten durch direkte Messung des Schwingverhaltens der Piezokeramik herausgerechnet werden.

## Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde ein Algorithmus entwickelt, der es ermöglicht, durch die Auswertung von geführten akustischen Wellen, die Materialeigenschaften von Festkörpern und die Schichteigenschaften einer darauf aufgetragenen Schicht zu bestimmen. So ist es möglich Schichtinformation dort zu erhalten, wo andere Messmethoden nicht mithalten können, z. B. im Inneren von Rohrsystemen. Bei bekannten Materialeigenschaften konnte gezeigt werden, dass es möglich ist, Schichtdicken mit einer Genauigkeit von  $\pm 20\%$  zu bestimmen. Anhand der großen Freiheitsgrade ist die Bestimmung der Materialeigenschaften noch herausfordernd. Es zeigte sich, dass mit zunehmender Schichtdicke eine größere Abweichung zur tatsächlichen Schichtdicke entsteht. Zur Optimierung dieses Messprinzips sind weitere Untersuchungen notwendig. So kann eine Ursache der Abweichung von den theoretischen Modellen das Schwingungsverhalten des piezoelektrischen Schallwandlers sein. Das elektrische Signal wird nicht 1:1 in eine Schwingung umgesetzt und umgekehrt. Es entsteht eine Phasenverschiebung der emittierten und empfangenen Welle, die bisher nicht korrigiert wurde. Auch der Einfluss der Schichtbelegung auf das Schwingungsverhalten des Schallwandlers wurde bisher nicht berücksichtigt. Zukünftig soll die Auswertung durch direkte Messung der Schwingungseigenschaften der Piezokeramik weiter optimiert werden.

## Danksagung

Die Autoren bedanken sich beim gesamten ISAT-Team, vor allem bei Sandra Ebert, und dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klima (BMWK), welcher das Projekt im Rahmen des Zentralen Innovationsprogrammes Mittelstand (ZIM) (FKZ: ZF4512404LT9, Projekt NiNAA) gefördert hat.

## Literaturnachweis

- [1] Sabrina Tietze, Ferdinand Singer, Sandra Lasota, Sandra Ebert, Johannes Landskron, Katrin Schwuchow, Klaus Stefan Drese und Gerhard Lindner: Monitoring of Soft Deposition Layers in Liquid-Filled Tubes with Guided Acoustic Waves Excited by Clamp-on Transducers. *Sensors* 2018, 18(2), 526; doi: 10.3390/s18020526
- [2] Johannes Landskron, Florian Dötzer, Andreas Benkert, Michael Mayle, Klaus Stefan Drese : Acoustic Limescale Layer and Temperature Measurement in Ultrasonic Flow Meters. *Sensors* 2022, 22(17), 6648, doi: 10.3390/s22176648
- [3] Viktor Firuschin, Felix Brand, Alexander Backer, Klaus Stefan Drese : Elastic Properties Measuremen Using Guided Acoustic Waves. *Sensors* 21(19): 6675 (2021); doi: 10.3390/s21196675[4] Daniel A. Kiefer, Michael Ponschab, Stefan J. Rupitsch, Michael Mayle; Calculating the full leaky Lamb wave spectrum with exact fluid interaction. *J. Acoust. Soc. Am.* 1 June 2019; 145 (6): 3341–3350; doi: 10.1121/1.5109399
- [5] F. Hernando Quintanilla, M. J. S. Lowe, R. V. Craster; Modeling guided elastic waves in generally anisotropic media using a spectral collocation method. *J. Acoust. Soc. Am.* 1 March 2015; 137 (3): 1180–1194; doi: 10.1121/1.4913777
- [6] Wilcox, P.D. A rapid signal processing technique to remove the effect of dispersion from guided wave signals. *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control* 2003, 50, 419–427; doi: 10.1109/TUFFC.2003.1197965

# Modelling and Construction of Complex Shaped Polyvinyl Alcohol based Ultrasound Phantoms for Inverse Magnetomotive Ultrasound Imaging

*Christian Heim*<sup>1</sup>, *Christian M. Huber*<sup>2,3</sup>, *Helmut Ermert*<sup>4</sup>, *Ingrid Ullmann*<sup>3</sup>, *Taimur Saleem*<sup>1</sup>,  
*Stefan Lyer*<sup>2</sup>, and *Stefan J. Rupitsch*<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Department of Microsystems Engineering (IMTEK), Laboratory for Electrical Instrumentation and Embedded Systems, University of Freiburg, Georges-Köhler-Allee 106, Germany*

<sup>2</sup>*Department of Otorhinolaryngology, Head and Neck Surgery, Section of Experimental Oncology and Nanomedicine (SEON), Professorship for AI-Controlled Nanomaterials (KINAM), Universitätsklinikum Erlangen, Glücksstraße 10a, Germany*

<sup>3</sup>*Institute of Microwaves and Photonics (LHFT), Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Cauerstraße 9, Germany*

<sup>4</sup>*Department of Otorhinolaryngology, Head and Neck Surgery, Section of Experimental Oncology and Nanomedicine (SEON), Else Kröner-Fresenius-Stiftung-Professorship, Universitätsklinikum Erlangen, Glücksstraße 10a, Germany*

{*Christian.Heim*; *Stefan.Rupitsch*; *Taimur.Saleem*}@imtek.uni-freiburg.de, {*Christian.Huber*;  
*Stefan.Lyer*}@uk-erlangen.de, {*Helmut.Ermert*; *Ingrid.Ullmann*}@fau.de

## Abstract

With regard to the application in local cancer treatment, the inverse magnetomotive ultrasound (IMMUS) modality needs to be extended to 3D on complex shaped polyvinyl alcohol (PVA) phantoms. Our four basic construction elements can be combined step-by-step to manufacture such complex shaped phantoms. The construction of complex shaped ultrasound phantoms requires the four basic elements (i) molds, (ii) scattering material, (iii) layering process, and (iv) mechanical coupling between different parts of the phantom. In this contribution, we describe the construction elements in detail to show the trade-offs between the possible shapes and positioning of the encapsulated volumes and the production time.

Furthermore, since IMMUS requires knowledge of the mechanical parameters and the geometry of the target tumorous tissue, these parameters have to be determined during a magnetic drug targeting (MDT) therapy. The insertion of MDT therapy relevant amount of superparamagnetic iron oxide nanoparticles (SPIONs) does not significantly change the material properties. Therefore, quantitative ultrasound-based tissue characterization techniques (UTCT) such as shear wave elastography (SWE) or transient elastography (TE) can be used to characterize the target tumorous tissue once in advance of an MDT therapy. In this contribution, SWE and TE are exploited to determine shear wave velocity in PVA phantoms. Both methods show promising results for the determination of Young's modulus.

**Keywords:** Magnetic Drug Targeting, Magnetic Nanoparticles, Magnetomotive Ultrasound Imaging, Polyvinyl Alcohol Ultrasound Phantom, Ultrasound-based Material Characterization.

## 1. Motivation

A promising approach for local cancer treatment is MDT with SPIONs [1] in combination with an IMMUS based monitoring system [2, 3, 4, 5]. The idea of IMMUS is to compare the simulated magnetically induced tissue displacement with the sonographically determined real tissue displacement when a known alternating magnetic field is applied to set SPIONs in motion. However, IMMUS is currently limited to 2D only with pre-known material parameters and tumor geometry.

These parameters of the tumorous tissue have to be determined individually during an MDT therapy. Our approach uses quantitative UTCTs such as SWE or TE. For the development and improvement of UTCTs, PVA based ultrasound phantoms can be used for baseline studies. PVA phantoms require a scattering material as an additive to make them similar to real tissue. However, such scattering material can change the material parameters of the PVA phantom. In this contribution, we describe an overview of important aspects of phantom manufacturing,

such as the processes involved in the manufacturing procedure, the principles for modelling PVA phantoms interspersed with SPIONs or microparticle scattering material, the construction of complex shaped phantoms as well as the experimental determination of the mechanical parameters Young's modulus, density and shear wave velocity.

## 2. Introduction

For the simulation part that is used in IMMUS, it could be shown that a linear-elastic mechanical model for PVA phantoms with three material parameters, i.e., 1st and 2nd Lamé parameters and density, is sufficient [4]. Furthermore, it was shown that a concentration of SPIONs of less than 4 mg/ml, which is relevant for an MDT therapy, has a very low influence of less than 0.3 % on the 1st and 2nd Lamé parameters [5]. The relative change in density is less than 0.5 %. These three material parameters can, therefore, be assumed to be effectively constant during an MDT therapy with varying particle distributions. Nevertheless, both the material parameters and the geometry of the tumorous tissue have to be measured individually during an MDT therapy. Consequently, tissue characterization techniques are required. One approach is to use quantitative UTCT such as TE or SWE. TE and SWE are clinically approved for use on humans. Both methods measure the velocity of propagating shear waves inside tissue. The relationship between shear wave velocity  $c_s$ , shear modulus  $G$ , Young's modulus  $E$ , density  $\rho$  and Poisson's ratio  $\nu$  of an elastic isotropic solid can be expressed according to [6]

$$c_s = \sqrt{\frac{G}{\rho}} = \sqrt{\frac{E}{2(1+\nu)\rho}}. \quad (1)$$

Poisson's ratio  $\nu$  of human tissue and PVA phantoms can be assumed to be close to 0.5 and their density  $\rho$  approximately equals to the density of water  $\rho_{\text{Water}} = 1000 \text{ kg/m}^3$  [5, 7]. The influence of both parameters on  $c_s$  is shown in Fig. 1. It can be seen that the influence of Poisson's ratio  $\nu$  is small compared to the influence of density  $\rho$ . Thus, variations of the Poisson's ratio could be neglected, but the density has to be determined for UTCTs.

For baseline studies on UTCTs, PVA phantoms can be used for the development and evaluation. UTCTs are quantitative methods and require a detailed understanding of used materials and manufacturing processes. A comprehensive review of PVA phantoms can be found in [8]. The density  $\rho$  of PVA phantoms can be determined exploiting Archimedes principle [9]. Young's modulus  $E$

can be determined using tensile-compression tests, which are well known in material testing. Results from literature can be found in [7, 10, 11]. Both methods can be applied on a disassembled reference phantoms manufactured in parallel to analyze individual parts.

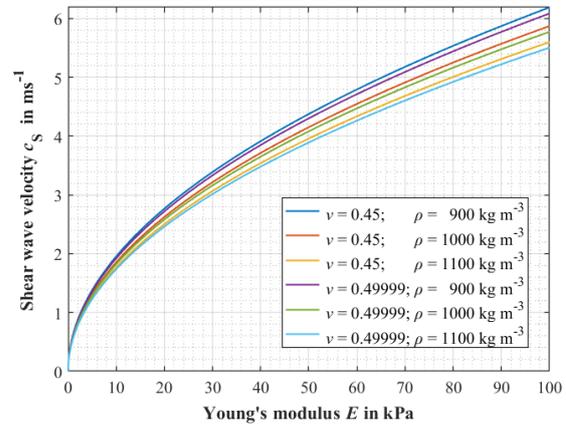


Fig. 1: Relationship between shear wave velocity  $c_s$  and Young's modulus  $E$  for different Poisson's ratios  $\nu$  and densities  $\rho$ .

## 3. Freeze/Thaw Manufacturing Process for PVA Phantoms with Scattering Material

The manufacturing process involves four sequential steps for PVA phantoms. The basic ingredients are deionized water and polyvinyl alcohol powder. Firstly, a viscous gel is prepared by mixing (10–35) wt.% PVA powder with deionized water under continuous stirring and heating at about 80 °C. The final gel typically includes air inclusions and can be degassed using a bell jar. Secondly, a scattering material can be added to the gel. Particle sizes of about (60–100)  $\mu\text{m}$  increase the echogenicity as shown in Fig. 3 and Fig. 4. Rotation of the gel at a frequency of approximately 1 Hz may be required during the first freezing cycle to achieve uniform distribution of the scattering material. Thirdly, the gel is poured into a mold and completely packed with foil to prevent it from dehydrating during freezing and thawing. In the last step, the freeze/thaw method with multiple cycles is applied to harden the gel. A cycle consists of freezing the gel at a low temperature (e.g., -25 °C) and thawing at room temperature (e.g., 25 °C) for several hours. Freezing the gel results in the formation of ice, which causes entanglement and hydrogen bonding of the PVA chains. This kind of hardening is time, rate and temperature dependent [8]. The time required to completely freeze and thaw a complex phantom can be determined by

measuring the temperature over time with a thermocouple placed at the position furthest from the surfaces, e.g., the center of mass. After thawing the frozen gel, the melted ice leaves pores and the PVA chains remain in a stable three-dimensional arrangement.

Scanning electron microscope (SEM) images of 10 wt.% PVA phantoms with different numbers of freeze/thaw cycles are shown in [8, 11]. The resulting compression moduli of PVA phantoms with different wt.% PVA and different number of freeze/thaw cycles are shown in [10], which can be used as a reference for simple shaped phantoms. However, the mechanical parameters of complex shaped phantoms are decisive for UTCTs. The mechanical parameters are sensitive to the individual manufacturing process and should, therefore, be determined individually for each phantom.

The coupling and movement of interspersed nano- or microparticles due to pores within a PVA phantom needs to be investigated and should be taken into account when analyzing unexpected behavior.

#### 4. Modelling Material Properties of PVA Phantoms

Scattering material such as microparticles can change the material properties. Therefore, a theoretical modelling to determine this change is necessary to apply Eq. (1). Hashin-Shtrikman boundaries are well known equations to model upper and lower bounds for the elastic moduli such as shear modulus  $G$  for a two-phase composite. A detailed description can be found in [5]. For isotropic PVA phantoms with uniform distributed iron nano- or microparticles, the lower bound  $G_{LB}$  reads as

$$G_{LB} = G_1 + \frac{x}{(G_2 - G_1)^{-1} + 2(1-x)(5G_1)^{-1}}, \quad (2)$$

where  $x$  is the volume fraction of the scattering material,  $G_1$  is the shear modulus of the PVA phantom, and  $G_2$  is the shear modulus of the scattering material. Together with the relationship

$$G_i = \frac{E_i}{2(1+\nu)} \quad (3)$$

between shear modulus  $G$  and Young's modulus  $E$ , the lower bound  $G_{LB}$  can be calculated from various material properties of the scattering material.

According to Eq. (1), the change in density  $\rho$  has to be known as well to determine the shear wave velocity  $c_S$ . The resulting density  $\rho_{Res}$  can be modelled with

$$\rho_{Res} = (1-x)\rho_1 + x\rho_2, \quad (4)$$

where  $x$  is the volume fraction of the scattering material.  $\rho_1$  is the density of the PVA phantom and  $\rho_2$  is the density of the scattering material. Fig. 2 shows the theoretical lower bound for the change in shear wave velocity  $c_S$  relative to the MDT therapy relevant amount of SPIONs using Eq. (1) to Eq. (4).

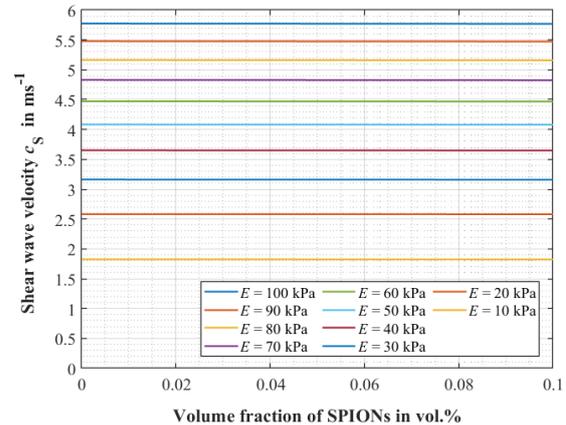


Fig. 2: Relationship between shear wave velocity  $c_S$  and volume fraction  $x$  of SPIONs for different Young's moduli  $E$  of the PVA phantom (PP). Used parameters:  $E_{SPION} = 100$  GPa;  $\nu_{SPION} = 0.25$ ;  $\rho_{SPION} = 5200$  kg/m<sup>3</sup>;  $\nu_{PP} = 0.49999$ ;  $\rho_{PP} = 1000$  kg/m<sup>3</sup> [5].

The theoretical relative change is about 0.1 %. Since Hashin-Shtrikman is a bound, an experiment was performed to check closeness to the lower bound. To measure shear wave velocity  $c_S$ , SWE was exploited with an ultrasound scanner (Siemens Acuson S2000; 9L4; 8 MHz; Virtual Touch Tissue Quantification). The measured shear wave velocities  $c_S$  are summarized in Tab. 1.

Tab. 1: SWE-based measurements of shear wave velocities  $c_S$  of two PVA phantoms (10 wt.%; 2 freeze/thaw cycles) with no and SPIONs interspersed inclusion, respectively.

| Inclusion      | $c_S$ in ms <sup>-1</sup> |
|----------------|---------------------------|
| No             | 4.6 ± 0.7                 |
| 4 mg/ml SPIONs | 4.5 ± 0.6                 |

No significant change for  $c_S$  could be observed in the SPIONs interspersed volume. Therefore, the shear wave velocity  $c_S$  can be assumed to be constant during an MDT therapy. Nevertheless, a comprehensive study is required to verify the model for higher volume fractions and for different scattering materials.

## 5. Construction Elements for Manufacturing of PVA Phantoms

The construction of complex shaped ultrasound phantoms requires the four basic elements (i) molds, (ii) scattering material, (iii) layering process, and (iv) mechanical coupling between different parts of the phantom.

Molds define the final shape of the hardened gel and have a direct influence on the material parameters. Different molds, i.e., different materials with different thicknesses, used in the same freeze/thaw process could result in different material properties due to different temperature profiles for the hardening process. A mold has to deal with the increase of volume due to icing of water. It is, therefore, advisable to include an expansion volume. A foil can be used to encapsulate the gel to allow rotation, prevent dehydration and provide expansion volume. Molds of any shape can be produced using 3D printing technology.

Scattering materials are needed as an additive to the PVA to make phantoms similar to real tissue. UTCTs track the propagation of shear waves by analyzing the movement of tissue based on the speckle pattern created by scatters in biological tissue. Possible scattering material for PVA phantoms are nanoparticles, microparticles or  $\mu\text{m}$ -wires.

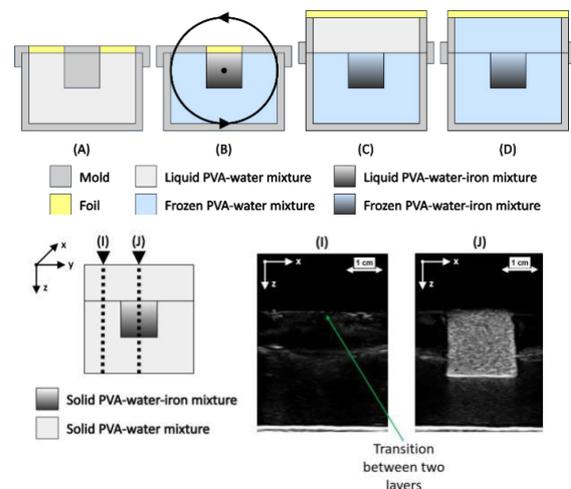
A layering process is required to manufacture phantoms that cannot be hardened at once, e.g., a complete encapsulated and mechanically coupled inner volume such as a tumor. The layering process is based on the continuation of the physical crosslinking process after new gel has been added to already iced gel within the same freezing phase of a cycle. With this approach, even more complex shaped phantoms can be manufactured. It should be mentioned that the material parameters can vary slightly between layers due to different local temperature profile.

Mechanical coupling between different phantoms or with other materials is important to perform experiments with the phantoms. The type of coupling principle depends on the experimental setup and whether the coupling should be reversed after the experiment. The simplest type is gluing with superglue or PVA gel, but this cannot be reversed. Superglue is well suited for an immovable and permanent bond with materials such as iron, aluminum, plastic, etc., while PVA gel is well suited for flexible bonds between PVA phantoms. Another type is mechanical fixation with customized phantom geometries such as screw holes or threads. This can be reversed, but additional phantom material is required. As the phantom also requires an immovable

coupling that can be reversed, a vacuum holder can be used.

## 6. Sample Manufacturing Processes of Complex Shaped Phantoms for UTCT and IMMUS

The following two manufacturing processes explain the four basic construction elements of how a complex shaped PVA phantom can be manufactured for UTCT and IMMUS. For reasons of clarity, only the inner volume was interspersed with scattering material. Fig. 3 shows a manufacturing process for a phantom with an inner cube with additional scattering material.



*Fig. 3: Side view of steps for the layered manufacturing process (A)–(D) with mechanical coupling, combined with scattering material in the inner cube to increase echogenicity and B-mode images at positions (I) and (J).*

The inner cube is completely enclosed and mechanically coupled to its surrounding. This is achieved by continuing the physical crosslinking process after new gel has been added to the iced gel. The entire phantom should, therefore, feature approximately the same material parameters. The material parameters of the inner cube, however, are changed by the scattering material. Rotation at a frequency of around 1 Hz is required in the first freezing phase to achieve uniform distribution of the scattering material. The main advantage is the reproducibility of the position and shape of the inner volume and the main disadvantage is the manufacturing time.

Fig. 4 shows a manufacturing process for a phantom with a harder inner cube interspersed with scattering material. The inner cube is pre-hardened with  $\mu\text{m}$ -wires for later fixation and then encapsulated. The main advantage of this manufacturing process is the full mechanical

coupling of a pre-hardened inner volume with arbitrary shape, the main disadvantage is that it is not easy to reproduce the position and shape of the inner volume.

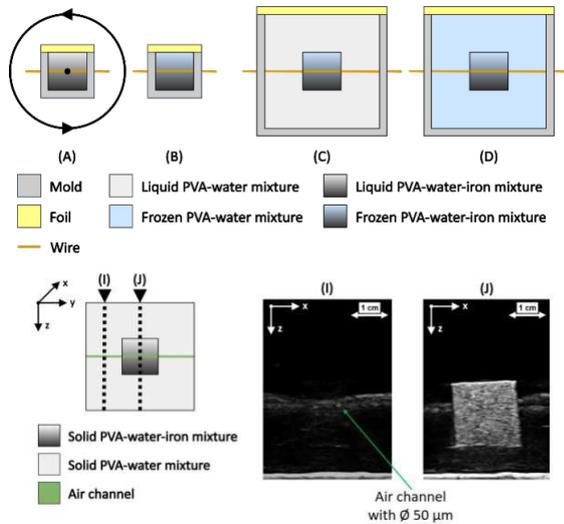


Fig. 4: Side view of the steps for coupling process (A)–(D) with mechanical coupling of different hard parts, combined with scattering material in the inner cube and B-mode images at positions (I) and (J).

## 7. Determining Young's Modulus with Transient Elastography

TE is based on sonographic time tracking of a mechanical shear wave propagating through the investigated specimen, in our case a PVA phantom with iron microparticles [9]. Slope evaluation of the first wave front in M-mode imaging was exploited for this purpose with an ultrasound scanner (Ultrasonix SonixTouch; L9-4; 6.6 MHz). Fig. 5 shows a schematic representation of the utilized experimental setup.

The PVA phantom consists of 10 wt.% PVA (DuPont Elvanol 71-30) and deionized water. 10 wt.% iron microparticles (Metallpulver 24 CUT150) were added as scattering material. The mixture was hardened by the freeze-thaw method with two cycles at  $-25$  °C for 6 h and  $25$  °C for 6 h.

To excite a shear wave in the phantom, the phantom was glued to a holder and a mechanical impulse was generated by a plate mounted on an electrodynamic shaker (Tira S504). The shear wave was tracked by the ultrasound scanner on the opposite side of the phantom. Density  $\rho$  was determined before gluing using Archimedes principle with a laboratory balance (Denver TP-3002). Young's modulus  $E$  was determined using tensile-compression testing machine (Zwick/Roell

ZMART.PRO). In order to have similar conditions as for the TE measurements, the phantom was placed in the mold for the compression test. All determined parameters are summarized in Tab. 2.

Tab. 2: Measured material parameters of a 10 wt.% PVA phantom (2 freeze/thaw cycles) with 10 wt.% iron microparticles scattering material.

| Parameter | Value                                |
|-----------|--------------------------------------|
| $E$       | $(77.3 \pm 3.9)$ kPa                 |
| $\rho$    | $(1063.1 \pm 3.7)$ kg/m <sup>3</sup> |
| $c_s$     | $(4.8 \pm 0.2)$ ms <sup>-1</sup>     |

No significant change for  $c_s$  could be observed in a 10 wt.% PVA phantom interspersed with 10 wt.% scattering material. The change in density  $\rho$  is 6.3 % relative to the density of water  $\rho_{\text{Water}}$ . The density  $\rho$  is, therefore, a parameter, which has to be determined for the quantitative determination of the Young's modulus  $E$  exploiting UTCTs. Assuming a Poisson's ratio  $\nu = 0.5$ , the values from Tab. 2 show a reasonable relationship according to Eq. (1). Thus, SWE and TE can be used as quantitative methods to determine the Young's modulus  $E$  needed for the simulation part of IMMUS.

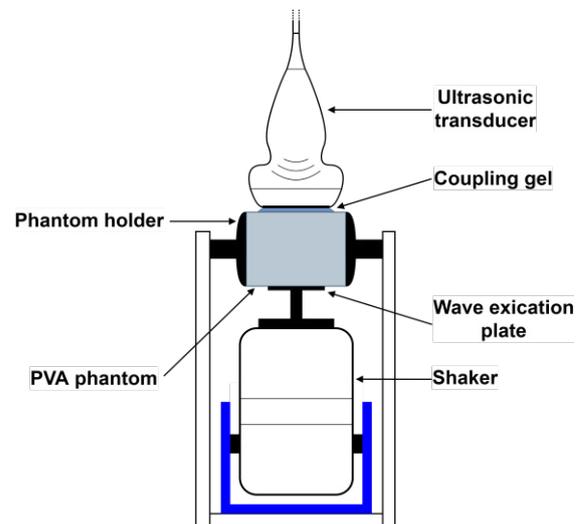


Fig. 5: Experimental setup to excite and measure shear waves inside a PVA phantom. The shear wave is excited by the wave excitation plate and propagates from the bottom of the phantom to the top.

## 8. Conclusions

The IMMUS modality needs to be extended to 3D on complex shaped PVA phantoms. Since IMMUS requires knowledge of the 1st and 2nd

Lamé parameter, the density, and the geometry of the target tumorous tissue, these parameters have to be determined during an MDT therapy. As SPIONs have very low influence on the material parameters, the material parameters and the geometry only need to be characterized once before applying an IMMUS monitored MDT therapy. SWE and TE show promising results for the determination of Young's modulus and can, therefore, be applied for this purpose. In order to use SWE and TE as a quantitative method for the determination of Young's modulus, it is necessary to know the density locally. For complex shaped PVA phantoms, local density and other parameters can be determined using a disassembled reference phantom manufactured in parallel. Poisson's ratio can be assumed to be constant and close to 0.5. The construction of complex shaped PVA phantoms requires only the four elements (i) molds, (ii) scattering material, (iii) layering process, and (iv) mechanical coupling between different parts of the phantom. All the elements can be combined step-by-step to manufacture complex shaped phantoms. Trade-offs have to be made between the possible shapes, the positioning of the encapsulated volumes, the production time and the mechanical fixation.

## 9. Outlook

In future contributions, our research will focus on automated 3D-SWE and 3D-TE for both isotropic and anisotropic complex shaped PVA phantoms to determine the Young's modulus distribution together with the tumor geometry in order to create an accurate simulation model of the target tumor tissue for the IMMUS modality.

Furthermore, as the density distribution within a PVA phantom or biological tissue is required for UTCTs, an ultrasound-based characterization method will be investigated.

## Acknowledgment

The authors gratefully acknowledge the financial support of the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) - project number 452821018.

## References

- [1] R. Tietze, S. Lyer, S. Dürr, T. Struffert, T. Engelhorn, M. Schwarz, et al. "Efficient Drug-Delivery Using Magnetic Nanoparticles - Biodistribution and Therapeutic Effects in Tumour Bearing Rabbits," *Nanomedicine* 9(7), 961–971 (2013); doi: 10.1016/j.nano.2013.05.001
- [2] M. Fink, S. J. Rupitsch, S. Lyer, C. Alexiou, H. Ermert, "Quantitative Imaging of the Iron-Oxide Nanoparticle-Concentration for Magnetic Drug Targeting Employing Inverse Magnetomotive Ultrasound," *Current Directions in Biomedical Engineering* 5(1), 417–420 (2019); doi: 10.1515/cdbme-2019-0105
- [3] M. Fink, S. J. Rupitsch, S. Lyer, C. Alexiou, H. Ermert, "An Enhanced Magnetomotive Ultrasound Algorithm to Quantitatively Estimate the Concentration of Iron-Oxide Nanoparticles in Perfused Tissue for Magnetic Drug Targeting," *IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS)*, 1407–1409 (2019); doi: 10.1109/ULTSYM.2019.8925977
- [4] M. Fink, S. J. Rupitsch, S. Lyer, H. Ermert, "Quantitative Determination of Local Density of Iron Oxide Nanoparticles Used for Drug Targeting Employing Inverse Magnetomotive Ultrasound," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control* 68(7), 2482–2495 (2021); doi: 10.1109/tuffc.2021.3068791
- [5] M. Fink, "Ultraschallbasierte Bestimmung der räumlichen Verteilung magnetischer Nanopartikel bei Magnetic-Drug-Targeting-Anwendungen," dissertation, Faculty of Engineering, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Germany, 2023; doi: 10.25593/open-fau-104
- [6] S. J. Rupitsch, "Piezoelectric Sensors and Actuators – Fundamentals and Applications," Springer, Germany, 2019; doi: 10.1007/978-3-662-57534-5
- [7] J. Fromageau, J. Gennisson, C. Schmitt, R. L. Maurice, R. Mongrain, G. Cloutier, "Estimation of polyvinyl alcohol cryogel mechanical properties with four ultrasound elastography methods and comparison with gold standard testings," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control* 54(3), 498–509 (2007); doi: 10.1109/TUFFC.2007.273
- [8] H. Adelnia, R. Ensandoost, S. S. Moonshi, J. N. Gavgani, E. I. Vasafi, H. T. Ta, "Freeze/thawed polyvinyl alcohol hydrogels: Present, past and future," *European Polymer Journal* 164, 110974 (2022); doi: 10.1016/j.eurpolymj.2021.110974
- [9] A. Baghani, H. Eskandari, S. Salcudean, R. Rohling, "Measurement of viscoelastic properties of tissue-mimicking material using longitudinal wave excitation," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control* 56(7), 1405–1418 (2009); doi: 10.1109/TUFFC.2009.1196
- [10] J. L. Holloway, A. M. Lowmanb, G. R. Palmese, "The role of crystallization and phase separation in the formation of physically cross-linked PVA hydrogels," *Soft Matter* 9, 826–833 (2013); doi: 10.1039/c2sm26763b
- [11] A. Sharma, S. G. Marapureddy, A. Paul, S. R. Bisht, M. Kakkar, P. Thareja, K. P. Mercado-Shekhar, "Characterizing Viscoelastic Polyvinyl Alcohol Phantoms for Ultrasound Elastography," *Ultrasound in Medicine & Biology* 49(2), 497–511 (2023); doi: 10.1016/j.ultrasmedbio.2022.09.019

# Entwicklungsplattform für mikromechanische Ultraschallwandler und deren Transfer in Anwendungen

Sandro G. Koch<sup>1</sup>, Björn Betz<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Fraunhofer Institut für Photonische Mikrosysteme IPMS, Maria-Reiche-Str. 2, 01109 Dresden

## Zusammenfassung

Mikromechanischen Ultraschallsensoren (MUT) revolutionieren die Medizin, industrielle Messtechnik und Automatisierungsindustrie. Sie sind nicht nur kleiner und effizienter als konventionelle Sensoren, sondern eröffnen auch bahnbrechende Möglichkeiten in Bereichen wie Wearables, VR/AR und Umweltüberwachung. Trotzdem bremsen Risikoaversion und Informationsdefizite ihren Einsatz in der Industrie, besonders bei KMU. Um diese Barrieren zu überwinden, haben die Fraunhofer-Institute IPMS, ISIT und ENAS eine Entwicklungsplattform für MUTs ins Leben gerufen. Diese Plattform strebt danach, das Wissen und die Technologie rund um MUTs in die Gesellschaft zu tragen und innovative Anwendungen zu ermöglichen. Der Beitrag bietet eine Einführung in das Potential von MUTs und hebt die Entwicklungs- und Transferpotentiale der Plattform für Unternehmen und Bildungsstätten hervor.

**Keywords:** Industrielle Messtechnik, Medizintechnik, MEMS, Mikrosysteme, Ultraschallsensoren

## Einleitung

Ultraschalltechnologie ist in diversen industriellen Sektoren wie der Medizintechnik, Messtechnik und Automatisierung von zentraler Bedeutung. Ihre zerstörungsfreien, strahlungsfreien Methoden, entwickelt über ein Jahrhundert, reichen von Distanzmessungen bis zu komplexen 4D-Bildgebungsverfahren. Der Medizinsektor treibt die Entwicklungen maßgeblich voran und profitiert von einem breiten Anwendungsspektrum, das von Screenings bei Atemwegserkrankungen über die Diagnostik von Zuständen wie Thrombosen bis hin zu therapeutischen Ansätzen in der Krebstherapie reicht. Dessen Erkenntnisse fördern zudem die Weiterentwicklung anderer Sektoren. Angesichts von Markttrends, die eine ubiquitäre Sensordatenerfassung in Wearables und Sensornetzen und erhöhte Nachhaltigkeit erfordern, stoßen traditionelle Piezokeramiken an ihre Grenzen. Der seit 1994 entwickelte Ansatz mikromechanischer Ultraschallwandler (MUT) bieten Lösungen für Miniaturisierung, Kosteneffizienz, Integration und Materialalternativen [1],[1].

Dieser Beitrag diskutiert die Chancen und Herausforderungen von MUTs und beleuchtet die Transferfunktion der Entwicklungsplattform.

## Mikromechanische Ultraschallwandler MUT

MUT sind MEMS-basierte Ultraschallsensoren (MEMS, mikroelektromechanische Systeme). Sie setzen sich aus mikroskopisch kleinen, kapazitiv oder piezoelektrisch angesteuerten

Einheitszellen zusammen (Abb. 1), die in Array- und Matrixkonfigurationen auf Chips von Millimeter- bis Zentimetergröße angeordnet sind. Diese Konfiguration ermöglicht nicht nur eine erhebliche Designfreiheit und Miniaturisierung, sondern auch kosteneffiziente Massenproduktion auf Siliziumwafern. Obwohl technologische Herausforderungen in der MUT-Entwicklung in europäischen Forschungsinstituten (z.B. imec, Fraunhofer-Gesellschaft) und Unternehmen (z.B. Vermon, Philips) gelöst wurden [3], sind am Markt bisher nur wenige MUT-basierte Produkte verfügbar - medizinischen Bildgebung (bspw. Butterfly, Exo, Hitachi), Abstandssensoren (TDK) und Fingerabdrucksensor (Qualcomm). Herausforderungen für eine breitere Anwendung von MUTs in der Praxis sind Informationsdefizite bei Unternehmen, fehlende Reinrauminfrastruktur bzw. Zugang zu MUT-Technologie, hohe Initialinvestitionen und Entwicklungskosten sowie ausbaufähige Kompetenzen in der MUT-Sensorintegration.

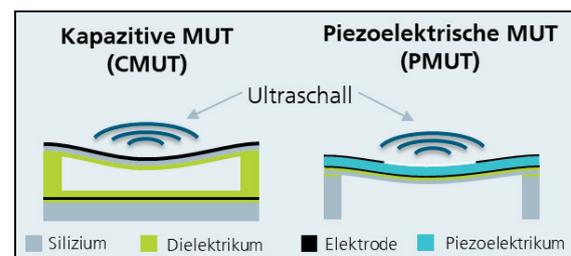


Abb. 1: Schematische Einheitszelle eines kapazitiven/ piezoelektrischen MUT.

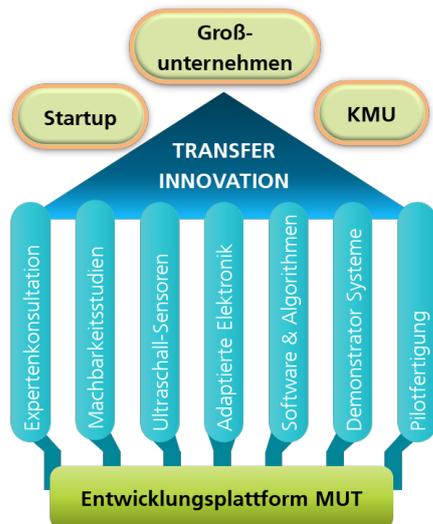


Abb. 2: Transfermaßnahmen der Plattform MUT von der Entwicklung zum Markt.

### Entwicklungsplattform

Die Entwicklungsplattform für MUT adressiert die Transferbarrieren, indem sie die umfassenden Kompetenzen und Infrastruktur dreier Fraunhofer-Institute (IPMS, ISIT, ENAS) bündelt und Entwicklungsaufwände reduziert. Diese Zusammenarbeit erstreckt sich entlang der gesamten Wertschöpfungskette – von der Konzeptentwicklung über Ultraschallsensoren und Use-Case-Demonstratoren bis hin zur Pilotproduktion (Abb. 2). Die Plattform bietet Zugang zu Technologien und Sensoren für MUT (40 kHz - 10 MHz), Reinrauminfrastruktur zur Entwicklung, Charakterisierung und Pilotfertigung der Sensoren, sowie Demonstratoren und Evaluierungskits, die eine praxisnahe und eigenständige Bewertung des Potenzials von MUT ermöglichen (Abb. 3). Zusätzlich wird Unterstützung bei der Evaluierung und dem Transfer zu Sensoren und Anwendungen geleistet. In gezielten Workshops und Seminaren werden erfolgreich Informationsdefizite bei Unternehmen und Bildungseinrichtungen überwunden, um Fachkräfte zu inspirieren und Innovationen voranzutreiben. Im Ergebnis senkt die Plattform die Zugangsbarrieren zur MUT-Technologie und fördert den Technologietransfer zu interessierten Partnern (bspw. OtoNexus [6]). Dies stärkt nicht nur deren Wettbewerbsfähigkeit, sondern schafft auch Mehrwert für die Bedürfnisse einer sich wandelnden Gesellschaft (z.B. SDG [7]).

### Zusammenfassung

Ultraschalltechnologien spielen eine entscheidende Rolle in einer Vielzahl von Anwendungsbereichen, wobei MUT-basierte

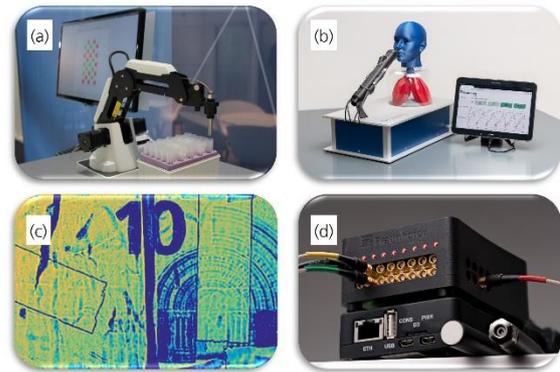


Abb. 3: Use-Case-Demonstration für hoch aufgelöste (a) Abstandsmessung (Robotik, Füllstände) [4], (b) Durchflussmessung (Spirometrie, H<sub>2</sub>-Sensorik) [5] und (c) kontaktlose Bildgebung und (d) Evaluierungskits.

Sensoren ein neues Spektrum an Möglichkeiten eröffnet haben. Die Vorteile von MUT, einschließlich Miniaturisierung, erhöhte Präzision und Kostenreduktion, machen diese Technologie zu einem Game-Changer in verschiedenen Branchen, wie beispielsweise in der Medizin und im Konsumgüterbereich. Hier haben erste Produkte drei Jahrzehnte nach der Erfindung von MUT den Markt erreicht. Die MUT-Entwicklungsplattform ermöglicht die entscheidende Zusammenarbeit zwischen Forschungseinrichtungen und der Industrie, um die Grenzen des Möglichen zu erweitern und mit MUT-basierten Systeme weitere innovative Anwendungen bereitzustellen.

### Danksagung

Gefördert im Rahmen der Internen Programme der Fraunhofer-Gesellschaft, Fördernummern KMU akut 840091 und SME 40-04875. Zusätzlich gefördert durch Mittel des Leistungszentrums „Funktionsintegration für die Mikro-/ Nanoelektronik“.

### Literaturnachweis

- [1] D. Oussalah, et al., *Ultrasound Sensing 2023 – Market and Technology Trends* (2023)
- [2] M.I. Haller, B.T. Khuri-Yakub, *Trans. Ultrason., Ferroelectr., Freq. Control* 43, 1-6 (1996); doi: 10.1109/58.484456
- [3] N. Mihajlovic et al., *A European MEMS Ultrasound Benchmark - Scientific White Paper* (2021)
- [4] S. G. Koch et al., *IEEE Smart Systems Integration* 2021 (2021); DOI: 10.1109/SSI52265.2021.9467023
- [5] J. M. Monsalve et al., *Journal of Sensors and Sensor Systems* (accepted for publication)
- [6] Fraunhofer-Verbund Mikroelektronik, *Mikroelektronik Nachrichten* 74 (2019)
- [7] United Nations, *Social Development Goals*, <https://sdgs.un.org/goals>

**D2.2****Entwicklungsplattform für mikromechanische Ultraschallwandler**

Sandro G. Koch, Fraunhofer-Institut - IPMS -, Dresden

Dieses Manuskript lag zum Zeitpunkt der Erstellung des Tagungsbandes noch nicht vor und wurde am Ende im Anhang eingefügt. Klicken Sie hier!







# Multichannel CMUT Evaluation Kit

Uwe Völz, Björn Betz, Sandro G. Koch  
Fraunhofer IPMS, Maria-Reiche-Str. 2, 01109 Dresden, Deutschland

## Zusammenfassung

Das Fraunhofer IPMS hat ein innovatives Verfahren zur Herstellung von kapazitiven mikromechanischen Ultraschallwandlern (CMUT) entwickelt. Dieser Prozess ermöglicht die Lieferung von Kleinserien und Pilotfertigungen von CMUTs sowie die Entwicklung von kundenspezifischen Sensorgeräten. Zur Erleichterung des Testens und der Verifizierung von CMUTs stellt das Fraunhofer IPMS ein fortschrittliches Mehrkanal-Evaluierungskit bereit.

Das Mehrkanal-Evaluierungskit ist eine kostengünstige Alternative zu teuren Labor-Ultraschallmessgeräten. Es treibt nicht nur CMUTs, sondern auch piezoelektrische Wandler an und ist damit für verschiedene Anwendungen einsetzbar. Das Kit unterstützt Messaufbauten und Demonstrationsgeräte sowohl für Einzelelement-Prüfköpfe als auch für Mehrkanal-Prüfköpfe, einschließlich Darstellungsmethoden mit Phased Arrays.

Das Evaluierungskit hat eine kompakte Bauform und wird von einer vollständig eigenentwickelten Hard- und Software unterstützt. Dadurch sind eine nahtlose Integration und anpassbare Konfigurationen gewährleistet, um spezifische Anforderungen zu erfüllen. Das Kit nutzt die Red Pitaya Hardware-Plattform, die für ihre Kosteneffizienz und Vielseitigkeit bei der Steuerung des analogen Front-Ends bekannt ist. Obwohl der kleine Formfaktor die maximale Ausgangsleistung auf gepulste Sendersignale beschränkt, kann das Kit externe Leistungsverstärker ansteuern. Es kann auch ein externer Bias-Tee für CMUT-Anwendungen mit hoher Leistung verwendet werden.

**Keywords:** MEMS, CMUT, Evaluierung, Ultraschall, Array

## Einführung

Kapazitive mikromechanische Ultraschallwandler arbeiten im Empfang nach dem Prinzip eines Kondensatormikrofons (Abb. 1). Durch die Schallwelle wird eine flexible Kondensatorplatte in mechanische Schwingung versetzt. Die sich dadurch ändernde Kapazität erzeugt über eine Biasspannung einen Wechselstrom, der mit einem Strom-Spannungswandler in eine Wechselspannung umgewandelt wird.

Beim Senden wird die flexible Platte durch eine Wechselspannung, die zwischen den Kondensatorplatten eine elektrostatische Kraft erzeugt, ausgelenkt. Durch das Anlegen einer Gleichspannung kann die flexible Platte zusätzlich statisch ausgelenkt und so ein definierter Arbeitspunkt eingestellt werden.

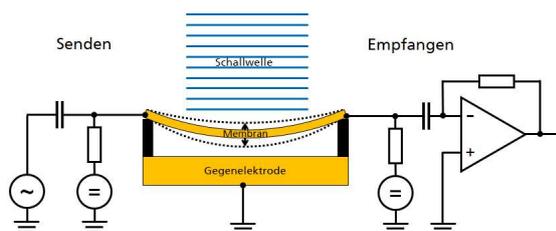


Abb. 1: Funktionsprinzip eines CMUT

Das Mehrkanal-Evaluierungskit (Abb. 2) ermöglicht den Test und die Verifizierung der Funktionalität von CMUTs, die vom Fraunhofer IPMS entwickelt und in Kleinserien gefertigt werden [1][2], für kundenspezifische Anwendungen in einer kontrollierten Umgebung.



Abb. 2: Mehrkanal-CMUT-Evaluierungskit

Das Evaluierungskit ist eine kostengünstige Alternative zu preisintensiven mehrkanaligen Ultraschallgeräten und erlaubt den Betrieb von mehreren Einzelelement-Sensoren ebenso wie von mehrkanaligen Ultraschallsensoren einschließlich bildgebender Ultraschalltechniken mit Phased Arrays. Es kann neben CMUTs auch piezoelektrische mikromechanische Ultraschallwandler (PMUT) sowie konventionelle piezoelektrische Ultraschallsensoren steuern.

## Hardware

Die Hardware des Evaluierungskits (Abb. 3) unterteilt sich in einen Steuerrechner und ein Analog-Frontend (AFE). Zur Steuerung des AFE wird eine handelsübliche Red Pitaya Hardwareplattform eingesetzt. Diese basiert auf einem Xilinx System on Chip (SoC) und bietet neben zwei leistungsfähigen ARM-Kernen mit Linux-Betriebssystem, umfangreiche Standardschnittstellen zur Kommunikation mit externer Hardware. Bis zu 4 Analog-Digital-Wandler (ADC) mit 125 MHz Abtastrate und 14 Bit Auflösung ermöglichen Ultraschallanwendungen mit bis zu 25 MHz Bandbreite.

Das Analog-Frontend ist speziell für den Betrieb von CMUTs entwickelt worden und besteht aus einer Empfangs-, einer Sende- und einer Spannungsversorgungsplatine. Die Empfangsplatine kann, ebenso wie die Kombination aus Sende- und Spannungsversorgungsplatine, separat betrieben werden. Die jeweils bis zu 8 Sende- und Empfangskanäle werden getrennt über 16 MCX-Buchsen nach außen geführt.

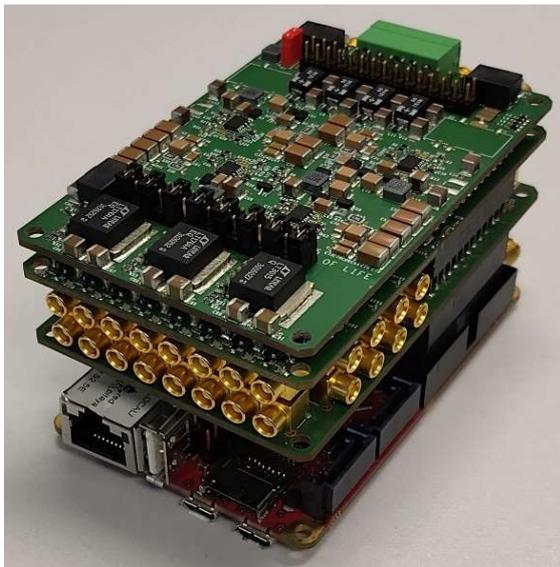


Abb. 3: Aufbau des Evaluierungskits (von unten nach oben: Red Pitaya, Empfangsplatine, Sendeplatine, Spannungsversorgungsplatine)

Die Spannungsversorgungsplatine wird über ein externes Netzteil versorgt und stellt die benötigten Betriebsspannungen von 3,3 V bzw. 5 V für alle Platinen einschließlich des Red Pitaya, sowie  $\pm 15$  V,  $\pm 125$  V und  $\pm 250$  V für die Sendeplatine bereit. Wird nur die Empfangsplatine im Evaluierungskit benötigt, kann diese über das Netzteil des Red Pitaya mitversorgt werden.

Die Sendeplatine enthält bis zu 8 unabhängige arbiträre Signalgeneratoren (AWG) mit 12 Bit Auflösung und 125 MHz Abtastfrequenz. Die

arbiträren Signale werden mit einem Operationsverstärker auf  $\pm 12$  V verstärkt. Durch eine optionale Transistorendstufe können Rechteckimpulse mit bis zu  $\pm 100$  V erzeugt werden. Die positive und die negative Signalspannung sind dabei separat einstellbar. Die Biasspannung für die CMUTs kann im Bereich von  $-200$  V bis  $+200$  V eingestellt werden.

Die Empfangsplatine schaltet die 8 Signaleingänge über einen Multiplexer (MUX) auf wahlweise 2 oder 4 spannungsgesteuerte Verstärker. Die Verstärkung kann im Bereich von 0 bis 60 dB eingestellt werden. Die Verstärkerausgänge sind direkt mit den 2 oder 4 Analogeingängen des Red Pitaya verbunden.

Das Evaluierungskit kann in mehreren Optionen mit unterschiedlichen Kanalvarianten und verschiedenen externen Schnittstellen bereitgestellt werden. Die Spezifikationen der einzelnen Hardwareparameter sind in der nachfolgenden Tabelle (Tab. 1) aufgelistet.

Tab. 1: Spezifikationen des Evaluierungskits

| Parameter                         | Spezifikation                  |
|-----------------------------------|--------------------------------|
| Senden:                           |                                |
| AWG                               |                                |
| unabhängige Kanäle                | 1 .. 8                         |
| Sample je Kanal                   | 1 .. 4 kSample                 |
| Auflösung                         | 12 Bit                         |
| Abtastfrequenz                    | 1 .. 125 MHz                   |
| Verzögerungszeit zwischen Kanälen | $\geq 4$ ns                    |
| Ausgangsspannung                  |                                |
| arbiträre Signale                 | 0 .. $\pm 12$ V <sub>AC</sub>  |
| Rechteckpulse                     | 0 .. $\pm 100$ V <sub>AC</sub> |
| Biasspannung                      | -200 .. +200 V <sub>DC</sub>   |
| Lastkapazität                     | $\leq 100$ pF                  |
| Empfang:                          |                                |
| Eingänge                          | 2 .. 8                         |
| Eingangsimpedanz                  | 50 $\Omega$                    |
| Eingangsspannung                  | $\pm 1$ V                      |
| MUX (optional)                    | 8:2 oder 8:4                   |
| Verstärkung                       | 0 .. 60 dB                     |
| Bandbreite                        | 0,01 .. 25 MHz                 |
| ADC                               |                                |
| Auflösung                         | 14 Bit                         |
| Abtastfrequenz                    | 1 .. 125 MHz                   |
| Anwendung:                        |                                |
| CMUT, PMUT, PIEZO                 |                                |

Für leistungsstärkere Sendesignale und zum Treiben größerer Kapazitäten kann eine optionale Zusatzplatine auf die Spannungsversorgungsplatine aufgesteckt werden. Über diese Zusatzplatine sind externe Leistungsverstärker mit eigener Stromversorgung adaptierbar.

Die Phased-Array-Funktionalität wird durch die individuelle Verzögerung der 8 AWG-Signale und durch die Option zum Parallelbetrieb mehrerer Evaluierungskits ermöglicht. Dafür ist ein externer Takteingang vorgesehen, über den mehrere Sendeplatinen taktsynchron getriggert werden können. Damit kann gleichzeitige ein Vielfaches von 8 Kanälen gesteuert werden. Alternativ kann über 6 digitale Ein- und Ausgänge ein externer Multiplexer betrieben werden, so dass Arrays mit einem Vielfachen von 8 Kanälen angeschlossen werden können.

### Software

Das Evaluierungskit ist mit einer Basissoftware zur Steuerung der Elektronik ausgestattet und ist über eine einfache browserbasierte Benutzerschnittstelle (BUI) in seinen Grundfunktionen leicht zu bedienen. Es muss dazu nur über eine Netzwerkschnittstelle mit einem beliebigen Steuerrechner verbunden werden. Ein verfügbares Software Development Kit (SDK) für Windows- und Linux-Systeme stellt die notwendigen Funktionen zur Steuerung der Hardware und zur Aufzeichnung von Messdaten bereit.

Dies erlaubt die Programmierung komplexer kundenspezifischer Anwendungssoftware zur Aufzeichnung, Auswertung und Visualisierung der vom Evaluierungskit gelieferten Ultraschall-daten

### Verfügbare Sensoren

Am Fraunhofer IPMS sind verschiedene Sensorvarianten verfügbar, die mit dem Mehrkanal-Evaluierungskit betrieben werden können. Dazu gehören Einzelement-Sensoren (Abb. 4) ebenso wie verschiedene Array-typen (Abb. 5 und 6) [3] [4]. Kundenspezifische Designs sind auf Anfrage realisierbar.

Das Evaluierungskit wird mit allen benötigten Komponenten für die Inbetriebnahme der CMUT-Sensoren geliefert. Es wird nur ein Steuerrechner mit einem beliebigen Betriebssystem und einer geeigneten Browsersoftware benötigt, der über eine Ethernet- oder eine optionale WIFI-Schnittstelle verbunden ist.



Abb. 4: Einzelement-Sensor (1 Kanal)



Abb. 5: Annular Array (≤ 8 Kanäle)



Abb. 6: Linear Array (≤ 64 Kanäle)

## Danksagung

Die hier dargestellten Inhalte sind das Ergebnis verschiedener Forschungsvorhaben.

- Teile der Arbeit wurden aus Mitteln des ECSEL Projekts „Advanced Distributed Pilot Line for More-than-Moore Technologies“ (Fördernummer 661796) finanziert.
- Teile der Arbeit sind im Projekt „Leistungszentrum Funktionsintegration für die Mikro-/Nanoelektronik“ entstanden. Diese Maßnahme wurde von der Sächsischen Staatsregierung aus den vom Sächsischen Landtag genehmigten Haushalt kofinanziert.
- Teile der Arbeit wurden gefördert im Rahmen der Internen Programme der Fraunhofer-Gesellschaft, Fördernummer MAVO 836940, KMU akut 840091 und SME 40-04875.

## Literaturnachweis

- [1] S. G. Koch, N. Lange, M. Kircher, M. Krenkel, M. Grafe, D. Rudloff, J. Amelung „Kapazitive mikromechanische Ultraschallwandler (CMUT) für die zerstörungsfreie Prüfung und Überwachung“, MikroSystemTechnik Kongress München, 2017, S. 735–738
- [2] S. G. Koch, U. Völz, Uwe, N. Lange, S. Köble, F. Schubert, C. Richter, et al. “Empowering Robots for Multimodal Tactile Gripping using Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducers”, Smart Systems Integration (SSI), Grenoble, France, 2021, S. 1–5  
DOI: 10.1109/SSI52265.2021.9467023
- [3] M. Krenkel, S. G. Koch, S. Reitz, P. Scharf, D. Ernst, M. Wolf “Miniaturized annular arrays for focused ultrasound”, MikroSystemTechnik Kongress, Stuttgart-Ludwigsburg, 2021, S. 270–273
- [4] U. Völz, M. Kircher, S. G. Koch, M. Krenkel “Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducers for Applications in Nondestructive Testing”, MikroSystemTechnik Kongress, Stuttgart-Ludwigsburg, 2021, S. 676–679

# Sensor zur Echtzeitüberwachung des Sauerstoffgehalts der Atemluft mittels Fluoreszenzlöschung

*Mahmoud El-Safoury<sup>1,\*</sup>, Martin Dold<sup>1</sup>, Hendrik Bremer<sup>1</sup>, Christian Weber<sup>1,2</sup>, Nick Layer<sup>1</sup>, Jürgen Wöllenstein<sup>1,2</sup>*

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

<sup>2</sup>Institut für Mikrosystemtechnik – IMTEK, Professur für Gassensoren, Universität Freiburg, Georges-Köhler-Allee 101, 79110 Freiburg, Deutschland

\* Korrespondenz an: mahmoud.el-safoury@ipm.fraunhofer.de

## Zusammenfassung

Die Atemgasanalyse hat zum Ziel über die Messung von Marker-Substanzen Rückschlüsse auf den klinischen Zustand eines Patienten zu ziehen. In diesem Artikel wird ein Sauerstoff-Sensor präsentiert, der mittels Fluoreszenzlöschung den Sauerstoffgehalt atemzugsaufgelöst in der ausgeatmeten Luft zuverlässig überwachen kann. Dafür wurden in einem ersten Schritt verschiedene Fluorophor-Varianten und -Komplexe mit einem Spektrofluorometer untersucht und anschließend mit einem Laboraufbau evaluiert. Dazu gehörten eine Pyren-Variante und ein Ruthenium(II)-Komplex. Als aussichtsreichster Kandidat erwies sich bei den Messungen das Fluorophor Pyren. Deshalb wurde Pyren in eine Ethylcellulose-Matrix eingebettet und die Änderung des Fluoreszenz-Signals bei variierenden Sauerstoff-Konzentrationen gemessen. Weiterhin wurden die Pyren-Varianten DPB (1-decyl-4-(1-pyrenyl)butanoat) und PBA (1-Pyrenbuttersäure) untersucht. Pyren, eingebettet in eine Ethylcellulose-Matrix, zeigte die höchste Signaländerung bei Sauerstoffbeaufschlagung. Die Messungen zeigten außerdem, dass sich die Signaldrift durch abnehmende Pyren-Konzentrationen und niedrigen Ethylcellulose-Anteile deutlich reduziert. Gasmessungen im Labor über fünf Stunden mit dem entwickelten optischen Laboraufbau und verschiedenen Sauerstoff-Konzentrationsstufen ergaben, dass 0,5 vol.-% Sauerstoff zuverlässig aufgelöst werden können.

**Keywords:** Fluoreszenzlöschung, Gassensor, Sauerstoff (O<sub>2</sub>), miniaturisiert, LED.

## Motivation & Einführung

In den letzten Jahren, vor allem während der ersten Phase der COVID-19-Pandemie, ist die Zahl der Patienten, die künstlich beatmet werden müssen, weltweit stark angestiegen. Die Lungenfunktion kann durch die Bestimmung der Sauerstoffkonzentration im Blut überwacht werden, was Rückschlüsse auf die Effizienz des Sauerstofftransports und die Funktionsweise des Stoffwechsels im Körper zulässt. Während der mechanischen Beatmung eines Patienten ist eine präzise und langfristige Überwachung der Sauerstoff-Konzentration im Blut erforderlich, um eine korrekte Sauerstoffversorgung sicherzustellen. Die herkömmliche Blut-Gasanalyse stellt eine invasive und dadurch für den Patienten eher unangenehme Prozedur dar. Außerdem kann die Blutgasanalyse nicht kontinuierlich durchgeführt werden, wodurch eine zuverlässige Überwachung des Patienten-Zustands nicht möglich ist. Mittels Pulsoxymetern lässt sich die Sauerstoffsättigung des Hämoglobins zwar nicht-invasiv und über längere Zeiträume

ermitteln, jedoch ist diese Methode ungenau und unzuverlässig. Da ein Pulsoxymeter lediglich die Sauerstoffsättigung, also den Anteil des mit Sauerstoff beladenen Hämoglobins im Verhältnis zum Gesamthämoglobin misst und nicht die arterielle Sauerstoffkonzentration, ist eine alternative, zuverlässige und nicht-invasive Messmethode dringend erforderlich [1]. Den Sauerstoffgehalt in der ausgeatmeten Luft zu messen, stellt eine solche alternative Methode dar, um den arteriellen Sauerstoffgehalt im Blut nicht-invasiv und akkurat zu ermitteln und überwachen. Eine vielversprechende Messmethode, die über viele Jahre in der Biochemie und -physik Anwendung fand, ist die Fluoreszenz-Spektroskopie. Diese wird schon in Feldern wie der klinischen Chemie, der DNA-Sequenzierung und der genetischen Analyse erfolgreich eingesetzt [2]. Bei der Messung von Sauerstoff in Flüssigkeiten, kommt die Fluoreszenzlöschung seit vielen Jahren in der Industrie zum Einsatz. Der Sensor *Oxymax COS61D* von der Firma

Endress + Hauser AG wird zur Detektion von gelöstem Sauerstoff ( $O_2$ ) in Wasser eingesetzt. Neuerdings treibt die Forschung den Einsatz von Fluoreszenzlöschung zur Detektion von gasförmigem Sauerstoff voran, wobei diese Technik hier erstmals für die medizinische Anwendung in der Atemgasanalyse adaptiert wird. [3].

### Grundlagen der $O_2$ -Fluoreszenzlöschung

Wird ein Fluorophor mit einem spezifischen kurzwelligem Licht beleuchtet, emittiert diese Substanz aufgrund der Stokes-Verschiebung energieärmeres Licht [2]. Das emittierte Licht wird Lumineszenz genannt und entsteht durch elektronische Energieniveau-Übergänge von einem energetisch angeregten Zustand zum energetischen Grundzustand. Es gibt zwei Formen der Lumineszenz: die Fluoreszenz und die Phosphoreszenz. Die typische Lebensdauer bei der Fluoreszenz liegt bei etwa 10 ns, wobei die Lebensdauern bei der Phosphoreszenz im Bereich von Millisekunden bis hin zu Sekunden (manchmal auch länger) liegen [2].

Fluorophore werden üblicherweise in Matrix-Materialien eingebettet und als Schicht auf einem Substrat eingesetzt. Kommt die fluoreszierende Schicht in Kontakt mit einem weiteren Molekül, auch Quencher genannt, wird die emittierte Lichtintensität reduziert (siehe Abb. 1). Dieses Phänomen wird Kollisions-Quenching genannt und ist ein nicht-chemischer Prozess, bei dem eine Energieübertragung vom Fluorophor zum Quencher-Molekül stattfindet. Ein Molekül, das bei den meisten Fluorophoren eine Fluoreszenz-Löschung verursacht, ist  $O_2$ . Neben der kollisionsbedingten Fluoreszenz-Löschung kann das  $O_2$ -Molekül in die Matrix zu den tief in der Schicht eingebetteten Fluorophoren diffundieren [4].

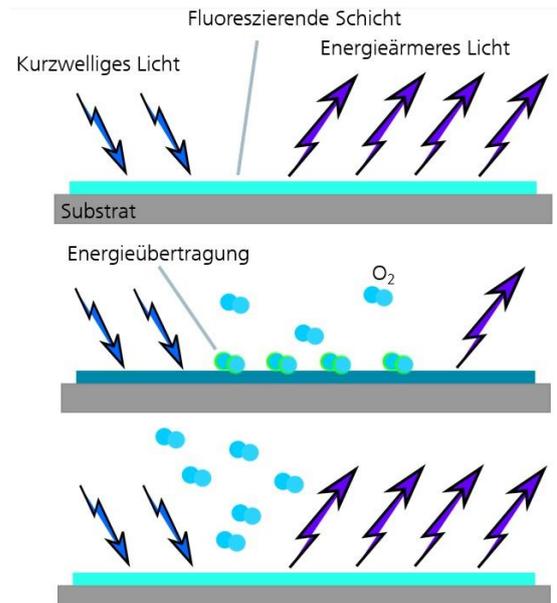


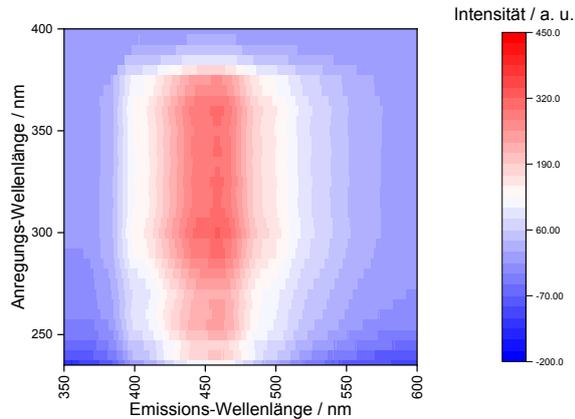
Abb. 1: Schematische Darstellung der Fluoreszenzlöschung durch Sauerstoff ( $O_2$ ). (Oben) Kurzwelliges Licht lässt ein Fluorophor, das in eine Matrix integriert ist, fluoreszieren. Das emittierte Licht der Schicht ist energieärmer als das anregende Licht. (Mitte). Ist  $O_2$  anwesend, kommt es zu Energieübertragung vom Fluorophor auf die  $O_2$ -Moleküle, dadurch nimmt die emittierte Lichtintensität ab. (Unten) Desorbieren die  $O_2$ -Moleküle von der Fluorophor-Schicht, nimmt die emittierte Lichtintensität wieder zu.

### Fluorophor-Messungen am Spektrofluorometer

Als mögliche Fluorophore untersuchten wir Pyren- und Ruthenium(II)-Komplexe [4, 5]. Beide Komplexe wurden am Spektrofluorometer Jasco FP-8500 vermessen. Quarzglas-Substrate wurden für die Messungen am Spektrofluorometer mit den jeweiligen Fluorophor-Komplexen beschichtet. Die Proben wurden im Messgerät platziert und durch unterschiedliche Wellenlängen angeregt. Die Wellenlänge und Intensität des dabei entstehenden, fluoreszierenden Lichts wird mittels des Spektrofluorometers detektiert und als Heatmap ausgewertet. Darin werden die Anregungs-Wellenlängen, die jeweilig detektierten Emissions-Wellenlängen und die Signalintensität dargestellt.

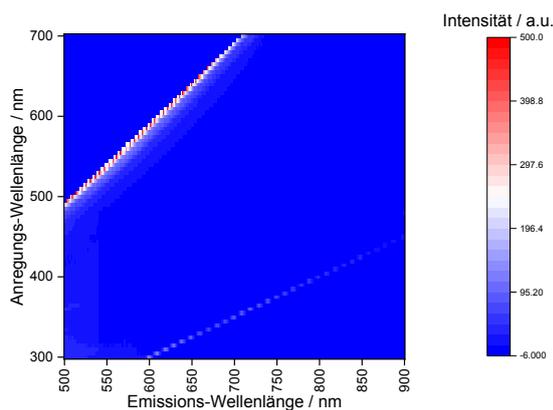
Wie Abb. 2 zu entnehmen ist, wurde der Pyren-Komplex bei einem Wellenlängen-Bereich zwischen ca. 230 und 400 nm angeregt. Es ist zu erkennen, dass der betrachtete Komplex mit Wellenlängen

zwischen 250 und 370 nm angeregt werden kann und Emissions-Wellenlängen zwischen 400 und 500 nm zu erwarten sind.



**Abb. 2:** Heatmap der Spektrofluorometer-Messungen des Pyren-Komplexes. Der rot gekennzeichnete Bereich stellt den Anregungs- und Emissions-Wellenlängenbereich mit höchster Signalintensität dar.

In Abb. 3 ist die äquivalente Spektrofluorometer-Messung des Ruthenium(II)-Komplexes dargestellt. Die untersuchte Ruthenium-Schicht wurde bei Wellenlängen zwischen 300 und 700 nm angeregt und die Emissions-Wellenlängen zwischen 500 und 900 nm erfasst. Es ist der Heatmap zu entnehmen, dass eine erhöhte Signalintensität in einem sehr kleinen Wellenlängenbereich im sichtbaren Bereich erzielt werden kann. Eine Anregung im UV-Bereich weist schwache Signalintensitäten auf.



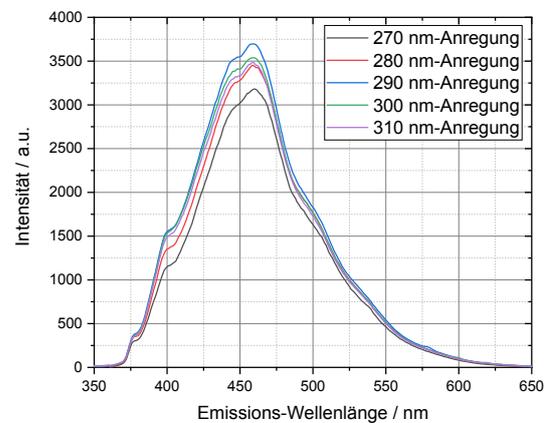
**Abb. 3:** Heatmap der Spektrofluorometer-Messungen des Ruthenium(II)-Komplexes. Der rot gekennzeichnete Bereich stellt den Anregungs- und Emissions-Wellenlängenbereich mit höchster Signalintensität dar.

Weiter wurde die Emissions-Intensität der beiden betrachteten Schichten bei unterschiedlichen Anregungs-Wellenlängen im UV-Bereich gemessen. Der Vorteil einer Anregung mit kurzwelligeren Lichtquellen ist die höhere Anregungsenergie und das daraus resultierende höhere Fluoreszenzsignal, was für hochempfindliche Sensoren essenziell ist.

Der Pyren-Komplex wurde mit Wellenlängen von 270 bis 310 nm in 10 nm-Schritten angeregt und das entsprechende spektrale Verhalten des fluoreszierten Lichts gemessen. Eine Anregung mit 290 nm weist die höchste Emissions-Intensität auf, während die Anregungs-Wellenlänge von 270 nm die niedrigste Intensität aufgewiesen hat, was mit dem Ergebnis in Abb. 2 übereinstimmt.

Die Ruthenium(II)-Komplex-Probe wurde im Wellenlängenbereich zwischen 345 bis 360 nm in 5 nm-Schritten angeregt. Die entstehenden Emissions-Spektren (siehe Abb. 5) weisen bei allen vier Wellenlängen um den Faktor 100 schwächere Intensitäten auf, was bei einem Vergleich der Intensitätswerte in Abb. 4 und 5 ersichtlich wird.

Basierend auf den eindeutigeren Ergebnissen mit Pyren wurden die Experimente mit dem Pyren-Komplex fortgeführt.



**Abb. 4:** Emissionsspektren und -intensitäten des Pyren-Komplexes bei Anregungs-Wellenlängen zwischen 270 und 310 nm in 10 nm-Schritten.

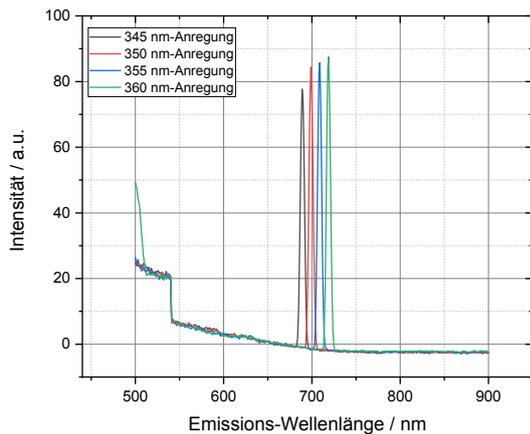


Abb. 5: Emissionsspektren und -intensitäten des Ruthenium(II)-Komplexes bei Anregungs-Wellenlängen zwischen 345 und 360 nm in 5 nm-Variationen.

### Laboraufbau des Sensors

Für die ersten Gasmessungen wurde ein Laboraufbau gefertigt (siehe Abb. 6). Dieser bestand aus einer LED-Platine, auf die eine kommerzielle LED mit einer Peak-Wellenlänge von 340 nm gelötet wurde. Das LED-Licht wird über eine Saphir-Linse auf eine mit dem Pyren-Komplex beschichtete Aluminium-Probe fokussiert. Das emittierte Licht der Fluorophor-Schicht wird über eine zweite Saphir-Linse auf die aktive Fläche eines Photodetektors fokussiert. Der Photodetektor befindet sich auf einer Platine, die das generierte Signal vorverstärkt. An der Oberfläche der Aluminium-Probe wird zusätzlich das LED-Licht reflektiert, was zu einem unerwünschten Signal führen würde und daher durch einen optischen Filter zwischen der Saphir-Linse und dem Detektor entfernt wird. Die Aluminium-Probe ist zylindrisch und kann durch eine äußere Öffnung im Gehäuse des Aufbaus in das Gasvolumen eingebracht und über eine Schraube befestigt werden. Über zwei Festo-Verbindungen kann über 6 mm-Gasschläuche das Gasvolumen innerhalb des Aufbaus mit der Test-Gasmischung befüllt werden. Eine der Festo-Verbindungen dient als Gaseinlass und die zweite als Gasauslass.

Über ein externes Evaluation-Board werden der LED-Strom und die Modulationsfrequenz eingestellt sowie das Signal des Photodetektors verarbeitet und ausgewertet.

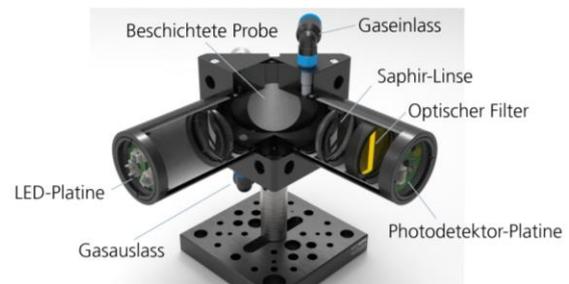
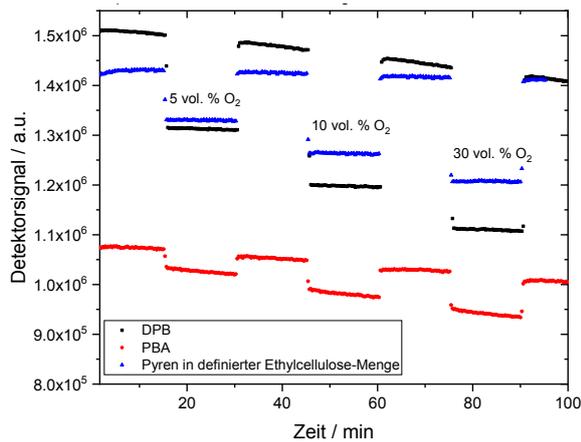


Abb. 6: 3D-Querschnitt des Laboraufbaus mit den jeweiligen Komponenten des Messsystems.

### Messergebnisse des Laboraufbaus

Um unterschiedliche Gaskonzentrationsstufen einstellen zu können, wurden Massedurchflussregler der Firma Bronkhorst, die auf die Gase Stickstoff ( $N_2$ ) und  $O_2$  kalibriert wurden, eingesetzt. Darüber konnten unterschiedliche Gasmischungs-Verhältnisse präzise eingestellt und gemessen werden.

Folgende drei Pyren-Varianten wurden im ersten Schritt mittels des Laboraufbaus (Abb. 6) untersucht: DPB (1-decyl-4-(1-pyrenyl)butanoat), PBA (1-Pyrenbutersäure) und Pyren in Ethylcellulose (Pyren wird in eine Ethylcellulose-Lösung gegeben und anschließend auf dem Substrat getrocknet). Alle Schichten werden in einem festen und trockenen Zustand vermessen. Die Untersuchungen erfolgten bei drei  $O_2$ -Konzentrationsstufen (5, 10 und 15 vol. %  $O_2$  in trockenem  $N_2$ ). Zwischen den jeweiligen  $O_2$ -Konzentrationsstufen wurde mit 100 vol. % trockenem  $N_2$  gespült. Jede Konzentrationsstufe wurde 15 Minuten eingestellt und die Messungen erfolgten bei einem Gesamtfluss von 200 ml/min. Die gemessenen Detektorwerte wurden von dem Evaluation-Board sekundlich abgetastet. Abb. 7 kann entnommen werden, dass alle untersuchten Pyren-Varianten den Sauerstoff detektieren konnten. DPB weist die stärkste Signaländerung auf, wobei Pyren, das in Ethylcellulose gemischt wurde, die niedrigste Drift aufweist.

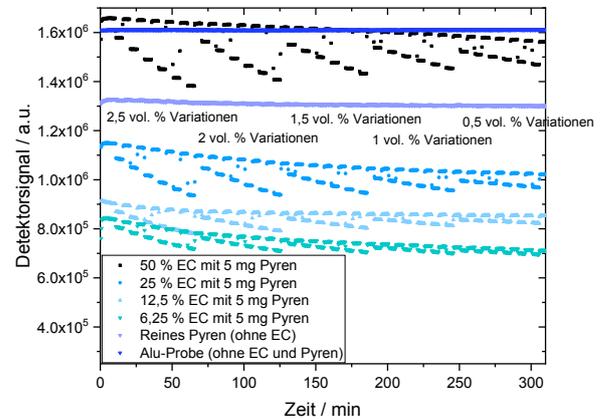


**Abb. 7:** Detektorsignal bei drei unterschiedlichen Pyren-Varianten bei 5 vol. % O<sub>2</sub>-Konzentrations-Variationen. Für die Messungen wurde ein optischer Filter mit einer Cut-Off-Wellenlänge von 400 nm verwendet.

Nachdem Pyren in Ethylcellulose (EC) eine stabile Signalentwicklung aufgewiesen hat, wurde im nächsten Schritt das Mengenverhältnis von Pyren zu Ethylcellulose variiert. Es wurden 5 mg Pyren in Ethylcellulose-Lösungen zwischen 0 und 50 % der ursprünglichen Ethylcellulose-Konzentration aus Abb. 7 gemischt und anschließend als dünne Schicht auf die Alu-Probe pipettiert und getrocknet. 0 % Ethylcellulose entspricht dem reinen Fluorophor auf der Alu-Probe. Als Nullmessung wurde zusätzlich eine unbeschichtete Alu-Probe vermessen. Die 5 mg Pyren wurden in eine 50-, 25-, 12,5- und 6,25-prozentige Ethylcellulose-Lösung gemischt. Dabei wurden bei den Gasmessungen, ausgehend von 3 vol. % O<sub>2</sub>, 2,5, 2, 1,5, 1 und 0,5 vol. % O<sub>2</sub>-Konzentrationsstufen eingestellt und jeweils vermessen. Jede Konzentrationsstufe wurde 5 Minuten eingestellt und anschließend jeweils für weitere 5 Minuten mit 100 vol. % N<sub>2</sub> gespült. Die Datenerfassung fand über die gesamte Messdauer von ca. 5 Stunden sekundlich statt. Mit abnehmender EC-Konzentration und gleicher Pyren-Konzentration nimmt sowohl die Drift als auch die Höhe der Signaländerung ab (Abb. 8).

Die Alu-Referenzprobe zeigt, wie erwartet, ein stabiles und drifffreies Nullsignal ohne Signaländerungen. Die Probe mit dem reinen Pyren ohne EC-Matrix weist eine minimale Drift und insignifikant kleine Signaländerungen auf, wodurch deutlich wird, dass eine Matrix

zum Einbetten des Fluorophors notwendig ist. Bei einem Vergleich der Schicht mit 12,5 % und 6,25 % Ethylcellulose ist zu erkennen, dass 12,5 % EC über die Messdauer eine kleinere Drift aufweist, was möglicherweise ein Indikator ist, dass es ein optimales Verhältnis zwischen Pyren und EC gibt.



**Abb. 8:** Detektorsignal bei verschiedenen Ethylcellulose-Lösungsmengen. Die Prozent-Angaben der Ethylcellulose beziehen sich auf die ursprünglich definierte EC-Menge in Abb. 7, die als 100 % betrachtet wird. Die EC-Konzentration in der Lösung wurde bei gleichbleibender Pyren-Menge reduziert. Die jeweiligen Messreihen drifteten unterschiedlich über die gesamte Messdauer.

Als Nächstes wurde die Menge an Ethylcellulose gleich gehalten und die Konzentration des Pyrens in der Matrix variiert. Dadurch kann der Einfluss des Fluorophors auf das emittierte Licht und somit die Stabilität des Detektorsignals überprüft werden. Die betrachteten Pyren-Konzentrationen zwischen 0 und 2,5 mg wurden in 12,5 %ige Ethylcellulose gemischt, auf die Alu-Proben pipettiert und anschließend getrocknet. Analog zu dem vorherigen Experiment wurden bei den Gasmessungen, ausgehend von 3 vol. % O<sub>2</sub>, 2,5, 2, 1,5, 1 und 0,5 vol. % O<sub>2</sub>-Konzentrationsstufen eingestellt und jeweils vermessen. Auch hier wurde jede Konzentrationsstufe 5 Minuten eingestellt und anschließend jeweils für weitere 5 Minuten mit 100 vol. % N<sub>2</sub> gespült. Die Datenerfassung fand über die gesamte Messdauer von ca. 5 Stunden sekundlich statt. In die 12,5%ige Ethylcellulose-Lösungen wurden jeweils 0, 0,1, 0,25, 0,5, 1,0, 2,5 mg Pyren gemischt. Eine Schicht mit 0 mg des Pyrens bedeutet, dass die betrachtete Schicht nur aus dem Matrix-

Material Ethylcellulose besteht. Um das Driftverhalten der einzelnen Schichten in direkte Relation zueinander zu setzen, wurden die normierten Werte der detektierten Signale in Abb. 9 dargestellt. Ein Unterschied im Driftverhalten ist eindeutig erkennbar. Die Probe, auf der eine reine Matrix-Schicht (0,0 mg Pyren) aufgebracht wurde, weist ein durchgehend stabiles Signalverhalten ohne Drift auf. Mit zunehmender Pyren-Menge in der Ethylcellulose-Matrix nimmt einerseits der Signalhub bei Anwesenheit von O<sub>2</sub> und andererseits auch die Drift des Gesamtsignals über die Dauer der Messung deutlich zu.

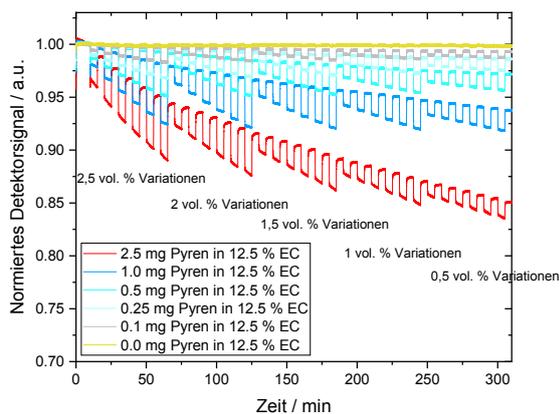


Abb. 9: Detektorsignal bei unterschiedlichen Pyren-Konzentrationen in einer 12,5 %igen EC-Lösung. Die Prozent-Angabe der Ethylcellulose bezieht sich auf die ursprünglich definierte EC-Menge in Abb. 7, die als 100 % betrachtet wird. Mit zunehmender Pyren-Menge in der Matrix nehmen das detektierte Signal und die Drift zu.

### Zusammenfassung und Ausblick

Es wurden ein Pyren- und ein Ruthenium(II)-Komplex als mögliche Fluorophore mit einem Spektrofluorometer untersucht. Der Pyren-Komplex weist sehr geeignete spektrale Eigenschaften auf und wurde im nächsten Schritt anhand von O<sub>2</sub>-Gasmessungen auf Eignung als Quencher untersucht. Dafür wurde ein Laboraufbau entwickelt, der aus einer UV-LED, einem Photodetektor, einem Gasvolumen mit integrierter Probenhalterung und einer Auswerteelektronik besteht. Erste Labormessungen konnten erfolgreich durchgeführt werden. Dabei wurde die sensorischen Eigenschaften von unterschiedlichen Fluorophor-Konzentrationen und -Matrixmaterialien untersucht. Es konnten

0,5 vol. % O<sub>2</sub>-Konzentrationschritte mit dem Laboraufbau zuverlässig aufgelöst werden. Als Matrix-Material ist Ethylcellulose gut handhabbar und weist auch das stabilste Signalverhalten auf. Das Verhältnis zwischen der Pyren-Konzentration zur Menge der Ethylcellulose-Lösung erwies sich als signifikant. Mit abnehmender EC-Menge und gleichbleibender Pyren-Konzentration, nimmt der Signalhub und die Drift ab. Andererseits nimmt die Drift bei gleichbleibender EC-Menge und zunehmender Pyren-Konzentration zu. In den nächsten Schritten wird das Fluorophor in unterschiedliche Matrix-Materialien eingebettet und weiter untersucht. Außerdem soll der Laboraufbau miniaturisiert und für den Einsatz in Standard-T-Konnektoren für Beatmungsschläuche und -masken ausgelegt werden, was zukünftige Tests im klinischen Umfeld ermöglichen soll.

### Literaturnachweis

- [1] L. Ulrich, D. Stolecki, *Georg Thieme Verlag* 3 (2015), doi: 10.1055/b-003-124667
- [2] J. R. Lakowicz, *Springer New York* 2 (1999); doi: 10.1007/978-1-4757-3061-6
- [3] Y.-H. Cheng, A. Belyaev, M.-L. Ho, I. Koshevoy, P.-T. Chou, *Physical Chemistry Chemical Physics* 22, 27144-27156 (2020); doi: 10.1039/D0CP05182A
- [4] S. A. Ruetten, J. K. Thomas, *The Journal of Physical Chemistry B* 103, 1278-1286 (1999); doi: 10.1021/jp983313d
- [5] J. N. Demas, D. Diemente, E. W. Harris, *Journal of the American Chemical Society* 95, 6864-6865 (1973); doi: 10.1021/ja00801a073

# Magnetisches Sensor-Array zur Lageüberwachung des Tubus bei der Langzeitbeatmung

Thorben Schüthe<sup>1</sup>, Till Riemschneider<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg, Berliner Tor 7, 20099 Hamburg, GER

<sup>2</sup>Universitätsklinik für Anästhesiologie und Intensivtherapie Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Leipziger Str. 44, 39120 Magdeburg, GER

## Zusammenfassung

Bei der Langzeitbeatmung auf der Intensivstation ist eine visuelle Kontrolle der korrekten Lage des Endotrachealtubus mittels Markierungen am Tubus allgemein üblich. Bildgebende und invasive Lagekontrollmöglichkeiten sind ebenfalls bekannt. Sie gelten jedoch als aufwändig und bilden nur eine Momentaufnahme. Der Beitrag stellt eine Überwachungsmethode mit einem Sensor-Array aus Tunnel-Magneto-resistiven Sensoren vor. Dabei wird ein Magnet innerhalb des Tubus platziert und mit dem Array eine fortlaufende Beobachtung der Position durchgeführt. Ziel ist es dabei, eine unerwünschte Verschiebung frühzeitig und automatisiert zu detektieren. Als Methode kommt ein iteratives Suchverfahren zum Einsatz. Dabei werden die Parameter des Modells eines Permanentmagneten variiert, bis der Fehler zwischen den berechneten und gemessenen Werten minimal ist. Diese Methode liefert die Möglichkeit der Erkennung einer akzidentellen Extubation und zur Frühwarnung einer Lageveränderung. Zur Verifikation wird ein Messplatz verwendet, der eine präzise Positionierung eines Magneten ermöglicht.

**Keywords:** TMR-Sensor-Array, Langzeitbeatmung, Medizintechnik, automatisierte Kontrollfunktion

## 1 Medizinische Problem- und Zielstellung

Ein Endotrachealtubus (ETT) ist ein flexibler Katheterschlauch aus Kunststoffmaterial, der in die Luftröhre (Trachea) eingesetzt wird, siehe Abbildung 1. Er wird verwendet, wenn ein Patient aufgrund von Narkose, Sedierung, Verletzung oder Krankheit nicht in der Lage ist, selbständig zu atmen. In der Intensivmedizin wird ein erheblicher Anteil der Patienten auf diese Weise über mehrere Tage bis einige Wochen hinweg langzeitbeatmet.

Die korrekte Platzierung des ETT ist für die intensivmedizinische Behandlung von entscheidender Bedeutung, wobei sich die Tubusspitze bei Erwachsenen idealerweise 2 bis 5 cm oberhalb der Verzweigung zu den Bronchien (Carina) befinden sollte [1]. Eine Fehlplatzierung oder eine Verlagerung des ETT kann zu mittelschweren bis schweren Komplikationen führen, einschließlich lebensbedrohlicher Situationen [2]. Wenn der Tubus zu tief (proximal) in die Atemwege verlagert wird, kann es zu einer bronchialen Intubation und zur einseitigen Beatmung eines Lungenflügels kommen. Dies kann zu Hypoxämie, Atemnot oder anderen pulmonalen Komplikationen führen, wenn die Situation unerkant bleibt.

Wird der Tubus zu weit herausgezogen (distal) kann eine ungeplante Extubation eintreten. Dies kann vom Patienten (Selbst-Extubation) oder versehentlich durch das Personal (akzidentelle Extubation) verursacht werden. Die Selbst-

Extubation kann eine ungeplante Extubation eintreten. Dies kann vom Patienten (Selbst-Extubation) oder versehentlich durch das Personal (akzidentelle Extubation) verursacht werden. Die Selbst-

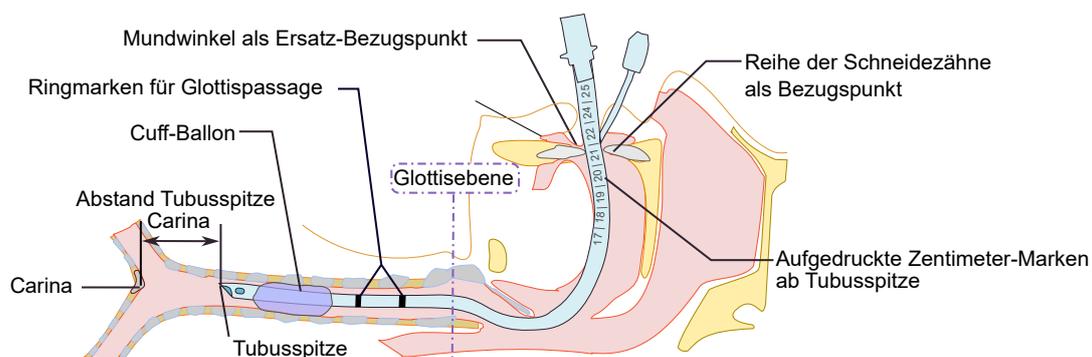


Abb. 1: Orientierungspunkte für eine korrekte Tubuslage bei der endotrachealen Intubation.

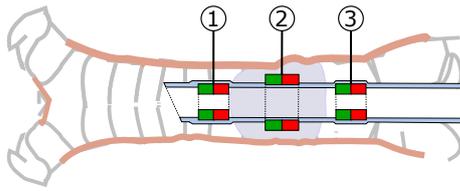


Abb. 2: Platzierungsoptionen des Ringmagneten: 1 an der Tubusspitze 2 innerhalb oder 3 oberhalb des Cuff-Ballons.

Extubation tritt häufig bei schwacher Sedierung auf, auch starke Kopfbewegungen führen zur Bewegung und ggf. zur Verlagerung des ETT [3], [4]. Die Aufrechterhaltung einer korrekten ETT-Position kann für das Personal schwierig sein, wenn Patienten transportiert oder zwischen der Bauch- und der Rückenlage gedreht werden müssen [5]. Die ungeplante Extubation führt häufig zu einer kritischen Situation, wenn der Atemweg nach der Extubation nicht schnell wiederhergestellt wird. Wenn eine Extubation nicht bemerkt wird, handelt es sich um eine lebensbedrohliche Situation. Daher sind regelmäßige Kontrollen durch das Pflegepersonal in der Intensivmedizin vorgeschrieben [6]. Wiederholende Re-Intubationen sind zu vermeiden, da sie mit einem höheren Risiko von Komplikationen einhergehen, wie z. B. Lungenentzündungen, Kehlkopf- oder Trachealverletzungen [7]. Darüber hinaus besteht eine Belastung und Gefährdung für das Personal bei der Behandlung von hochinfektiösen Patientengruppen. Dies zeigte sich besonders während der zurückliegenden Covid-19-Pandemie [8]. Daher besteht der Bedarf an zusätzlichen technischen Überwachungsmethoden zur Extubationserkennung [9].

#### a) Zielstellung

In dem vorliegenden Beitrag wird ein Verfahren und eine Hardware für die automatisierte Überwachung der Tubuslage vorgestellt. Für die

Intensivtherapie sollte es möglichst einfach und ohne Personalbindung einsetzbar sein. Denkbar ist ein spezifisches Alarm-Event, welches Veränderungen der Tubuslage in Echtzeit bemerkt und meldet. Ebenso wäre die Möglichkeit der Frühwarnung bei beginnender Dislokation von Vorteil.

Bei Langzeitbeatmungen kann die Lage des Tubus durch Röntgenaufnahmen des Brustkorbs evaluiert werden. Dies ist jedoch nur eine Momentbeobachtung und muss oftmals wiederholt werden. Dies führt zu einer erheblichen Strahlenexposition, die vermieden werden sollte. Weiterhin wäre eine kontinuierlich arbeitende Lagekontrolle erstrebenswert.

Etablierte medizinische Navigationssysteme [11] sind für diese Aufgabe zu aufwändig. Der vorgestellte Ansatz strebt eine kostengünstige Lösung an, die an jedem Intensivbett verfügbar sein könnte.

## 2 Hardware des Sensor-Arrays

Vorgeschlagen wird ein handliches Kleingerät in Form eines Sensor-Arrays auf der Basis von Tunnel-Magneto-resistiven (TMR) Sensoren. Dies kann nicht-invasiv direkt am Patienten im Intensivbett platziert werden. In der Hauptfunktion kann es die Tubuslage kontinuierlich automatisiert überwachen und bei einer Dislokation frühzeitig warnen. Das Nutzfeld für das extrakorporal platzierte Sensor-Array wird durch einen Magneten erzeugt. Dieser ist in Form eines Ringes oder Hohlzylinders günstig im Bereich des Cuff-Ballons zu befestigen, siehe Abbildung 2.

Als Nebenfunktion soll eine manuelle Kontrolle der korrekten Tubusposition unterstützt werden. Dies kann durch eine anschauliche Visualisierung der Messwerte als fortlaufende Bilddarstellung mit einer Anzeige von Warn- und Alarmmeldungen erfolgen. Diese Visualisierung ist für die automatisch ablaufende Kontrollüberwachung zunächst nicht erforderlich, bietet jedoch einen Zusatznutzen für die Anwendung.

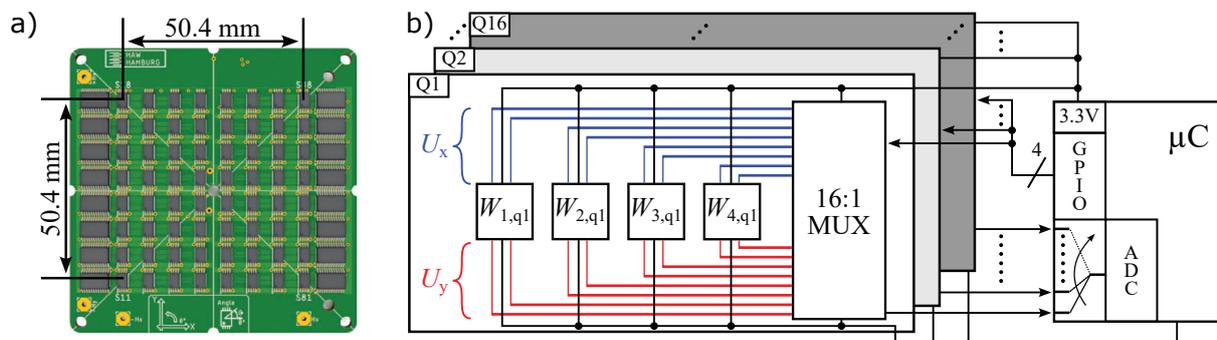


Abb. 3: a) 8x8 Sensor-Arrays sowie b) Steuerungs- und Auswertekonzept für das Sensor-Array mit den Sensoren  $W_{n,qm}$ , angepasst nach [10].

Ein Sensor-Array aus 64 TMR-Sensoren [12], [13] in einer 8x8-Anordnung dient als Funktionsdemonstrator für die Überwachungsaufgabe. Die Sensoren detektieren das Magnetfeld des Ringmagneten in der  $xy$ -Ebene als differentielle Spannungen  $U_x$  und  $U_y$ . Das den Tubus umgebende Körpergewebe ist für das Magnetfeld transparent. Die Ansteuerung und Signalerfassung erfolgt über einen Mikrocontroller [14]. Damit die Vielzahl von Messwerten über wenige Analog-Digital-Kanäle (AD-Kanäle) möglich ist, werden jeweils vier Sensoren mit einem 16 zu 1 Multiplexer zusammengefasst. Dadurch lassen sich die Sensorwerte über 16 AD-Kanäle des Mikrocontrollers umsetzen, siehe Abbildung 3.

### 3 Fixierung am Patienten

Der begrenzte Erfassungsbereich sollte günstig genutzt werden. Folglich ist eine Platzierung mit geringem Abstand zwischen dem Sensor-Array und Magneten anzustreben. Dieser Abstand ist auch von der Wahl der Position des Magneten am Tubus abhängig.

Die Platzierung an der Körperoberfläche sollte eine stabile Auflagefläche oder eine Position mit mehrseitiger Abstützung nutzen. Es muss eine robuste Befestigungsmöglichkeit bestehen, welche sich einfach korrigieren lässt.

Der Einfluss durch die natürlichen Bewegungen, insbesondere durch die Atmung und die Kopfbewegung oder die Verlagerung des Patienten, ist bei der Gestaltung der Fixierung zu beachten [15]. Dabei sollte sich die räumliche Lage-

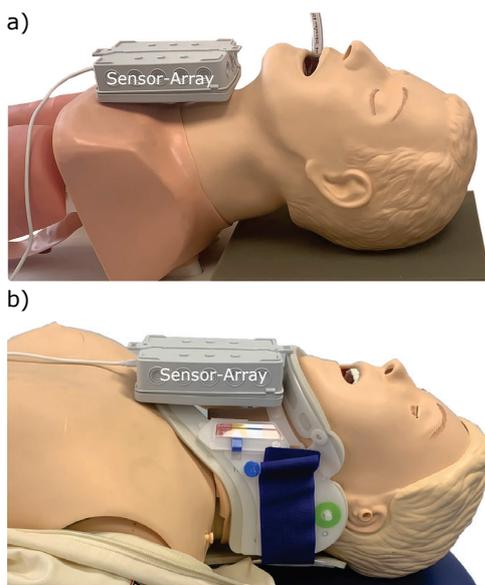


Abb. 4: Platzierungsvorschläge des Sensor-Arrays. a) Im Bereich über dem Sternum und Collum. b) An einer Zervikalstütze (Stiffneck) mit stabiler Fixierung.

beziehung zwischen dem Sensor-Array und der Trachea mit dem dort einliegenden ETT minimal verändern.

Zwischen den Schlüsselbeinen könnte das Kontrollgerät bei normalem Körperbau auf einem flachen Bereich der Körperoberfläche platziert werden, siehe Abbildung 4 a). Das Kontrollgerät kann dort aufgelegt und mit Klebepflaster befestigt werden. Alternativ dazu kann die Fixierung durch eine anliegende Manschette oder ein Gurtsystem erfolgen. In dieser Position hat die natürliche Atembewegung des Brustkorbs einen Einfluss auf das Ortungsergebnis.

Frontal am Hals ergibt sich ein ähnlich geringer Abstand zum Magneten. Dadurch resultiert eine gesteigerte Feldstärke. Das ist insbesondere bei kleinen Ringmagneten wichtig. Am Hals ist die Atembewegung schwächer, aber auch die nutzbare Körperauflage geringer als bei der Platzierungsvariante zuvor. Das Sensor-Array muss hier gegen unerwünschte Verkippungen gesichert oder der Halsform entsprechend abgestützt werden.

An einem modifizierten Stiffneck (Stütze für die Halswirbelsäule) ist eine Befestigung in sehr stabiler Lage möglich, siehe Abbildung 4 b). Die natürliche Bewegung wird durch den Stiffneck unterbunden. Die Auswahl einer frontalen Position vom Brustbein bis über den Halsbereich wäre mit wenigen Modifikationen der Konstruktion möglich. Allerdings führt der Stiffneck zu einem geringfügig gesteigerten Abstand zwischen Sensor-Array und Magnet.

### 4 Signalverarbeitungskonzept

Bei der Intubation muss eine korrekte Tubuslage durch etablierte medizinische Verfahren gesichert werden. Unmittelbar danach können initiale Referenzaufnahmen der aktuellen Position aufgenommen werden, um eine eventuelle Verschiebung festzustellen. Es wird eine abgestufte Warn- und Alarmfunktion vorgeschlagen, welche berücksichtigt, dass durch Kopf- und Atembewe-

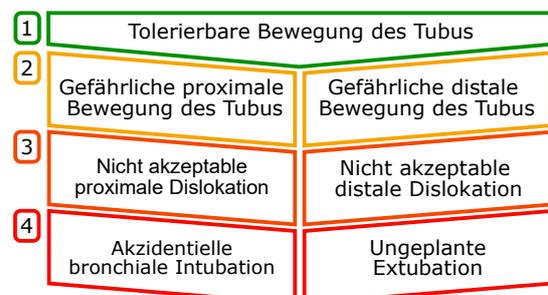


Abb. 5: Bewertungsstufen für eine 1 akzeptable, 2 beginnende, 3 nicht akzeptable und 4 kritische Dislokation des Tubus.

gungen geringfügige Verschiebungen gemessen werden. Insofern sind Toleranzen im Bereich von einigen Millimetern bei der Signalverarbeitung und Auswertung zu berücksichtigen.

In Abbildung 5 sind als Beispiel vier Stufen für eine Warn- und Alarmfunktion beschrieben. Die Stufen sind dem Umfang der erkannten Lageveränderung zugeordnet. Folgende Signalverarbeitungsansätze werden für die jeweiligen Stufen vorgeschlagen:

In der ersten Stufe erfolgt eine automatisierte Dauerbeobachtung in Kombination mit einer permanenten Lagekontrolle über Bildähnlichkeit und einen Ortungsalgorithmus. Bei der zweiten Stufe bedarf es einer automatisierten Frühwarn-Funktion, welche ebenfalls über die Methoden der ersten Stufe durchgeführt wird. In der dritten Stufe wird über die Ortung eine Alarmfunktion ausgeführt. Die vierte Stufe ist am kritischsten und bedarf einer kombinierten Alarmfunktion, welche die Ortung, Signalstärke und Überwachungs-Indikatoren der Beatmungssysteme nutzt.

#### a) Iteratives Suchverfahren

Die Suche nach der Position des Magneten, in Bezug auf das Sensor-Array, stellt ein inverses Problem dar. Allgemein erfolgt bei inversen Problemen die Suche nach der Ursache, die zu einer gemessenen Wirkung geführt hat [16], [17]. Die Messwerte des Sensor-Arrays und weitere Systemparameter dienen als Zielmodell eines iterativen Prozesses. Für Sensor-Arrays auf der Basis von Hall-Sensoren, welche die drei Komponenten des Feldes erfassen, sind bereits Ortungsverfahren bekannt [18]–[20].

Wie zuvor beschrieben, misst das hier verwendete Sensor-Array das Magnetfeld in der  $xy$ -Ebene. Dadurch ist die Eindeutigkeit einer Lösung nicht mehr gegeben und es handelt sich um ein inkorrekt gestelltes Problem mit mehrdeutiger Lösung [21, Kap. 7.7.11]. Bei der genannten Anwendung ist bekannt, dass sich der Magnet stets nur auf einer Seite des Sensor-Arrays befindet. Durch dieses a priori Wissen lässt sich der Lösungsraum eingrenzen und die Mehrdeutigkeit auflösen.

Als Methode zur Ortung des Magneten kommt ein heuristisches Verfahren zum Einsatz. Dabei werden Modellwerte in kleinen Schritten variiert. Als Basis dienen zuvor festgelegte Startparameter, wie zum Beispiel der Abstand vom Tubus zum Sensor-Array und die zu erwartende Feldstärke des Magneten. Durch iterative Anpassung der Modellwerte wird das Optimum gesucht. Zur Beschleunigung der Konvergenz lassen sich zusätzlich Zufallswerte oder ein Rauschanteil auf die Schrittweiten hinzufügen.

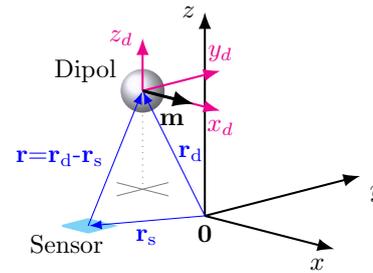


Abb. 6: Koordinatensystem für den magnetischen Dipol und einen Sensor.

#### b) Magnetmodell

Als stark vereinfachtes Magnetmodell kommt die Gleichung des magnetischen Dipols zum Einsatz. Zunächst folgt eine Einführung der Parameter der Gleichung anhand der Abbildung 6. Zur Berechnung des Feldes an den Punkten des Sensor-Arrays wird der Abstand vom Ursprung 0 zur Position des Sensors  $r_s$  und vom Ursprung zur Position des Dipols  $r_d$  benötigt. Für das Sensor-Array sind dementsprechend 64 einzelne Positionsvektoren vorhanden. Der Abstand zwischen Sensor und Dipol berechnet sich aus  $r = r_d - r_s$  mit der Länge  $r = |r|$ . Die Rotation des Dipols erfolgt über die Rotation des Magnetisierungsvektors  $m$  mit den Rotationsmatrizen  $R_x$ ,  $R_y$  und  $R_z$  [22, Kap. 3.2.2].

Das Magnetfeld  $H$  an den Positionen des Sensor-Arrays kann mit den beschriebenen Variablen wie folgt berechnet werden:

$$\mathbf{H}(\mathbf{r}) = \frac{1}{4\pi} \left( \frac{3\mathbf{r}(\mathbf{m}^T \mathbf{r})}{r^5} - \frac{\mathbf{m}}{r^3} \right)$$

Aus den vorangestellten Gleichungen geht hervor, dass der Parameterumfang für die Optimierung bei bis zu sieben liegt. Die Position des Dipols und die Rotationen um die drei Achsen bestimmen sechs der Parameter.

Das magnetische Moment  $M$  des Dipol bildet den siebten Parameter und wird im Vektor  $m$  berücksichtigt. Ist das magnetische Moment des Magneten am Tubus bekannt, bedarf es bei der Ortung keiner Bestimmung dieses Parameters.

#### c) Umsetzung des Suchverfahrens

Der Ablauf für die Suche der Dipolposition und der Magnetisierung inklusive der Ausrichtung besteht aus mehreren aufeinanderfolgenden Schritten, siehe Abbildung 7. Im ersten Schritt folgt eine Messung des Magnetfeldes in der  $xy$ -Ebene mit dem Sensor-Array. Die aufgenommenen Daten können gegebenenfalls einem Vorverarbeitungsschritt unterzogen werden. Als mögliche Vorverarbeitung ist eine Glättung der Daten durch eine zweidimensionale Filterung der einzelnen Messwerte zu nennen.

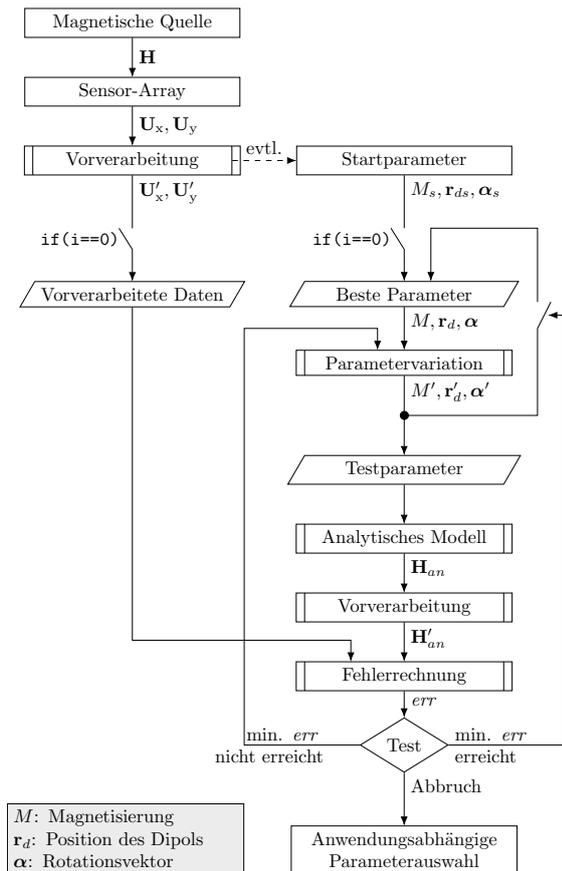


Abb. 7: Ablaufdiagramm des Suchverfahrens zur Positionsbestimmung eines Magneten mittels analytischen Modells.

Die Startparameter des Suchverfahrens werden zunächst frei gewählt, wobei diese auf die Anwendung angepasst sind. So kann zum Beispiel die z-Position des Dipols relativ hoch angesetzt werden. Die Richtung der Schrittweite lässt sich somit festlegen und verringert den Abstand zwischen Sensor-Array und Magneten. Eine weitere Annahme ist, dass sich der Magnet im zentralen Punkt über dem Array befindet und seine Magnetisierung in der x-Achse liegt.

Die festgelegten Startparameter bilden im ersten Schritt des iterativen Verfahrens die besten Parameter. Im nächsten Schritt folgt eine Variation der Parameter um eine definierte Schrittweite. Diese ist, wie auch die Startparameter, frei wählbar. Dabei kann für die Winkeldrehung eine große und für die Dipol-Position sowie die Magnetisierung eine kleine Schrittweite gewählt werden. Mit den variierten Parameter erfolgt die Feldberechnung über die Dipol-Gleichung. Diese dient in diesem Beitrag als analytisches Modell. Falls die Daten des Sensor-Arrays einer Vorverarbeitung unterzogen wurden, ist diese im gleichen Maße auf die berechneten Werte anzuwenden.

Im letzten Schritt folgt eine Fehlerrechnung aus den berechneten und gemessenen Werten. Dabei wird der mittlere euklidische Abstand zwischen den vektoriellen Messwerten des Sensor-Arrays und den laufenden Werten der Dipolgleichung für alle Parameter im aktuellen Optimierungsschritt ermittelt. In einem anschließenden Test wird geprüft, ob ein gewünschter minimaler Fehler oder eine maximale Iterationszahl erreicht wurde. Wenn der Fehler kleiner ist als der von den Startwerten ermittelte Fehler, werden die variierten Parameter als beste Parameter eingesetzt. Ist keine Verbesserung erfolgt, findet eine erneute Parametervariation statt, wobei die Schrittweite halbiert und negiert wird. Wenn das Abbruchkriterium erreicht wurde, folgt eine anwendungsspezifische Auswahl der Parameter. Für die in diesem Beitrag vorgestellte Anwendung ist die Verschiebung des Magneten von Interesse. Im einfachsten Fall ist das die x-Position und y-Position des Dipols. Die z-Position hingegen kann stark durch die Atmung beeinflusst werden. Ferner ist davon auszugehen, dass eine starke Veränderung der Rotation des Magneten nicht stattfindet.

## 5 Evaluation an einem Messplatz

Für den Funktionstest wird mit dem Messplatz in Abbildung 8 ein Permanentmagnet über dem Sensor-Array an verschiedenen Positionen platziert. Insgesamt werden 3375 Punkte angefahren, wobei diese in einem Messraum von  $50.4 \times 50.4 \times 90$  mm (XYZ) liegen und in jeder Achse 15 Positionierungen erfolgen. Der geringste Abstand zwischen Array und Magnet beträgt 16.5 mm. Mit einer Schrittweite von 6.42 mm wird dieser auf 106.5 mm erhöht. Das Zentrum des Arrays bildet den Ursprung bei der Positionierung.

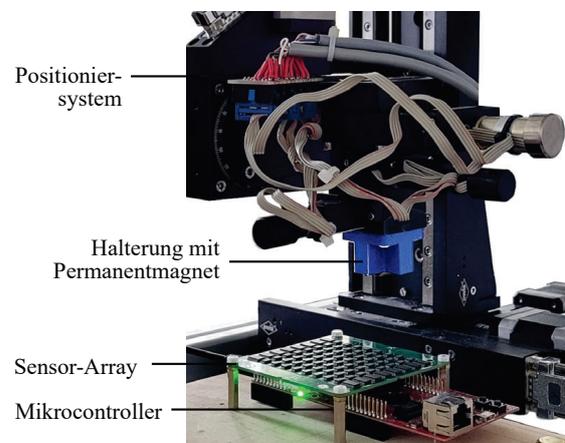


Abb. 8: Positioniereinheit mit Magnethalterung zur Vermessung von verschiedenen Positionierungen des Magneten.

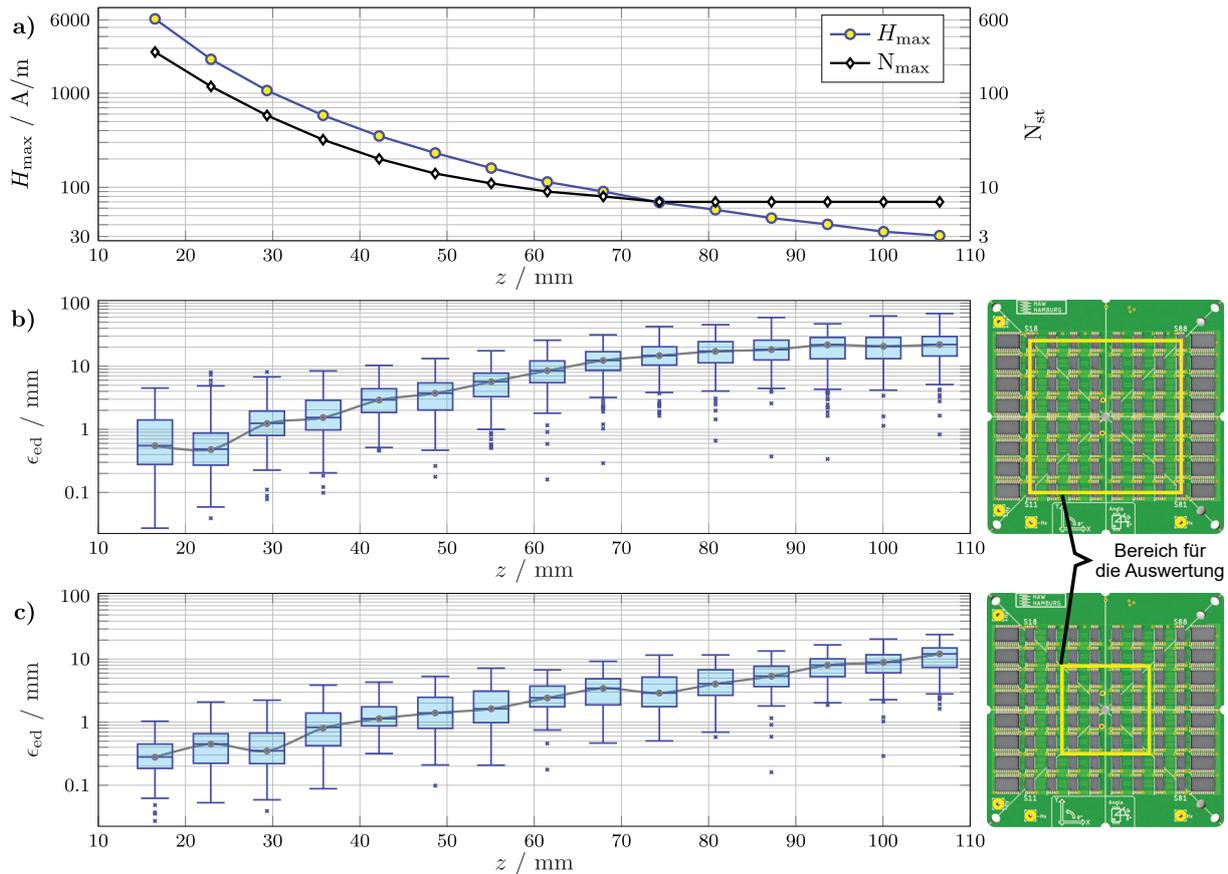


Abb. 9: a) Maximalen Feldstärke und Stufenzahl in Abhängigkeit des Abstandes. Euklidischer Abstand  $\epsilon_{\text{ed}}$  als Fehler der Ortung in der  $xy$ -Ebene über b) den gesamten Bereich des Sensor-Arrays und c) den zentralen Bereich. Die Bereiche sind rechts auf dem Array markiert.

Ein zur Anwendung passender zylindrischer Ringmagnet wird innerhalb eines additiv gefertigten Adapters an dem Positioniersystem angebracht. Der Magnet besteht aus Neodym (Nd-FeB) und weist eine Güte von N50 auf. Der innere Durchmesser des Magneten beträgt  $d_i=7$  mm, der äußere Durchmesser  $d_o=9$  mm und die Höhe  $h=11$  mm. Die Magnetisierungsrichtung ist axial in Richtung der Höhe des Magneten. Bei den nachfolgenden Messungen liegt die Achse der Magnetisierung parallel zur  $x$ -Achse des Arrays.

#### a) Feldstärke und Auflösung

Als Voruntersuchung wird mit einer Hall-Sonde und einem Gaussmeter die maximale Feldstärke an der Position des Sensor-Arrays im Bezug auf den Abstand gemessen. Dazu werden sowohl der Magnet, als auch die Hall-Sonde mittig über dem Sensor-Array positioniert. Und für jede  $z$ -Koordinate die Feldstärke des Magneten erfasst. Der Verlauf der Feldstärke in Abhängigkeit des Abstandes in Abbildung 9a) zeigt, dass bereits bei einem Abstand von etwa 90 mm die Feldstärke im Bereich des Erdmagnetfeldes liegt (ca. 40 A/m). Zusätzlich dazu ist der Verlauf der ma-

ximal erreichten Stufenzahl des Sensor-Arrays dargestellt, wobei ein Analog-Digital-Umsetzer (ADC) mit 12 Bit eingesetzt wurde. Dieser Verlauf ist proportional zur Feldstärke. Ab einem Abstand von  $z=55$  mm liegt die für die Berechnung verfügbare Anzahl an Stufen  $N_{\text{st}}$  der AD-Umsetzung bei weniger als 10 Stufen.

#### b) Iteratives Verfahren

Nachfolgend wird eine Auswertung der Verschiebung auf der  $xy$ -Ebene durchgeführt. Der euklidische Abstand zwischen der  $xy$ -Position nach der Ortung und der am Messplatz eingestellten  $xy$ -Position dient als Fehlermaß  $\epsilon_{\text{ed}}$  für eine Bewertung des Verfahrens. Dabei wird eine zusammenfassende Darstellung für jeden Abstand in einem Box-Whisker-Plot gewählt, siehe Abbildung 9b). Durch einen Vergleich mit der Stufenzahl aus Abbildung 9a) kann eine Abhängigkeit des Fehlers zur Auflösung festgestellt werden. Bis zu einem Abstand von etwa 55 mm ist der Fehler bei 50 % der Werte kleiner als 10 mm. Die Streuung des Fehlers über die verschiedenen Abstände ist auf die Positionen des Magneten zurückzuführen. Bei jedem Abstand erfolgt eine Positionierung des Magneten bis auf

den Rand des Sensor-Arrays. Dadurch erfahren die Sensoren auf der gegenüberliegenden Seite des Arrays eine deutlich geringere Feldstärke. Dies führt wiederum zu einer geringeren Auflösung. Wird der Magnet über dem inneren Bereich des Sensor-Arrays positioniert ( $\pm 15$  mm vom Zentrum), zeigt sich in der Auswertung in Abbildung 9 c) ein geringerer Fehler. Bei einem Abstand von etwa 55 mm weisen 50 % der Werte einen Fehler von weniger als 3 mm auf.

### c) Bildgebendes Verfahren

Zusätzlich zur Ortung des Magneten kann eine visuelle Kontrolle der Position durchgeführt werden. Ein initial aufgenommenes Vektorfeld und der Betrag der Messwerte des Sensor-Arrays dienen als Referenz für einen Vergleich mit aktuell gemessenen Werten. Um die Beurteilung des Feldes zu unterstützen, wird der Betrag der Messwerte farbskaliert als Heatmap dargestellt. Eine Verbesserung der visuellen Beurteilung ist durch Interpolation der Messdaten möglich.

Die Abbildung 10 a) zeigt ein Beispiel für ein Vektorfeld mit dem farbskalierten Betrag bei zentraler Position des Magneten und einem Abstand von  $z = 23$  mm. Als Interpolationsalgorithmus für

den Betrag wurde die Spline-Funktion gewählt. Hierbei sind die Daten von einem  $8 \times 8$  Array auf eine Größe von  $29 \times 29$  interpoliert. Die dunkelrote Farbe im Zentrum gibt das Maximum des Betrags an und stellt die Position des Magneten für eine visuelle Bewertung gut dar. Findet während der Kontrolle eine Verschiebung statt, ändert sich das Vektorfeld und das Bild des Betrages. Für eine Verschiebung von 12 mm auf der x-Achse, bei gleichem Abstand wie zuvor, ergibt sich die Darstellung aus Abbildung 10 b). Bei einem Vergleich der beiden Grafiken in Abbildung 10 a) und b) ist die Verschiebung deutlich zu erkennen, wenn das dunkelrote Zentrum aus der Referenz herangezogen wird. Für einen automatisierten Prozess könnte hier eine fortlaufende zweidimensionale Kreuzkorrelation der Referenzmessung mit den aktuellen Messwerten erfolgen.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die in diesem Beitrag vorgestellte Sensorik zur Detektion der Tubus-Verschiebung bei der Intubation dient als Basis für weitere Entwicklungsschritte. Für eine gesteigerte Funktionalität sind sowohl die Algorithmen als auch die verwendete Hardware anzupassen und auf die genannte Problemstellung zu optimieren. Neben der Messauswertung an dem Positioniersystem sind Messwerte an einem Beatmungsphantom zu erheben und mit dem vorgeschlagenen Algorithmus auszuwerten. Dabei soll der Einfluss der Atembewegung berücksichtigt werden.

Bei dem vorgeschlagenen Suchverfahren werden aktuell bis zu sieben Parameter innerhalb des iterativen Prozesses optimiert. Durch Symmetrieeigenschaften der Rotationsmatrizen und der Dipol-Gleichung könnte der Parameterumfang verringert werden. Wenn eine Magnetform festgelegt wird, könnte eine Kalibrierung dazu genutzt werden, um den Parameter der Magnetisierung festzulegen.

Für einen späteren Einsatz am Patienten ist die Formgebung des Sensor-Arrays anzupassen und zu optimieren. Bei der dargestellten Positionierung in Abbildung 4 ist der Zugang zum zentralen Bereich des Halses versperrt. Dieser Bereich ist bei zukünftigen Entwicklungen freizuhalten. Durch zwei Sensor-Arrays, die seitlich am Hals mit einer geeigneten Fixierung platziert werden, bleibt der zentrale Zugang frei. Zudem würde die Anordnung aus zwei Sensor-Arrays den Ortungsvorgang unterstützen. Durch Auswertung der Messwerte beider Sensor-Arrays lässt sich der Lösungsraum einschränken und die Mehrdeutigkeit auflösen. Eine optimale Lösung für die Positionierung der beiden Arrays ist Gegenstand weiterer Untersuchungen. Dazu ist

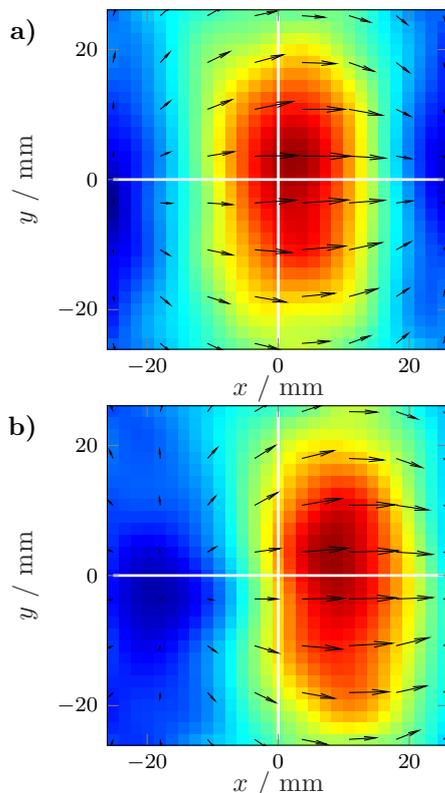


Abb. 10: Spannungen  $U_x$  und  $U_y$  des Arrays als Vektorfeld und Betrag als Heatmap. a) Bei zentraler Position des Magneten und b) bei einer Verschiebung von 12 mm auf der x-Achse.

unter anderem eine entsprechende Fixierung zu konstruieren.

Die Auswertungen am Positioniersystem haben gezeigt, dass die Ortung des Magneten bis zu einem anatomisch ausreichenden Abstand zum Sensor-Array zuverlässig möglich ist. Erste Tests haben dabei gezeigt, dass in günstigen Bereichen mit tolerierbarer Dislokation mit weniger als 3 mm Abweichung zu rechnen ist. Für einen späteren Einsatz in der Anwendung ist die Positionierung des Sensor-Arrays am Patienten ergebnisrelevant. Dabei ist im initialen Zustand darauf zu achten, dass sich der Magnet möglichst unterhalb des Zentrums des Arrays befindet. Dadurch entstehen auf dem Sensor-Array symmetrische Feldverteilungen und gut ausgesteuerte Messwerte.

Der hier eingesetzte Analog-Digital-Umsetzer des Mikrocontrollers weist eine Auflösung von 12 Bit auf. Oberhalb der Auflösungsgrenze ist das Ortungsergebnis nur eingeschränkt zuverlässig. Eine vollständige Extubation führt zu einer massiven Abnahme der Signalstärke der Messwerte, welche als Merkmal für die Alarmierung ausreichend ist.

Für weitere Verbesserungen wird vorgeschlagen, empfindlichere Sensoren [23], Vorverstärker und höher auflösende AD-Umsetzer zu untersuchen. Allerdings führt die höhere Sensitivität zu einem gesteigerten Bedarf an Maßnahmen gegenüber störenden Einflüssen.

Insgesamt hat sich der Ansatz, ein Array mit sehr vielen Sensoren zu verwenden, als besonders geeignet erwiesen. Die vorgestellten Ergebnisse sind erfolgsversprechend und sollten weitere Untersuchungen in Richtung technischer Verbesserung und klinischer Anwendung anregen.

### Literaturnachweis

- [1] L. Berkow, D. Hughes & A. Kanowitz, „Guide to Unplanned Extubation,“ *Crit Care Explor*, 2022.
- [2] R. I. de Groot, O. M. Dekkers et al., „Risk factors and outcomes after unplanned extubations on the ICU: a case-control study,“ *Crit Care*, 2011. DOI: 10.1186/cc9964.
- [3] J. T. Denny, E. Pantin et al., „Self-Extubation in the Surgical Intensive Care Unit and Restraint Policy Change: A Retrospective Study,“ *Open Medicine Journal*, 2014. DOI: 10.2174/1874220301401010010.
- [4] S. A. Mahmood, O. S. Mahmood et al., „Self-Extubation in Patients with Traumatic Head Injury: Determinants, Complications, and Outcomes,“ *Anesth Essays and Resarchers*, 2019. DOI: 10.4103/aer.AER\_92\_19.
- [5] L. Berkow & A. Kanowitz, „COVID-19 Putting Patients at Risk of Unplanned Extubation and Airway Providers at Increased Risk of Contamination,“ *Anesthesia and Analgesia*, 2020. DOI: 10.1213/ANE.0000000000004890.
- [6] A. Higgs, B. A. McGrath et al., „Guidelines for the management of tracheal intubation in critically ill adults,“ *British Journal of Anaesthesia*, 2018. DOI: 10.1016/j.bja.2017.10.021.
- [7] A. de Lassence, C. Alberti et al., „Impact of unplanned extubation and reintubation after weaning on nosocomial pneumonia risk in the intensive care unit: a prospective multicenter study,“ *Anesthesiology*, 2002. DOI: 10.1097/00000542-200207000-00021.
- [8] K. El-Boghdady, D. J. N. Wong et al., „Risks to healthcare workers following tracheal intubation of patients with COVID-19: a prospective international multicentre cohort study,“ *Anaesthesia*, 2020. DOI: 10.1111/anae.15170.
- [9] A. K. Chhina, G. E. Loyd et al., „Frequency and Analysis of Unplanned Extubation in Coronavirus Disease 2019 Patients,“ *Crit Care Explor*, 2020. DOI: 10.1097/CCE.0000000000000291.
- [10] T. Mehm, „Schaltungsentwurf und Mikrocontrollersteuerung für ein TMR Sensor-Array,“ Bachelorthesis, HAW Hamburg, 2019.
- [11] A. M. Franz, T. Haidegger et al., „Electromagnetic Tracking in Medicine—A Review of Technology, Validation, and Applications,“ *IEEE Transactions on Medical Imaging*, 2014. DOI: 10.1109/TMI.2014.2321777.
- [12] TDK Electronics, „TAS2143-AAAA – TMR Angle Sensor,“ Datenblatt, [www.tdk.com](http://www.tdk.com), 2019.
- [13] T. Schüthe, A. Albounyan & K. Riemschneider, „Two-Dimensional Characterization and Simplified Simulation Procedure for TMR Angle Sensors,“ in *IEEE SAS*, 2019. DOI: 10.1109/SAS.2019.8706125.
- [14] Texas Instruments, „TM4C1294NCPDT ARM-Cortex-M4F MCU,“ Datenblatt, [www.ti.com](http://www.ti.com), 2014.
- [15] R. Tailleux, I. Bathory et al., „Endotracheal tube displacement during head and neck movements. Observational clinical trial,“ *Journal of Clinical Anesthesia*, 2020. DOI: 10.1016/j.jclinane.2015.12.043.
- [16] M. Kochenderfer, *Algorithms for optimization*. Cambridge, Massachusetts: The MIT Press, 2019, ISBN: 0262039427.
- [17] A. Tarantola, *Inverse Problem Theory and Methods for Model Parameter Estimation* (Other titles in applied mathematics). Society for Industrial & Applied Mathematics, 2005, ISBN: 9780898715729.
- [18] D. Cichon, „Robuste Lokalisierung magnetischer Quellen mithilfe integrierter 3D-Hall-Sensor-Anordnungen,“ Dissertation, 2020.
- [19] Y. Higuchi, T. Nara & S. Ando, „Complete Set of Partial Differential Equations for Direct Localization of a Magnetic Dipole,“ *IEEE Transactions on Magnetics*, 2016. DOI: 10.1109/TMAG.2015.2512536.
- [20] Z. Sun, S. Foong et al., „Design and analysis of a compliant non-invasive real-time localization system for nasogastric intubation,“ in *IEEE/ASME*, 2014. DOI: 10.1109/AIM.2014.6878226.
- [21] G. Grosche, V. Ziegler & D. Ziegler, *Springer-Taschenbuch der Mathematik 3. Auflage*, E. Zeidler, Hrsg. Springer Vieweg, 2012, ISBN: 978-3-8351-0123-4.
- [22] B. Jähne, *Digitale Bildverarbeitung*. Springer Verlag, 2012, ISBN: 978-3-642-04951-4.
- [23] MultiDimension Technology, „TMR2901 – Ultra High Sensitivity TMR Linear Sensor,“ Datenblatt, [www.dowaytech.com/en](http://www.dowaytech.com/en), 2019.

# Magnetically Enhanced Ultrasound Strain Elastography to Visualize Magnetic Nanoparticles

*Christian Marinus Huber<sup>1,2</sup>, Melina Sophie Müller<sup>2</sup>, Helmut Ermert<sup>1</sup>, Christian Heim<sup>3</sup>,  
Stefan J. Rupitsch<sup>3</sup>, Ingrid Ullmann<sup>2</sup> and Stefan Lyer<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Department of Otorhinolaryngology, Head and Neck Surgery, Section of Experimental Oncology and Nanomedicine (SEON), Professorship for AI-Controlled Nanomaterials (KINAM), Universitätsklinikum Erlangen, Germany*

<sup>2</sup>*Institute of Microwaves and Photonics (LHFT), Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg*

<sup>3</sup>*Department of Microsystems Engineering (IMTEK), Laboratory for Electrical Instrumentation and Embedded Systems, University of Freiburg*

*{Christian.Huber; Stefan.Lyer}@uk-erlangen.de, {Melina.Müller; Helmut.Ermert; Ingrid.Ullmann}@fau.de, {Christian.Heim; Stefan.Rupitsch}@imtek.uni-freiburg.de*

## Abstract

This study explores the potential of Magnetically enhanced Ultrasound Strain Elastography (MUSE) for visualizing the distribution of magnetic nanoparticles (MNPs) employed in magnetic drug targeting (MDT). MDT leverages MNPs as drug carriers, accumulated by an external magnetic field at the target site, typically a tumor. The localized accumulation of these particles alters the effective elastic properties of the tissue, potentially enabling visualization through ultrasound strain imaging, which maps local variations in elasticity. However, a direct link between MNPs and regions of increased stiffness has yet to be established. This work proposes MUSE as a solution, utilizing an external magnetic field to manipulate MNP distribution and consequently, tissue elasticity. The feasibility of MUSE was assessed using a polyvinyl alcohol ultrasound phantom containing an MNP inclusion. The results demonstrated successful mapping of the inclusion using the proposed method.

**Keywords:** Medical Technology, Ultrasound Imaging, Cancer Therapy, Magnetic Nanoparticles, Magnetic Drug Targeting

## 1. Introduction

Cancer is one of the leading causes of mortality worldwide, ranking second only to heart diseases [1]. The standard treatment options typically include radiation therapy, hyperthermia, surgical removal, or chemotherapy. In chemotherapy, therapeutic agents are administered systemically, affecting the entire body, which can result in damage to healthy cells and overall health deterioration.

A promising approach to mitigate these side effects is localized chemotherapy using magnetic nanoparticles (MNPs), known as Magnetic Drug Targeting (MDT) [2]. In MDT, chemotherapeutic agents are bound to nanoscale magnetic particles and accumulated at the tumor site using an external magnetic field. This method has shown considerable advantages over traditional systemic approaches [3]. Nevertheless, further advancements are crucial to unlock its full potential. Key areas for improvement in MDT include:

- **Accumulation process:** Optimizing the process by which MNPs are guided to the target site remains crucial. While current

methods utilize external magnetic fields, ultrasound technology [4] and improved magnet designs [5] hold promise for further refinements.

- **Local drug release:** Efficient and localized release of the therapeutic payload specifically at the tumor site is critical for maximizing therapeutic benefit. Ultrasound-mediated cavitation offers a promising strategy for achieving this [6, 7].
- **Therapy monitoring:** Accurately detecting and mapping the spatial distribution of MNPs is essential for optimizing drug dosage, ensuring complete tumor eradication, and preventing potential side effects. This study focuses on developing a novel method for effective therapy monitoring.

Traditional imaging techniques, such as magnetic resonance imaging [8] and magnetic particle imaging [9], are not ideal for monitoring MDT due to interference from the external magnetic field and logistical challenges in

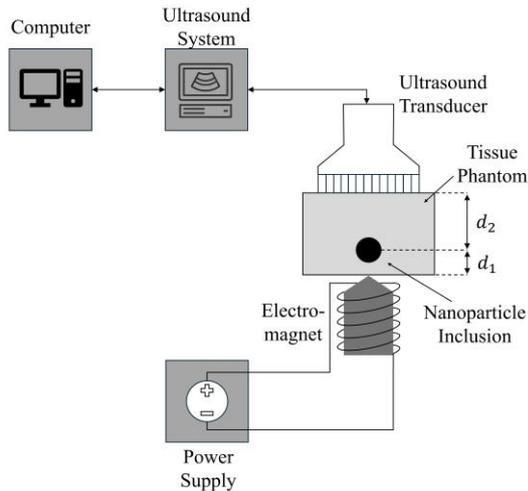


Fig. 1: Measurement setup used for magnetically enhanced ultrasound elastography.

accommodating the therapy setup within these imaging devices.

In contrast, ultrasound-based methods offer effective and cost-efficient alternatives, such as magnetomotive ultrasound (MMUS) [10, 11], photoacoustic imaging [12] or ultrasound strain elastography (USE) [13].

USE holds advantages compared to other ultrasound-based methods, as it is a real-time modality and is already widely integrated into modern clinical ultrasound systems. This technique maps the mechanical properties of biological tissues [14]. Our previous study demonstrated a potential link between regions of increased stiffness and MNP presence [13].

A crucial challenge remains in verifying whether these stiffer regions definitively correspond to MNP distributions. To address this, we propose a novel approach – magnetically enhanced ultrasound strain elastography (MUSE).

MUSE leverages the inherent magnetic properties of MNPs by utilizing the static magnetic field already present during MDT therapy. This technique establishes a clear correlation between observed stiff areas and the actual distribution of MNPs. Notably, MUSE remains effective even in scenarios where conventional USE fails to detect any stiffness variations, offering a robust and reliable method for therapy monitoring in MDT.

## 2. Methods and Materials

The setup illustrated in Fig. 1 was utilized to assess the effectiveness of MUSE in visualizing MNPs. A computer gathered data from the ultrasound system (Verasonics Vantage 64 LE), linked to a linear array transducer (L11-5v, Verasonics). This transducer features a center frequency of 7.6 MHz, a relative bandwidth of

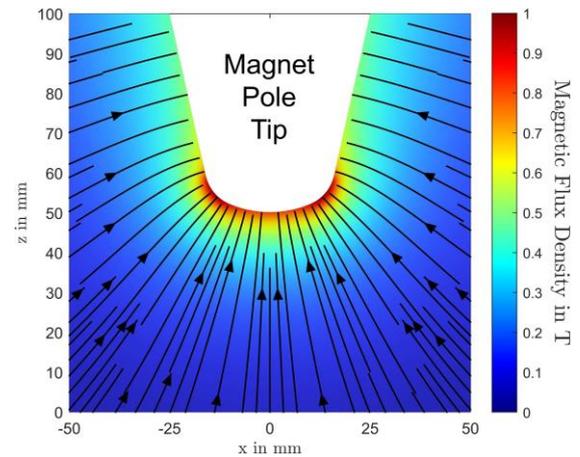


Fig. 2: Simulated magnetic flux density field of the MDT-electromagnet used in this contribution. The arrow lines mark the direction of the magnetic flux density gradient.

77 %, and an element pitch of 0.3 mm. Positioned above the ultrasound phantom, the transducer was mounted on a mechanical linear unit for precise control of the compression level during ultrasound strain imaging. Beneath the ultrasound phantom, an MDT-electromagnet was positioned [3, 15]. The electromagnet was powered by a DC power supply, which could be switched between a DC current of 70 A (representing the "Magnet on" state) and no current (representing the "Magnet off" state) for the measurements. Fig. 2 displays a simulation (COMSOL Multiphysics) illustrating the magnetic flux density field of the MDT-electromagnet at 70 A coil current. Within this simulation, the maximum field strength reaches approximately 1 T, directly at the tip of the magnetic pole. The magnetic force is proportional to the magnetic gradient field, which is depicted through a series of arrow lines in Fig. 2, providing a visual representation of the magnetic force.

### 2.1 Tissue mimicking ultrasound phantom

The tissue-mimicking ultrasound phantom was created using polyvinyl alcohol (PVA) powder (Kuraray, elvanol 71-30), dextran magnetic nanoparticle suspension, graphite scatterer (ProGraphiteShop, spherical Graphite, size  $\sim 10 \mu\text{m}$ ), and ultra-pure water. The phantom adopted a cubic shape (outer phantom) with dimensions of  $(x, y, z) = (50 \text{ mm}, 25 \text{ mm}, 50 \text{ mm})$ . A cylindrical inclusion (inner phantom), either containing MNPs or devoid of them, spanned the entire depth (25 mm) with a diameter of 10 mm. As depicted in Fig. 1, the phantom was positioned below the ultrasound

transducer, with  $d_2 = 35$  mm and  $d_1 = 15$  mm. Two different phantoms were created for the measurements, with one containing MNPs and the other serving as a control phantom without MNPs. This ensured that any discrepancies in stiffness were not due to the construction process. The measurement process (which is described in Section 2.3 *Ultrasound Strain Elastography* and illustrated in Tab. 1) was repeated three times, each with newly constructed phantoms, which resulted in a total of six phantoms. The construction method, adapted from [16], began with the outer ultrasound phantom. A mixture of 10 wt% PVA powder, 1 wt% graphite, and 94 wt% ultra-pure water was heated to 80 °C with continuous stirring. This mixture was then poured into a cubic mold with a cylindrical recess and placed in a vacuum chamber to remove any potential air inclusions. Two such outer ultrasound phantoms were created at the same time using this process.

After this, the inner inclusion was constructed, following similar steps. One inclusion was prepared using the same ingredients as the outer phantom, while a second one incorporated 5 (mg Fe)/mL of MNPs. This mixture consisted of 10 wt% PVA, 1 wt% graphite, and 94 wt% MNPs fluid, following the same subsequent steps. These mixtures were then filled into a cylindrical mold, that had the same dimensions as the recess in the outer mold. The outer and inner molds with the respective mixture were then placed in a freezer at -18 °C for 12 hours, which froze the mixtures. Afterwards, they thawed at room temperature for 12 hours. Subsequently, the inner part was placed in the recess of the outer phantom. This freeze-thaw process was repeated once, for a total of two freeze-thaw cycles.

## 2.2 Magnetic Nanoparticles

The dextran-coated superparamagnetic iron oxide nanoparticles (Dex-SPIOs) employed in this study were produced and characterized by the Section of Experimental Oncology and Nanomedicine (SEON) at the University Hospital Erlangen [17]. These nanoparticles are versatile, finding applications as contrast agents in magnetic resonance imaging as well as in MDT. They exhibit an average hydrodynamic size of 20 nm. Their stock solution contains an iron content of 12 (mg Fe)/mL, which was diluted to 5 (mg Fe)/mL for the experiments.

## 2.3 Ultrasound Strain Elastography

USE maps the stiffness or elasticity of the imaged region of interest. Usually, USE images are generated by using an ultrasound transducer to measure biological tissue. Here, two sets of radiofrequency (RF) ultrasound datasets

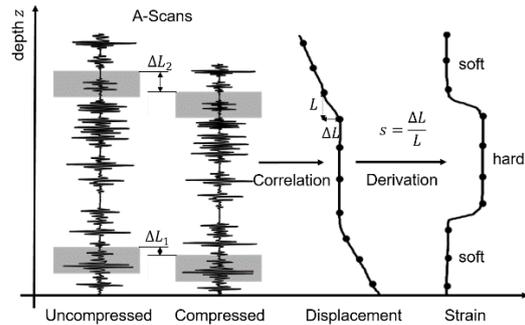


Fig. 3: Computing the strain rate with uncompressed and compressed radio-frequency data.

are captured under two different levels of mechanical compression. This mechanical compression can be either induced by pressing down the ultrasound transducer or through naturally occurring internal movements, such as vascular flow or breathing. In the case of phantom studies, no naturally occurring movements are induced, so mechanical compression using the ultrasound transducer was utilized.

The induced tissue displacement was then tracked between pairs of RF data before and after compression using 1D-correlation along the axial dimension, as illustrated in Fig. 3. For estimating the axial displacement  $u$ , two axial (in  $z$ ) segments of RF data are defined as:

$$r_1(n+k) = r_{RF}(x_i, z_{n+k}, t_1) \quad (1)$$

and

$$r_2(n+k) = r_{RF}(x_i, z_{n+k}, t_2), \quad (2)$$

where  $r_1$  is an axial segment of an RF line before compression ( $t_1$ ), and  $r_2$  is a segment after compression ( $t_2$ ).  $x_i$  represents the lateral position, while  $z_{n+k}$  denotes the central axial position, with  $N/2$  neighbors above and below.  $k$  is the current axial pixel under consideration for displacement computation and  $n$  is a counter variable.

The normalized cross-correlation (NCC) between RF frames  $r_1$  and  $r_2$ ,

$$c_k(u) = \frac{\sum_{n=-N/2}^{N/2} R_1 \cdot R_2}{\sqrt{\sum_{n=-N/2}^{N/2} R_1^2 \cdot \sum_{n=-N/2}^{N/2} R_2^2}} \quad (3)$$

is scaled by their respective standard deviation [18]. In equation (3), the formulation  $R_1 = r_1(n+k)$  and  $R_2 = r_2(n+k-u)$  are used. The necessary displacement for the maximum of the NCC function in equation (3) is the estimated displacement:

Tab. 1: Measurement scenarios used for magnetically enhanced ultrasound strain elastography. With two axial transducer positions (Trans 1 and Trans 2) and electromagnet powered on (Mag. On) or powered off (Mag. Off).

|    |       | Trans 1 | Trans 2 | Mag. On | Mag. Off |
|----|-------|---------|---------|---------|----------|
| A. | $r_1$ |         |         |         |          |
|    | $r_2$ |         |         |         |          |
| B. | $r_1$ |         |         |         |          |
|    | $r_2$ |         |         |         |          |
| C. | $r_1$ |         |         |         |          |
|    | $r_2$ |         |         |         |          |
| D. | $r_1$ |         |         |         |          |
|    | $r_2$ |         |         |         |          |

$$\hat{u}_k = \underset{u}{\operatorname{argmax}}\{c_k(u)\}. \quad (4)$$

Using this displacement, the relative strain rate

$$s_k = \frac{\hat{u}_k}{L} \quad (5)$$

can be computed, where  $L$  is the axial pixel size. USE allows only for the calculation of relative values, indicating that in resulting images, only variations in tissue stiffness, such as softer or harder regions, can be visualized (see Fig. 3). As a result, the strain values within each image are normalized to a range of 0 to 1 in this contribution. 0 indicates hard regions while 1 indicates soft regions.

In the case of magnetic nanoparticle imaging, other compression methods are viable. Alongside the compression induced by the ultrasound transducer, the magnetic force capable of displacing tissue perfused with MNPs can be utilized. This study examined the following mechanical influences and their combinations, as clearly in Tab. 1:

- A. **Transducer compression:** For  $r_1$ , the magnet was turned off and transducer was in its default position. For  $r_2$ , the magnet was turned off and the transducer applies compression.
- B. **Magnetically stiffening tissue in combination with transducer compression:** For  $r_1$ , the magnet was turned on and the transducer was in its default position. For  $r_2$ , the magnet was turned on and transducer applied compression.
- C. **Magnetic compression:** For  $r_1$ , the magnet was turned on and the transducer was in its default position. For  $r_2$ ,

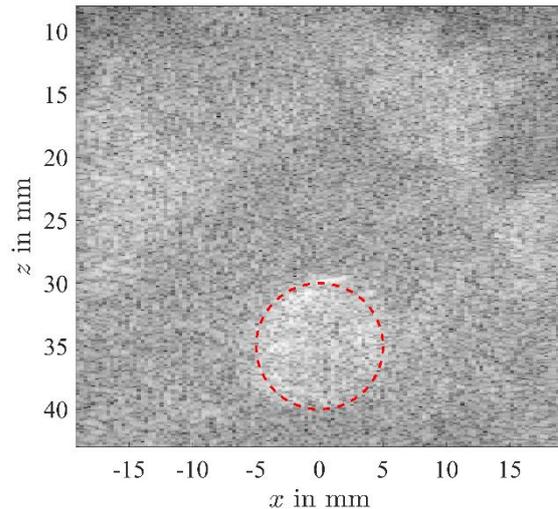


Fig. 4: Ultrasound B-mode image of a polyvinyl alcohol ultrasound phantom containing an inclusion of magnetic nanoparticles (marked as red dashed circle).

the magnet was turned off and the transducer was in its default position.

- D. **Transducer and magnetic compression:** For  $r_1$ , the magnet was turned on and the transducer was in its default position. For  $r_2$ , the magnet was turned off and the transducer applied compression.

### 3. Results and Discussion

To assess the effectiveness of magnetically enhanced ultrasound strain elastography, ultrasound phantoms were constructed and subjected to sonographic measurements. Fig. 4 displays an ultrasound B-mode image of a phantom containing an inclusion of MNPs, indicated by a dashed red circle. Notably, the nanoparticle inclusion is not directly visible in the B-mode image without prior knowledge of its position.

For the elastographic assessments, a control phantom was fabricated to identify any potential errors in construction that might result in changes in stiffness. It was observed that even minor discrepancies in weighing the ingredients could significantly impact the resulting inclusion. Therefore, attention is required during the construction of such phantoms.

Among the repeated measurements of various control phantoms, no discernible changes in the resulting elastogram at 500  $\mu\text{m}$  (1 % strain) were visible. At lower compression levels of 100  $\mu\text{m}$  (0.2 % strain) areas of increased stiffness in the region of the inclusion occurred (although not in the same order as with MNPs). Fig. 5 demonstrates elastographic imaging of a control phantom at 0.2 % and 1 % strain. These

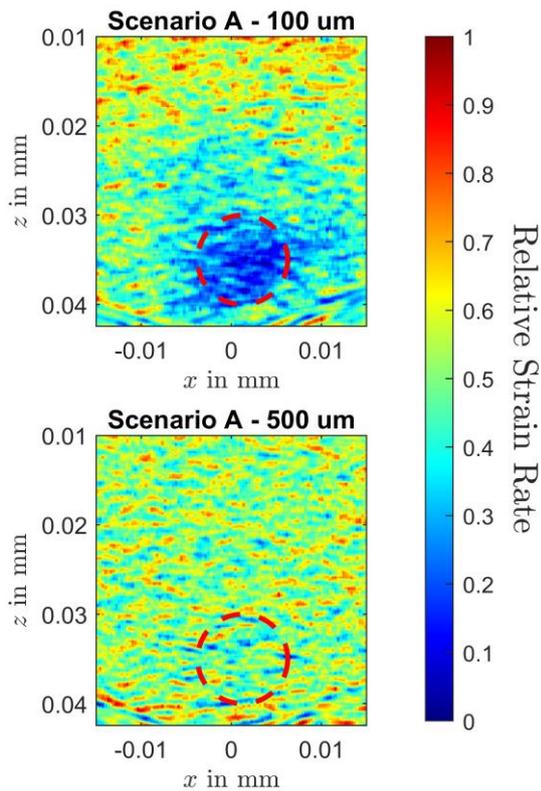


Fig. 5: *Elastogram of control ultrasound phantom undergoing the same fabrication steps as the phantoms with magnetic nanoparticles, but with the same materials inside and outside.*

results underscore the importance of precision in phantom construction and the difficulties of ultrasound strain imaging evaluation with MNPs.

In Fig. 6, the results from all measurement scenarios for PVA ultrasound phantoms with MNP inclusions are presented, with a transducer compression of 500  $\mu\text{m}$ , corresponding to 1 % strain. In scenarios A, B, and D, similar elastographic images are depicted, while scenario C yields the clearest results. Scenario B and D have a slightly higher background contrast compared to Scenario A. Scenario C bears resemblance to magnetomotive ultrasound, wherein only the displacement of MNPs and surrounding tissue is induced, establishing a direct correlation with the MNP inclusion.

Scenarios C and D prove useful when limited compression is feasible, as magnetic displacement alone suffices for imaging purposes. Conversely, in a body with larger natural movements due to factors such as breathing, higher compression levels would naturally occur. Fig. 7 illustrates the results for higher compression level at 1000  $\mu\text{m}$  (2 % strain) for scenario A and B. The elastogram using scenario A depicts no distinguishable difference between inclusion and surrounding phantom material. Scenario B

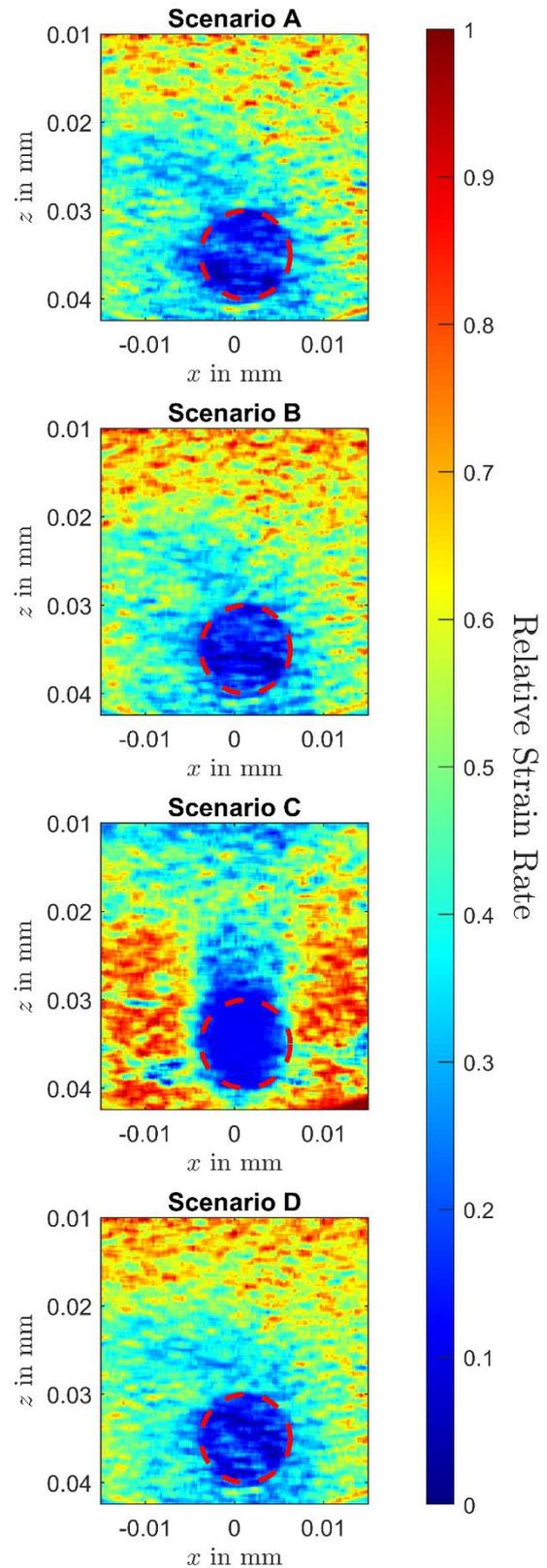


Fig. 6: *Elastographic images of all measurement scenarios for a polyvinyl alcohol ultrasound phantom with an inclusion of magnetic nanoparticle and a transducer compression of 500  $\mu\text{m}$  (1 % strain).*

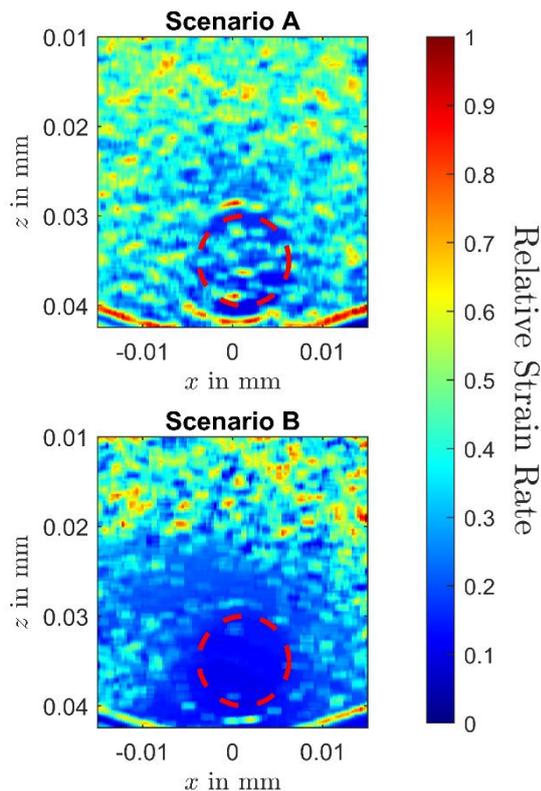


Fig. 7: Elastographic images of polyvinyl alcohol phantom with magnetic nanoparticle inclusion for scenario A and B with high compression of 1000  $\mu\text{m}$  (2% strain).

still demonstrates increased stiffness in the inclusion area, whereas not as clearly as with 1 % strain. MUSE possesses the ability to map larger areas of compression, as standard USE. This enhanced robustness for higher compressions is attributed to the magnetically induced increase in stiffness within the tissue perfused with MNPs.

These findings suggest that conventional USE can indeed visualize MNP distributions, but with the assistance of an MDT electromagnet, the imaging capabilities can be enhanced.

#### 4. Conclusion

This study introduced a novel approach for mapping MNP distributions using a combination of USE and the magnetic force generated by an electromagnet used in MDT. This technique, termed “Magnetically Enhanced Ultrasound Strain Elastography” (MUSE), aims to augment the imaging capabilities of standard USE specifically for MNPs. The efficacy of MUSE was evaluated using two different ultrasound PVA phantoms, with measurements repeated three times using newly constructed phantoms.

One phantom served as a control, revealing

areas of increased stiffness, but only at low compression levels. In contrast, the ultrasound phantoms containing MNP inclusions exhibited heightened stiffness. Under typical compression levels of 1 %, MUSE exhibits slightly improved imaging quality compared to conventional USE. At greater compression levels, the presence of the MNP inclusion remained detectable with MUSE, while USE failed. This suggests potential utility in scenarios involving naturally occurring movements.

Moreover, a technique similar to magnetomotive ultrasound could be employed at lower or negligible compression levels to establish a direct correlation with MNP distributions.

Future investigations should aim to explore the application of this method across varied elastic environments to better understand its limitations. Adjustments to the measurement setup are necessary, aligning the electromagnet on the same side as the ultrasound transducer to reflect practical scenarios. Moreover, animal studies should be conducted to further validate the efficacy and potential clinical utility of MUSE.

#### Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge the financial support of the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) - project number 452821018.

#### References

- [1] Sung, H., Ferlay, J., Siegel, R. L., Laversanne, M., Soerjomataram, I., Jemal, A., & Bray, F. (2021). Global cancer statistics 2020: GLOBOCAN estimates of incidence and mortality worldwide for 36 cancers in 185 countries. *CA: a cancer journal for clinicians*, 71(3), 209-249; doi: 10.3322/caac.21660.
- [2] Lübke, A. S., Alexiou, C., & Bergemann, C. (2001). Clinical applications of magnetic drug targeting. *Journal of Surgical Research*, 95(2), 200-206; doi: 10.1006/jsre.2000.6030.
- [3] Tietze, R., Lyer, S., Dürr, S., Struffert, T., Engelhorn, T., Schwarz, M., Eckert, E., Göen, T., Vasylyev, S., Peukert, W., Wiekhorst, F., Trahms, L., Dörfler, A., & Alexiou, C. (2013). Efficient drug-delivery using magnetic nanoparticles—biodistribution and therapeutic effects in tumour bearing rabbits. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 9(7), 961-971; doi: 10.1016/j.nano.2013.05.001.
- [4] George, B., Fink, M., Ermert, H., Rupitsch, S. J., Lyer, S., & Alexiou, C. (2019). Guiding and accumulation of magnetic nanoparticles employing high intensity focused ultrasound for drug targeting applications. *Current Directions in Biomedical Engineering*, 5(1), 589-592; doi: 10.1515/cdbme-2019-0148.
- [5] Thalmayer, A. S., Götz, K., & Fischer, G. (2024). How the Magnetization Angle of a Linear Halbach Array Influences Particle Steering in Magnetic Drug Targeting—A Systematic

- Evaluation and Optimization. *Symmetry*, 16(2), 148; doi: 10.3390/sym16020148.
- [6] Paris, J. L., Mannaris, C., Cabañas, M. V., Carlisle, R., Manzano, M., Vallet-Regí, M., & Cousios, C. C. (2018). Ultrasound-mediated cavitation-enhanced extravasation of mesoporous silica nanoparticles for controlled-release drug delivery. *Chemical Engineering Journal*, 340, 2-8; doi: 10.1016/j.cej.2017.12.051.
- [7] Huber, C., George, B., Rupitsch, S. J., Ermert, H., Ullmann, I., Vossiek, M., & Lyer, S. (2022, September). Ultrasound-Mediated Cavitation of Magnetic Nanoparticles for Drug Delivery Applications. In *Current Directions in Biomedical Engineering* (Vol. 8, No. 2, pp. 568-571). De Gruyter; doi: 10.1515/cdbme-2022-1145
- [8] Avasthi, A., Caro, C., Pozo-Torres, E., Leal, M. P., & García-Martín, M. L. (2020). Magnetic nanoparticles as MRI contrast agents. *Surface-modified Nanobiomaterials for Electrochemical and Biomedicine Applications*, 49-91; doi: 10.1007/978-3-030-55502-3\_3
- [9] Borgert, J., Schmidt, J. D., Schmale, I., Rahmer, J., Bontus, C., Gleich, B., ... & Barkhausen, J. (2012). Fundamentals and applications of magnetic particle imaging. *Journal of cardiovascular computed tomography*, 6(3), 149-153; doi: 10.1016/j.jcct.2012.04.007
- [10] Oh, J., Feldman, M. D., Kim, J., Condit, C., Emelianov, S., & Milner, T. E. (2006). Detection of magnetic nanoparticles in tissue using magneto-motive ultrasound. *Nanotechnology*, 17(16), 4183; doi: 10.1088/0957-4484/17/16/031
- [11] Fink, M., Rupitsch, S. J., Lyer, S., & Ermert, H. (2021). Quantitative determination of local density of iron oxide nanoparticles used for drug targeting employing inverse magnetomotive ultrasound. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 68(7), 2482-2495; doi: 10.1109/TUFFC.2021.3068791
- [12] Uliana, J. H., Sampaio, D. R. T., Carneiro, A. A. O., & Pavan, T. Z. (2018). Photoacoustic-based thermal image formation and optimization using an evolutionary genetic algorithm. *Research on Biomedical Engineering*, 34, 147-156; doi: 10.1590/2446-4740.00218
- [13] Huber, CM., El Aawar, K., Ermert, H., Ullmann, I., & Lyer, S. (2023, May). Visualization of Magnetic Nanoparticles by Ultrasound Strain Imaging. In *Proceedings of the SMSI 2023 Conference – Sensor and Measurement Science International*, pp. 344-345; doi: 10.5162/SMSI2023/P33
- [14] Ophir, J., Cespedes, I., Ponnekanti, H., Yazdi, Y., & Li, X. (1991). Elastography: a quantitative method for imaging the elasticity of biological tissues. *Ultrasonic imaging*, 13(2), 111-134; doi: 10.1177/016173469101300201
- [15] Alexiou, C., Diehl, D., Henninger, P., Iro, H., Rockelein, R., Schmidt, W., & Weber, H. (2006). A high field gradient magnet for magnetic drug targeting. *IEEE Transactions on applied superconductivity*, 16(2), 1527-1530; doi: 10.1109/TASC.2005.864457
- [16] Fromageau, J., Gennisson, J. L., Schmitt, C., Maurice, R. L., Mongrain, R., & Cloutier, G. (2007). Estimation of polyvinyl alcohol cryogel mechanical properties with four ultrasound elastography methods and comparison with gold standard testings. *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, 54(3), 498-509; doi: 10.1109/TUFFC.2007.273.
- [17] Unterweger, H., Tietze, R., Janko, C., Zaloga, J., Lyer, S., Dürr, S., Taccardi, N., Goudrouri, QM., Hoppe, A., Eberbeck, D., Schuber, DW., Boccaccini, AR., & Alexiou, C. (2014). Development and characterization of magnetic iron oxide nanoparticles with a cisplatin-bearing polymer coating for targeted drug delivery. *International journal of nanomedicine*, 3659-3676; doi: 10.2147/IJN.S63433
- [18] Foster, S. G., Embree, P. M., & O'Brien, W. D. (1990). Flow velocity profile via time-domain correlation: Error analysis and computer simulation. *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, 37(3), 164-175; doi: 10.1109/58.55306

# Druckmessstrumpf zur Prävention und Therapieunterstützung bei diabetischen Fußulzera

*Dr. Bernhard Brunner<sup>1</sup>, Dr. Gottfried Betz<sup>2</sup>, Manfred Fischer<sup>2</sup>, Norman Pfeiffer<sup>3</sup>, Prof. Dr. Stefan Sesselmann<sup>4</sup>,*

*<sup>1</sup> Fraunhofer ISC, Neunerplatz 2, D-97082 Würzburg*

*<sup>2</sup> Strick Zella GmbH & Co.KG, Aue 15, D-37351 Dingelstädt OT Zella*

*<sup>3</sup> Fraunhofer Institut für Integrierte Schaltungen IIS, Am Wolfsmantel 33, D-91058 Erlangen*

*<sup>4</sup> Technische Hochschule für angewandte Wissenschaften Würzburg-Schweinfurt THWS, Südwestpark 37 – 41, D- 90449 Nürnberg*

## Zusammenfassung

Rund 8 Millionen Menschen in Deutschland leiden an Typ-2-Diabetes. Zu den Folge- und Begleiterkrankungen zählt unter anderem das diabetische Fußsyndrom, das derzeit 250.000 Patienten betrifft. Therapie- und Präventionsmaßnahmen sollen das Entstehungsrisiko von Fußwunden (Ulzera) reduzieren. Hierzu gehören unter anderem die Erkennung von erhöhten Druckwerten im gesamten Fußbereich.

Mit einem Druckmessstrumpf können kontinuierlich Druckbelastungen bei Aktivitäten des täglichen Lebens aufgezeichnet werden. Wichtig dabei sind die Verwendung von hautfreundlichen, wärme- und feuchtigkeitsregulierenden Textilien mit sehr dünnen und weichen Sensoren, die keine Druckstellen erzeugen und einen sehr hohen An- / Auszieh- und Tragekomfort gewährleisten. Für die tägliche Reinigung sollten Maschinenwäschen möglich sein. Und die Herstellungskosten müssen niedrig sein. Der vorgestellte Lösungsansatz besteht in der Anwendung von dünnen (1 mm) kapazitiven dielektrischen Elastomer-Drucksensoren auf der Basis von hautverträglichen Siliconen, die an beliebigen Positionen auf dem Strumpf aus smarterer Wolle (SMOOLS) geklebt werden. Die Signalkabel werden bei der Strumpfpfherstellung elastisch eingestrickt und werden an eine abnehmbare Funk-elektronik am Strumpfbende angesteckt. Die Messdaten von bis zu 16 Drucksensoren am gesamten Fuß können somit drahtlos an ein mobiles Empfangsgerät (z. B. Smartphone) gesendet werden und Patienten über zu hohe Druckbelastungen warnen und behandelnde Ärzte informieren.

## Keywords:

Diabetisches Fußsyndrom, Druckmessung, Textilintegration, Prävention

## Einleitung

In Deutschland leben rund 8 Millionen Typ-2-Diabetiker und die Zahl wird Prognosen nach bis 2040 auf etwa 11,5 Millionen ansteigen [1]. Zu den Folge- und Begleiterkrankungen des Diabetes zählt auch das diabetische Fußsyndrom. In der Regel tragen mehrere Risikofaktoren, wie Mikrotraumata, periphere arterielle Verschlusskrankheiten und/oder diabetische periphere Polyneuropathien zur Entwicklung des diabetischen Fußsyndroms bei [2]. Je nach Schweregrad treten Fußdeformitäten, Geschwüre (Ulzera) oder das Absterben von Gewebe (Nekrosen) von Teilen oder gar des gesamten Fußes auf. Amputationen sind dann unvermeidlich. Der Charcot-Fuß mit unbemerkten Knochenbrüchen gilt als eine besonders schwere Variante des diabetischen Fußsyndroms mit zahlreichen kumulierten akuten

und chronischen Veränderungen des Fußes insgesamt [3, 4].

Die Kombination aus schlecht verheilenden Wunden und das stark reduzierte Schmerzempfinden machen die anfängliche Diagnose und die Behandlung schwierig. Multidisziplinäre Therapie- und Präventionsmaßnahmen sollen das Risiko von Amputationen und die Entstehung von Fußulzera im Zusammenhang mit dem diabetischen Fußsyndrom reduzieren. Risiken wie eine veränderte Biomechanik, erhöhte Druckwerte im Fußbereich und eine unzureichende Blutzuckereinstellung müssen frühzeitig erkannt und behandelt werden [5].

## Stand der Technik

Die Druckwerte an der Fußsohle (plantar) können durch Druckmess-Einlagesohlen und Druckmessplatten in Kliniken oder orthopädischen Fachgeschäften erfasst werden. Diese

Pedobarographie mit einer Druckmessplatte zeichnet sich durch eine sehr gute Ortsauflösung von 3–4 Sensoren/cm<sup>2</sup> aus [6, 7]. Allerdings sind Druckmessplatten sehr teuer und nur für den stationären Gebrauch ausgelegt.

Druckmess-Schuhleinlagen bilden die Druckbelastung der Fußsohle auch im Schuh ab und sind damit näher am Alltag der Patienten [6, 7]. 100 bis 240 Sensoren je Sohle erfassen die Druckverteilung beim Stehen, Gehen oder Laufen. Eine umfangreiche Software erlaubt den Orthopäden eine detaillierte Auswertung von Druckverläufen und Druckspitzen.

Die medizinische Kontrolle der Fußsohlendruckwerte erfolgt in größeren zeitlichen Abständen. Eine kontinuierliche Überwachung ist aus Kosten und Kapazitätsgründen nicht möglich. Die Kosten für diese Messsysteme liegen im Bereich von 1.200–10.000 Euro.

Die einzige auf dem Markt befindliche Druckmesssocke bietet das US-Unternehmen Sensoria Inc. [8] für ca. 400 Euro an. Sie enthält neben Lagesensoren zur Messung der Fußbewegung drei Drucksensoren nur an der Fußsohle.

#### **Anforderungen an den Druckmessstrumpf**

Die Behandlung von Patienten mit beginnendem oder bereits ausgeprägtem diabetischen Fußsyndrom erfolgt üblicherweise durch die Anpassung von Schuhen und Schuhleinlagen zur Reduzierung von lokalen Druckspitzen. Wunden werden durch Podologen regelmäßig versorgt, was zu einem hohen Aufwand führt.

Um die Prävention und Therapie und damit die Lebensqualität von Patienten mit diabetischem Fußsyndrom zu verbessern, ist eine kontinuierliche Druckverteilungsmessung am gesamten Fuß erforderlich. Dabei muss aber auch der textile Träger einige besonders wichtige Eigenschaften wie die Thermoregulation und antibakterielle Wirkung sowie gute Anpassung an die Fußform erfüllen. Mit einem Lyocell (SMOOLS) Elasthan Garn kann durch die strick-technische Herstellung (Plattierung) eine einstellbare hohe Elastizität erreicht werden.

Elastische Sensoren können der lokalen Dehnung folgen. Sie erhöhen somit den Tragekomfort und sind unter der hohen mechanischen Dehnung beim An- und Ausziehen robust. Um keine zusätzlichen Druckbelastungen zu schaffen, müssen die Sensoren sehr dünn (unter 1 mm) und weich sein. Hierfür bieten sich hautverträglich getestete Silicone an, die die Basis für dielektrische Elastomer-sensoren (DES) bilden.

Die Messsignalleitungen sollen ebenfalls eine hohe Dehnbarkeit mitbringen, nicht zusätzlich

auftragen und waschbeständig sein. Isolierte dünne (0,3 mm) Kupferleitungen mit hoher elektrischer Leitfähigkeit eignen sich dafür, müssen aber im Textil so eingearbeitet sein, dass sie dauerhaft elastisch verlegt sind. Während des Strickprozesses können sie maschenbildend direkt in den Strumpf integriert werden.

Die Position und Größe der Sensoren sollten individuell an den Patienten angepasst werden können. Die Signalleitungen müssen entsprechend auch anpassbar sein, was durch eine Umprogrammierung der Fadenführung im Strickprozess möglich ist.

Die Erfassung weiterer Messparameter wie Temperatur und Feuchtigkeit zur Überwachung von Entzündungsvorgängen von Wunden wären wünschenswert.

Die einfache Nutzung des Messstrumpfes erfordert ein einfaches Abnehmen der Funkelektronik vor dem Waschen und ein einfaches Aufladen für den Akkubetrieb von einem Tag. Eine Software-App zur Anzeige und Warnung der Patienten vor Fehlbelastungen sollte einfach gehalten sein. Eine Speicherung von Langzeitdaten im Hintergrund sollte für die behandelnden Ärzte zur Unterstützung der Therapie dienen.

Die Herstellungskosten sollten im Bereich von 100 Euro liegen, um eine Kostenübernahme durch die Krankenkassen oder Selbstzahler zu ermöglichen. Die Versorgung und Betreuung der Patienten vor Ort sollte über orthopädische Fachgeschäfte oder Sanitätshäuser vor Ort erfolgen können.

Die kontinuierliche Druckmessung könnte die Behandlung von Patienten mit diabetischem Fußsyndrom zukünftig deutlich voranbringen, da der Versorgungsaufwand und die Behandlungskosten reduziert werden können.

#### **Umsetzung**

Die Entwicklung der intelligenten Druckmessstrümpfe erstreckt sich über einen langen Zeitraum [9], [10]. Abbildung 1 zeigt die erste Ausführung mit 40 einzelnen Drucksensoren mit einer Größe von 10 x 10 mm<sup>2</sup>. Die Signalleitungen waren nicht isolierte dehnbare leitfähige Garne, die aufgenäht wurden. Die Positionsfestlegung der Sensoren erfolgte in Zusammenarbeit mit der orthopädischen Klinik in Würzburg. Nachteilig erwies sich die Dicke der Sensoren (3 mm) und deren mechanische Anfälligkeit bei Scherbelastung. Außerdem waren die Herstellungskosten durch sehr viele manuelle Fertigungsschritte sehr hoch.

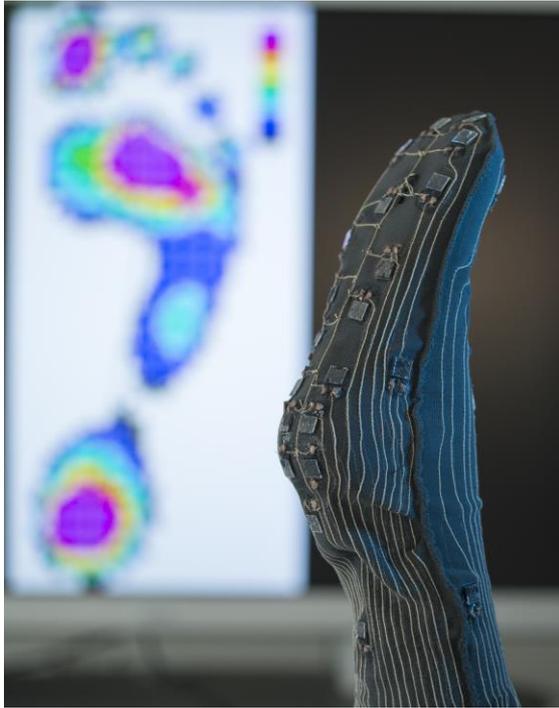


Abb. 1: Druckmessstrumpf der ersten Generation mit 40 einzelnen Sensoren

Um diese Nachteile zu beheben, wurde die Sensordicke deutlich reduziert und der Aufbau vereinfacht.

Die dielektrischen Elastomersensoren (DES) bestehen aus einer mehrlagigen dehnbaren Elastomerfolie aus hautverträglichem Silicon mit abwechselnd isolierenden und leitfähigen Einzelschichten (siehe Abb. 2).



Abb. 2: Aufbau eines dielektrischen Elastomersensors

Die Elektroden bestehen aus leitfähigen Partikeln (Ruß, Graphit, Metallpartikel) in einer Siliconmatrix. Die Schutz- und Dielektrikumsschichten bestehen aus isolierendem Silicon. Die Herstellung erfolgt schichtweise im Rakel-, Siebdruck- oder Schlitzdüsenverfahren, wo-

durch Flächen bis zu  $0,4 \times 100 \text{ m}^2$  im Rolle-zu-Rolle-Verfahren hergestellt werden können. Alle Materialien wurden auf Hautverträglichkeit nach DIN EN ISO 10993-5:2009-10–Teil 5 geprüft. Der gesamte Sensoraufbau ist unter einem Millimeter dick und hat ein Elastizitätsmodul im Bereich von  $100 \text{ kPa} - 10 \text{ MPa}$ , das für den jeweiligen Anwendungszweck chemisch einstellbar ist und damit den Druckmessbereich und die Auflösung bestimmt. Die beiden äußeren Elektroden im Folienaufbau dienen auch als elektromagnetische Abschirmung. Die Kontaktierung zu den geschirmten Signalkabeln erfolgt durch elektrisch leitfähige und elastische Siliconklebstoffe. Bei Druckbelastung erhöht sich die elektrische Kapazität der weichen Sensoren, da sie dünner werden und gleichzeitig ihre Fläche vergrößern (siehe Abb. 3).

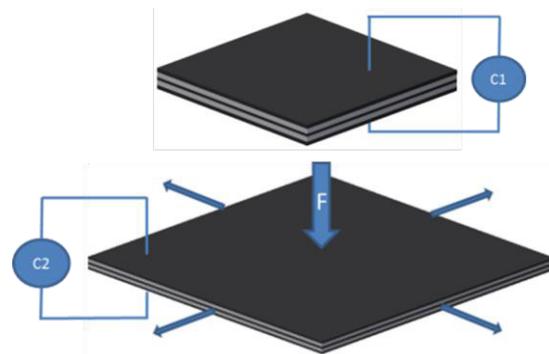


Abb. 3: Erhöhung der elektrischen Kapazität der DES unter Druck oder Dehnung

Die Vorteile von Silicon als Sensorwerkstoff umfassen:

- thermisch sehr beständig ( $-40 - 180 \text{ }^\circ\text{C}$ )
- mechanisch sehr robust, hohe Wechselbelastbeständigkeit (mehr als 1 Mio. Zyklen bei 100 % Dehnung)
- chemisch beständig gegen Wasser, Waschmittel, Desinfektionsmittel
- hohe Klebekraft auf unterschiedlichsten (textilen) Materialien

Für die daraus hergestellten DES ergeben sich folgende Einsatzparameter:

- dünn ( $0,5 - 2 \text{ mm}$ )
- Flächen  $5 \times 5$  bis zu  $400 \times 400 \text{ mm}^2$
- elektromagnetisch geschirmt
- Druckmessbereich  $0,1 - 100 \text{ N/cm}^2$  ( $1 - 1000 \text{ kPa}$ )
- Auflösung  $0,1 \text{ N/cm}^2$  ( $1 \text{ kPa}$ ), Hysterese 5 %
- Dynamik  $0 - 100 \text{ Hz}$
- weitestgehend unabhängig von Temperaturänderungen (3 % Kapazitätsänderung im Bereich  $20 - 60 \text{ }^\circ\text{C}$ )
- unabhängig von Feuchtigkeit
- geringe Kosten ( $\sim 0,1 - 1 \text{ € / cm}^2$ )

Die Kapazitätswerte können mit Mikrocontrollern einfach und kostengünstig mehrkanalig gemessen werden. Der nötige Bauraum incl. Bluetooth Antenne und Akku liegt bei etwa  $6 \times 6 \times 2 \text{ cm}^3$ . Eine Software ermöglicht die Kalibrierung der Sensoren bzgl. der Druckwerte.

Um den hohen Aufwand der Signalkabelführung im Textil zu reduzieren, wurden bei der zweiten Generation des Druckmessstrumpfes Kabelschächte aus Textil eingestrickt (siehe Abb. 4). Die Kabel können somit von der Sensorposition einfach durch diese Kabelschächte gezogen werden. Dadurch ist auch eine räumliche Flexibilität für die Sensorpositionierung möglich. Der Zug auf das Kabel z. B. beim Anziehen des Strumpfes wird ebenfalls durch die lockere Führung innerhalb des gestrickten Kabelschachtes aufgenommen. Eine zusätzliche Zugentlastung ist somit nicht mehr nötig. Die aufwändige händische Kabelintegration wird damit deutlich vereinfacht, was somit die Herstellungskosten senkt.



*Abb. 4: Druckmessstrumpf der zweiten Generation mit 16 einzelnen Sensoren und Kabelschächten für die Signalkabel*

Die Anzahl der Sensoren wurde auf 16 reduziert, was ebenfalls die Herstellungskosten verringert. Die Sensoren sind unterschiedlich groß ( $2 \times 2 \text{ cm}^2$  bis zu  $1,5 \times 6 \text{ cm}^2$ ), um die wichtigsten Messpunkte am Fuß abzudecken. Allerdings ist die Verbindung der 16 Messleitungen mit der Zentralelektronik sehr aufwändig, da konventionelle Stecker zu groß und starr sind. Das einfache Ablösen der Elektronik vor dem Waschen und der Tragekomfort sind damit nicht zu gewährleisten.

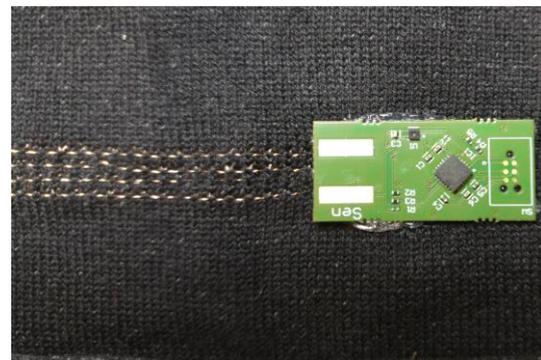
In einem aktuell laufenden Projekt wird eine weitere Vereinfachung der Signalkabelintegra-

tion entwickelt. Dabei werden isolierte Kupferdrähte mit einem Durchmesser von  $0,1 \text{ mm}$  direkt in das Textil eingestrickt. Die maschenbildende Verarbeitung erlaubt eine hohe Elastizität der Leitungen innerhalb des Textils. Durch die Integration von vier parallelen Leitungen entsteht ein Bussystem, das die Verbindung der Sensoren untereinander in Reihe ermöglicht. Damit werden die Herstellkosten durch den Entfall der manuellen Kabelverlegung weiter verringert. Die Anzahl und Positionierung der Sensoren entlang der textilen Busleitung sind beliebig einstellbar. Abb. 5 zeigt den gestrickten Strumpf mit dem Buskabel an der Fußsohle.



*Abb. 5: Druckmessstrumpf der dritten Generation mit eingestricktem Buskabel*

Die Sensormodule selbst enthalten neben einem Mikrocontroller für die sensornah Digitalisierung der kapazitiven DES-Drucksensoren noch Feuchte- und Temperatursensoren, womit weitere Parameter am diabetischen Fuß gemessen werden können. Die Gesamtgröße soll zukünftig bei ca.  $1,5 \times 2 \times 0,1 \text{ cm}^3$  liegen. Die Platine besteht aus einer flexiblen Leiterplatte, die elastisch mit dem Textil verklebt wird. Abb. 6 zeigt den ersten Prototypenaufbau des Sensormoduls, das mit der Busleitung kontaktiert wurde, allerdings noch auf einer starren Leiterplatte basiert.



*Abb. 6: Sensormodul (Größe ca.  $2 \times 3,5 \text{ cm}^2$ ) an das eingestrickte Buskabel angeschlossen*

Das Buskabel wird am oberen Strumpfeende mit einer kleinen Zentralelektronik (Bluetooth Datenübertragung, Akku – Stromversorgung) über einen 4-poligen Stecker verbunden.

Dieser ist sowohl klein, robust als auch einfach zu lösen.

### Messergebnisse

Die druckabhängige Messung der Kapazitätsänderung an einem ca.  $2 \times 2 \times 0,1 \text{ cm}^3$  großen DES ist in Abb. 7 gezeigt. Die Hysterese zwischen Druckbelastung (aufsteigende Kurve) und Druckentlastung (obere absteigende Kurve) beträgt ca.  $5 \text{ pF}$  im mittleren Druckbereich um  $1 - 4 \text{ N/cm}^2$ . Diese Hysterese ist durch das Polymerverhalten des Silicons bedingt.

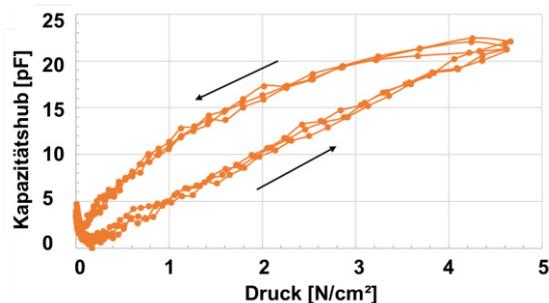


Abb. 7: Kapazitätsänderung eines DES unter Druckbelastung in einer Platte – Platte Druckmesseinrichtung

Die Hysterese wird deutlich kleiner, wenn nicht zwischen zwei festen Messplatten einer Druckmesseinrichtung geprüft wird, sondern wenn realitätsnäher die Drucksensoren zwischen dem textilen Gewebe und Haut gelegt werden. Dies ist auf das elastische Verhalten von Textil und Haut zurückzuführen.

Da die Patienten meist in Schuhen unterschiedlicher Härte auf weichen oder harten Böden laufen, kann auch dies zusätzlich die Messkurve beeinflussen.

Realistisch betrachtet ist also eine hochgenaue Druckmessung im Nutzungsfall nicht möglich. Für die Anwendung im Schuh ist somit wichtig, dass der Patient eine Kalibrierung über die Software auf dem Smartphone vornehmen kann, nachdem er seine Schuhe angezogen hat. Mit der darauffolgenden Relativmessung ist die Erkennung von Druckbelastungen möglich.

Abb. 8 zeigt eine Beispielmessung am Drucksensormodul der zweiten Generation des Sensors 10, der an der Ferse außen angebracht ist. Der Druck beim langsamen Gehen wird deutlich und reproduzierbar erfasst. Änderungen des Gangverhaltens zeigen sich durch Vergleich mit den anderen 15 Drucksensoren. Langzeitversuche eines Probanden über einen Tag ergaben einen guten Tragekomfort. Die Sensoren blieben stabil und zeigten keine Ausfälle [11].

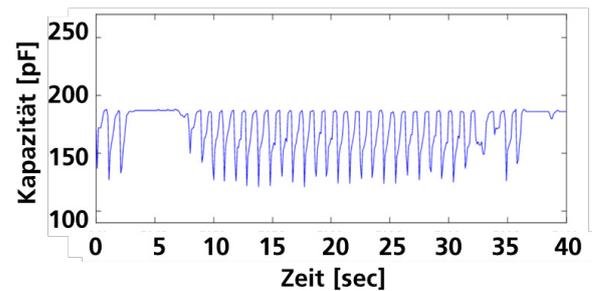


Abb. 8: Kapazitätsänderung eines DES-Drucksensors an der Ferse beim Gehen

### Ausblick

Die Stabilität der Drucksensormodule in den Messstrümpfen wird aktuell in Dauerprüfständen und in realitätsnahen Gehversuchen getestet, um Schwachstellen in den Aufbauten zu identifizieren und ggf. zu beheben.

Die Kostenreduzierung bei der Herstellung wurde iterativ bei der textilen Integration der Signalleitungen schon angegangen. Weitere Einsparpotenziale bestehen in der großseriellen Herstellung der Drucksensoren, die über standardisierte Sensorgrößen in Rolle-zu-Rolle-Verfahren hergestellt werden können. Die Applikation der einzelnen Sensoren könnte zukünftig durch großflächigere elastische und feuchtigkeitsdurchgängige Folien vereinfacht werden, was die Ausrüstung des textilen Trägers mit den Sensoren mit wenigen Handgriffen erlauben würde.

### Literatur

- [1] Deutsche Diabetes Gesellschaft, diabetesDE (Hrsg.) Deutscher Gesundheitsbericht Diabetes 2021. Mainz: Kirchheim, 2020
- [2] Bakker K. Practical guidelines on the management and prevention of the diabetic foot 2011. *Diabetes/metabolism research and reviews*, 2012; 28 (1); 225-31
- [3] Mittlmeier T, Klaue K, Haar P. Charcot-Fuss. Eine Standortbestimmung und Perspektiven. *Der Unfallchirurg*, 2008; 111 (4): 218-31
- [4] Poll, L, Chantelau, E. Charcot-Fuss: Auf die frühe Diagnose kommt es an. *Deutsches Ärzteblatt*, 2010; 107 (7); 272-74
- [5] Mayfield J et al. Preventive foot care in diabetes. *Diabetes Care*, 2004; 27 (1): 63-4
- [6] <https://ieeexplore.ieee.org/abstract/document/8707391>
- [7] <https://novel.de/> aufgerufen 2.4.2024
- [8] <https://www.sensoriahealth.com/> aufgerufen 2.4.2024
- [9] Brunner B, Ziegler J, Hagenguth V. Textilmaterial mit eingearbeiteten Elastomersensoren: Patent DE 10-2015-105 004
- [10] Brunner, B: Wenn der Schuh drückt – Textilsensoren für orthopädische Anwendungen. *Orthopädie Technik* 11 2016; 40 – 41

- [11] Leher, I. et.al. Druckmessstrumpf zur Prävention und Therapieunterstützung bei diabetischen Fußulzera, *Ortopädie-schuhtechnik* 04, 2022; 38-41

# Verschleißfreie Impedanzspektroskopie von Wälzlagern

*David Riehl<sup>1</sup>, Timo Oster<sup>1</sup>, Sebastian Zisch<sup>1</sup>, Ferdinand Keil<sup>1</sup>, Klaus Hofmann<sup>1</sup>  
Tobias Schirra<sup>2</sup>, Georg Martin<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>TU Darmstadt, Integrierte Elektronische Systeme, Merckstr. 25, 64283 Darmstadt

<sup>2</sup>HCP Sense GmbH, Robert-Bosch-Str. 7, 64293 Darmstadt

## Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird ein verschleißfreies Messverfahren zur Bestimmung der elektrischen Schmierfilmimpedanz in Wälzlagern vorgestellt. Die nach dem derzeitigen Stand der Technik verwendeten Schleifkontakte werden durch eine induktive Kopplung ersetzt. Unter Einsatz von zwei Ferritkernen wird eine Messung der Spannung und des Stroms direkt am Schmierfilm ermöglicht. Über eine breitbandige Charakterisierung der Übertragungsstrecke und den Einsatz von Deembedding-Verfahren aus der Hochfrequenzmesstechnik können Fehlereinflüsse reduziert werden. Die Messung der Lagerimpedanz wird sowohl monofrequent als auch über eine multifrequente Spektroskopie durchgeführt. Hierfür werden entweder eine digitale IQ-Demodulation oder das orthogonale Frequenzmultiplexverfahren verwendet. Die erfolgreiche Anwendung und Validierung des Messprinzips wird anhand von zwei Prototypen unter verschiedenen Betriebsbedingungen demonstriert.

**Keywords:** Wälzlager, Schmierfilmimpedanz, Impedanzspektroskopie, Predictive Maintenance

## Problemstellung

Anhand der elektrischen Schmierfilmimpedanz von Wälzlagern können Rückschlüsse auf den jeweiligen Verschleiß- und Belastungszustand des Lagers gezogen werden [1, 2, 3]. Wie in Abb. 1 dargestellt zeigt die Schmierfilmimpedanz je nach Dicke, bestimmt unter anderem durch Drehzahl und Belastung, ein resistives bis kapazitives Verhalten. Im Stillstand besteht ein direkter galvanischer Kontakt zwischen Lagerschalen und Wälzkörpern, welcher elektrisch näherungsweise als Kurzschluss betrachtet werden kann. Bei niedrigen Drehzahlen beginnen die Wälzkörper auf dem Schmierfilm aufzuschwimmen. Einzelne Rauigkeitsspitzen in der Metalloberfläche führen zu kurzzeitigen galvanischen Kontakten. Dieser Zustand der Mischreibung kann elektrisch als kapazitiv-resistive Parallelschaltung betrachtet werden. Bei höheren Drehzahlen schwimmen die Wälzkörper schließlich vollständig auf, und es zeigt sich ein kapazitives Verhalten. Belastungen des Lagers modulieren, wie in Abb. 2 dargestellt, die Schmierfilmdicke. Dies ist auch als Modulation der elektrischen Kapazität messbar [1, 2, 3].

Nach derzeitigem Stand der Technik wird zur Kontaktierung des drehenden Elementes meist ein Schleifkontakt genutzt [4]. Dieser Schleifkontakt ist allerdings prinzipbedingt verschleißbehaftet. Zudem besteht die Möglichkeit, dass durch Verschmutzung oder bei hohen Drehzahlen die Kontaktierung nicht mehr ideal ist, und somit eine nicht mehr zu vernachlässigende Impedanz aufweist [4]. Weiter wird durch die Kontaktierung eine Leiterschleife mit parasitärer Induktivität aufgebaut. Diese verringert die Bandbreite des Messaufbaus, wodurch hochdynamische Änderungen der Lagerimpedanz nur begrenzt aufgelöst werden können [3, 2].

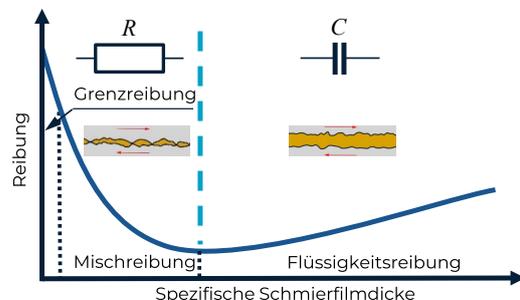


Abb. 1: Elektrische Eigenschaften von Wälzlagern, abhängig von der Schmierfilmdicke, bedingt durch Drehzahl und Last [1].

Dieses Projekt (HA-Projekt-Nr.: 1481/23-34) wird im Rahmen von Hessen Modell Projekte aus Mitteln der LOEWE – Landes-Offensive zur Entwicklung Wissenschaftlich-ökonomischer Exzellenz, Förderlinie 3: KMU-Verbundvorhaben gefördert.

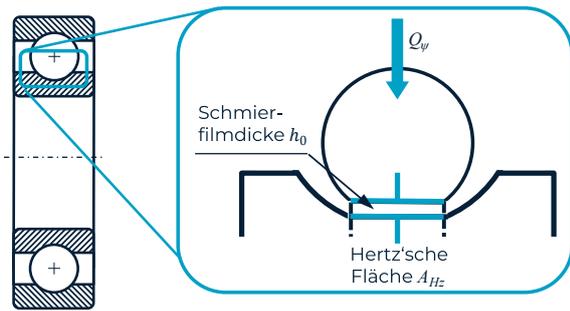


Abb. 2: Veränderung der Schmierfilmdicke und der Hertz'schen Fläche durch Belastung des Lagers [1].

### Lösungsvorschlag

Zur Lösung dieser Probleme wurde ein Messaufbau für Doppellager entwickelt, der die Messspannung zur Wälzlagerimpedanzbestimmung induktiv einprägt und gleichzeitig eine induktive Spannungs- und Strommessung direkt am Schmierfilm ermöglicht. Hierzu wird der in Abb. 3 und 4 gezeigte Aufbau verwendet. Zwischen zwei Wälzlagern werden zwei Ferritkerne angebracht, die jeweils als Transformator  $T_1$  und  $T_2$  arbeiten. Die Wicklung  $N_1$  dient hierbei als Erregerwicklung in die ein Wechselspannungssignal eingespeist wird. Die Achse selbst bildet eine Sekundärwicklung mit einer Windung. An den Wicklungen  $N_2$  und  $N_3$  kann ein Spannungs- und ein Stromsignal proportional zu der an den Lagerimpedanzen  $Z_a$  und  $Z_b$  anliegenden Gesamtspannung und dem durch sie fließenden Strom gemessen werden.

Grundsätzlich ist auch die Messung der Lagerimpedanzen mittels nur eines Ferritkernes und der Primärwicklung  $N_1$  möglich [5]. Hierbei muss die Lagerimpedanz aus der Primärimpedanz von  $N_1$  abgeschätzt werden. Der für die Messung parasitäre Magnetisierungsstrom, bestimmt durch die temperaturabhängige Hauptinduktivität von  $T_1$ , beeinflusst damit allerdings das Messergebnis. Er erhöht den gemessenen Strom, und führt zusätzlich zu einem veränderlichen Spannungsabfall an der Primärwicklung. Mittels der Hilfswicklung  $N_2$  auf  $T_1$  kann nun die induzierte Spannung an den Schmierfilmimpedanzen weitestgehend unabhängig vom Magnetisierungsstrom bestimmt werden. Übertrager  $T_2$  dient der direkten Strommessung im Lager. Die angeschlossene Systemimpedanz  $Z_0 = 50 \Omega$  wird über das Windungsverhältnis von  $T_2$  nach

$$Z_{shunt} = \left( \frac{1}{N_3} \right)^2 Z_0 \quad (1)$$

zu einem Strommessshunt zwischen die beiden Lager transformiert. Hierbei ist es wichtig zu be-

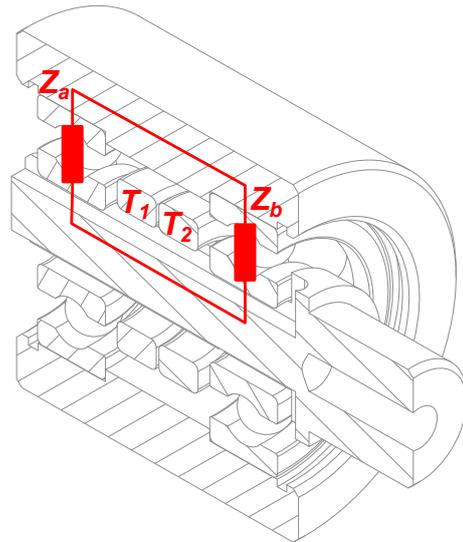


Abb. 3: Querschnitt der Lageranordnung, mit der aus den Lagern und der Schmierfilmimpedanz gebildeten Sekundärinduktivität.

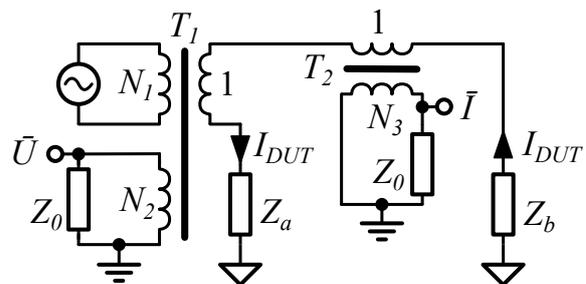


Abb. 4: Ersatzschaltbild des Messaufbaues, mit den aus zwei Ferritkernen gebildeten Transformatoren  $T_1$  und  $T_2$ .

achten, dass dieser im Verhältnis zur gemessenen Impedanz nicht zu groß wird und die Spannungsmessung über  $N_2$  verfälscht.

### Charakterisierung der Übertragungsstrecke

Um die Messgenauigkeit zu erhöhen, kann für den Frequenzbereich eine Fehlermatrix des Messsystems in Form von komplexen ABCD-Übertragungsparametern

$$\begin{pmatrix} \bar{U} \\ \bar{I} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} U_{DUT} \\ I_{DUT} \end{pmatrix} \quad (2)$$

aufgestellt werden. Diese kann mittels einer - in der Hochfrequenzmesstechnik gängigen - Short, Open, Load, Through (SOLT)-Kalibrierung ermittelt und durch einen Deembedding-Prozess aus den Messwerten herausgerechnet werden [6]. Die Charakterisierung kann sowohl im Frequenzbereich mit einem Frequenzsweep, als auch im Zeitbereich mit Anlegen eines breitbandigen Testsignals durchgeführt werden. In Abb. 5 werden ex-

empiarisch die ermittelten Übertragungsparameter von Strom  $I$  und Spannung  $U$  an den Lagern in Relation zu Messspannung  $\bar{U}$  und Messstrom  $\bar{I}$  dargestellt. Zur Erhöhung der Messgenauigkeit muss die Temperaturabhängigkeit dieser Parameter berücksichtigt werden.

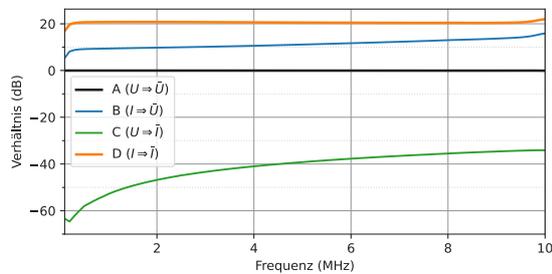


Abb. 5: Gemessene ABCD-Parameter der Übertragungstrecke zum Deembedden der Messwerte.

### Messaufbau

Zum Test des Messprinzips wurden zwei Lagerprototypen entwickelt. Zum einen ein Rollendoppellager (Abb. 3), welches durch das Austauschen der Lager mit definierten Impedanz-Dummys eine Evaluierung der Übertragungstrecke bei verschiedenen Impedanzen in einem Temperaturbad ermöglicht (Abb. 6). Und zum anderen, wie in Abb. 7 gezeigt, ein Wellendoppellager, mit welchem bekannte Lager in einem Prüfstand unter realen Bedingungen belastet und vermessen werden können. Zur Signalgenerierung wurde ein 33250A Arbitrary Waveform Generator (Keysight Technologies, Santa Rosa, USA) verwendet. Die Messungen wurden mit einem 5444D MSO Oszilloskop (Pico Technology, Cambridgeshire, UK) bei einer Abtastrate von 62.5 MS/s und einer eingestellten Auflösung von 14 Bit durchgeführt. Die Eingänge des 5444D MSO wurden mit  $Z_0 = 50 \Omega$  terminiert und die Referenz-PLLs beider Geräte synchronisiert. Die Temperaturabhängigkeit der Übertragungstrecke wurde mithilfe eines Fluke 7320 Kalibrierbades im Bereich von 0 bis 100 °C untersucht.

### Monofrequente Messung (IQ-Demodulation)

Die Messung der Lagerimpedanz ist sowohl bei einer Anregungsfrequenz als auch bei mehreren Anregungsfrequenzen gleichzeitig möglich. Gängige Verfahren zur Impedanzbestimmung aus einem Strom- und Spannungssignal sind direkte Messung von Amplitude und Phase über einen Gain-Phase-Detector oder eine IQ-Demodulation [7]. Beide Verfahren können sowohl analog als auch digital durchgeführt werden. Aufgrund der

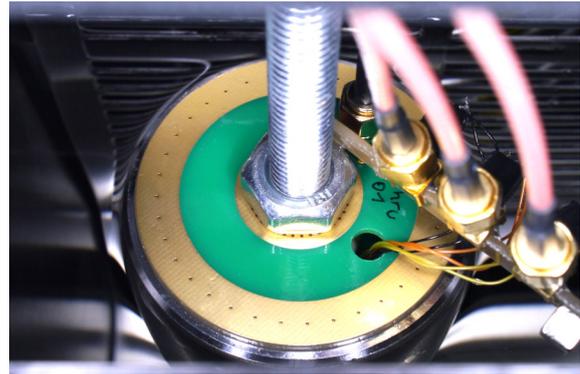


Abb. 6: Rollendoppellager mit Impedanz-Dummys im Temperatur-Kalibrationsbad.

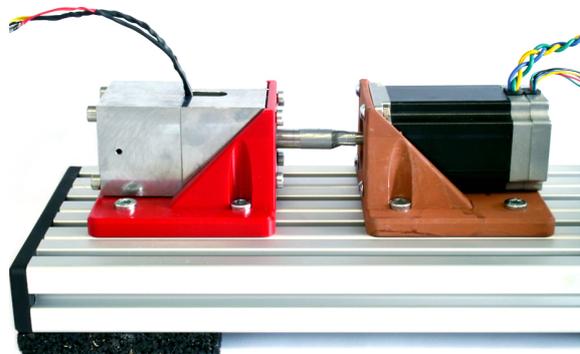


Abb. 7: Wellendoppellager an Lagerprüfstand zur Validierung des Messprinzipes im Betrieb.

höheren Flexibilität und Vergleichbarkeit haben wir uns für eine schnelle Datenaufnahme mit einem Speicheroszilloskop und digitaler Nachverarbeitung mittels einer IQ-Demodulation entschieden. In Abb. 8 ist die Signalverarbeitungskette dargestellt. Die Messsignale  $\bar{U}(t)$  sowie  $\bar{I}(t)$  werden zunächst digitalisiert und jeweils mit einem Sinus bei der Anregungsfrequenz  $f_c$  und einer dagegen um 90° phasenverschobenen Sinus multipliziert. Mittels eines Tiefpasses werden die Produkte bei  $2 \cdot f_c$  herausgefiltert, um den demodulierten I- und Q-Anteil des Signales zu erhalten [8]. Die hiermit erhaltenen komplexen Messwerte für  $\bar{U}(n)$  und  $\bar{I}(n)$  werden nun mit der invertierten Fehlermatrix  $S^{-1}(f_c)$  multipliziert um die tatsächliche Spannung  $U(n)$  und den Strom  $I(n)$  am Lager zu bestimmen, woraus dann die Lagerimpedanz  $Z(n)$  berechnet wird. Die monofrequente Messung bietet den Vorteil einer sehr hohen erreichbaren zeitlichen Auflösung von bis zu  $f_c/2$ , sowie einer auch auf Mikrocontrollern in Echtzeit implementierbaren Signalverarbeitung. Nachteil ist eine Empfindlichkeit gegen eventuelle Störgrößen, wie z.B. Lagerströme verursacht durch Inverter.

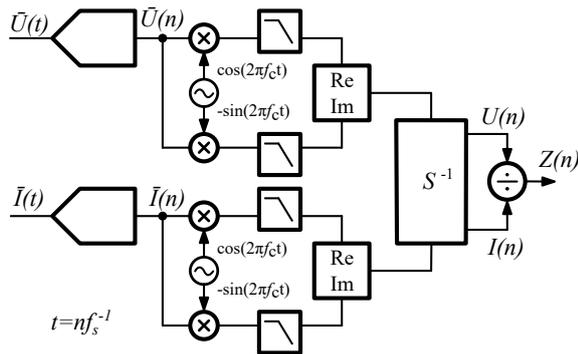


Abb. 8: Signalverarbeitungskette zur Impedanzbestimmung mittels digitaler IQ-Demodulation und Deembedding bei monofrequenter Messung.

### Multifrequente Spektroskopie (OFDM)

Um Impedanzen breitbandig zu bestimmen und zusätzlich die Einhaltung von EMV-Richtlinien zu vereinfachen, kann das Erregerspektrum aus mehreren Grundfrequenzen zusammengesetzt werden. Das resultierende Spektrum kann je nach Anwendung angepasst werden [9, 10], im Vergleich zur IQ-Demodulation benötigt es allerdings aufwendigere Hardware zur Verarbeitung der Signale.

In dieser Arbeit wird das Spektrum mit dem in der Kommunikationstechnik weit verbreiteten Orthogonales Frequenzmultiplexverfahren (OFDM) erzeugt [11]. Das Erregerspektrum wird dazu zunächst aus separaten Sub-Trägerfrequenzen mit gleichbleibenden Abständen zusammengesetzt (Abb. 10a). Dabei werden die einzelnen orthogonalen Träger mit einer pseudo-zufälligen Phase versehen und eine Crestfaktor-Reduzierung durchgeführt, um hohen Extremwerten vorzubeugen. Diese könnten ansonsten die Messgenauigkeit beeinträchtigen. Abbildung 10b zeigt ein Beispiel für ein im Zeitbereich resultierendes OFDM-Signal. Es besteht dabei auch die Möglichkeit, einzelne Frequenzen, zum Beispiel im Fall von starken Störquellen, adaptiv von der Auswertung auszuschließen.

Die vorliegende Lagerimpedanz moduliert den Strom der Sub-Trägerfrequenzen nun in Betrag und Phase. Die Auswertung erfolgt mittels einer Transformation der Strom- und Spannungsmesswerte in den Frequenzbereich. Bei jeder verwendeten Trägerfrequenz wird der Quotient aus komplexer Spannung und komplexem Strom gebildet, wodurch sich ein komplexes Spektrum der Lagerimpedanz ergibt. Durch Aufteilung der gemessenen Impedanz in Real- und Imaginärteil kann schließlich der Widerstands- und Kapazitätswert errechnet werden.

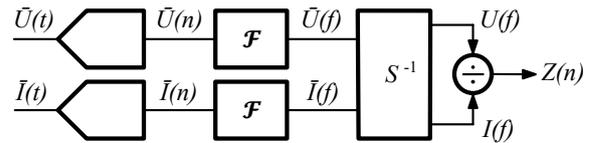


Abb. 9: Signalpfad für breitbandige Impedanzspektroskopie mittels OFDM Modulation.

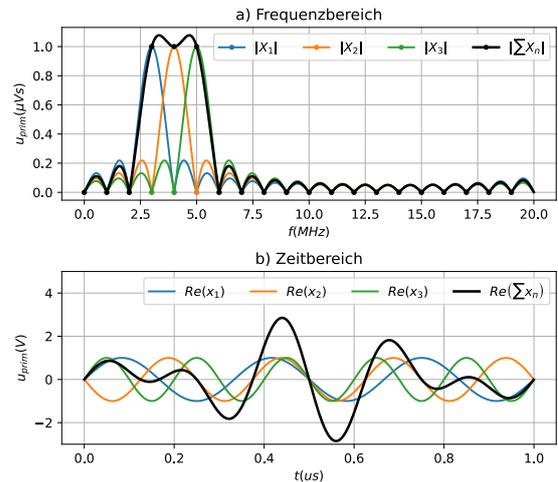


Abb. 10: OFDM-Signalkpaket im Frequenz- und Zeitbereich, exemplarisch für 20 Samples und 3 Subcarrier. Die Signalamplituden lassen sich im Frequenzbereich gezielt einstellen, resultieren ohne Reduzierung des Crestfactors allerdings in hohen Spitzenspannungen.

Zur Reduzierung der abgestrahlten Out-Of-Band-Leistung kann das OFDM-Signalkpaket zudem gefenstert werden. Tukey-Fenster ermöglichen hierbei einen guten Kompromiss zwischen Signalenergie und Bandbreite der unerwünschten Störprodukte.

### Ergebnisse

Das neue Messverfahren liefert zu dem bisherigen, auf Schleifkontakten basierenden, Messprinzip vergleichbare Messungen. So kann, wie in Abb. 11 gezeigt, die Schmierfilmdicke genau wiederholbar bestimmt werden, und mechanische Größen wie die Käfigdrehzahl und die Überrollfrequenz sind messbar. Die Mittelwert der Kapazität ist wie erwartet drehzahlabhängig (Abb. 12), was zeigt, dass die Abhängigkeit der Kapazität von der Schmierfilmdicke gut messbar ist und somit auch Kraftmessungen möglich sind. Das neue Messverfahren ermöglicht durch die geringeren parasitären Leiterschleifen eine breit-

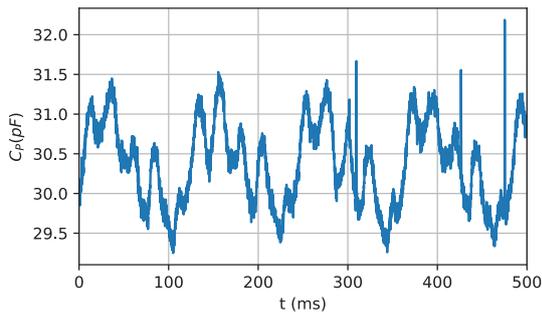


Abb. 11: Deembeddedes Kapazitätssignal bei  $500 \text{ min}^{-1}$ . Sowohl die Käfigdrehzahl als auch die Überrollfrequenzen sind messbar.

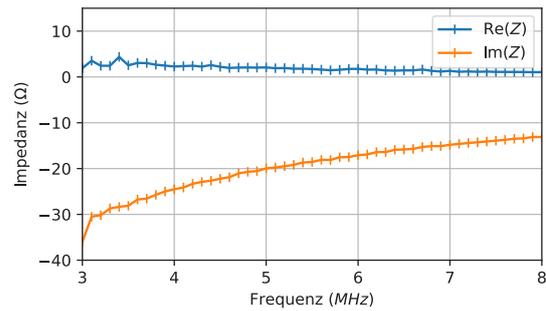


Abb. 13: Spektrum der Lagerimpedanz im Bereich von 3 MHz – 8 MHz; berechnet aus einem  $10 \mu\text{s}$  langen, mit OFDM modulierten Sample.

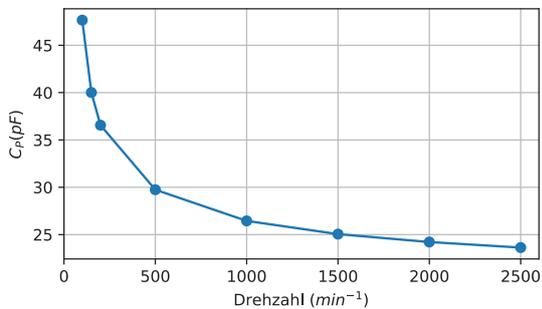


Abb. 12: Mittelwert der gemessenen Schmierfilmpazität, aufgetragen über der Drehzahl. Die erwartete Drehzahlabhängigkeit der Schmierfilmpazität ist sichtbar.

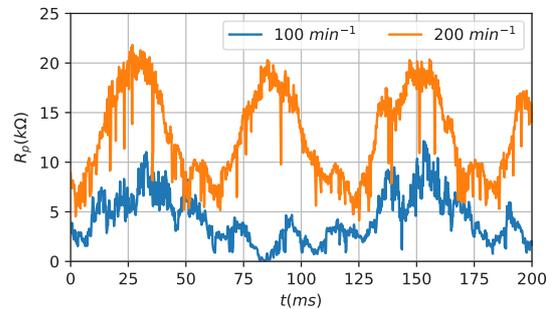


Abb. 14: Gemessener Parallelwiderstand des Schmierfilms. Bei  $100 \text{ min}^{-1}$  fällt der Widerstand auf bis zu  $0 \Omega$  ab (Mischreibung). Bei  $200 \text{ min}^{-1}$  ist der Schmierfilm vollausgebildet mit periodischen kurzen Einbrüchen.

bandigere Messung der Lagerimpedanz, als mit Schleifkontakten bisher möglich ist. Somit kann die zeitliche Auflösung der Impedanzmessung deutlich gesteigert werden, um dynamische Änderungen der Lagereigenschaften besser aufzulösen. Abbildung 14 zeigt den gemessenen Parallelwiderstand bei Mischreibung und vollständig ausgebildetem Schmierfilm, selbst sehr kurze Einbrüche können gemessen werden. Auch ist eine Impedanzspektroskopie des Lagers, wie in Abbildung 13 gezeigt, möglich. Das erlaubt eine zeitlich hoch aufgelöste breitbandige Charakterisierung des Schmierfilms. Zudem können eventuelle elektromagnetische Störungen erkannt und aus dem Messsignal ausgeblendet werden.

### Zusammenfassung und Ausblick

Der nach derzeitigem Stand der Technik benutzte Schleifkontakt wurde mit einer induktiven Kopplung ersetzt, die eine getrennte Spannungs- und Strommessung direkt im Lager ermöglicht. Über die Nutzung von Deembedding-Verfahren können Fehlereinflüsse reduziert werden. Der Einsatz

von Methoden aus der Kommunikationstechnik ermöglicht es, das Lager als Übertragungssystem zu betrachten, beim dem die Lagerimpedanz die Trägerfrequenz in Amplitude und Phase moduliert. Es können sowohl zeitlich hochaufgelöste Messungen bei einer Messfrequenz durchgeführt werden, als auch störungsunempfindliche, breitbandige Messungen unter Nutzung von mehreren orthogonalen Trägerfrequenzen. Das Messprinzip wurde an zwei Prototypen unter verschiedenen Betriebsbedingungen evaluiert. Es ermöglicht eine genaue Messung der Lagerimpedanzen und somit wichtiger Betriebsparameter. Durch die Verschleißfreiheit des vorgestellten Messprinzips kann eine Lagerüberwachung nun auch in schwer zugängliche Anwendungen integriert werden, die eine möglichst große Wartungsfreiheit benötigen.

## Literatur

- [1] T. Schirra u. a. „Electric impedance of rolling bearings - Consideration of unloaded rolling elements“. In: *Tribology International* 158 (2021), S. 106927. ISSN: 0301679X. DOI: 10.1016/j.triboint.2021.106927.
- [2] Georg Martin. „Die Wälzlagerimpedanz als Werkzeug zur Untersuchung von Oberflächenabweichungen in Wälzlagern“. Dissertation. TU Darmstadt, 2021. DOI: 10.26083/TUPRINTS-00019712.
- [3] Tobias Schirra. „Phänomenologische Betrachtung der sensorisch nutzbaren Effekte am Wälzlager – Einfluss unbelasteter Wälzkörper auf die elektrische Impedanz“. Dissertation. TU Darmstadt, 2021. DOI: 10.26083/TUPRINTS-00017957.
- [4] Maximilian Hausmann, Tobias Schirra und Eckhard Kirchner. „Analysis of the Electrical Impedance of Graphite and Silver Graphite Carbon Brushes for Use in the Impedance Measurement of Sensory Utilizable Machine Elements“. In: *Machines* 11.11 (2023), S. 1009. DOI: 10.3390/machines11111009.
- [5] Dominik Großkurth. „Modellierung und kontaktlose Messung des elektrischen Widerstandes von Zugträgern zur Lebensdauerüberwachung von Riementrieben“. Dissertation. Darmstadt: TU Darmstadt, 2024. DOI: 10.26083/tuprints-00026548.
- [6] F. Caspers. „RF engineering basic concepts: S-parameters“. In: (2012). DOI: 10.48550/arXiv.1201.2346.
- [7] Bilel Ben Atitallah u. a. „Comparative Study of Measurement Methods for Embedded Bioimpedance Spectroscopy Systems“. In: *Sensors (Basel, Switzerland)* 22.15 (2022). DOI: 10.3390/s22155801.
- [8] Zurich Instruments. *Principles of lock-in detection and the state of the art*. URL: [https://www.zhinst.com/sites/default/files/li\\_primer/zi\\_whitepaper\\_principles\\_of\\_lock-in\\_detection.pdf](https://www.zhinst.com/sites/default/files/li_primer/zi_whitepaper_principles_of_lock-in_detection.pdf) (besucht am 10.04.2024).
- [9] Ahmed Yahia Kallel und Olfa Kanoun. „Crest Factor Optimization for Multisine Excitation Signals with Logarithmic Frequency Distribution Based on a Hybrid Stochastic-Deterministic Optimization Algorithm“. In: *Batteries* 8.10 (2022), S. 176. DOI: 10.3390/batteries8100176.
- [10] Marcel Palet Brandi. „Design, implementation and test of a fast impedance spectroscopy measurement system for biomedical applications“. Diss. Barcelona: Universitat Politècnica de Catalunya, 2022-02-08. URL: <https://upcommons.upc.edu/handle/2117/365799> (besucht am 10.04.2024).
- [11] Molisch. *Wireless Communications, Second Edition*. Wiley-IEEE Press, 2011. ISBN: 9780470666692.

# Visualisierung tomografischer Daten aus Schlierenabbildungen mittels 3D Gaussian Splatting

*Tim Hetkämper<sup>1</sup>, Tom Nellius<sup>1</sup>, Leander Claes<sup>1</sup>, Bernd Henning<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Elektrische Messtechnik, Universität Paderborn, Warburger Straße 100, 33098 Paderborn, Deutschland

## Kurzfassung

Die Schlierentechnik ist eine etablierte Methode zur Visualisierung lokaler Dichteänderungen in optisch transparenten Medien. Ein Einsatzgebiet ist die Darstellung von Schallfeldern, beispielsweise um die Interaktion von Ultraschallwellen mit Objekten zu erfassen oder um die Abstrahlcharakteristik von Schallwandlern zu visualisieren. Durch eine Rotation des räumlichen Schallfeldes eignet sich die Schlierentechnik auch zur Aufnahme von Abbildungen für tomografische Verfahren. Bei der dreidimensionalen Darstellung von Tomografiedaten kommen häufig klassische Segmentierungsverfahren zum Einsatz, welche beispielsweise Daten erst ab einem gewissen Schwellwert anzeigen. Tomografische Daten von Schallfeldern sind allerdings im Wertebereich kontinuierlich, sodass bei einer Schwellwertdarstellung Informationen verloren gehen. Kürzlich wurde ein neuartiges Verfahren zur Darstellung von räumlichen Objekten vorgestellt, welches die Daten mittels im Ort verteilter, teiltransparenter Gauß-Funktionen repräsentiert, sogenannten „Gaussian Splats“. Dieses Verfahren ist in der Anzeige deutlich performanter als das Rendern von einzelnen Voxeln. Ursprünglich wurde dieses Verfahren entwickelt, um aus mehreren Fotos einer realen Umgebung eine dreidimensionale Ansicht erstellen zu können. In diesem Beitrag wird evaluiert, inwiefern sich das Darstellungsverfahren auch zur Visualisierung von Tomografie-Messdaten eignet. Um die Daten darstellen zu können, werden aus vorliegenden Tomografiedaten die Parameter örtlich verteilter Gauß-Funktionen ermittelt, wobei die Intensität als (inverse) Transparenz und das Vorzeichen als Farbe enkodiert wird. Im Vergleich zu einem klassischen 3D-Datensatz, welcher für jeden Voxel einen Wert enthält, werden Gauß-Funktionen nur an den Positionen gespeichert, an dem sich Objekte befinden. Das bedeutet, dass der Speicherbedarf reduziert werden kann. Außerdem lässt sich durch Teiltransparenz eine realitätsgetreuere Darstellung der im Wertebereich kontinuierlichen Schallfeldgeometrie erreichen.

**Keywords:** Tomografie, 3D Gaussian Splatting, Schlierentechnik, Fraktionale Fourier-Transformation

## Einleitung

Tomografische Verfahren ermöglichen es, einen Einblick in dreidimensionale Strukturen zu erlangen, die sonst nur in ihrer Projektion sichtbar sind. Ein bekannter Anwendungsbereich ist die Medizin, beispielsweise die sogenannte Computertomographie (CT) sowie die Magnetresonanztomographie (MRT). Aber auch in anderen Bereichen kommen tomografische Verfahren zum Einsatz. So kann zum Beispiel aus mithilfe eines Messaufbaus (s. Abbildung 1) aufgezeichneten Schlierenabbildungen in Kombination mit einem tomografischen Verfahren eine 3D-Rekonstruktion eines Schallfeldes erstellt werden. Dies erlaubt beispielsweise die Untersuchung der Abstrahlcharakteristik von Schallwandlern. Hier ist es nicht nur interessant, Schnittbilder des rekonstruierten Schallfeldes darzustellen, sondern auch eine dreidimensionale Darstellung zu erzeugen. Allerdings ist es nur mittels besonderer Hardware, wie beispielsweise Holografie-Displays, möglich, dreidi-

mensionale Modelle als „echte“ dreidimensionale Objekte darzustellen. Daher werden die Modelle üblicherweise auf zwei Dimensionen reduziert, wobei allerdings die Interpretation durch Mehrdeutigkeiten erschwert werden kann. Besteht die Möglichkeit für den Betrachter, selbst durch einen dreidimensionalen Datensatz zu navigieren und das Modell aus verschiedenen Blickwinkeln zu betrachten, können diese Mehrdeutigkeiten aufgelöst werden. Ein Nachteil ist allerdings, dass für die Darstellung eines klassischen Tomografie-Datensatzes Millionen von Voxeln gerendert werden müssen, was neben dem Speicherbedarf auch leistungsfähige Hardware erfordert. Ein neues Verfahren, welches die effiziente Visualisierung von dreidimensionalen Daten ermöglicht, ist das sogenannte „3D Gaussian Splatting“ [1]. Die Darstellung als „Gaussian Splats“ wird im Folgenden benutzt, um tomografische Daten aus Schlierenabbildungen zu visualisieren.

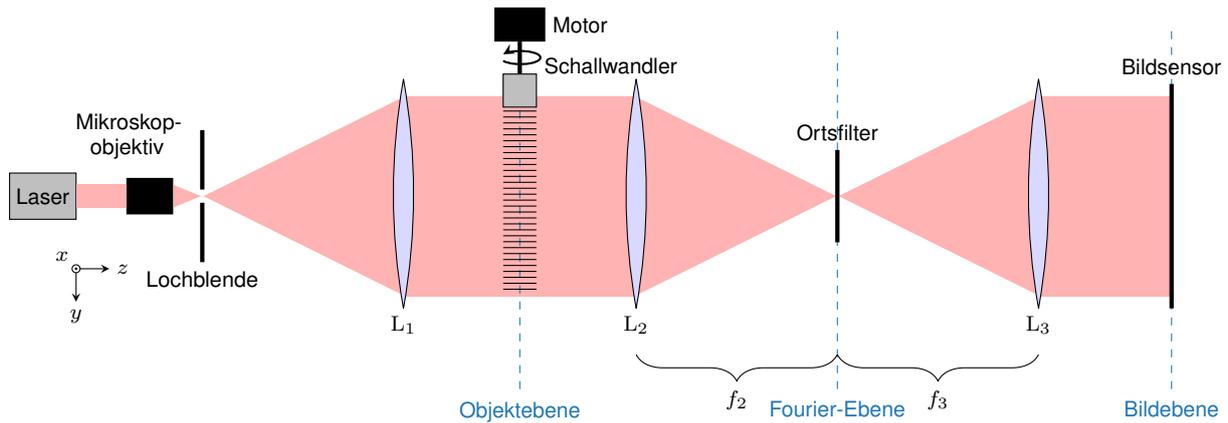


Abb. 1: Schematischer Messaufbau zur Aufzeichnung von Schlierenabbildungen (nicht maßstabsgetreu).

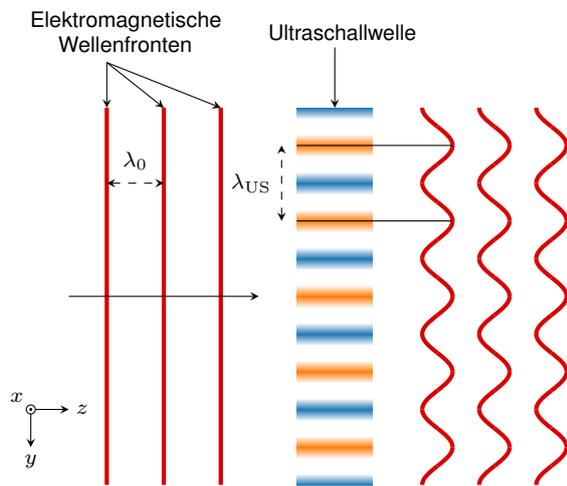


Abb. 2: Interaktion einer elektromagnetischen Welle mit einer orthogonal zur Ausbreitungsrichtung ausgesandten Ultraschallwelle.

### Schlierentechnik

Die Schlierentechnik ermöglicht die Visualisierung von lokalen Dichteänderungen in optisch transparenten Medien. Damit ist auch die Visualisierung von Schallwellen möglich. Die Schlierentechnik nutzt die Interaktion einer elektromagnetischen Welle mit einer Ultraschallwelle aus. Eine Ultraschallwelle verursacht eine lokale Änderung des Schallwechseldrucks. Dadurch ändert sich auch die Dichte sowie der Brechungsindex im Ausbreitungsmedium. Dieser Zusammenhang wird über den piezooptischen Koeffizienten beschrieben [2]. Wird die Schallwelle, wie in Abbildung 2 dargestellt, von einer ebenen, elektromagnetischen Welle beleuchtet, treten Phasenverschiebungen in den elektromagnetischen Wellenfronten auf [3]. Diese Phasenverschiebungen sind allerdings nicht unmittelbar beobachtbar.

Das menschliche Auge und Bildsensoren wie sie zum Beispiel in Digitalkameras verbaut sind, registrieren die Intensität des elektrischen Feldes, welche gegeben ist durch

$$I(x, y) = |E(x, y)|^2. \quad (1)$$

Daher wird ein Messaufbau benötigt, um diese Phasenverschiebungen sichtbar zu machen. Abbildung 1 zeigt einen solchen Aufbau zur Aufnahme von Schlierenabbildungen. Laserstrahlung der Wellenlänge  $\lambda_0 = 662 \text{ nm}$  wird von einem Mikroskopobjektiv aufgeweitet. Die Linse  $L_1$  kollimiert die Strahlung, sodass die sogenannte Objektebene homogen beleuchtet wird. In der Objektebene ist ein Schallwandler in einem mit Wasser gefüllten Becken (in der Abbildung nicht dargestellt) positioniert. Auf der optischen Achse hinter dem Becken befindet sich die Linse  $L_2$ . Im Abstand ihrer Brennweite  $f_2$  liegt die sogenannte Fourier-Ebene, in der die zweidimensionale Fourier-Transformation der Abbildung in der Objektebene beobachtet werden kann. In klassischen Aufbauten ist die Linse  $L_3$  im Abstand ihrer Brennweite  $f_3$  zur Fourier-Ebene positioniert. Dadurch wird die Fourier-Transformierte erneut transformiert, sodass sich wieder ein Bild ergibt. Klassischerweise wird in der Fourier-Ebene ein optisches Filter platziert, welches es durch die Manipulation des Ortsfrequenzbereiches ermöglicht, die Phasenverschiebungen sichtbar zu machen [4]. Der Einsatz optischer Filter geht jedoch je nach Wahl des Filters mit einem Verlust an Informationen in der Abbildung einher, zum Beispiel des Vorzeichens der Dichteänderung. Allerdings ist es auch möglich, auf das Ortsfilter zu verzichten, wenn die Position der Linse  $L_3$  leicht variiert wird. Damit entspricht der Abstand nicht mehr der zur Durchführung einer vollständigen Fourier-Transformation benötigten Entfernung; zur Beschreibung kann die fraktionale Fourier-Transformation herangezogen werden [5].

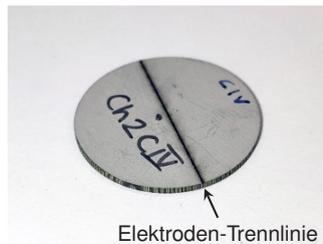


Abb. 3: Aktives Element des untersuchten Schallwandlers mit aufgetrennter Elektrode.

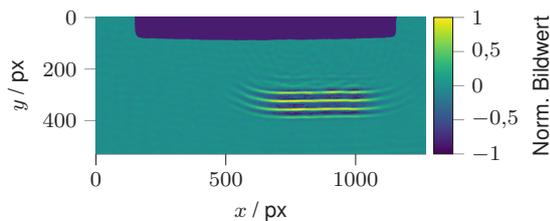


Abb. 4: Rekonstruierte Abbildung mit Vorzeicheninformation der ausgesandten Ultraschallwelle.

Die Linse  $L_3$  entspricht im Messaufbau dem Objektiv einer Kamera, sodass eine Verschiebung der Linse durch ein Verstellen des Fokus erreicht werden kann. Dadurch können direkt Abbildungen mit Vorzeicheninformation der Ultraschallwelle aufgezeichnet werden [5]. Die aufgezeichnete Abbildung  $P_{US}$  ist allerdings noch von der Hintergrundhelligkeit überlagert. Daher wird eine zweite Abbildung  $P_{ref}$  ohne Ultraschallwelle aufgenommen. Anschließend kann eine Referenzierung gemäß

$$P_{\text{frak}} = \sqrt{P_{US}} - \sqrt{P_{ref}} \quad (2)$$

durchgeführt werden, welche auch die Quadrierung durch die Aufzeichnung der Intensität rückgängig macht.

Im Folgenden wird das Schallfeld eines Wandlers untersucht, welcher zur Untersuchung von Scherkomponenten bei der Materialcharakterisierung entwickelt wurde [6]. Dazu ist die Elektrode des scheibenförmigen aktiven Elements mittig aufgetrennt, wie in Abbildung 3 gezeigt. Eine Schlierenabbildung des Schallfeldes ist in Abbildung 4 dargestellt. Der Schallwandler ist am oberen Bildrand in dunkelblau eingefärbt. Es ist zu erkennen, dass die Abstrahlung nicht vollflächig erfolgt. Das Ultraschall-Sendesignal ist ein Burst mit drei Sinus-Perioden und einer Frequenz von 1,6 MHz. Dies entspricht der Serienresonanzfrequenz des Schallwandlers. Daher ist ein mechanisches Nachschwingen des Schallwandlers durch zusätzlich abgestrahlte Schallwellen zu erkennen. Außerdem muss der Schallwandler zunächst einschwingen, weshalb die erste ausgesandte Periode eine geringere Intensität aufweist.

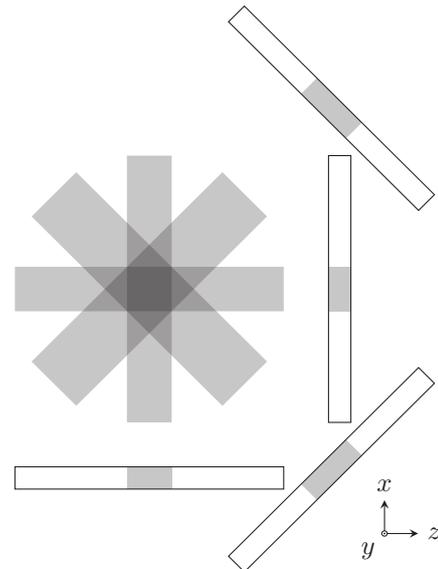


Abb. 5: Einfache Rückprojektion eines Quadrates. Die aufgezeichneten eindimensionalen Projektionen sind unter ihrem jeweiligen Aufnahmewinkel als breite Balken dargestellt.

### Tomografie

Zur Anwendung von tomografischen Verfahren wird ein zu untersuchendes Objekt zunächst aus verschiedenen Winkeln durchleuchtet und die Projektion aufgezeichnet. Nachfolgend wird beispielhaft der zweidimensionale Fall eines für die Strahlung undurchlässigen Quadrates betrachtet. Durch die Vorwärtsprojektion ergibt sich eine eindimensionale Linie, wobei die Mitte der Linie auf der Länge der Diagonalen des Quadrates abgeschattet wird. Um aus den aufgezeichneten Projektionen wieder eine zweidimensionale Abbildung zu erhalten, kann jede Projektion unter dem zur Aufnahme benutzten Winkel in die Abbildungsfläche zurückprojiziert werden. Diese sogenannte einfache Rückprojektion ist in Abbildung 5 dargestellt. Da sich alle Projektionen additiv überlagern, entsteht eine unscharfe Darstellung des Quadrates. Statt der einfachen Rückprojektion wird daher die sogenannte gefilterte Rückprojektion (filtered backprojection) benutzt, bei welcher die Projektionen zunächst gefiltert und erst dann rückprojiziert werden [7]. Diese Methode ist auch auf dreidimensionale Datensätze anwendbar, indem diese als einzelne Schichten betrachtet werden. Dies setzt eine parallele Beleuchtung voraus.

Da bei der Schlierentechnik das zu untersuchende Schallfeld entlang der  $z$ -Achse mit parallelisierter Strahlung durchleuchtet wird, ist eine Schlierenabbildung ebenfalls eine Projektion. Aufgrund der Länge des Messaufbaus (ca. 3,8 m) ist es unpraktisch, den Aufbau zu rotieren, weshalb statt-

dessen der Schallwandler gedreht wird. Dazu ist er an einem Schrittmotor montiert, wie in Abbildung 1 dargestellt. Der Schallwandler wird mit einem Winkelinkrement von  $2^\circ$  um insgesamt  $180^\circ$  gedreht und jeweils eine Schlierenabbildung aufgezeichnet. Anschließend wird mithilfe einer Implementierung der gefilterten Rückprojektion [8] ein dreidimensionales Modell berechnet. Der resultierende Datensatz besteht aus einem Quader regelmäßig im Raum verteilter Werte (Voxeln) und ist entsprechend speicherintensiv. So hat ein Datensatz von  $635 \times 635 \times 215$  Voxeln, in dem jeder Wert als Gleitkommazahl mit 64 bit gespeichert wird, eine Dateigröße von 661 MiB. [9]

### Darstellung mit Gaussian Splatting

„3D Gaussian Splatting“ ist eine Methode zur effizienten Darstellung realistischer dreidimensionaler Umgebungen durch räumlich verteilte, dreidimensionale Gauß-Funktionen, wobei der Wert der Gauß-Funktion in der dargestellten Transparenz enkodiert wird. Die einzelnen Gauß-Funktionen werden dabei neben der Position durch eine Kovarianzmatrix, eine Farbe, sowie Kugelflächenfunktionen (engl. spherical harmonics) zur vom Betrachtungswinkel abhängigen Farbdarstellung parametrisiert. Eine Abbildung mit „3D Gaussian Splatting“ kann direkt aus einer Reihe aufgenommener Fotos oder aus einer Videosequenz generiert werden. In einem zweischrittigen Prozess wird dabei zunächst aus der Bildfolge eine Punktwolke durch Verwendung eines „Structure From Motion“-Algorithmus erzeugt [10]. Diese im Raum verteilten Punkte dienen dann als Startwerte für ein Optimierungsproblem, welches zur Bestimmung der Parameter der räumlich verteilten Gauß-Funktionen auf Grundlage der Bildfolge sowie der durch den „Structure From Motion“-Algorithmus bestimmten Kamerapositionen dient. Dieser Ansatz ist nach aktuellem Stand der Technik sowohl bezüglich der Generierung des Modells, als auch bei der Darstellung, eines der effizientesten Verfahren zur dreidimensionalen Darstellung natürlicher Umgebungen. [1] Es existieren bereits Ansätze „3D Gaussian Splatting“ für die Darstellung tomografisch ermittelter Datensätze einzusetzen [11, 12], wobei hier die typische Zielanwendung im medizinischen Bereich liegt. Im Vergleich mit tomografischen Daten von Schallfeldern zeigt sich hier ein deutlicher, qualitativer Unterschied: Während in medizinischen Anwendungen Übergänge zwischen Medien (zum Beispiel Knochen und Gewebe) möglichst klar abgegrenzt werden sollen, werden bei der Schallfeldtomografie in der Regel kontinuierliche räumliche Verteilungen erwartet. Eine klassische, in medizinischen Anwendungen gängige Darstellung, wie etwa eine Segmentierung auf Basis

von Schwellwerten und eine Darstellung mit Voxel, kann die kontinuierliche Natur eines Schallfeldes deshalb nicht abbilden. Der Einsatz von „3D Gaussian Splatting“ kann hier Abhilfe schaffen, da durch die semitransparente Darstellung der räumlichen Gauß-Funktionen zum Beispiel der kontinuierlich abfallende Schallwechseldruck am Randgebiet eines Wellenpaketes realistischer dargestellt werden kann. Weiterhin kann die Darstellung der Ergebnisse durch die Reduzierung der Datensatzgröße effizienter bezüglich Speicher und Rechenzeit realisiert werden.

Der Einsatz von „Structure From Motion“-Verfahren zur Inferenz dreidimensionaler Datensätze setzt voraus, dass ausreichend Informationen über die Struktur in der zu verarbeitenden Bildfolge vorhanden sind [10]. Im Fall der hier betrachteten Schlierenabbildungen ist dies nicht der Fall. Daher wird der zur Bestimmung der initialen Population von Gauß-Funktionen ein alternativer Ansatz auf Basis der dreidimensionalen Fourier-Transformation der tomografisch rekonstruierten Daten gewählt. Grundlage hierfür ist die Annahme, dass sich ein gegebenes Schallwellenpaket als Resultat eines harmonischen Vorgangs durch eine geringe Anzahl harmonischer Komponenten im Raum darstellen lässt. Die Gauß-Funktionen werden anschließend periodisch im Raum positioniert, sodass sie in guter Näherung dem Verlauf einer harmonischen Funktion mit gegebener Periode entsprechen, zum Beispiel:

$$\sin(u) \approx \sum_{n=-\infty}^{\infty} e^{(-\frac{1}{2}(u-\frac{\pi}{2}-n2\pi)^2)} - \sum_{n=-\infty}^{\infty} e^{(-\frac{1}{2}(u-\frac{3\pi}{2}-n2\pi)^2)}, \quad (3)$$

wobei die beiden Summen jeweils die positive beziehungsweise die negative Halbwelle des Sinus approximieren. Die näherungsweise Übereinstimmung einer harmonischen Funktion und einer Folge von Gauß-Funktionen lässt sich grafisch zeigen (Abbildung 6). Für die Repräsentation einer harmonischen Komponente muss also jeweils an den Extrema eine Gauß-Funktion mit entsprechendem Vorzeichen positioniert werden.

Um die dominanten harmonischen Komponenten der tomografischen Abbildung zu ermitteln, wird der Datensatz Fourier-transformiert. Im Betrag der Fourier-Transformierten werden nun alle lokalen Maxima bis zu einem vorgegebenen relativen Schwellwert, etwa 0,1, ermittelt. Die Position der Maxima im dreidimensionalen Spektrum der tomografischen Daten gibt Aufschluss über die Richtung und Periode der harmonischen Funktion im Raum. Im Fall der Grundschwingung des abgebildeten Schallwellenpakets entspricht dies gerade der Ausbreitungsrichtung und der Wellen-

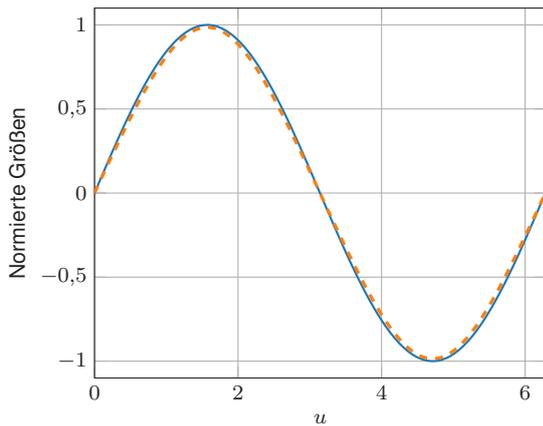


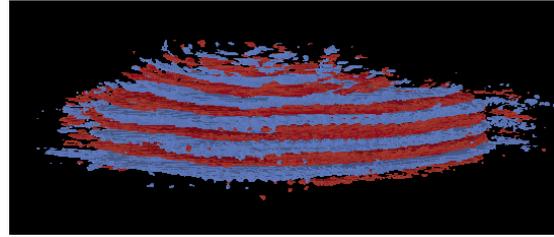
Abb. 6: Approximation einer harmonischen Funktion (—) durch eine Folge überlagerter Gauß-Funktionen (- - -) gemäß Gl. (3).

länge. Aus der Phase des Spektrums wird die Phasenlage der jeweiligen spektralen Komponente abgelesen.

Die vorangegangenen Schritte liefern Informationen darüber, mit welcher Periodizität und in welcher Richtung für die betrachtete spektrale Komponente in den tomografischen Daten lokale Extrema erwartet werden können, zeigt aber nicht, im welchem Bereich sich das Wellenpaket befindet. Um nur im Bereich der Schallwelle Gauß-Funktionen zu positionieren, werden im tomografischen Datensatz auf einem kubischen Gitter die Bildwerte extrahiert, wobei das Gitter eine Kantenlänge entsprechend der halben Periode der spektralen Komponente hat (vergleiche Gleichung 3) und an der ermittelten Ausbreitungsrichtung und Phase ausgerichtet ist. Liegt der Betrag eines Bildwertes auf einem Gitterpunkt oberhalb einer bestimmten relativen Schwelle, etwa 0,01, wird an der Position eine Gauß-Funktion positioniert. Die räumliche Ausdehnung  $\sigma$  (analog zur Standardabweichung in der Stochastik) der Gauß-Funktion wird dabei aus der Periode  $T$  der spektralen Komponente zu  $\sigma = T/(2\pi)$  ermittelt. Die Transparenz wird invers zum Betrag des ermittelten Bildwerts festgelegt und die Farbe entsprechend dem Vorzeichen. Kovarianzen und die Parameter der Kugelflächenfunktionen werden in dieser Darstellung nicht verwendet und entsprechend zu null gesetzt.

Das beschriebene Vorgehen wird für alle aus der dreidimensionalen Fourier-Transformierten bestimmten spektralen Komponenten mit absteigender Periodenlänge durchgeführt, wobei der tomografische Datensatz vor der Extraktion der Bildwerte bis zur betrachteten Periodenlänge tiefpassgefiltert wird. Nach der Bestimmung der Gauß-Funktionen für eine spektrale Komponente wird diese, durch Subtraktion des tiefpassgefilterten

a: Darstellung als Voxel mit Segmentierung



b: Darstellung mit Gauß-Funktionen

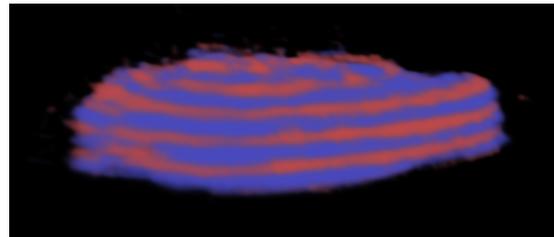


Abb. 7: Vergleich der Darstellung vom tomografischen Daten eines Schallfeldes mittels Voxeln und Segmentierung (a) und mittels räumlich verteilter Gauß-Funktionen (b). Die positive Halbwellen wird rot dargestellt, die negative blau.

Datensatzes von den ungefilterten Daten, entfernt. Es resultieren für den untersuchten Datensatz etwa 50 000 örtlich verteilte Gauß-Funktionen. Damit geht eine Reduktion der Größe des Datensatzes von etwa zwei Größenordnungen einher. Im Vergleich zu den bisher verwendeten Benchmark-Problemen für „3D Gaussian Splatting“ [1] ist die Anzahl der Gauß-Funktionen ebenfalls um eine Größenordnung geringer, was eine effiziente Darstellung, zum Beispiel auf mobiler Hardware, ermöglicht.

Bei der Darstellung von natürlichen Umgebungen mittels „3D Gaussian Splatting“ folgt nach der initialen Bestimmung der Punktwolke ein umfangreicher Optimierungsschritt auf Basis der Bildfolge [1]. Da in dem hier vorgestellten Ansatz die Parameter der im Raum verteilten Gauß-Funktionen bereits auf Basis der Ausgangsdaten bestimmt werden können und die vergleichsweise geringe Anzahl an Gauß-Funktionen schon eine effiziente Darstellung mit ausreichendem Detailgrad ermöglicht, wird hier vorerst auf eine weitere Optimierung verzichtet.

Ein Vergleich mit einer klassischen Darstellung des tomografischen Datensatzes als Voxel mit Segmentierung zeigt deutlich die Unterschiede im Ergebnis. Da die klassische Darstellung (Abbildung 7a) mit Schwellwerten für die positive und negative Halbwellen erstellt wird, ergeben sich klare Abgrenzungen zwischen den Perioden der Schallwellen. Allerdings treten kleinere Artefakte hier deutlich hervor und die kontinuierliche Quali-

tät des akustischen Feldes kann nicht repräsentiert werden. Die Darstellung durch die ermittelten räumlichen Gauß-Funktionen (Abbildung 7b) zeigt eine weniger scharfe Abtrennung zwischen den Halbwellen des Schallfeldes. Eben diese kontinuierlichen Verläufe sind jedoch charakteristisch für ein akustisches Feld. Außerdem führt die Darstellung durch Gauß-Verteilungen zu einer Unterdrückung kleinerer Artefakte aus dem tomografischen Prozess.

### Zusammenfassung und Ausblick

Die Schlierentechnik in Kombination mit tomografischen Verfahren ermöglicht eine dreidimensionale Rekonstruktion von Schallfeldverteilungen. Klassische Visualisierungsmethoden dreidimensionaler Datensätze können den kontinuierlichen Verlauf der akustischen Feldgrößen jedoch nur unzureichend repräsentieren. Es wird daher ein alternativer Ansatz auf Basis räumlicher Gauß-Funktionen („3D Gaussian Splatting“ [1]) untersucht. Die resultierende interaktive Abbildung zeigt sich nicht nur effektiv bezüglich der Speicher- und Rechenressourcen, sondern kann die kontinuierlichen Eigenschaften der untersuchten Schallfeldverteilung gut wiedergeben. Die mit dem hier vorgestellten Ansatz erzeugten Abbildungen haben bezüglich der Anzahl der Gauß-Funktionen noch erhebliches Optimierungspotential, dass auf Grundlage der Optimierungsverfahren in den ursprünglichen Arbeiten [1] in Zukunft ausgenutzt werden soll. In weiteren Arbeiten soll untersucht werden, ob die Erzeugung der Gauß-Funktionen bereits auf Basis der Schlierenabbildungen durchgeführt werden kann, ohne als Zwischenschritt ein klassisches tomografisches Rekonstruktionsverfahren anzuwenden. Besonders aufschlussreich kann eine interaktive, zeitabhängige Darstellung der Schallausbreitung sein. Auch hierfür existieren bereits für natürliche Umgebungen Ansätze auf Basis örtlicher Gauß-Funktionen („4D Gaussian Splatting“ [13]), die für die Visualisierung von Schallfeldern mittels tomografischer Schlierentechnik angepasst werden können.

### Literaturnachweis

- [1] B. Kerbl, G. Kopanas, T. Leimkühler und G. Drettakis. „3D Gaussian Splatting for Real-Time Radiance Field Rendering“. In: *ACM Transactions on Graphics* 42.4 (Juli 2023). URL: <https://repo-sam.inria.fr/fungraph/3d-gaussian-splatting/>.
- [2] C. Scruby und L. Drain. *Laser Ultrasonics - Techniques and Applications*. New York: Taylor & Francis, 1990. ISBN: 978-0-7503-0050-6.
- [3] C. V. Raman und N. S. Nagendra Nath. „The diffraction of light by high frequency sound waves: Part I.“ In: *Proceedings of the Indian Academy of Sciences – Section A*. Bd. 2. 4. Springer, 1935, S. 406–412.
- [4] W. Stöbel. *Fourieroptik*. Berlin, Heidelberg: Springer, 1993. ISBN: 978-3-662-01619-0. DOI: 10.1007/978-3-662-01618-3.
- [5] T. Hetkämper, K. Koch, L. Claes und B. Henning. „Phase-preserving methods to visualise ultrasonic fields with schlieren imaging“. In: *tm - Technisches Messen* 90.2 (2023), S. 103–112. DOI: 10.1515/teme-2022-0112.
- [6] D. Dreiling, D. Itner u. a. „Application and modelling of ultrasonic transducers using 1-3 piezoelectric composites with structured electrodes“. In: *Fortschritte der Akustik - DAGA 2021*. Deutsche Gesellschaft für Akustik e.V. (DEGA), 2021.
- [7] T. M. Buzug. *Computed tomography*. Berlin, Germany: Springer, Nov. 2010.
- [8] P. Müller. *radontea: Python algorithms for the inversion of the Radon transform (Version 0.4.14) [Software]*. 2013. URL: <https://pypi.python.org/pypi/radontea/>.
- [9] T. Hetkämper, L. Claes und B. Henning. „Vorzeichenrichtige tomographische Rekonstruktion von Ultraschallfeldern mit Hilfe der Schlierentechnik“. In: *tm - Technisches Messen* 90.s1 (2023), S. 49–54. DOI: 10.1515/teme-2023-0069.
- [10] J. L. Schönberger und J.-M. Frahm. „Structure-from-Motion Revisited“. In: *Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR)*. 2016.
- [11] E. Nikolakakis, U. Gupta, J. Vengosh, J. Bui und R. Marinescu. *GaSpCT: Gaussian Splatting for Novel CT Projection View Synthesis*. 2024. arXiv: 2404.03126 [eess.IV].
- [12] Y. Li, X. Fu, S. Zhao, R. Jin und S. K. Zhou. *Sparse-view CT Reconstruction with 3D Gaussian Volumetric Representation*. 2023. arXiv: 2312.15676 [eess.IV].
- [13] G. Wu, T. Yi u. a. „4D Gaussian Splatting for Real-Time Dynamic Scene Rendering“. In: *arXiv preprint arXiv:2310.08528* (2023).

# Determination of the dynamic iron content in magnetorheological fluids using an indirect measurement method based on an equivalent circuit model

*Thomas Wiener<sup>1</sup>, Christina Offenzeller<sup>1</sup>, Bernhard Jakoby<sup>2</sup>*

*<sup>1</sup>STIWA Advanced Products GmbH, Technologiepark 10, 4851 Gampern, Austria*

*<sup>2</sup>Johannes Kepler University, Institute for Microelectronics and Microsensors, Altenberger Straße 69, 4040 Linz, Austria*

## Abstract

Magnetorheological (MR) fluids are a class of smart materials with versatile applications in various engineering domains. A MR fluid consists essentially of a carrier medium (e.g. synthetic oil) with embedded magnetizable particles (e.g., carbonyl iron particles in our case). The concentration of iron in the carrier medium determines the rheological properties of the MR fluid.

The influence of the iron content in the MR fluid on the inductance of the system should be analyzed. The measurement technique investigated in our research relies on the analysis of current responses following a voltage step change which is applied to a coil magnetizing the MR under test in a test setup involving a magnetic circuit and a chamber containing the sample MR fluid. The evaluation process is conducted by means of utilizing a physically inspired model featuring lumped elements in an equivalent electrical circuit. This model is based on the T-equivalent circuit of a transformer incorporating representations of field induced eddy currents and particle motion within the MR fluid on the secondary side of the (fictitious) transformer. The model is then used to determine the inductance and to represent the electrical behavior of the actuator in a step response.

**Keywords:** magnetorheological fluid (MRF), T-equivalent circuit, physically inspired model, indirect measurement method, inductance measurement

## 1 Introduction

Magnetorheological (MR) fluids consist of small ferromagnetic particles in a carrier fluid, typically hydrocarbon oil with additives [1-4]. These particles, most commonly carbonyl iron, range in size from 1 to 10  $\mu\text{m}$ . Without the presence of a magnetic field, MR fluid has a low viscosity. When exposed to a magnetic field, the particles tend to align in chain-like structures along field lines, increasing viscosity and shear stress [2,3,5,6]. This alignment occurs in two stages: first single chains are formed which then aggregate into longer and thicker structures [6,7].

Investigations are aimed at improving particle-based simulations [8], adapting MR formulations for settling and abrasion problems [3,4,9-11], optimizing designs for fast force response [12,13] and characterizing shear stress response in rotative setups [1,12,14,15]. Experimental work seeks reliable macroscopic and microscopic MR fluid models [2,16,17] and investigates the effects of particle size, distribution, and volume fraction [3,18,19]. Despite these efforts, the application of MR

technology still remains limited in commercial products.

While MR fluids are currently used in devices [20,21], comprehensive models for device design are still scarcely available due to their complex response to magnetic and mechanical forces. Several studies have focused on the microstructure that influences the rheological properties of MR fluids, which are affected by magnetic fields that can lead to phenomena such as clustering and local alignment of ferromagnetic particles. This kind of complex behavior arises from the response of ferromagnetic materials to external fields, including non-linear responses, hysteresis and memory effects (remanence) [22-24].

In previous work [24] we found that in initial measurements of an actuator filled with "fresh" MR fluid, smaller shear stresses (for achieving a particular shear rate) are required compared to subsequent measurements. Even after demagnetization, this effect persisted and is thus independent of magnetically remanent behavior [24]. This means that once the MR fluid is "activated", e.g., by a first measurement

cycle, it cannot fully return to its initial state even if a demagnetization protocol is followed after each measurement. Such protocols are still useful as effects associated with remanent magnetizations and associated micro-mechanical cluster formation are also present and thus have to be eliminated to achieve reproducible measurements [24].

In the present paper we discuss an equivalent circuit, which is able to model the electric response of an actuation coil magnetizing a sheared MR fluid in a test setup introduced below. To this end, the response associated with MR fluids featuring different iron concentrations are modeled using a physics-inspired model with concentrated components, where the iron content of the fluid particularly affects the main inductance in the model. The model also considers the effects of eddy currents and mechanical time constants of the MR fluid. Finally, the model relates the modelled inductance to the dynamic iron content in the fluid, which may then be used to predict shear stresses.

## 2 Material and methods

### 2.1 Material

The MR fluids used in these studies are two different commercial fluids supplied by LORD Corporation (USA). The first (type MRF-122EG) consists of synthetic oil (hydrocarbon based) and a volume concentration  $\Phi = 22 \text{ vol\%}$  of carbonyl iron particles featuring a diameter in the range of 1 to 10  $\mu\text{m}$ . The second MR fluid MRF-140BC is the same as in [24] and consists of  $\Phi = 40 \text{ vol\%}$  iron particles.

To ensure accurate measurement conditions and to avoid non-uniform particle distribution due to sedimentation, the MR fluids had to be thoroughly redispersed. First, the MR fluid container was placed on a uniaxial mixer for at least two hours to homogenize and dissolve any residual iron. A biaxial shaker was then used to break up potential particle agglomerates by rotating the container for at least 20 minutes (for more details see [24]).

From the analyses in [24], we know that the mixing routine redispersed the MR fluids well and that the particles are sufficiently dissolved in the fluids. We therefore suppose that the stated iron concentrations are initially in agreement with the ones stated in the manufacturer's data sheet (22 and 40 vol%).

### 2.2 Experimental setup

The custom experimental setup (Fig. 1) resembles a parallel plate magneto-rheometer used for shear mode [16,23,25] characterization of MR fluid. It comprises three key components: a stator (green), a MR fluid chamber (light red), and a rotor (yellow). The stator contains the MR fluid and houses a rotating disc, part of the rotor which is driven by a servo motor.

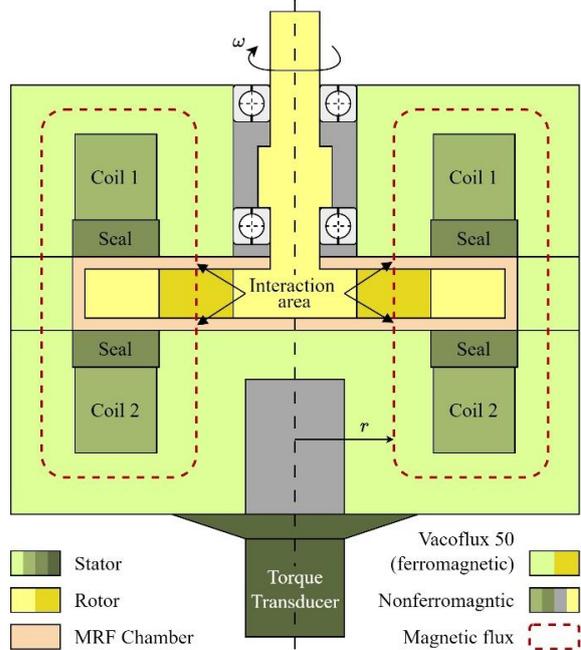


Fig 1: Schematic of the experimental setup for the measurement of the MR fluid in shear mode (cross section). The coil wires intersect this cross section orthogonal to the drawn plane.

Magnetic flux ("flowing" along the red dashed lines in Fig. 1) is generated by two coils (Coil 1 and 2) within the stator, oriented in the same direction. The coils are powered by a custom power supply controller and can produce a magnetic flux density of 2.3 T. The stator and rotor are made of *Vacoflux 50*, a material with high magnetic permeability featuring a high saturation magnetization (which is, however, never reached in our experiments). Other components, like the sealing system, are nonferromagnetic.

Inside the MR fluid chamber, there are two interaction areas (or working gaps) where the adjustable magnetic field interacts with the MR fluid, generating shear forces. The coils' geometry ensures a uniform field distribution across these gaps, which are located at the top and bottom of the disc.

A more detailed description of the structure and the calculated magnetic field strengths in

the interaction areas from finite element calculations can be found in [24].

Sedimentation is not an issue for the setup because, first, the design of the chambers is flat, so gravity has little effect on particle distribution. Second, our measurements were taken within a maximum of two hours after filling with homogenized MR fluid, therefore in this short time there will be no sedimentation of particles in the liquid [9].

Note that the setup was not particularly designed to keep eddy currents low, since the focus was on achieving high field strengths and a constant field distribution in the interaction area. The eddy currents that do occur cannot be neglected and must be accounted for in the model.

### 2.3 Inductance measurement of the magnetization coil

Inductance can be measured in several ways. A very common method is to apply a voltage step to the inductance to be measured and analyze the step response of the current, which should correspond to a first-order lag element (*PT1*) for an ohmic-inductive load. Evaluating the time  $\tau$  it takes the current to reach 63 % of the final stationary value, one can calculate the inductance  $L$  from the relationship  $\tau = L/R$ , given that the resistance  $R$  is known.

However, the experimental setup does not behave like a simple first-order lag element (*PT1*, see Fig. 2) due to non-ideal properties such as eddy currents and motion of iron particles in the MR fluid (see section “Results”). Measuring inductance using a *LCR* meter or phase shift between current and voltage with sinusoidal excitation is therefore not feasible. There is little information in the literature on the measurement of inductance in MR actuators or on variable inductance during operation.

Therefore, we pursued an indirect route through the complete analysis and curve fitting via a physically inspired model and calculations in *LTspice* that capture eddy currents, motion, and the main inductance.

The electrical quantities were recorded using a digital storage oscilloscope (Tektronix mixed signal oscilloscope *MSO54B* (350 MHz, 6.25 GS/s)) with a probe and a current clamp. Power was supplied by a laboratory power supply (Korad *KA3005P*, with an internal resistance modeled in *LTspice* with  $R_i = 0.1 \Omega$ , see Fig. 3). The applied voltage jump (from 0 to 9 V) was implemented using a customized

circuit board with H-bridges, realized with field effect transistors with a resistance of  $R_{FET} = 0.3 \Omega$  each, to produce a steep jump within milliseconds.

### 3 Results

The aim of the investigations is to be able to make an indirect statement about the iron content in the interaction area via the inductance behavior of the actuator and subsequent predictions of generated shear stress response. The hypothesis of [24] is that chain formation and other effects lead to an accumulation of iron particles in the interaction area and an increasing iron concentration, which contributes to an initial irreversible MR fluid activation.

In order to obtain a first basic electrical model for the coil in Fig. 1, the first measurement is carried out with an empty chamber, i.e. with air as a test medium.

Figure 2 shows the voltage response at the coil terminal in blue (*Voltage*) and the current curve in red (*i(0 vol%)*) for air-filling. The solid lines are the data recorded by the oscilloscope. The voltage jumps to a value of  $u_0 = 9 \text{ V}$  at time instant  $t = 0 \text{ s}$ , collapses a little due to the ohmic losses of the internal resistance of the power supply and the H-bridge, and stabilizes at a value of  $u_S = 8.53 \text{ V}$  in the steady state area. At first sight the current response may appear to show *PT1* behavior (as it would be for an *RL* series circuit or a lossy coil). However, closer inspection reveals that a second time constant due to eddy currents is involved.

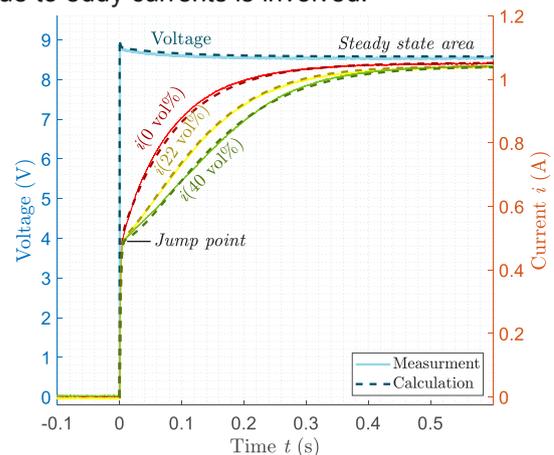


Fig. 2: Current and voltage curves of the measurement and calculation with *LTspice* of the step response, applied to the experimental setup: 0 (red), 22 (yellow) and 40 vol% (green) iron content in the MRF chamber.

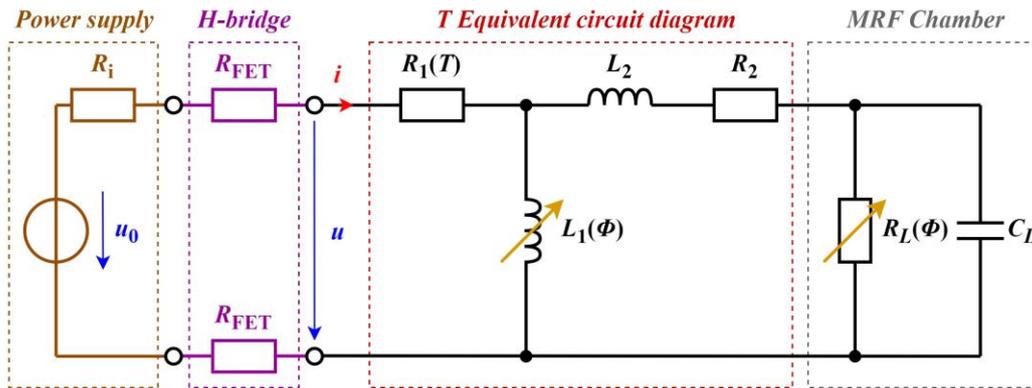


Fig. 3: Phenomenological electrical equivalent circuit diagram of the experimental setup.

To analyze this behavior, a model was built in *LTspice* and fitted to the measured data. The starting point for the physics-inspired electrical diagram is the T-equivalent diagram of a transformer. Figure 3 shows the electrical diagram used for the simulation, with the source and H-bridges shown on the left.

In the equivalent circuit, following values are used: the main inductance  $L_1(\Phi)$ , the stray inductance  $L_2$ , a resistor  $R_2$  representing the eddy currents, a load, which was phenomenologically modelled as a  $R_L$ - $C_L$  parallel circuit representing the MRF-chamber, the temperature dependent ohmic coil resistance  $R_1(T)$ , the ohmic half bridge resistors  $R_{FET}$  and ohmic internal resistor of the source  $R_i$ .

The ohmic components  $R_i$ ,  $R_{FET}$ ,  $R_1(T)$  were measured with a resistance meter.

After the voltage jump, the current stabilizes at  $t > 0.3$  s, to a steady state value of about  $I_S = 1.05$  A (see Fig. 2), which is essentially related to the ohmic resistance  $R_1$  in the model.  $R_1$  is the ohmic resistance of the supply line and the coils (which is temperature dependent and has a value of 7.8-8.2  $\Omega$ ) and in particular determines the level of the steady-state current value  $I_S$ .

$R_2$  represents losses due to eddy currents in the magnetic core of the circuit and  $L_2$  represents the stray inductance involved in this coupling (just as in the classical transformer model). The main core material of the experimental setup is *Vacoflux 50*, which has good properties for high saturation field strengths and is designed as a solid material. This results in significant eddy currents which strongly influence the current curve in case of transients. The initial point the current almost instantly jumps to (see Fig. 2) is essentially determined by  $R_2$  and  $L_2$  yielding a much

smaller time constant compared to the one associated with the main inductance. The values for  $L_2$  and  $R_2$  can be readily determined from the height and the delay of the initial jump, which is virtually the same for all measured cases (see “Jump point” in Fig. 2). This is consistent with the eddy current interpretation as the eddy currents in the magnetic core, which is present for both measurements in air and with MR fluids.

Furthermore,  $R_i$ ,  $R_{FET}$ ,  $R_1(T)$ ,  $R_2$  and  $L_2$  are the same for all measurements and have been assumed to be constant.

The remaining three fit parameters ( $L_1$ ,  $R_L$  and  $C_L$ ) in the equivalent circuit were identified by curve fitting and minimizing the error.

$L_1$  is the main inductance that significantly determines the current curve and has been determined to have a value of  $L_1(0 \text{ vol}\%) = 420$  mH for air filling of the gap. The “secondary load”  $R_L \parallel C_L$  corresponds to a short circuit  $R_L(0 \text{ vol}\%) = 0 \Omega$  for air filling. Figure 2 shows the calculated results for current and voltage plotted against the measured data. The model agrees well with the measured data despite the simple model structure. To test the model’s robustness we verified that, without fitting anew, it also reasonably holds for measurements featuring a 12 V jump and in case of impressing a stationary current injection by using an artificial source series resistor of 100  $\Omega$  (not shown here).

Next, the chamber of the experimental setup was filled with fresh (unused) MRF-140BC with an initial concentration of  $\Phi = 40$  vol% iron homogeneously distributed in the liquid. Our expectation for the equivalent circuit diagram is that the main inductance  $L_1$  should increase.

In Fig. 2 the green curve shows the current measurement for 40 vol% iron. The current

takes longer to reach the steady state value of  $I_s$ . The jump point is approximately the same as at  $\Phi = 0$  vol%. A third time constant can be seen.

The following values are identical at 40 vol% as with the first measurement with air filling and support the quality of the model:  $R_i$ ,  $R_{FET}$ ,  $R_1(T)$ ,  $R_2$  and  $L_2$ .

Only three parameters were varied to fit the measured responses for MR fluid filling: the main inductance  $L_1$  and the load ( $R_L$ ,  $C_L$ ).

Instead of a short circuit,  $R_L(40 \text{ vol}\%)$  had now a value of  $12 \Omega$  and  $C_L = 0.01 \text{ F}$  is found. This load is supposed to model movement of the iron particles when aligning with the field, which introduce a mechanical time constant related to  $C_L$ .  $R_L$  also contributes to this time constant and represents eddy current (and other losses) in the MR fluid.

The main inductance  $L_1$  increases as expected with increasing iron concentration in the fluid to  $L_1(40 \text{ vol}\%) = 750 \text{ mH}$ , an increase of 79%. The results of the calculation with *LTspice* are shown in Fig. 2 as dashed lines. Despite the concentrated elements in the rather simple model, there are hardly any deviations between measurement and calculation.

To verify the electrical equivalent circuit diagram, a further measurement was carried out with an MR fluid containing  $\Phi = 22 \text{ vol}\%$  iron concentration, which is approximately halfway between 0 and 40 vol%. The measured and calculated results are shown in Fig. 2 in yellow, with dashed line representing the calculation from the *LTspice* model. The obtained fitting parameters are  $L_1(22 \text{ vol}\%) = 610 \text{ mH}$  and  $R_L(22 \text{ vol}\%) = 10 \Omega$ . All other component values are identically as for 0 and 40 vol%.

As expected, the curve for 22 vol% iron concentration lies between the curves for 0 and 40 vol%. The results calculated with the fitted parameters ( $L_1$  and  $R_L$ ) are in good agreement with the measurement.

#### 4 Conclusion

A main contribution of this work is the development of a new method to indirectly determine the variation of the iron content in MR fluids by analyzing the equivalent circuit of the experimental setup, where the MR fluid under consideration is contained in a sample chamber embedded within a magnetic circuit. This approach is supported by a physically inspired model that accounts for non-ideal properties such as eddy currents in the

magnetic circuit and the MR fluid as well as mechanical relaxation effects of the particles in the MR fluid.

#### 5 Appendix: Model values

Tab. 1: Constant values of the physically inspired model.

|           | Values             | Physical description                               |
|-----------|--------------------|--|
| $u_0$     | 0-9 V              | Power supply                                       |
| $R_i$     | 0.1 $\Omega$       | Resistance of the source                           |
| $R_{FET}$ | 0.3 $\Omega$       | Resistance of the H-bridge                         |
| $R_1(T)$  | 7.8 – 8.2 $\Omega$ | Resistance of the windings (temperature dependent) |
| $L_2$     | 30 mH              | Stray inductance (eddy currents)                   |
| $R_2$     | 10.5 $\Omega$      | Resistance due to eddy currents                    |
| $C_L$     | 10 mF              | MRF-Chamber (movement)                             |

Tab. 2: Concentration-dependent values of the physically inspired model.

| $\Phi$      | 0          | 22          | 40          | vol%                   |
|-------------|------------|-------------|-------------|------------------------|
| $L_1(\Phi)$ | 0.42 H     | 0.61 H      | 0.75 H      | Main inductance        |
| $R_L(\Phi)$ | 0 $\Omega$ | 10 $\Omega$ | 12 $\Omega$ | MRF-Chamber (movement) |

#### References

- [1] Rabinow, J. (1948). The Magnetic Fluid Clutch. *Transactions of the American Institute of Electrical Engineers*, **67(2)**, 1308–1315. <https://doi.org/10.1109/t-aiee.1948.5059821>
- [2] Tao, R. (2001b). Super-strong magnetorheological fluids. *Journal of Physics: Condensed Matter*, **13(50)**, R979–R999. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/13/50/202>
- [3] Jolly, M., Bender, J. W. & Carlson, J. D. (1999). Properties and Applications of Commercial Magnetorheological Fluids. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, **10(1)**, 5–13. <https://doi.org/10.1177/1045389x9901000102>
- [4] Carlson, J. D. (2002). What Makes a Good MR Fluid? *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, **13(7–8)**, 431–435. <https://doi.org/10.1106/104538902028221>
- [5] Wang, Y., Luo, Q., Liu, H., Wu, J., Lian, M. & Li, T. (2019). Aggregated chain morphological variation analysis of magnetorheological fluid (MRF) in squeeze mode. *Smart Materials and Structures*, **28(10)**, 105038. <https://doi.org/10.1088/1361-665x/ab39f9>
- [6] Jolly, M. R., Bender, J. W., & Mathers, R. T. (1999). Indirect measurements of microstructure development in magnetorheological fluids. *International Journal of Modern Physics B (Vol. 13)*. <https://doi.org/10.1142/S0217979299002113>
- [7] Kubík, M., Válek, J., Žáček, J., Jeniš, F., Borin, D., Strecker, Z., & Mazúrek, I. (2022). Transient response of magnetorheological fluid on rapid

- change of magnetic field in shear mode. *Scientific Reports*, **12**(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-14718-5>
- [8] Sherman, S. G., Paley, D. A., & Wereley, N. M. (2011). Massively Parallel Simulations of Chain Formation and Restructuring Dynamics in a Magnetorheological Fluid. *ASME 2011 Conference on Smart Materials, Adaptive Structures and Intelligent Systems, Volume 1* <https://doi.org/10.1115/SMASIS2011-5188>
- [9] Choi, Y., Xie, L. & Wereley, N. M. (2016). Testing and analysis of magnetorheological fluid sedimentation in a column using a vertical axis inductance monitoring system. *Smart Materials and Structures*, **25**(4), 04LT01. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/25/4/04lt01>
- [10] Chambers, J. M. & Wereley, N. M. (2017). Vertical axis inductance monitoring system to measure stratification in a column of magnetorheological fluid. *IEEE Transactions on Magnetics*, **53**(1), 1–5. <https://doi.org/10.1109/tmag.2016.2606345>
- [11] Portillo, M. A., & Iglesias, G. R. (2017). Magnetic nanoparticles as a redispersing additive in magnetorheological fluid. *Journal of Nanomaterials*, **2017**, 1–8. <https://doi.org/10.1155/2017/9026219>
- [12] Güth, D., Schamoni, M. & Maas, J. (2013). Magnetic fluid control for viscous loss reduction of high-speed MRF brakes and clutches with well-defined fail-safe behavior. *Smart Materials and Structures*, **22**(9), 094010. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/22/9/094010>
- [13] Horváth, B., Decsi, P., & Szalai, I. (2022). Measurement of the response time of magnetorheological fluids and ferrofluids based on the magnetic susceptibility response. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, **33**(7), 918–927. <https://doi.org/10.1177/1045389X211038697>
- [14] Jackel, M., Kloepfer, J., Matthias, M. & Seipel, B. (2013). The novel MRF-ball-clutch design – a MRF-safety-clutch for high torque applications. *Journal of physics*, **412**, 012051. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/412/1/012051>
- [15] Böse, H., Gerlach, T. & Ehrlich, J. (2013). Magnetorheological torque transmission devices with permanent magnets. *Journal of physics*, **412**, 012050. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/412/1/012050>  
<https://doi.org/10.1016/j.partic.2013.03.002>
- [16] Lager, H. G., Bierwisch, C., & Moseler, M. (2013). MRF in a plate-plate magnetorheometer: Numerical insight into the particle-wall interface. *Journal of Physics*, **412**, 012020. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/412/1/012020>
- [17] Dorfmann, L., Ogden, R. W., & Wineman, A. S. (2007). A three-dimensional non-linear constitutive law for magnetorheological fluids, with applications. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, **42**(2), 381–390. <https://doi.org/10.1016/j.ijnonlinmec.2007.03.002>
- [18] Sarkar, C. & Hirani, H. (2015). Effect of Particle Size on Shear Stress of Magnetorheological Fluids. *Smart Science*, **3**(2), 65–73. <https://doi.org/10.1080/23080477.2015.11665638>
- [19] Gudmundsson, K., Jonsdottir, F., Thorsteinsson, F. & Gutfleisch, O. (2011). An Experimental Investigation of Unimodal and Bimodal Magnetorheological Fluids with an Application in Prosthetic Devices. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, **22**(6), 539–549. <https://doi.org/10.1177/1045389x11403821>
- [20] “DISCOVER HAPTICORE.” XeelTech. <https://www.xeeltech.com/hapticore/> (accessed Mar 25, 2024)
- [21] “Hapticore.” STIWA. <https://www.stiwa.com/en/manufacturing/advanced-products/hapticore> (accessed Mar 25, 2024)
- [22] Rankin, P. J., Horvath, A. T., & Klingenberg, D. J. (1999). Magnetorheology in viscoplastic media. *Rheologica Acta*, **38**(5), 471–477. <https://doi.org/10.1007/s003970050198>
- [23] Shan, L., Chen, K., Zhou, M., Zhang, X., Meng, Y., & Tian, Y. (2015). Shear history effect of magnetorheological fluids. *Smart Materials and Structures*, **24**(10). <https://doi.org/10.1088/0964-1726/24/10/105030>
- [24] Wiener, T., Offenzeller, C., Martetschläger, D., Wimmer, D., Spirowski, T., & Jakoby, B. (2024b). Phenomenological studies on magnetic and mechanical remanence effects in magnetorheological fluids. *Smart Materials and Structures*. <https://doi.org/10.1088/1361-665x/ad2aa7>
- [25] Zheng, J. N., Li, Y. Z., Chen, C., & Chen, S. M. (2020). The sealing properties of magnetorheological fluids under quasi-static tensile. *Smart Materials and Structures*, **29**(10). <https://doi.org/10.1088/1361-665X/aba53f>

# Vehicle Data Analysing System (VeDAS)

*Martin Bussas, Carsten Dettmar*  
*Trout GmbH, Parkstraße 28, 34119 Kassel*

## Zusammenfassung

Der Einsatz von Fahrzeugen in anspruchsvollen Aufgabenstellungen und Szenarien, wie besonders schwierigem Gelände oder in einer Dauerbeanspruchung führt unter anderem zu Problemen bei der Belastung über die für das Fahrzeug vorgegebenen Grenzen hinweg. Schwierigkeiten ergeben sich auch bei der Erkennung und Behebung von systematischen Fehlern. Im Rahmen des Performance Based Logistic Ansatzes ist geplant, eine bedarfsorientierte Wartung vorzusehen. Auch hierfür benötigt man entsprechende Belastungsdaten des Systems aus dem tagtäglichen Einsatz heraus.

Hieraus ergibt sich die Notwendigkeit eines autarken Systems, das einfach an unterschiedliche Plattformen im Fahrzeugbereich adaptierbar ist, die Belastungsdaten in den unterschiedlichen Freiheitsgraden sensiert und aufzeichnet und durch einen konsequenten strukturierten Aufbau in Hard- und Software diesen speziellen Anforderungen genügt. Aufgrund der Vielzahl der gerade im Landfahrzeugbereich vorhandenen Plattformen muss ein solches System kostengünstig und zuverlässig einsetzbar sein.

Die TROUT GmbH in Kassel ist ein Unternehmen der Informationstechnologie und Systemtechnik mit speziellem Know-how in der Anwendung Künstlicher Intelligenz für Aufgabenlösungen aus dem technisch-wissenschaftlichen Bereich.

Ausgehend von den oben geschilderten Anforderungen an Landsysteme entwickelte und erprobte TROUT in einer mehrjährigen Technologiepartnerschaft mit der Rheinmetall Landsysteme GmbH hierzu ein sogenanntes Vehicle Data Analysing System, kurz VeDAS. VeDAS dient der automatischen Erfassung von Fahrzeugdaten und deren Auswertung. Die Kommunikation mit dem zugehörigen Auswertesystem erfolgt entweder per mobilem Speichermedium oder per drahtloser Kommunikation schnell und sicher (safety & security).

**Keywords:** Bedarfsorientierte Wartung, Zustandsbasierte Wartung, Machine Learning

## Datenaufnahmeeinheit

Insbesondere die im harten Einsatz z.B. bei Aufgaben des Internationalen Krisenmanagements vom Fahrzeug erfahrenen Beschleunigungen und Vibrationen haben einen großen Einfluss auf die Mean Time Between Failure und damit auf die tatsächlich nutzbare Verfügungszeit.

Um eine Verbindung herzustellen zwischen den erfahrenen Belastungen und jeweiligen tatsächlichen Umweltbedingungen müssen auch die Lage der Plattform im dreidimensionalen Raum sowie die Fahrzeugparameter Geschwindigkeit und zurückgelegte Distanz erfasst werden.

Die Datenaufnahme erfolgt über eine Sensoreinheit, die auf der jeweiligen Plattform montiert wird und durch Drehwinkel-, Beschleunigungs- und Vibrationssensoren die Belastungen aufnimmt, aufzeichnet und mit den jeweiligen Fahrzeugparametern zur späteren Auswertung zur Verfügung stellt.

Nebenstehendes Bild zeigt eine derartige Einheit zur VeDAS Datenaufnahme.

Über eine fahrzeuginterne CAN-Bus-Schnittstelle können zudem Daten, die beispielsweise



Abb. 1: Datenaufnahmeeinheit

ein Motorsteuergerät liefert, ebenfalls hinzugezogen werden. Das geschlossene Aluminium-Gehäuse besitzt Schutzklasse IP 67. Die Rundstecker-Verbindungen für die Schnittstellen nach außen sind robust und wasserdicht und erfüllen militärischen Standard.

## Sensorik

Eine umfangreiche Sensorik umfasst Messfühler für Beschleunigung, Drehwinkel, Vibration und Umwelteinflüsse. Ein GNSS-Modul zeichnet Positionsdaten auf.

**Beschleunigungssensoren (Accelerometer):** Diese Sensoren messen die Beschleunigungskräfte in drei Raumachsen (x, y, z). Genutzt werden mikroelektromechanische Systeme (MEMS), die sehr klein sind und geringen Stromverbrauch haben.

**Gyroskope (Drehwinkelsensoren):** Gyroskope messen die Drehbewegung um die drei räumlichen Achsen.

**Vibrationssensoren:** Diese Sensoren erfassen mechanische Schwingungen und Stöße.

**Feuchtigkeits- und Temperatursensor:** Feuchtigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur kann die Leistung und Sicherheit von elektronischen und auch mechanischen Systemen beeinträchtigen.

Ergänzt wird die Messeinheit durch Körperschallmikrofone. Zum Einsatz kommen zwei rauscharme MEMS-Mikrofone mit hohem Schalldruckpegel und erweitertem Tieftonbereich. Dem Mikrofonelement ist ein Impedanz-Konverterverstärker nachgeschaltet. Eine lineare Reaktion erfolgt bis zu 130 dB SPL. Die Tieftonerweiterung bis hinunter zu 6 Hz bietet hervorragende Phaseneigenschaften. Der niedrige Stromverbrauch trägt gemeinsam mit einem differenzierten Power-Management zu langen Betriebszeiten auch ohne externe Spannungsversorgung bei.

Zur Datenreduktion, und um die aperiodischen Signale in ein kontinuierliches Spektrum zerlegen zu können, wird noch auf dem Signaldatenprozessor eine schnelle Fourier-Analyse (FFT) durchgeführt.

Die gesamte Sensorik arbeitet über einen erweiterten Temperaturbereich von -40 °C bis +85 °C.

Unter dem Deckel und an der Gehäusevorderseite befinden sich LEDs für Status- und Fehleranzeigen. Die USB-Ports dienen zur sicheren, drahtgebundenen Datenübertragung und eröffnen die Möglichkeit, über eine Konfigurationsdatei die inneren Parameter der Messeinheit individuell für die jeweilige Mission anzupassen.

Zusätzlich steht noch ein Interface für weitere Sensoren oder auch eine drahtlose Übertragung der aufgezeichneten Daten über die Rundstecker-Verbindungen zur Verfügung.

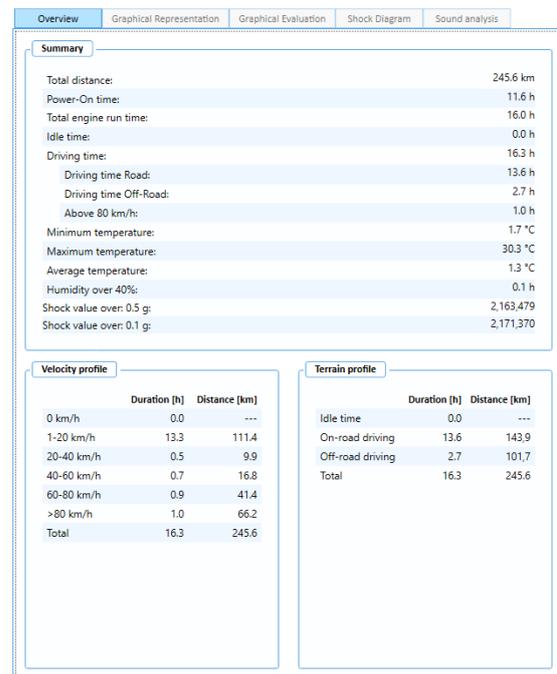
Die Elektronik ist in MultiLayer PCB (Printed Circuit Board) Technologie mit mechanischen Führungen ausgeführt. Die Führungen dienen dem Schutz der Leiterplatte und erleichtern eine präzise Montage in dem komplexen Gerätegehäuse.

## Datenaufnahme

Fahrzeugdaten vom CAN-Bus sowie an der VEDAS Box angeschlossener Sensorik werden nach einer Filterung mit Datenreduktion und Plausibilitätscheck in einen Ringspeicher geschrieben. Die Kapazität des Ringspeichers umfasst Messdaten mehrerer Monate.

## Auswertungssoftware

Zu jedem gewünschten Zeitpunkt können die Daten aus dem Ringspeicher in eine Datenbank auf einen PC / Laptop exportiert werden. Dort werden die Daten algorithmisch analysiert, tabellarisch zusammengefasst und visualisiert.



Exportieren  Show Idle time

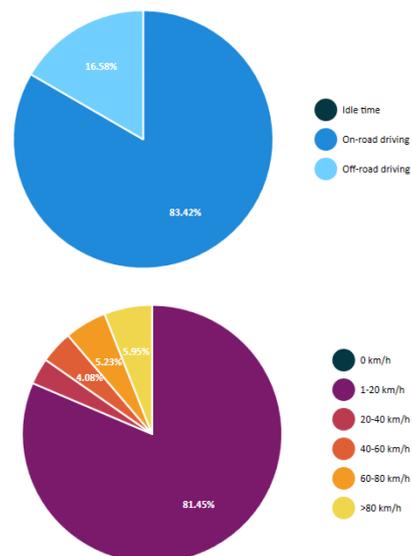


Abb 2: Tabellarische und grafische Auswertung

Durch die KI-gestützte Auswertung der Bewegungs- und Beschleunigungsdaten hinsichtlich der Stoß- und Wankeinwirkungen und des dadurch entstehenden Energieeintrags auf das Fahrzeug ergibt sich ein aussagekräftiges Belastungsprofil der überwachten Flotte.

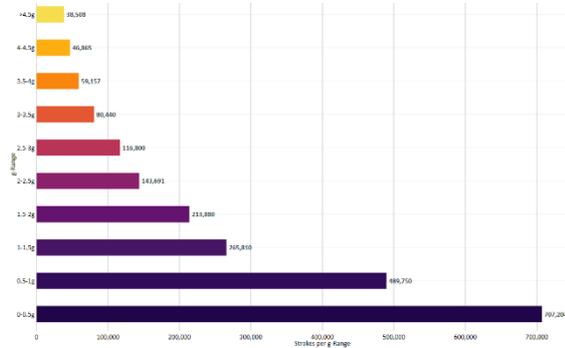


Abb. 3: Diagramm zur Verteilung von Stoßbelastungen

Analog wird für die Berechnung potentiell erforderlicher Wartungsarbeiten von Fahrzeug-Komponenten verfahren. Hierfür wird noch eine Auswertung des gemessenen Körperschallspektrums hinzugezogen. Betrachtet wird der Frequenzbereich von 6 Hz bis 20 kHz.

Eine Aufnahme des gesamten Frequenzbereichs in einer Messung erzeugt eine sehr große Datenmenge, da gerade zum Messen niedriger Frequenzen ein langer Zeitraum erforderlich ist. Daher ist es sinnvoll, mehrere Messungen für unterschiedliche Frequenzbereiche durchzuführen, bei denen die Datenmenge jeweils auswertbar bleibt.

In der Startkonfiguration wird dem Sensor übermittelt, für welche Frequenzen er Messungen durchführen soll. (Dauer der Messung TM1, TM2, TM3 und Messfrequenz MF1, MF2, MF3).

**Fahrzeugwahl**

Nach Auswahl des gewünschten Fahrzeugs stehen folgende Optionen für Auswertungen zur Verfügung:

- Fahrzeugdaten: Überblickartige Zusammenfassung aller gesammelten Fahrzeugdaten. Tabellarische Auflistung der Tagesdaten und Benutzungszeiten. Graphische Darstellung des Leerlauf-, Gelände- und Straßenanteils im Kreisdiagramm. Anlegen und Modifizieren von Fahrzeugstammdaten.
- Nutzungsprofil: Detailbetrachtung der Fahrzeugbenutzungsdaten nach auswählbarem Zeitraum. Aufschlüsselung in Geschwindigkeitsintervalle und Beschleunigungskraftbereiche. Möglichkeit zur Gegenüberstellung von mehreren Fahrzeugen und/oder verschiedenen Zeitspannen.

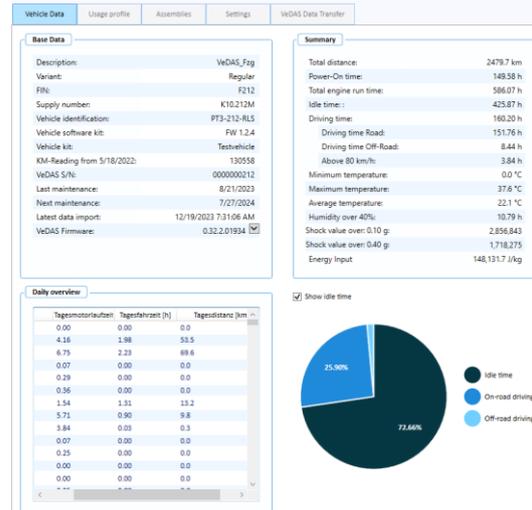


Abb. 4: Präsentation der Fahrzeugbenutzungsdaten

- Graphische Darstellung: Kartenabbildung der Fahrstrecke des Fahrzeugs, Zeitreihen und Diagramme der Messdaten, Balkendiagramm zur Verteilung von Stoßbeschleunigungen



Abb. 5: Diagramm der g-Kräfte in der Umgebung eines Routenpunktes

- Baugruppen: Organisation der zustandsüberwachten Bauteile. Planung, Verwaltung und Dokumentation von Wartungsmaßnahmen
- Einstellungen: Spracheinstellung, Verzeichnisse, Export-Einstellungen, Festlegen der Grenzwerte und Korrekturfaktoren.
- VeDAS-Datentransfer: Konfiguration des VeDAS-Datensticks, Datenimport vom Datenstick.

Für jedes Fahrzeug können Reports im PDF Format mit den Auswertungsdaten und -diagrammen frei wählbarer Nutzungszeiträume erstellt werden.

Der Export von Messdaten in Tabellenformate wie Microsoft Excel oder CSV ist ebenfalls möglich. Weitere Auswertungen in nachgeschalteten Analysesystemen werden damit erleichtert.

### Körperschall

Körperschallsensoren, auch als Struktur-schallsensoren bekannt, messen die durch mechanische Quellen in einem Material erzeugten Schwingungen. Diese Sensoren sind besonders nützlich für die Zustandsüberwachung und die vorbeugende Wartung von Maschinen und Fahrzeugen, einschließlich gepanzerter Radfahrzeuge. Sie werden hier verwendet, um Defekte an bewegten oder rotierenden Teilen zu detektieren, indem Veränderungen in den Schwingungsmustern erkannt werden, die auf Probleme wie Unwucht, Verschleiß, Risse oder andere Schäden hinweisen.

Die beiden Sensoren des VeDAS erfassen kontinuierlich die durch die Fahrzeugkomponenten erzeugten und transmittierten Schwingungen, sowohl im Ruhezustand als auch während der Bewegung. Die Schallerfassung wird nach Geschwindigkeitsintervallen differenziert, und es wird zwischen Gelände und Straße unterschieden.

Die aufgenommenen Daten werden einmal in Echtzeit analysiert und auch im Nachgang, um Muster oder Anomalien zu erkennen. Dies erfolgt durch fortgeschrittene Algorithmen aus dem Umfeld des maschinellen Lernens, um auch geringfügige Veränderungen zu identifizieren, die auf potenzielle Defekte hinweisen. Bei der Erkennung von Anomalien wird eine Benachrichtigungskette initiiert, um die spezifische Ursache zu identifizieren und vorbeugende Wartungsmaßnahmen durchzuführen, bevor ein schwerwiegender Ausfall auftritt.

Im Gegensatz zu anderen Diagnosemethoden, die direkten Zugang zu den zu überwachenden Teilen erfordern, können Körperschallsensoren Messungen aus der Ferne durchführen, ohne in den Betrieb des Fahrzeugs einzugreifen.

Die Möglichkeit zur Echtzeitüberwachung unterstützt eine kontinuierliche Zustandsüberwachung und erleichtert die sofortige Erkennung von Problemen.

Die Kosteneffizienz von Körperschallsensoren in der Wartung und Überwachung mechanischer Systeme ergibt sich aus den Schlüsselfaktoren:

**Früherkennung von Problemen:** Erfassung beginnender Defekte wie Risse, Abnutzung oder Lockerung noch vor einem Ausfall.

**Vermeidung ungeplanter Ausfälle:** Sie sind oft mit hohen Kosten verbunden, nicht nur wegen der sofortigen Reparaturbedürfnisse, sondern auch aufgrund der Betriebsunterbrechung.

**Optimierung der Wartungsintervalle und Verlängerung der Lebensdauer der Komponenten** sowie Verbesserung der Sicherheit und Zuverlässigkeit.

### Testfahrten

Die spektrale Zusammensetzung des Körperschalls ist eine charakteristische Größe für das Fahrzeug.

Abhängig vom Geländeprofil und der Bewegungsgeschwindigkeit dominieren spezifische Resonanzfrequenzen das Bild. Diese Daten werden in Testfahrten erhoben und organisiert.

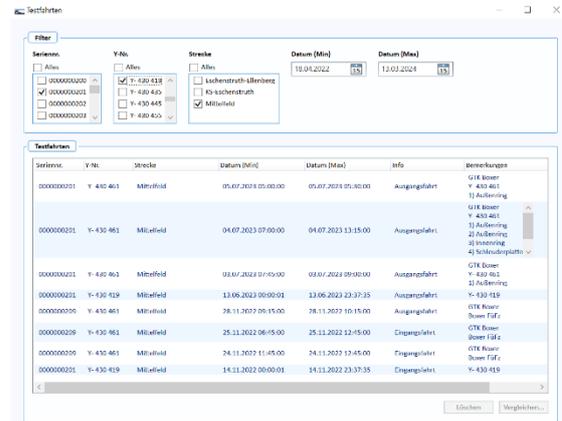


Abb. 6: Verwaltung von Testfahrten

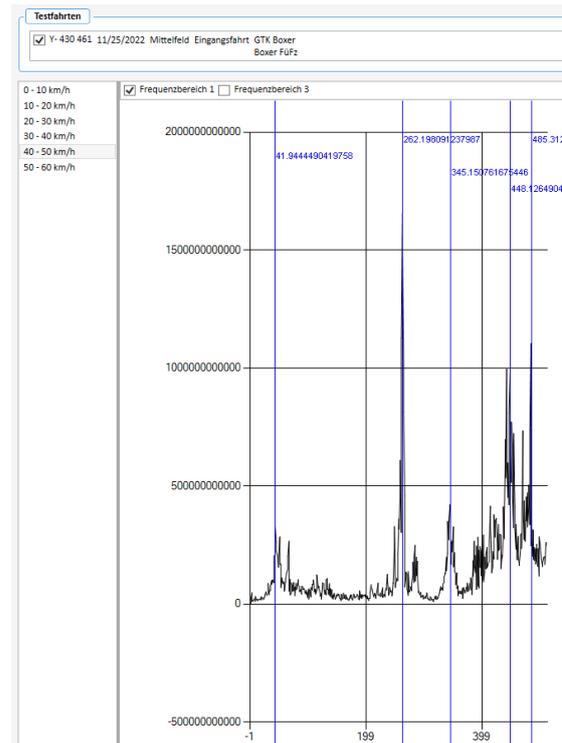


Abb. 7: Charakteristische Frequenzen

Bei dem Vergleich von Eingangsfahrten (vor der Instandsetzung) und Ausgangsfahrten (nach einer Instandsetzung) werden Diskrepanzen in den Spektren offenbart, die vom mechanischen Zustand der rotierenden Komponenten herrühren. In den nachfolgenden Abbildungen werden Abweichungen in den Amplituden offensichtlich.

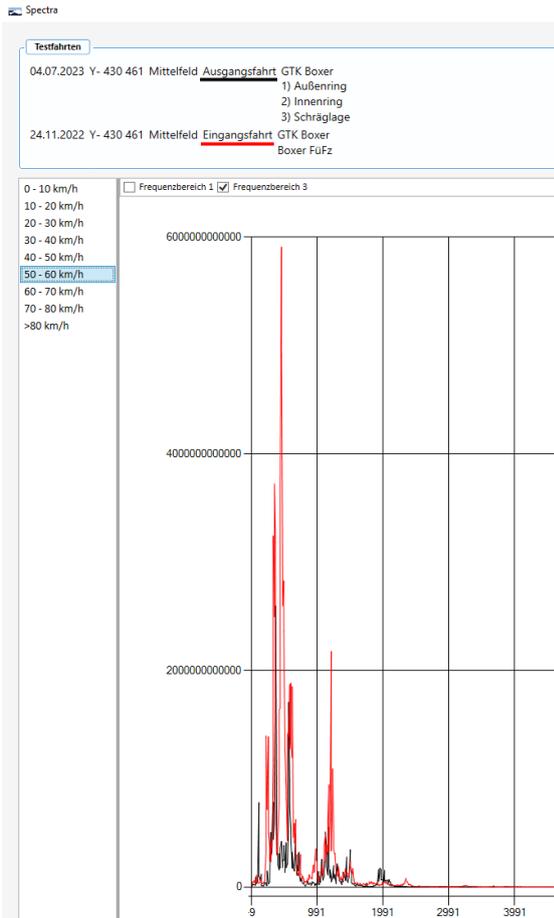


Abb. 8: Spektraler Vergleich von Testfahrten

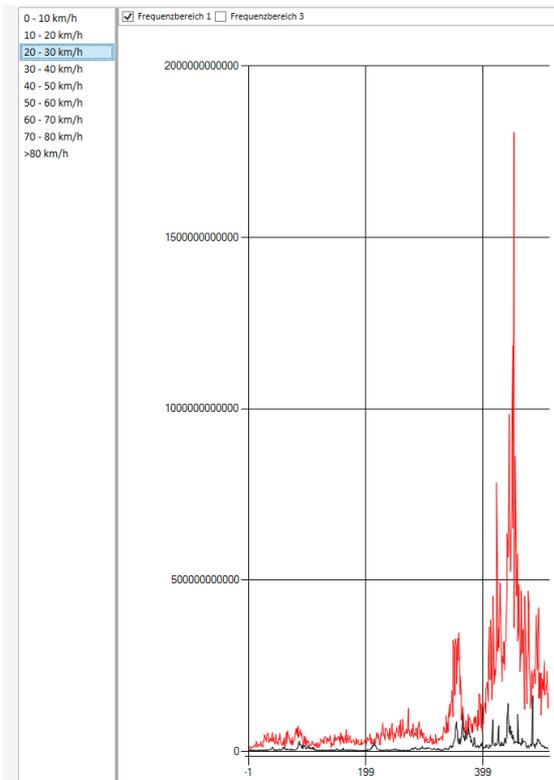


Abb. 9: Spektraler Vergleich von Testfahrten (vor, nach einer Inst.) in den jeweiligen Geschwindigkeitsintervallen (wie in Abb. 8).

Der Auswertungsalgorithmus für die Zustandsüberwachung lernt daraus, die Prominenz spezifischer Frequenzen in den Schalldaten mit dem drohenden Funktionsverlust oder Ausfall von Fahrwerksbauteilen zu verbinden.

### Kartendarstellung

Ist eine entsprechende Karte geladen, werden die in der Testfahrt vorhandenen GPS-Daten auf diese Karte übertragen. Der Nutzer kann so den Kurs des Fahrzeugs nachverfolgen. Die Routenpunkte auf der Karte signalisieren anhand ihrer Farbe die Geschwindigkeit oder andere Parameter, je nach Bedienerauswahl. Jede Markierung auf der Karte ist vom Nutzer anwählbar, um zusätzliche Informationen wie Geschwindigkeit und Momentanbeschleunigung des Zeitpunktes zu erhalten. Zudem kann der Benutzer einen Zeitrahmen auswählen, sodass sich der Bereich um diesen Punkt im Tab „Graphische Auswertung“ genauer analysieren lässt.

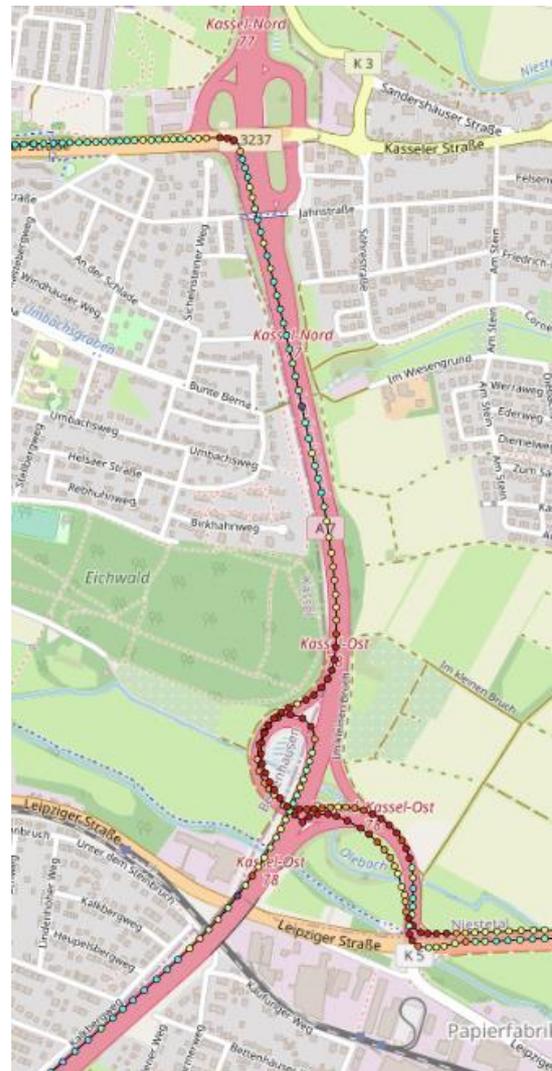


Abb. 10: Route mit farblicher Darstellung der g-Kräfte

Für einige Parameter wie Geschwindigkeit und g-Kraft können zur Filterung Schwellenwerte eingegeben werden, so dass nur die Messpunkte ober- bzw. unterhalb dieser Schranken angezeigt werden.

### Grafische Auswertung

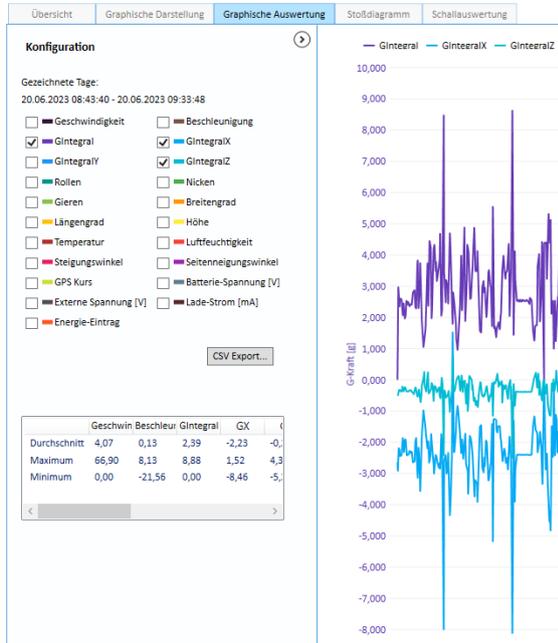


Abb. 11: Beschleunigungswerte über der Zeit

Im Fenster für die grafische Auswertung können die Daten, die gegeneinander geplottet werden sollen ausgewählt werden. Die Farbwahl ist frei. Selektierte Daten können für eine nachgeschaltete Auswerteeinheit exportiert werden.

### Logbuchfunktion

| LCN | Teile-Kennzeichen    | Bezeichnung                 | VersNr           | SAP-Material-Nr. | Index | Serial |
|-----|----------------------|-----------------------------|------------------|------------------|-------|--------|
| A00 | 142C00000.000.0      | BOXER Fußz A2               | 2355-12-401-9598 | 405000182        |       | Y-4    |
| A00 | 140C00000.000.0      | FAHRMODULV.                 | 2355-12-407-3663 | 305005033        |       | nn     |
| A01 | 1200011000.000.0     | MOTOR MIT GENERATOR         | nn               | 225027280        |       | nn     |
| A01 | 300.090.553.MB       | Generator SF217-20-D        | 2920-12-403-0120 | 105009323        |       | V70    |
| A06 | 142W060000.000.0     | Elektrische Anlage          | nn               | 305002565        |       | nn     |
| A06 | 142W063900.000.0     | Energieverteiler Fußz A2    | 6110-12-408-8054 | 225017078        |       | 100    |
| A06 | 9999138-062100.000.0 | CAN-Knoten                  | 7035-12-379-5874 | 220198940        |       | RA0    |
| A06 | 10206-511000.000.0   | RICHTGRIFFSCHALT- ELEKTR    | 5998-12-410-2590 | 105009965        |       | 000    |
| A06 | 122D061000.000.2     | EINBAURAIM BEDIEN- U. ANZEI | nn               | 300029591        |       | nn     |
| A06 | 142D061100.000.0     | BAE-MKF                     | 2510-12-406-6132 | 225025948        |       | c 183  |
| A06 | 122D062000.000.0     | EINBAURAIM VERTEILERKASTE   | nn               | 300029795        |       | nn     |
| A06 | 142D063100.000.0     | ENERGIEVERTEILER FM         | 6110-12-406-4540 | 225023776        |       | c 183  |
| A08 | 1200034000.000.0     | KRAFTSTOFFPUMPEN            | nn               | 300033630        |       | nn     |
| A08 | 120D081100.000.0     | ACHSMITTENGETR. 1. KPL.     | nn               | 220238455        |       | nn     |
| A12 | 120D123010.000.0     | BREMSE, VR VORMONTIERT      | 2530-12-385-7626 | 220238760        |       | nn     |
| A16 | 142W160950.000.0     | Dachstaukasten, vollst.     | 2540-12-410-0656 | 225016115        |       | b 000  |
| A16 | 122W161000.000.0     | SITZE, VOLLST.              | nn               | 300035117        |       | nn     |
| A16 | 122W161100.000.0     | Kommandantsitz, Einbau      | nn               | 220317841        |       | nn     |



Abb. 12: Logbuch mit Service Forecast

Neben der Fahrzeugdatenerfassung verfügt VeDAS auch über eine Logbuchfunktion zur Dokumentation der Wartungstätigkeiten. Hier werden für die vom System beobachteten Fahrzeugbaugruppen die Wartungsintervalle und Fristen geplant und verrichtete Instandsetzungsmaßnahmen oder Komponententausch vermerkt.

### Fazit

Die dargestellte Methode der Zustandsüberwachung gibt nun über einen internen KI-Prozess die Wartungsintervalle vor und sichert die Verfügbarkeit des Fahrzeugs. In einer Ausbaustufe und nach einer CAN-BUS-Adaption, wurde ein Konzept zur Bewertung der Ölgüte über die nutzbaren Parameter erarbeitet, um auch hier die bedarfsorientierte Wartung und präventive Maßnahmen zu unterstützen.

Das System ist einführungsreif. Es dient dazu Felddaten und Betriebsdaten von Fahrzeugen zu erfassen, um damit Lifecycle Kosten besser kalkulieren zu können. VeDAS besitzt das Potential, technische Updates und Verbesserungen einzuleiten sowie Schwachstellen bei Fahrzeugen zu erkennen. Es deckt die Bereiche Wartung sowie vorbeugende Wartung ab und gibt Informationen über den erwarteten Lebenszyklus des überwachten Systems.

Zusammenfassend ist die vorausschauende und auch zustandsbasierte Wartung ein Bestandteil des Lebenszyklusmanagements, der sich speziell auf den Wartungsaspekt konzentriert. Beide sind integraler Bestandteil eines effektiven Asset Managements und zielen darauf ab, Leistung, Kosten und Lebensdauer des Equipments zu optimieren

### Ausblick

VeDAS verfügt über Schnittstellen, um die gewonnenen Daten für eine weitergehende Verarbeitung beispielsweise in einem Fahrzeug-Management-System zu nutzen und ist damit ein wichtiger Baustein für weitere digitalisierte Systeme.

### Literaturnachweis

- [1] Vehicle Data Analysis System (VeDAS) ein erster Schritt hin zur Planung und Vorbereitung bedarfsorientierter Wartung, CPM Forum für Rüstung und Sicherheit Heft 4 | 2023 Seite 66ff
- [2] Michael Möser, Wolfgang Kropp, Körperschall Physikalische Grundlagen und technische Anwendungen, 2010 ISBN: 978-3-540-49048-7
- [3] Michael Möser, Körperschall-Messtechnik, 2018 ISBN: 978-3-662-56621-3
- [4] Bernd Orend & Ingo Meyer Schadensfrüherkennung mittels Körperschall, 2009 MTZ - Motor-technische Zeitschrift volume 70, pages 386–391

# Uncertainty Modeling of a Cyber-Physical Finite Element Sensor Network for Surface Measurements

Lars-Michel Bretthauer<sup>1</sup>, Ralf Heynicke<sup>1</sup>, Gerd Scholl<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Electrical Measurement Engineering, Helmut Schmidt University, Holstenhofweg 85, 22043 Hamburg, Germany

## Abstract

In modern manufacturing processes it is mandatory that the components to be manufactured are produced within well-defined manufacturing tolerances. If only small production tolerances are permitted this often means that all production steps have to be monitored, which is a challenging task, e.g. in the production of large-scale components, where it is often not possible to determine the exact shape or surface stress in real-time during forming or deformation processes. Here, a standard solution is the use of laser trackers, typically requiring a human operator or a robot during the measurement process. Also, measurement time increases drastically with the size of the component. In this paper we suggest an approach, where we measure the shape of an object with a finite grid of wireless sensor probes in real-time during the fabrication process. The sensor network measures the surface at discrete points in a similar way classical finite elements (FEM) discretize a volume for modeling the physical behavior. Hence, this measurement system is called a Cyber-Physical Finite-Element-Network (CPFEN). In this paper we present the network structure and the evaluation algorithms that are needed to achieve precise measurements. Also, we model the uncertainty of each local connection and the propagation of uncertainties throughout the network. The “Guide to the expression of uncertainty in measurement” (GUM) [1] is used for the uncertainty modeling. Thus, it is possible to make a statement about the reliability and accuracy of the complete network.

**Keywords:** Sensor Network, Inclination Sensor, Uncertainty Prediction

## Introduction

In a manufacturing facility it is crucial to ensure tight tolerances using appropriate measuring instruments. This is a challenging task especially for the production of large-scale components, as the precise measurement of large structures can be very time-consuming. And it is still more demanding if the components will be employed in safety critical applications. To address this issue, we propose a wireless sensor network capable of measuring the surface shape and strain of an object in real-time during the manufacturing process. The paper presents a sensor network constructed with probes arranged in a grid on the object's surface, with interconnections similar to those used in a numerical Finite-Element-Method (FEM). The concept is illustrated in Fig. 1 for a small network. The necessary calculations for determining surface shape and strain from measurement data will be discussed. Each sensor probe determines the surface normal and distance to neighboring probes, allowing for accurate reconstruction of the surface shape

and strain. Additionally, an uncertainty analysis is carried out for neighboring sensor pairs as well as for the complete network. The networks uncertainty will be estimated employing a simulation model.

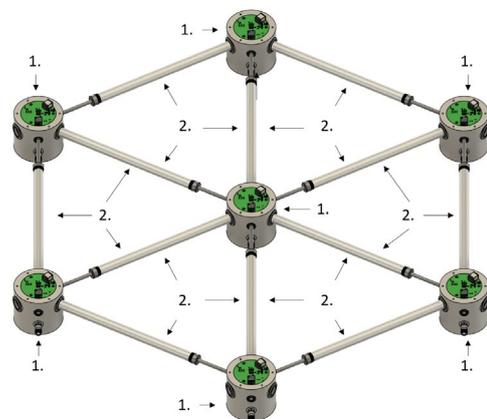


Fig. 1: Physical implementation of a FEM, 1. Sensor probe 2. Connecting rod.

## Sensor Network

The sensor network is composed of distributed wireless sensor probes that are interconnected through mechanical links to create a scalable network. Each sensor probe has its own local coordinate system, delivering information about the surface stress and deformation locally in the vicinity of the sensor probe evaluating the information's given by the sensors implemented in the probe and its direct neighbor probes. To determine the surface stress and deformation across the complete component the local information around each sensor probe has to be transformed into a global component coordinate system. The global component coordinate system is defined by reference probes with precisely determined positions  $S_{Ref}^C$  in the components coordinate system. In this notation the superscript indicates the coordinate system in which the position is calculated. Here, the superscript "C" denotes the global component coordinate system. In this sense the position of a sensor #j with respect to the local coordinate system of sensor #i is denoted by  $S_j^i$ . This is illustrated in Fig. 2. The position  $S_j^i$  is given in the local coordinate system of the probe #i and can be transformed into  $S_j^C$  transforming the position  $S_i^i$  into the global coordinate system. Thus, the position information of all the sensor probes in the global component coordinate system is the result of multiple transformations of positions given in a local coordinate system.

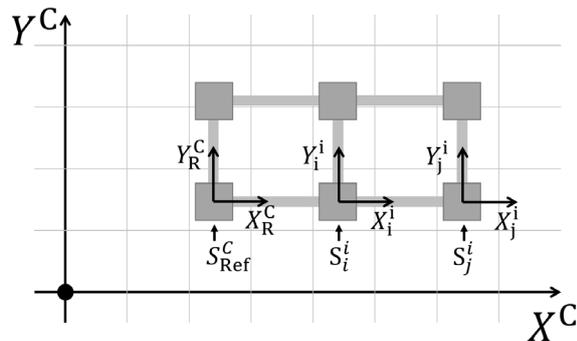


Fig. 2: Definition of the coordinate systems.

In order to determine the local position  $S_j^i$  each sensor probe determines the surface normal at its respective position using a 3D-inclinometer. Also, the mechanical links are equipped with an additional inclinometer to measure the inclination  $\delta_{i-j}$  of the mechanical link. A linear variable differential transformer (LVDT) is used to measure the distance  $k_{i-j}$  between sensor probes. All inclinometers are realized by MEMS acceleration sensors. The mechanical connections are held in place with spherical ball bearings at each sensor probe. The position of

all probes in the local coordinate system can be determined with the help of the measured angles and distances taking into account the geometric dependencies illustrated in Figure 3.

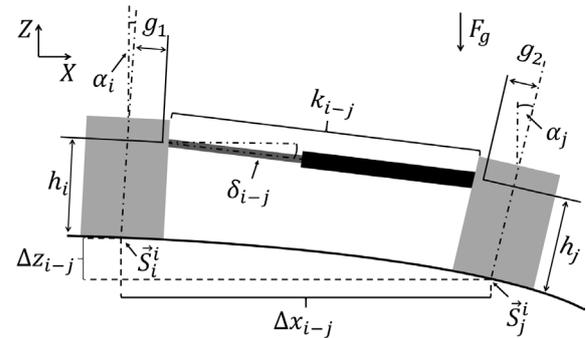


Fig. 3: Connection between two sensor probes with all necessary parameters and mechanical dimensions.

The angles  $\delta_{i-j}$ ,  $\alpha_i$  and  $\alpha_j$  need to be derived from the inclination sensor of the sensor probes and the connecting rod with respect to the Earth's gravitational field  $\vec{F}_g$ . For 3D-position calculations the pitch  $\phi$  and roll  $\theta$  angle have to be calculated from the acceleration vector  $\vec{a}_i$  to get the inclination angle  $\alpha$  with

$$\phi_i = \arctan\left(\frac{a_{i,x}}{a_{i,z}}\right), \quad (1)$$

$$\theta_i = \arctan\left(\frac{a_{i,y}}{\sqrt{a_{i,x}^2 + a_{i,z}^2}}\right). \quad (2)$$

Here, for the 2D case in Fig. 2  $\alpha$  is equal to the pitch angle  $\phi$ , since there is only a rotation around the Y-axis. The inclination  $\delta_{i-j}$  of the connecting rod is calculated from the measurement values given by the acceleration vector  $\vec{a}_r$  from the sensor installed in the rod and the horizontal unity vector  $\vec{e}_x$  in the X-axis direction via the scalar product relation according to

$$\delta_{i-j} = \arccos\left(\frac{\vec{a}_r \cdot \vec{e}_x}{|\vec{a}_r| \cdot |\vec{e}_x|}\right) - \frac{\pi}{2}. \quad (3)$$

The angle  $\delta_{i-j}$  is equal to  $\frac{\pi}{2}$  in the case that the connecting rod is horizontal, therefore this offset must be subtracted to measure only the angle between the horizontal plane and the rod. The relative distances  $\Delta x_{i-j}$  and  $\Delta z_{i-j}$  from the left to the right probe are calculated via a vector addition of the vectors  $\vec{p}_i$ ,  $\vec{p}_i$  and  $\vec{p}_{i-j}$  with the angles  $\delta_{i-j}$ ,  $\alpha_i$ ,  $\alpha_j$ , the measured length  $k_{i-j}$ , the height  $h$  of the connecting rod to the object surface and the offset  $g$  to the center axis of the probe with

Tab. 1: Uncertainty contributions on the acceleration sensor

| Standard uncertainty component | Source of uncertainty   | Value of standard uncertainty $u(x_i)$ | Probability distribution factor $G_i$ | $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$ | $u_i =  c_i  \cdot G_i \cdot u(x_i)$  | Degrees of freedom $\nu_i$ |
|--------------------------------|-------------------------|--|---------------------------------------|---|---|----------------------------|
| $u(a_{cal})$                   | Calibration uncertainty | 1 mg                                   | 1                                     | 1                                       | 1 mg  | 1200                       |
| $u(a_D)$                       | Resolution ADC error    | 3.18 $\mu$ g                           | $1/\sqrt{3}$                          | 1                                       | 2.20 $\mu$ g  | $\infty$                   |
| $u(a_{RMS})$                   | Root-mean-square error  | 6.53 $\mu$ g                           | 1                                     | 1                                       | 6.53 $\mu$ g  | $\infty$                   |
| $u(a_T)$                       | Temperature error       | 4 mg                                   | $1/\sqrt{3}$                          | 1                                       | 2.3 mg  | $\infty$                   |
| $u(a_{NL})$                    | Nonlinearity error      | 4 mg                                   | $1/\sqrt{3}$                          | 1                                       | 2.3 mg  | $\infty$                   |
|                                |                         |  |                                       |   | $U_a^2 = 11.67 \text{ (mg)}^2$<br>$U_a = 3.4 \text{ mg}$<br>$U_{a,95} = 6.8 \text{ mg}$ | $> 1000$                   |

$$\vec{p}_i = h_i \cdot \begin{pmatrix} \sin(\alpha_i) \\ \cos(\alpha_i) \end{pmatrix} + g_i \cdot \begin{pmatrix} \cos(\alpha_i) \\ -\sin(\alpha_i) \end{pmatrix}, \quad (4)$$

$$\vec{p}_j = h_j \cdot \begin{pmatrix} -\sin(\alpha_i) \\ -\cos(\alpha_i) \end{pmatrix} + g_i \cdot \begin{pmatrix} \cos(\alpha_i) \\ -\sin(\alpha_i) \end{pmatrix}, \quad (5)$$

$$\vec{p}_{i-j} = k_{i-j} \cdot \begin{pmatrix} \cos(\delta_{i-j}) \\ -\sin(\delta_{i-j}) \end{pmatrix}, \quad (6)$$

$$\vec{S}_j^i = \begin{pmatrix} \Delta x_{i-j} \\ \Delta y_{i-j} \end{pmatrix} = \vec{p}_i + \vec{p}_j + \vec{p}_{i-j}. \quad (7)$$

The vectors  $\vec{p}_i$  and  $\vec{p}_j$  represent the location of the rotation point of the bearing relative to the center of the sensor base. The orientation of the connecting rod in space is represented by the vector  $\vec{p}_{i-j}$ . In order to determine the global position of the second sensor probe, the local position of the right probe needs to be added to the global position of the probe  $\vec{S}_i^C$  which can be expressed as

$$\vec{S}_j^C = \vec{S}_i^C + \vec{S}_j^i. \quad (8)$$

By using two or more reference probes with known positions on the component it is possible to determine the global positions of the probes along multiple paths, which can be averaged to minimize the uncertainty of each position. Additionally, with approach to evaluate multiple paths also offsets and calibration errors can be detected. It is assumed that changes in the surface strain or shape are spread over geometrical distances significantly larger than the distances between the individual sensor probes. Therefore, we made the distances between the sensor probes adjustable to meet the application requirements.

### Uncertainty Estimation

The measurement uncertainty is estimated according to the ‘‘Guide of Uncertainty Measurement’’ [1]. The expanded uncertainty  $U$  in the position of a sensor probe can be expressed by the functional dependence  $f(\vec{x})$  of the probe position with respect to the measured angles and distances included in the vector  $\vec{x}$  and their individual standard uncertainties  $u_{x_n}$  according to

$$U = k \cdot \sqrt{\sum_{n=1} \frac{\partial f(\vec{x})}{\partial x_n} \cdot G_n \cdot u_{x_n}}. \quad (9)$$

With the weighting parameter  $G$  also non-Gaussian shaped probability density functions can be described, and the coverage factor  $k$  allows to consider different levels of confidence. The knowledge of the degrees of freedom are crucial as a normal distribution cannot be assumed for low degrees. For complex relationships the uncertainty estimation can be broken down in smaller subsystems, which then can be evaluated individually. Therefore, all of the used sensors in the network are evaluated first and this information was then combined to get an overall uncertainty estimation for all local connections, as is shown in Fig. 3. The curve describes the local position uncertainty of a specific sensor probe. In order to calculate the global position uncertainty of each probe, the local position uncertainties have to be brought into the global coordinate system using the information of the reference probes and the geometrical positions (paths) of the sensor probes within the network.

### Uncertainty Estimation of the Angle Measurement

The accuracy of an angle measurement heavily depends on the uncertainty introduced by the

acceleration sensor. We utilized the ADXL355 MEMS acceleration sensor from Analog Devices due to its built-in 20-bit internal analog-to-digital converter (ADC) and low noise performance [2]. All uncertainty contributions  $u(\vec{x})$  on the three sensor axes and the expanded uncertainty of the accelerometer  $U_a$  for each axis are presented in Table I. The measurement values are expressed relative to the standard gravity in units of  $g$ . The position uncertainty of the acceleration sensor within the probe housing and zero offset of the accelerometer have a significant impact on the uncertainty, as is demonstrated in [3]. Therefore, it is necessary to calibrate the sensor properly using a suitable model. Additionally, the sensor axis must be aligned with the probe's coordinate system using a rotation matrix, which is also used to scale the accelerometer values. This allows for the sensor to be accurately modeled with

$$\begin{pmatrix} a_x^P \\ a_y^P \\ a_z^P \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{x,x} & S_{x,y} & S_{x,z} \\ S_{y,x} & S_{y,y} & S_{y,z} \\ S_{z,x} & S_{z,y} & S_{z,z} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_x^S \\ a_y^S \\ a_z^S \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} b_x \\ b_y \\ b_z \end{pmatrix}, \quad (10)$$

$$\vec{a}^P = S \cdot \vec{a}^S + \vec{b}. \quad (11)$$

The vector  $\vec{a}^P$  represents the measurement data in the coordinate system of the sensor probe, which is transformed using the rotation matrix  $S$  from  $\vec{a}^S$ . The offset vector  $\vec{b}$  is necessary to compensate static offsets in the sensor axis. In total the twelve parameters have to be determined employing a least-squares algorithm by rotating the sensor into predefined positions. Since the three accelerometer values  $\vec{a}^P$  are independent of each other, each axis can be calculated individually [3]. The calibration quality can be determined according to [4] by comparing the actual accelerometer values,  $\vec{a}^P$  with the measured values obtained through calibration  $\vec{\hat{a}}^P$  with

$$\vec{u}^2(a_{\text{Cal}}) = \frac{1}{N-1} \sum_{n=1}^N (\vec{a}^P - \vec{\hat{a}}^P)^2. \quad (12)$$

The uncertainty  $\vec{u}(a_{\text{Cal}})$  describes the uncertainty of the sensor relative to the housing of the sensor probe with the variance of the fit residuals [4]. Based on this uncertainty, the uncertainties of the fit parameters can also be calculated according to [4], [5]. The used calibration uncertainty  $\vec{u}(a_{\text{Cal}})$  is determined through several calibrations evaluating different sensors, with 100 measurements taken for each rotation. Thus, the degrees of freedom for the calibration uncertainty is  $\nu_{\text{Cal}} = 1200$ . Across all axes the uncertainty of the calibration is nearly the same with  $u(a_{\text{Cal}}) = 1$  mg. This uncertainty

is used for the calculations in all axes. In this application it is also important to consider the temperature drift and nonlinearity of the sensor in order to ensure accurate measurements. We assume a maximum temperature drift of up to  $10^\circ\text{C}$  in the operating environment. The sensor has a temperature sensitivity of  $0.01\%/^\circ\text{C}$  of the full-scale measurement range and a nonlinearity of  $0.1\%$  [2]. A rectangular distribution is assumed for these parameters. Therefore, the standard uncertainty values are weighted with a factor  $G_i = 1/\sqrt{3}$ . The root-mean-square error of the sensors was determined by measuring over a time interval of approximately 24 hours using a third-order low-pass filter with a cut-off frequency of 1 Hz to further reduce sensor noise. The total standard uncertainty for each axis of the accelerometer is  $U_a = 3.4$  mg with all contributions itemized in Tab. (1).

The uncertainty  $U_\phi$  and  $U_\theta$  is calculated from the uncertainties of the acceleration sensor using equations (1) and (2). Due to the nonlinearity of these formulas, uncertainties must be evaluated across the entire parameter space, resulting in a non-constant uncertainty for the  $\phi$  uncertainty. This is due to a singularity in the angle determination when  $\theta$  approaches  $\pm 90^\circ$ , as shown in Fig. 3.

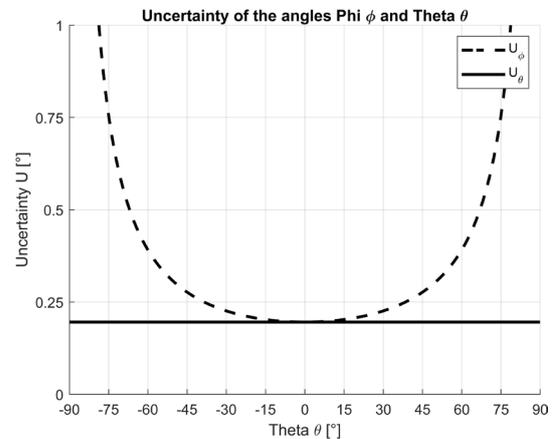


Fig. 3: Uncertainty of the angles  $\phi$  and  $\theta$  over the parameter space of  $\theta$ .

This phenomenon is caused by the so-called gimbal lock effect, when describing rotations in 3D-space employing Euler angles. At these limits the uncertainty becomes infinite. Therefore, we limit the sensor's angle to the point where the uncertainty  $U_\phi$  is smaller than  $0.1^\circ$ . This means that the sensor may only rotate between  $\pm 85$  degrees using the  $\phi$  angle. This restriction can only be met by avoiding to place sensor probes in an angle  $\theta \approx \pm 90^\circ$ . The uncertainty of the angle  $\theta$  stays constant over

Tab.2: Uncertainty contributions on the length measurement

| Standard uncertainty component  | Source of uncertainty         | Value of standard uncertainty $u(x_i)$ | Probability distribution factor $G_i$ | $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$ | $u_i =  c_i  \cdot G_i \cdot u(x_i)$ | Degrees of freedom $\nu$ |
|---|-------------------------------|--|---------------------------------------|---|--------------------------------------|--------------------------|
| $u(k_D)$  | Resolution ADC error          | 50.4 $\mu\text{V}$                     | $1/\sqrt{3}$                          | 1.7 mm/V                                | 49.2 nm                              | $\infty$                 |
| $u(k_{\text{LVDT}})$  | LVDT sensor nonlinearity      | 12.7 $\mu\text{m}$                     | $1/\sqrt{3}$                          | 1                                       | 7.33 $\mu\text{m}$                   | $\infty$                 |
| $u(k_G)$  | LVDT signal conditioner error | 18 mV                                  | $1/\sqrt{3}$                          | 1.7 mm/V                                | 17.6 $\mu\text{m}$                   | $\infty$                 |
| $u(k_B)$  | Bearing play                  | 32 $\mu\text{m}$                       | $1/\sqrt{3}$                          | 2                                       | 36.9 $\mu\text{m}$                   | $\infty$                 |
| $U_k^2 = 1.73 (\mu\text{m})^2$<br>$U_k = 41.6 \mu\text{m}$<br>$U_{k,95} = 83.2 \mu\text{m}$ |                               |  |                                       |   |                                      | $\infty$                 |

the complete parameter space. Thus, the  $\theta$  angle can be measured with a higher confidence in all rotations of the probe. This is important to consider when mounting the sensor on a component surface with a strong curvature. For the connecting rod angle  $\delta_{i-j}$ , the uncertainty can be calculated using Eq. (3). Due to the similar functional dependence of the input variables, it must be evaluated at each working point and is not constant over the entire parameter space of  $\delta_{i-j}$ , as is shown in Fig.4. For this measurement the angle  $\delta_{i-j}$  also needs to be limited to a maximum uncertainty of  $0.5^\circ$ .

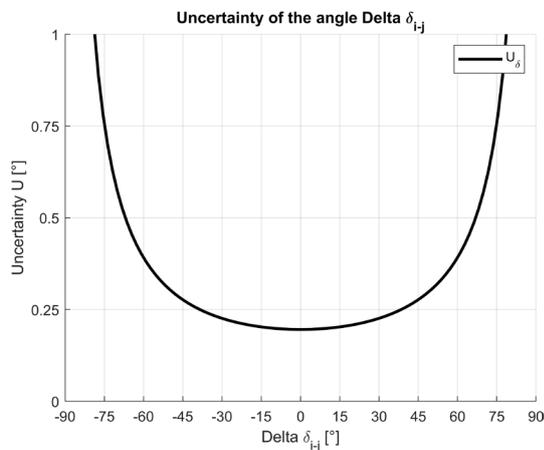


Fig. 4: Uncertainty of the angle delta over the parameter space of  $\delta_{i-j}$

The uncertainty of the angle measurement is rather big and can only be improved by reducing the uncertainty of the accelerometer sensor. This also showcases the limitations of angle measurements employing accelerometers.

### Uncertainty Estimation of the Length Measurement

The first step to estimate the length or distance uncertainty is to determine the functional relationship with respect to the input

parameters. As mentioned earlier, we used an LVDT sensor to measure the absolute distance between two probes. The LVDT sensor only measures the absolute distance over a small range, and therefore the nominal distance  $k_{\text{Nom}}$  needs to be added to determine the probes distance with

$$k_{i-j} = k_{\text{LVDT}} + k_{\text{Nom}}. \quad (13)$$

The distance measurement  $k_{\text{LVDT}}$  of the LVDT sensor is proportional to the sensors output voltage  $U_{\text{LVDT}}$  and can be expressed with

$$k_{\text{LVDT}} = (d \cdot U_{\text{LVDT}} + U_0). \quad (14)$$

The parameter  $d$  describes the gain factor between the distance and the sensor voltage output with a zero offset  $U_0$ . Thus, the distance  $k_{i-j}$  can be written in relation to the sensor voltage as

$$k_{i-j} = (d \cdot U_{\text{LVDT}} + U_0) + k_{\text{Nom}}. \quad (15)$$

The sensor has a nonlinearity of 0.25% for the full-scale range, which results in a nonlinearity uncertainty of  $u(k_{\text{LVDT}}) = 12.7 \mu\text{m}$ . For a proper readout and condition of the sensor a special chip is used to operate the sensor, which also introduces uncertainty contributions to the measurement. In the datasheet of the chip a total error of 0.6% is given [6]. The output voltage of the chip is digitized with a 16-bit ADC, which adds a resolution error  $u(k_D)$ . The connecting rod is held in place at both ends with spherical ball bearings, which introduces play into the length measurement with a maximum play of 32  $\mu\text{m}$  at each end [7]. Therefore, the bearing air contributes twice to the uncertainty estimate. All of the uncertainty sources and their contributions are presented in Tab. (2). Hence,

Tab.3: Uncertainty contributions on sensor probes position

| Standard uncertainty component | Source of uncertainty   | Value of standard uncertainty $u(x_i)$ | Probability distribution factor $G_i$ | $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$ | $u_i =  c_i  \cdot G_i \cdot u(x_i)$ | Degrees of freedom $\nu$ |
|--------------------------------|-------------------------|--|---------------------------------------|---|--------------------------------------|--------------------------|
| $u(g)$                         | Manufacturing tolerance | 0.1 mm                                 | $1/\sqrt{3}$                          | $c_g$                                   | $u_g$                                | $\infty$                 |
| $u(h)$                         | Manufacturing tolerance | 0.1 mm                                 | $1/\sqrt{3}$                          | $c_h$                                   | $u_h$                                | $\infty$                 |
| $u(\alpha_i)$                  | Angle uncertainty       | $u(\alpha_i(\phi_i, \theta_i))$        | 1                                     | $c_{\alpha_i}$                          | $u_{\alpha_i}$                       | $> 1000$                 |
| $u(\alpha_j)$                  | Angle uncertainty       | $u(\alpha_j(\phi_j, \theta_j))$        | 1                                     | $c_{\alpha_j}$                          | $u_{\alpha_j}$                       | $> 1000$                 |
| $u(\delta_{i-j})$              | Angle uncertainty       | $u(\delta_{i-j})$                      | 1                                     | $c_{\delta_{i-j}}$                      | $u_{\delta_{i-j}}$                   | $\infty$                 |
| $u(k_{i-j})$                   | Distance uncertainty    | 41.6 $\mu\text{m}$                     | 1                                     | $c_{k_{i-j}}$                           | $u_{k_{i-j}}$                        | $\infty$                 |
| $u(S_i)$                       | Position uncertainty    | $u(S_i)$                               | 1                                     | $c_{S_i}$                               | $u_{S_i}$                            | $\infty$                 |

the functional relationship according to Eq. (15) is linear related to all of the uncertainty sources the uncertainty  $U_k$  is equal to 41.6  $\mu\text{m}$  for the complete measuring range. Since all contributions have a degree of freedom going to infinity, the total degree of freedom is also infinite. For further improvement of the sensors uncertainty a calibration with a precision reference system should be done, like shown in [8].

### Uncertainty Estimation of the Local Position

The uncertainty of the local position can be determined with the help of the previously determined sensor uncertainties and the mechanical uncertainties. Since the relative position of the sensor probe has three coordinates the uncertainty also has to be expressed in three dimensions. Therefore, the vector for the local position uncertainty  $\vec{U}_j^i$  is given by

$$\vec{U}_j^i = \sqrt{\sum_{n=1}^3 \left( \frac{\partial(\vec{S}_j^i)}{\partial \vec{x}_n} \cdot G_n \cdot \vec{u}_{x_n} \right)^2}. \quad (16)$$

This position uncertainty is highly non-linear depending on the individual uncertainty components. In particular, the orientation of the surface normal has a strong effect on the position uncertainty due to the sine and cosine dependencies of the rotation angles, respectively. This is also important for the used uncertainties of the accelerometer sensors. Thus, the sensitivity coefficient and the sensor uncertainties have to be evaluated at each position. The mechanical uncertainties of the probe are given by the manufacturing tolerances, which are for both dimensions  $\pm 0.1$  mm. All uncertainty contributions are displayed in Tab. (3). For the determination of the local position uncertainty the position

uncertainty of  $\vec{S}_i^i$  is assumed to be zero as sensor probe #i defines the origin of the local coordinate system. This results in a local uncertainty  $\vec{U}_j^i$  of the probe that cannot be used to make statements about the position uncertainty  $\vec{U}_j^c$  of the probe in the components coordinate system.

### Sensor Network Uncertainty Estimation

In order to transfer the locally defined relative distance information of neighboring probes into the global component coordinate system reference probes are introduced. The uncertainty of a reference probe is given by the accuracy with which the reference probe can be positioned by a worker or robot in the component coordinate system. Thus, every non-referenced probe inherits the uncertainty of the reference probe  $\vec{U}_{S_{\text{Ref}}}$  and the uncertainties introduced by local connections to neighboring probes. Hence, the number of connections should be kept to a minimum, as the total uncertainty increases with the number of network nodes. The minimum number of "hops", i.e. paths crossing a sensor probe, can be determined evaluating all possible paths between a reference sensor and a specific sensor probe. On each path the uncertainty propagates differently throughout the network. To reduce the position uncertainty the information of different paths can be fused [5],[9].

In order to showcase the uncertainty propagation through the network we simulated an example application, where 25 probes are arranged in a two-dimensional configuration on a semicircle with a diameter of six meters. By placing the sensor network on this semicircle, the sensor values are spread nearly over the

complete parameter space. Two reference probes are placed on the left and right edge of the circular structure, which is shown in Fig. 5. Therefore, the position uncertainty of each of the non-referenced probes can be calculated on two different ways, with sensor #1 as reference or with sensor #25 as reference, respectively.

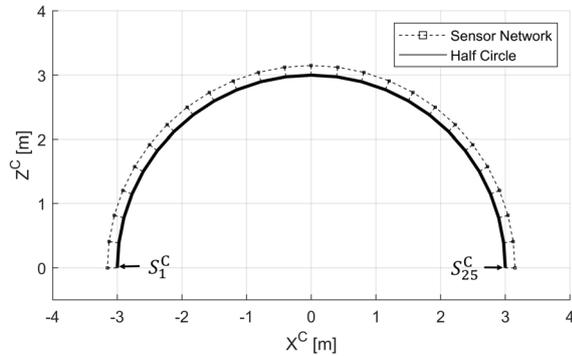


Fig. 5: Sensor network placed on a semicircle with two reference probes

The local and global position uncertainties of the sensor probes with respect to the left reference sensor #1 are shown in Figure 6. The position uncertainties with respect to reference sensor #25 behave similar and are only mirrored around sensor position  $S_{13}^C$ . For reference sensor #1 a position uncertainty of 0.1mm is assumed. This is clearly recognizable in Fig. 6. As a result, all of the probes to the right cannot have a lower level of global uncertainty. As expected, probe #25, which is furthest away from reference sensor #1, has the highest position uncertainty of 2.8 mm.

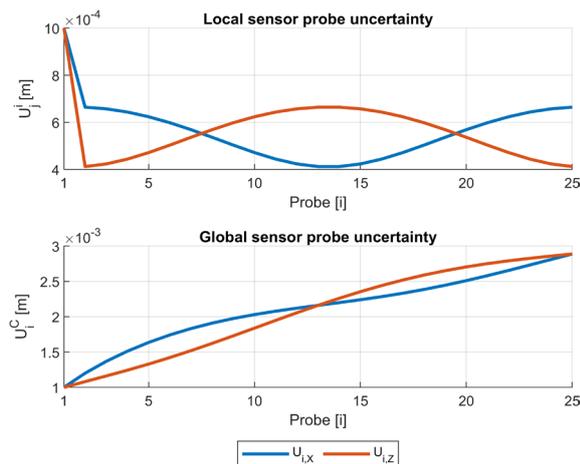


Fig. 6: Local and global sensor probe position uncertainties with respect to the left reference sensor #1.

Fig. 7 shows the result of the uncertainty calculations, where the position uncertainties of each sensor has been calculated as the weighted mean of two uncertainty estimations,

the first one coming from the path originating from sensor #1 as reference and the second one coming from the path originating from sensor #25 as reference. As expected, the maximum position uncertainty exhibits sensor #13 with 1.52 mm, lying in the middle between the reference probes. At the reference probes the uncertainty of the probes only decreases by a small amount when taking the second possible path into account.

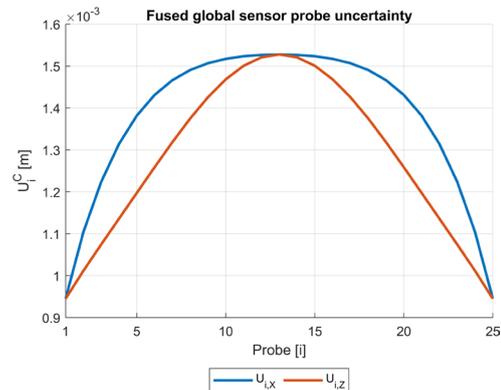


Fig. 7: Fused global sensor probe uncertainty from the left and right reference

## Conclusion

This paper presents the construction and calculations for a wireless sensor network for the determination of shape and surface stress of large objects. Additionally, we evaluated the uncertainties of the complete sensor network by individually assessing each sensor (network node), considering their individual uncertainties. This highlights the challenges of estimating uncertainties with nonlinear relations. Combining all uncertainty quantities allows for the estimation of both local and global position uncertainties of the sensor probes. Global uncertainty propagates through the network and increases with every additional connection. However, position uncertainty can be reduced by fusing different paths originating from multiple reference probes. In a future work, the sensor uncertainties will be further reduced to improve the overall accuracy of the sensor network.

## Acknowledgements

The authors would like to acknowledge Mrs. Katharina Sophie Isleif and Mr. Jonas Jockram for their highly appreciable continuous support.

## References

- [1] BIPM *et al.*, "Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement." Joint Committee for Guides in

- Metrology, JCGM 100:2008. [Online]. Available: [https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM\\_100\\_2008\\_E.pdf/cb0ef43f-baa5-11cf-3f85-4dcd86f77bd6](https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_100_2008_E.pdf/cb0ef43f-baa5-11cf-3f85-4dcd86f77bd6)
- [2] Analog Devices Inc., *ADXL354/ADXL355*, Rev. A. 2018. Accessed: Dec. 22, 2023. [Online]. Available: [https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/adxl354\\_355.pdf](https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/adxl354_355.pdf)
- [3] Z. Chen, H. Li, X. Du, and J. Yan, "Research on the Calibration Method of MEMS Accelerometer Based on Recursive Least Squares," in *2018 IEEE International Conference on Mechatronics and Automation (ICMA)*, Aug. 2018, pp. 533–538. doi: 10.1109/ICMA.2018.8484627.
- [4] W. Ilewicz, K. Skrzypczyk, A. Galuszka, T. Grzejszczak, D. Bereska, and M. Pacholczyk, "Estimation of Uncertainty of IMU Module Measurement Results," in *2018 International Conference on Signals and Electronic Systems (ICSES)*, Sep. 2018, pp. 92–95. doi: 10.1109/ICSES.2018.8507321.
- [5] M. Gruber *et al.*, "Application of Uncertainty-Aware Sensor Fusion in Physical Sensor Networks," in *2022 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC)*, May 2022, pp. 1–6. doi: 10.1109/I2MTC48687.2022.9806580.
- [6] Analog Devices Inc., *AD598*, Rev. A. Accessed: Dec. 22, 2023. [Online]. Available: <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/ad598.pdf>
- [7] Schaeffler Technologies AG & Co. KG, *Plain Bearings*. Accessed: Dec. 22, 2023. [Online]. Available: [https://www.schaeffler.com/remotemedien/media/\\_shared\\_media/08\\_media\\_library/01\\_publications/schaeffler\\_2/catalogue\\_1/downloads\\_6/hg\\_1\\_de\\_en.pdf](https://www.schaeffler.com/remotemedien/media/_shared_media/08_media_library/01_publications/schaeffler_2/catalogue_1/downloads_6/hg_1_de_en.pdf)
- [8] V. Tadic, "Uncertainty evaluation of slope coefficient of high precision displacement sensor," in *Proceedings ELMAR 2006*, Jun. 2006, pp. 231–234. doi: 10.1109/ELMAR.2006.329555.
- [9] R. Wang and S. Sun, "Distributed Matrix-Weighted Fusion Consensus Filtering With Two-Stage Filtering for Sensor Networks," *IEEE Sens. J.*, vol. 23, no. 5, pp. 5003–5013, Mar. 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3235996.

# Bayesscher Ansatz für die thermografische Messung von Strömungsübergängen an Rotorblättern von Windenergieanlagen

*Jakob Dieckmann<sup>1</sup>, Caroline Dorszewski<sup>1</sup>, Nicholas Balaresque<sup>2</sup>, Axel von Freyberg<sup>1</sup>, Andreas Fischer<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Universität Bremen, BIMAQ, Linzer Str. 13, 28359 Bremen, Deutschland*

<sup>2</sup>*Deutsche WindGuard Engineering GmbH, Überseering 7, 27580 Bremerhaven, Deutschland*

## Zusammenfassung

Die Position des Übergangs zwischen laminarer und turbulenter Strömung beeinflusst die aerodynamische Effizienz der Rotorblätter von Windenergieanlagen. Ein etabliertes Messprinzip für die Visualisierung der Strömung ist die Infrarot-Thermografie, die Messungen an in Betrieb befindlichen Windenergieanlagen ermöglicht, einschließlich Lokalisierung des Strömungsübergangs. Hier werden die Möglichkeiten einer Bayesschen Bildauswertung zur Nutzung von Vorwissen untersucht, um die Messqualität insbesondere bei Wetterbedingungen, die zu geringem Kontrast-Rausch-Verhältnis führen, zu maximieren. Die Bayessche Methode wird anhand von simulierten und gemessenen Thermogrammen bewertet. Die Ergebnisse zeigen, dass die Verwendung von Vorwissen, insbesondere wenn es normal um die wahre Übergangsposition mit einer Standardabweichung von 3 px verteilt ist, die Unsicherheit bei Thermogrammen mit einem Kontrast-Rausch-Verhältnis  $<7$  erheblich reduziert. Darüber hinaus glättet die Bayessche Methode die Visualisierung des Übergangsverlaufs entlang der radialen Rotorblattachse, was zu einem weniger verrauschten Ergebnis führt. Frühere experimentelle Daten können verwendet werden, um die Unsicherheit bei der fehlerhaften Erkennung von Übergangspositionen zu verringern. Zusammenfassend verringert die Integration von qualitativ hochwertigem Vorwissen durch Bayessche Inferenz wirksam die Unsicherheit bei der Positionsmessung des Übergangs von laminar zu turbulent an Rotorblättern von Windenergieanlagen. Dabei bleibt die räumlich-zeitliche Auflösung unbeeinträchtigt.

**Keywords:** Thermografie, Bayessche Inferenz, Windenergieanlage, Strömungsvisualisierung

## 1 Einleitung

### Motivation

Windenergieanlagen (WEA) sind eine der wichtigsten regenerativen Energiequellen. Ihre Effizienz wird durch die Strömungsbedingungen in der Grenzschicht beeinflusst, insbesondere durch den Übergang der Strömung von laminar zu turbulent. Die Position des Übergangs ist ein wichtiger Faktor für die Leistung der Turbine. Jegliche Defekte oder Verunreinigungen auf der Oberfläche der Rotorblätter führen zu Turbulenzen, die den laminar-turbulenten Übergang von der vorgesehenen Position verschieben und zu einem geringeren aerodynamischen Wirkungsgrad führen [1]. Um das reale Strömungsverhalten zu verstehen und in der Folge die aerodynamische Leistung zu optimieren, ist es daher von entscheidender Bedeutung, die Position des Übergangs zwischen laminarer und turbulenter Strömung am Rotorblatt im Prozess, d. h. an einer in Betrieb befindlichen WEA, zu messen.

### Stand der Technik

Eine bodengebundene, nicht-invasive und damit in-Prozess fähige optische Messtechnik zur Strömungsvisualisierung, welche sich den unterschiedlichen Wärmeübergang in den verschiedenen Strömungen zunutze macht ist die Infrarot-Thermografie (IRT). Die IRT hat sich darüber hinaus als geeignete Methode zur Bestimmung des laminar-turbulenten Übergangs an Rotorblättern erwiesen [2]. Der laminar-turbulente Übergang wird durch Auswertung der Intensität der Thermogramme bestimmt, und Dollinger et al. [3] und Reichstein et al. [4] waren die Ersten, die diese Methode für in-Prozess Messungen an WEA einsetzten. Allerdings ist die Belichtungszeit und folgend auch das Kontrast-Rausch-Verhältnis der thermografischen Aufnahmen begrenzt, weil die bewegten Rotorblätter scharf dargestellt werden müssen. Gleichauf et al. verbesserten den Kontrast durch Mittelungsmethoden, beispielweise Hauptkomponentenanalyse [5]. Dennoch

begrenzt das verfügbare CNR ohne Einbeziehung von Vorwissen direkt die erreichbare Messunsicherheit für die Bestimmung der Position des laminar-turbulenten Übergangs am Rotorblatt einer WEA. Obwohl jedes Rotorblatt individuell ist und im Laufe seiner Lebensdauer unterschiedlichen Bedingungen ausgesetzt ist, haben sie gemeinsame Eigenschaften und verhalten sich vermutlich ähnlich im Wind. Daher muss untersucht werden, ob Vorwissen, d. h. Informationen die aus früheren Experimenten oder Simulationen gewonnen wurden, die IRT-basierte Messung der Position des laminar-turbulenten Übergangs an Rotorblättern von WEA verbessern kann.

Zur Verbindung von Vorwissen in Form von Wahrscheinlichkeitsfunktionen mit zusätzlichen Informationen aus experimentellen Daten ist grundsätzlich die Bayessche Inferenz bekannt, die von Thomas Bayes entdeckt und von Richard Price 1763 posthum veröffentlicht wurde [6]. Die Entdeckung der Markov-Kette als Umsetzung einer Monte Carlo Simulation, die in der Regel Gelfand et al. [7] zugeschrieben wird, führte zu einem dramatischen Anstieg der Forschung und der Anwendungen der Bayesschen Inferenz. Die Definition des Vorwissens als Zufallsvariable mit einer Wahrscheinlichkeitsverteilung ist für den vorliegenden Anwendungsfall praktikabel und ermöglicht eine implizite Unsicherheitsbewertung in Übereinstimmung mit dem GUM [8].

Obwohl die Bayessche Inferenz allgemein als Standard für die Kombination von Vorwissen mit Messdaten akzeptiert wird, sind ihre Anwendbarkeit für die thermografische Strömungsvisualisierung an WEA sowie die jeweiligen Vorteile und Schwächen noch nicht untersucht worden. Insbesondere steht eine Analyse aus, wie die Art und Qualität des Vorwissens die Messunsicherheit bei der Verwendung der Bayesschen Inferenzmethode zur Bestimmung der Position des Übergangs von laminar zu turbulent beeinflusst.

#### Ziel und Struktur

Es wird gezeigt, wie die Bayessche Inferenz zur Einbeziehung von Vorwissen für die IRT-basierte Messung der Position des laminar-turbulenten Übergangs an einer in Betrieb befindlichen Windenergieanlage angewendet werden kann. Im Ergebnis wird der Einsatz der Bayesschen Methode verifiziert und vor allem im Hinblick auf die erreichbare Messunsicherheit bei der Erkennung des Strömungsübergangs an realen Messdaten bewertet.

In Abschnitt 2 wird das thermografische und Bayessche Messprinzip erläutert. Abschnitt 3 beschreibt den Messaufbau und die Implementierung der Bildverarbeitung. Nach der

Verifikation wird in Abschnitt 4 die Anwendbarkeit des Ansatzes für eine stationäre Windsituation an einer realen, in Betrieb befindlichen Windenergieanlage im Hinblick auf die Messunsicherheit bewertet. Es folgt eine Diskussion darüber, wie informatives Vorwissen gewonnen werden kann. Das Papier schließt mit einer Schlussfolgerung und einem Ausblick in Abschnitt 5.

## 2 Methode

### Strömungsvisualisierung

Aufgrund der strömungsabhängigen Wärme-konvektion können innerhalb der Rotorblattgeometrie unterschiedliche Oberflächentemperaturen auftreten. Es wird angenommen, dass Strahlung vom Blatt und Wärmeleitung im Blatt vernachlässigbar gegenüber der Konvektion sind, was exemplarisch für die Enteisierung eines Rotorblatts gezeigt wurde [1]. Somit ist der konvektive Wärmestrom

$$\dot{q} = h \cdot (T_{\text{surface}} - T_{\text{fluid}}) \quad (1)$$

entscheidend für die Temperaturverteilung. Dieser ist von der anfänglichen Oberflächentemperatur  $T_{\text{surface}}$ , der Temperatur  $T_{\text{fluid}}$  der einströmenden Luft und dem Wärmeübergangskoeffizienten  $h$  abhängig. Der Unterschied zwischen Oberflächen- und Fluidtemperatur entsteht durch die Absorption der Sonnenstrahlung durch das Rotorblatt und die Wärmespeicherung im Material des Rotorblatts. Der Unterschied ist typischerweise tagsüber bei wechselnder Sonneneinstrahlung am größten, d. h. morgens und abends. Nach Gleichauf et al. [5] führen unterschiedliche Strömungszustände in der Grenzschicht zu unterschiedlichen Übertragungskoeffizienten  $h$  aufgrund einer Änderung der Reibung zwischen Fluid und Oberfläche. Eine plötzliche Änderung der Oberflächentemperatur zwischen dem laminaren und dem turbulenten Strömungsbereich zeigt daher den gesuchten Strömungsübergang an.

Die Oberflächentemperatur ist mit einer Infrarotkamera messbar, was eine berührungslose In-Prozess-Messung aus großen Arbeitsabständen ermöglicht. Die Kamera liefert ein zweidimensionales Bild mit einer Auflösung, die von der Pixelgröße und der Positionierung der Kamera und des Kameraobjektivs abhängt. Die Position des laminar-turbulenten Übergangs wird durch Auswertung der Änderung der Oberflächentemperatur entlang der Sehnenachse bestimmt. Das gemessene Temperaturprofil wird mit Hilfe einer nichtlinearen Regression mit der Methode der kleinsten Quadrate, die erstmals von Dollinger et al. [3] beschrieben wurde,

an eine Fehlerfunktion angepasst. Die angepasste Modellfunktion lautet also

$$T = f(y) = \alpha_{\text{fit}} \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{y - A_{\text{fit}}}{\sqrt{2}} \sigma_{\text{fit}}\right) + \beta_{\text{fit}} \quad (2)$$

mit  $T$  als der lokalen Oberflächentemperatur,  $y$  als der Position entlang der Sehnenachse und den vier Modellparametern  $A_{\text{fit}}, \alpha_{\text{fit}}, \beta_{\text{fit}}, \sigma_{\text{fit}}$ . Die Position des Wendepunkts ( $y = A_{\text{fit}}$ ) wird hierbei mathematisch als Position des laminar-turbulenten Übergangs definiert, wissend, dass der tatsächliche Strömungsübergang nicht an einem bestimmten Punkt stattfindet, sondern sich über einen Bereich entwickelt.

#### Bayessche Ansatz

Der erstmals neue untersuchte Ansatz zur Lokalisierung des Übergangs von laminar zu turbulent ist die Bayessche Inferenzmethode und die Verwendung von Vorwissen. Das Grundprinzip besteht darin, die Messgröße, hier die Übergangsposition  $A$ , nicht als eine unbekannte Konstante zu behandeln, sondern von einer Wahrscheinlichkeitsverteilung auszugehen. Die Berechnung dieser posterioren Wahrscheinlichkeitsverteilung

$$p(A|x) = \frac{p(x|A)p(A)}{p(x)} \quad (3)$$

erfolgt nach Bayes und inkludiert die Berechnung der Wahrscheinlichkeit  $p(x|A)$ , dem Vorwissen  $p(A)$  und der Evidenz  $p(x)$ .

Vorherige Experimente liefern Vorwissen in Form einer Wahrscheinlichkeitsverteilung  $p(A)$ . Die Herleitung des Modells für die Wahrscheinlichkeit  $p(x|A)$  sowie die numerische Berechnung von Gl. **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** als Monte-Carlo Simulation wird ausführlich in [9] erläutert.

Die Evidenz  $p(x)$  kann in diesem Ansatz vernachlässigt werden, da diese unabhängig von der Übergangsposition  $A$  ist und die übliche Rolle als Normalisierungskonstante nicht notwendig ist.

Der Mittelwert der Verteilung  $p(A|x)$  wird als Schätzung  $\hat{A}$  des laminar-turbulenten Übergangs angenommen.

### 3 Versuchsaufbau

Im Folgenden werden das Messobjekt, das Messsystem und die Signalverarbeitung für die thermografische Erfassung der Position des laminar-turbulenten Übergangs vorgestellt. Die in dieser Arbeit dargestellten Ergebnisse basieren auf einer Messkampagne, die im September 2023 durchgeführt wurde.

#### Messobjekt

Es wurden Feldmessungen an der Saugseite einer WEA vom Typ REpower 3.XM durchgeführt. Die WEA steht im Industriehafen von Bremen, Deutschland, und hat eine Nennleistung von 3,4 MW bei einer Nabenhöhe von 128 m und einem Rotordurchmesser von 104 m. Die genannte WEA wurde für die Messungen ausgewählt, weil der Zugang zur WEA für Forschungszwecke, einschließlich Leistungsdaten, möglich ist. Außerdem ist der Anlagentyp weltweit verbreitet und entspricht dem aktuellen Stand der Technik, so dass die Ergebnisse auf moderne Multi-Megawatt-WEA übertragbar sind. Am Tag der Messung lag die Windgeschwindigkeit zwischen 3 m/s und 8 m/s, was einen Teillastbetrieb gewährleistet, bei dem die Rotordrehzahl proportional zur Windgeschwindigkeit ist. Die Geschwindigkeit der Anlage lag während der Messung zwischen 12 U/s und 18 U/s und die WEA hat während der Messung weder gegiegt noch genickt.

#### Messsystem

Bei der verwendeten Infrarotkamera handelt es sich um den Typ IR8800 des Herstellers InfraTec GmbH, der für Wellenlängen zwischen 7,7 und 10,2  $\mu\text{m}$  empfindlich ist und eine rauschäquivalente Temperaturdifferenz (NETD) von 25 mK aufweist. Um eine ausreichende Bildvergrößerung zu erreichen, wird für die Feldmessung ein 200-mm-Teleobjektiv verwendet. Für die Messentfernung von ca. 190 m ergibt sich ein Bildfeld mit 9,12 m  $\times$  7,30 m, dargestellt durch 640  $\times$  512 px<sup>2</sup>. Der ausgewertete Rotorabschnitt lag zwischen 8 m und 17 m radialem Abstand von der Gondel und die minimale Sehnenlänge im ausgewerteten Teil beträgt 2,8 m. Eine In-Prozess-Messung ist in Abbildung 1 dargestellt.



Abbildung 1: Der Messaufbau mit der IRT-Kamera, die aus einer Messentfernung von 190 m auf die WEA gerichtet ist.

Das Sichtfeld wurde auf die horizontale Rotorposition bzw. die bereits erwähnte radiale Rotorposition fixiert. Es deckt das komplette Blattprofil von der Vorderkante bis zur Hinterkante

ab. Die Bildaufnahme wird jedes Mal thermisch ausgelöst, wenn sich eines der Rotorblätter mittig im Bildausschnitt befindet.

Für vergleichbare Feldmessungen sind die folgenden Anforderungen an die Mess- und Strömungsbedingungen erforderlich:

Die Windgeschwindigkeit muss permanent zwischen der Ein- und Ausschaltzahl der Anlage liegen. Außerdem ist ein Betrieb im Teillastbereich wünschenswert, da im Teillastbetrieb eine lineare Abhängigkeit zwischen der Windgeschwindigkeit und der Rotordrehzahl besteht und somit die optische Erfassung der Rotordrehzahl eine Annäherung an die Anströmgeschwindigkeit ermöglicht [10].

Die solare Erwärmung der Rotorblätter ist zeitlich konstant.

#### Signalverarbeitung

Die thermografische Bildaufnahme erfolgt mit der Software IRBIS (IRBIS professional 3.1.100) des Kameraherstellers InfraTec, während für die Bildverarbeitung die Software Python (3.9.18) verwendet wird. Die anschließende Korrektur umfasst die folgenden Bildverarbeitungsschritte:

Hintergrundentfernung, Erkennung der Rotorblattkanten mit Canny-Edge-Detection [11], Zuordnung der Kanten (Vorder-, Hinterkante) über Clustering, horizontale Ausrichtung der Vorderkante mittels Bildrotation und Kompensation der Interpolationseffekte an den Bildkanten durch die Bildrotation.

Diese Vorverarbeitungsschritte erlauben eine Auswertung eines Thermogramms sowohl mit (Abschnitt 2.2) als auch ohne (Abschnitt 2.1) Vorkenntnisse zu Vergleichszwecken.

## 4 Ergebnisse

Die Ergebnisse werden hinsichtlich des CNR der Aufnahmen ausgewertet. Das CNR eines Bildes wird als der durchschnittliche CNR-Wert über alle Bildspalten berechnet, während das CNR einer Spalte mit der folgenden Gleichung berechnet wird:

$$CNR = \frac{|\overline{x_{lam}} - \overline{x_{tur}}|}{\sqrt{\sigma_{lam}^2 - \sigma_{tur}^2}} \quad (4)$$

wobei  $\overline{x_{lam}}$ ,  $\overline{x_{tur}}$  die mittleren Temperaturwerte und  $\sigma_{lam}^2$ ,  $\sigma_{tur}^2$  die Standardabweichungen der Temperaturen im laminaren bzw. turbulenten Bereich des Rotorblatts sind.

Zur Überprüfung und Validierung wird der Bayessche Ansatz an vier Arten von Daten getestet. Zunächst wird ein Thermogramm simuliert, d. h. die Position des Übergangs von laminar zu turbulent wird manuell festgelegt, und die Temperaturwerte auf dem Rotorblatt folgen

exakt der in Gleichung **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** eingeführten Fehlerfunktion. Dieser Simulationsprozess wird für jede Bildspalte einzeln durchgeführt. Das simulierte Bild ähnelt der Messung (da es auf der Grundlage eines Messthermogramms erstellt wird), hat aber einen außerordentlich hohen CNR. Infolgedessen ergeben die ermittelten Übergangspositionen für die verschiedenen Bildspalten immer den gegebenen wahren Wert. Zweitens wird ein gemessenes Thermogramm verwendet. Drittens und viertens wird zur Bewertung der Methode bei Bildern mit niedrigerem CNR, künstliches Gaußsches Rauschen mit dem Erwartungswert  $\mu_w = 0$  überlagert. Abbildung 2 zeigt exemplarisch ein simuliertes Bild mit hinzugefügtem Rauschen, d. h. mit einem reduzierten CNR von 6,7. Zuerst werden die simulationsbasierten Bilder verwendet, um die Bayessche Inferenz zur Einbeziehung von Vorwissen zu verifizieren und ihre Leistung mit der klassischen nicht-Bayesschen Schätzung als Referenz zu vergleichen. Anschließend werden die Ergebnisse für reale, gemessene Thermogramme validiert. Schließlich werden Anwendungsszenarien zur Nutzung der Bayesschen Methode vorgestellt und geeignete Priors diskutiert.

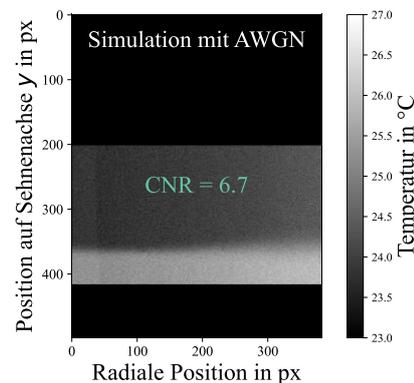


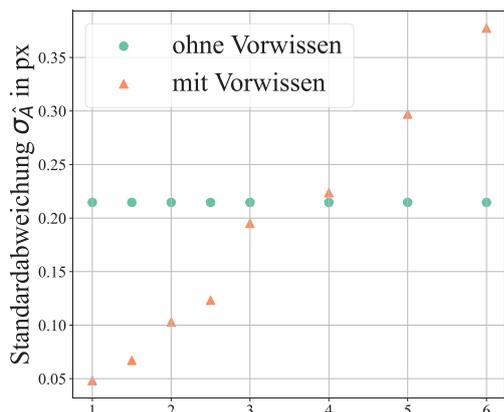
Abbildung 2: Simuliertes thermografisches mit hinzugefügtem weißem Gaußschem Rauschen (AWGN).

#### Verifikation der Methode

Für ein simuliertes Bild mit einem CNR von 1935 mit laminar-turbulenten Übergang bei  $A = 361$  px wird informativer Prior mit Normalverteilung und einem Mittelwert an der wahren Position von 361 px und einer Standardabweichung von 3 px betrachtet. Wiederholte Messungen zeigen, dass der betrachtete Prior die Bestimmung der Übergangsposition ( $\hat{A} = 361,07$  px) für ein künstlich verrauschtes Bild mit einem CNR von 1,1 mit einer Standardabweichung von  $\sigma_A = 0,25$  px ermöglicht. Diese Standardabweichung, die mit Vorwissen erreicht wird, ist niedriger als bei einer Vergleichsmessung ohne Vorwissen (1,62 px). Das Ergebnis ist nicht

überraschend, da die Prior-Verteilung selbst die wahre Übergangsposition mit geringer Unsicherheit enthält. Das Ergebnis validiert den Bayesschen Ansatz als Methode zur Einbeziehung von Vorwissen in die Thermogrammauswertung zur Bestimmung der Position des laminar-turbulenten Übergangs an Rotorblättern von Windturbinen.

Um den Einfluss der Prior-Verteilung auf das posteriori Ergebnis zu untersuchen, werden verschiedene Prior-Verteilungen für ein simuliertes Bild mit  $\text{CNR} = 6,7$  getestet, wie in Abbildung 2 dargestellt. Alle Prior-Verteilungen sind normalverteilt mit dem Mittelwert an der wahren Position, sodass nur die Standardabweichung variiert wird. Für diese Konfiguration steht die Standardabweichung  $\sigma_{\text{prior}}$  der Prior-Verteilung für die Qualität der Prior-Verteilung. Die bestimmte Messstandardabweichung  $\sigma_A$  der Übergangsposition in Bezug auf die Prior-Standardabweichung  $\sigma_{\text{prior}}$  ist in Abbildung 3 dargestellt.



Standardabweichung  $\sigma_{\text{prior}}$  des Priors  $p(A)$  in px  
Abbildung 3: Standardabweichung  $\sigma_{\hat{A}}$  der ermittelten Position des laminar-turbulenten Übergangs für verschiedene Standardabweichungen  $\sigma_{\text{prior}}$  des Priors für ein simuliertes Bild mit Rauschen aus Abbildung 2.

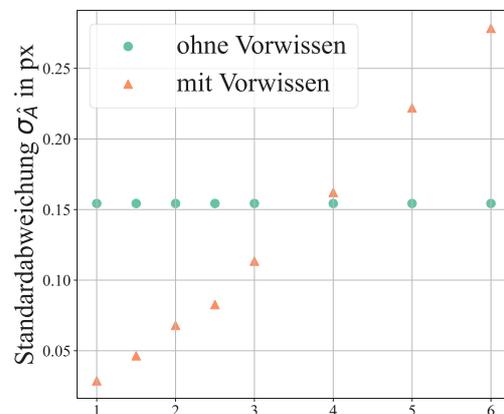
Die Standardabweichung  $\sigma_A$  der Übergangsposition unter Verwendung der Bayesschen Methode (orangefarbene Punkte) ist nur dann niedriger, wenn die Standardabweichung der Prior-Verteilung gleich oder niedriger als 3 px ist. Für eine Prior-Verteilung mit  $\sigma_{\text{prior}} < 2$  px folgen die bestimmten Übergänge eng dem Mittelwert der Prior-Verteilung, und somit dominiert die Prior-Verteilung die Messung. Im Gegensatz dazu ist für eine Prior-Verteilung von geringerer Qualität ( $\sigma_{\text{prior}} \geq 4$  px) die Standardabweichung  $\sigma_A$  bei Verwendung von Vorwissen höher. Im Allgemeinen sollte die Bayessche Inferenz das Vorwissen implizit vernachlässigen, wenn es wenig Informationen enthält, und die Ergebnisse sollten dann ausschließlich auf den

Messdaten beruhen. Die Notwendigkeit einer numerischen Berechnung des Posteriors (siehe Gl. Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.) erklärt jedoch die erhöhte Standardabweichung für eine Prior-Verteilung mit großer Breite. Die Ergebnisse zeigen, dass die Qualität der Prior-Verteilung entscheidend für den Erfolg der bayesschen Methode ist.

#### Validierung der Methode

Um die Ergebnisse mit den simulierten Bildern zu validieren, wird nun das gemessene Thermogramm betrachtet und mit Rauschen überlagert.

Abbildung 4 vergleicht die Standardabweichung  $\sigma_A$  der Bestimmung der Position des laminar-turbulenten Übergangs auf echten Messdaten mit und ohne Vorwissen in Abhängigkeit von der Standardabweichung  $\sigma_{\text{prior}}$  der Prior-Verteilung. In Abbildung 4 ist die Standardabweichung  $\sigma_A$  niedriger für die Bestimmung der Position des laminar-turbulenten Übergangs bei Verwendung von Vorwissen, wenn die Standardabweichung der Prior-Verteilung  $\sigma_{\text{prior}} \leq 3$  ist. Dies bestätigt die Ergebnisse aus Abbildung 3 und validiert somit die Bayessche Inferenz als Methode zur Verringerung der Unsicherheit bei der Bestimmung der Position des laminar-turbulenten Übergangs mit einer informativen Prior-Verteilung.



Standardabweichung  $\sigma_{\text{prior}}$  des Priors  $p(A)$  in px  
Abbildung 4 Standardabweichung  $\sigma_{\hat{A}}$  für die Bestimmung der Übergangsposition auf thermografischen Bildern, die mit Gaußschem Rauschen für verschiedene CNR-Werte überlagert sind.

Wenn die Prior-Verteilung eine geringere Qualität hat oder das Bild ein höheres CNR aufweist, erhöht die Bayessche Inferenz die Unsicherheit und sollte nicht verwendet werden.

Um die Ergebnisse aus Abbildung 4 mit den Erwartungen aus der Theorie zu vergleichen, werden die gleichen Daten in Abbildung 5 auf normierte Weise dargestellt. Die Ordinate wird durch die Standardabweichung  $\sigma_A$  der Messung

der detektierten Übergangsposition ohne Vorwissen normiert. Die Abszisse wird durch die charakteristische Prior-Standardabweichung  $\tilde{\sigma}_{\text{prior}}$  normalisiert, die der Schnittpunkt zwischen der theoretischen Standardabweichung der Übergangsposition im Falle eines dominanten Vorwissens (orangefarbene Kreuze: lineare Extrapolation durch 0 und den ersten Datenpunkt mit minimaler Varianz der Prior-Verteilung) und der Standardabweichung der Übergangsposition ohne Vorwissen (blaue Punkte) ist. Für das untersuchte Beispiel beträgt  $\tilde{\sigma}_{\text{prior}} = 5,4 \text{ px}$ , was bedeutet, dass diese Prior-Verteilung so informativ ist wie die Messdaten. Daher sollte für eine geringe Standardabweichung der Prior-Verteilung, die kleiner als  $\tilde{\sigma}_{\text{prior}}$  ist, das Vorwissen der Prior-Verteilung das Messergebnis dominieren und die Standardabweichung der detektierten Übergangsposition asymptotisch die Standardabweichung der Prior-Verteilung erreichen (orangefarbene gestrichelte Linie). Diese theoretische Erwartung stimmt mit den experimentellen Daten überein. Für eine hohe Standardabweichung der Prior-Verteilung, die größer als  $\tilde{\sigma}_{\text{prior}}$  ist, wo die Informationen aus den Messdaten dominieren, sollte die Standardabweichung der bestimmten Übergangsposition asymptotisch  $\sigma_{\hat{A},\text{measurement}}$  erreichen, d. h. denselben Wert wie bei der nicht-Bayesschen Auswertung. Speziell wird erwartet, dass die normierte Standardabweichung der Übergangsposition der Beziehung folgt:

$$\frac{\sigma_{\hat{A}}}{\sigma_{\hat{A},\text{measurement}}} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{\tilde{\sigma}_{\text{prior}}}{\sigma_{\text{prior}}}\right)^2 + 1}} \quad (5)$$

Dies wird als durchgezogene orangefarbene Linie dargestellt.

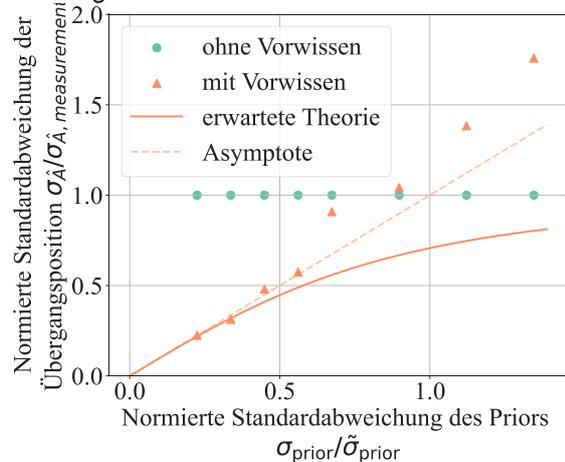


Abbildung 5 Normierte Standardabweichung  $\sigma_{\hat{A}}$  für die Bestimmung der Übergangsposition auf Thermografiebildern, die mit Gaußschem Rauschen überlagert sind, und Vergleich mit der theoretischen Erwartung aus der Schätztheorie [12], unter

Berücksichtigung verschiedener Standardabweichungen  $\sigma_{\text{prior}}$  des Priors (ebenfalls normiert).

Die experimentellen Ergebnisse der implementierten bayesschen Auswertung entsprechen jedoch nicht der theoretischen Erwartung für eine zunehmende Breite der Prior-Verteilung. Die vermutete Ursache dieses unerwarteten Verhaltens ist die unzureichende Berechnung des Posteriors, d. h. die numerische Implementierung des Bayesschen Auswertungsalgorithmus mit begrenzten Ressourcen in Rechenleistung und Zeit. Als Folge davon erfordert die Nichtlinearität und die Komplexität der Bayesschen Auswertung einen zunehmenden Berechnungsaufwand für eine zunehmende Breite der Prior-Verteilung.

#### Anwendungsszenarios

Vorwissen kann aus Theorie, Simulationen oder früheren Experimenten stammen. In den Abschnitten 4.1 und 4.2 wurde gezeigt, dass die Qualität des Vorwissens darüber entscheidet, ob es die Unsicherheit bei der Bestimmung der Position des laminar-turbulenten Übergangs an Rotorblättern von Windturbinen verringert. Der vorliegende Abschnitt bewertet verschiedene Szenarios, wie Vorwissen gewonnen werden kann und auf welche Weise es die Messung der laminar-turbulenten Übergangsposition an Rotorblättern von Windturbinen verbessern kann oder nicht.

Ein vorgeschlagenes Anwendungsgebiet für die Bayessche Inferenz besteht darin, den Verlauf der Übergangsposition entlang der radialen Position des Rotorblattes  $r$ , der sogenannten Übergangslinie, zu glätten. Das Vorwissen wird gewonnen, indem alle erkannten Übergangspositionen in einem einzelnen Bild mit einem Polynom genähert werden. Im Detail wird das Vorwissen als normalverteilt definiert, wobei der Mittelwert  $\mu_A = \text{polynomial}(r)$  einem bestimmten Punkt auf einer Polynomkurve entlang der radialen Achse entspricht und eine konstante Standardabweichung  $\sigma_{\text{prior}}$  aufweist. Das Polynom wird mittels kleinster Quadrate Regression auf die erkannten Übergangspositionen angepasst, und der mittlere quadratische Fehler dieser Regression wird als die Standardabweichung  $\sigma_{\text{prior}}$  der Prior-Verteilung genommen:

$$\sigma_{\text{prior}}^2 = \frac{1}{c} \sum_{r=0}^c (\text{polynomial}(r) - \hat{A}(r))^2 \quad (6)$$

Durch die Verwendung des approximierten Verlaufs des laminar-turbulenten Übergangs, der aus dem gesamten Bild als Vorwissen für die Bestimmung der laminar-turbulenten Übergangsposition jeder Spalte ermittelt wurde, wird

erwartet, dass die resultierende Visualisierung der Übergangslinie weniger verrauscht ist. Abbildung 6 zeigt die bestimmten Übergangsp positionen ohne Vorwissen in türkis und mit Vorwissen in orange. Sie zeigt weiterhin den Mittelwert  $\mu_{prior}$  der Prior-Verteilung in blau.

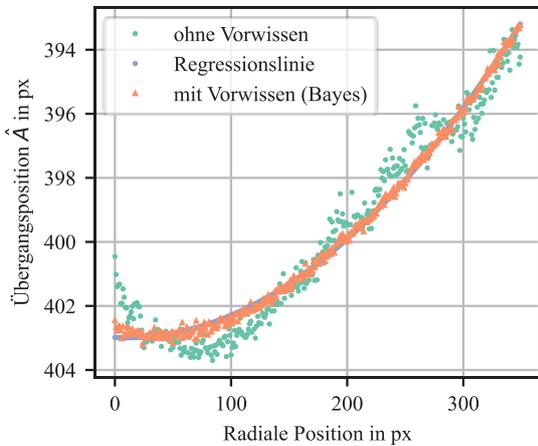


Abbildung 6 Der Verlauf der laminar-turbulenten Übergangslinie über die radiale Rotorblattposition, wobei die Übergangsp positionen mit (orange) bzw. ohne (türkis) Vorwissen bestimmt werden. Der Mittelwert ist zusätzlich in blau dargestellt. Das Vorwissen über die Übergangslinie wird mit einer polynomialen Regression der Ordnung 2 ermittelt.

Durch die individuelle Berechnung der laminar-turbulenten Übergangsp position für jede Spalte, ohne die räumliche Auflösung zu beeinträchtigen, führt die Anwendung der Bayesschen Inferenz zu einer glatteren Visualisierung der Übergangslinie. Zusätzlich gibt die Bayessche Inferenz eine implizite Unsicherheitsbewertung des Ergebnisses. In diesem Beispiel haben die gemessenen Daten jedoch wenig Einfluss auf das Ergebnis, da das Posterior-Ergebnis sehr nahe an der gewählten Prior-Verteilung liegt. Die bestimmten Übergangsp positionen mit Vorwissen, verlassen den Verlauf der nicht-Bayesschen Messung, was auf einen systematischen Fehler der Bayesschen Messung hindeutet.

(obwohl der wahre Wert hier nicht bekannt ist). Die Erklärung dafür ist, dass die Informationen innerhalb des Priors stärker sind als die Messung, was zu einem prior-dominanten Ergebnis führt. Somit kann die Bayessche Inferenz verwendet werden, um die Übergangslinie mit weniger Rauschen zu visualisieren, aber das Ergebnis wird von den Informationen des Priors dominiert, so dass es einer Polynomregression ähnelt.

Während Abbildung 6 Vorwissen durch das Mittel von räumlichen Positionsdaten aus einem einzigen Bild generiert hat, ist eine andere Idee, zeitlich zusammenhängende Ergebnisse aus früheren Experimenten zu verwenden, um Vorwissen aus dem zeitlichen Verlauf der

Übergangsp positionen zu generieren. Als Beispiel wurde die Übergangsp position innerhalb einer Stunde 150 Mal bestimmt, um den Mittelwert und die Standardabweichung der normalverteilten Prior-Verteilung für die anschließenden Positionsmessungen zu bestimmen. Dies bedeutet, dass hier als Beispiel eine konstante Übergangsp position im Laufe der Zeit angenommen wird, und das Vorwissen somit aus der Vergangenheit stammt. Der Prior wird für die Auswertung der Messungen der folgenden Stunde angewendet. Es ist wichtig, dass das Vorwissen und die Messung unter denselben Bedingungen erfolgen. Bei der Messung wurde sichergestellt, dass zwischen der Generierung des Vorwissens und der Messung die Windturbine nicht geschwenkt oder geneigt wurde und die Windgeschwindigkeit konstant zwischen 3 m/s und 8 m/s lag.

Abbildung 7 zeigt die relative gemessene Übergangsp position (0—Vorderkante; 1—Hinterkante) für 150 zufällig gewählte Momente innerhalb von 60 Minuten mit und ohne Verwendung des Vorwissens.

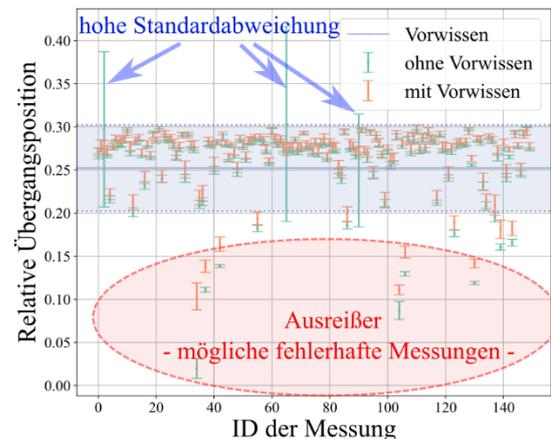


Abbildung 7 Position des laminar-turbulenten Übergangs mit Standardabweichung für 50 Messungen mit und ohne Verwendung von Vorwissen.

Für 90 % der Messungen ist die Standardabweichung  $\sigma_A$  (durch die Fehlerbalken dargestellt) ohne die Verwendung des Vorwissens kleiner, und die bestimmten Übergangsp positionen scheinen plausibel zu sein. Daher verringert die Verwendung von Vorwissen nicht die Unsicherheit dieser Messungen. Bei Messungen mit außergewöhnlichem Zufallsfehler (markiert mit blauen Pfeilen) verringert jedoch die Verwendung von Vorwissen aus früheren Experimenten stark die Standardabweichung  $\sigma_A$  der Messung. Darüber hinaus treten Messungen auf (innerhalb der rot gepunkteten Ellipse), bei denen die bestimmte Übergangsp position signifikant von der mittleren Position entfernt ist. Da der wahre Wert nicht bekannt ist, kann nicht

geschlossen werden, ob dies auf eine tatsächliche Änderung des Übergangs oder auf einen Fehler in der Messung zurückzuführen ist. Wenn davon ausgegangen wird, dass die Messungen in der rot gepunkteten Ellipse fälschlicherweise erkannte Übergangspeditionen sind, dann verringert die Verwendung von Vorwissen den systematischen Fehler der Messung. In Summe kann mit der Bayesschen Inferenz Vorwissen aus früheren Experimenten genutzt werden, um die Messunsicherheit bei fehlerhaften Lokalisationen des laminar-turbulenten Überganges zu verringern. Dabei beinhaltet das Bayessche Ergebnis eine implizite Unsicherheitsbewertung.

## 5 Zusammenfassung

Die Hauptbeitrag dieser Arbeit besteht darin, einen Rahmen für die Verwendung von Vorwissen zur Bestimmung des laminar-turbulenten Übergangs an Rotorblättern von Windturbinen mittels thermografischer Strömungsvisualisierung bereitzustellen.

Die Bayessche Inferenz wird als Methode zur Verwendung von Vorwissen bei der Bestimmung des laminar-turbulenten Übergangs an Rotorblättern von Windturbinen verifiziert und validiert. Als Ergebnis kann die Verwendung von Vorwissen die Unsicherheit bei der Bestimmung der laminar-turbulenten Übergangspedition auf Rotorblättern verringern. Entscheidend ist hier jedoch die Breite der Verteilung des Vorwissens. Für die untersuchten Messdaten muss ein normalverteilter Prior eine Standardabweichung  $\sigma_{prior} \leq 3$  px haben, um die Messung bei einem Thermogramm mit einem CNR von 7 zu verbessern. Als potenzielle Anwendung ermöglicht die Bayessche Bildverarbeitung eine Glättung des Verlaufs der Übergangspeditionen entlang eines Rotorblatts. In Fällen bei denen die Bestimmung ohne Vorwissen unplausible Ergebnisse liefert, kann ein Prior mit Informationen aus der Vergangenheit die Messunsicherheit verringern. Das Vorwissen kann aus den räumlich oder zeitlich benachbarten Daten gewonnen werden, muss jedoch unter denselben Messbedingungen wie die Messung selbst gelten. Darüber hinaus bietet die Bayessche Inferenz implizit eine Wahrscheinlichkeitsverteilung für das Messobjekt und somit ein Maß für die Unsicherheit des Ergebnisses passend zu den Richtlinien der GUM.

Zukünftige Untersuchungen sollten sich darauf konzentrieren, wie Vorwissen aus Strömungssimulationen oder Experimenten extrahiert werden kann, die die oben genannten Kriterien erfüllen. Ein Vergleich der Standardabweichung eines neu generierten Priors und des CNR der Messung mit den Ergebnissen aus dieser

Veröffentlichung ermöglicht eine Bewertung, ob die Qualität des Priors die Unsicherheit bei der Bestimmung der laminar-turbulenten Übergangspedition verringert. Darüber hinaus ist es von großem Interesse, zu erforschen, ob die Bayessche Inferenz verwendet werden kann, um die Übergangspedition bei instationären Anströmungsbedingungen zu beobachten oder weitere fluid-dynamische Phänomene wie Strömungsablösung zu erkennen.

## 6. Danksagung

Dieses Forschungsprojekt wird mit Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) unter dem Förderkennzeichen 03SF0687A gefördert.

## 6. Literaturverzeichnis

- [1] H. Schlichting and K. Gersten, *Grenzschicht-Theorie.pdf*.
- [2] K. H. Horstmann, A. Quast, and G. Redeker, 'Flight and wind-tunnel investigations on boundary-layer transition', *Journal of Aircraft*, vol. 27, no. 2, pp. 146–150, Feb. 1990, doi: 10.2514/3.45910.
- [3] C. Dollinger, M. Sorg, N. Balaesque, and A. Fischer, 'Measurement uncertainty of IR thermographic flow visualization measurements for transition detection on wind turbines in operation', *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 97, pp. 279–289, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.expthermflusci.2018.04.025.
- [4] T. Reichstein *et al.*, 'Investigation of Laminar–Turbulent Transition on a Rotating Wind-Turbine Blade of Multi-megawatt Class with Thermography and Microphone Array', *Energies*, vol. 12, no. 11, p. 2102, Jun. 2019, doi: 10.3390/en12112102.
- [5] D. Gleichauf, F. Oehme, M. Sorg, and A. Fischer, 'Laminar-Turbulent Transition Localization in Thermographic Flow Visualization by Means of Principal Component Analysis', *Applied Sciences*, vol. 11, no. 12, p. 5471, Jun. 2021, doi: 10.3390/app11125471.
- [6] T. Bayes and R. Price, 'LII. An essay towards solving a problem in the doctrine of chances. By the late Rev. Mr. Bayes, F. R. S. communicated by Mr. Price, in a letter to John Canton, A. M. F. R. S', *Phil. Trans. R. Soc.*, vol. 53, pp. 370–418, Dec. 1763, doi: 10.1098/rstl.1763.0053.
- [7] A. E. Gelfand and A. F. M. Smith, 'Sampling-Based Approaches to Calculating Marginal Densities', 1990.
- [8] I. Lira and D. Grientschnig, 'Bayesian assessment of uncertainty in metrology: a tutorial', *Metrologia*, vol. 47, no. 3, pp. R1–R14, Jun. 2010, doi: 10.1088/0026-1394/47/3/R01.
- [9] J. Dieckmann, C. Dorszewski, N. Balaesque, A. Von Freyberg, and A. Fischer, 'Bayesian-Based Approach for the Thermographic Measurement of Flow Transition on Wind Turbine Rotor Blades', *Applied Sciences*, vol. 14, no. 3, p. 1166, Jan. 2024, doi: 10.3390/app14031166.
- [10] M. Y. Halyani, H. M. S. Firdaus, M. S. Azizi, A. Tajul, and R. F. Farhana, 'Modeling and Simulation of Wind Turbine for Partial Load Operation', vol. 11, no. 8, 2016.
- [11] J. Canny, 'A Computational Approach to Edge Detection', *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.*, vol. PAMI-8, no. 6, pp. 679–698, Nov. 1986, doi: 10.1109/TPAMI.1986.4767851.
- [12] S. M. Kay and S. M. Kay, *Fundamentals of statistical signal processing. 1: Estimation theory*, 20. pr. Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall PTR, 2013.

# Development of an Optimization Tool for Advanced Magnet Design in Sensor Accuracy Enhancement for Automotive Application

Jie Zhou, Markus Dietrich, Florian Zeller, Wai-Wai Buchet  
 Schaeffler Automotive Buehl GmbH & Co. KG, Buehl/ Industriestr. 3, 77815 Bühl/Germany  
 E-Mail: {jie.zhou, markus.dietrich, florian.zeller, wai-wai.buchet}@schaeffler.com

## Abstract:

This paper introduces a novel optimization tool designed to enhance sensor accuracy in automotive applications by determining the optimal dimensions and positioning of an axially magnetized cylindrical magnet used in magnetic linear sensors. Utilizing both the Finite Element Method and analytical equations, the study evaluates the impact of magnet properties on sensor performance, focusing on resolution and nonlinearity characteristics. Through comprehensive multivariate optimization, considering the constraints, optimal magnet configurations are identified, improving sensor accuracy and cost-effectiveness. The methodologies presented extend to various sensor types, offering a scalable approach to magnet design in e-mobility.

## Kurzfassung:

Dieser Beitrag stellt ein neuartiges Optimierungswerkzeug vor, das für die Verbesserung der Sensorpräzision in Automobilanwendungen entwickelt wurde, indem es die optimalen Dimensionen und Positionierungen von einem axial magnetisierten permanenten Magneten bestimmt, die in magnetischen Linearsensoren verwendet werden. Unter Einsatz der Finite-Elemente-Methode und analytischer Gleichungen bewertet die Studie den Einfluss der Materialeigenschaften auf die Sensorleistung, mit Fokus auf Auflösung und Nichtlinearität. Durch umfassende multivariate Optimierung, einschließlich Beschränkungen, werden optimale Magnetkonfigurationen identifiziert. Diese verbessern die Sensorpräzision und Kosteneffektivität erheblich. Die präsentierten Methoden lassen sich auf verschiedene Sensortypen erweitern und bieten einen skalierbaren Ansatz für Magnetdesign in der E-Mobilität.

**Keyword:** position sensor, multivariate optimization/ Pareto optimization, permanent magnet

**Schlagwort:** Positionssensor, Mehrzieloptimierung/ Pareto-Optimum, Dauermagnet

## I. Introduction

In the rapidly evolving domains of e-mobility and autonomous driving, precise tracking of linear movements has become essential. These advancements necessitate enhanced sensor performance. Predominantly, magnetic technology is employed in linear sensors where a permanent magnet generates a magnetic field. A crucial factor in increasing sensor accuracy is the optimization of the magnet's dimensions and positioning for effective measurement. This study introduces a novel tool designed to determine the optimal dimensions and positioning of the magnet.

Sensor accuracy and cost are the two main factors requiring optimization. The accuracy of these sensors primarily depends on two characteristics of the sensor signals: resolution and nonlinearity. Resolution addresses stochastic errors, whereas nonlinearity pertains to systematic errors. Our position sensors predominantly utilize the Atan2-function for determining position. Hence, we leverage the properties of the Atan2-function to analyze both resolution and nonlinearity. Resolution is

quantified through the Signal-to-Noise Ratio (SNR), defined as the ratio of the maximum magnetic field to the noise level, such as Earth's magnetic field [1]. Nonlinearity is evaluated using either Total Harmonic Distortion (THD) [2] or Most Significant Distortion (MSD) [3]. Both THD/MSD and SNR are influenced by the material properties (whether homogeneous or heterogeneous), the dimensions of the permanent magnet (notably the length-diameter ratio, or LD-factor) [4], and the positioning of the magnet. This analysis aims to explore how these parameters respond to variations, highlighting their sensitivity and establishing relationships between input parameters and optimization objectives. Subsequently, a multivariate optimization problem is formulated and addressed.

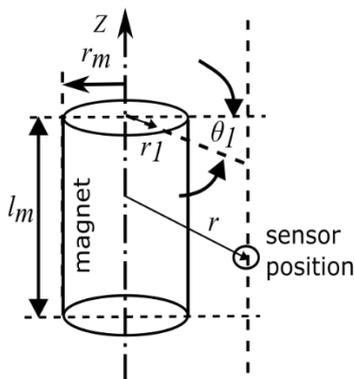
## II. System Parameter Determination

A variety of magnet types can be utilized in sensor applications; for initial investigations, an axially magnetized cylindrical magnet is selected (See Fig. 1a). This configuration is pivotal for further examination due to its relevance in linear movement tracking.

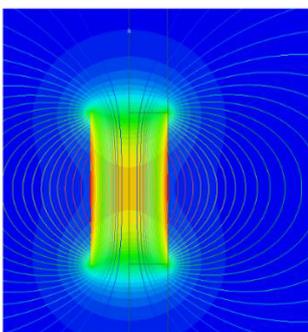
## II.a Magnetic Field Calculation Methods

Two primary methods are employed to calculate the properties of the magnet: the Finite Element Method (FEM) and analytical equations.

- FEM: As depicted in Fig. 1b, FEM requires a homogeneous and extremely fine mesh to achieve the desired accuracy for THD/MSD analysis. Although it provides comprehensive magnetic field data for each simulation, it demands a high computational load, necessitating up to 1000 simulations for robust sensitivity analysis. To expedite calculations, a model order reduction method is applied, which still requires at least 50 FEM simulations for high-precision analyses [5,6].
- Analytical Equations: The analytical approach involves equations (1-3) derived from the methodologies introduced in [4], which are less computationally intensive and offer high accuracy. These equations compute the magnetic field components  $B_r$ ,  $B_\theta$  and  $B_z$  at any given point  $(r, \theta, z)$  in cylindrical coordinates, as defined below:



a) Sketch of sensor magnet



b) FEM result of sensor magnet

Fig 1: axially magnetized cylinder magnet

$$B_r = \frac{B_{rem}}{4\pi} \sum_{i=1}^2 (-1)^{i+1} \int_0^{r_M} \int_{-\pi}^{\pi} r_1 [r - r_1 \cos(\theta - \theta_1)] G^3 d\theta_1 dr_1 \quad (1)$$

$$B_\theta = \frac{B_{rem}}{4\pi} \sum_{i=1}^2 (-1)^{i+1} \int_0^{r_M} \int_{-\pi}^{\pi} r_1^2 \sin(\theta - \theta_1) G^3 d\theta_1 dr_1 \quad (2)$$

$$B_z = \frac{B_{rem}}{4\pi} \sum_{i=1}^2 2(-1)^{i+1} \int_0^{r_M} \int_{-\pi}^{\pi} [z - z_1] G^3 d\theta_1 dr_1 \quad (3)$$

Where  $B_{rem}$  represents the remanent magnetization and  $G$  (the Green's function for the cylindrical coordinate system) is defined as [4,7]:

$$G(r, \theta, z, r_1, \theta_1, z_1) = [r^2 + r_1^2 - 2rr_1 \cos(\theta - \theta_1) + (z - z_1)^2]^{-\frac{1}{2}} \quad (4)$$

## II.b Comparison of Methods

Both FEM and analytical equations yield similar results; however, for the continuation of this study, only analytical equations will be utilized due to their efficiency and lower computational demand.

The given problem is axial symmetrical, the calculation therefore only should focus on the radial ( $B_r$ ) and axial ( $B_z$ ) magnetic fields, presented in Fig. 2., where the parameter  $\alpha$  for the  $x$ -axis represents the relative radial distance, which is defined as:

$$\alpha = \frac{r}{r_M} \quad (5)$$

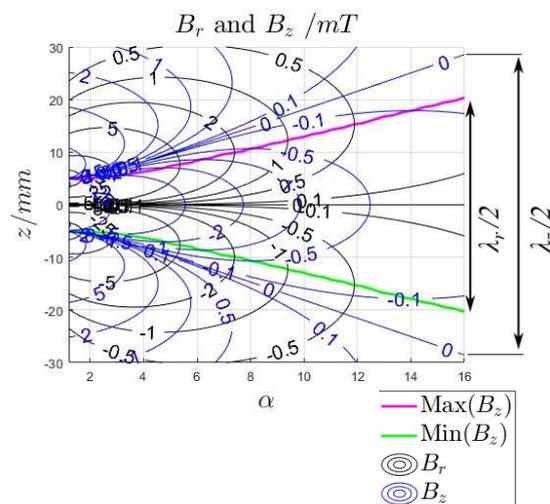


Fig 2:  $B_r$  and  $B_z$  of a cylinder magnet

The fields are sinusoidal along the  $z$ -axis, with varying wavelengths ( $\lambda_r$  and  $\lambda_z$ ), which can introduce additional positional measurement errors. To account for this, a new parameter  $\Omega$  is defined to evaluate and minimize this discrepancy:

$$\Omega = \frac{\lambda_r}{\lambda_z} - 1 \quad (6)$$

### II.c Further Analysis and Optimization

In subsequent analyses, the magnitudes of the magnetic fields and their Total Harmonic Distortion (THD) are computed for various positions and input parameters, as summarized in Fig. 3. A key geometric parameter, the LD-factor ( $\beta$ ), is introduced:

$$\beta = \frac{r_M}{l_M} \quad (7)$$

Maps in Fig. 3 and Fig. 4 aid in constructing objective functions for optimizing sensor accuracy:  $f_{B_r}$ ,  $f_{B_z}$ ,  $f_{THD_r}$ ,  $f_{THD_z}$  and  $f_{\Omega}$ . For efficient applications, values in maps a) and b) are normalized with  $B_{rem}$ , and are unitless.

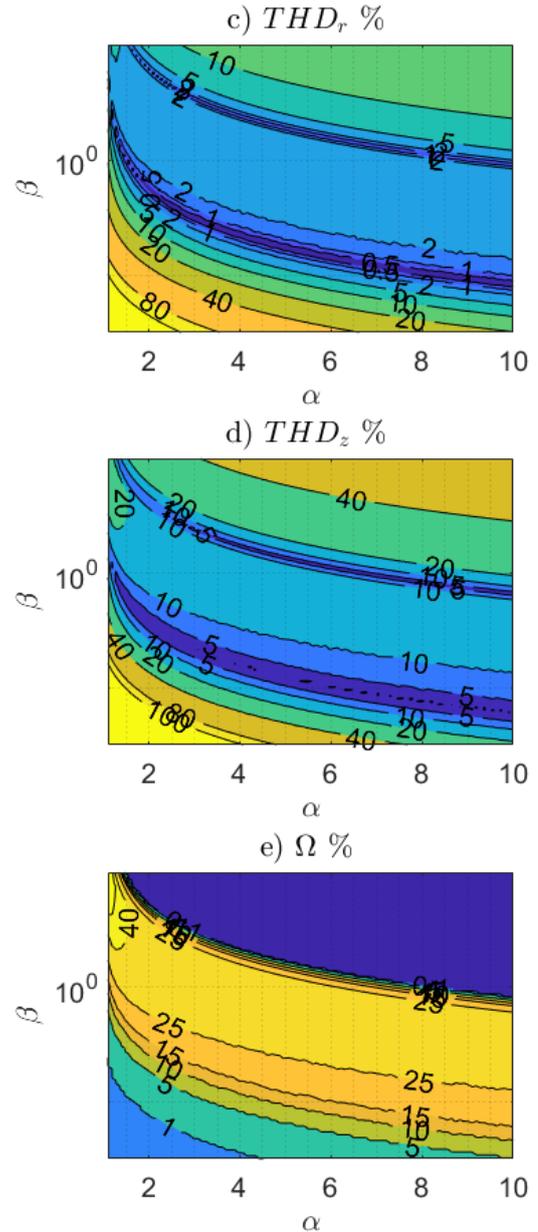
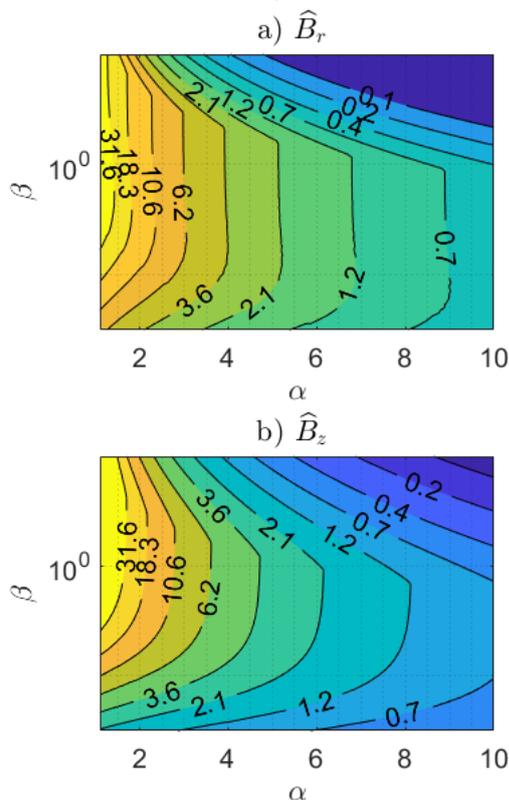


Fig 3: Magnitudes,  $THD$  and  $\Omega$  of a cylinder magnet

For cost optimization, the objective function  $f_{cost}$  is formulated as follows, incorporating the material-dependent variables of unit price  $p$  and density  $\rho$ :

$$f_{cost} = p(B_{rem}) \cdot \rho(B_{rem}) \cdot \pi \cdot r_M^2 \cdot l_M \quad (8)$$

This function aims to minimize the cost by evaluating different material choices based on their price per unit volume. The parameters  $p$  and  $\rho$  depend on the type of magnet material used and are detailed in Table 1.

|                | $B_{rem} / T$ | $p / \$/kg$ | $\rho / kg/m^3$ |
|----------------|---------------|-------------|-----------------|
| NdFeB sintered | 1.2           | 70.00       | 7500            |
| SmCo           | 1.0           | 95.00       | 8300            |
| NdFeB bonded   | 0.8           | 91.00       | 5950            |
| Ferrite        | 0.3           | 6.40        | 7300            |

Tabel 1: Unit price and density of different materials [8]

### III. Optimization

The objective functions for various signal and cost aspects were defined previously. To determine the optimal solution comprehensively, we consider two methodologies[10]:

- Step-by-Step Optimization:** This method involves sequentially optimizing one aspect at a time, using the results from the previous aspect as a baseline. This approach is visually represented in Fig. 4, where the color-coded areas indicate regions of optimum performance for next optimization steps.
- Composite Objective Function:** Alternatively, a composite objective function can be constructed, aggregating individual objective functions weighted by their respective importance:

$$f_{total} = \sum_{i=1}^n w_i \cdot f_i^2 \quad (9)$$

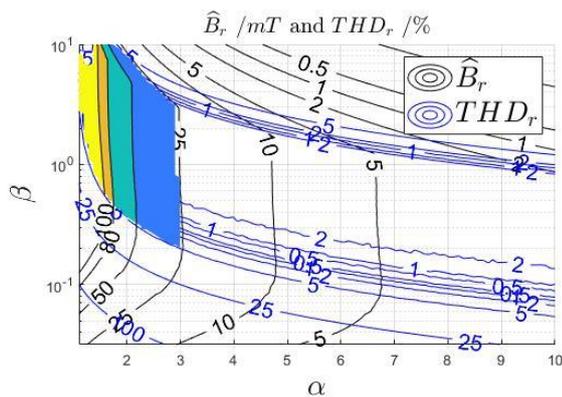


Fig 4: Step-by-Step optimization

Here,  $w_i$  denotes the weight assigned to the different objective function, reflecting its relative priority [10].

#### III.a Complexity and Computational Methods

For complex systems where the relationships between parameters are highly nonlinear, the

step-by-step method might be simplistic. In such cases, constructing a new and summed objective function using the Karush–Kuhn–Tucker (KKT) conditions is preferable. However, due to the extreme nonlinearity and the inability to fit the maps to closed formulas, interpolation methods [10] are recommended. Prior to interpolation, it is essential to smooth the maps (see Fig. 5) to eliminate numerical errors and local minima that could degrade optimization performance. Techniques such as Fast Fourier Transform (FFT) based filtering [7] and 2D-moving averages have been explored; while FFT was ineffective in reducing local minima, moving averages proved useful in smoothing without altering critical areas of the map.

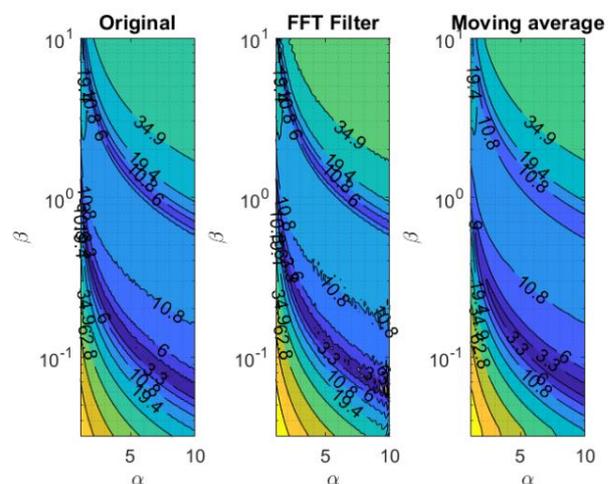


Fig 5: Smoothing of the map

#### III.b Transformation and Normalization of Objective Functions

The objective functions  $f_{\hat{B}_r}$  and  $f_{\hat{B}_z}$ , being concave, shall be transformed into convex forms to facilitate optimization (see SNR in [1]):

$$f_{\hat{B}_r}^* = \log_2 \left( \frac{B_{Earth}}{f_{\hat{B}_r}} \right) \quad (10)$$

$$\text{and } f_{\hat{B}_z}^* = \log_2 \left( \frac{B_{Earth}}{f_{\hat{B}_z}} \right)$$

Normalizations are important when combining all objective functions together for (9), as it ensures that disparate magnitudes do not skew the aggregated objective function. The normalization factor and the weights  $w_i$  may be chosen intuitively or derived from systematic methods such as using inverses of mathematical sequences like Fibonacci, prime numbers, or Lucas numbers [11], to balance their scaling effects.

### III.c Constraints and Global Optimization

To enhance stability and feasibility, constraints are imposed: the resolution (inverse of SNR) should be less than  $1^\circ$  [1], and THD should be below 5% [2]. Additionally, while seeking the global minimum of the optimization landscape, it's prudent to initiate the search from multiple random starting points across the entire range of parameters. This strategy mitigates the risk of converging to local minima and ensures a more comprehensive exploration of potential solutions [9].

## IV. Results

The effective measuring range, as observed from Fig. 2, is approximately half of the magnet's length. Consequently, we evaluated a measuring range with a span of 5 mm to determine the optimal magnet radius, measuring radius and associated costs. The results indicate that NdFeB is the most suitable material for this application, with the optimal magnet radius and position highlighted in a THD map (See Fig. 6a). In the scenario labeled "equal," which does not utilize weighted values, significant disparities were noted compared to other scenarios.

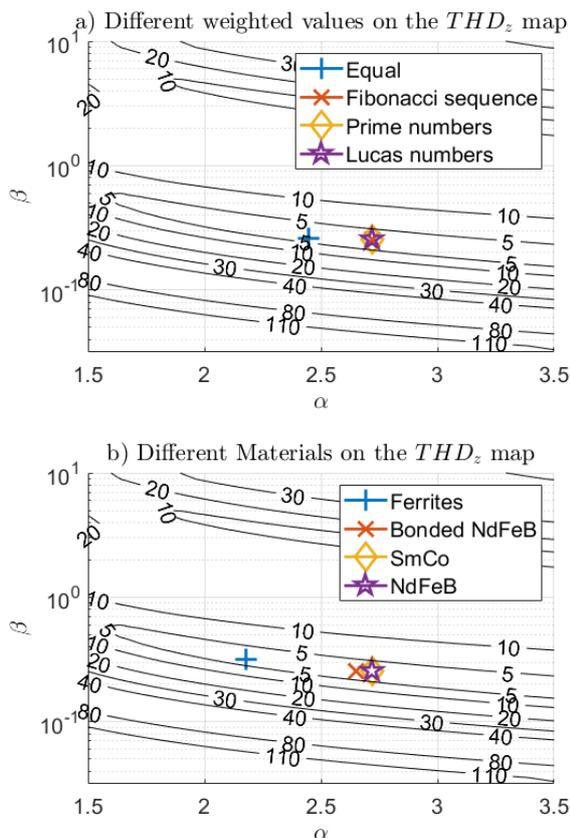


Fig 6: Optimization result

Additional testing with specified material and consistent weighted values were performed. The outcomes, as shown in Fig. 6b, reveal that the measuring position of a Ferrite magnet is positioned closer relative to other materials, achieving better resolution to satisfy the constraint conditions. Conversely, the measuring distance for a NdFeB magnet is greater, potentially offering comparable resolution to the Ferrite magnet but with reduced nonlinearity.

## V. Discussion and outlook

This study outlines methods for optimizing the geometry and material of axially magnetized cylindrical magnets for linear position sensing and demonstrates how to pinpoint optimal measuring positions. Although sensor accuracy is primarily influenced by the magnet's properties, external factors such as temperature, drift effects, and cost also play critical roles. These elements can be integrated into our optimization framework to refine the methodology further. Additionally, exploring different magnet shapes and extending the approach to rotational position applications could broaden the tool's applicability. Future work will focus on incorporating more complex variables like environmental impacts to enhance the robustness and utility of sensor technologies in e-mobility.

## VI. Reference

- [1] J. Zhou, M. Dietrich, P. Walden, J. Kolb, and M. Doppelbauer, "The resolution of atan2 function", 2020 IEEE Sensors, pp. 1–4. (2020); DOI: 10.1109/SENSORS47125.2020.9278722
- [2] J. Zhou, M. Dietrich, P. Walden, J. Kolb, M. Doppelbauer, "Online harmonic error compensation of Atan2 function for a low-cost automotive sensor application", *tm - Technisches Messen*, vol.0, no.0, (2021); DOI: 10.1515/teme-2021-0038
- [3] J. Zhou, M. Dietrich, F. Zeller; W. Buchet, "Enhancing Positioning Sensor Applications: Online Harmonic Order Determination of Atan2-Function", 2023 IEEE Sensors, pp. 1–4. (2023); DOI: 10.1109/SENSORS56945.2023.10325075
- [4] E. P. Rurlani, "Permanent Magnet and Electromechanical Devices: Materials, Analysis, and Applications", Academic Press, (2001); DOI: 10.1016/B978-012269951-1/50005-X

- [5] Dynardo GmbH, "Methode for multi-disciplinary optimization and robustness analysis", (2019)
- [6] Z. Qu MOR, "Model Order Reduction Techniques with Applications in Finite Element Analysis", Springer (2013), DOI:10.1007/978-1-4471-3827-3
- [7] S. Brunton, J. N. Kurtz, "Data-Driven Science and Engineering: Machine Learning, Dynamical Systems, and Control", Cambridge University (2022); DOI: 10.1017/9781108380690
- [8] Magnet material price, online resource: <https://allianceorg.com/commodity-prices/magnet-and-material-costs/>, (April. 01. 2024)
- [9] J.Sobieszczanski-Sobieski, A. Morris, M.Tooren " Multidisciplinary Design Optimization Supported by Knowledge Based Engineering", Wiley (2015); DOI: 10.1002/9781118897072
- [10] F. P. León" Messtechnik: Grundlagen, Methoden und Anwendungen", Springer (2019); DOI: 10.1007/978-3-662-59767-5
- [11] T. Koshy, "Fibonacci and Lucas Numbers with Applications (Pure and Applied Mathematics: A Wiley Series of Texts, Monographs and Tracts", Wiley (2019); DOI: 10.1002/9781118033067

# Postersession

# Kombination der Verfahren Pupillographie, Elektoretinographie sowie Visuell evozierte Potentiale in einem Handgerät für die erweiterte ophthalmologische Diagnose am Großtier

*Thomas Reuter<sup>1</sup>, Andreas Grundmann<sup>1</sup>, Sebastian Walther<sup>1</sup>, Dirk Barnewitz<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>ICM - Institut Chemnitzer Maschinen- und Anlagenbau e.V., Otto-Schmerbach-Straße 19, 09117 Chemnitz, Deutschland

<sup>2</sup>fzmb GmbH - Forschungszentrum für Medizintechnik und Biotechnologie, Geranienweg 7, 99947 Bad Langensalza, Deutschland

## Zusammenfassung

Die Ausgangssituation zur Diagnose von Augenerkrankungen am Großtier ist, dass für verschiedene Krankheitsbilder unterschiedliche Untersuchungsmethoden und somit verschiedene Diagnosegeräte benötigt werden. Insbesondere bei Ankaufuntersuchungen stehen dem Tierarzt kaum objektive Messwerte zur Verfügung. Vor diesem Hintergrund wurde ein Konzept entwickelt, welches die ophthalmologischen Verfahren Pupillographie, Elektoretinographie (ERG) sowie Visuell evoziertes Potentiale (VEP) in einem Gerät kombiniert und entsprechend auswertet. Der Versuchsaufbau wurde in einem kompakten 3D-gedruckten Gehäuse untergebracht und kann mit einer Hand bedient werden. Die homogene Ausleuchtung des Auges wurde mit radial angeordneten Weißlicht- und RGB-Quellen (Lichtstärke 500 cd) in einer Streulichtscheibe ermöglicht. Erste Systemtests im Labor zeigten eine hinreichende Genauigkeit ( $\pm 5\%$ ) bei der Erfassung von Pupillendaten mit einer Messrate von 30 Hz. Die elektrischen Ableitungen können in Anlehnung an die ISCEV-Standards der Humanmedizin aufgenommen werden. Auch die zeitliche Synchronisation der Messwerte der ophthalmologischen Verfahren wurde als Voraussetzung für die Ermittlung von Korrelationen erfolgreich umgesetzt. Erste Vorversuche am Pferd zeigten, dass die erhobenen ERG- und VEP-Parameter innerhalb bzw. oberhalb der Streubreite der Literaturwerte liegen. Die ermittelten Pupillographie-Parameter konnten aufgrund fehlender Literaturwerte hingegen nicht verglichen werden, gleichwohl wiesen die Kurvenverläufe die typischen Charakteristiken eines Pupillensystems auf. Das entwickelte Augendiagnosegerät soll zukünftig durch ausführliche Studien am Pferd erprobt und eine umfangreiche Datenbasis aufgebaut werden. Ziel ist es, Zusammenhänge zwischen den einzelnen Messergebnissen der jeweiligen ophthalmologischen Diagnoseverfahren in Abhängigkeit von Krankheitszuständen zu untersuchen und statistisch auszuwerten, um einen Mehrwert bei der Diagnosestellung, insbesondere in der Früherkennung, zu generieren.

**Keywords:** Ophthalmologie, Elektoretinographie, Pupillographie, Visuell evozierte Potentiale, Pferdeauge.

## Einleitung

Pferde sind im Freizeit- und Wettkampfsport stark verbreitet. Insbesondere im Freizeitbereich konnte in den letzten Jahren eine stetige Zunahme der gehaltenen Pferde beobachtet werden [1]. Im Rahmen dieser Entwicklungen kam es bei Pferden auch zu einem signifikanten Anstieg von Augenerkrankungen und deren Komplikationen. Diese haben einen erheblichen Einfluss auf die Lebensqualität, was den Wert des Tieres und ihren Einsatz im Sportbetrieb beeinflusst. Insbesondere Augenerkrankungen, die rasch progressiv verlaufen und schlimmstenfalls zur

Erbblindung führen, müssen frühzeitig erkannt und behandelt werden. Zur Diagnose von Augenerkrankungen am Pferd ist es üblich, dass für spezifische Krankheitsbilder unterschiedliche Untersuchungsmethoden und somit verschiedene Diagnosegeräte zum Einsatz kommen. Je nach Gerät stützen sich die Untersuchungsergebnisse auf objektive Messwerte, aber auch subjektive Empfindungen des Arztes. Um künftig genauere Aussagen über den Gesundheitszustand des Auges treffen zu können, wurde ein Konzept entwickelt, welches die ophthalmologischen Verfahren

Pupillographie, Elektroretinographie (ERG), sowie Visuell evozierte Potentiale (VEP) in einem Gerät kombiniert und entsprechend ausgewertet [2,3,4]. Somit ist eine Untersuchung des kompletten Sehapparates möglich: von der Übersichtsaufnahme des Auges über die Bewertung von Pupillenreaktion und Augenhintergrund bis hin zur spezifischen Beurteilung der Reizleitung von Netzhaut und Sehnerv. In diesem Beitrag werden erste Ergebnisse zur Geräteentwicklung und Datenauswertung aus Vorversuchen zu ERG, VEP und Pupillographie sowie deren Vergleich mit Literaturwerten vorgestellt.

### Theoretische Grundlagen

In den folgenden Abschnitten wird auf die theoretischen Grundlagen des ERG, VEP und der Pupillographie eingegangen. Zusätzlich soll die Funktion und der Aufbau des Pferdeauges kurz beschrieben werden.

### Aufbau und Funktion des Pferdeauges

Der anatomische Aufbau des Pferdeauges ist dem des menschlichen Auges ähnlich. Die Form des Augapfels ähnelt einer zusammengedrückten Kugel. Die Hülle des Augapfels wird durch drei ineinander liegende Schichten (äußere, mittlere und innere Augenhaut) gebildet und hält den gelatinösen, teils flüssigen Inhalt zusammen. Das Auge besteht zum einen aus transparenten Geweben (Hornhaut, Kammerwasser, Linse und Glaskörper), durch die das Licht ungehindert passieren kann, sowie zum anderen aus einer lichtempfindlichen Schicht (Netzhaut), deren Fotorezeptoren bei Lichteinfall chemische in elektrische Signale umwandeln und über den Sehnerv an das Gehirn weiterleiten. Zum Schutz der Netzhaut vor zu intensiver Lichteinstrahlung ist das Auge mit einer Blende (Regenbogenhaut) ausgestattet. Die Regenbogenhaut, auch Iris genannt, kann sich je nach Lichteinfall zur Mitte oder zum Rand hin zusammenziehen, sodass sich die Öffnung (Pupille) verkleinert oder vergrößert. Die Größe der Pupille bestimmt somit den Lichteinfall auf der Netzhaut [6,7]. Hinsichtlich Physiologie und Funktionalität unterscheidet sich hingegen das Auge des Pferdes vom menschlichen Auge [8,9]. Während der ersten beiden Lebensjahre weist das Pferdeauge eine Pupille in runder Form auf, die sich in diesem Zeitraum zu einer elliptischen (querovalen) Pupille wandelt. Am oberen mittleren Rand der Pupille befinden sich die sogenannten Traubenkörner, die für eine zusätzliche Reduzierung des einfallenden Lichts sorgen können, wenn sich die Pupille bereits maximal zusammengezogen hat [7,8].

Eine weitere Besonderheit stellt die Nickhaut dar. Sie übernimmt die Funktion eines dritten Augenlids [7,8,9]. Während das menschliche Auge drei Zapfentypen aufweist, die für das Sehen bei Tageslicht zuständig sind (Blau-, Grün- und Rotrezeptoren), ist das Auge des Pferdes aufgrund der nicht vorhandenen Rotrezeptoren nur zu dichromatischem Sehen (Blau und Grün) in der Lage [7,8,9]. Hinsichtlich des Sichtwinkels sind die Augen des Pferdes aufgrund einer geringen Überlappung der Sehbereiche gegenüber dem menschlichen Auge im Vorteil: eine annähernde Rundumsicht von nahezu 360° ohne Kopfbewegung ist dadurch möglich. Allerdings führt dies auch zu geringerem räumlichen Sehen und zu weniger Tiefenschärfe im Vergleich zum Menschen. Zudem ist die Linse des Pferdeauges nicht im gleichen Maße flexibel in der Einstellung der Sehschärfe [7,9,10].

### Elektroretinographie

Das Elektroretinogramm dient der Aufzeichnung und Bewertung der von der Retina gebildeten elektrischen Potentiale [6,11]. Bei der Elektroretinographie wird generell zwischen Ganzfeld-ERG, Muster-ERG (PERG) und multifokalem ERG (mfERG) unterschieden [11], wobei nachfolgend ausschließlich das Ganzfeld-ERG näher betrachtet wird, da diese Untersuchungsmethode bevorzugt für die erweiterte ophthalmologische Diagnose am Pferd genutzt werden soll. Das Ganzfeld-ERG zeichnet sich vor allem durch die Stimulation mit Hilfe von Lichtreizen sowie die Messung des Summenaktionspotentials der äußeren Retinaschichten aus. Somit spiegeln die gemessenen Potentiale die Aktivität der Photorezeptoren, Ganglienzellen und des Pigmentepithels wider [12]. Die Ableitung des ERG erfolgt mit Hilfe von drei Elektroden: die aktive, positiv gepolte Elektrode wird direkt auf der Hornhaut oder mittig auf dem unteren Augenlid aufgesetzt, die negative Referenzelektrode auf der Stirn oder Schläfe und die Erdungselektrode beispielsweise am Ohrfläppchen [11,13]. Für alle ERG-Arten sind die Platzierung der Elektroden, die Rahmenbedingungen sowie die zulässigen Untersuchungsmodi durch die International Society for Clinical Electrophysiology and Vision (ISCEV) definiert und vereinheitlicht. Dadurch ist die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse gewährleistet. Dennoch wird empfohlen, dass für jede Einrichtung eigene Referenzwerte aufgenommen werden, um die Einflüsse des Gerätes und der verwendeten Elektroden berücksichtigen zu können [6,14].

Die mit Hilfe von Elektroden aufgezeichnete Potentialveränderung als Reaktion auf einen Lichtreiz weist bei gesunden Probanden einen definierten Verlauf auf. Es bilden sich Wellen aus, deren Amplituden und Gipfelzeiten zur Diagnostik genutzt werden. Die wichtigsten Auswerteparameter bilden a- und b-Welle mit den entsprechenden Gipfelzeiten. Die a-Welle entspricht der Amplitude des ersten negativen Peaks, der durch die Hyperpolarisation der Photorezeptoren entsteht. Der darauffolgende erste positive Peak der Potentialkurve entsteht durch die Depolarisation von nicht-neuronalen Gliazellen und wird als b-Welle bezeichnet. Im weiteren Verlauf der Potentialantwort können zusätzliche Peaks ausgemacht werden. Diese sind bei Messungen im klinischen Alltag aber zumeist nicht auswertbar oder werden nicht zur Diagnostik benötigt. Die typische Form eines ERG mit entsprechender Beschriftung der Wellen und Gipfelzeiten kann aus Abbildung 1 entnommen werden [6,11].

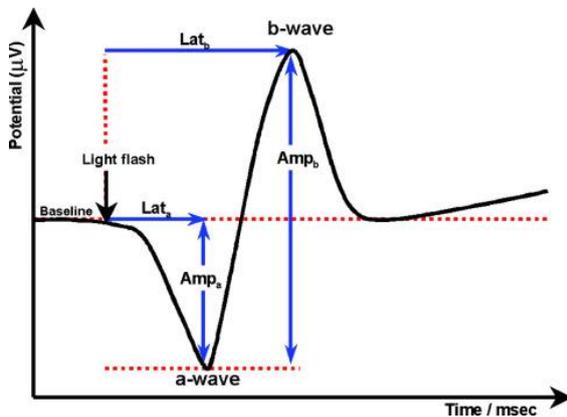


Abb. 1: Zeitlicher Verlauf des ERG [15]. (Amp<sub>a</sub> - Amplitude a-Welle, Amp<sub>b</sub> - Amplitude b-Welle, Lat<sub>a</sub> - Gipfelzeit a-Welle, Lat<sub>b</sub> - Gipfelzeit b-Welle)

Die Messung der Amplituden der a-Welle wird immer von der Basislinie beginnend vorgenommen, die der b-Welle von der maximalen Amplitude der a-Welle bis zum Maximum der b-Welle und die Gipfelzeiten werden vom Auslösen des Stimulus bis zur maximalen Amplitude des Peaks gemessen [3,15].

### Visuell evozierte Potentiale

Durch Weiterleitung der Nervensignale vom Auge über den Sehnerv ins Gehirn kommt es zu einer Reihe von Nervenzellaktivitäten, die sich wie beim ERG als typische Änderungen von elektrischen Potentialen äußern. Eine Methode zur Beurteilung der Funktionsfähigkeit des Sehnervs, sowohl in Bezug auf die Anzahl der funktionierenden Nervenfasern als auch in Bezug auf die Geschwindigkeit, mit

der die Nervensignale vom Auge zum Gehirn weitergeleitet werden, sind Visuell evozierte Potentiale [11]. Im Gegensatz zum ERG werden die Potentialschwankungen nicht im Auge, sondern am Kopf abgegriffen [11,16]. Primär wird zwischen dem Muster-VEP und dem Blitz-VEP unterschieden. Beim Muster-VEP wird dem Auge auf einem Bildschirm ein Schachbrettmuster dargeboten, dessen Felder in regelmäßigem Takt ihre Farbe zwischen Schwarz und Weiß ändern. Diese Methode wird vor allem im Humanbereich angewandt. Das Blitz-VEP hingegen ist sowohl im Human- als auch im Veterinärbereich stark verbreitet. Bei dieser Methode wird das Auge durch Lichtblitze stimuliert, um festzustellen, ob Lichtreize vom Gehirn wahrgenommen werden können [11,16]. Bei den VEP-Messungen werden die Augen einzeln überprüft, das jeweils andere Auge wird mit einer Augenklappe abgedeckt. Für die VEP-Arten sind die Platzierung der Elektroden, die Rahmenbedingungen sowie die zulässigen Untersuchungsmodi ebenfalls durch die ISCEV standardisiert [14]. Die erfasste Potentialveränderung als Reaktion auf einen Lichtreiz weist auch für das VEP bei gesunden Probanden einen definierten Verlauf auf. Es bilden sich Wellen aus, deren Amplituden und Gipfelzeiten zur Diagnostik genutzt werden können, die jedoch in Form und Anzahl vom ERG-Verlauf deutlich abweichen (siehe Abbildung 2) [16].

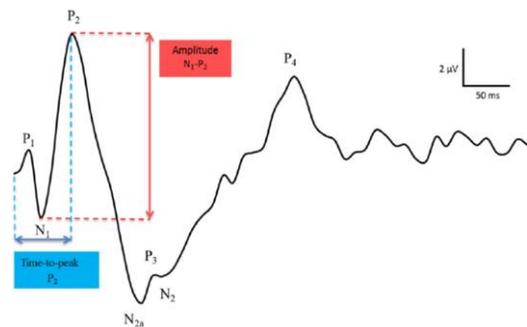


Abb. 2: Zeitlicher Verlauf des VEP [16]. (P - positiver Peak, N - negativer Peak, rot - Amplitude, blau - Gipfelzeit)

### Pupillographie

Die Pupillometrie verfolgt zwei zentrale Untersuchungsziele: die Erfassung des Pupillendurchmessers von Mensch und Tier sowie die Beobachtung der Veränderungen des Pupillendurchmessers in einem festgelegten Zeitintervall. Letzteres wird auch als Pupillographie bezeichnet. Weiterhin ist es möglich, die beiden Pupillen eines Individuums vergleichend zu betrachten, um beispielsweise

Störungen der afferenten Pupillenbahnen zu identifizieren [3,17]. Erfolgt die Erfassung des Pupillendurchmessers in Form einer kontinuierlichen Aufzeichnung der Pupillenweite bei konstanter Beleuchtungsstärke über ein längeres Zeitintervall, kann die Pupillenoszillation beurteilt werden [3,17]. Diese Untersuchungsmethode wird vor allem beim pupillographischen Schläfrigkeitstest (PST) genutzt [18]. Pupillographische Verfahren sind nicht-invasiv und häufig mit mobilen Geräten durchführbar. In der Regel werden Kamerasysteme mit Infrarotlicht in Verbindung mit einem Bildverarbeitungsprogramm eingesetzt [3,17]. Mit Hilfe der Pupillometrie können die afferenten und efferenten Pupillenbahnen untersucht und Rückschlüsse auf den Zustand des vegetativen Nervensystems geschlossen werden [3,17]. Bei der Pupillometrie kann die Messung des maximalen und minimalen Pupillendurchmessers sowie die Messung der Pupillenreaktion auf einen definierten Lichtreiz unterschieden werden. Dementsprechend variieren die zu analysierenden Parameter. Bei der Messung der Extremwerte des Pupillendurchmessers wird die Pupille über einen definierten Zeitraum analysiert und aus den erfassten Durchmesserdaten jeweils ein Durchschnittswert für den minimalen und maximalen Pupillendurchmesser gebildet. Wird die Reaktionskurve nach einem Lichtreiz analysiert, spielen neben der maximalen Amplitude vor allem die verschiedenen Zeitabschnitte der Reaktion (Latenzzeit, Kontraktionszeit und Dilatationszeit) eine Rolle [3]. Weiterhin ist es möglich, die Kontraktionsgeschwindigkeit und die Dilatationsgeschwindigkeit anhand des maximalen Anstiegs des Kontraktions- und Dilatationsabschnittes der Kurve zu ermitteln [17]. Der zeitliche Ablauf der Pupillenreaktion kann aus Abbildung 3 entnommen werden.

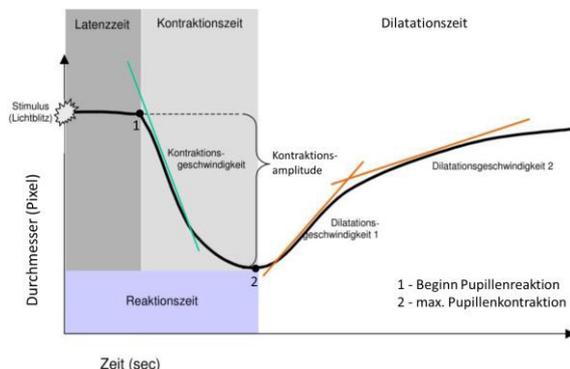


Abb. 3: Zeitverlauf der Pupillenreaktion auf einen definierten Lichtreiz [17].

Die Dilatationsgeschwindigkeit 1 stellt innerhalb der Dilatationszeit den Anstieg im Bereich mit großer Steigung dar, die Dilatationsgeschwindigkeit 2 den Bereich kleiner Steigung und damit auch kleinerer Dilatationsgeschwindigkeit. Zur Einteilung beider Bereiche existieren bisher keine festgelegten Punkte [17]. Die Dilatationsphase der Pupillenreaktion wird selten zur Diagnostik genutzt. Von Bedeutung sind vor allem Kontraktionszeit, -amplitude und -geschwindigkeit [19].

### Material und Methoden

In den nachfolgenden Abschnitten werden der experimentelle Versuchsaufbau sowie die Methodik der Versuchsdurchführung und der Datenauswertung näher erläutert.

### Experimentelles Setup

Für die Umsetzung einer multimodalen Gerätekombination aus Pupillographie, ERG und VEP wurde eine prototypische Versuchsumgebung, bestehend aus einem grafikkartengestützten Einplatinenrechner, einer Beleuchtungseinheit, einem 8MP-Kamerasystem sowie einer abnehmbaren Augenmuschel aufgebaut (siehe Abbildung 4).

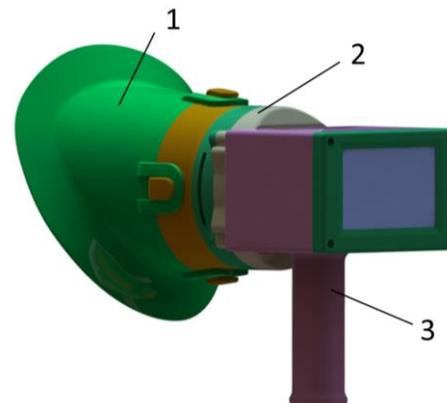


Abb. 4: CAD-Modell des Multifunktionsdiagnosegeräts für die Anwendung am Pferd. (1 - Augenmuschel mit Schnellverschluss, 2 - Beleuchtungseinheit, 3 - 3D-gedrucktes Gehäuse mit integriertem Display, Kamerasystem und Einplatinenrechner)

Die Optik der Kamera wurde mit einer elektrisch verstellbaren Fokussierung ausgestattet. Die Ausleuchtung zur Bilderfassung ist wahlweise als direkte oder indirekte Infrarotquelle ausgeführt. Um die optimale Anordnung der Infrarotquelle und optischen Bauelemente zu finden, wurde dies simulativ untersucht (siehe Abbildung 5). In Kombination mit einem Biosignalverstärker

( $f = 500 \text{ Hz}$ ) und zeitsynchroner Datenverarbeitung können jeweils den Pupillendaten die entsprechenden elektrischen Ableitungen (ERG und VEP) zugeordnet werden. Der Versuchsaufbau wurde in einem kompakten 3D-gedruckten Gehäuse untergebracht und kann mit einer Hand gehalten sowie gesteuert werden. Über ein Display (4.3") kann der Tierarzt das Auge betrachten. Die homogene Ausleuchtung des Auges wurde mit radial angeordneten Weißlicht- und RGB-Quellen (Lichtstärke  $500 \text{ cd}$ ) in einer Streulichtscheibe ermöglicht.

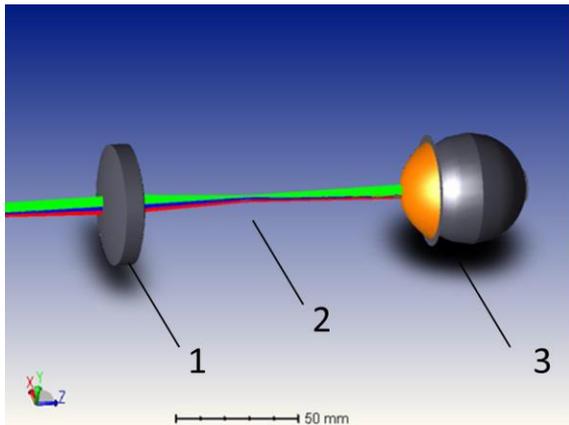


Abb. 5: Simulationen des Strahlengangs bei homogener Beleuchtung des Auges durch Variation der optischen Bauelemente. (1 - optische Bauelemente, 2 - Strahlengang, 3 - Augenmodell)

### Versuchsdurchführung

Die ophthalmologischen Untersuchungen wurden an der tierärztlichen Klinik für Pferde in Bad Langensalza durchgeführt und erfolgten ausschließlich an Patientenpferden ( $n = 2$ ) mit Einwilligung der Besitzer. Die Patientenpferde hatten keine ophthalmologischen Vorerkrankungen bzw. Einschränkungen. Die Tiere wurden vom Tierarzt routinemäßig untersucht. Dabei wurde die Elektrophysiologie (ERG bzw. VEP) mittels Nadelelektroden (Edelstahl, Länge  $20 \text{ mm}$ ) abgeleitet. Die Positionierung der Elektroden erfolgte für das ERG nach Eckenweiler et al. und für das VEP nach Ström et al. Dabei wurden die Erdungselektroden an der Stirn (Verbindungsline beider Augen) und die Referenzelektroden etwa  $3 \text{ cm}$  kaudal des lateralen Canthus gesetzt. Die aktiven Elektroden wurden in das Unterlid des zu untersuchenden Auges (ERG) und an der Stirn  $2 \text{ cm}$  über der Erdungselektrode (VEP) positioniert [6,16]. Die Blitzstärke betrug für beide Untersuchungsmethoden  $1 \text{ cds/m}^2$ . Für das ERG wurden jeweils drei Messungen pro Auge und für das

VEP 90 Messungen pro Versuch durchgeführt. Die Daten wurden mit einer Abtastfrequenz von  $500 \text{ Hz}$  erfasst. Für die Versuche wurde der Untersuchungsraum abgedunkelt. Das nicht zu untersuchende Auge wurde mit einer Pferdemaske abgedeckt und die Ohren des Pferdes mit Watte verschlossen, um Störsignale zu vermeiden bzw. zu reduzieren [6,16]. Für die ersten Untersuchungen sind dunkeladaptierte Versuche durchgeführt worden. Die Dunkeladaptation betrug für beide Untersuchungsmethoden jeweils fünf Minuten. Gleichzeitig zur Elektrophysiologie konnte die Pupillographie ebenfalls mit einer Blitzstärke von  $1 \text{ cds/m}^2$  erfasst werden. Die Pupillendaten wurden dabei mit einer Abtastrate von  $30 \text{ Hz}$  aufgezeichnet.

### Datenauswertung

Die Auswertung der aufgenommenen ERG- und VEP-Signale erfolgte in Anlehnung an Ström et al. [16]. Dabei wurden die ERG-Signale mit einem Hochpassfilter ( $f = 0,1 \text{ Hz}$ ; 2. Ordnung Butterworth) und die VEP-Signale mit einem Bandpassfilter ( $f = 1\text{-}100 \text{ Hz}$ ; 3. Ordnung Butterworth) vorverarbeitet, um auftretende Störsignale herauszufiltern. Zusätzlich wurde eine Bandsperre ( $f = 49\text{-}50 \text{ Hz}$ ; Notch-Filter) durchgeführt, um Netzrauschen zu unterdrücken. Nach der Datenvorverarbeitung wurden die resultierenden ERG- und VEP-Kurven je Auge und Proband als Mittelwertkurve aller Einzelkurven bestimmt. Anschließend erfolgte die Berechnung der Extremwerte mit den dazugehörigen Zeiten (siehe Abbildungen 1 und 2) [2,6] sowie der statistische Vergleich mit den Literaturwerten [6,16]. Die Ermittlung des Zeitverlaufs der Pupillenreaktion nach einem Lichtreiz erfolgte durch die Analyse der Pupillenfläche aus den aufgezeichneten Videodaten. Hierzu wurden unterschiedliche Filteralgorithmen (CLAHE+Watershed und EqualizeHist+Watershed) getestet, um die Pupillenfläche (in Pixel) abgrenzen zu können [20,21]. Es erfolgte die Mittelung des Zeitverlaufs der Pupillenreaktion je Auge und Proband. Abschließend konnten die Parameter Latenz-, Dilatations- und Kontraktionszeit sowie Kontraktionsamplitude und -geschwindigkeit berechnet und statistisch ausgewertet werden (siehe Abbildung 3) [3].

### Ergebnisse und Diskussion

In Abbildung 6 ist sowohl das Konzept als auch das Funktionsmuster des ophthalmologischen Multifunktionsdiagnosegerätes bei der Untersuchung am Pferd dargestellt. Die Systemtests im Labor zeigten eine ausreichende Genauigkeit ( $\pm 5 \%$ ) bei der

Erfassung von Pupillendaten mit einer Abtastrate von  $f = 30$  Hz. Die elektrischen Ableitungen können mit einer Abtastrate von  $f = 500$  Hz nach den ISCEV-Standards aufgenommen werden. Durch eine zeitsynchrone Datenverarbeitung können jeweils den Pupillendaten die entsprechenden elektrischen Ableitungen (ERG und VEP) zugeordnet werden.

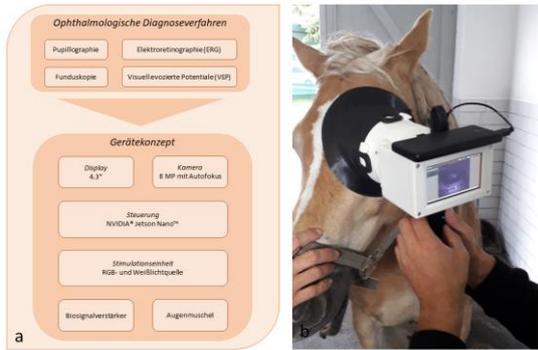


Abb. 6: Multifunktionsdiagnosegerät: a.) Gerätekonzept zur Kombination der Diagnoseverfahren und b.) Funktionsmuster (Anwendung am Pferd).

Die Ergebnisse der Untersuchung zur Elektrophysiologie sind in den Abbildungen 7 und 8 hinterlegt. Die ermittelten ERG- und VEP-Signalverläufe zeigten den typischen in der Literatur beschriebenen Signalverlauf für gesunde Pferde [6,16]. Die berechneten Parameter sind in den Abbildungen 9 bis 12 dargestellt. Sie lagen im bzw. oberhalb des Streubereichs der gemittelten Literaturwerte und lieferten keine signifikanten Unterschiede [6,16]. Im ERG-Signal wurden weitere Extremwerte ausgewertet. Die Extremwerte  $N_1$ ,  $P_2$  und  $N_{2a}$  können laut Literatur zusätzliche Aussagen zur Beurteilung der elektrischen Signalleitung liefern [16]. Eine Kombination von ERG und VEP mittels einer Messung in Abhängigkeit der Elektrodenposition wird bereits in der Literatur diskutiert [16,22]. Dies könnte Aufschluss über die Weiterleitung der Nervensignale vom Auge über den Sehnerv ins Gehirn liefern [16,22]. Ab den Extremwerten  $N_1$  (ERG-Signal) und  $N_{2a}$  sowie  $P_{2p}$  (VEP-Signal) nimmt die Streuung signifikant zu, da eine Zuordnung aus den Einzelsignalen nicht mehr eindeutig möglich ist. Eine Verbesserung der Resultate könnte mit einer Erhöhung der Abtastrate des Biosignalverstärkers auf  $f = 1$  kHz erreicht werden [6]. Zur Analyse und Abgrenzung der Pupillenfläche wurden verschiedene Filteralgorithmen evaluiert (siehe Abbildung 13), wobei der Histogram-Equalization-Filter

die besten Ergebnisse erzielte und für die Auswertung des Zeitverlaufs verwendet wurde.

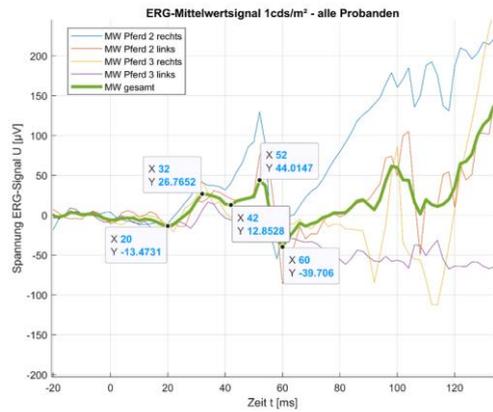


Abb. 7: ERG-Signalverlauf mit Darstellung der Extremwerte (X - Zeit, Y - Spannung). (grün - Mittelwert (MW) über alle Probanden)

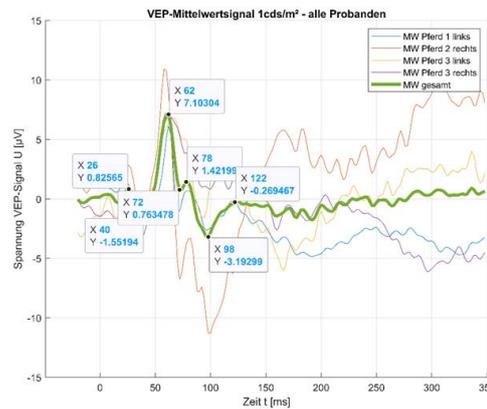


Abb. 8: VEP-Signalverlauf mit Darstellung der Extremwerte (X - Zeit, Y - Spannung). (grün - Mittelwert (MW) über alle Probanden)

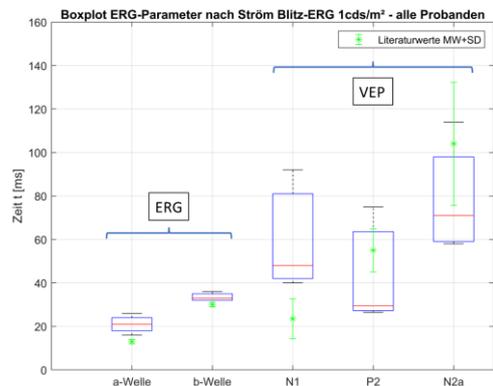


Abb. 9: Ermittelte Gipfelzeiten aus den ERG-Signalen im Vergleich zu Literaturwerten (grün - MW und SD).

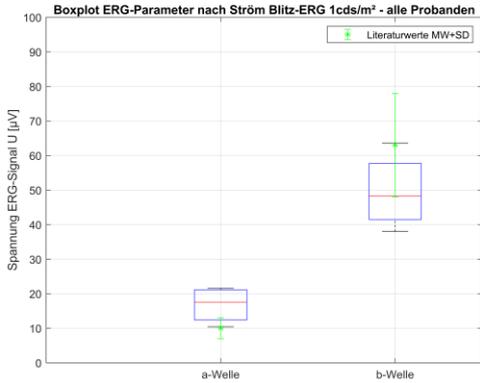


Abb. 10: Ermittelte Spannungsamplituden (a- und b-Welle) aus den ERG-Signalen im Vergleich zu Literaturwerten (grün - MW und SD).

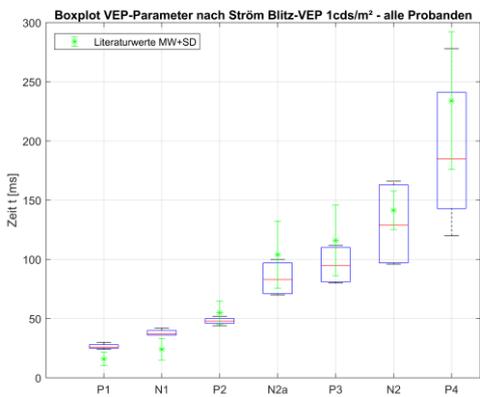


Abb. 11: Ermittelte Gipfelzeiten aus den VEP-Signalen im Vergleich zu Literaturwerten (grün - MW und SD).

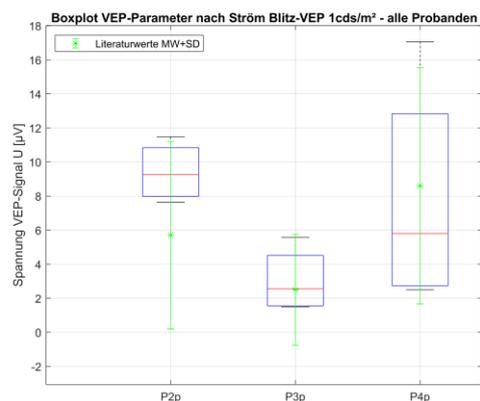


Abb. 12: Ermittelte Spannungsamplituden (P<sub>2p</sub>, P<sub>3p</sub> und P<sub>4p</sub>) aus den VEP-Signalen im Vergleich zu Literaturwerten (grün - MW und SD).

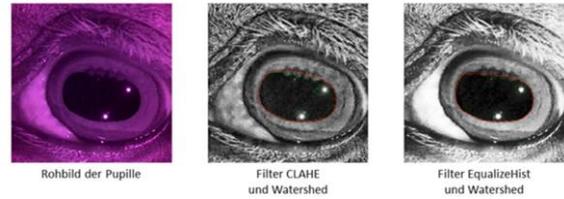


Abb. 13: Analyse der Pupillenfläche mittels verschiedener Filteralgorithmen.

Der ermittelte Kurvenverlauf aus den Pupillographie-Untersuchungen zeigte die typische in der Literatur beschriebene Kurvenform der Pupillenreaktion bei gesunden Probanden (siehe Abbildung 14) [23]. In Tabelle 1 sind die berechneten Parameter zusammenfassend dargestellt. Aufgrund von fehlender Datenlage konnten keine Vergleiche mit Literaturwerten durchgeführt werden.

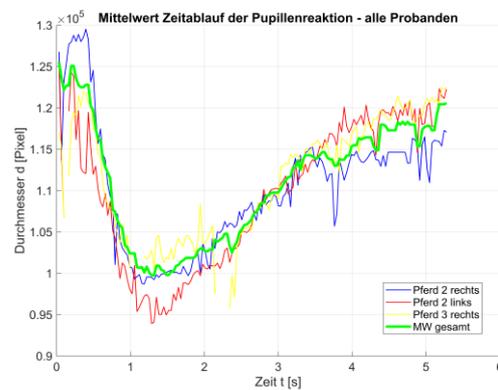


Abb. 14: Gemittelter Zeitverlauf der Pupillenreaktion über alle Probanden.

Tab. 1: Parameter ermittelt aus dem Zeitverlauf der Pupillenreaktion.

| Parameter                   | Mittelwert ± SD |
|-----------------------------|-----------------|
| Latenzzeit                  | 400 ± 15 ms     |
| Kontraktionszeit            | 924 ± 15 ms     |
| Reaktionszeit               | 1,32 ± 0,10 s   |
| Dilatationszeit             | 3,96 ± 0,10 s   |
| Kontraktionsamplitude       | 79,5 ± 8,5 %    |
| Kontraktionsgeschwindigkeit | 28 ± 3 %/s      |

**Zusammenfassung und Ausblick**

In diesem Beitrag konnte gezeigt werden, dass das entwickelte ophthalmologische Multifunktionsdiagnosegerät für ERG, VEP sowie Pupillographie plausible Parameter liefert, die mit der Literatur vergleichbar sind. Die ermittelten Parameter und Auswertalgorithmen sollen die Grundlage für weitere Untersuchungen in Form von Richtwerten bilden. Das System soll zudem in

weiteren Arbeiten durch umfangreiche Studien am Pferd erprobt und iterativ verbessert werden. Ziel ist es, Zusammenhänge zwischen den einzelnen Messergebnissen der jeweiligen ophthalmologischen Diagnoseverfahren zu ermitteln, um Krankheitszustände frühzeitig diagnostizieren zu können. Perspektivisch lässt sich das entwickelte System auch auf andere Großtierarten im Bereich der Luxustiere, Nutztiere und Zootiere adaptieren. Des Weiteren soll zusätzlich die Funduskopie in die Gerätekombination integriert werden.

## Danksagung

Dieses Projekt wird gefördert durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages (49VF190030).

## Literaturnachweis

- [1] W. Brade, O. Distl, H. Sieme, A. Zeyner, Pferdezucht, -haltung und -fütterung - Empfehlungen für die Praxis, *Landbauforschung - vTI Agriculture and Forestry Research*, Sonderheft 353 / Special Issue 353 (2011);
- [2] N. Schieding, T. Reuter, A. Grundmann, S. Walther, S. Klee, Full-field electroretinography examinations of the human eye with the eye diagnostic device PEP-2000 – First results, *Current Directions in Biomedical Engineering* 8(2), 636-639 (2022); <https://doi.org/10.1515/cdbme-2022-1162>
- [3] N. Schieding, T. Reuter, A. Grundmann, S. Walther, S. Klee, Pupillometry examinations of the human eye with the eye diagnostic device PEP-2000 – First results, *Current Directions in Biomedical Engineering* 8(2), 648-651 (2022); <https://doi.org/10.1515/cdbme-2022-1165>
- [4] T. Reuter, A. Grundmann, S. Walther, D. Barnewitz, Development of a multimodal device combination for advanced ophthalmologic diagnosis in large animals, *Biomedical Engineering / Biomedizinische Technik* 67(s1), 477 (2022); <https://doi.org/10.1515/bmt-2022-2001>
- [6] J. Eckenweiler, Die Elektroretinographie bei equinen Uveitis- und Glaukompatienten, *Dissertation*, LMU München: Tierärztliche Fakultät (2008); doi:10.5282/edoc.8806
- [7] K. N. Gelatt, B. C. Gilger, T. J. Kern, Basic Vision Sciences, in *Veterinary Ophthalmology*, 5<sup>th</sup> Ed. (2013); Wiley-Blackwell, ISBN: 978-0-470-96040-0
- [8] J. Murphy, C. Hall, S. Arkins, What Horses and Humans See: A Comparative Review, *International Journal of Zoology*, 2009, Article ID 721798, 14 pages (2009); <https://doi.org/10.1155/2009/721798>
- [9] S. M. Roberts, Equine vision and optics, *The Veterinary Clinics of North America: Equine Practice* 8(3) 451-457 (1992); doi:10.1016/s0749-0739(17)30435-2
- [10] R. K. Jones, D. N. Lee, Why two eyes are better than one: the two views of binocular vision, *Journal of Experimental Psychology: Human Perception and Performance* 7(1) 30-40 (1981); doi:10.1037//0096-1523.7.1.30
- [11] H. Buchner, *Praxisbuch Evozierte Potenziale*, 2. unveränderte Auflage, Thieme Verlag (2021); ISBN: 978-3-13-244364-8
- [12] F. Grehn, *Augenheilkunde*, 30. Auflage, Springer-Verlag (2008); ISBN 978-3-540-75264-6
- [13] A. Augustin, *Augenheilkunde*, 4. komplett überarbeitet und erweiterte Auflage, Kaden Verlag (2019); ISBN 978-3-942825-77-1
- [14] D. L. McCulloch, M. F. Marmor, M. G. Brigell, R. Hamilton, G. E. Holder, R. Tzekov, M. Bach, ISCEV Standard for full-field clinical electroretinography (2015 update), *Doc Ophthalmol* 130(1), 1-12 (2015); doi 10.1007/s10633-014-9473-7
- [15] A. L. Bergström, H. Cordes, N. Zsurger, P. M. Heegaard, H. Laursen, J. Chabry, Amidation and structure relaxation abolish the neurotoxicity of the prion peptide PrP106-126 in vivo and in vitro. *J Biol Chem.* 280(24), 23114-23121 2005; doi:10.1074/jbc.M500210200
- [16] L. Ström, B. Ekestén, Visual evoked potentials in the horse. *BMC Vet Res.* 12(1), 120 (2016); doi:10.1186/s12917-016-0743-3
- [17] S. V. Kallähn, Untersuchungen zur chromatischen Pupillometrie am Vogelauge, *Dissertation*, LMU München: Tierärztliche Fakultät (2014); doi:10.5282/edoc.16764
- [18] H. Wilhelm, H. Lüdtke, B. Wilhelm, Pupillographic sleepiness testing in hypersomniacs and normal, *Graefes Arch Clin Exp Ophthalmol.* 236(10), 725-729 (1998); doi:10.1007/s004170050149
- [19] O. Bergamin, M. B. Zimmerman, R. H. Kardon, Pupil light reflex in normal and diseased eyes: diagnosis of visual dysfunction using waveform partitioning, *Ophthalmology* 110(1), 106-114 (2003); doi:10.1016/s0161-6420(02)01445-8
- [20] S. M. Pizer, R. E. Johnston, J. P. Ericksen, B. C. Yankaskas, K. E. Muller, Contrast-limited adaptive histogram equalization: speed and effectiveness, *Proceedings of the First Conference on Visualization in Biomedical Computing*, Atlanta, GA, USA, 337-345 (1990); doi:10.1109/VBC.1990.109340.
- [21] O. Patel, Y. P. S. Maravi, S. Sharma, A comparative study of histogram equalization based image enhancement techniques for brightness preservation and contrast enhancement, *Signal & Image Processing: An International Journal* 4(5), 11-25 (2013); doi:10.5121/sipij.2013.4502
- [22] L. Ström, J. Bröjer, B. Ekestén, Variability, repeatability and test-retest reliability of equine flash visual evoked potentials (FVEPs). *BMC Vet Res.* 16(1), 261 (2020); doi:10.1186/s12917-020-02463-8
- [23] R.H. Douglas, The pupillary light responses of animals; a review of their distribution, dynamics, mechanisms and functions, *Prog Retin Eye Res.* 66, 17-48 (2018); doi:10.1016/j.preteyeres.2018.04.005

# Experimental study of hydrogen pipeline leakage using rGO and Pd-NP decorated H<sub>2</sub>-Sensors

Muti Adesina Adegboye<sup>1,2</sup>, Bei Wang<sup>3</sup>, Jan Bickel<sup>3</sup>, James Njuguna<sup>1,2</sup>, Ha Duong Ngo<sup>3</sup>

<sup>1</sup>National Subsea Centre, 3 International Ave., Dyce,  
Aberdeen, AB21 0BH, UK

<sup>2</sup>School of Engineering, Robert Gordon University, Garthdee Road,  
Aberdeen, AB10 7QB, UK

<sup>3</sup>University of Applied Sciences Berlin, Treskowalle 8,  
10318 Berlin, Germany

## Abstract

The global interest in clean energy, such as hydrogen, spurred an interest in the use of the existing natural gas pipeline to transport hydrogen gas during the transition stage. However, leaks, which are the natural gas pipeline's main faults, could cause problems not only to the safety or environment but also offset some of the benefits of the hydrogen-related economy. Therefore, it is paramount to monitor pipelines for early leak detection to lower the risk of explosion. In this work, the feasibility of using advanced H<sub>2</sub> (Hydrogen) sensors for hydrogen pipeline leakage detections are conducted. An experiment was performed using rGO (reduced graphene oxide), rGO with Pd (Palladium) nanoparticle and rGO-Pd sputtering with the novel APSLD (Atmospheric Pressure Sputtering Layer Deposition) technology on IDE (Inter Digital Electrode) sensors attached to hydrogen flow rig. The relative response of the sensors to pipe leak size and H<sub>2</sub> concentration was measured by alternatively varying the pipe leak size and H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> ratio. It was observed that these sensors' reaction to hydrogen gas could be used to detect hydrogen pipeline leakage. The rGO only sensor exhibited the highest relative response when it was exposed to H<sub>2</sub> gas. However, rGO with Pd nanoparticle and rGO-Pd sputtering with the APSLD sensors have rapid response/recovery time, which could be related to catalytic effect of Pd. Therefore, early detection of hydrogen leakage would be possible using the opportunity offered by advanced H<sub>2</sub> sensors, data collection and prognosis advancement.

**Keywords:** Hydrogen, Hydrogen leakage, Hydrogen sensor, Pipeline leakage, Reduced graphene oxide, Palladium nanoparticles

## 1. Introduction

Addressing climate change is a pivotal aspect of sustainable human development. One effective solution is enhancing the global energy share of non-polluting, renewable sources. As a clean energy type, hydrogen energy plays a critical role in reducing carbon emissions and serves as a vital energy storage medium, garnering increasing global interest. The efficient and safe transportation of hydrogen is thus a significant focus within

scientific and industrial sectors [1]. Europe, with its extensive natural gas pipeline network, can utilize existing facilities by connecting underground hydrogen storage and gas pipelines, effectively reducing transportation costs, accelerating deployment, and minimize environmental disruptions, thereby enhancing public acceptance. [2]. To mitigate the risk of hydrogen-related explosions, early detection of pipeline leaks is essential. Advances in hydrogen sensing technology based on nanomaterials provide new solutions for such monitoring [3-5]. In this work, we use sensors

made from modified reduced graphene oxide (rGO) and its composites with palladium (Pd) to enhance sensitivity and rapid response to hydrogen leaks. These rGO and Pd-based sensors demonstrate excellent performance under various hydrogen concentrations and pipeline leak sizes. Experimental data prove the feasibility and effectiveness of these sensors in detecting hydrogen leaks by varying the ratio of hydrogen to nitrogen and the size of the pipeline leaks. Specifically, the palladium deposition (APSLD) enhances the catalytic effect, further improving the response and recovery speed of the sensors.

## 2. Methodes

### 2.1 Preparation of hydrogen sensors

The sensors used in this study were developed using three material systems combined with standard MEMS (Micro-electromechanical Systems) technology and a 3D sputtering technique. The first material system is the rGO. rGO is available as a cheap nanomaterial with outstanding properties. HTW (Hochschule für Technik und Wirtschaft Berlin) developed a novel rGO deposition technique to deposit rGO onto IDE surfaces [6]. Using rGO as a sensing surface can further increase the total active surfaces for gas detection. The second material system is Pd. This material has the highest Hydrogen absorption and can change its phases due to Hydrogen concentration [3]. Pd is normally used in solid-state Hydrogen sensors. The electrical resistance of the rGO-Pd-Layer is a function of the Hydrogen concentration. The last material system is the Hydrogen foil from the NTT company. The IDE-sensor chips were fabricated vis standard MEMS technology using a glass wafer. First, a thin Ti/Au was deposited and patterned using wet etching. Followed by the realization of a passivation layer using BCB. The passivation layer is needed to functionalize the IDE surface with rGO and Pd. The schematic view and the manufactured IDE chips employed for studying hydrogen pipeline leakage are depicted in Fig. 1 and Fig. 2, respectively. The rGO and rGO+Pd were deposited on the IDE surfaces, and the rGO-chips realized are listed in Table 1.



Fig. 1, Schematic view of the IDE chips

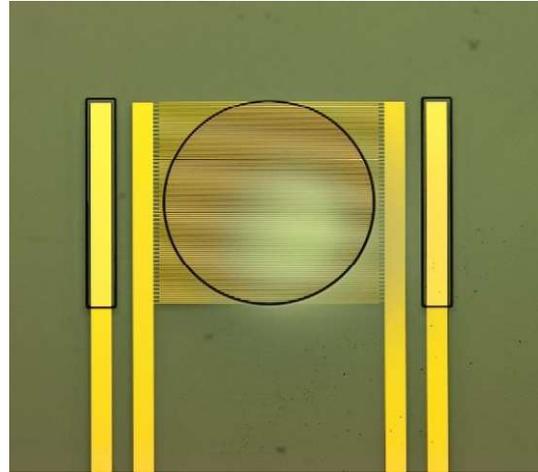


Fig. 2, Manufactured IDE-chip

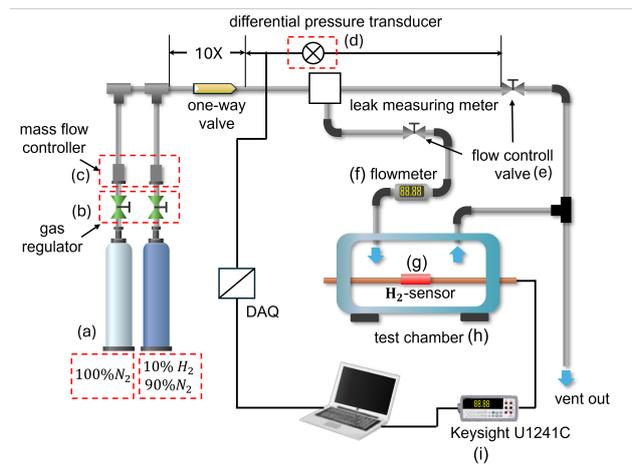
Tab. 1: Chemical matrix for rGO-based sensors

| Chip | Material               | Process flow   |
|------|------------------------|--|
| IDE  | rGO                    | Electro-phoretic<br>HTW-rGO-deposition                                   |
| IDE  | rGO+Pd<br>nanoparticle | Electro-phoretic<br>HTW-rGO-deposition<br>+ dispensing NP Pd             |
| IDE  | rGO+Pd<br>sputtering   | Electro-phoretic<br>HTW-rGO-<br>deposition+deposition<br>using HTW-APSLD |

### 2.2 Experimental measurement

The experimentation of hydrogen pipeline leakage was carried out using a test rig constructed at the Robert Gordon University Aberdeen. Fig. 3 shows a schematic overview of the constructed experimental setup. The rig consists of (a) gas cylinders, (b) gas regulators, (c) mass flow controllers, (d) differential pressure transducer, (e) flow control valves, (f) flow meter, (g) hydrogen sensor, (h) testing chamber, and (i) Keysight U1241C multimeter data logger. The importance of detecting hydrogen gas leakage stems from its flammability and ability to explode in mixtures with air at a wide range of concentrations [7]. Accordingly, two cylinders were considered in the design of the experimental setup. One

cylinder for the hydrogen gas and the second for the nitrogen gas. Owing to the high flammability of pure hydrogen gas, the hydrogen cylinder was used to store a 10 % hydrogen and 90 % nitrogen gas mixture to provide a safe procedure for carrying out hydrogen experiments within the University environment. Pure nitrogen gas was then used to reduce the concentration of hydrogen gas from 10 % to the lower value. It is important to highlight that nitrogen was used in this study as a carrier gas to simulate the air.



**Fig. 3: Overview of the experimental setup for conducting hydrogen gas pipe leakage**

The two cylinders were connected to the flow loop using BOC 8500 series hydrogen and nitrogen regulators to control and maintain accurate operating pressure in the system. The loop was designed to flow the defined hydrogen concentration by mixing pure nitrogen with a pre-mixed 10 % H<sub>2</sub> 90 % N<sub>2</sub> using two Omega mass controller systems (0 - 1 and 0 - 10 SLPM displays), which allowed to adjust the flow ratio of the hydrogen from 10% to 0.0001 % H<sub>2</sub> in standard liter per minute. The benefit of the setup is better control of the hydrogen concentration within the flow loop.

A pipe of 316/316L stainless steel with an internal diameter of 1/4 inches was used to ensure the system's maximum pressure of up to 58.6 MPa. To monitor the operating pressure in the testing section of the rig, a differential pressure (DP) transducer was introduced. The DP was mounted horizontally above the pipe for measuring the difference in pressure between the pipe upstream and

downstream. The gas response measurements were carried out using three different hydrogen sensors (rGO only, rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering technology) placed in a locally developed testing chamber. The testing chamber was designed to mimic the effects of environmental conditions the employed sensors may expose to during its usage. The chamber consists of input and output channels to allow a homogeneous mixture of nitrogen and hydrogen to flow in and out. It also provides a better setup for controlling the sensor's surface temperature. Other sensor's surround parameters can also be measured as the chamber can easily accommodate additional measurement devices such as temperature and humidity sensors. A silicon electric wire was attached to the sensor using electrically conductive epoxies (Chemtronics CW2400 Conductive Epoxy, 7g) and connected to Keysight U1241C multimeter for monitoring the sensing signal in the form of sensor resistance changes upon exposure to the hydrogen gas.

Keysight U1241C multimeter was used in this study to perform sensor's data recording and log the recorded data directly to the PC via a USB cable. The data logger can also record data into the main digital multimeter unit by using its built-in internal memory of up to 2,000 reading storage. Keysight U1241C multimeter measured and stored the sensor's output at a sampling of 1 to 200 kHz with an accuracy of 1 % + 5cnts. The measurement ranges were 0.1 Ω to 100 MΩ. The logger could also record the temperature and relative humidity from -40 to 1000 °C and 0 % to 80 % R.H, respectively. However, only the sensor's environment temperature was reported in this study. Pipe leakage testing procedures consisted of creating artificial leaks by partially opening the leak flow control valve (see Fig. 3) to control hydrogen flow into the chamber. The rate of hydrogen leakage in terms of the sensor's resistance changes during the leaking processes was recorded. The valve was closed after the sensor's resistance changes reached a stable state and recorded the sensor recovery time.

### 3 Results and discussion

#### 3.1 Sensing properties of the hydrogen sensors

Three hydrogen sensors (rGO only, rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering) were used as sensing mechanics for the detection of hydrogen gas leakage. The sensing measurements were performed by measuring the changes in electrical resistance of the sensors as the sensors were alternatively exposed to hydrogen gas and air at 14.5 °C temperature. The sensing responses of sensors were measured after exposure to hydrogen gas. The sensing cycle was recorded in three steps: (1) continuous recording of sensor's resistance in the absence of hydrogen gas, (2) continuous flow of hydrogen gas (during the pipe leaking process) to record sensor's resistance changes, and (3) continuous recording of sensor's resistance in the air (after stopping leak discharge) to recover the sensors in their initial resistance value. The starting point of step (2) is considered the hydrogen leak state, while starting point of step (3) is regarded as an OFF state. One of the key parameters for evaluating the sensing characteristics of any gas sensor is the relative sensor response [8-10]. This work employed the relative response ( $SR$ ) to evaluate the sensor's responses to the hydrogen gas. The sensor response is defined as the ratio of changes in sensor resistance in air and targeted gas:

$$SR(\%) = \frac{|R_a - R_g|}{R_a} \times 100\% \quad (1)$$

where  $R_g$  and  $R_a$  are the electrical resistance changes in detected gas and sensor resistance in the presence of air, the sensor response time was defined as the needed time for the sensor to reach 90 % signal maximum of hydrogen in the sensor environment. Together with the response time, the recovery time means the time needed to lower the signal maximum of 90 % [9].

Fig. 4 illustrates the dynamic response characteristic (relative response curve vs. time) for the three sensors measured at 5 % H<sub>2</sub> / 95 % N<sub>2</sub> mixture. The figures define two important parameters, i.e., the sensors' response time ( $T_{res}$ ) and recovery time ( $T_{rec}$ ). The time taken by the sensors to achieve 90 % of the total changes in relative response during the adsorption and desorption is known as the  $T_{res}$  and  $T_{rec}$ , respectively [8]. As shown in the results, good sensing characteristics were demonstrated in the three sensors. It took rGO based sensor 58 s to complete the reaction in the adsorption state and 76 s to return to its initial state by stopping the hydrogen injection (Fig. 4 (a)). Lower response ( $T_{res}$ ) and recovery time were observed for the rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering-based sensors. The rGO+Pd nanoparticle-based sensor completed the adsorption reaction step

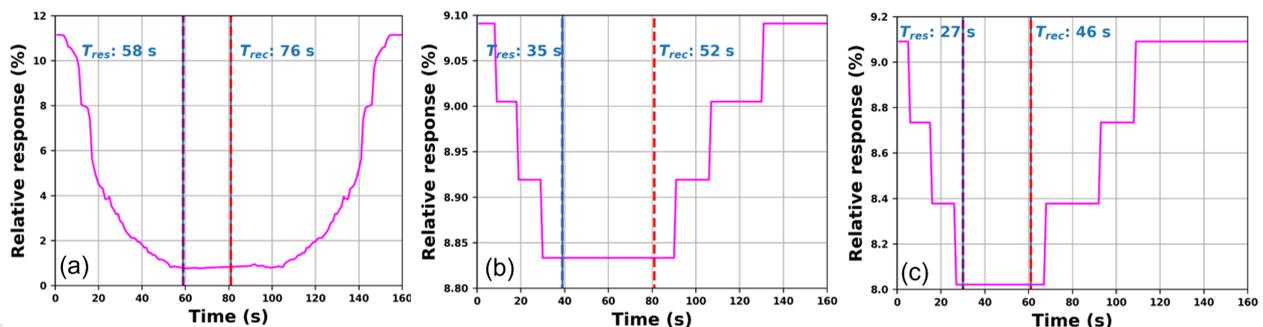


Fig. 4: Sensor's output based on hydrogen adsorption and desorption: (a) rGO only, (b) rGO+Pd nanoparticle and (c) rGO+Pd sputtering, response and recovery time comparison.

and returned to the original state, respectively, in 35 s and 52 s (Fig. 4 (b)), while the rGO+Pd sputtering-based sensor completed hydrogen adsorption and desorption in 27 s and 46s (Fig. 4 (c)), respectively.

Comparing the results of the three sensors, the rGO+Pd sputtering-based sensor has been demonstrated to respond rapidly to the hydrogen gas. While the rGO+Pd nanoparticle-based sensor was found to be faster than rGO only based sensor. Nevertheless, the response time of 58 s, 35 s and 27 s for the rGO only, rGO+Pd nanoparticle and the rGO+Pd sputtering, respectively, are satisfactory for studying hydrogen pipe leakage compared to other similar gas sensors [8, 12-14].

### 3.2 Analysis of sensor's output based on hydrogen concentrations

In addition to the sensor's response to the hydrogen gas, the three sensors' reactions to the different hydrogen concentrations ranging from 0.5 % to 5 % H<sub>2</sub> were investigated. The rig in Fig. 3 was designed to control the hydrogen concentration by changing the ratio of the hydrogen-nitrogen gases flow rate (10 % H<sub>2</sub> 90 % N<sub>2</sub>) and high purity nitrogen (99.999%). The sensors response to the 0.5 %, 1 %, 2.5 % and 5 % hydrogen concentrations are depicted in Fig. 5. In all the sensors, the sensors responses result in resistance values increasing when exposed to the hydrogen gas.

A reversible decrease in resistance during the hydrogen off-stage was recorded. The SR of the three sensors (Fig. 5 (a), (b) and (c)) tends to increase with increased hydrogen concentration. It was observed that the SR of the rGO only based sensor increased and decreased linearly during the hydrogen ON stage and OFF stage. However, it took about 50 s to reach its maximum SR value. Contrary to the sensor's responses solely based on rGO (without palladium), the resistance of rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering based sensors increases and decreases in step stage manners (Fig. 5 (b) and (c)). The rGO+Pd sputtering based sensor reached its maximum SR value within 25 s, while the rGO+Pd nanoparticle sensor took about 35 s to attain its maximum SR value. Therefore, the unique properties of palladium nanoparticles and palladium sputtering materials play a crucial role in the tremendous enhancement of SR with fast response and recovery time, even at lower hydrogen concentrations, despite the fact that rGO sensor maintains high relative responses.

The fast response and recovery time of the rGO+Pd nanoparticle/ palladium sputtering based sensors at lower concentrations of hydrogen gas can be linked to the hydrogen interaction mechanism of the rGO+Pd interface [9]. It was established in [15] that adding palladium nanoparticle to rGO could improve the hydrogen sensor response/recovery time. It

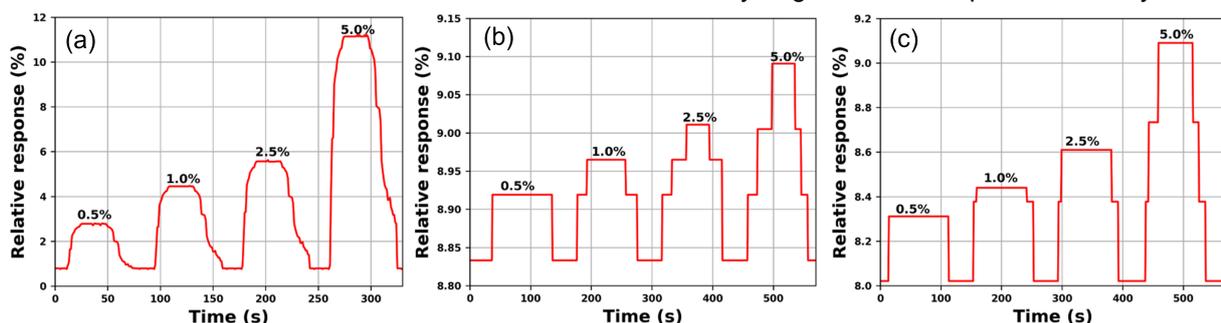


Fig. 5: The response-recovery curves of the different hydrogen concentrations: (a) rGO only, (b) rGO+Pd nanoparticle and (c) rGO+Pd NP + Pd sputtering.

is important to highlight that palladium itself is a sensing material for hydrogen sensor. However, adding palladium nanoparticles to the rGO can act as a catalyst to improve rGO

sensor conductance, response time, stability, and reversibility. The hydrogen sensing mechanism in palladium sensor is the result of the electronic effect, while the physical adsorption of hydrogen on the Pd surface caused the formation of Pd-hydride ( $\text{PdH}_x$ ) [9]. Consequently, the sensing mechanism in rGO/Pd composite layers can be attributed to the (1) interaction of rGO and Pd and (2) effects of the hydrogen on the Pd and rGO interface. Therefore, it could be concluded that the response time and recovery time (Fig. 5 (b) and (c)) were improved by the presence of the palladium material in rGO.

Investigation of hysteresis characteristics of the hydrogen sensor for continuous use is essential to check if the sensor's measured performance is satisfactory and maintainable. Fig. 6 depicts four cycles of the three sensors ON and OFF state responses for 5%  $\text{H}_2$  concentration. The results in Fig. 5 (a), (b) and (c) were repeated by sequentially exposing the sensors to 5% and 0% hydrogen concentrations to the signal outputs. The three sensors signal reactions to 0% and 5% hydrogen concentrations for four consecutive cycles were compared, and the output signals remained nearly unchanged in every hydrogen cycle, which demonstrates that these sensors preserve good repeatability.

The effect of hydrogen pipe opening size on the sensors' responses was investigated. The pipe leakage was created using a flow control valve (Fig. 3). Experimentation of pipe leakage for different leak sizes (0.1250, 0.0833 and 0.0625) corresponding to leak1, leak2 and leak3 are conducted and analyzed. Note that the leak sizes (0.1250, 0.0833 and 0.0625) are defined as the ratio of pipe opening size to pipe internal diameter. The changes in the electrical resistance of sensors were recorded as the pipe leak size was alternatively varied. The sensing cycle was recorded in three steps: (1) continuous recording of sensor's resistance in the absence of hydrogen gas, (2) continuous flow of hydrogen gas (during the pipe leaking process) to record the sensor's resistance changes, and (3) continuous recording of sensor's resistance in the air (after stopping leak discharge) to recover the sensors in their initial resistance value. The resulting sensors responses for leak1, leak2 and leak3 are shown in Fig.7. The sensor response profile in Fig.7 (a) illustrates obtained results for rGO based sensor, while Fig.7 (b) and Fig.7 (c) are respectively results of rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering based sensors. The results in Fig. 7(a) indicate that the magnitude of pipe opening size affects the rGO-based sensor responses. The increase in pipe leak size leads to the sensor's relative response increases. However, the reverse was observed in hydrogen leak detection time. As exemplified in Fig. 7(a), the higher the leak size, the lower

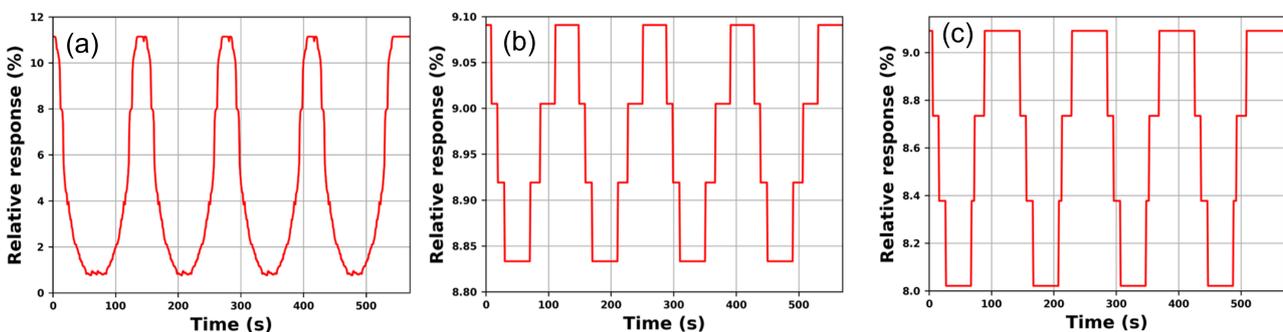


Fig. 6: Analysis of hysteresis characteristics outputs: (a) rGO only, (b) rGO+Pd nanoparticle and (c) rGO+Pd sputtering for four consecutive ON/OFF hydrogen cycles.

### 3.3 Effect of pipe opening size

time it takes to detect the occurrence of hydrogen leakage. A similar response was also observed for rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering-based sensors.

The hydrogen pipe leak size was investigated using 1 % and 5 % H<sub>2</sub> concentrations. The two concentration values were considered to cover nonexplosive and explosive hydrogen concentration ranges. The sensors response to

different leak sizes and H<sub>2</sub> concentration. The relative response of the sensors to the hydrogen was measured, and the time required to respond/recover was studied for explosive and nonexplosive hydrogen limits. The experiment results show that the relative response decreases with increased of hydrogen leak size. The results also revealed that the higher the hydrogen concentration, the more relative response increases.

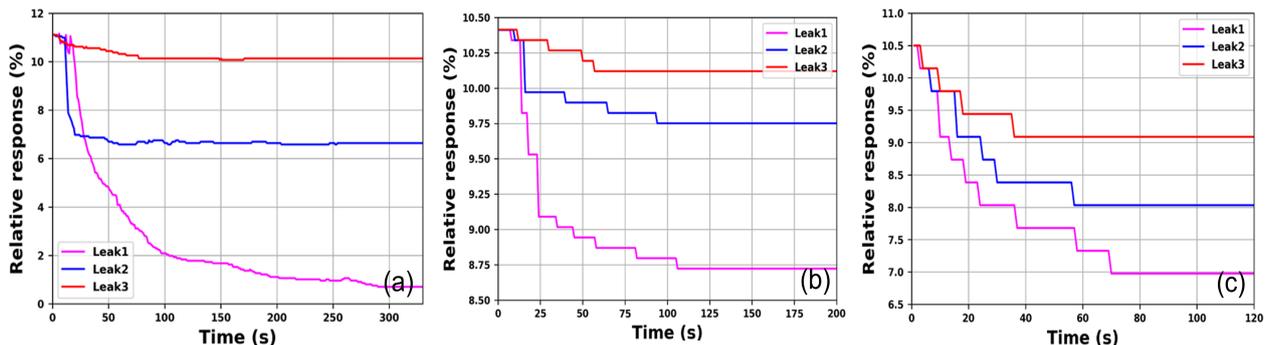


Fig. 7: Leak sizes variation sensors response; (a) rGO only, (b) rGO+Pd nanoparticle and (c) rGO+Pd sputtering.

the hydrogen leakage are varies based on pipe leak size and hydrogen concentration. For 1% H<sub>2</sub>, the rGO only, rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering sensors response time to the smallest leak size (0.0625) are respectively 300 s, 110 s and 70 s, while the corresponding response time for the 5 % H<sub>2</sub> are 47 s, 36 s and 30 s. It was found that the sensors used in this work demonstrated fast response/recovery time [3]. Especially rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd sputtering-based sensors. This implies that incorporating any of these sensors into the hydrogen monitoring device could aid the quick information about the state of the hydrogen pipeline and early detection of hydrogen leakage.

#### 4. Conclusion

In conclusion, the feasibility of detecting hydrogen pipeline leakage using an advanced H<sub>2</sub> sensor is proposed and experimentally demonstrated in this paper. A simple hydrogen flow rig had been constructed, and the sensing performance of rGO only, rGO+Pd nanoparticle and rGO+Pd Sputtering sensors attached to the flow rig investigated under

The response/recovery time of the rGO only, rGO+Pd Sputtering rGO+Pd nanoparticle sensors are respectively 300 s / 309 s, 110 s / 117 s and 70 s / 81 s for 1 % H<sub>2</sub>, 0.0625 leak size. While the corresponding response/recovery time for 5 % H<sub>2</sub> are respectively 47 s / 60 s, 36 s / 43 s and 30 s / 38 s for rGO+Pd Sputtering and rGO+Pd Nanoparticle sensors. This implies the possibility of detecting hydrogen leakage in advance and lowering the risk of explosion.

**Acknowledgement:** Authors thank the Royal Society of Edinburgh for supporting this project through project no 43982.

#### References

- [1] Adoption of the G20 Japan. Report prepared by the IEA(International Energy Agency), June 2019, Available online: <https://www.iea.org/reports/the-future-of-hydrogen>
- [2] German National Hydrogen Council. Published by Nationaler Wasserstoffrat, 2.July.2021, Available online: <https://www.wasserstoffrat.de/fileadmin/wasserstoffr>

[at/media/Dokumente/EN/2021-07-02\\_NWR-Information Paper Hydrogen Transport.pdf#:~:text=URL%3A%20https%3A%2F%2Fwww.wasserstoffrat.de%2Ffileadmin%2Fwasserstoffrat%2Fmedia%2FDokumente%2FEN%2F2021](#)

[3] B. Wang, L. Sun, M. Schneider-Ramelow, K.-D. Lang, & H.-D. Ngo, *MDPI: Micromachines*, 12(11), 1429(2021); doi: 10.3390/mi12111429

[4] J. Ma, Y.L. Zhou, X. Bai, K. Chen, & B.O. Guan, *Nanoscale*, 11, 15821-1582 (2019); doi: 10.1039/C9NR04274A

[5] D.S. Li, X.H. Le, J.T. Pang, J.A. Xie, *In Processings of the IEEE 32<sup>nd</sup> international Conference on Micro Electro Mechanical System (MEMS)*, Seoul, Korea, pp.500-503(2019) 11, 15821-1582 (2019); doi: 10.1109/MEMSYS.2019.8870833

[6] J. Titze, M. Bäuscher, P. Mackowiak, M. Schiffer, K. Höppner, N. Grabbert, M. Schneider-Ramelow, J. Bickel, O. Pohl & H.-D. Ngo, *MDPI: The 1<sup>st</sup> International Electronic Conference on Chemical Sensors and Analytical Chemistry*, 10439(1-6), (2021); doi: 10.3390/CSAC2021-10439

[7] A. Stolarczyk, T. Jarosz, & M. Procek, *MDPI: Sensors*, 19(5), (2019); doi: 10.3390/s19051098

[8] J. Jaiswal, A. Das, V. Chetry, S. Kumar, & R. Chandra, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 359, 131552 (2022); doi:10.1016/j.snb.2022.131552

[9] R. Kumar, S. Malik, & B.R. Mehta, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 209, 919-926 (2015); doi:10.1016/j.snb.2014.12.037

[10] H.Z. Ma, Y.J. Zou, S. Zhang, L. Liu, J. Yu, & Y.M. Fan, *Carbohydrate Polymers*, 291,119544 (2022); doi:10.1016/j.carbpol.2022.119544

[11] S. Charan, N. Sharma, A. Kumawat, S. Mathur, A.K. Vishwkarma, & S. Shrivastava, *International Journal of Hydrogen Energy*, 48(96),38118-38124 (2023); doi:10.1016/j.ijhydene.2022.12.177

[12] Y. Pak, S.M. Kim, H.Jeong, C.G. Kang, J.S. Pak, H. Song, R. Lee, N.S. Myoung, B.H. Lee, S. Seo, J.T. Kim, & G.Y. Jung, *ACS Appl Mater Interfaces*, 6(15),13293-8 (2014); doi:10.1021/am503105s

[13] S. Raghu, P.N. Santhosh, S. Ramaprabhu, *International Journal of Hydrogen Energy*, 41(45),20779-20786 (2016); doi: 10.1016/j.ijhydene.2016.09.002

[14] D.H. Shin, J.S. Lee, J. Jun, J.H. An, S.G. Kim, K.H. Cho, & J. Jang, *Scientific Reports*, 5(1), 1-11, (2015); doi: 10.1038/srep12294

[15] X.H. Tang, P.A. Haddad, N. Mager, X. Geng, N. Reckingers, S. Hermans, M. Debliquy, & J.P. Raskin, *Scientific Reports*, 9(1), 3653, (2019); doi: 10.1038/s41598-40257-7

# Magnetic Flow Metering with Optically Pumped Magnetometers

*Leonhard Schmieder<sup>1</sup>, Peter A. Koss<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Fraunhofer IPM, Georges-Köhler-Allee 301, 79110 Freiburg im Breisgau, Deutschland  
Leonhard.Schmieder@IPM.Fraunhofer.de

## Abstract

This article covers the recent advances of the research on magnetic flow metering. The procedure was analyzed to determine the influence of setup conditions on RF pulsing flowing media. It shows that the flow profile plays a predominant role on the pulsing efficiency which lays the foundation on further research on a flow profile sensitivity of the metering method described.

**Keywords:** Flow Metering, Quantum Sensing, Magnetometry, Low-Field-NMR, Flow Profile

## Introduction

This article covers a recapitulation of the studies conducted in [1,2]. The studies introduce a new magnetic field-based flow metering method using optically pumped magnetometers (OPMs) to detect signals. The method involves creating nuclear polarization in the fluid by exposing it to a strong magnetic field, then applying radiofrequency (RF) pulses to generate local magnetic marks used as timestamps for measuring flow velocity with a time-of-flight (TOF) method. This novel approach contrasts with traditional nuclear

magnetic resonance (NMR)-based metering, where flow velocities are derived from spin precession phases detected using RF coils based on the Faraday induction principle. NMR-based metering, developed in the 1960s [3] for industrial use, has evolved to include commercial systems capable of measuring various phases such as gas, liquids, and oil [4]. Next to a recap of the flow metering method described the article shows simulation models to map flip angle distribution in the medium, similar to field mapping in clinical MRI systems, to evaluate the effects of RF pulses on magnetization distribution. This new mapping

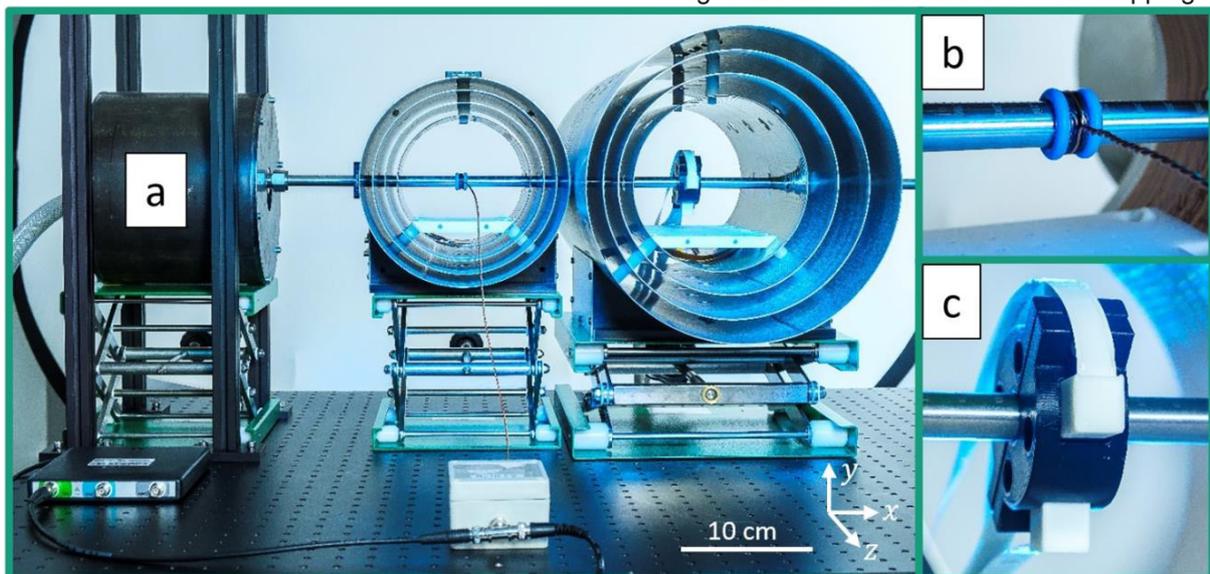


Fig. 1: The laboratory setup of a magnetic flow metering apparatus. In (a), a strong magnet housing pre-polarizing the water, which traverses the setup from left to right in a 1/2 in. steel pipe. In (b), a close-up of the RF coil with a single turn is visible. The RF coil is operated in the left magnetic shield. In (c), the OPM mount around the pipe is displayed. Image and caption taken from [1] fig. 1.

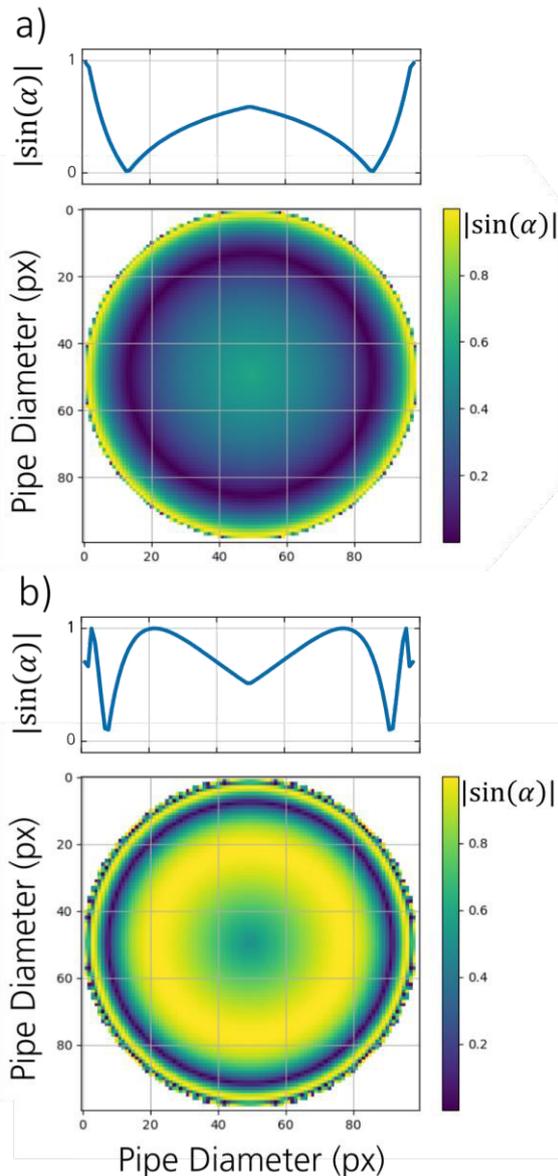


Fig. 2: Flip angle projection distribution. In (a), the projection of a flip angle map with a cross-sectional plot of an effective  $180^\circ$  pulse is shown. The influence of different retention times in the  $B_1$  field leads to an inhomogeneous radial distribution of the water magnetization orientation. In (b), the magnetic signal contribution map of an effective  $450^\circ$  pulse is displayed. Image and caption taken from [1] fig. 5.

method, based on an analytical model of resonant RF excitation, assesses the influence of flow velocity and profile on the magnetic signal, comparing simulation results with experimental data to establish flow profile sensitivity. This approach marks the first of its kind in the field.

## Methods

The simulation model features a magnetic flow metering setup, which can be seen in Fig. 1. There, water is pumped through a 9.4 mm stainless-steel pipe and pre-polarized using a 1 T permanent magnet. A resonant RF-pulse alters the water's magnetic properties, which are detected by an OPM downstream. The OPM, enclosed in two magnetic shields, measures changes in magnetic field strength affecting laser transmission through polarized alkali atoms. The system utilizes a solenoid to generate RF pulses within a controlled magnetic environment, achieving a resonance frequency around 5.6 kHz.

The simulation involves manipulating the magnetic properties of a fluid in a pipe and detecting changes using an OPM. The setup includes RF pulsing to generate a magnetic signal and an OPM downstream for detection. The pipe's cross-section is divided into a point grid, where for each grid point, the magnetization rotation angle is calculated based on the RF field, flow profile, and magnetization trajectory. In the detection phase, the OPM sensor output is determined from the magnetization distribution and sensor sensitivity. The flip angle  $\alpha$  is calculated using the gyromagnetic ratio  $\gamma$ , RF pulse's magnetic amplitude  $B_1(x,r)$ , and retention time.

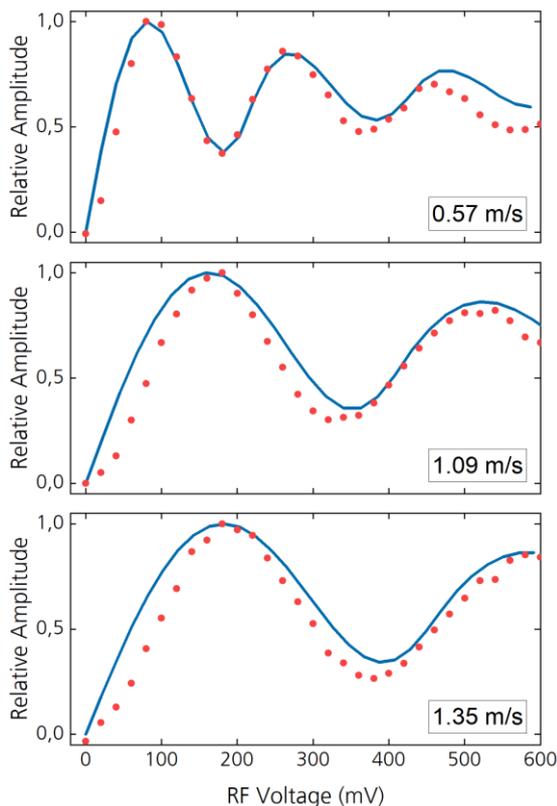
$$\alpha(r) = \int d\alpha(r) = \gamma/v(r) \int B(x,r) dx$$

The RF field is assumed constant during medium transit, and radial field components are negligible due to the coil's design relative to the pipe size. The turbulent medium's flow profile is fully developed.

## Results

In Fig. 2 two simulated flip angle projection distributions are displayed for an effective  $180^\circ$  and  $450^\circ$  pulse. Due to the radially decreasing flow velocities in the pipe, the interaction times of the RF pulse vary accordingly. This effect creates an inhomogeneous radial flip angle pattern in the excited segment, which becomes more pronounced at higher effective flip angles. The magnetization of the medium does not rotate homogeneously. Comparing the influence of the RF pulse parameters to the resulting magnetic state in the medium shows that the flow profile plays a predominant role.

For evaluation experimental sweeps were conducted over the RF pulse amplitudes with flow velocities between 0.5 to 1.35 m/s, applying a voltage range of 1 to 600 mV in 25 mV increments to the RF coil. Each voltage step activated the coil for 10 seconds to measure the OPM signal amplitude, calculated



**Fig. 3:** Comparison of the experimental  $B_1$  sweeps (red) with the simulation results (blue). The simulation is processing the oscillating medium magnetization in terms of frequency, proportion, and reduction of the medium signal amplitude consistently. Maximum amplitudes of the magnetic signals range from 120 pT at 0.57 m/s to 45 pT at 1.35 m/s and are normalized to 1. Image and caption taken from [1] fig. 7.

as the difference between signals with and without RF coil activation (see Fig. 6). Results, displayed in Fig. 7, were scaled to match the simulation's first maximum with experimental data at 0.57 m/s, using the same scaling for other velocities. Results indicate consistent magnetization oscillations across velocities, with effective pulses ranging from 150 mV at 0.57 m/s to 190 mV at 1.35 m/s. The model effectively replicates experimental conditions and validates the connection between magnetization and flow profiles. However, experimental results show a more concave magnetization curve compared to simulations, suggesting potential improvements in the model and its assumptions, particularly concerning field strength dependencies before effective pulses.

## Discussion

The study demonstrates that the analytical mapping simulation model effectively captures the physical processes during RF pulsing in a flowing medium. It accurately models the frequency, amplitude reduction, and the ratio of maximum to minimum magnetization values. Specifically, it quantitatively illustrates how the flow profile impacts RF pulsed magnetization, setting a foundation for future research on flow profile sensitivity in magnetic signals.

RF pulsing in flowing media results in a magnetization pattern distinct from static conditions, with flow velocity variations causing a wide distribution of flip angles in a radial pattern and multiple revolutions within each segment. These insights from the simulation are critical for optimizing experimental setups and influencing factors in signal preparation and detection. Future work will aim to enhance the simulation model and expand methodologies for quantum magnetometry experiments, incorporating conventional NMR techniques. This study marks the first successful use of a mapping approach in zero-to-ultra-low-field magnetometry with NMR, to the best of our knowledge.

## Funding

This work was supported as a Fraunhofer LIGHTHOUSE PROJECT (QMag). In equal parts, this work was funded by the Ministry of Economic Affairs, Labour and Housing of the State of Baden-Württemberg, Germany.

## References

- [1] Schmieder L. et al., Radio frequency pulse marking of nuclear magnetization for magnetic flow metering: The impact of the flow profile. *J. Appl. Phys.* (2024); 135 (16): 163902. <https://doi.org/10.1063/5.0204641>
- [2] Schmieder L. et al., Noninvasive Magnetic-Marking-Based Flow Metering with Optically Pumped Magnetometers. *Applied Sciences*. 2022; 12(3):1275. <https://doi.org/10.3390/app12031275>
- [3] Vander H. W. R. et al., NMR applied to flow measurement, *Instrumentation Technology*, 53–58 (1968).
- [4] KROHNE Messtechnik GmbH, Magnetic resonance multiphase flowmeter for the simultaneous measurement of oil, gas and water.

# Entwicklung eines autarken Alarmmoduls innerhalb der Isolierverglasung mit integriertem Solarmodul und Datenübertragung zur Gebäudesicherung

*Sebastian Walther<sup>1</sup>, Alexander Kunert<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>ICM - Institut Chemnitzer Maschinen- und Anlagenbau e.V.  
Otto-Schmerbach-Straße 19, 09117 Chemnitz*

## Zusammenfassung

In Deutschland werden aktuell jährlich ca. 65.000 Wohnungseinbruchdiebstähle begangen [1]. Hinzu kommen über 86.000 Fälle von schwerem Diebstahl in/aus Boden-, Kellerräumen und Waschküchen in Deutschland, die auch zu der Kategorie der Einbruchsdelikte gezählt werden können.

Das im Rahmen eines Forschungsprojektes vom ICM e.V. entwickelte kabellose Alarmmodul ist eine smarte Überwachungstechnologie für Fassadengläser. Das autarke Modul für die Integration in Isolierglasscheiben erkennt Glasbruch und Erschütterung am Fenster und alarmiert drahtlos bei Einbruch und Aushebelversuchen.

Die Besonderheit des Sensors liegt in der vollständigen und autarken Integration im Isolierglasverbund. Es wird als Teil des Abstandshalters während der Fertigung des Isolierglases eingefügt. Weiterhin ist der Sensor mit einem Funkmodul ausgestattet, was eine kabellose Informationsübertragung an eine Alarmzentrale (Smart Home) erlaubt. Die Bruchdetektion kann durch eine unsichtbare, neuartige Alarmschleife realisiert werden, welche auf der Isolierglasscheibe mittels Laserbearbeitung integriert wird. Alternativ dazu kann auf klassischem Weg die Stärke der Erschütterung als Auslöser einer Alarmierung herhalten. Zudem ist es möglich über den integrierten Beschleunigungssensor eine Öffnung / Kippung des Fensters zu überwachen.

**Keywords:** Sicherheitstechnik, Safety and Security, Autarke Sensorik, Isolierglas

## Energieversorgung

Die Energieversorgung wird über eine Kombination aus amorphen nicht-kristallinen Solarzellen und elektrischen hybriden Pufferspeichern realisiert, so dass ein vollständig kabelloser und autarker Betrieb des Alarmmoduls ermöglicht wird. Der Energiespeicher vereint dabei die Vorteile zweier Welten: Wiederaufladbare Batterie und Kondensator mit hoher Kapazität und Leistungsdichte (13 Ws/g). Dabei bietet der Energiespeicher hohe Ladezyklen und mehr Sicherheit als reine Lithium-Speicher. Dank eines speziellen Energiemanagements kann das Sensormodul bei aktiver Überwachung und Kommunikation mit der Alarmzentrale einige Wochen am Stück komplett ohne Licht autark betrieben werden. Die Schaltung wurde so gestaltet, dass auch schwaches Licht den Betrieb aufrechterhält. Selbst bei künstlicher Beleuchtung ab 200 Lux wird die Ladung des Alarmmoduls gehalten.

## Energiemanagements

Kern der Entwicklung ist das Energiemanagement-Konzept. Ein Boost-Konverter SPV1050 von STMicroelectronics mit integrierter MPPT-Regelung konvertiert effizient das einfallende Licht in die benötigte Spannungsebene und optimale Ladeleistung. Ein Mikrocontroller überwacht den Ladezustand und regelt darüber Zykluszeiten für das regelmäßige Senden der Statustelegramme.

Ein Beschleunigungssensor KX132 von KIONIX registriert Erschütterungen sowie Bewegungen und triggert darüber das Aufwachen des Controllers und die Statusabfrage innerhalb weniger Millisekunden. Bei wichtigen Änderungen des Zustandes außerhalb des Zyklus wird das Funkmodul gestartet und ein Telegramm gesendet (siehe Abb. 1). Der gesamte Prozess dauert weniger als 250 ms. Nach erfolgreichem Senden geht die Elektronik über in den Stromsparmmodus bei ca. 5  $\mu$ W.

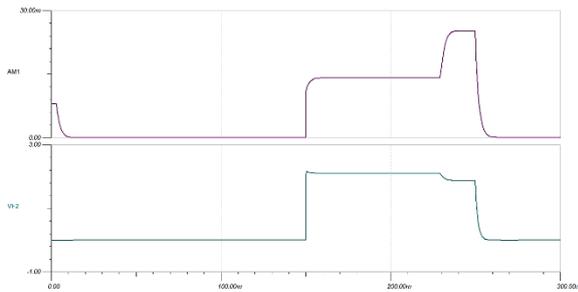


Abb. 1: Strombedarf (oben) und Spannung für Funkmodul (unten) nach Aufwachen infolge Glasbruchs

### Funkübertragung

Das Alarmmodul kommuniziert über den bereits am Markt etablierten ENOCEAN [2] Funkstandard sicher mit nahezu jeder kompatiblen Zentralsteuerung.

Um einen eigenständigen und zudem wartungsarmen Betrieb zu gewährleisten wurde ein Gateway entwickelt welches die Verteilung der Daten an eine Cloud regelt. Zudem kann auf Basis einer passenden drahtlosen Schnittstelle eine Einbindung des Sensors in die meisten Smart Home möglich gemacht werden. Darüber hinaus kann am Gateway ein potentialfreier Schaltkontakt die Einbindung des Systems in konventionelle Alarmzentralen realisiert werden.

### Lebensdauer

Bedenkt man, dass die Lebensdauer eines Isolierglases in Abhängigkeit des Füllstandes des Edelgases (z.B. Argon) über 15 Jahre beträgt, so müssen umfangreiche Tests durchgeführt werden um diese Lebensdauer sicherzustellen.

Für den Energiespeicher wurden umfangreiche Tests durchgeführt, um sicherzustellen, dass er den hohen Standards in Bezug auf Leistung, Zuverlässigkeit und Langlebigkeit entspricht.

Zunächst wurden entwicklungsbegleitend nur hochwertige und zuverlässige Materialien berücksichtigt, die den Anforderungen des Energiespeichers entsprechen.

Auch erfolgte eine detaillierte Designsimulation mithilfe von Computersoftware, um das elektronische Design zu analysieren und zu optimieren.

Der Energiespeicher wurde verschiedenen Umweltprüfungen unterzogen, um seine Belastbarkeit unter unterschiedlichen Umweltbedingungen wie Feuchtigkeit und Temperatur zu testen. Innerhalb von

Isoliergläsern können extreme Temperaturbedingungen entstehen. Es wird beispielsweise von Temperaturen zwischen  $-20^{\circ}\text{C}$  und  $70^{\circ}\text{C}$  ausgegangen.

Weiterführende Alterungstests sowie Temperaturwechseltests wurden durchgeführt, um die langfristige Stabilität und Zuverlässigkeit des Energiespeichers unter realen Bedingungen zu bewerten. Zuletzt wurden Zuverlässigkeitstests durchgeführt, um sicherzustellen, dass der Energiespeicher auch unter hoher Belastung und in Fehlerbedingungen zuverlässig funktioniert.

Einige Muster des Energiespeichers werden weiterhin über einen längeren Zeitraum beobachtet. Dadurch kann überwacht werden, ob die Leistung des Energiespeichers im Laufe der Zeit stärker abnimmt als erwartet.

### Bruchdetektion

Die Bruchdetektion erfolgt über eine in das Glas eingebrachte Alarmschleife. Eine leitfähige Schicht ist notwendig, um den Durchgang zu messen. Die einfachste und bereits am Markt verfügbare Option ist es, per leitfähigem Substrat aus Kupferverbindungen in einem kleinen sichtbaren oder unsichtbaren Teil des Glases eine mäanderförmige Struktur einzubringen. Zwingende Voraussetzung dafür ist die Verwendung von Einscheiben-Sicherheitsglas (ESG). Bei Glasbruch zerspringt das Glas in tausende kleine Schollen und zerstört somit die Schleife. Das Alarmmodul registriert unmittelbar die Erschütterung und misst den Durchgang der leitfähigen Struktur.

Eine weitere Variante ist die Verwendung von preisgünstigerem Float-Glas mit Low-E-Schicht, wobei diese Low-E-Schicht, bestehend aus einem dünnen silberhaltigen Material, selbst leitfähig ist. Es wird umlaufend ein Rand per Laser abgetrennt und dessen Durchgang analog zur Alarmschleife überwacht wird. Float-Glas bricht in allen Versuchen bis zum Rand und durchtrennt dabei den isolierten Bereich. Die Unterbrechung des Kontaktes zum Alarmmodul ist wiederum messbar. Die Kontaktierung der isolierten Randbereiche wird über Goldfederkontakte realisiert.

Die jüngste Variante des Alarmmoduls verwendet lediglich den Beschleunigungssensor zur Detektion von Erschütterungen und löst abhängig der Schwere der Erschütterung das Senden eines Alarm-Telegramms aus.

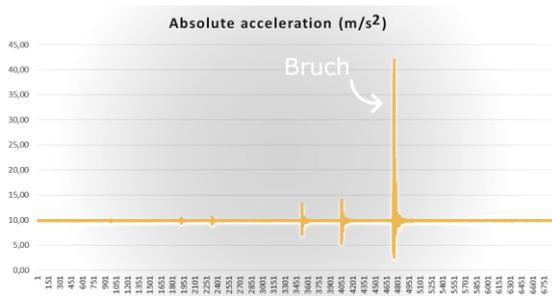


Abb. 2: Erfassung eines Einbruchsversuches und Alarmauslösung mit dem Schlag auf das Glas – vgl. letzter Impuls im Diagram

Der Großteil der registrierten Einbrüche wird laut Angaben der Glasindustrie nicht durch Glasbruch initiiert, sondern durch Aufhebeln des gesamten Fensters oder Durchbruch bzw. Aufbohren des Rahmens mit nachfolgender Manipulation des Handgriffs. Die anhaltende Vibration kann durch den integrierten Beschleunigungssensor im Muster erkannt werden und auf deren Basis ebenfalls rechtzeitig ein Alarmtelegramm versendet werden.

Es wurden im Rahmen der Entwicklung vielfältige Versuche durchgeführt, um Einbrüche nachzustellen. Dabei wurden folgende Methoden verwendet:

- Bruch des Glases mit starkem Impuls
- Bruch des Glases mit grober Krafteinwirkung
- Vandalismus ohne Bruch
- Verwendung von Glasschneidewerkzeugen
- Beipass im Randverbund mit spitzen Gegenständen
- Aufbohren mit Akkubohrer
- Aufschmelzen mit Handbrenner
- Leichte Erschütterungen durch Anklopfen und Bewegungsübertragung vom Fußboden

In allen Fällen wurde die Elektronik zuverlässig geweckt. Eine Alarmierung fand rechtzeitig in allen Einbruchsszenarien statt. Dabei konnten tatsächliche Vorfälle von Fehlalarmen getrennt werden. Sowohl mit Alarmschleife, als auch per Beschleunigungssensor konnten Glasbrüche sicher detektiert werden. In einigen Fällen ohne Glasbruch wurde auf Grund der Impulsstärke mittels Beschleunigungssensor ein Einbruchsversuch detektiert.

Weiterhin wurde ein zielgerichteter Zerstörungsversuch des Sensormoduls durch

rechtzeitiges Absenden eines alarm-auslösenden Telegramms detektiert.

### Integration

Die Integration des Sensormoduls in den Scheibenzwischenraum erfolgt über den Abstandshalter für Isolierverglasungen. Die Elektronik wird zusammen mit dem Gehäuse auf einem kurzen Stück des Abstandshalters aufgebracht und über klassische Kontaktierung mit dem Rest des Abstandshalters verbunden. Dabei kann das Modul sowohl in der Mitte eingebracht werden, als auch in Randnähe. Wichtig dabei ist die Positionierung auf dem unten liegenden Teil des Isolierglases, um ausreichend Licht auf der Gehäuseoberseite mit dort liegender Solarzelle einzufangen.



Abb. 3: kabelloses Alarmmodul auf Abstandshalter mit konventioneller Verbindungstechnik, Solarzelle in Ausschnitt sichtbar

### Zusammenfassung und Ausblick

Die Erprobung läuft nach wie vor und die Markteinführung ist für das Jahr 2025 geplant. In diesem Projekt wurde erfolgreich nachgewiesen, dass eine rechtzeitige Alarmierung bei Einbruch in allen Fällen aktueller Einbruchsmethoden über Fenster bzw. Terrassentüren unmittelbar möglich ist. Geplant ist weiterhin die Kippung und Öffnung zu detektieren und über Daten des Beschleunigungssensors zu ermöglichen, dass Nutzer bei Verlassen des Hauses hinsichtlich noch geöffneter Fenster gewarnt werden.

## Danksagung

Dieses Projekt wurde gefördert durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages (ZF4533201RE7).

## Literaturnachweis

- [1] Bundeskriminalamt (BKA). (2023, 20. Juli). Polizeiliche Kriminalstatistik 2022. [Online] Verfügbar unter: <https://www.polizei-deinpartner.de/themen/einbruchschutz/einbruchschutz-intensiv/detailansicht-einbruchschutz-intensiv/artikel/einbruch-statistik.html>
- [2] EnOcean GmbH. (2023, 20. Juli). EnOcean-Technologie: Funktechnologie. [Online] Verfügbar unter: <https://www.enocean.com/de/technologie/funktechnologie/>

# A Portable Platform for Low Power Electrochemical Impedance Measurements of Biosensors

*Eva-Maria Korek<sup>1</sup>, Marin Lang<sup>1</sup>, Tobias Döttling<sup>1</sup>, Maximilian Schulz<sup>1</sup>, Alexander Greif<sup>1</sup>, Ralf Brederlow<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Technische Universität München, Arcisstraße 21, 80333 München, Germany*

## Abstract

Electrochemical impedance spectroscopy is a measurement method that is currently gaining a lot of interest, e.g. as a low-power readout method for miniaturized biosensors. Many biosensor applications require miniaturization and portability of the sensor and the readout platform. For this reason, we present a low-power readout board ( $\varnothing$  40 mm) for impedimetric biosensors that covers high dynamic ranges of 500  $\Omega$  to 130 M $\Omega$  and can measure over frequencies ranging from 100mHz to 10kHz. The board is powered by a 610mAh Li-Ion coin cell, and the required sensor signal amplification is determined automatically in the software. We measured two dummy sensors covering the whole impedance range and compared the results to a laboratory potentiostat. The board shows a very high measurement accuracy of <0.5% for magnitude and phase of the impedance, high precision, and a battery lifetime of six months and can, therefore, enable many new portable applications.

**Keywords:** Electrochemical impedance spectroscopy, low power, portable potentiostat, biosensing, transimpedance amplifier

## Introduction and Motivation

Miniaturized electrochemical biosensors can enable many new point-of-care applications, such as environmental or health monitoring [1]. A common read-out method for these sensors is electrochemical impedance spectroscopy (EIS), where a small AC excitation voltage is applied to the sensor electrodes, and the resulting current is measured. This way, impedance changes of the sensing layer on top of the electrodes related to the target analyte concentration can be measured [1]. However, high impedances and wide dynamic ranges of these microsensor responses, as well as low power and portability requirements impose many challenges on the readout circuit for these applications [2]. In this work, we, therefore, present a small-sized potentiostatic readout board for impedimetric sensors employing an MSP430 low-energy microcontroller (MCU) and a transimpedance amplifier (TIA). Our printed circuit board (PCB) can measure high impedance and frequency ranges over several days with high accuracy and precision.

## The Measurement Platform

The miniaturized ( $\varnothing$  40 mm) impedimetric measurement platform is depicted in Figure 1 in a picture compared to the size of a 50-cent coin. The block diagram can be seen in Figure

2. The platform consists of a power management, a digital / mixed-signal part, and an analog part, which is the interface to the sensor. The power management, mixed-signal and digital part consists of the low-power MCU MSP430FR2355 by Texas Instruments. The MCU generates an ac excitation signal with an amplitude of 250 mV and automatically sweeps through frequencies from 10 kHz to 100 mHz, which covers the relevant dynamic range of many biosensors. The exact measurement frequencies can be set freely in the software. Additionally, the MCU reads back the excitation voltage and the sensor signal and applies post-processing algorithms to calculate

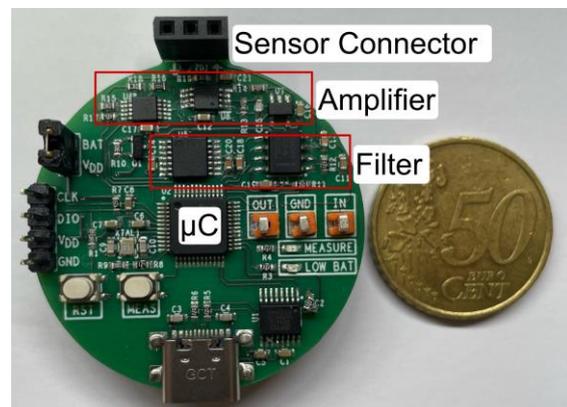
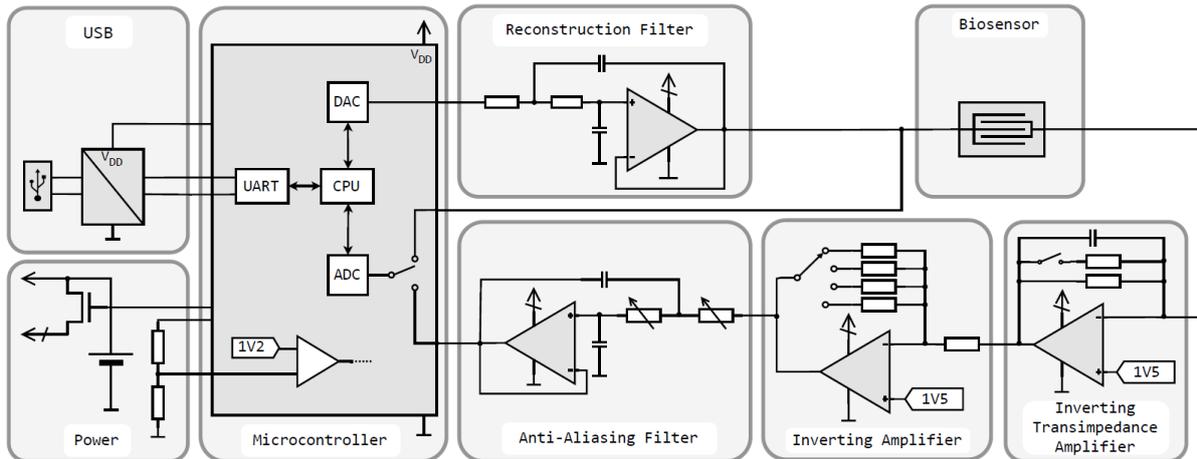


Figure 1: Picture of the miniaturized PCB for impedance measurements.



**Figure 2:** Schematic block diagram of the circuit components, including power management with a MOSFET for disconnection of the power, when the board is not used and serial communication for data readout. A reconstruction filter smoothens the ac potential signal coming from the DAC of the MCU. An inverting TIA converts the current flowing through the sensor to a potential. Both, TIA and an inverting amplifier have various gains, which can be selected via software by a digital MUX. Before reading the signal back with a 12-bit DAC an antialiasing filter is implemented.

the phase shift and amplitude of the sensor signal using the Goertzel algorithm. This digital signal processing technique is more efficient compared to Fast-Fourier-Transformation (FFT) when only a few spectral values are of interest. As we are always measuring at one fixed frequency, the Goertzel algorithm imposes less computing effort and, therefore, leads to power savings. Furthermore, the software automatically adjusts the amplifier gains during measurements for optimum accuracy depending on the sensor impedance. The analog part of the platform consists of a second-order Butterworth filter with a cutoff frequency of 20 kHz. The filter smooths out the steps in the excitation voltage, which result from the DAC of the MCU. After the filter, the sinusoidal voltage reaches the connected sensor. The resulting current response of the sensor is amplified and converted back to a voltage signal by the TIA. By using a 2:1 multiplexer, the resistance of the feedback loop can be switched, resulting in a 68dB or a 120dB amplification. To cover the high dynamic range of biosensors, an additional inverted amplifier with a 4:1 MUX is added after the TIA enabling a total of eight gain configurations (67 dB, 80 dB, 93 dB, 107 dB, 120 dB, 133 dB, 146 dB, 160 dB) and an impedance range from 500  $\Omega$  to 55 M $\Omega$ .

Before the internal ADC of the MSP430 converts the amplified signal it gets filtered by an anti-aliasing filter. A CR2450 coin battery provides the circuit with a nominal voltage of 3 V. The supply voltage is monitored using a voltage divider and the internal reference

voltage of the MSP430. If it drops below 2.7 V, the MCU informs the user via a built-in LED. This ensures that the supply voltage doesn't drop below the 2.7 V limit of the analog components. To further minimize the current consumption, all analog components, i.e., OpAmps and filters, are switched off from the 3 V power supply in standby mode by the MCU using a PNP transistor, as depicted in Figure 2, leading to a minimum current flow of <20  $\mu$ A. The coin cell has a capacity of 610 mAh. A full frequency measurement takes 70 seconds with an average current flow of 2.3 mA. 1 mA of this current results from the analog components, and the remaining current can be attributed to the MCU. Assuming one complete EIS spectral measurement every 15 min, our platform can measure for approximately six months without having to change the battery.

**Table 1:** Amplifier gains and corresponding impedance ranges

| Gain                | 67 dB      | 80 dB      | 93 dB       | 107 dB     |
|---------------------|------------|------------|-------------|------------|
| $ Z $ (k $\Omega$ ) | 0.5 – 2.5  | 2.5 – 11.6 | 11.6 – 57.9 | 57.9 – 263 |
| Gain                | 120 dB     | 133 dB     | 146 dB      | 160 dB     |
| $ Z $ (M $\Omega$ ) | 0.26 – 1.1 | 1.1 – 5.3  | 5.3 – 26.3  | 26.3 – 130 |

## Results and Discussion

The performance of the miniaturized EIS platform was characterized using two dummy sensors to cover the full impedance range with magnitudes  $|Z|$  from 500  $\Omega$  to 75 M $\Omega$  and

phase angles  $\varphi$  from  $0^\circ$  to  $-85^\circ$ . The equivalent circuits of these sensors are depicted in Figure 3a) for low and Figure 3b) for high impedance ranges with the corresponding capacitance and resistance values.

For the first validation of the platform, we measured over six decades at one frequency per decade, i.e., at 10 kHz, 1 kHz, 100 Hz, 10 Hz, 1 Hz, and 100 mHz. Before measurement, the platform was calibrated in order to eliminate the influence of in-accuracies in the analog components, parasitic capacitances, and signal processing on the measured phase shift. Therefore, instead of a sensor, eight different resistors were connected to the board in order to cover every amplifier gain. As a pure resistor should show a phase shift of  $0^\circ$ , the measured phase for each resistor is used as the calibration value and subtracted during post-processing of the data. The calibration value strongly depends on the frequency and slightly on the amplifier gain. For example, at 100 mHz, the calibration values are  $3.60^\circ$  for 68 dB and  $3.61^\circ$  for 160 dB, whereas at 10 kHz, these values are  $61.04^\circ$  and  $49.16^\circ$ , respectively. The calibration step must only be done once for each measurement frequency and amplification after fabrication of the board and before the first measurements.

Figure 4a) shows the measurement results and standard deviations of our PCB (o) compared to the measurement results of a professional Gamry Interface 1010E potentiostat (x) and the theoretical curves of the dummy sensors (---). It can be seen that the measurements of our platform match very well with those of the Gamry potentiostat. Especially in the high impedance mode, the standard deviations of magnitude and phase are comparable to those of the Gamry Interface 1010E, and the differences are in the majority of the cases below 0.5%. Because the standard deviation is so low, the difference is almost not visible in the graphs. The deviations from the simulated values for the high-impedance sensor dummy occur for both the Gamry potentiostat and our PCB and stem from the tolerances of the

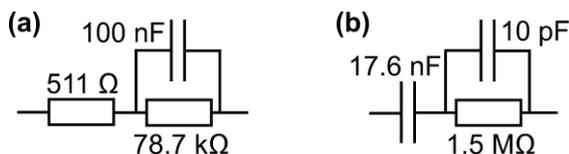


Figure 3: Equivalent Circuits of the measured dummy sensors for a) low impedance ranges with  $R_1=511\ \Omega$ ,  $R_2=78.7\ \text{k}\Omega$ , and  $C_1=100\ \text{nF}$  and b) high impedance ranges with  $C_2=17.6\ \text{pF}$ ,  $C_3=10\ \text{pF}$  and  $R_3=1.5\ \text{M}\Omega$ .

analog resistors and capacitors and parasitic capacitances in the dummy cell.

Figure 4b) shows the response of our sodium ( $\text{Na}^+$ ) sensor to  $\text{Na}^+$  concentrations of 1 mM, 25 mM, and 100 mM measured with the miniaturized readout board. The sensor impedance decreases with increasing  $\text{Na}^+$  concentration and is for all measurements in the impedance range of our platform. Therefore, we can prove the applicability of our miniaturized, low-power readout circuit to low- and high-impedance biosensors with wide dynamic ranges. Table 2 compares the performance of this work to commercial solutions and other research articles. It should be mentioned that the AD5933 by Analog Devices is an integrated circuit that needs to be equipped with external components, e.g. for data readout and power supply. Thus, its size is not comparable to the other solutions. The table shows that our PCB outperforms all other

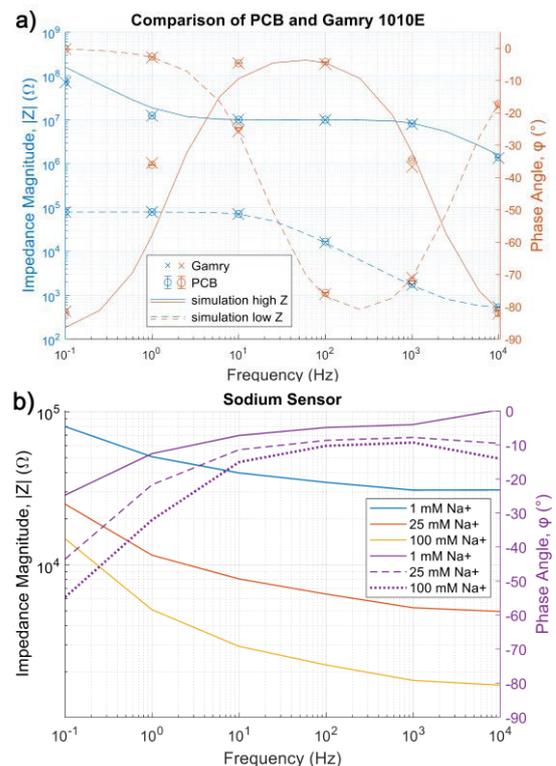


Figure 4: Simulation and measurement results of a) a low impedance (---) Randles Circuit dummy ( $R_1=500\ \Omega$ ,  $R_2=80\ \text{k}\Omega$ , and  $C=100\ \mu\text{F}$ ) and a high impedance (—) sensor dummy that models our potassium sensor [3] ( $R_3=10\ \text{M}\Omega$ ,  $C_2=10\ \mu\text{F}$ , and  $C_3=10\ \text{pF}$ ) using our measurement platform (o) and a Gamry Interface 1010E (x) potentiostat. (b) Measurement results of an impedimetric sodium biosensor.

Table 2: Comparison of this work to other miniaturized EIS readout circuits

|           | <b> Z <br/>Range</b> | <b>f<br/>Range</b>          | <b>Accuracy</b>         |
|-----------|----------------------|-----------------------------|-------------------------|
| This work | 500Ω – 130MΩ         | 0.1Hz – 10kHz               | <0.5%*                  |
| EmStat Go | 40Ω – 40MΩ           | 16mHz – 200kHz              | <1%**                   |
| AD5933    | 1kΩ – 10MΩ           | 1kHz – 100kHz               | 0.5%***                 |
| [4]       | ~330kΩ               | 10Hz – 100kHz               | 0.6%                    |
| [5]       | ~100kΩ – 1.1MΩ       | 500kHz                      | -                       |
| [6]       | ~25kΩ – 160kΩ        | 10Hz – 200kHz               | ~1.5%(R)<br>~ 2%(C)     |
|           | <b>Power</b>         | <b>Size</b>                 | <b>Battery Lifetime</b> |
| This work | 6.9mW                | Ø40mm                       | 6 months                |
| EmStat Go | ~30mW                | 118x69x33 mm <sup>3</sup>   | 6h cont. meas.          |
| AD5933    | 33mW                 | 8x6x2mm <sup>3</sup> IC     | 28 days                 |
| [4]       | -                    | 21.6x20.3x 6mm <sup>3</sup> | USB powered             |
| [5]       | -                    | <80cm <sup>2</sup>          | -                       |
| [6]       | -                    | ~115x70mm <sup>2</sup>      | -                       |

\*(>1 MΩ / 10 kHz)<1.1%; \*\*(>100 MΩ / 0.1 Hz) & (>10 MΩ / 100 Hz) <10%; \*\*\*lower with wide frequency sweeping [1]

work regarding the measurable impedance, which ranges from 500 Ω to 130 MΩ.

Only the EmStat Go from PalmSens can achieve similar impedance ranges, however, at slightly lower accuracy, bigger size, and higher power consumption and, therefore, lower battery lifetime.

### Conclusion and Outlook

In this work, we presented a small-sized impedimetric readout board for low-power EIS measurements of biosensors. The board can measure impedances from 500 Ω to 130 MΩ and thereby outperforms other miniaturized solutions. Impedance data can be recorded from 10 kHz to 100 mHz with high precision and very good accuracy of 0.5% and lower. The power consumption is 6.9 mW during measurements and below 60 μW in standby mode. The next steps will be to include a wireless data readout option using Bluetooth or NFC for power savings. However, with a battery lifetime of six months and by covering high impedance ranges and wide dynamic ranges, our portable board can already be used for most biosensors and enables new application fields.

### References

- [1] H. C. Gutierrez and S. Panigrahi, "Selective Impedimetric Interdigitated Electrode for Sensing Gaseous, Biological, and Inorganic Targets: A State-of-the-Art Review," *IEEE Sensors Journal*, pp. 1-1, 2023, doi: 10.1109/jsen.2023.3243102.
- [2] I. Mostafa, E.-M. Korek, and R. Brederlow, "A 2.2 fA/√Hz, 120 dB Dynamic Range, 12 GΩ Hybrid Readout Interface for Various Ionic Spectroscopy Applications," presented at the ESSCIRC 2023- IEEE 49th European Solid State Circuits Conference (ESSCIRC), 2023.
- [3] E.-M. Korek, E. Kounoupioti, and R. Brederlow, "Manufacturing of Flexible, Impedimetric Potassium Sensors," *IEEE Sensors Letters*, vol. 7, no. 5, pp. 1-4, 2023, doi: 10.1109/lSENS.2023.3267798.
- [4] O. S. Hoilett, J. F. Walker, B. M. Balash, N. J. Jaras, S. Boppana, and J. C. Linnes, "KickStat: A Coin-Sized Potentiostat for High-Resolution Electrochemical Analysis," *Sensors (Basel)*, vol. 20, no. 8, Apr 23 2020, doi: 10.3390/s20082407.
- [5] A. Furniturewalla, M. Chan, J. Sui, K. Ahuja, and M. Javanmard, "Fully integrated wearable impedance cytometry platform on flexible circuit board with online smartphone readout," *Microsyst Nanoeng*, vol. 4, p. 20, 2018, doi: 10.1038/s41378-018-0019-0.
- [6] T. Vu Quoc, V. Nguyen Ngoc, B.-A. Hoang, C.-P. Jen, T. C. Duc, and T. T. Bui, "Development of a Compact Electrical Impedance Measurement Circuit for Protein Detection Two-electrode Impedance Micro-sensor," *IETE Journal of Research*, pp. 1-9, 2021, doi: 10.1080/03772063.2021.1893230.

# Design of a highly accurate low-cost thermistor-based sensor for the measurement of water surface temperatures in maritime research

*Finn Jannek Klar<sup>1</sup>, Niklas Torz<sup>1</sup>, Thorsten Alexander Kern<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>Institute of Mechatronics in Mechanics (iMEK), Hamburg University of Technology, Eißendorfer Straße 38, 21073 Hamburg, Germany*

## Summary

In climate and oceanographic research, precise temperature measurements within the very limited temperature range of the ocean are essential. This paper covers the design and analysis of a temperature sensor that measures with millikelvin accuracy. The first prototype has an energy consumption of 84.64 mW with a sampling time of 10 seconds per measurement and a component cost of less than 100 EUR. The proposed design is able to measure within 6 mK accuracy on a subset measurement range despite a simple three-point calibration. The core circuit is enhanced with two temperature sensing elements to allow for an increase in sensor sensitivity. A further approach on sensor readout is proposed and analyzed, showing good potential in combination with linearized temperature compensation for the major part of this sensors range.

**Keywords:** temperature sensor, oceanography, thermistor, water surface

## 1. Introduction

In ocean and climate research, temperature sensors are subject to high demands. Common models used in ocean research provide measurements in the range from  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$  to  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  with an accuracy of 5 mK and below. These sensors are designed for use at depths of several kilometers and are costly due to the required measurement uncertainty. Especially research projects suffer that require a large number of simultaneously active measuring points. This is particularly relevant for the investigation of submesoscale processes of vertical heat transport in the ocean [1], which are only partially or not at all covered by satellite-based observations with finite resolution and limited observation time.

Our approach focuses on the development of a low-cost temperature sensor capable of measuring water surface temperatures from the surface to a few meters below the waterline at a frequency of  $6\text{ min}^{-1}$ . The sensor uses a modified version of an already known analog-to-digital converter circuit [2] (ADC) based on an integrator and an alternating Wheatstone bridge.

In the subsequent sections, we outline the principles of thermistor-based temperature measurement, derive our design based on the work of Skinner and Lambert [2], analyze the circuit and its influences, and present a test

showcasing the performance of our temperature measurement approach.

## 2. Sensor design

A significant portion of temperature sensors utilized in oceanography relies on Wien bridge oscillators (WB) integrated with a thermistor. This integration facilitates a temperature-responsive frequency change in a resonant circuit [3]. Another method, introduced by Skinner and Lambert in [2], employs a voltage-to-frequency converter utilizing a switched Wheatstone bridge (WhB) equipped with a thermistor. Makinwa's overview of temperature sensors [4] indicates that both approaches are well-suited for our measurement requirements, offering resolution capabilities down to the microkelvin range. Due to a less complex design, our approach uses a modified version of Skinner and Lambert's circuit.

### 2.1 Sensing the temperature

The sensitive element of the measuring circuit uses a measuring resistor with a distinct temperature-resistance characteristic. For the realization of this element, negative temperature coefficient (NTC) thermistors are more suitable than metal resistance thermometers in the desired temperature range, as they offer higher sensitivity and a wider resistance range at a lower price.

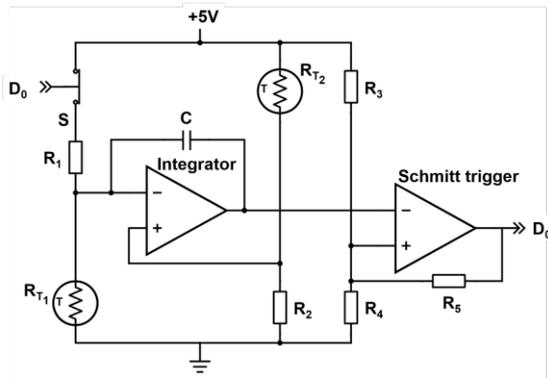


Fig. 1: Structure of the analog-to-digital converter circuit. A Wheatstone bridge circuit is allocated on the left, containing the thermistors  $R_{T1}$  and  $R_{T2}$  in opposing legs and the integrator in its center. On the right is the Schmitt trigger, whose switching thresholds are set via resistors  $R_3$ ,  $R_4$ , and  $R_5$ , converting the integrator's analog signal into a digital output  $D_0$ , which is fed into the switch at the top left.

We use the NXFT15WF104FEAB045 from Murata Electronics, which has a resistance of 472 k $\Omega$  at -5  $^{\circ}$ C and 51 k $\Omega$  at 40  $^{\circ}$ C.

The relationship between the temperature  $T$  of the thermistor and its resistance  $R$  is approximated with sufficient accuracy by the Steinhart-Hart equation [5], a third-order logarithmic polynomial with the component-specific coefficients  $A$ ,  $B$ , and  $C$ .

$$T^{-1} = A + B \log R + C(\log R)^3 \quad (1)$$

## 2.2 Circuit structure and mode of operation

The structure of the ADC circuit is similar to that of Skinner and Lambert but differs from it in key points. Our core circuit (Fig. 1) uses two operational amplifiers (MIC920YC5) and an analog switch (TS5A3167), accessed by the second operational amplifier output line to convert the temperature information into a pulsed signal of varying pulse duration and frequency. A microcontroller decodes this information, to form a 16-bit ADC. In contrast to the design by Skinner and Lambert, the microcontroller is only performing logic functions.

The core circuit translates the temperature information picked up by the thermistor resistance via two stages into binary information. The first stage consists of an alternated Wheatstone bridge, feeding an integrator to create a time-dependent signal.

The upper left leg of the bridge combines a switch  $S$  and a resistor  $R_1$  for resetting the integrator, while the lower left leg provides the current through the temperature-sensing thermistor  $R_{T1}$  for integration. The two right legs combine a second thermistor  $R_{T2}$  and an additional resistor  $R_2$  into a voltage divider. Its reference voltage is fed into the noninverting input of the integrator, defining the voltage across the thermistor  $R_{T1}$ .

The second stage uses a Schmitt trigger to convert the time-dependent signal from the integrator output into binary one-bit information. The resistors  $R_3$ ,  $R_4$ , and  $R_5$  are of the same value, setting the trigger levels for high output to 1/3 and the low output trigger level to 2/3 of the supply voltage. This is done to keep the integrator's amplifier within the linear output region close to the supply voltage levels of GND and 5 V.

The digital output signal triggers the switch of the first stages of the Wheatstone bridge, switching between charging and resetting the integrator. Relocating the task of alternating the bridge's operation mode from a microcontroller [2] toward the already existing hardware logic has two effects. It reduces computational effort for circuit control, dropping a previously required interrupt routine and ensuring a synchronous switching of the Wheatstone bridge as soon as the analog signals meet switching criteria. The previous circuit allowed for deviation in monitored and actual charging times caused by a delay between raising an interrupt flag and the interrupt execution. Adding a second thermistor into the sensing circuit of Skinner and Lambert adds a temperature dependency to the voltage across the charging thermistor  $R_{T1}$ , increasing the sensitivity by a factor of 2 (Fig. 2).

## 2.3 Design of the bridge circuit

The right bridge leg uses a voltage divider containing the resistor  $R_2$  and thermistor  $R_{T2}$  to feed a temperature-dependent portion of the supply voltage  $V_+$  into the noninverting input of the integrator, which is  $U_{OP+}$ :

$$U_{OP+} = V_+ \cdot \frac{R_2}{R_{T2} + R_2} \quad (2)$$

The voltage on the inverting input  $U_{OP-}$  created by the current  $I_{RT1}$  through the thermistor  $R_{T1}$ :

$$U_{OP-} = I_{R_{T1}} \cdot R_{T1} \quad (3)$$

Due to the restrictions for an ideal operational amplifier, the equation for the voltage on the capacitor during charging is

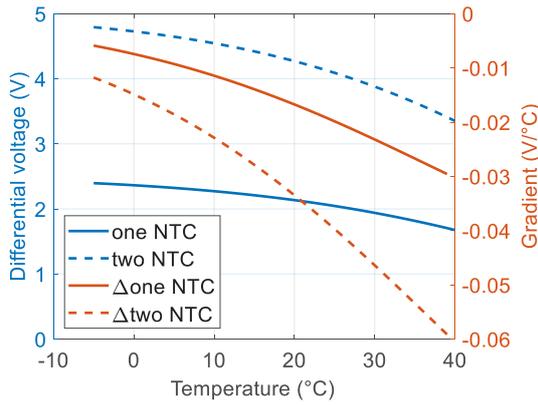


Fig. 2: Comparison of the output voltages of the measuring bridges with one and two NTC thermistors (blue). The gradients (red) display the sensitivity toward temperature-induced changes of the bridges opposing thermistors.

$$\frac{dU_{C,chg}}{dt} \cdot C = V_+ \cdot \frac{R_2}{R_{T_1}(R_{T_2} + R_2)} \quad (4)$$

which leads to

$$U_{C,chg} = \frac{1}{C} \cdot V_+ \cdot \frac{R_2}{R_{T_1}(R_{T_2} + R_2)} \cdot t + U_0 \quad (5)$$

$U_0$  is the initial voltage of the capacity when charging. Taking into account that the voltage during charging starts at  $1/3 V_+$  and ends at  $2/3 V_+$  the time for charging is

$$t_{chg} = \frac{1}{3} \cdot C \cdot \frac{R_{T_1}(R_{T_2} + R_2)}{R_2} \quad (6)$$

With  $U_C$  reaching  $2/3 V_+$  the Schmitt trigger closes the switch, resulting in a discharging of the capacity  $C$  as  $R_1$  is now connecting  $V_+$  to  $C$ . The voltages on the inputs of the integrating operational amplifier remain as in Eq. (2) and Eq. (3). The current through  $R_1$  is

$$I_{R_1} = \frac{V_+ - U_{OP-}}{R_1} \quad (7)$$

Exchanging  $U_{OP-}$  with  $U_{OP+}$  and applying (3) leads to

$$I_{R_1} = V_+ \cdot \frac{R_{T_2}}{R_1(R_{T_2} + R_2)} \quad (8)$$

Since the current on the capacity,  $I_C$  splits now into  $I_{RT_1}$  and  $I_{R_1}$ , the equation for the voltage during discharging applied on the capacitor is

$$\frac{dU_{C,dchg}}{dt} \cdot C = V_+ \cdot (A - B) \quad (9)$$

Using

$$A = \frac{R_{T_2}}{R_1(R_{T_2} + R_2)} \quad (10)$$

and

$$B = \frac{R_2}{R_{T_1}(R_{T_2} + R_2)} \quad (11)$$

for abbreviating the equations. From Eq. (9) the time for discharging the capacitor from  $2/3 V_+$  to  $1/3 V_+$  is derived equivalent to Eq. (4) to Eq. (6):

$$t_{dchg} = \frac{1}{3} \cdot C \cdot \frac{1}{(A - B)} \quad (12)$$

The duration  $t_{cycle}$  of a charging and discharging cycle is the sum of (6) and (12). Assuming that  $R_{T_1}$  and  $R_{T_2}$  use identical thermistors this duration is:

$$t_{cycle} = \frac{1}{3} \cdot C \cdot \frac{R_T^4 + R_2 R_T^3}{R_2(R_T^2 - R_1 R_2)} \quad (13)$$

The amount  $n_{cycles}$  describes the number of cycles counted during an observation window of length  $t_{window}$ :

$$n_{cycles} = \frac{t_{window}}{t_{cycle}} \quad (14)$$

The output voltage across the capacitor reverses at higher temperatures due to the circuit design. To ensure a resolution of 1 mK in the limit range of  $-5^\circ\text{C}$  and  $+40^\circ\text{C}$ , a minimum difference of two counting cycles per temperature step is required. The calibration temperature of the Wheatstone bridge determines the limit up to which the number of counting cycles can be clearly traced back to temperature values. In the prototype,  $t_{window}$  is set to one second, so that the capacitance  $C$  must be 10 pF (Fig. 3). Fig. 4 shows a calibration for  $>50^\circ\text{C}$  as desired and shows that the number of  $n_{cycles}$  at the calibration temperature is zero. The calibration temperature is set to  $60^\circ\text{C}$  because the minimum number of  $n_{cycles}$  per temperature step required to distinguish between two adjacent temperature values cannot be achieved at  $50^\circ\text{C}$ , taking into account the manufacturing

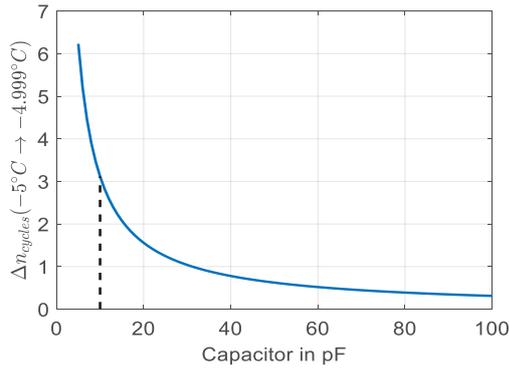


Fig. 3: Influence of the capacitor on the difference in  $n_{cycles}$ . The lower temperature range shows the smallest deviations in the  $n_{cycles}$  between temperature steps.  $R_1$  and  $R_2$  (Eq. (13)) are 22 k $\Omega$ ,  $t_{window}$  is 1 s.

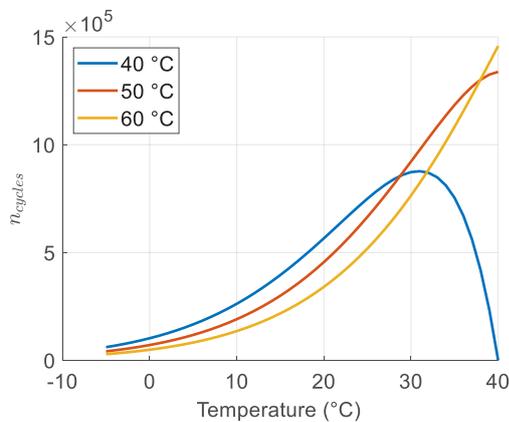


Fig. 4: Influence of different calibration temperatures on the number of counted cycles  $n_{cycles}$ . The peak of the characteristics is about 10 °C lower than the calibration temperature.

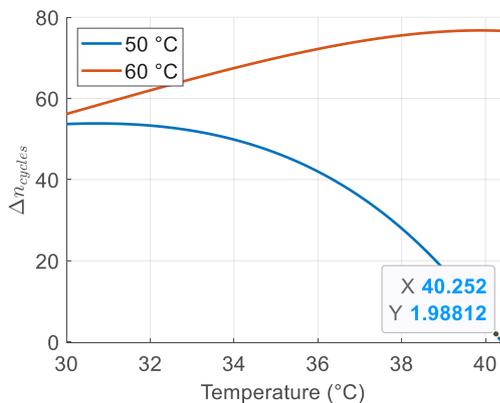


Fig. 5: Step size of the number of  $n_{cycles}$  to the next measured value at increased temperature. The temperature increment of this graph is 0.001 °C to show the gradient.

Tab. 1: Parameters for fitting the NTC thermistors resistivity curve to temperatures from -10 °C to 80 °C

| Parameter | Value       |
|-----------|-------------|
| $a_0$     | 3.57e +05   |
| $a_1$     | -1.958e +04 |
| $a_2$     | 598         |
| $a_3$     | -13.46      |
| $a_4$     | 0.2514      |
| $a_5$     | -0.004054   |
| $a_6$     | 5.336e -05  |
| $a_7$     | -5.052e -07 |
| $a_8$     | 2.902e -09  |
| $a_9$     | -7.402e -12 |

tolerance (Fig. 5). The corresponding resistance is about 22 k $\Omega$ . A 9th-degree polynomial is fitted to the manufacturer's specifications for -10 °C to 80 °C using the MATLAB curve-fitting toolbox produces the thermistor resistance data used for the plot in Fig. 3 and Fig. 5. The polynomial has the form

$$f(x) = \sum_{n=0}^9 a_n x^n . \quad (15)$$

using the parameters from Tab. 1.

### 3. Influence Analysis on the Measuring Circuit

Measuring circuits are susceptible to various sources of error, making it essential to consistently consider their behavior under different conditions to ensure accurate sensor output. Among the most common deviations are those resulting from temperature changes in electrical components and variations in production tolerances. Understanding these factors is crucial for mitigating inaccuracies in sensor measurements.

#### 3.1 Influence of temperature on the measuring circuit

The properties of electrical components change with their temperature. Tab. 2 shows these drift coefficients for the components of the integrator bridge circuit. The reference temperature is 25 °C. Based on Eq. 14, temperature drift has a major impact on the ability to provide accurate sensor measurements (Fig. 6). Using the inverse of this curve compensates for the temperature effect on the sensor measurement. Extracting the segments outside the threshold range indicates two areas of linear temperature error compensation (Fig. 7).

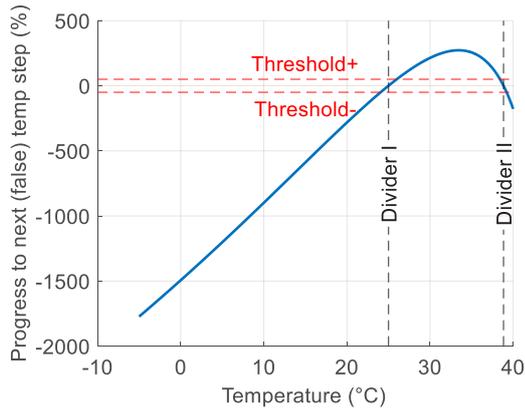


Fig. 6: Temperature-related deviation of the reading compared to the next temperature step of the idealized system. The  $n_{cycles}$  values of the idealized system and the temperature-influenced system were subtracted. The result was divided by the step size from the temperature points to the next temperature point, as the number of  $n_{cycles}$  separating the temperature readings is different (Fig. 5). The threshold +/- area indicates an area where the deviation between ideal and real value is below 50 % of the step size towards the next temperature value (ideal system)

Tab. 2: Temperature drift coefficient of components in use.

| Component  | Temperature drift | Part               |
|------------|-------------------|--------------------|
| $C$        | 30 ppm/°C         | GRM1555C1H102FA01D |
| $R_1, R_2$ | 100 ppm/°C        | AC0805FR-0722KL    |

### 3.2 Influence of production tolerance on the measuring circuit

The temperature deviations (Tab. 2) have an insignificant influence on the measured value compared to the manufacturing tolerances (Tab. 3), as the deviation at component level is orders of magnitude greater. The effects of these deviations require comprehensive calibration of the finished sensor (Fig. 8).

Tab. 3: Manufacturing tolerances

| Component        | Tolerance  | Part               |
|------------------|------------|--------------------|
| $C$              | $\pm 5 \%$ | GRM1555C1H102FA01D |
| $R_1, R_2$       | $\pm 1 \%$ | AC0805FR-0722KL    |
| $R_{T1}, R_{T2}$ | $\pm 1 \%$ | NXFT15WF104FEAB045 |

### 4. Timing and energy consumption

The readout mechanism for this sensor consists of detecting all falling or rising edges

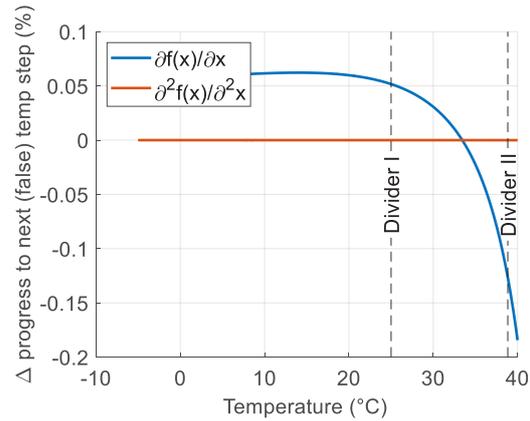


Fig. 7: Numerical derivation of the temperature induced deviation (Fig. 6). The zero crossings of the deviation lead to a segmentation of its derivation. The first segment shows the most linear behavior of the derivative.

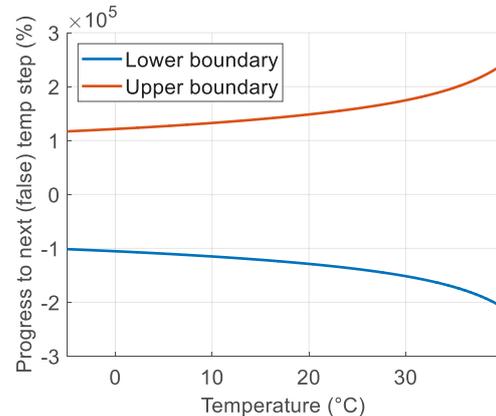


Fig. 8: Deviation from correct sensor reading concerning the distance of the next temperature value in percentage. Note that the values are times  $10^5$ . This considerable deviation requires sensor calibration before use.

within a fixed observation window. In this setup, the selected switch creates parasitic capacitances that measure 13 pF between the pins and GND, affecting the integrator's charging times. Consequently,  $I_{R1}$  (Eq. (8)) is divided between the parasitic capacitance of the switch and the capacitor of the integrator, rated at 10 pF. As can be seen in Fig. 3, an increase in capacitance leads to a reduction in resolution. To keep the resolution constant, the observation time must be increased, as shown in Eq. (13) and Eq. (14), where the capacitance and the observation window have an inverse effect on the resolution  $n_{cycles}$ . The introduction of a capacitance of 2.2 nF counteracts the parasitic effect, but requires an

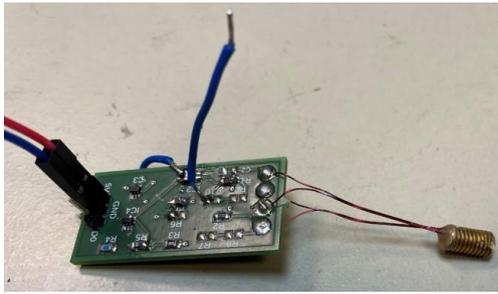


Fig. 9: Prototype implementing the core circuit. The measuring tip of the sensor is coated with a PU resin layer and encased in a brass sleeve to protect it from environmental influences.

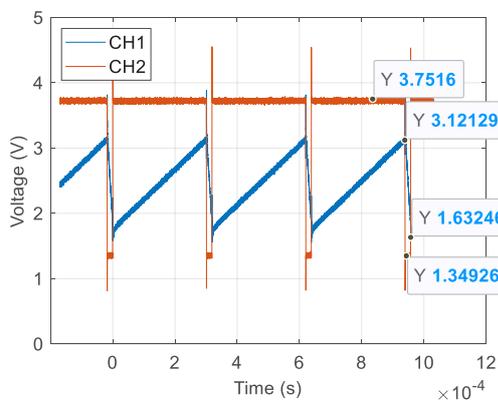


Fig. 10: Measurement of the core circuit. CH1 shows the voltage output of the integrator while CH2 displays the digital output of the Schmitt trigger.

extension of the observation time to 220 s. Using the approach described in [2], considering the charge flow on the integrator and reducing the observation time by the ratio of the charging and discharging times, the resistance value of the thermistors can be determined using

$$R_T = \sqrt{R_1 R_2 \left( \frac{t_{chg}}{t_{dchg}} - 1 \right)} \quad (16)$$

The simulation of the circuit and the evaluation of this approach shows that an observation window of 10 s in conjunction with a sampling frequency of 1 MHz achieves the desired accuracy of 1 mK. The components required for the core circuit and an Adafruit Feathers MCU amount to 26.05 € for one sensor, not including the circuit board. The estimated power consumption for one measurement is 84.64 mWs.

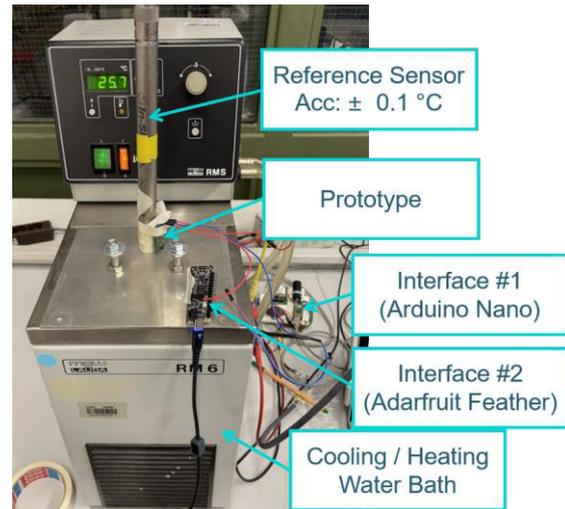


Fig. 11: Test setup. The sensor and the reference sensor of the Aqua TROLL 100 data logger are placed in a Lauda RM6 cooling water bath with the probes as close together as possible. The Arduino Nano reads the data logger, while the Adafruit Feather is connected to our board and adds the microcontroller for counting and data forwarding.

## 5. Implementation and testing

A first prototype, containing only the core circuit (Fig. 1), was built and tested (Fig. 9). An initial functional test of the integrator and the Schmitt trigger shows promising results (Fig. 10). The computing power is provided by an Adafruit spring, which performs floating point operations and establishes a connection to a computer for data exchange via a UART. The Adafruit spring is connected to the digital pin of the core circuit and to GND and accesses the digital output of the circuit. A Lauda RM6 cooling water bath provides a thermally controlled environment. It contains 5 liters of liquid and regulates the temperature from -15 °C to +100 °C. A lid with two openings for the sensors closes the water bath. The reference sensor is an Aqua TROLL 100 data logger, accessed by an Arduino Nano via the SDI-12 interface reading temperature data from the reference sensor (Fig. 11). The Adafruit spring tracks the duration of a low signal on the D0 pin of our temperature sensor within 10 seconds and calculates the ratio of the charging and the discharging time. It forwards this information to a laptop and calculates the temperature asynchronously during this experimental setup.

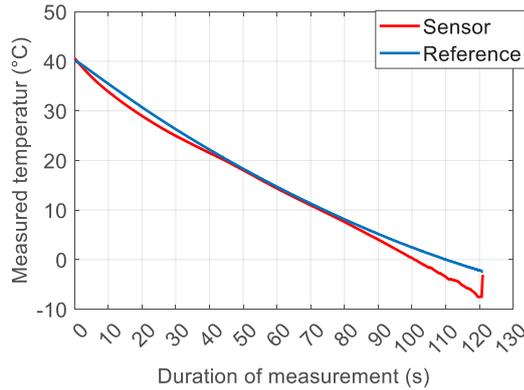


Fig. 12: Sensor and reference recording over the entire measuring range to obtain sensor calibration point data.

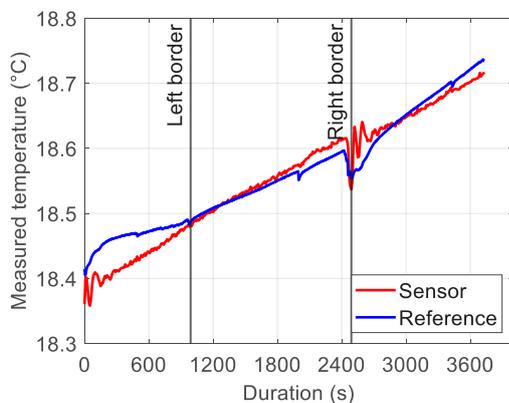


Fig. 13: Stability test with the temperature bath at room temperature. The area inside the margins is broken down in more detail in Fig. 14.

Tab. 4: Ratios of charge and discharge times from three different temperatures derive the thermistor resistances to be used for calibration.

| $\Theta$ | $t_{chg}/t_{dchg}$ mean of five | $R_T$               |
|----------|---------------------------------|---------------------|
| 0 °C     | 241.249                         | 340999.214 $\Omega$ |
| 25 °C    | 15.948                          | 85057.244 $\Omega$  |
| 40 °C    | 4.088                           | 38658.782 $\Omega$  |

Tab. 5: Coefficients for the Steinhart-Hart equation.

| Coefficient | Value       |
|-------------|-------------|
| A           | 1.62865e -3 |
| B           | 1.2094e -4  |
| C           | 2.2979e -7  |

The Arduino framework provides the core functions for programming the Adarfruit computer. Sampling at 1 MHz requires a separate implementation, as the *micros()* frame function and the *digitalRead()* function do not allow repetitions within 1  $\mu$ s. Instead, the program accesses the MCU's read registers directly.

### 5.1 Calibration

The calculation of the resistances of the thermistors from the ratio of charge and discharge times according to equation Eq. (16) serves as preparation for determining the coefficients of the Steinhart-Hart equation for calculating the temperature from the sensor values (Eq. (1)). Measuring these ratios five times at a temperature of 0 °C, 25 °C, and 40 °C using the reference sensor Aqua TROLL 100 data logger 100 leads to the derived thermistor resistance values in Tab. 4.

Using MATLAB, the previously calculated resistance values, and the three values of  $R_T$  in Eq. (1), the coefficients are calculated according to

Tab. 5.

### 5.2 Testing

Cooling the water bath to 0 °C after heating it up to 40 °C while measuring continuously with both sensors provides data for analyzing the performance of the sensor, as shown in Fig. 12. The minimum temperature is around 0 °C, as the water turns to ice in the current setup. The effects of calibration at the edges of the temperature range and at 25 °C are visible and show poor performance at lower temperatures. A second test is performed with the water bath at room temperature for one hour to determine the measurement resolution. The reference sensor exhibits non-linearity and takes approximately 15 minutes to return to a more reliable reading. An event occurred at around 12:30 (Fig. 13). The highlighted area is taken into account when checking the resolution of the sensor, which is below 10 mK (Fig. 14). By cooling down three times from 40 °C to 0 °C and heating up again to 40 °C, the reaction of the sensor to temperature changes and hysteresis is recorded within 450 minutes (Fig. 15). The sensor behavior shown in Fig. 12 can be seen within the hysteresis form. This is a combination of the calibration process and the thermal latency due to the large thermal mass of the brass body at the sensor tip.

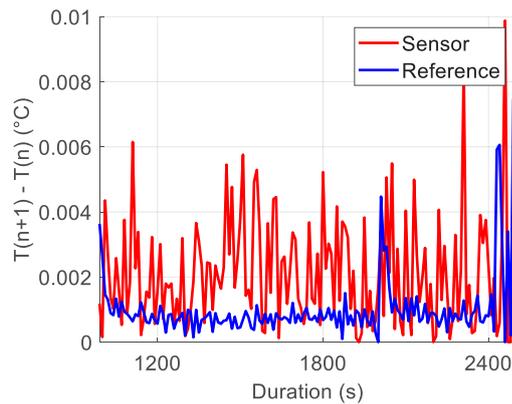


Fig. 14: Stability test at room temperature (18.5 °C). The stability is below 10 mK for most of the range shown.

## 6. Results and outlook

A sensor was designed based on an improved design by Skinner and Lambert. The design is promising, but a comprehensive investigation of the first proposed method for reading the sensor and improved approaches to sensor calibration need to be conducted next. A comprehensive investigation could also include the electrical characteristics of devices not considered, such as the operational amplifiers and the microcontroller, with the prospect of creating a digital twin of this sensor. The output of the Schmitt trigger should also be investigated, as a rail-to-rail output was expected. The results of the first measurements are promising, as the current calculations still offer a lot of room for improvement in calibration and temperature error correction, as can be seen in Fig. 8. Despite the difficult conditions for performing the test in terms of the desired temperature resolution, a sensor resolution of 6 mK and below was observed (Fig. 14). This is not yet within the desired range of 5 mK. The hysteresis shows the influence of the thermal mass and thus the thermal inertia, increased by the brass sleeve. It also shows the previously observed sensor behavior based on the calibration procedure, which has a better fit for a range of 10 °C to 20 °C. An improved version of this sensor will be developed based on the knowledge gained during development and testing.

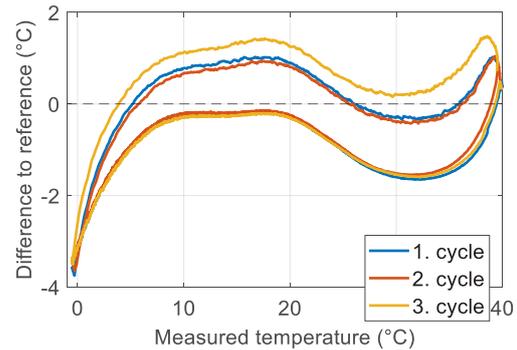


Fig. 15: Deviation of the sensor readings of the reference sensor and our prototype (sensor – reference). The upper curves show the cooling cycle, while the lower parts show the behavior during heating. A significant drift can be seen during the cooling of the third cycle.

## References

- [1] Z. Su et al., High-frequency submesoscale motions enhance the upward vertical heat transport in the global ocean, *Journal of Geophysical Research: Oceans* 125, 1-13 (2020); doi: 10.1029/2020JC016544
- [2] J. Skinner and M. F. Lambert, Using smart sensor strings for continuous monitoring of temperature stratification in large water bodies, *IEEE Sensors Journal* 6(6), 1473-1481 (2006); doi: 10.1109/JSEN.2006.881373
- [3] Van Haren, Philosophy and application of high-resolution temperature sensors for stratified waters. *Sensors* 18, 3184 (2018); doi: 10.3390/s18103184
- [4] Pan, S., Makinwa, K.A.A. (2022). Wien bridge-based temperature sensors. In: *Resistor-based Temperature Sensors in CMOS Technology. Analog Circuits and Signal Processing*. Springer, Cham; doi: 10.1007/978-3-030-95284-6
- [5] S. Steinhart and S. R. Hart, "Calibration curves for thermistors," *Deep Sea Res.*, vol. 15, p. 497, 1968; doi: 10.1016/0011-7471(68)90057-0

# Eye on Water RPI – ein Do It Yourself maker Sensorsystem Projekt zur Messung von Wasserfarben für Citizen Science

Nick Rüssmeier<sup>1,3</sup>, Jochen Wollschläger<sup>2</sup>, Felix Becker<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Jade Hochschule, Fachbereich Ingenieurwissenschaften, Wilhelmshaven, Deutschland

<sup>2</sup>Institut für Chemie und Biologie des Meeres (ICBM), Universität Oldenburg, Oldenburg, Deutschland

<sup>3</sup>Deutsches Forschungszentrum für Künstliche Intelligenz GmbH (DFKI), Marine Perception, Oldenburg, Deutschland

## Zusammenfassung

Das Eye on Water RPI - ein Do-It-Yourself-Maker-Projekt zur Wasserfarbmessung für Citizen Science - beschreibt die systematische Entwicklung und Evaluation eines nachbaubaren optischen Sensorsystems als Do It Yourself (DYI) Maker Projekt, mit dem eine automatische Bestimmung der Wasserfarbe nach der Forel-Ule-Farbskala mit einem Raspberry Pi und einer dazugehörigen Kamera ermöglicht wird. Ziel ist es, die Eigenständigkeit wissenschaftlich interessierter und technisch versierter Laien beim Bau eigener Forschungsgeräte und deren Datenerfassung zu fördern. Außerdem soll es für die „Maker-Szene“ als Inspiration für eigene Erweiterungen dienen. Aus diesem Grund ist es entscheidend, dass die verwendete Soft- und Hardware als *Open Source Projekt* zur Verfügung gestellt wird. Dabei sollen die Bilddaten nach wissenschaftlichen Kriterien automatisiert, vergleichbar und qualitativ hochwertig verarbeitet werden, so dass Anwendungsfehler von der Bildaufnahme bis zur Auswertung minimiert werden. Nach der Systementwicklung von Hard- und Software werden Prototypen gefertigt und im Einsatz auf ihre technische Eignung, deren Handhabung als auch auf wissenschaftliche Qualität der Datenerfassung, -verarbeitung und -auswertung getestet.

**Keywords:** Partizipative Wissenschaft, Wasserqualität, Forel-Ule-Skala, Sensorsystem, EyeOnWater.

## Einleitung und Motivation

Die Einbindung der Öffentlichkeit in die Erfassung von Umweltbeobachtungen hat unter dem Begriff „Bürgerwissenschaft“ an Bedeutung gewonnen. Diese Beobachtungen helfen Experten, lokale Prozesse besser zu verstehen, und wecken das Bewusstsein und das Engagement der breiten Öffentlichkeit für die Umwelt. Grundlegend für die Bürgerwissenschaft ist nicht nur eine aktive Beteiligung, sondern auch der wissenschaftliche Wert, der aus den Beobachtungen hervorgeht.

Anhand der Blue Marble (Abbildung 1) wird deutlich das bspw. die Färbung des Wassers von Ozeanen, Küsten- und Binnengewässern regional/global variiert. Licht spielt dabei eine Schlüsselrolle in aquatischen Ökosystemen, sowohl im Meer als auch im Süßwasser. Ursächlich hierfür sind Wechselwirkungen des einfallenden Lichts mit optisch aktiven Komponenten (OACs) [2]. Diese absorbieren und streuen das Licht in Abhängigkeit der verschiedenen Wellenlängen, verleihen so dem Wasser seine charakteristische Farbe und beeinflussen auch die Lichtverfügbarkeit unter Wasser. Drei wesentliche OACs, welche

ebenfalls wichtige Indikatoren für die Wasserqualität darstellen, tragen hierzu bei: 1. gelöstes organisches Material (chromophoric dissolved organic matter; CDOM), 2. nicht gelöste anorganische Materialien wie bspw. Schwebstoffe und Sedimentfracht (Nicht-Algen-Partikel) und 3. Phytoplankton mit seinen verschiedenen Photosynthesepigmenten (vornehmlich Chlorophyll-a; Chl-a).



Abb. 1: Blue Marble westliche Hemisphäre [1], Farbvariationen von Ozeanen, Küsten- und Binnengewässer.

Durch deren jeweiligen Zusammensetzung ergeben sich somit vielfache dynamische zeitlich/saisonale Variationen, bspw. durch Algenblüten in der Folge des Eintrags von nährstoffreichen Wassermassen aus Flüssen, bei Regen oder nach einem Sturm. Veränderungen in den Konzentrationen dieser Stoffe können somit in Verbindung mit bedeutsamen Fragestellungen von gesellschaftlichem Interesse gestellt werden, beispielsweise zum Klimawandel oder zur Eutrophierung.

Eine Herausforderung in der Meeresforschung ist es, umweltfreundlich und ohne Eingriff in die Hydrosphäre, möglichst kontextbasierte und geolokalisierte Informationen über einen repräsentativen Zeitraum zu sammeln und diese qualitätsorientiert aufbereitet, langfristig und sicher über internationalen Datenbanken zur Verfügung zu stellen. Zur globalen Fernerkundung kommen daher Satelliten zum Einsatz, deren Messdaten (Satellite Data Processing Levels, [3] durch lokale Messungen (remote sensing reflectance, Rrs) mittels Radiometern gegenkalibriert werden.

### Stand der Wissenschaft und Technik

Die Farbe des Wassers wird bereits seit 150 Jahren durch den Menschen dokumentiert, also lange bevor Erdbeobachtungssatelliten zur Verfügung standen. Hierzu wurden und werden unterschiedliche Bezugssysteme (Farbskalen) eingesetzt. Eine sowohl in der Limnologie als auch Meeresforschung gebräuchliche Skala ist die nach Forel-Ule [4]. Dazu wird eine Wasseroberfläche vom Betrachter subjektiv mit einer Forel-Ule-Skala [5] (Abbildung 2), vor dem Hintergrund einer weißen Fläche (Secchi-Scheibe) [6], verglichen und die vorliegende Wasserfarbe zu einem der 21 repräsentativen Farbwerte, dem Forel-Ule-Index (FUI), zugeordnet.

Die Vorteile dieser historischen Methode liegen in der einfachen Handhabung, der Kosteneffizienz und der langen Anwendungsdauer. Zur Fortführung von Zeitreihen erfolgt auch heute noch die Beobachtung der Wasserfarbe nach der gleichen Beobachtungsmethode. Somit stehen heute wertvolle Zeitreihen mit mehreren Millionen auswertbaren Messungen zur Verfügung, welche, in einen wissenschaftlichen Kontext gestellt, historische oder saisonale Veränderungen der Umwelt oder ökologisch relevante Umwelteinflüsse aufdecken können [7] und somit gegebenenfalls zur Entscheidungsgrundlage von präventiven oder eingreifenden Maßnahmen geeignet sind.

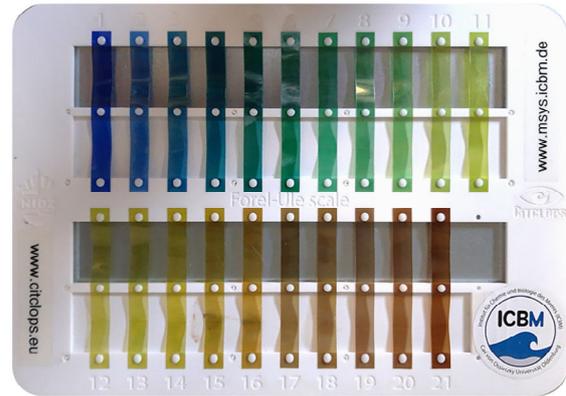


Abb. 2: Moderne FU-Kunststoff-Skala mit 21 Indexwerte zur Farbbestimmung natürlicher Gewässer.

Insgesamt liegen zwar große Mengen von Farbmessung vor, längere Zeitreihen in einzelnen Gebieten sind allerdings immer noch vergleichsweise selten. Ein Ansatz, um mehr lokale Daten zu sammeln, ist die Beteiligung von Bürgern im Rahmen von Citizen Science. Ein Beispiel und motivierender Impuls für die Bürgerwissenschaft bietet der internationale Ocean sampling day (OSD) [8]. Das Projekt wurde zur Sommersonnenwende am 21. Juni 2014 gestartet und ist eine globale Forschungskampagne, bei der Bürger und Meeresbiologen aus der ganzen Welt Proben aus den Weltmeeren nehmen, um kontextbezogene Daten zu sammeln.

Der Zeitaufwand für die manuelle Erfassung nach Forel-Ule sowie die Notwendigkeit einer entsprechend angefertigten Forel-Ule-Skala und dem Einsatz einer Secchi-Scheibe stellen jedoch Hindernisse für die Anwendung durch die Bürgerinnen und Bürger dar. Da zudem der subjektive Farbeindruck des Betrachters durch die vorliegenden Umgebungsbedingungen wie z.B. Bewölkung, direkte Sonneneinstrahlung oder auch Wind und damit eine unruhige Wasseroberfläche variieren kann, ist für die manuelle Bestimmung der Wasserfarbe nach Forel-Ule für die Bürgerwissenschaft eine gewisse Übung nötig um qualitativ auswertbare und vergleichbare Daten zu erhalten. Aus diesem Anlass wurden Apps für Smartphones entwickelt, die diesen Farbvergleich elektronisch nachahmen und den Betrachter durch die Vereinfachung der Messung unterstützen ohne Notwendigkeit einer physischen Forel-Ule-Skala. Diese Innovation ermöglicht den Übergang von der manuellen Erfassung hin zur teilautomatisierten Smartphone-basierten Bewertung der Wasserfarbe.

In den letzten Jahren gab es auf dem OSD aufbauende Projekte, in dem Messverfahren zur Gewässerüberwachung entwickelt wurden

und in einem Citizens Science-Ansatz für optische Küsten- und Ozeanüberwachung zum Einsatz kamen [9]. In diesem Rahmen wurde zum Beispiel die EyeOnWater Smartphone-App vom „Royal Netherlands Institut for Sea Research“ (NIOZ) entwickelt um der Bürgerwissenschaft einen einfachen Zugang zur Bestimmung nach Forel-Ule zu ermöglichen.

Mit der „EyeOnWater“-App werden Wasseroberflächen mit einer Smartphone Kamera aufgenommen und mit einer Farbskala auf dem Display verglichen, die den FUI des Wassers repräsentieren. Das angewendete Auswertverfahren der RGB-Bilder basiert auf einem sog. WACODI-Code (WATER COLOR from Digital Images, [10] Bei der Methode werden Bilder aus dem sRGB-Farbraum zunächst in den CIE XYZ- Farbraumkoordinaten (CIE 1931, Commission Internationale de l’Eclairage) konvertiert und einer Gamma-Erweiterung sowie einer Beleuchtungskorrektur unterzogen, welche spiegelnde Reflexion an der Luft-Wasser-Grenzfläche berücksichtigt. Die so erhaltenen XYZ-Werte jedes einzelnen Pixels des Bildes werden in x und y Farbkoordinaten und anschließend in einen Farbtonwinkel ( $\alpha_w$ ) der Normfarbtabelle umgewandelt. Auf Grundlage der Verteilungen von  $\alpha_w$  in Teilbereichen des Bildes wird eine Annäherung an die Eigenfarbe des Wassers erreicht, die Zuordnung zu des spezifischen der 21 möglichen FU-Index ist in einer Korrelationstabelle zusammengeführt. Dem Nutzer wird daraufhin ein entsprechender Index der FU Skala zur Auswahl vorgeschlagen. Zusätzlich kann angegeben werden, ob es zum Zeitpunkt der Messung geregnet hat und ob der Gewässergrund im Bild sichtbar war. Beides dient der nachträglichen Qualitätskontrolle der Messung. Abschließend gibt die App eine textliche Erklärung aus, welche Skalenstufe gewählt wurde und was die unterschiedlichen Skalenstufen für den Wasserzustand bedeuten können. Ein Vorteil dieser App ist, dass die Daten frei zugänglich und transparent im Internet auf der eigens entwickelten Webseitenapplikation ([www.eyeonwater.org](http://www.eyeonwater.org), Abbildung 3) hochgeladen werden können und im Anschluss für alle Nutzer auf einer übersichtlichen Karte zur Anzeige oder weiteren Nutzung frei zur Verfügung stehen. Die Regression zwischen den aus radiometrischen Daten und den aus digitalen Bildern extrahierten  $\alpha_w$ , wurden mit einem Bestimmtheitsgrad von  $r^2=0.93$  evaluiert. Problematisch ist, dass trotz der guten Anleitung mit der App teilweise keine verwertbaren Bilder erzeugt werden können.

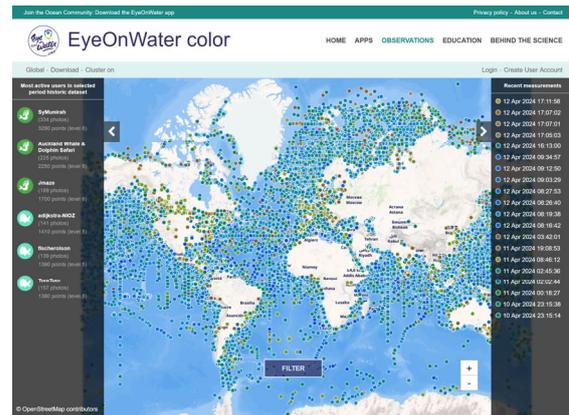


Abb. 3: Webseitenapplikation (eyeonwater) für die Bürgerwissenschaft.

In Anwendungsstudien wurden einige Probleme identifiziert, die im Rahmen weiterer Arbeiten behandelt werden sollten. Hauptsächlich sind variable Beleuchtungsbedingungen sowie der Weißabgleich, eine Rauigkeit der Wasseroberfläche sowie die manuelle Auswahl von Bildausschnitten durch die Anwender mögliche Quellen für Ungenauigkeiten und Abweichungen.

Darüber hinaus kann Sonnenreflektion als vorübergehende Anomalie auftreten, wenn Sonnenlicht von der Meeresoberfläche direkt in den nach unten gerichteten optischen Sensor reflektiert. Faktoren wie Sonnenstand, Blickwinkel des optischen Sensors, Brechungsindex des Wassers, Wolkenbedeckung sowie die Windrichtung und -geschwindigkeit beeinflussen den Effekt des Sonnenglitzers [11]. Bei einem automatisierten Messeinsatz ist somit nicht auszuschließen, dass Messergebnisse durch die Umgebungseinflüsse verfälscht werden, da der Anwender keine präventiven Maßnahmen bei der Bildaufnahme ergreifen wird.

Eine weitere Möglichkeit mit einem weitergehenden Ansatz bietet die „HydroColor“-App, hierbei wird eine Graukarte mit 18 % Reflexionsgrad als Referenzfläche für die Normalisierung von Farbwerten und Korrektur der vorherrschenden Lichtverhältnisse verwendet [12]. Mittels der „HydroColor“-App werden jeweils drei separate Bilder der Umgebung aufgenommen und in Beziehung gesetzt (Himmel, Graukarte und Wasserkörper), darüber hinaus Metadaten von GPS und Gyroskop der Smartphonesensoren. Zunächst werden die aufgenommenen Farbbilder in drei Wellenlängenbereichen (rot, grün und blau) unterteilt, anschließend deren relativer Radianzwert in Bezug auf die Graukarte normalisiert. In Bezug auf das Himmelsbild wird ein annähernd

belichtungsunabhängiges Ergebnis der Remote Sensing Reflectance berechnet, dem gleichen Endprodukt, welches auch aus den Messdaten von Satelliten zur Wasserbeobachtung errechnet wird. Diese Methode ermöglicht eine objektive Auswertung durch Sensoren ohne weitere manuelle Eingaben durch den Benutzer. Die Vergleichbarkeit der Daten wird dadurch erhöht und ein Teil des menschlichen Fehlereinflusses umgangen. Alle Daten werden im Smartphone verarbeitet und gespeichert. Die Daten bestehen aus einer Textdatei, die sowohl Primärdaten und abgeleitete Produkte (Rrs, Lichtwerte, RGB Reflektion, Trübung, Chlorophyllkonzentration) [13] sowie Metadaten (Breitengrad, Längengrad, Datum, Uhrzeit, Sonnenstand, Ausrichtung des Telefons) beinhaltet. Für die HydroColor-Anwendung wird angegeben Rrs im roten, grünen und blauen Teil des sichtbaren Spektrums mit einer Genauigkeit von 26% eines präzisen Radiometers zu messen. Das Endprodukt kann über die App oder über einen Computer abgerufen werden.

**Vorgeschlagener Lösungsansatz – ein automatisches optisches Sensor-System**

Aufgrund dieses Bedarfs an hochauflösenden Langzeitmessungen wurde, aufbauend auf der zuvor erwähnten Datenerfassung durch Bürger mit Smartphones über die EyeOnWater Webseite, ein automatisches optisches Sensorsystem auf Basis eines Raspberry Pi Computers und Kameramodulen entwickelt. Dies ermöglicht sowohl eine stationäre Langzeitanwendung, z. B. auf einem Steg am Wasser, sowie auch mobile automatische Anwendungen. Mit dem System werden Bildzeitreihen und Metadaten automatisch über einen Softwarecode zu der Forel-Ule Skala nach wissenschaftlichen Standards auf Basis des WACODI-Codes ausgewertet. Es wird eine Genauigkeit von  $\pm 2$  FUJ angestrebt, wobei Korrekturverfahren von variablen Beleuchtungsbedingungen sowie der Weißabgleich durch eine Erweiterung mittels einer Graukarte mit 18 % Reflexionsgrad als Referenzfläche für den Farbwert [128 128 128] im RGB-Farbraum vorgesehen werden. Nach der Integration zu einem „Eye on Water Raspberry Pi“ (EOW-RPI) Gesamtsystem werden Prototypen gefertigt und im Feldeinsatz deren Eignung als auch wissenschaftliche Qualität bzgl. der Datenerhebung verifiziert. Anschließend werden die Daten über die bereits etablierte EyeOnWater-Webseite zur Verfügung gestellt und können somit für die Gemeinschaft einen Beitrag leisten.

Das Hauptaugenmerk in diesem Beitrag liegt dabei auf der systematischen interdisziplinären Produktentwicklung, Dokumentation für den Nachbau sowie Verifizierung und Validierung entlang der VDI/VDE 2206 Richtlinie "Entwicklung mechatronischer und cyber-physischer Systeme" von Hardware und Software, hin zu einem optischen Sensorsystem für die DIY – Bürgerwissenschaft.

**Design /Entwicklung und Gesamtintegration zum “Eye on Water RPI”, geeignet zum Nachbau für die Bürgerwissenschaft**

Bei dem Bedien- und Anwendungskonzept des EOW-RPI wurden folgende Phasen unterschieden: Die Vorbereitung zum Aufbau des Systems, dessen regelmäßige Nutzung und die abschließende Veröffentlichung der Daten auf der EyeOnWater-Website. Damit Personen auch mit wenig technischem Grundwissen und einfacher Ausstattung die Umsetzung gelingt, berücksichtigt das Systemkonzept für die Bürgerwissenschaft und Maker-Szene kostengünstigen Materialien für den Gestaltungsprozess, eine einfache Handhabung für den Feldeinsatz bei einem modularen Aufbau der Systemarchitektur. Die modulare Systemarchitektur mit deren Schnittstellen, Energiemodule (EM), Energiemanagement (WPI), Kameramodul (KM), Lokalisierungsmodul (GPS) sowie Speichermodul im wetterfesten Gehäuse für den Außenbereich des EOW und den externen Schnittstellen zur Systemsoftware und zur EOW-Datenbank ist in Abbildung 4 dargestellt.

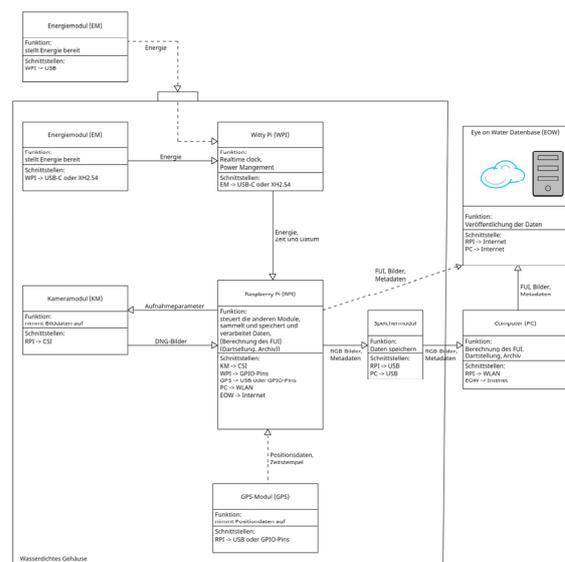


Abb. 4: Systemarchitektur des EOW-RPI mit Hardwaremodulen und Schnittstellen zur Systemsoftware und Datenbank.

### Bedien- und Anwendungskonzept, Materialien sowie technische Dokumentation

Die Vorbereitung umfasst alle Schritte von der Beschaffung aller notwendigen Teile über die Montage der mechanischen Komponenten bis hin zur Installation und Konfiguration der Software, damit das EOW-RPI Sensorsystem für eine Messkampagne einsatzbereit ist. Da das System international Anwendung finden soll, müssen Materialien überall erhältlich sein, für das entwickelte Gehäusemodell des EOW-RPI (Abbildung 5, rechts) wird eine 3D STEP Datei bereitgestellt. Hierbei können die Anwender selbst entscheiden, ob ein eigenes Gehäuse aus Altmaterialien zum Einsatz kommen soll oder sie das entsprechende Gehäuse mittels Rapid Prototyping im 3D-Druckverfahren herstellen. Die Gesamtkosten der benötigten Materialien für das EOW Sensorsystem betragen ca. 250 Euro. Für die Hardware werden mindestens ein Raspberry Pi4 (Modell B 2022, 4GB, Raspberry Pi Fd.), eine Raspberry Pi HQ Kamera (12,3-Megapixel-Sensor Typ Sony IMX477) inkl. C-Mount 16mm Teleobjektiv für HQ Kamera (PT3611614M10MP, CGL Electronic), USB-Datenträger, eine Energieversorgung sowie Gehäuse mit Referenz-Weißabgleich Graukarte 18% (CL-CAM1113, ChromLives) benötigt.

Abbildung 5 (links) veranschaulicht die Komponenten zur Erstellung des EOW-RPI Sensorsystems. Der Aufbau in der Basisversion erfolgt modular und ist darüber hinaus mittels GPS-Sensor (bspw. TTL GPS Modul mit u-blox NEO-6M Chipsatz) oder Initiallagesensor erweiterbar gehalten. Durch eine Erweiterung (Witty Pi, UUGear, Dun Cat B.V.) kann darüber hinaus eine weitere flexible Schnittstelle zur Energieversorgung und Energieverwaltung sowie Echtzeituhr vorgesehen werden, wobei jede der Komponente wieder demontiert werden kann um diese später für andere Projekte erneut zu verwenden. Die Software wird für die Nutzer vorkonfiguriert als fertiges SD-Karten-Image bereitgestellt

Im Feldeinsatz speichert das EOW-RPI Sensorsystem verlustfreie DNG-Bilddaten (Digital-Negative-Format) sowie Standard-EXIF-Metadaten (Exchangeable Image File Format) auf Basis eines Zeitstempels, automatisch in vordefinierten Zeitintervallen auf einem wechselbaren externen USB-Datenträger. Für eine spätere Korrekturberechnung des Weißabgleichs ist im aufgenommenen Bildbereich jeweils ein sichtbarer Anteil der Graukarte enthalten.



Abb. 5: 3D Gehäusemodell des EOW-RPI (rechts), Komponenten zur Erstellung des EOW-RPI Sensorsystems (links).

Die Graukarte wird statisch über eine integrierte Halterung am EOW-Sensorsystem positioniert. Die Bildaufnahmen erfolgen daher ohne automatischen Weißabgleich. Referenzdaten zur Standortposition werden entweder automatisch über den optionalen GPS-Empfänger erfasst, alternativ kann die zugehörige Geolokation über die Benutzeroberfläche der Systemsoftware während der Nachbearbeitung für alle Daten manuell eingetragen werden. Im regulären Betrieb kann das EOW-RPI Sensorsystem mittels ssh-Client im lokalen Netzwerk überwacht werden. Für einen längerfristigen automatischen Feldeinsatz ist ausreichend Speicherkapazität zu berücksichtigen. Im verlustfreien DNG Format erfordert ein Bild mit maximaler Auflösung von 4056x3040 Pixel 17,6 MB Speicherplatz, was im Einsatz bei durchschnittlich 4 Messungen pro Tag mit je 2 Bildern ca. 1 GB Daten pro Woche entspricht. Bei der Positionierung am Messstandort wird die Kamera in einem Winkel von 30 Grad zur Wasseroberfläche und in Richtung Norden ausgerichtet, um direkte Sonnenreflexionen von der Wasseroberfläche zu vermindern. Zur korrekten Neigungsausrichtung ist hierfür eine Markierung am Gehäuse des Sensorsystems angebracht, so dass im Feld keine weiteren Hilfsmittel benötigt werden. Der Sichtbereich sollte nur die Graukarte sowie die zu messende Wasseroberfläche, jedoch nicht den Boden des Gewässers und keine weiteren fremden Objekte wie bspw. Pflanzen, einschließen.

### Datenverarbeitung Softwarecodes und Benutzeroberfläche, API Schnittstelle zur EyeOnWater-Datenbank

Für die abschließende Veröffentlichung der FU-Werte einer Messreihe auf der EyeOnWater-Website werden die aufgenommenen DNG-Bilddaten zunächst vom USB-Datenträger auf einen PC übertragen. Im Anschluss erfolgt über die grafische

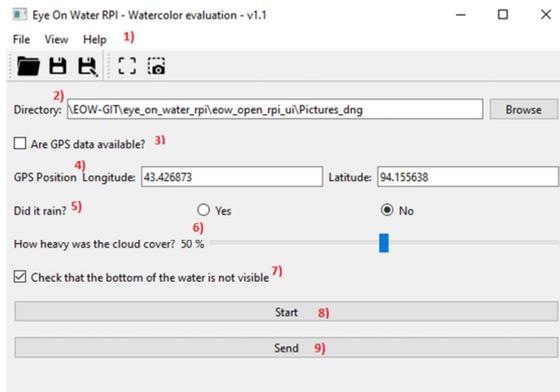


Abb. 6: Grafische Benutzeroberfläche des EOW-RPI Sensorsystems.

Benutzeroberfläche (Abbildung 6) der Systemsoftware eine automatische Auswertung, wobei zusätzlichen Informationen wie bspw. die Standortlokation durch die Anwender ergänzt werden können. Als Programmiersprache wurde Python verwendet, dies ist bereits im Raspberry Pi OS vorinstalliert und für die Entwicklung von Internet of Things (IoT) Projekten weit verbreitet. Mit einem Raspberry Pi benötigt der Prozess von Bildaufnahme bis zur finalen Auswertung circa drei Minuten.

Die Datenverarbeitung erfolgt über fünf Ebenen (Abbildung 7) von den Rohbilddaten bis zu einem standardisierten und qualitätsgesicherten CSV-Datensatz mit FU-Wert und Metadaten.

Ausgehend von den Rohdatenformat in Ebene 1, erfolgt in Ebene 2 eine Vorverarbeitung zur Konvertierung der Rohdaten in RGB-Bilddaten über Demosaicing. Vorhergehend erfolgt eine Gamma-Offsetkorrektur auf Basis der EXIF-Metadaten sowie Normalisierung des Weißabgleichs aller RGB-Farbkanäle, welche sich aus dem Mittelwert der Farbverteilung der Graukarte berechnet. Bei einer erfolgreichen Korrektur weisen somit alle drei Farbkanäle die gleiche Intensität unter neutraler homogenen Beleuchtung auf.

In der Ebene 3 wird ein standardisierter Datensatz aus Bild, sowie Metadaten wie Zeitstempel und Positionsdaten zusammengeführt, sowie anschließend das Bild automatisch qualitätsgesichert auf Muster von Sonnenglitzern oder Schaumkronen analysiert. Die Anomalieanalyse erfolgt nach der evaluierten Mustererkennung von Garaba et. al. und basiert auf einer Schwellenwertverteilung Graustufenhistogramm. Im Falle einer erkannten Abweichung wird einem Bild eine Markierung im Metadatensatz (flag) zugeordnet und aus

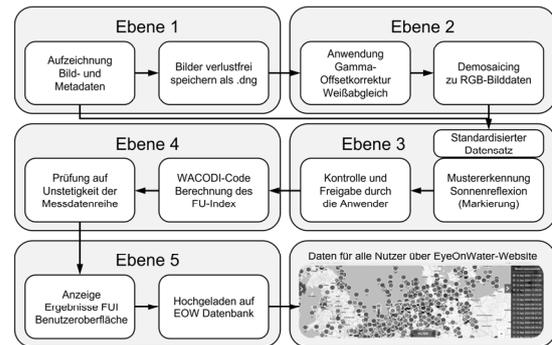


Abb. 7: Datenverarbeitungsebenen von den Rohbilddaten bis zu einem Datensatz mit FU-Wert und Metadaten zur Übertragung in die EOW-Datenbank.

den folgenden Analyseschritten ausgeschlossen. Dieser Schritt wird durch den Anwender nach manueller Kontrolle über die EOW-Benutzeroberfläche bestätigt.

Die Berechnung des FU-Index erfolgt in der Ebene 4, basierend auf dem WACODI-Algorithmus der EyeOnWater App, wie zuvor im Kapitel Stand der Wissenschaft und Technik beschrieben. In dem EOW-Programmablauf wird u. a. der Mittelwert aller im Bildbereich vorliegenden Farbtonwinkel ( $\alpha_w$ ) gebildet und abschließend über die bekannte  $\alpha_w$  Korrelationstabelle der FU errechnet. Beispielsweise entspricht die Spektralwinkelfunktion von  $225^\circ$  auf Basis des CIE-Normfarbsystem ein FU von 2 für die Eigenfarbe eines Gewässers. Bei sprunghaften Veränderungen des FU werden Ausreißer in einer zusammenhängenden Messdatenreihe überprüft und im Datensatz markiert.

Mit der abschließenden 5. Datenverarbeitungsebene wird der standardisierte Datensatz mit dem errechneten FU ergänzt und zur Übertragung in die EOW-Datenbank vorbereitet. Die Ergebnisse können über die entwickelte grafische Benutzeroberfläche des EOW-Systems angesehen, sowie nach Registrierung eines Autorisierungstokens auf der EOW Datenbank hochgeladen werden. Die Definition der Programmierschnittstelle nach dem OpenAPI 3-Standard (<https://www.eyeonwater.org/iot-api/>) wurde im Projekt durch den Betreiber der Webseite von [eyeonwater.com](https://www.eyeonwater.com) (MARIS B.V.; Niederlande) unterstützt. Über HTTP-Standard multipart/form-data, können dabei mehrteilige Anfragen ohne unnötigen Datenaufwand gesendet werden, da ein oder mehrere Datensätze in einem einzigen Textkörper zusammengefasst sind. Schlussendlich stehen die Daten allen Nutzern und Forschenden über die EyeOnWater-Webseite zur Verfügung.

## Evaluation des Eye on Water RPI Systems

Im Verlauf der Entwicklung wurden funktionale technische Eigenschaften zum modularen Systemaufbau, Softwarefunktionalitäten sowie Services zum Heraufladen von Daten auf die internationale Datenbank erprobt. Nach der Systemintegration erfolgte eine Handhabungsstudie bei der das EOW-RPI Sensorsystem im Feldeinsatz angewendet wurde (Abbildung 8, links), die gewonnene Datenbasis wurde aufgrund des kurzen Einsatzzeitraums nicht zur Evaluation des Messverfahrens herangezogen. Hierzu wurde eine systematische Betrachtung über Vergleichsmessungen bei variierender Umgebungsbeleuchtung anhand FU-Referenzfarbwerttafeln des Forel Ule Colour Book durchgeführt [14]. Bei dem Experiment wurde eine Ringleuchte mit einstellbarer Farbtemperatur als Beleuchtungsquelle verwendet. Im Zentrum der Lichtquelle befindet sich die Kamera des Raspberry Pi EOW sowie dessen Halterung mit der Referenzgraukarte, welche im unteren Teil des Bildausschnitts abgebildet wird (Abbildung 8, rechts). Für jede der 21 FU-Referenzfarbwerte wurden Bildaufnahmen unter unterschiedlichen Farbtemperaturen bei 3200 K, 3900 K, 4600 K sowie 5300 Kelvin aufgenommen und die FU der 84 Bildvariationen, bei Anwendung der Farbkorrektur über die Referenzwerte der Graukarte, ausgewertet.

Abbildung 9 zeigt die Ergebnisse des Laborversuchs, für jede der 4 eingestellten Umgebungslichttemperaturen. Auf der Ordinate sind die gemessenen FUIs gegen die Referenz FUI auf der Abszisse aufgetragen, die Winkelhalbierende gibt den Referenzwert wieder.



Abb. 8: Laboraufbau zur Ermittlung des Weißlichtabgleichs in Abhängigkeit der Umgebungslichttemperatur (rechts), Handhabungsstudie im Feldeinsatz des EOW-RPI Sensorsystems (links).

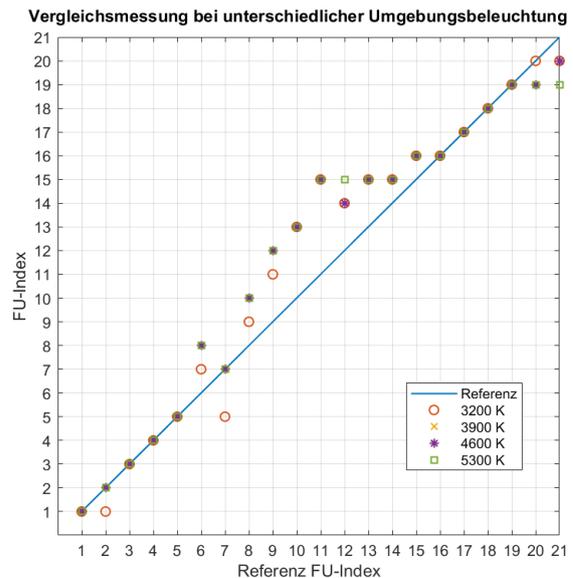


Abb. 9: Ergebnisse des gemessenen Forel-Ule-Index im Laborversuch bei unterschiedlichen Umgebungslichttemperaturen. Auf der Ordinate sind die gemessenen FUIs gegen die Referenz FUI auf der Abszisse aufgetragen, die Winkelhalbierende gibt den Referenzwert wieder.

Die Messdaten von 39 ausgewerteten Bildern korrelieren mit dem zugeordneten FUI Referenzwert. Weitere 18 weichen um einen FUI sowie 16 Werte um zwei FUI, des tolerierbaren Fehlerintervalls von  $\pm 2$  FU ab. Bei den Messungen der FUIs 9, 10 und 11 weisen insgesamt 11 Messwerte eine größere Abweichung auf. Im Vergleich von identischen Farbwertfolien ergeben sich geringe Unterschiede bei den vier unterschiedlichen Lichttemperaturen. Ausnahmen bilden hierbei u. a. FU2 - 3200 K, FU6 - 3200 K und FU21 - 5300 K, wo identische FUI bei variierenden Farbtemperaturen abweichen. Mit dem Laborversuch wurde deutlich, dass der Einfluss der Umgebungsbeleuchtung durch die Verwendung einer Graukarte und der Anpassung eines individuell für jedes Bild bestimmten Weißabgleichs reduziert werden kann. Allerdings gibt es systematische Abweichungen vom bekannten Zielwert. Die Identifikation der FUI 9 bis 12 ist mit 3 FUI außerhalb des tolerierten Fehlerintervalls unzureichend. Die Kostenreduktion des Gesamtsystems ist mit einer Einschränkung der Auswahl der verwendbaren Bildsensoren verbunden, was u. a. zu einer geringeren Qualität der Bilddaten führen kann. Bis auf wenige Ausnahmen kann der ermittelte FUI für einen jeweiligen Farbwert bei unterschiedlichen Beleuchtungsbedingungen als homogen betrachtet werden.

## Zusammenfassung und Ausblick

Ausgehend des Handhabungskonzeptes für Aufbau und Betrieb eines neuen optischen Sensorsystems für die Bürgerwissenschaft zur Erfassung von Gewässerfarben nach Forel-Ule, wurde das Systemkonzept des Eye on Water RPI systematisch entwickelt und prototypisch umgesetzt. Mit dem Projekt konnte eine umfangreiche Dokumentation zum Nachbau des Eye on Water RPI erstellt werden, die auf Anfrage zur Verfügung gestellt wird. In der Diskussion der Ergebnisse wurde deutlich, dass einige gemessenen FUI systematisch vom Zielwert abweichen. Zur Kompensation von systematischen Abweichungen sollten daher Anpassungen von Parametern des WACODI-Codes weiter betrachtet werden, die zahlreichen Bilddatensätze der EOW-Datenbank können hierfür eine Trainings-Datengrundlage bilden. Für den stationären Langzeiteinsatz oder für mobile Anwendungen sind fortführende anwendungsbezogene Feldstudien ergänzend vorzusehen. In dem Zuge kann das EOW-Sensorsystem ebenfalls auf das aktuelle Raspberry Pi Betriebssystem „Bookworm“ migriert werden. Darüber hinaus sind optionale Erweiterungen mittels Weitwinkel-Optik denkbar. Der größere Sichtbereich würde das Sensorsystem im Rahmen neuer Fernerkundungen oder strukturellem Monitoring ergänzen. Die Daten, die mit dem Raspberry Pi von Eye On Water gesammelt werden, können dazu beitragen, die Forschungsbasis für die Limnologie und Ozeanologie zu bereichern. Die vielfache Verwendung von Forel-Ule-basierten Messgeräten und die Dokumentation der Daten helfen, die richtigen Schwerpunkte für eine detailliertere Untersuchung der Hydrosphäre und der Ökosysteme zu setzen.

## Beitrag der Autoren und Danksagungen

NR war für Hauptkonzept und Architektur des Systems verantwortlich und entwarf und schrieb die Arbeit, zu der die weiteren Autoren beitrugen. Für das statistische Modell sowie Referenzmessumgebung trug JW zu. FB Datenmodellentwicklung und Integration sowie Verifizierung. Dank für das Engagement des Entwicklungsteams der Webseite von eyeonwater.com (MARIS B.V.; Niederlande) für die Bereitstellung der EyeOnWater Internet of Things API. Das Projekt wurde durch den Forschungsfond der Jade Hochschule unterstützt.

## Literaturnachweis

- [1] NASA/Goddard Space Flight Center/Reto Stöckli (Instrument: Terra – MODIS, RELEASE

- DATE: OCTOBER 9, 2007), 2007. Online verfügbar unter <https://earthobservatory.nasa.gov/images/8108/twin-blue-marbles>, zuletzt geprüft am 13.04.2024.
- [2] Kirk, John T. O., *Light and Photosynthesis in Aquatic Ecosystems*. Third edition, (2011); doi: 10.1017/CBO9781139168212
- [3] NASA Ocean Biology Processing Group. (2019). Ancillary Data Sources. Online verfügbar unter <https://oceancolor.gsfc.nasa.gov/docs/ancillary/>, zuletzt geprüft am 13.04.2024.
- [4] S. Novoa, M. R. Wernand, H. J. van der Woerd, „*The Forel-Ule scale revisited spectrally: preparation protocol, transmission measurements and chromaticity.*“, JEOS:RP 8. (2013); doi: 10.2971/jeos.2013.13057
- [5] S. Novoa, M. R. Wernand und H. J. van der Woerd, „*The modern Forel-Ule scale: a 'do-it-yourself' colour comparator for water monitoring.*“, JEOS:RP 9. (2014); doi: 10.2971/jeos.2014.14025
- [6] J. Pitarch, „*A Review of Secchi's Contribution to Marine Optics and the Foundation of Secchi Disk Science.*“ *Oceanog* 33 (3). (2020); doi: 10.5670/oceanog.2020.301
- [7] M. R. Wernand, H. J. van der Woerd und W. W. C. Gieskes, „*Trends in Ocean Colour and Chlorophyll Concentration from 1889 to 2000, Worldwide.*“, *PloS one* 8 (6): e63766 (2013); doi: 10.1371/journal.pone.0063766
- [8] A. Kopf, M. Bica, R. Kottmann, J. Schnetzer, I. Kostadinov, K. Lehmann, A. Fernandez-Guerra et al., „*The Ocean Sampling Day Consortium.*“ *GigaScience* 4:27. (2015); doi: 10.1186/s13742-015-0066-5
- [9] L. Ceccaroni, J. Piera, M. R. Wernand, O. Zielinski, J. A. Busch, H. J. van der Woerd, R. Bardaji et al., „*Citclops: A Next-Generation Sensor System for the Monitoring of Natural Waters and a Citizens' Observatory for the Assessment of Ecosystems' Status.*“ *PloS one* 15 (3): e0230084 (2020); doi: 10.1371/journal.pone.0230084
- [10] S. Novoa, M. R. Wernand und H. J. van der Woerd, „*WACODI: A generic algorithm to derive the intrinsic color of natural waters from digital images.*“ *Limnology & Ocean Methods* 13 (12): 697–711 (2015); doi:10.1002/lom3.10059
- [11] S. P. Garaba, J. Schulz, M. R. Wernand, O. Zielinski, „*Sunglint Detection for Unmanned and Automated Platforms.*“ *Sensors* 12 (9): 12545–61 (2012); doi:10.3390/s120912545
- [12] T. Leeuw, E. Boss, „*The HydroColor App: Above Water Measurements of Remote Sensing Reflectance and Turbidity Using a Smartphone Camera.*“ *Sensors* 18 (1) (2018); doi: 10.3390/s18010256
- [13] L. Goddijn-Murphy, D. Dailloux, M. White, D. Bowers, „*Fundamentals of in Situ Digital Camera Methodology for Water Quality Monitoring of Coast and Ocean.*“ *Sensors* 9 (7): 5825–43 (2009); doi: 10.3390/s90705825
- [14] I. Kopelman unter Mitarbeit von M. Wernand. *Indexing Water*. Roma publication 337 (2018) ISBN-13: 9789492811332

# Kontinuierliche Ammoniakbestimmung durch Leitfähigkeitsmessungen im Kondensat

*Heike Wünscher<sup>1</sup>, Steffen Herbst<sup>1</sup>, Andreas Frank<sup>2</sup>, Jean Michel Zapf<sup>2</sup>, Thomas Frank<sup>2</sup>, Michaela Schnider<sup>3</sup>*

<sup>1</sup>*CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik, Konrad-Zuse-Straße 14, 99099 Erfurt, Deutschland*

<sup>2</sup>*Umwelttechnik MCZ GmbH, Hohe Straße 8, 61231 Bad Nauheim, Deutschland*

<sup>3</sup>*Lukeneder GmbH, Dr.-Friedrichs-Ring 41, 08056 Zwickau, Deutschland*

## Zusammenfassung

Ammoniakgas entsteht in Biogasanlagen bei der Vergärung stickstoffreicher Substrate. Es übt einen direkten Einfluss auf die Effizienz der Biogaserzeugung aus, indem es die Aktivität wichtiger Mikroorganismen beeinflusst. Ein niedriger, weitgehend stabiler Gehalt ist für die Wirtschaftlichkeit und Stabilität der Anlagen wesentlich. Daher wird ein Überwachungssystem entwickelt, das über einen bestimmten Zeitraum kontinuierlich misst. Für ein Ammoniakmesssystem stellen die korrosiven Eigenschaften des Biogases, die äußerst komplexe Zusammensetzung und der hohe Kohlendioxidgehalt wesentliche Herausforderungen dar.

Für die Bestimmung wurde deshalb ein Verfahren entwickelt, das auf dem einfachen Prinzip der elektrischen Impedanzmessung beruht. Zur Verringerung der Querempfindlichkeiten durch gelöste Gase z.B. CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S und flüchtige Karbonsäuren wird diese jedoch in einem Kondensat realisiert. Dieses wird erzeugt, indem das zu untersuchende Gas in eine stark basische wässrige Lösung geleitet und an einer gekühlten Oberfläche kondensiert wird, in die eine Interdigitalelektrode integriert wurde. Die sauren Komponenten des Biogases werden dabei in ihre nichtflüchtigen Formen überführt und gelangen somit nicht ins Kondensat.

Der hohe CO<sub>2</sub>-Gehalt des Biogases überfordert jedoch bei gewerbsmäßiger Benutzung schnell die Kapazität der Base. Daher muss das Kohlendioxid im Rahmen einer Vorreinigung abgetrennt werden. Etablierte physikalische Trenntechnologien sind dafür nicht geeignet, da sie den Ammoniakgehalt unkontrollierbar verändern. Deshalb wurde ein eigener Trennprozess evaluiert, mit dem Ammoniak definiert angereichert wird. Das Messsystem sowie erreichte Ergebnisse werden vorgestellt.

**Keywords:** Biogas, Interdigitalelektrode, Impedanz, Gassensorik

## 1. Einleitung

Ammoniak entsteht in Biogasanlagen bei der Vergärung stickstoffreicher Substrate. Das Gas übt einen direkten Einfluss auf die Effizienz der Biogaserzeugung aus, indem es die Aktivität wichtiger Mikroorganismen beeinflusst, d.h. in der Regel hemmt. Bei der Verstromung von Biogas kann zudem ein zu hoher Ammoniakgehalt die Lebensdauer von Komponenten im Blockheizkraftwerk (BHKW) deutlich reduzieren.

Da sich Mikroorganismen in begrenztem Maße auf die Situation einstellen können, ist ein niedriger, weitgehend stabiler Gehalt für Effizienz und Stabilität der Anlagen wesentlich [1]. Aktuell gibt es jedoch kein System, das den Ammoniakgehalt von Biogas inline misst und dabei einen weiten Konzentrationsbereich überstreicht. Daher werden Rückschlüsse auf die Gaszusammensetzung meist aus Stichproben gezogen, wie dies in den Regelwerken (z.B. VDI 3869, VDI 3496 oder DIN 38406-E5) beschrieben ist. Für den

Betreiber sind neben der Notwendigkeit der Probennahme auch der zeitlich verzögerte Erhalt der Ergebnisse und der zusätzliche Aufwand für die Anlagendokumentation nachteilig. Es soll deshalb ein inline-Messsystem entwickelt werden, das einen großen Konzentrationsbereich abdeckt und eine einfache Anbindung an ein elektronisches System erlaubt. Eine ausreichende Stabilität, einfaches Handling und ein angemessener Aufwand bei der Instandhaltung spielen ebenfalls eine wichtige Rolle. Entwicklungsziel war daher ein Messsystem, das all diese Bedingungen erfüllt und finanziell erschwinglich ist.

Bei der Entwicklung eines Ammoniakmesssystems für Biogas stellen die korrosiven Eigenschaften und die äußerst komplexe Zusammensetzung große Herausforderungen dar. Den wertbestimmenden Bestandteil des Gases

bildet das Methan mit einem Anteil von ca. 60 % [2]. Daneben kommen große Mengen nicht nutzbarer Gase vor, wie Kohlendioxid und Wasserdampf sowie eine Reihe problematischer Komponenten z.B. Schwefelwasserstoff und Ammoniak. Hohe Ammoniakgehalte verursachen zudem teilweise feste Ablagerungen auf Oberflächen.

Unter Berücksichtigung dieser speziellen Bedingungen wurde zur Ammoniakbestimmung ein System auf Basis einer Leitfähigkeitsmessung entwickelt. Bei Auswahl eines stabilen Elektrodenmaterials ist dieses Verfahren relativ robust. Das Methan sowie andere unlösliche Gasbestandteile stören die Bestimmung nicht. Bei der Gestaltung der Elektroden in Form flacher Interdigitalelektroden (IDE) lassen sich diese ggf. durch Abwischen reinigen. Allerdings wird für die Messung eine wässrige Phase benötigt. Diese muss generiert werden, bevor die Konzentrationsbestimmung beginnt.

## 2. Detektionsprinzip

Für die Bestimmung wird eine IDE genutzt. Um die wässrige Phase zu erzeugen, wird die IDE gekühlt, sodass sich auf ihrer Oberfläche ein Kondensat bildet (Abb. 1). Letzteres wird über einer wässrigen Basenlösung erzeugt, in die das zu bestimmende ammoniakhaltige Gas eingeleitet wird. Die inline-Messung von Ammoniak basiert auf der Impedanz dieses Kondensats. Gegenüber einer klassischen Leitfähigkeitsmessung hat dieses Vorgehen den Vorteil einer Verringerung der Querempfindlichkeit gegenüber Gasbestandteilen, die in Wasser löslich sind und dissoziieren können, z.B. Kohlendioxid, Schwefelwasserstoff und flüchtige Karbonsäuren. Je nach ihrem Verhältnis zum Ammoniakanteil können diese Komponenten die Leitfähigkeit erhöhen, aber auch erniedrigen, da sie die Basewirkung des Ammoniaks neutralisieren können. Daher ist eine rechnerische Korrektur unmöglich.

Da es sich bei den störenden Verunreinigungen ausschließlich um saure Komponenten handelt, können sie durch Einleiten in die Basenlösung in ihre nichtflüchtigen Formen überführt werden, sodass sie nicht ins Kondensat gelangen. Der pH-Wert der Basenlösung sollte zu diesem Zweck einen Wert von 10 übersteigen. Ammoniak wird unter diesen Bedingungen aus der Lösung freigesetzt und kann zusammen mit dem Wasserdampf kondensiert werden. Er verteilt sich während der Messung auf die Flüssigkeit und die darüber liegende Gasphase entsprechend der Henry-Konstante. Am

Kondensattropfen stellt sich erneut ein Verteilungsgleichgewicht ein.

Die Erzeugung und Impedanzmessung des Kondensats stellen den Kernpunkt des entwickelten Messsystems dar. Da Ammoniak in Wasser dissoziiert, erhöht sich die Leitfähigkeit des Tropfens im Vergleich zu einem rein wässrigen Kondensat und die Impedanz sinkt. Ammoniak ist die einzige basische Komponente des Biogases. Daher beeinflusst sie allein die Impedanz und stellt damit ein Maß für seinen Gehalt im Gas dar.

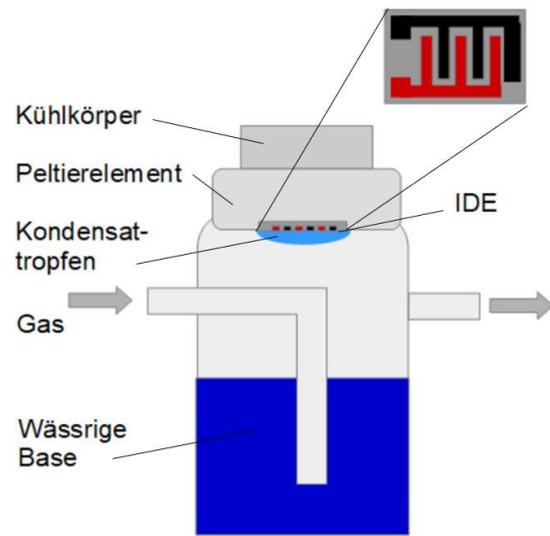


Abb. 1: Prinzipieller Aufbau

In früheren Versuchen konnte bereits gezeigt werden, dass diese Methode prinzipiell funktioniert und Ammoniak auch bei einem niedrigen Gehalt erfasst werden kann [3].

## 3. Trennkonzzept

Die geringe Selektivität des Messverfahrens stellt eine wesentliche Herausforderung für die Richtigkeit der Ergebnisse dar. Denn durch Einleiten in die Base können nur geringe Restgehalte der Säure bildenden Gase wirkungsvoll abgefangen werden. Der  $\text{CO}_2$ -Gehalt des Biogases, der einen Anteil von 25 ... 55 Vol % ausmacht, führt bei gewerblicher Nutzung jedoch dazu, dass die Kapazität der Basenlösung bereits nach kurzer Zeit erschöpft ist und ersetzt werden müsste [4]. Die notwendige Häufigkeit ist für den Betreiber unakzeptabel.

Der Hauptteil des Kohlendioxids muss deshalb bereits vor dem Einleiten in die Base entfernt werden. Dazu ist ein leistungsfähiges Trennverfahren erforderlich, das sich auch für den größeren Maßstab der realen Biogasproduktion eignet, die Konzentration des  $\text{NH}_3$  jedoch nicht unkontrollierbar verändert.

Etablierte physikalische Trenntechnologien, wie z.B. Gaswäsche, Swing-Trockner oder Druckwechseladsorption erwiesen sich aus diesem Grunde als ungeeignet. Deshalb wurde nach leistungsfähigen Alternativen für den technischen Maßstab gesucht. In der Patentliteratur ist ein Anreicherungsverfahren beschrieben, das für die Vorreinigung erprobt wurde. Es beruht auf der Komplexbildung des gasförmigen Ammoniaks. Dabei wird dieser als Ligand selektiv an ein festes 3d-Übergangsmetallsalz angelagert und thermisch daraus freigesetzt [5]. Der Prozess ist reversibel.

Nach dieser Anreicherungsprozedur wird das ammoniakhaltige Gas in die Base eingeleitet, wo nur noch Reste der störenden Bestandteile entfernt werden müssen. Die dabei gebildete Gasphase wird dann an der IDE kondensiert und die Impedanz bestimmt. Durch definierte Zugabe eines Spikegases mit bekanntem Ammoniakgehalt kann die Messung kalibriert werden (Abb. 2). Gleichzeitig kann überprüft werden, ob die Gasreinigung erfolgreich war, oder ob saure Komponenten die Leitfähigkeit des Kondensats beeinflussen.

#### 4. Aufbau

Funktionelle Hauptkomponenten des Messsystems bilden die Gasseparationseinheit, an der die Hauptmenge der störenden Verunreinigungen entfernt und Ammoniak definiert angereichert wird, und die Kondensationseinheit, an der die Leitfähigkeitsmessungen im Kondensat stattfinden (Abb.2).

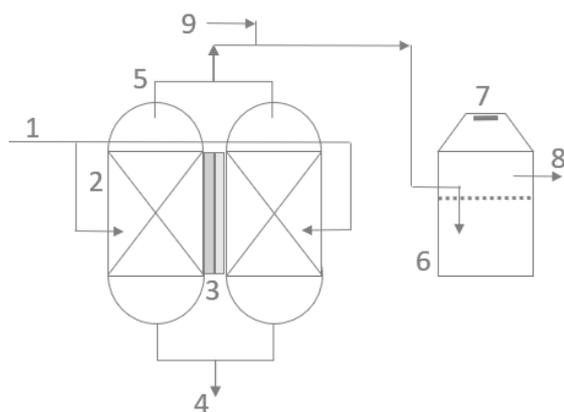


Abb. 2: Gesamtsystem

- 1 Einlass Biogas
- 2 Festbettreaktor mit 3d-Übergangsmetallsalz
- 3 Peltierelement
- 4 Gasausgang (CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> und Restgase)
- 5 Ammoniakauslass

- 6 Behälter mit Basenlösung
- 7 Kondensationseinheit
- 8 Exhaust
- 9 Auffüll- /Spikegas

#### 4.1. Gasseparationseinheit

Die Gasseparationseinheit besteht aus zwei Festbettreaktoren, die beide mit dem festen Übergangsmetallsalz z.B. NiSO<sub>4</sub>·6 H<sub>2</sub>O gefüllt sind. Beide sind mit einem Peltierelement ausgestattet und können jeweils geheizt und gekühlt werden. Über Ventile wird der Gasein- und -auslass gesteuert.

Wie in Abb. 2 dargestellt ist, wird im ersten Schritt das Gas über den Einlass 1 dem Reaktor zugeführt, wobei das Salz bei niedriger Temperatur überströmt wird. Ammoniak wird selektiv koordinativ gebunden, während Kohlendioxid und andere Gasbestandteile den Reaktor weitgehend ungehindert passieren können. Letztere werden über den Gasausgang 4 entfernt. Im zweiten Schritt wird der Ammoniak bei erhöhter Temperatur aus dem Festbettreaktor freigesetzt. Das Salz steht danach für eine erneute Beladung zur Verfügung. Die beiden Reaktoren werden dabei wechselseitig beheizt bzw. gekühlt, sodass ein kontinuierlicher Gasstrom erhalten bleibt. Das ammoniakhaltige Gas verlässt den Festbettreaktoren verzögert über den Ammoniakauslass 5, sodass es der Kondensationseinheit zugeführt werden kann.

#### 4.2. Kondensationseinheit

Die Kondensationseinheit besteht aus einem Sensorchip aus Silizium mit einer Interdigitalstruktur (IDE) und einer Temperaturdiode, die in eine PCB aus FR-4-Material intergriert ist. Von der Rückseite wird der Siliziumchip mit einem Peltierelement gekühlt (Abb. 3). Für eine effiziente Kühlung ist es mit Wärmeleitkleber direkt auf dem Sensorelement montiert. Vier Öffnungen an den Ecken der PCB erlauben die Verschraubung mit dem Gefäß, das die Base enthält.

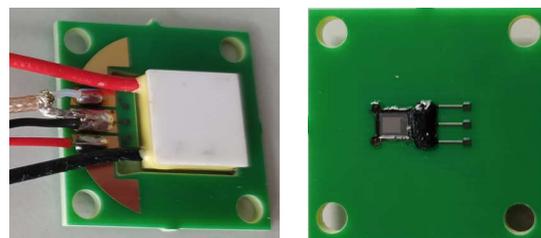


Abb. 3: Kondensationseinheit, rechts: PCB-Rückseite mit Peltierelement, links: PCB-Vorderseite

Die Kondensationseinheit wird über dem mit der Base gefüllten Gefäß angeordnet. Die IDE ist dabei nach unten gerichtet, damit sich das Kondensat bilden und wieder in die Flüssigkeit tropfen kann. Dadurch stellt sich ein stabiler Zustand an der IDE ein und die Impedanz erreicht konstante Werte.

Als Elektrodenmaterial der IDE wurde Molybdändisilizid ( $\text{MoSi}_2$ ) ausgewählt. Es besitzt keine Isolation, sodass die Leitbahnen mit dem Kondensat galvanisch gekoppelt sind. Die Oberfläche ist eben und porenfrei und kann leicht gereinigt werden. Das Elektrodenmaterial erwies sich in Ammoniaklösung als korrosionsstabil über Monate hinweg [3].

Die PCB ist durch Drahtbonden mit dem Sensorchip verbunden. Über Durchkontakte werden die elektrischen Kontakte auf die Rückseite geführt, wo sie besser gegenüber dem Medium geschützt sind. Die Oberfläche und die Leitbahnen wurden durch Lötstopplack bzw. die Abscheidung von ChemNiPdAu weitgehend versiegelt. Die Durchkontakte wurden außerdem durch ein Plugging verschlossen. Die Kontaktbereiche zwischen Sensorchip und PCB sowie die gebondeten Bereiche sind vergossen.

## 5. Funktion

### 5.1. Ammoniakmesssystem

Das Ammoniakmesssystem ist für die Anbindung an das Rohrleitungssystem des Fermenters vorgesehen, an dessen Ausgang bzw. an einem Bypass daran. Damit soll die  $\text{NH}_3$ -Erzeugung zu festgelegten Zeiten, z.B. nach einer Substratzugabe kontinuierlich über einen bestimmten Zeitraum verfolgt werden. Das Biogas (ggf. nach der  $\text{H}_2\text{S}$ -Bestimmung) wird dabei mit einer Pumpe dem Messsystem dosiert zugeführt. Es passiert einen der beiden Festbettreaktoren, in denen das  $\text{NH}_3$ -Gas zeitweise fixiert wird. Die übrigen Gasbestandteile, u.a. das bei der Biogaserzeugung erwünschte Methan, verlassen den Reaktor und können wieder dem Nutzgasstrom zugeführt werden.

Nach Freisetzung des Ammoniaks aus dem Festbettreaktor wird mit dem Auffüll- bzw. Nullgas ein definiertes Gasvolumen hergestellt, das schließlich in die Basenlösung eingeleitet und kondensiert wird. Das ammoniakhaltige Gas gelangt am Ende in den Exhaust 8 und kann durch Säure neutralisiert und ggf. entsorgt werden.

Die Impedanzmessung erfolgt kontinuierlich anhand einer einzelnen Frequenz. Dafür

erweist sich der Bereich zwischen ca. 20 kHz und 100 kHz als geeignet.

Nach der Equilibrierung bildet das Kondensat einen zusammenhängenden Tropfen, der die gesamte Oberfläche der IDE bedeckt. Er ist etwa 1 mm dick. Typischerweise liegt die Eindringtiefe des elektrischen Streufeldes der IDE im Bereich der räumlichen Periode der Elektroden [6-9]. Da die hier verwendeten Elektroden eine Breite von 33  $\mu\text{m}$  und einen Abstand von 25  $\mu\text{m}$  haben, beträgt die räumliche Periode 58 mm. Innerhalb dieses Bereichs entsteht während der Impedanzmessung ein elektrisches Feld, auf den sich der Stromfluss konzentriert. Weil die Dicke der Kondensatschicht ist sehr viel größer als dieser räumliche Bereich, haben kleinere Dickenunterschiede des Kondensattropfens keinen Einfluss auf das Ergebnis.

Die Dauer der Equilibrierung des Systems hängt von äußeren Parametern, wie den Volumina von Basenlösung und Gasphase, dem Volumenstrom und der Temperaturdifferenz ab.

### 5.2. Temperaturmanagement

Das Messsystem soll bei Umgebungstemperaturen arbeiten, die auch oberhalb der normalen Raumtemperatur liegen können, um die Anwendung an heißen Sommertagen zu ermöglichen. Durch die Temperaturabhängigkeiten der verschiedenen Gleichgewichte und der Messelektronik sind konstante Temperaturen an der IDE und der Umgebung für die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wichtig.

Das Temperaturmanagement des Peltierelementes wird auf Basis einer aktiven Kühlung mit Kühlkörper und Lüfter realisiert. Die Regelung des Peltierelementes beruht auf den Daten der Temperaturdiode des Siliciumsensors. Die Diodenflussspannung bei Konstantstrom (100  $\mu\text{A}$ ) bildet das Maß für die aktuelle Temperatur. Der PID-Regler des Controllers TEC-1091 (Fa. Meerstetter Engineering) übernimmt die Regelung.

Die Impedanzdaten werden einer AD-Wandlung unterzogen, um deren Verarbeitung außerhalb des Ex-Schutzbereichs der Biogasanlage zu ermöglichen. Dazu wird der Schaltkreis AD5933 (Fa. Analog Devices) genutzt, der in der Nähe der IDE platziert ist (Abb. 4).

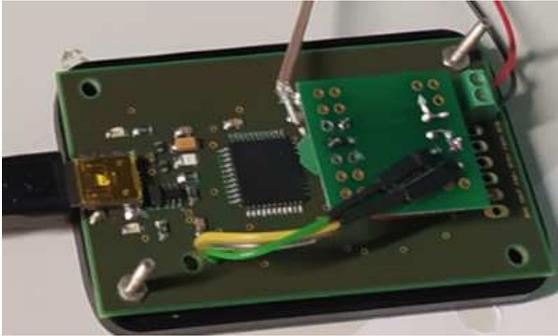


Abb. 4: Platine für die AD-Wandlung

Die Vorverarbeitung erfolgt auf Basis eines Ersatzschaltbilds mit einem in Reihe und einem parallel geschalteten Widerstand sowie einer Kapazität. Die gewandelten Daten können über USB auf einen Laptop übertragen werden.

## 6. Ergebnisse und Diskussion

Die Ammoniakmesseinheit, bestehend aus Kondensationseinheit, Temperaturmanagementsystem und Signalaufbereitung wurde aufgebaut und in seinem Zusammenwirken charakterisiert. Dabei wurde ein Peltierelement (11,2 x 11,2 qmm, 0,42 W, Adaptive) verwendet, das auf einem Stopfen (NS 29, Brand) montiert wurde. Dieser wurde auf einen Dreihalskolben mit Baselösung aufgesteckt. Die Wärmeabfuhr von der Rückseite des Peltierelements erfolgte mit einem BGA-Kühlkörper mit Aluminiumstiften und Lüfter. Die ersten Versuche wurden ohne Ammoniakzustrom durchgeführt (Abb. 5).

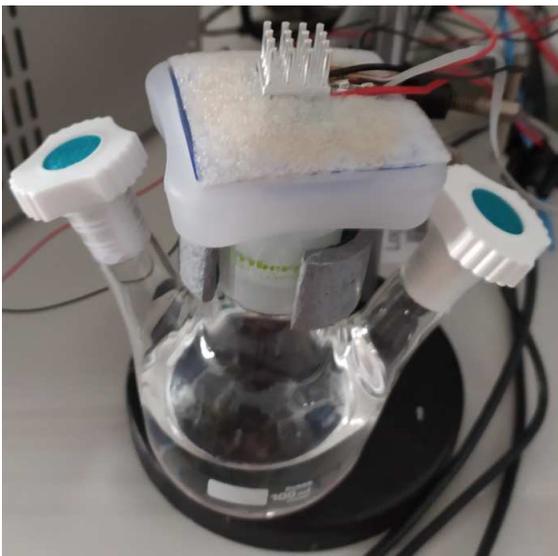


Abb. 5: Kondensationseinheit, integriert in den Laboraufbau

Um Umgebungstemperaturen ( $T_u$ ) zu simulieren, wurde ein Klimaschrank benutzt.

Hierbei wurden Raumtemperaturen zwischen 16 und 33 °C erprobt. Wie unter realen Bedingungen wurde die teilweise recht warme Luft mit Hilfe des Lüfters zur Wärmeabfuhr vom Peltierelement genutzt.

Bei diesen Versuchen wurde die Einregelung der Oberflächentemperaturen ( $T_{IDE}$ ) auf Basis eines PT100-Bauelements realisiert, das neben der IDE platziert war. Dafür erwiesen sich die automatisch ermittelten PID-Parameter des Controllers als robust für Zieltemperaturen zwischen 11 und 25 °C. Die Kontrolle erfolgte durch die Standardabweichung der eingeregelter Oberflächentemperaturen war kleiner als 0,05 K. Eine Temperaturabsenkung an der IDE um ca. 8 K gegenüber der Umgebung führte zuverlässig zur Ausbildung eines stabilen Kondensats

Für die Impedanzmessungen wurde eine Stützstelle bei ca. 50 kHz herangezogen. Folgenden Ergebnisse wurden nach der AD-Wandlung erhalten (Tab.1):

Tab. 1: Impedanz  $Z$  und relative Standardabweichung  $\sigma_{rel}$  nach AD-Wandlung

| $T_u / ^\circ\text{C}$ | $T_{IDE} / ^\circ\text{C}$ | $Z / \text{a.u.}$ | $\sigma_{rel} / \%$ |
|------------------------|----------------------------|-------------------|---------------------|
| 22                     | 22                         | 19741             | 0,6                 |
| 22                     | 14                         | 9773              | 2,9                 |

Die Werte in der oberen Zeile gehören zu einer trockenen IDE. Die Wiederholbarkeit wurde bei drei Messungen über jeweils 4 h ermittelt. Bezogen auf den Mittelwert ist sie besser als 0,01 %. Wie zu erkennen ist, übersteigt die derzeitige Messwertstreuung die Wiederholbarkeit um mehr als eine Größenordnung.

Zum Funktionstest des Aufbaus wurde die Impedanz eines reinen wässrigen Kondensats (0 ppm  $\text{NH}_3$ ) bestimmt. Dies fand über einer 0,3 m  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lösung statt, damit das  $\text{CO}_2$  der Raumluft in der Flüssigkeit gebunden wird. Nachdem sich der Aufbau equilibriert hatte, änderte sich die Impedanz über den gesamten Beobachtungszeitraum (5 h) nicht mehr, d.h. es trat keine Messwertdrift auf. Die Impedanz des Kondensats war erwartungsgemäß bedeutend geringer als im trockenen Zustand (Tab. 1, unten). Es wurde auch die Temperaturabhängigkeit des Impedanzsignals für das rein wässrige Kondensat ermittelt. Durch den endothermen Charakter der Autoprotolyse des Wassers ist eine fallende Impedanz mit steigender Temperatur zu erwarten. Allerdings weisen elektronische

Aufbauten in der Regel eine mehr oder weniger ausgeprägte eigene Temperaturabhängigkeit auf, die den Effekt der Protolyse überlagert.

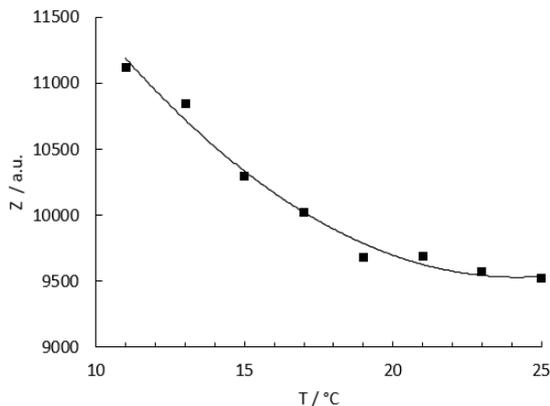


Abb. 6: Abhängigkeit des Impedanzsignals des rein wässrigen Kondensats von der Oberflächentemperatur an der IDE

Im Ergebnis dieser Funktionstests zeigt sich, dass der Aufbau ordnungsgemäß arbeitet. Wie in Abb. 6 zu erkennen ist, muss jedoch eine Temperaturabhängigkeit bei der Impedanzmessung berücksichtigt werden.

## 7. Ausblick

Ein Ammoniakmesssystem auf Basis einer Impedanzbestimmung wurde für die Anwendung an Biogasanlagen konzipiert. Einige Komponenten wurden aufgebaut und erprobt. Bei der Kondensationseinheit wurde für das Temperaturmanagement und die Signalaufbereitung die zunächst verwendete teure Labormesstechnik durch eigene funktionelle und elektronische Komponenten abgelöst. Damit wurde eine Voraussetzung für den gewerblichen Einsatz geschaffen.

Für den Aufbau des vollständigen Messsystems sind neben der Anbindung der Separationseinheit auch Messungen ammoniakhaltiger Gase unter unterschiedlichen Umgebungsbedingungen erforderlich. Da sowohl die Phasengleichgewichte als auch die Dissoziationen temperaturabhängig sind, sind zahlreiche Datensätze für die Korrektur per Software erforderlich, die durch Messungen generiert werden müssen.

Alternativ besteht die Möglichkeit, die basische Flüssigkeit auf eine konstante Temperatur zu heizen und an der IDE mit einer festen Temperatur zu arbeiten. Das reduziert den notwendigen Datensatz für die Softwarekorrektur und kann zugleich eine Erhöhung der Präzision bewirken. Dieses

Vorgehen ist insbesondere vorteilhaft, wenn die Außentemperaturen stark schwanken, sodass einmalig bestimmte PID-Parameter schwer eingehalten werden können. Allerdings erhöht sich dadurch der apparative Aufwand des Messsystems.

## Danksagung

Die Arbeiten sind Teil des Projektes AmmoniaSense, Förderkennzeichen KK5085701CS0. Dieses Projekt wird vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Wir danken für diese finanzielle Unterstützung.

## Literaturnachweis

- [1] [https://www.lfl.bayern.de/mam/cms07/publikationen/daten/schriftenreihe/p\\_40100.pdf](https://www.lfl.bayern.de/mam/cms07/publikationen/daten/schriftenreihe/p_40100.pdf), abgerufen am 4.1.2023.
- [2] <https://www.chemie.de/lexikon/Biogas.html>, abgerufen am 2.4.24.
- [3] H. Wünsch, T. Frank, A. Cyriax, I. Tobehn-Steinhäuser, T. Ortlepp, T. Kirner, *Chem. Eng. Technol.* 43, No. 1, 99-103 (2020); doi: 10.1002/ceat.201900347.
- [4] <https://www.biogas-netzeinspeisung.at/technische-planung/funktionsprinzip-einerbiogasanlage/zusammensetzung-von-rohbiogas.html>, abgerufen am 9.1.2024.
- [5] Arthur Flueck, Armin Reller, „Adsorption/Desorption von Ammoniak“, WO001998014400A1, Januar 26, 1997
- [6] J. Oberländer, Ph.D. Thesis, University Marburg 2018.
- [7] P. van Gerwen, W. Laureyn, W. Laureys, G. Huyberechts, M. op de Beeck, K. Baert, J. Suls, W. Sansen, P. Jacobs, L. Hermans, R. Mertens, *Sens. Actuators B* 49, 73–80 (1998).
- [8] M. W. den Otter, *Sens. Actuators A* 96, 140–144 (2002).
- [9] M. Westenthanner, A. Barthel, P. He, D. Beckmann, A. Steinke, I. Tobehn, T. Frank, U. Pliquett, *J. Phys.: Conf. Ser.* 2013, 434, 012093; doi: 10.1088/1742-6596/434/1/012093

# Advanced Self-X Architecture for Improved Angle Accuracy Restoration in TMR-Based Angular Decoders

*Elena Gerken<sup>1</sup>, Qummar Zaman<sup>1</sup>, Senan Alraho<sup>1</sup>, and Andreas König<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> *Cognitive Integrated Sensor Systems, University of Kaiserslautern-Landau, Deutschland, gerken@eit.uni-kl.de*

## Summary

This work delves into the vital role of self-X systems within sensor technology, underlining their increasing significance in boosting system robustness and reliability, and provides a concise list of possible sensor failures, illustrating the broad spectrum of challenges in sensory system lifetimes. The study begins by applying self-X principles inspired by biological immune system (BIS), particularly its inherent ability to autonomously detect and respond to anomalies. It specifically examines the implementation of self-X concepts in xMR-angular decoders, adopting a hierarchical approach to demonstrate their practical effectiveness in sensor systems. This research includes upgrades to the experimental setup, integrating autonomous offset calibration through digital offset auto zeroing in a self-X equipped reconfigurable analog front end (AFEX), along with a 4th-order active low pass filter for considerable noise reduction. The focus on offset and gain adjustments is presented as an initial step towards a more comprehensive work aimed at addressing a wide array of known sensor issues. A key finding of this study is the significant reduction of an initial angular decoding error from  $6.337^\circ$  to  $0.462^\circ$ , a 92.71% improvement, demonstrating the effectiveness of the advanced self-X architecture. This dynamic approach marks a significant shift from static methods, providing a strong foundation for future developments in the areas of sustainability and autonomy of sensor systems.

**Keywords:** Self-X System, Self-X-Hierarchy, TMR-Based Decoder, Self-Monitoring, Self-Healing.

## Introduction

The landscape of sensor technology, especially in measuring and control systems for Industry 4.0, is transforming, with a shift towards enhancing efficiency, reducing human intervention, and elevating robustness and reliance [1,2]. Leading this major change is the new idea of self-X (self-healing, self-calibration, self-repairing, etc.) concept, which is a key step forward in the design of smart sensory systems [3-5].

Inspired by the autonomy of living beings, the self-X features is a comprehensive concept that encompasses a wide range of system self-managing functions [6]. The artificial immune system (AIS) algorithms play a vital role in supporting measurement system with self-X properties [7, 8]. It is responsible for significantly enhancing the system's autonomous fault detection and repair capabilities, reflecting the self-managing properties inherent in biological immune BIS [9]. This integration leads to the development of sensory systems that are not only more reliable and resilient but also highly adaptive, meeting the evolving demands of Industry 4.0 [10]. AIS mechanisms enable

systems to not only adapt to changing operational conditions but also dynamically respond to environmental changes and potential malfunctions. This ensures the continuity and reliability of processes in various conditions [9].

In this paper, we explore the advanced self-X architecture application in tunnel magnetoresistance (TMR) based angular decoders, focusing on its ability to recover and maintain relative quality performance amidst perturbations and defects. The experimental setup involves a TMR sensor responding to a magnetic field from a permanent magnet. The field changes with the magnet's angle to the sensor, altering the sensor materials' resistance [11]. The TMR sensor detects changes in resistance caused by the angle between the magnetic field and its elements. This change is converted into electrical signals to calculate the magnet's angle relative to the sensor. Two elements positioned at 90 degrees measure the magnetic field's sine and cosine, with arctangent calculations providing precise angles [11]. The accuracy of TMR sensor measurements can be affected by various types

of errors [12-14]. In the left part of Figure 1, the ideal positioning of TMR sensor relative to the magnet is shown. In the right part of the figure, possible mechanical errors leading to inaccuracies in angular measurements due to changes in the magnetic field are depicted. These errors can include incorrect alignment or eccentricity of the magnet, as well as improper positioning or tilting of the sensor.

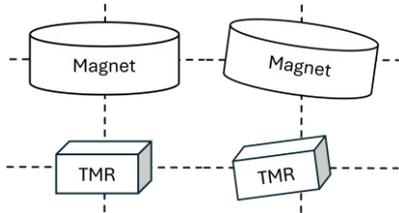


Fig. 1: Sources of TMR sensor mechanical errors.

Measurement errors related to non-linearity occur when the sensor's output signal does not change proportionally to the input magnetic field and include amplitude mismatch, signal offset, phase errors, and signal distortions [12], as shown in Figure 2.

Signal chain errors, arising from limitations in the sensor's electronic circuitry, include arbitrary (increasing) number of tunnel junctions, imperfect magnetization of system magnet, mismatch in sensitivity between channels, input offset, noise, quantization errors, signal propagation delays, and the influence of temperature changes [12]. In ideal conditions, when using a TMR sensor for angular measurements, the output signals of sine and cosine should form a perfect circle centered at point (0,0) on the graph. However, due to various measurement errors, this curve can be significantly distorted [14]. These distortions and deviations are visually represented and analysed in Figure 3.

Amplitude mismatch between the sine and cosine signals can turn the circle into an ellipse, affecting the accuracy of angle determination. Signal offset relative to zero shifts the circle's center from point (0,0), which can also lead to inaccurate angular measurements [14]. Phase error, occurring if the phase relationship between sine and cosine differs from 90 degrees, deforms the curve shape. Furthermore, signal distortions, such as irregularities or noise, can cause roughness or "teeth" on the curve, reducing measurement accuracy.

The self-X architecture, grounded in a hierarchical approach, is constructed in both hardware and software layers.

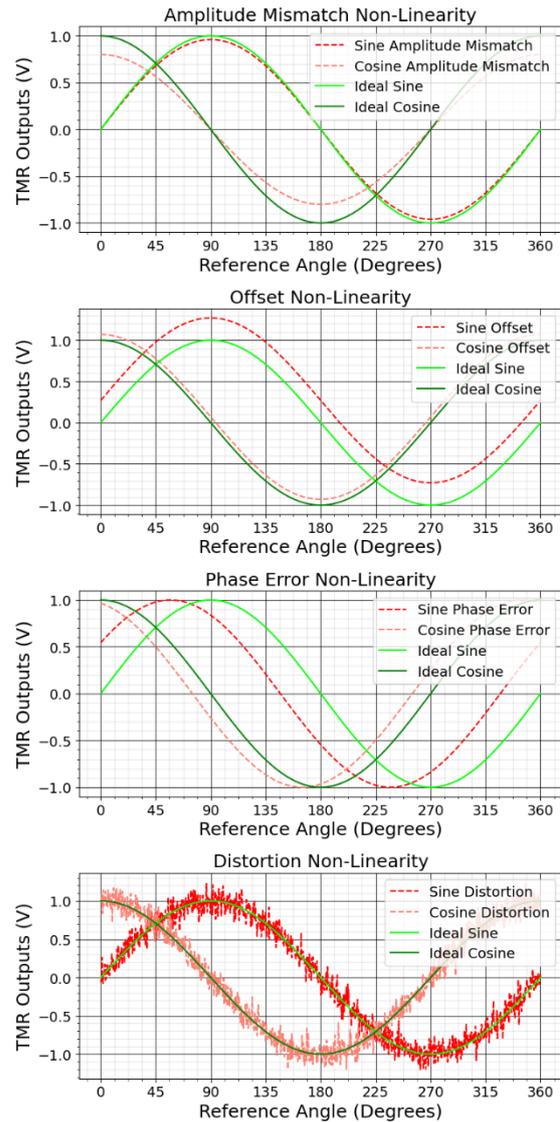


Fig. 2: Distorted TMR sensor signals.

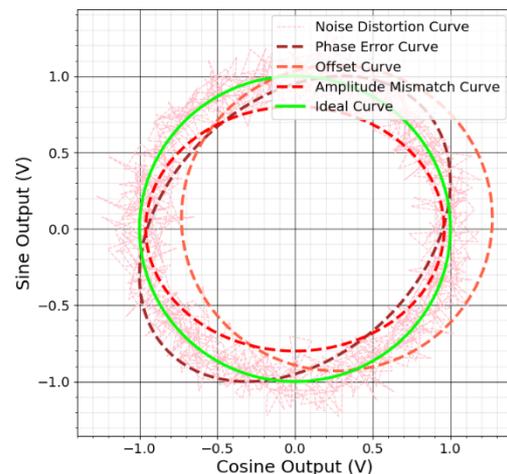


Fig. 3: Graphical representation of distorted TMR sensor Lissajous patterns.

The software layer, driven by AIS algorithms, is dedicated to complex tasks such as system monitoring and anomaly detection, utilizing data from TMR sensors. Concurrently, the hardware layer specializes in online fault correction, integrating self-healing properties for real-time response and effective recovery. This well-defined division of roles within the self-X-hierarchy, where software is responsible for detection and hardware for correction, ensures dynamic adaptability and robust system performance. It greatly enhances the capabilities of intelligent systems to efficiently handle and adapt to a variety of operational challenges.

The main goal of this work is to explore the practical implementation of the self-X-hierarchy in the TMR measurement system, particularly focusing on its reliability and fault tolerance, especially in addressing challenges posed by mechanical faults.

### Proposed Methodology

Figure 4 depicts the flow diagram of the proposed TMR-based sensor measurement system, with self-X-hierarchy.

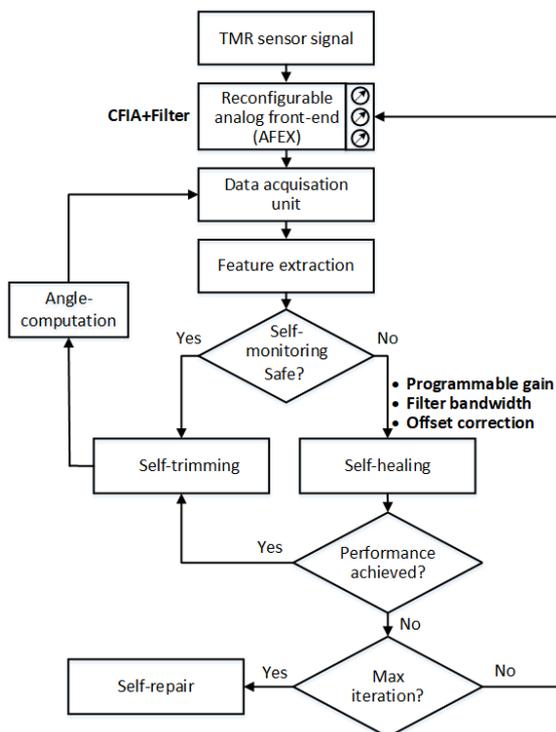


Fig. 4: The self-X-hierarchy for TMR measurement system.

The system, at its lowest hierarchical layer, consists of a reconfigurable analog front end with self-X features (AFEX), which integrate of a reconfigurable and programmable gain fully differential indirect current-feedback instrumentation amplifier (CFIA) followed by

tuneable active CMOS-C fourth-order low pass filter [15, 16].

The data acquisition unit executes in real-time measurements the conditioned analog signal. It is powered by a field programmable gate array (FPGA) board, sourced from Red Pitaya. The sensor signal is precisely recorded using onboard low-noise, high-speed analog-to-digital converters (ADCs). The software hierarchical level involves the feature extraction unit, where features are calculated from the sine and cosine waves received from the TMR sensor. Subsequently, a feature selection process is implemented to eliminate correlations among the features. This is followed by dimension reduction. Next, the system engages in data self-monitoring, employing the refined features to diagnose system's operational state.

Self-monitoring mechanism operates by utilizing one-class classification. It compares incoming sensor data against a predefined 'normal' behaviour model, effectively determining if a signal matches normal operating parameters. This approach is inspired by BIS, mirroring its method of distinguishing between self and non-self-cells in living organisms. It's particularly suited to scenarios like fault monitoring in machinery, where normal operation data is available, and anomalies are seen as patterns not included in the training dataset. A positive selection algorithm (PSA), derived from BIS principles, and adapted in AIS algorithms is being utilized. The proposed algorithm, which combines NOVAS filtering method with PSA [17], requires only normal operational state samples during the training phase, significantly simplifying the error characterization process. A major advantage of PSA and NOVAS combination is its ability to detect anomalies without needing extensive historical data on system failures, which are often rare and hard to gather [18]. When the signal classification is deemed safe, the angular computation of the DC rotary motor is performed using the formula given below:

$$\theta = \arctan \left( \frac{2A_{sin} \sin(\alpha + \phi) + offset_{sin}}{2A_{cos} \cos(\alpha + \phi) + offset_{cos}} \right) \quad (1)$$

Here,  $\theta$  is the measured angle,  $\alpha$  is the magnet rotational angle relative to the sensor,  $2A_{sin}$  and  $2A_{cos}$  are the peak sine and cosine amplitudes respectively,  $\phi$  is the phase error between the sin and cos signal [19].

However, when the safe signal classification is false, the self-healing feature comes into play, which includes noise suppression, automatic offset calibration, and gain adjustment. This enables autonomous calibration of the sensory electronic system to adjust the circuit parameters to compensate for sensor signal

imperfections or faults caused by factors such as mechanical misalignments between the sensor and magnet.

Self-trimming is implemented in the software layer, based on ellipse fitting, which is used to simulate and tune sensor outputs, improving the accuracy of angle measurements by eliminating nonlinearities and inaccuracies in sensor readings. Self-repairing block indicating replacement of the TMR sensor if the self-healing process does not resolve the fault due to the self-X properties.

### Experimental Setup

In this study, the Sensitec TFF953 TMR sensor is utilized. The laboratory setup is illustrated in Figure 5. Powered by a 3.3 V DC supply, this sensor comprises two balanced, fully-differential bridges, generating a pair of differential signals with a 90° phase shift (sine and cosine) and a central common mode voltage of 1.65 V. Signal processing is achieved using two FPGA Red Pitaya boards [19], leveraging their 14-bit ADCs each handling the sensor's amplified and filtered outputs via two AFEX chips [16]. A third FPGA board is exclusively used for AFEX chip configuration.

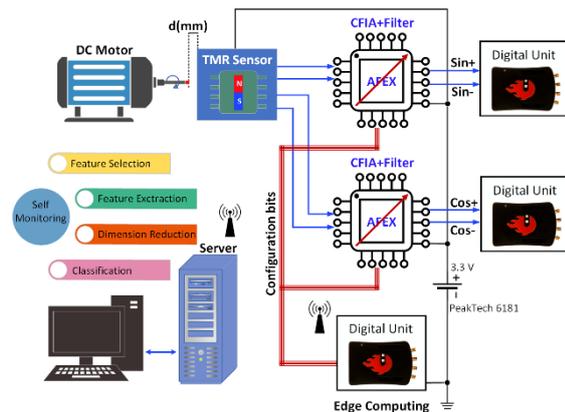


Fig. 5: The functional setup of the proposed interface with TMR sensor.

Although it's possible to use just two FPGAs for both signal processing and system configuration, by aligning their ground to the bridge's common mode voltage and the AFEX to 0 V, an alternative involves a DC level shifter for using only two FPGA boards. The server system manages the self-X algorithm for determining angles and detecting anomalies. The TMR sensor, attached to the DC motor's front rotary shaft, is also supplied by Sensitec. Figure 6 outlines the TMR sensor readout circuit. The in-amp's digital offset voltage autozeroing capability [16, 20] is used for self-correcting the bridge's offset voltage, as implemented in [21]. This approach involves

aligning the CFIA's reference point not to a fixed DC common mode voltage, typically half of the CFIA's supply range, but to the bridge's common mode voltage determined when the motor is idle. Other possibilities involve the use of chopper-type amplifiers, explored in [21,22], or adopting capacitive coupling methods, as in [23].

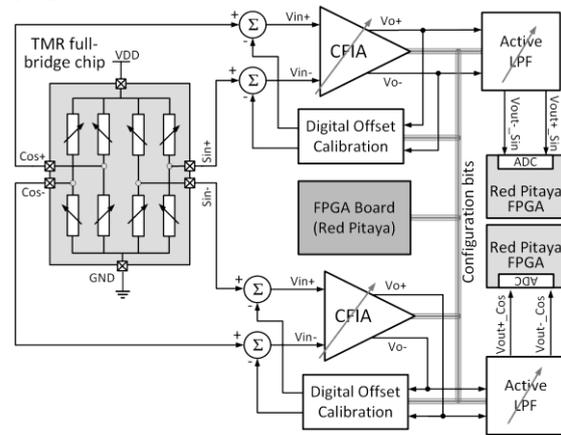


Fig. 6: The schematic diagram of the proposed TMR readout circuit.

The lab setup is depicted in Figure 7, demonstrating the complete TMR sensor interface.

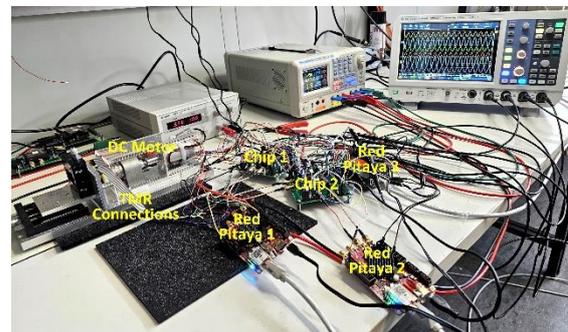
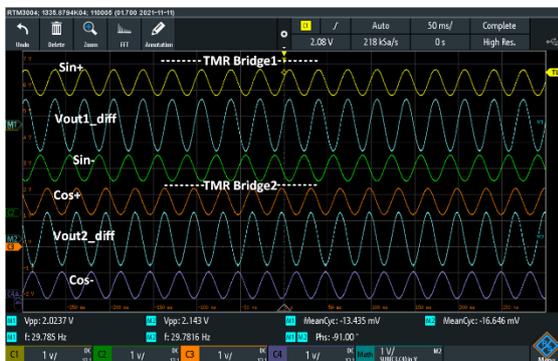


Fig. 7: Lab setup for TMR interface using the proposed AFEX chip.

### Measurement Setup and Experimental Result

At the beginning, the filter cutoff frequency is set at 1 kHz, a more than tenfold higher than the rotational frequency of the demonstrator motor at for the performed experiment. This configuration ensures that there is no signal attenuation in the TMR outputs while with its fourth-order roll-off properties, still effectively attenuating the aliasing noise below the half of sampling frequency of the ADCs, running at 24.4 kS/s. The in-amp gain is initially set to unity to observe the TMR signal without amplification. The in-amp and the filter are configured by using the patterns found from the intrinsic optimization. The in-amp's gain is initially

adjusted to one, allowing for the observation of the TMR signal in its unamplified state. Configuration of the in-amp and the filter is guided by patterns identified through intrinsic optimization. To highlight the effect of offset voltage, the distance to the TMR sensor is set to 11 mm, requiring the gain to be increased to 32 to fit the full-scale voltage of the ADC. However, this adjustment reveals an output offset voltage close to 250 mV in corresponds to 7.812 mV of input offset voltage. The input offset voltage is a combination of the CFIA inherent offset voltage and the offset of the sensor bridge. Following the implementation of the autozeroing feature, the output offset voltage is successfully decreased to approximately 16 mV, in corresponds to 0.5 mV of input offset voltage as depicted in Figure 8.



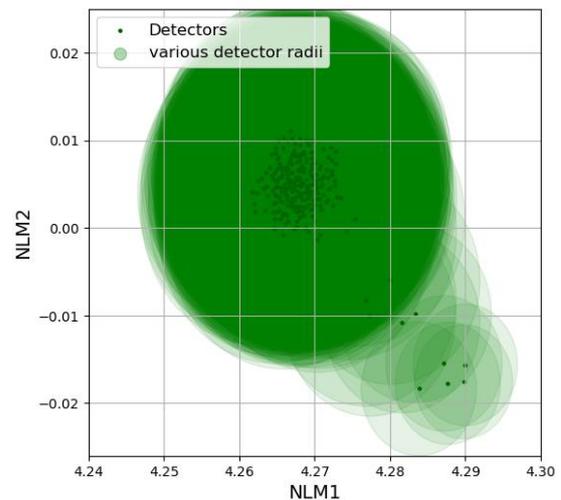
**Fig. 8:** TMR sensor outputs at the in-amp gain of 32, distance of 11 mm, filter bandwidth of 1 kHz and after applying the offset autozeroing.

The impact of the offset voltage extends beyond merely reducing the reading resolution by using up the ADC's full-scale voltage capacity. More importantly, it significantly affects the accuracy of angle computation, as specified in the equation detailed in [17].

System malfunctions were mechanically induced by altering displacement/eccentricity prior to data acquisition.

This was crucial for simulating real-world faults and testing the system's response capabilities. From the training dataset, indicative of a normal state of system operation, features were extracted and categorized into time and frequency domains, with 24 and 22 features, respectively. In the time domain, dynamic characteristics of sampled signals were investigated, whereas in the frequency domain, the frequency spectrum of the incoming signal was used to derive features using Fast Fourier Transform. This approach, considering both time and frequency domains, ensures a thorough understanding of the signal's behaviour. Following feature selection, the most

informative features displaying minimal correlation were chosen. These selected features were projected onto a two-dimensional space using nonlinear mapping (NLM). NLM is a technique aimed at reducing dimensionality while maintaining critical information. This process of projection resulted in the creation of a "safe zone", depicted by detectors of a normal system state on the 2-dimension plane. During the training phase, a collection of detectors illustrated in Figure 9 with varying radii ranging from 0.0065 to 0.0165 was established.



**Fig. 9:** Normal system operation state detectors.

The radii of detectors, forming the "safe zone", vary depending on the density of surrounding detectors. This design allows for a flexible and adaptive detection mechanism, capable of accurately identifying normal operating conditions and distinguishing them from potential anomalies or malfunctions.

The self-monitoring and self-healing process worked as follows: TMR testing data was gathered in real-time by the Red Pitaya measuring platform and sent to self-monitoring software layer located on a PC connected to a server. This data, in decimal coded .txt format, covered more than 1,000,000 samples, including over 4,000 samples per period. The motor speed of the experimental setup was set at 1413.63 rpm, and the sampling rate of Red Pitaya's ADC was 24.4 kHz. Self-monitoring converted the signal into voltage, selected and computed features, and then mapped them using NLM. Next, measured the distance from each new data point to the nearest detector. If the distance was within the detector's radius, the point was classified as part of the normal operational state of the TMR system and monitoring continued. However, if it exceeded the radius, the system flagged a potential

malfunction and automatically initiated a self-healing mechanism. During self-healing at the software layer, the optimal gain was computed and relayed to a programmable amplifier. At the hardware layer, signal filtering and offset adjustment occurred. Figure 10 illustrates the detector area characterizing the system's normal operational state, with signals identified as dangerous due to a sensor shift relative to the magnet from 4 to 11 mm, restored signal, facilitated by the self-healing mechanism is depicted in Figure 11.



Fig. 10: Sensor position analysis and visualization of shift impacts from 4 to 11 mm.

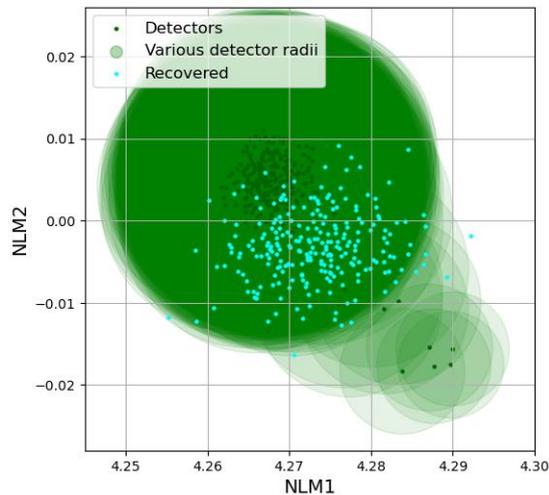


Fig. 11: Signal restoration after shift impacts from 4 to 11 mm.

With the noise suppression and gain set at 4, Figure 12 displays a maximum absolute error of  $6.337^\circ$  at distance 11mm. To highlight the self-healing property, the experiment is repeated by subtracting noise, adjusting the gain to 32, eliminating offset, and addressing nonlinearities using the ellipse fitting approach. The Lissajous curve, depicted in Figure 13, constructed from two sinusoidal signals at the sensor outputs, should ideally form a circle centered at (0,0) [14]. However, as shown in Figure 13, this is not the case with real sensor outputs. Thus, by employing software-based ellipse fitting to the Lissajous curve after the hardware-level recovery of TMR data, nonlinear components of the signal can be removed, thereby achieving a smaller angle calculation error. As a result, the application of the self-healing mechanism on both layers led to a

significant reduction in the maximum angular error, reaching  $0.462^\circ$ , as shown in Figure 12.

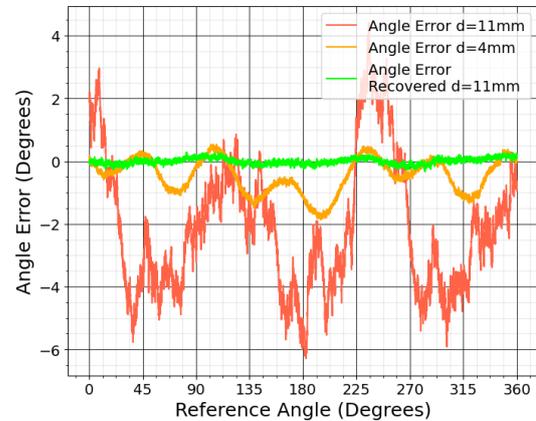
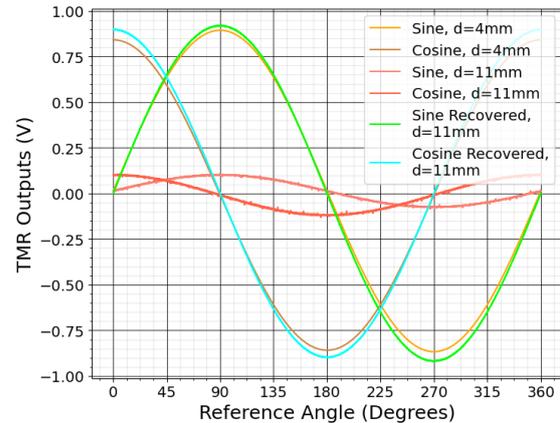


Fig. 12: TMR sensor angle computing error.

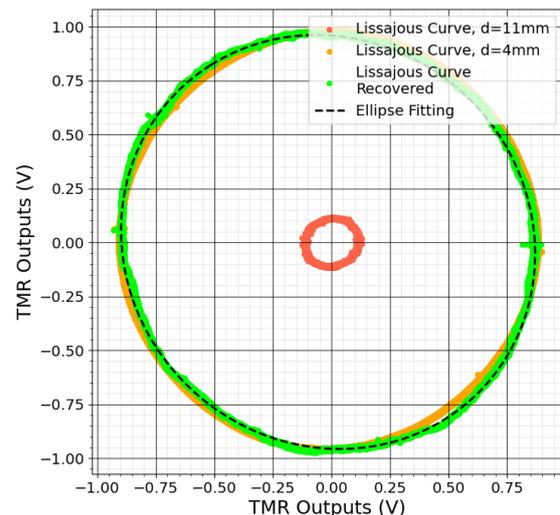


Fig. 13: Self-trimming using ellipse fitting.

## Conclusion

This study demonstrates the significant advances possible in the field of sensor technologies, especially in the context of xMR angle decoders, through the introduction of self-

X systems inspired by the resilience and adaptability of biological immune systems. Experimental results, such as a reduction in the decoding angle error after a perturbation from  $6.337^\circ$  to  $0.462^\circ$ , highlight the effectiveness of the self-X architecture. The 92.71% performance improvement is not only a testament to the system's accuracy, but also highlights the potential for wider application in a variety of sensor systems. The integration of self-healing capabilities such as noise suppression, automatic offset calibration, and gain control illustrates the system's ability to autonomously correct and adapt to changes and potential faults. The results of this study underscore the ability of the proposed self-X approach to restore and maintain relative performance in the face of mechanical impacts and defects. Such stability once again demonstrates the practical viability of the system under intricate operating conditions, opening new horizons for the application of self-X systems in complex and demanding environments.

Future work will focus on using multisensory input from a small set of redundant TMR sensors with both "soft" and "hard" defects. This approach involves introducing errors at the sensor level and exploring combinations of multiple sensors to improve overall system performance.

## References

- [1] Kadne, A., Kamath, P., Karvat, M., Bodkhe, M., Sharma, S. (2024). A Comprehensive Study on Industry 4.0 Technologies. In: Bhardwaj, A., Pandey, P.M., Misra, A. (eds) Optimization of Production and Industrial Systems. CPIE 2023. Lecture Notes in Mechanical Engineering. Springer, Singapore. [https://doi.org/10.1007/978-981-99-8343-8\\_17](https://doi.org/10.1007/978-981-99-8343-8_17).
- [2] Deepti Raj, G., Prabadevi, B., Gopal, R. (2024). Evolution of Industry 4.0 and Its Fundamental Characteristics. In: Kumar, A., Sagar, S., Thangamuthu, P., Balamurugan, B. (eds) Digital Transformation. Disruptive Technologies and Digital Transformations for Society 5.0. Springer, Singapore. [https://doi.org/10.1007/978-981-99-8118-2\\_1](https://doi.org/10.1007/978-981-99-8118-2_1).
- [3] Algabroun, Hatem, Muhammad Usman Iftikhar, Basim Al-Najjar and Danny Weyns. "Maintenance 4.0 Framework Using Self-Adaptive Software Architecture." (2017).
- [4] Pater, Ingeborg de and Mihaela Mitici. "Predictive maintenance for multi-component systems of repairables with Remaining-Useful-Life prognostics and a limited stock of spare components." Reliab. Eng. Syst. Saf. 214 (2021): 107761.
- [5] Yang Y, Yang M, Shanguan S, Cao Y, Yue W, Cheng K, Jiang P. An Industrial Case Study on the Monitoring and Maintenance Service System for a Robot-Driven Polishing Service System under Industry 4.0 Contexts. Systems. 2023; 11(7):376. <https://doi.org/10.3390/systems11070376>.
- [6] Samigulina, G., Samigulina, Z. (2023). Biologically Inspired Unified Artificial Immune System for Industrial Equipment Diagnostic. In: Nicosia, G., et al. Machine Learning, Optimization, and Data Science. LOD 2022. Lecture Notes in Computer Science, vol 13811. Springer, Cham. [https://doi.org/10.1007/978-3-031-25891-6\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-031-25891-6_7).
- [7] Lee, Jay, Masoud Ghaffari and S. Elmeligy. "Self-maintenance and engineering immune systems: Towards smarter machines and manufacturing systems." Annu. Rev. Control. 35 (2011): 111-122.
- [8] F. Rammig, K. Stahl and G. Vaz, "A framework for enhancing dependability in self-x systems by Artificial Immune Systems," 16th IEEE International Symposium on Object/component/service-oriented Real-time distributed Computing (ISORC 2013), Paderborn, Germany, 2013, pp. 1-10, doi: 10.1109/ISORC.2013.6913240.
- [9] Rezvanian A, Vahidipour SM, Saghiri AM. CaAIS: Cellular Automata-Based Artificial Immune System for Dynamic Environments. Algorithms. 2024; 17(1):18. <https://doi.org/10.3390/a17010018>.
- [10] S. S. P. Olaya, M. Wollschlaeger and S. S. Perez Olaya, "Control as an Industrie 4.0 component: Network-adaptive applications for control," 2017 22nd IEEE International Conference on Emerging Technologies and Factory Automation (ETFA), Limassol, Cyprus, 2017, pp. 1-4, doi: 10.1109/ETFA.2017.8247772.
- [11] Chen, Zhaohui & Chen, Xu & Ding, Xiaobing & Wei, Liu & Tang, Tao & Zhou, Yu & Yu, Weiguo. (2024). Electromagnetic interference compensation method of TMR current sensor. Journal of Physics: Conference Series. 2703. 012060. 10.1088/1742-6596/2703/1/012060.
- [12] "Achieving Highest System Angle Sensing Accuracy — Texas Instruments documentation." <https://www.ti.com.cn/cn/lit/an/sbaa539/sbaa539.pdf> f. Accessed: 09-04-2024.
- [13] N. K. Bhaskarrao, C. S. Anoop and P. Kumar Dutta, "A linearizing interface circuit with phase-error compensated direct-digital output for TMR-based angular position sensor," 2017 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), Turin, Italy, 2017, pp. 1-6, doi: 10.1109/I2MTC.2017.7969938.
- [14] A. Zambrano and H. G. Kerckhoff, "Online digital offset voltage compensation method for AMR sensors," 2015 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC) Proceedings, Pisa, Italy, 2015, pp. 1512-1515, doi: 10.1109/I2MTC.2015.7151502.
- [15] Alraho, S., Zaman, Q. & König, A. (2021). Wide Programmable Range Fourth-Order, Fully-Differential Sallen-Key MOSFET-C LPF for Impedance Spectroscopy Measurements and Self-X Sensory Electronics in Industry 4.0. tm - Technisches Messen, 88(s1), s77-s82.
- [16] Zaman Q, Alraho S, König A. Low-Cost Indirect Measurements for Power-Efficient In-Field Optimization of Configurable Analog Front-Ends with Self-X Properties: A Hardware Implementation. Chips. 2023; 2(2):102-129.
- [17] Gerken, Elena & König, A. (2023). A4.3 - Concept of a Self-X Sensory System and its first implementation on an XMR-based Angular Decoder Demonstrator. 57-58. 10.5162/SMSI2023/A4.3.
- [18] Kocon M, Malesa M, Rapcewicz J. Ultra-Lightweight Fast Anomaly Detectors for Industrial Applications. Sensors. 2024; 24(1):161. <https://doi.org/10.3390/s24010161>.
- [19] Gerken, Elena, Qummar Zaman, Senan Alraho and Andreas König. "Development of a Self-X Sensory Electronics for Anomaly Detection and its

- Conceptual Implementation on an XMR-based Angular Decoder Prototype." *tm - Technisches Messen* 90 (2023): 20 - 26.
- [20] Alraho S, Zaman Q, Abd H, König A. Integrated Sensor Electronic Front-Ends with Self-X Capabilities. *Chips*. 2022; 1(2):83-120.
- [21] A. Mohamed, M. Schmid, A. Tanwear, H. Heidari and J. Anders, "A Low Noise CMOS Sensor Frontend for a TMR-based Biosensing Platform," 2020 IEEE SENSORS, Rotterdam, Netherlands, 2020, pp. 1-4, doi: 10.1109/SENSORS47125.2020.9278826.
- [22] S. Sarkar, "Novel Strategies for DAC based Offset Elimination Technique in Resistive Bridge Sensor," TENCON 2022 - 2022 IEEE Region 10 Conference (TENCON), Hong Kong, Hong Kong, 2022, pp. 1-6, doi: 10.1109/TENCON55691.2022.9977718.
- [23] Vidal EG, Muñoz DR, Arias SIR, Moreno JS, Cardoso S, Ferreira R, Freitas P. Electronic Energy Meter Based on a Tunnel Magnetoresistive Effect (TMR) Current Sensor. *Materials*. 2017; 10(10):1134. <https://doi.org/10.3390/ma10101134>.

# Siliziumdehnungssensoren zur Werkzeuginnendruckmessung

Thomas Frank, Stefan Hermann, André Grün, Danny Hanig, Manuel Kermann, Michael Hintz, Andrea Cyriax, Heike Wünscher, Thomas Ortlepp,  
CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik, Konrad-Zuse-Straße 14, 99099 Erfurt, Germany,  
tfrank@cismst.de

## Zusammenfassung

Bei Spritzgusswerkzeugen wird zur Prozesskontrolle der Werkzeuginnendruck verwendet. Die Anforderungen für einen passenden Sensor sind: Frontbündiger Medienkontakt, frei formbarer Medienkontakt, keine Ölvorlage, Nenndruck bis 300 MPa. Beschrieben wird ein piezoresistiver Drucksensor ohne Biegeplatte, aufgebaut aus hochfestem Stahl, hybrid bestückt mit Silizium-Dehnungssensoren.

Keywords: Silizium, Dehnung, Piezoresistiv, Druck, Hochdruck, Werkzeuginnendruck, Stahl, Glasfritte.

## Werkzeuginnendruck

Bei Spritzgusswerkzeugen wird zur Prozesskontrolle der Werkzeuginnendruck verwendet. Vollmuth gibt in [1] einen Überblick über die Anwendung und die Anforderungen an die Sensorik. Der Innendruck ist für das Monitoring des Spritzvorgangs notwendig. Zurzeit werden vorzugsweise piezoelektrisch wirkende Drucksensoren verwendet. Diese benötigen keine Biegeplatte, sind aber nur für dynamische Anwendungen geeignet. Da der Spritzgussvorgang zyklisch ist, ist dieses Prinzip hierfür gut geeignet.

Die Anforderungen für einen passenden Sensor sind:

- Frontbündiger Medienkontakt
- Frei formbarer Medienkontakt
- keine Ölvorlage
- Nenndruck bis 300 MPa

Die Abb. 1 zeigt die bevorzugte Einbausituation eines Drucksensors zur Werkzeuginnendruckmessung. Es wird für die Simulation davon ausgegangen, dass der Druck nur von oben aufgebracht wird. Der Zylinder sitzt passend im Werkzeug, so dass die axiale Bewegung nicht behindert wird und keine Flüssigkeit, Spritzguss, die Zylinderwand beeinflusst.

Zur Herstellung von Drucksensoren werden verschiedene Technologien und Messprinzipien angewendet. Am weitesten verbreitet ist das piezoresistive Messprinzip. Zur

Realisierung der Messwiderstände werden Dickschicht- oder Dünnschichtwiderstände verwendet, aber auch implantierte Messwiderstände in Silizium finden eine Anwendung. Diese sind zu einer Wheatstone'schen Messbrücke verbunden.

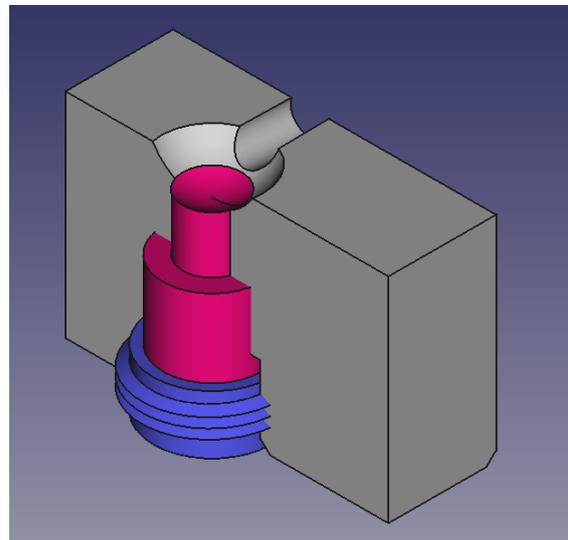


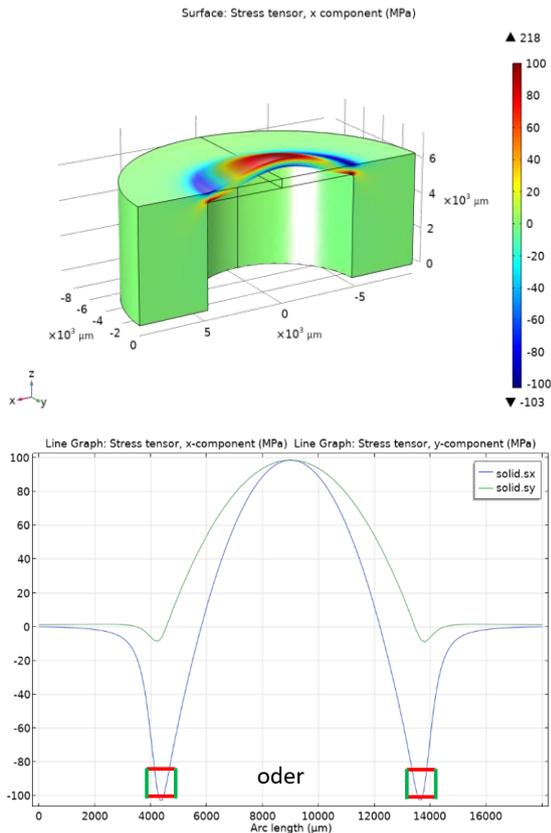
Abb. 1 Beispiel des Einbaus eines Drucksensors mit frei formbarem Medienkontakt: Grau: Werkzeuggehäuse, Blau: Einschraubhalterung, Magenta: Sensorelement, Durchmesser des Medienkontaktes ca. 4-8 mm

Während für die Dickschicht- oder Dünnschichttechnik vorzugsweise Verformungskörper aus Keramik bzw. aus Stahl verwendet werden und der Aufbau weitgehend standardisiert ist,

besteht bei siliziumbasierten Drucksensoren ein breites Spektrum an Aufbauten.

Drucksensoren für die Prozessmesstechnik aus Silizium, verwenden eine Ölvorlage und eine Trennmembran aus chemikalienbeständigem Stahl. Diese besitzen einen frontbündigen Medienkontakt. Wegen der Ölvorlage und der empfindlichen Trennmembran sind diese ungeeignet.

Drucksensoren, hergestellt in Dickschicht- oder Dünnschichttechnik lassen sich nur sehr aufwendig mit einem frontbündigen Medienkontakt fertigen. Die sensitiven Messwiderstände sind traditionell auf der ebenen Seite der Biegeplatte positioniert. Der Medienkontakt befindet sich in der Kavität auf der Rückseite.



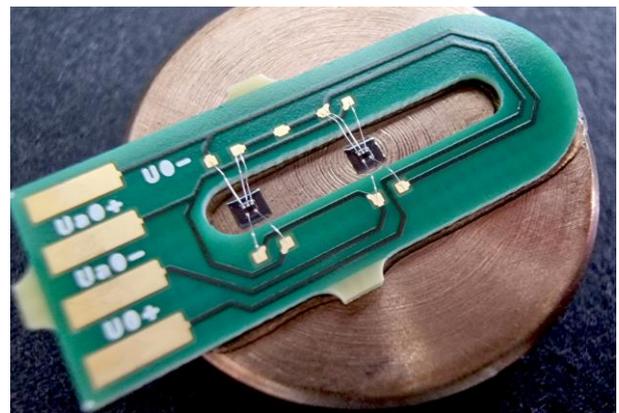
**Abb. 2** Traditioneller Drucksensor, aus Stahl vorgesehen für Dünnschichtwiderstände, Druck von unten, Alternativ die Position der Si-DMS auf der Oberseite, Si-DMS nach Abb. 4. Simulation des mechanischen Verhaltens

Die Abb. 2 zeigt die Simulation einer derartigen druckbelasteten Messzelle.

Die Messwiderstände befinden sich oben auf der Ebene, der Druck wirkt auf die Rückseite. Dadurch ist eine strikte Trennung der Medien-seiten von der Elektronik gewährleistet. Die Biegespannung ist mit den traditionellen Dünnschichtwiderständen leicht zu bestimmen.

Die Biegeplatte dient zur Vergrößerung der Empfindlichkeit. Durchmesser und Dicke sind abhängig vom Messbereich. Die Platte wird derart dimensioniert, dass die Biegespannung bei Nenndruck im Bereich von 50 bis 100 MPa liegt. Sie generiert aus dem anliegenden Druck negative und positive Dehnung für die Messwiderstände der Messbrücke.

Alternativ können Silizium-Dehnungssensoren eingesetzt werden. Die Abb. 3 zeigt ein Beispiel eines Testaufbaus.



**Abb. 3:** Si-DMS auf Stahlrunde, 1.4542,  $\varnothing=18$  mm, für den Aufbau eines Drucksensor, Testaufbau

Diese robusten und preiswerten Messzellen aus beständigem Stahl werden in vielen Anwendungen bevorzugt.

Die Abb. 4 zeigt das Layout eines Silizium-Dehnungssensors mit einer integrierten Vollbrücke und das Ersatzschaltbild. Die Position der Si-DMS auf dem Federkörper befindet sich im Bereich eines Spannungsmaximums am Rand. Die Messwiderstände sind als eine Vollbrücke angeordnet. Ein Chip ist ausreichend, die Abb. 3 zeigt 2 Chips für eine bessere Temperaturkompensation.

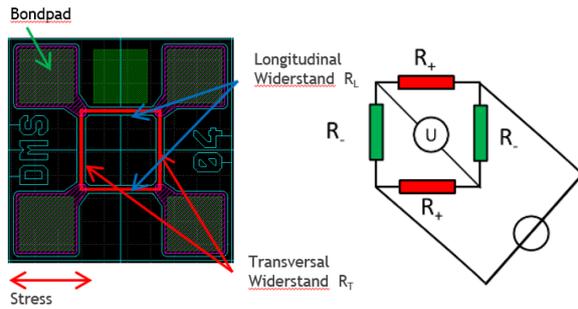


Abb. 4: Layout des verwendeter Si-DMS, die Messwiderstände sind zu einer Vollbrücke angeordnet

Diese Chips werden mit Glasfritte auf den Federkörper gefügt. In [2] bis [4] sind Informationen zur Funktion und zum Fügen auf dem Federkörper dargestellt.

Eine wichtige Eigenschaft ist zu beachten. In der Abb. 5 sind die Piezoeffizienten für p-Silizium der Orientierung  $\langle 100 \rangle$  dargestellt. Insbesondere treten bei diesem Material die Longitudinal- und Transversaleffekte alle  $90^\circ$  identisch auf. Das führt dazu, dass der Si-DMS wie er in Abb. 4 dargestellt ist; nur gut funktioniert, wenn die Belastung in den Richtungen X und Y stark unterschiedlich sind.

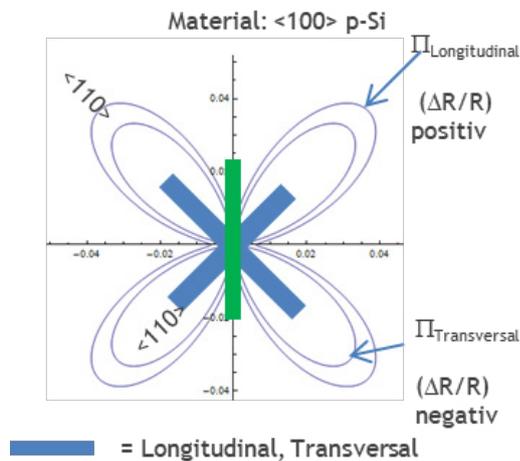


Abb. 5 Richtungsabhängige Größe der Piezoeffizienten für  $\langle 100 \rangle$   
 $\pi_L = 7,2 \cdot 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$ ,  $\pi_T = -6,1 \cdot 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$

Bei einer isotropen mechanischen Belastung kompensiert die Brückenschaltung alle Änderungen. Der optimale Punkt ist am Rand, im Bereich der Einspannung. Die Mitte der Biegeplatte ist ungünstig, siehe Abb. 2.

Thermisch induzierte mechanische Spannung, hervorgerufen durch die unterschiedlichen Materialien, Silizium, Glasfritte und Stahl werden dadurch ebenso kompensiert, da die mechanischen Spannungen an allen 4 Messwiderständen im Idealfall identisch sind. Ein Messwiderstand vereinigt zwei gegenläufige Effekte, den Transversal- und den Longitudinaleffekt. Werden sie beide zeitgleich aktiviert ist die Änderung des Widerstands minimal. Eine isostatische Belastung führt so zu keinem gut nutzbaren Ergebnis. Vielmehr sollte pro Messwiderstand nur ein Effekt aktiviert und dieser im Spannungsfeld gut positioniert werden. Dies erfordert eine anisotrope Belastung.

### Ein Sensor für den Werkzeuginnendruck

Zur Bestimmung des Werkzeuginnendruck wird ein Sensor ohne Biegeplatte mit Si-DMS entwickelt. Drucksensoren ohne Biegeplatte und Hohlräume sind besonders für sehr hohe Drücke geeignet. Das Angebot von Drucksensoren für einen Messbereich über 300 MPa ist sehr übersichtlich. Anwendungen existieren bis 2 GPa, z.B. die Autofrettage. Für Drücke bis 300 MPa ist insbesondere eine bündige Frontplatte mit einem minimalen Durchmesser wünschenswert. Aufwendig ist ein Aufbau mit frontbündigem Medienkontakt mit der Erweiterung, dass dieser freiformbar ist, so dass die Teilgeometrie des Formwerkzeugs eingearbeitet werden kann. Diese beiden Anforderungen können durch folgenden Aufbau gelöst werden.

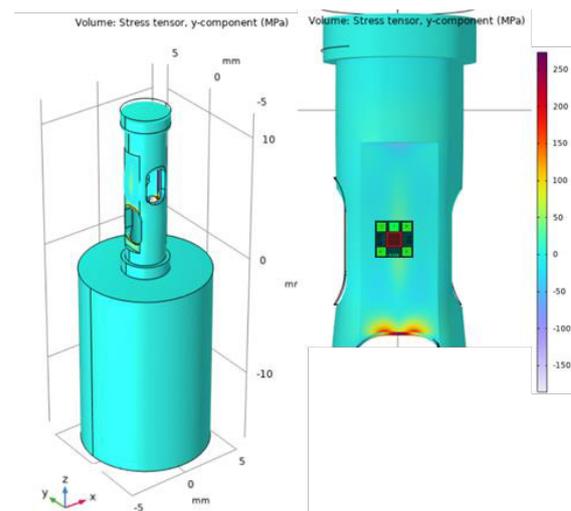


Abb. 6 Simulation des Federkörpers, Bereich des Si-DMS, Position Si-DMS

Es wird daher ein senkrechtbelasteter Federkörper gewählt. Dieser ist derart gestaltet, dass der Si-DMS aus  $\langle 100 \rangle$  p-Silizium günstig belastet werden kann.

Die Abb. 6 zeigt eine Simulation der Messzelle und dessen mechanischen Spannungsverlauf im Bereich des Si-DMS. Die Zelle besteht aus einer breiten Basis, auf dieser befindet sich ein zylinderförmiger Federkörper, welcher im Inneren die elektrische Zuführung zum Si-DMS beinhaltet. Der Verlauf der mechanischen Spannung ist für den Si-DMS sehr günstig. Die relevante Richtung ist Y. In Richtung X treten nur minimale mechanische Spannungen auf, siehe Abb. 7.

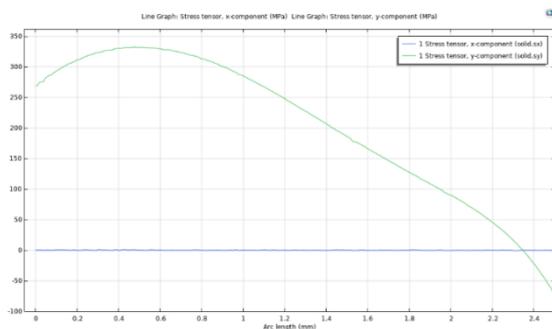


Abb. 7 Verlauf der mechanischen Spannung im Federbereich, der Si-DMS ist im Maximum positioniert

Der Federkörper wird abschließend durch eine Hülse aus einem steifen und harten Material geschützt, siehe Abb. 8. Diese Hülse schützt die Elektronik und versteift den Sensor. Durch verschiedene Hülsen kann das Design bis 2 GPa angepasst werden. Hierfür wird ein Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetalle verwendet. Die Druckfestigkeit bei diesem Material liegt bei über 5 GPa und ist für die Anwendung geeignet.

Der Verlauf der relevanten mechanischen Spannung an der Position des Si-DMS für verschiedene Belastungen und Hüsendurchmesser ist in der Abb. 9

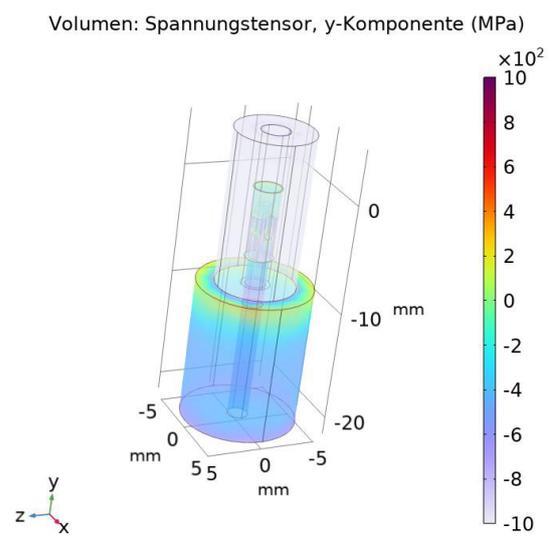


Abb. 8 Verlauf der mechanischen Spannung im Bereich des Si-DMS

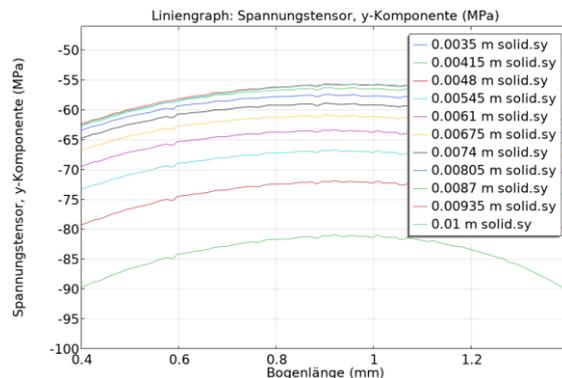


Abb. 9 Verlauf der mechanischen Spannung im Bereich des Si-DMS

Die Abb. 10 zeigt den mechanischen Aufbau, Stahlkörper, Si-DMS und die LTCC-Leiterkarte. Der Bereich um den Si-DMS ist durch einige Freistellungen nachgiebig ausgeführt. Der Si-DMS wird durch Drahtbonden mit der LTCC-Leiterkarte elektrisch kontaktiert. Durch eine Hülse wird der Messbereich eingestellt. Diese Hülse schützt die Elektronik und versteift den Sensor.



Abb. 10 Mechanischer Aufbau, Federkörper 1.4542, Si-DMS, Leiterplatte aus LTCC für den Anschluss des Si-DMS



Abb. 11 Si-DMS gefügt mittels Glasfritte

Die Abb. 11 zeigt den gefügten Si-DMS, drahtgebondet mit der LTCC-Leiterkarte vor dem Verguss. In Abb. 12 ist der vollständige Aufbau mit Verguss LTCC-Leiterkarte und Flexleiter für die elektrische Anbindung.



Abb. 12 Vollständiger Aufbau für die Innendruckmessung

In diesem Zustand wurde die Kennlinie aufgenommen. Erste Messergebnisse sind in Abb. 13. Die Messung wurde ohne die Hülse an einer Prüfmaschine QUASAR50 von GALDABINI durchgeführt.

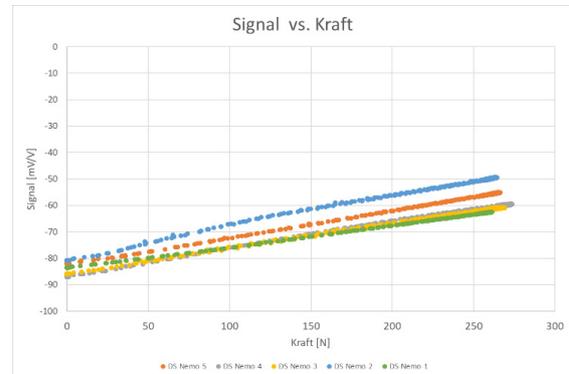


Abb. 13 Verlauf der mechanischen Spannung im Bereich des Si-DMS

## Danksagung

Wir danken dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK), dem Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) und der Europäischen Kommission für die finanzielle Unterstützung der Projekte DS-NEMO (49MF220036) DS300MPa (49MF220019) und SIDMESES (49MF200061).

## Literaturnachweis

- [1] Jan Vollmuth, konstruktionspraxis.de - Alles, was der Konstrukteur braucht, Der Werkzeuginnendruck ist ein Indikator der Produktqualität, 16.01.2023, <https://www.konstruktionspraxis.vogel.de/der-werkzeuginnendruck-ist-ein-indikator-der-produktqualitaet-a-4f3f6cef04c619a69d2d8c11643b69da/>
- [2] Thomas Frank, André Grün, Christian Maier, Andrea Cyriax, M. T. Asghar, Michael Hintz, U. Krieger, Thomas Ortlepp, "Siliziumdehnungssensoren zur Spannungsanalyse", MikroSystemTechnik Kongress, Ludwigsburg, Deutschland, 08.-10.11.2021
- [3] André Grün, "Innovative Fügetechnologien zum Aufbau von feuchte- und temperaturstabilen Kraftsensoren basierend auf piezoresistiven Silizium-Dehnmessstreifen", Deutsche IMAPS-Konferenz 2021, München, Deutschland, 21.-22.10.2021.
- [4] Thomas Frank, "Monitoring von Verbindungselementen mit Hilfe von Silizium-Dehnmessstreifen"

# Entwicklung einer industriell nutzbaren Herstelltechnologie für dielektrische Elastomersensoren mit strukturierten Metallelektroden

*Jannik Krohn, Thorsten Koch, William Kaal*  
*Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF*  
*Bartningstr. 47, 64289 Darmstadt, Deutschland*

## Zusammenfassung

Bei der Umsetzung von Industrie 4.0 werden vernetzte Systeme benötigt, welche eine hohe Integrationsdichte von Sensoren aufweisen. Daher wurde am Fraunhofer LBF ein dielektrischer Elastomersensor unter Verwendung von strukturierten Metallelektroden entwickelt. Die als DELTA-C<sup>®</sup> bezeichnete Technologie kann als kapazitive Kraftsensorik eingesetzt werden, welche leicht zu integrieren und in einem breiten Anwendungsgebiet nutzbar ist. Um diese in vielen Bereichen kostengünstig einzusetzen, werden die Sensoren für eine industriell nutzbare Herstellung angepasst. Es konnte gezeigt werden, dass auch in hohen Lastbereichen noch Kapazitätsänderungen und damit Kräfte detektiert werden können und die Designparameter eine Anpassung der Sensoreigenschaften an unterschiedliche Lastfälle ermöglichen. Zudem konnten erste erfolgreiche Integrationen der Sensoren in Elastomerbauteile umgesetzt werden. Die Herausforderung besteht in der Identifikation optimaler Designparameter zur Erreichung einer hohen Genauigkeit in einem großen Lastbereich.

**Keywords:** Kraftsensorik, dielektrisches Elastomer, strukturierte Metallelektrode, Automatisierung, Integration

## Bedarf von flexiblen Kraftsensoren für Elastomerbauteile auf Basis dielektrischer Elastomere

Bei der Digitalisierung und dem Einsatz von künstlicher Intelligenz im Bereich von Industrie 4.0 werden hohe Integrationsdichten von Sensoren in Maschinen und Anlagen benötigt [1], da eine Effizienzsteigerung ein hohes Maß an Prozesswissen erfordert. Dadurch steigt der Bedarf an robusten Sensoren, welche in Teilkomponenten technischer Systeme integriert werden können.

Vor allem die Kraft stellt eine interessante physikalische Größe dar, um Prozesse zu überwachen, Zustände von Komponenten zu beurteilen und prädiktive Wartung zu betreiben. Daher werden vielfältige Anforderungen an Kraftsensoren gestellt, wie die Messung von statischen und dynamischen Lasten bis in hohe Frequenzbereiche, eine gute Überlastfähigkeit sowie der Einsatz preiswerter und ökologisch vorteilhafter Materialien.

Kraftsensoren basierend auf Dehnmessstreifen (DMS) sind für Präzisionsanwendungen am weitesten verbreitet. Wegen der komplexen Verformungskörper sind sie bauraumintensiv und teuer, da sie von Hand appliziert werden. Piezokraftsensoren sind in sehr kleinen Baugrößen verfügbar, eignen sich aber prinzipbedingt nicht für statische Messungen. Andere

Technologien wie z. B. FSR-Sensoren (Force-Sensitiv-Resistor) sind auch klein und zudem günstig, aber nur bedingt für höhere Lasten geeignet. Daher bietet die Etablierung neuer Sensortechnologien enorme Potenziale, stellt aber insbesondere kleine und mittlere Unternehmen (KMUs) vor große Herausforderungen.

Die am Fraunhofer LBF entwickelte DELTA-C<sup>®</sup>-Technologie ist eine elastomerbasierte kapazitive Kraftsensorik. Diese ermöglicht besonders flache und geometrisch skalierbare Kraftsensoren, da der für DMS-Kraftsensoren erforderliche Verformungskörper durch eine Elastomerschicht ersetzt wird, was zudem die Integrierbarkeit der Sensoren erleichtert. Im Vergleich zu Piezokeramiken werden preiswerte und umweltverträgliche Materialien (lediglich Elastomere und Metalle) verwendet. Neben konventionellen Sensortypen existieren ähnliche elastomerbasierte Konzepte wie SingleTact, LEAP, Pewatron und andere [2]. Diese können jedoch nicht für Lasten größer 1000 N eingesetzt werden, verfügen über eine geringere Messbandbreite und besitzen größere Bauhöhen von 5 bis 10 mm (abgesehen von SingleTact) als DELTA-C<sup>®</sup> (kleiner 2 mm). FSR-Kraftsensoren sind flacher als die DELTA-C<sup>®</sup>-Technologie, weisen aber einen kleineren Messbereich, einen großen Drift (5%) und eine hohe Hysterese (+10%) auf.

Der Aufbau eines dielektrischen Elastomer-Wandlers mit starren, mikrostrukturierten Elektroden ist seit 2014 in der EU und seit 2017 in den USA durch Fraunhofer patentiert. Zudem wird die Technologie u.a. von einem Automobilzulieferer nichtexklusiv lizenziert. In KMU-dominierten Branchen der Sensorhersteller, der Schwingungstechnik und der Elastomerverarbeitung stößt die Technologie ebenfalls auf Resonanz. So können Sensorhersteller durch DELTA-C® ihr Portfolio erweitern und Schwingungstechnikunternehmen sowie Elastomerverarbeiter können neue sensorintegrierte Produkte auf den Markt bringen. Solch eine Funktionsintegration verleiht hochspezialisierten Produkten auf Elastomerbasis besonderen Mehrwert und Vorteile im internationalen Wettbewerb durch die Überwachung von Betriebslasten, die Ermittlung der Lebensdauer, eine vorausschauende Instandhaltung sowie die Erweiterung des Systemverständnisses und die Misuse-Detektion im Feldeinsatz. Damit leistet die DELTA-C®-Technologie einen Beitrag zur fortschreitenden Digitalisierung und trägt durch die Steigerung der Wettbewerbsfähigkeit des Mittelstands mit Hilfe von Produktinnovationen zum gesellschaftlichen Auftrag von Fraunhofer bei. Dennoch bestehen Hemmnisse für gemeinsame Forschungs- und Entwicklungsprojekte sowie die Einführung der neuen Technologie.

#### Aufbau und Funktionsweise dielektrischer Elastomersensoren

Elastomere sind gummielastische Kunststoffe, die in der Technik in vielfältigen Anwendungen zum Einsatz kommen, wie z. B. zur Schwingungsbeeinflussung im Maschinen- und Anlagenbau. Sie bestehen aus Naturkautschuk oder synthetisch hergestellten Materialien und weisen aufgrund ihres inneren Aufbaus eine hohe Elastizität auf. Wird eine dünne Elastomerschicht beidseitig mit elektrisch leitfähigen und elastischen Schichten versehen, können dem Material sensorische Eigenschaften aufgeprägt werden [3]. Der entstehende Schichtverbund, aus Elastomer und Elektroden, bildet einen flexiblen Plattenkondensator. Da dessen Kapazität sich bei Deformation durch mechanische Lasten in Dickenrichtung verändert, kann dieser als Kraftsensor verwendet werden (s. Abb. 1). Wegen der Inkompessibilität des Elastomers geht die Dickenreduktion mit einer Flächenvergrößerung einher. Daher müssen die Elektroden-schichten nicht nur elektrisch gut leitfähig, sondern auch mechanisch äußerst dehnbar sein, um die Verformung des Elastomers nicht zu behindern. Die Realisierung einer geeigneten Elektroden-schicht stellt aufgrund dieses Zielkonflikts eine technische Herausforderung dar [4].

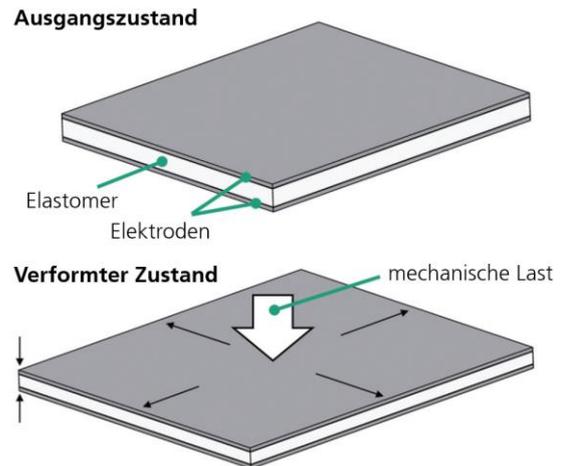


Abb. 1: Verformungsverhalten eines DE-Sensors mit dehnbaren und vollflächigen Elektroden

Am Fraunhofer LBF wurde mit DELTA-C® ein Konzept für dielektrische Elastomersensoren (DE-Sensoren) entwickelt, das auf metallischen und damit sehr gut leitfähigen Elektroden basiert [5]. Dabei handelt es sich um dehnstarre, strukturierte Elektroden, welche mindestens einseitig perforiert sind und somit dem Elastomer eine lokale Deformation ermöglichen, so dass eine makroskopische Kompressibilität des Schichtverbundes erzeugt wird (s. Abb. 2). Somit folgt trotz inkompressiblem Elastomer-material eine einaxiale Verformung mit konstanter Fläche, was die Anbindung an bestehende Strukturen erleichtert. Daher können metallische Elektroden verwendet werden, deren hohe Leitfähigkeit für geringe elektrische Verluste sorgt und den nutzbaren Frequenzbereich erweitert, da der Elektrodenwiderstand gemeinsam mit der Sensorkapazität ein Tiefpassverhalten bewirkt.

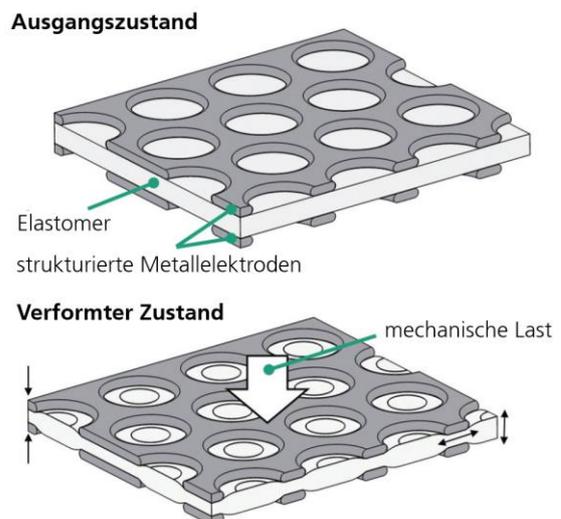


Abb. 2: Verformungsverhalten des DELTA-C®-Sensors mit dehnstarr und strukturierten Metallelektroden

Die Kapazität des Sensors kann bei bekannter Kennlinie als Maß für die aktuelle Verformung bzw. für die wirkende Kraft in Dickenrichtung herangezogen werden. Mit geeigneten Messverfahren, die auch für andere kapazitive Sensoren zum Einsatz kommen, kann die Kapazität des Werkstoffverbunds mit hoher Abtastrate ausgewertet und somit seine statische und dynamische Belastung erfasst werden [5]. Zur Einstellung von Messbereich und Sensitivität können die Elektrodenflächen (Lochdurchmesser und -abstand) angepasst, mehrere Elastomer-Elektroden-Paare gestapelt oder die Elastomerschichtdicke variiert werden. Je nach Anwendungsfall können mehrere solcher Einzelschichten mit alternierender Elektrodenkontaktierung übereinandergestapelt werden, sodass ein funktionaler Werkstoffverbund entsteht. Der Aufbau der Sensorelemente erfolgt dabei sukzessive auf einer (flexiblen) Platine, welche vorkonfektioniert in verschiedenen Stärken mit wechselseitiger Kontaktierungsmöglichkeit und integrierter Schirmung verwendet wird. Durch diesen Aufbau entsteht ein flacher Kraftsensor, welcher beliebige Formen annehmen kann. Er ist skalierbar hinsichtlich des Lastbereichs, der Überlastfähigkeit sowie statisch und dynamisch nutzbar. So entsteht je nach Anforderungen an die Sensoreigenschaften ein Schichtverbund, der in industrielle Elastomerkomponenten integriert werden kann.

### Manuelle Fertigung von individuellen DELTA-C<sup>®</sup>-Sensoren

Die anfängliche Fertigung der Sensoren bestand in dem manuellen Schichten von präzise geätzten Metallelektroden mit zugeschnittenen Elastomerfolien und dem darauffolgenden Verschweißen der Elektroden zur Kontaktierung mit dem Auswertemodul. Durch den manuellen Aufbau wird die Präzision und die Reproduzierbarkeit der Sensoren limitiert, womit ein Serien Einsatz in Elastomerkomponenten noch nicht in Betracht kommt. Die besondere Herausforderung bei der Herstellung besteht in dem Umgang mit den dünnen Elastomerschichten. So ist vor allem die Handhabung beim Zuschneiden und Stapeln der Elastomerfolien schwierig. Um reproduzierbare Sensoreigenschaften zu erreichen, müssen die Schichten eine definierte, eng tolerierte Dicke aufweisen, der Kontakt zwischen Folie und Elektrode muss flächig und frei von Verunreinigungen sein und die Perforation darf nicht vor der Belastung durch eindringendes Elastomer material ausgefüllt werden.

Bei der Integration des Sensors in einen Fahrradgriff zeigen sich die Herausforderungen der manuellen Fertigung (s. Abb. 3). Besonders die Applizierung des Sensors auf eine gekrümmte

Fläche ist komplex und kaum noch handhabbar. Daher werden im Forschungsprojekt „Delight“ (Dielektrische Elastomersensoren zur Funktionsintegration mit industrieller Herstellertechnologie, IGF-Vorhaben Nr. 22691 N, gefördert durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz BMWK) Anpassungen am Sensor vorgenommen, um eine automatisierte und wirtschaftliche Fertigung zu ermöglichen.

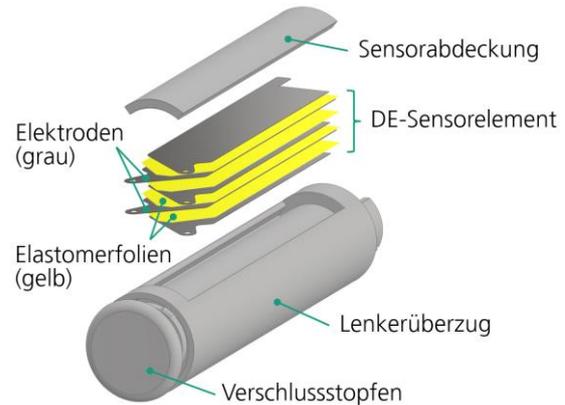


Abb. 3: Aufbau des DELTA-C<sup>®</sup>-Sensors integriert in einem Fahrradgriff

### Teilautomatisierte Fertigung von DELTA-C<sup>®</sup>-Sensoren

Aktuell wird am Fraunhofer LBF eine Fertigungsanlage für die Herstellung von DE-Aktoren mit flexiblen gesprützten Elektroden [6] zur automatisierten Fertigung von skalierbaren DELTA-C<sup>®</sup>-Sensoren umgerüstet. Der Rakelprozess hat sich in Vorüberlegungen als am geeignetsten zur Herstellung der Sensorelemente herausgestellt, da hiermit unterschiedlich dicke Elastomerschichten hergestellt und direkt mit den Elektroden verbunden werden können. Zudem wird die herausfordernde Handhabung beim Zuschneiden und Stapeln von dünnen Elastomerfolien umgangen. Ein kritischer Erfolgsfaktor besteht in der genauen Einstellung der Viskosität des Elastomers, sodass dieses beim Rakeln einerseits nicht die Perforation der Elektroden infiltriert, aber auch andererseits den Rakelprozess nicht negativ beeinflusst. Die präzise geätzten und damit kostenintensiven strukturierten Metallelektroden werden durch ein kostengünstiges, Stahlgewebe ersetzt (s. Abb. 4). Dadurch gehen die exakten Geometrien (wie Lochdurchmesser und -abstand) verloren, aber es steht eine Vielzahl an Maschenweiten zur Verfügung. Um das Infiltrationsproblem zu umgehen, wird das Stahlgewebe zusätzlich mit Kupferfolie beklebt. Die exakte Form der Elektrode mit Kontaktierungsfähnchen wird im Nachgang drahterodiert. Für diese aktuell noch teilweise händischen Arbeitsschritte wird ein automatisiertes System zur Beklebung und Formgebung der Metallelektroden entwickelt.

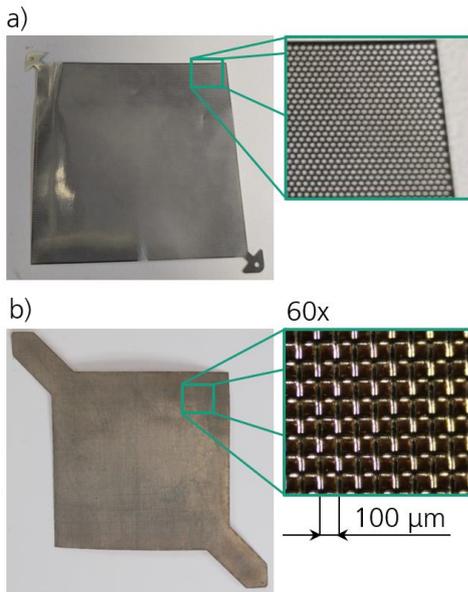


Abb. 4: Vorherige präzise geätzte Metallelektroden a) und angepasste Metallelektroden aus Stahlgewebe (mit 100 µm Maschenweite) und Kupferfolie mit 60-facher Vergrößerung b)

Die teilautomatisierte Fertigung beginnt mit dem händischen Einlegen der Sensorplatinen auf einen Aluminiumträger (vor Station 1, s. Abb. 5). Die Positionierung und Fixierung erfolgt durch eine magnetisch fixierte Stahlmaske auf dem Träger, welche eine einfache Applizierung von unterschiedlich großen und beliebig geformten planen Platinen erlaubt. Über Förderbänder und Schiebetische wird der Träger zwischen den Stationen transportiert. In der Rakeleinheit (Station 1) wird ein 2-Komponenten (2K) raumtemperaturvernetzendes (RTV) Silikon gemischt und auf den Träger mit Sensorplatine aufgerakelt und bildet die Elastomerschicht.

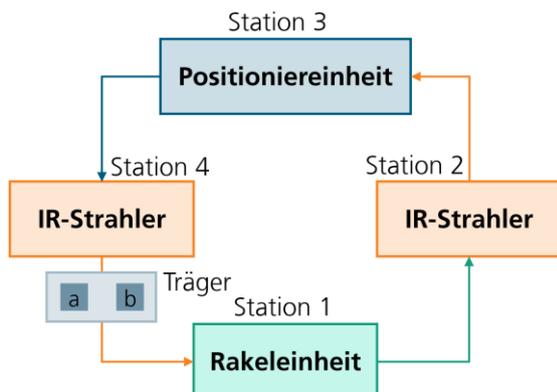


Abb. 5: Schematische Darstellung des (teil-) automatisierten Fertigungsprozess der DELTA-C®-Sensoren

In Station 2 wird die Silikonschicht unter einem Infrarot-Strahler (IR-Strahler) ausgehärtet.

Beim Aushärten muss das noch flüssige Silikon eine bestimmte Viskosität erreichen, sodass die folgende Elektrode haftet, um das nachfolgende Rakeln zu ermöglichen, aber kein Silikon in das Stahlgewebe der Elektrode eindringt. Bei der Positioniereinheit (Station 3) folgt die Platzierung der Elektroden. Dieser Prozess läuft momentan noch manuell, in Zukunft soll aber eine Vorrichtung zur Handhabung von Metallelektroden (z. B. durch Positionieren von maganziierten Metallelektroden aus foliertem Stahlgewebe mit einem Vakuumgreifer) entwickelt werden. Ist die Elektrode platziert, folgt eine weitere Aushärtung in Station 4. Danach wird der Rakelprozess wiederholt (s. Abb. 6). Die überrakelte Elektrode ist dann vollständig in Silikon eingebettet.

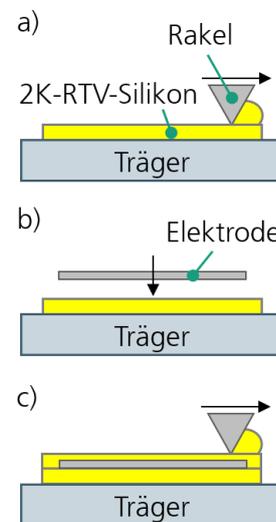


Abb. 6: Schematische Darstellung des Rakelprozesses: a) Auftragen der ersten Silikonschicht, b) Positionierung und Einlegen einer Elektrode, c) Auftragen der nächsten Silikonschicht

Dann wird der gesamte Prozess wiederholt, wobei die Elektroden immer mit wechselseitiger Kontaktierung platziert werden, bis die finale Elastomerschicht aufgerakelt wird. Somit entsteht ein Schichtverbund wie schematisch in Abbildung 7 dargestellt. Dieser Prozess erlaubt verschiedene Größen und Formen des Sensors mit unterschiedlicher Schichtanzahl und Dicke. Auch eine skalierbare Vereinzelung ist möglich, bei Verwendung von großflächigen gerasterten Platinen und Elektroden mit Vereinzelung nach Abschluss des Schichtaufbaus. Für die abschließende Kontaktierung der Elektroden werden die Kontaktstellen noch händisch von der Silikonschicht befreit und mittels Nietverbindung kontaktiert. Abschließend wird eine Schirmung über der gesamten Sensorfläche angebracht und mit der Platine verlötet, um die elektromagnetische Verträglichkeit sicherzustellen. Der fertige Sensor ist in Abbildung 8 dargestellt.

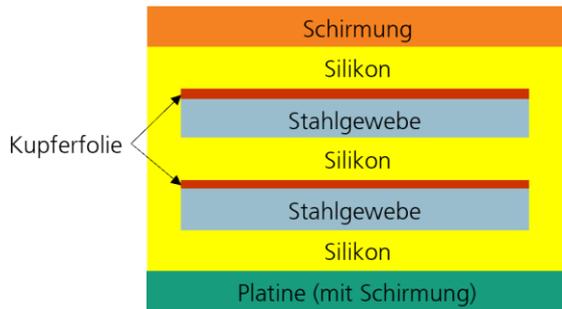


Abb. 7: Schematische Darstellung des Aufbaus des DELTA-C®-Sensors nach der teilautomatisierten Fertigung

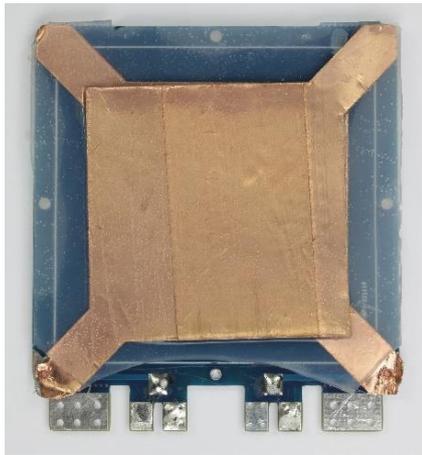


Abb. 6: Teilautomatisiert gefertigter DELTA-C®-Sensor (ohne Schirmung)

### Sensorcharakterisierung und Variation von Designparametern

Im Anschluss an die Fertigung folgt eine End-of-Line-(Eol)-Prüfung zur Charakterisierung der DELTA-C®-Sensoren. Als Prüfvorrichtung wird eine angepasste Eigenkonstruktion verwendet, welche aus einer spindelgetriebenen Druckprüfmaschine und einer Auswertelektronik besteht. Der Sensor wird flächig über einen Stempel mit einer Druckkraft bis 1900 N belastet. Es wird eine konstante geringe Belastungsgeschwindigkeit (ca. 3 mm/min) eingestellt, um viskoelastische Effekte des Silikons zu vermeiden. Bei der Prüfung werden die Druckkraft des Stempels und die Kapazität des Sensors kontinuierlich gemessen. Die Steuerung der Prüfmaschine und die Berechnung der Messgrößen erfolgt mittels LabVIEW. Die Auswertung und die Darstellung der Messdaten wird durch einen Matlab-Code realisiert. Dort werden die geglätteten Messdaten der Kapazität über der Kraft aufgetragen, was die Kennlinie des Sensors darstellt (s. Abb. 9). Des Weiteren wird die maximale Hysteresebreite berechnet, der größte Kraftunterscheid zwischen Be- und Entlastungskurve. Zur Bestimmung der relativen Hysteresebreite wird die maximale Hysteresebreite auf die Maximalkraft bezogen, sie stellt somit den größtmöglichen Messfehler des Sensors dar. Zudem werden noch weitere technische Kennwerte angegeben (s. Tab. 1), wie die Grundkapazität, also die Kapazität im unbelasteten Zustand, die Kapazität bei maximaler Belastung (ca. 1900 N), die Kapazitätsänderung  $\Delta C$  (Differenz aus maximaler Kapazität und Grundkapazität), welche ein Indikator für die

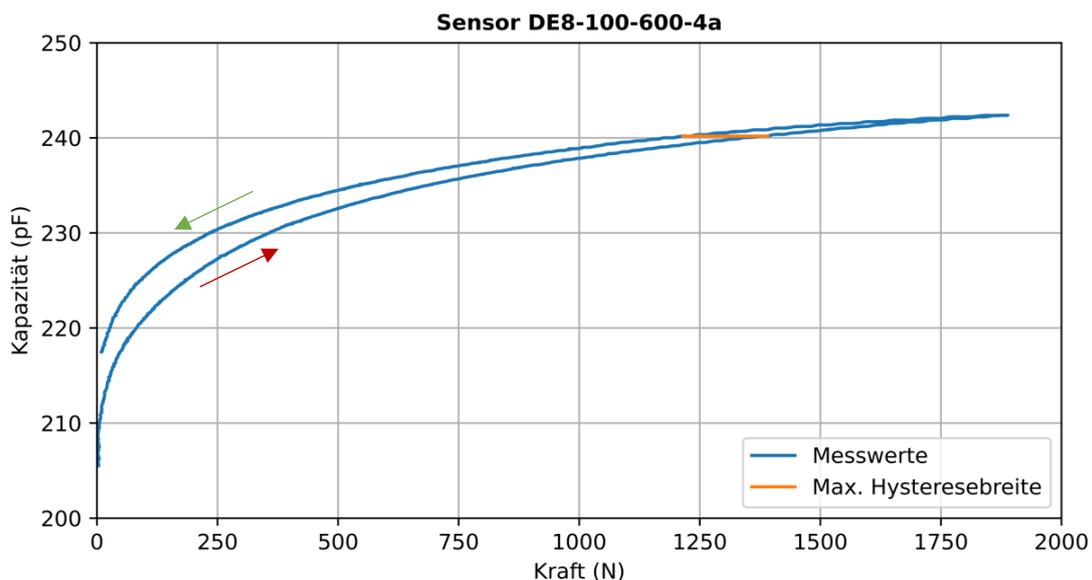


Abb. 9: Darstellung der Kennlinie (Kraft-Kapazitäts-Verlauf nach Eol-Prüfung) eines DELTA-C®-Sensors (DE8-100-600-4a) mit zwei Metallelektroden mit 100  $\mu\text{m}$  Maschenweite, separiert durch 600  $\mu\text{m}$  dicke Silikonschichten

Sensitivität des Sensors ist, und die lineare Sensitivität (Steigung der Regressionsgerade im Bereich von 0 bis 100 N bei Belastung), welche zur Messung von kleinen Kräften relevant ist. Die angegebene Sensor-Nummer (DE8-100-600-4a) gibt an, dass eine Maschenweite von 100  $\mu\text{m}$  und eine Silikonschichtdicke von 600  $\mu\text{m}$  verwendet wird. Die letzte Stelle ist eine fortlaufende Nummer mit der Trägerposition a oder b.

Tab. 1: Technische Kennwerte eines DELTA-C®-Sensors (DE8-100-600-4a)

| Sensor-Nr.: DE8-100-600-4a        | Wert | Einheit       |
|-----------------------------------|------|---------------|
| Grundkapazität                    | 207  | pF            |
| Maximale Belastung                | 1888 | N             |
| Kapazität bei maximaler Belastung | 243  | pF            |
| $\Delta C$ absolut                | 36   | pF            |
| $\Delta C$ relativ                | 17,4 | %             |
| Maximale absolute Hysteresebreite | 176  | N             |
| Maximale relative Hysteresebreite | 9,3  | %             |
| Lineare Sensitivität (0-100N)     | 0,19 | pF/N          |
| Silikonschichtdicke               | 600  | $\mu\text{m}$ |
| Maschenweite                      | 100  | $\mu\text{m}$ |

Die Kennlinien der charakterisierten Sensoren zeigen alle einen asymptotischen Verlauf, wobei sich die Kurve einer maximalen Kapazität annähert, welche bei Erhöhung der Drucklast annähernd konstant bleibt. Bis zu einer Kraft von ca. 1900 N liegt noch eine ausreichende

Kapazitätsänderung vor, sodass eine Änderung der Kraft detektiert werden kann. Des Weiteren bildet die Kennlinie eine relativ breite Hysteresese, also einen unterschiedlichen Verlauf bei Be- und Entlastung. Diese sollte möglichst gering sein, da sie einen direkten Einfluss auf die Genauigkeit des Sensors hat. Bisher können Kennlinien mit einer max. Hysteresebreite (in Abb. 9 in orange dargestellt) von unter 10 % zur maximalen Belastung erzielt werden.

Zur Untersuchung von Designparametern wird zuerst die Reproduzierbarkeit der teilautomatisiert gefertigten Sensoren geprüft. Für die Variation von Designparameter sollten annähernd identische Sensoren gefertigt werden können. Daher werden die Kennlinien von Sensoren mit identischen Designparametern verglichen (s. Abb. 10). Es ist zu beobachten, dass trotz gleichbleibender Maschenweite und Silikonschichtdicke unterschiedliche Kennlinien auf verschiedenen Kapazitätsniveaus entstehen. Die Grundkapazität und die Kapazität bei maximaler Belastung zeigen eine prozentuale Standardabweichung zum Mittelwert von 12 bis 14 %. Die maximale Hysteresebreite schwankt um ca. 23 % und die Kapazitätsänderung  $\Delta C$  um ca. 36 %. Aufgrund dieser starken Unterscheide ist zum momentanen Standpunkt der Automatisierung noch keine gute Reproduzierbarkeit gegeben. Die Ursache wird in der noch teilweise händisch ausgeführten Fertigung gesehen. Das manuelle Positionieren und Andrücken der Elektroden führt zu abweichenden Silikonschichtdicken und Variationen in der Überlappung der Wirkflächen, was die unterschiedlichen Kapazitätsniveaus erklärt. Zudem entstehen beim händischen Bekleben des

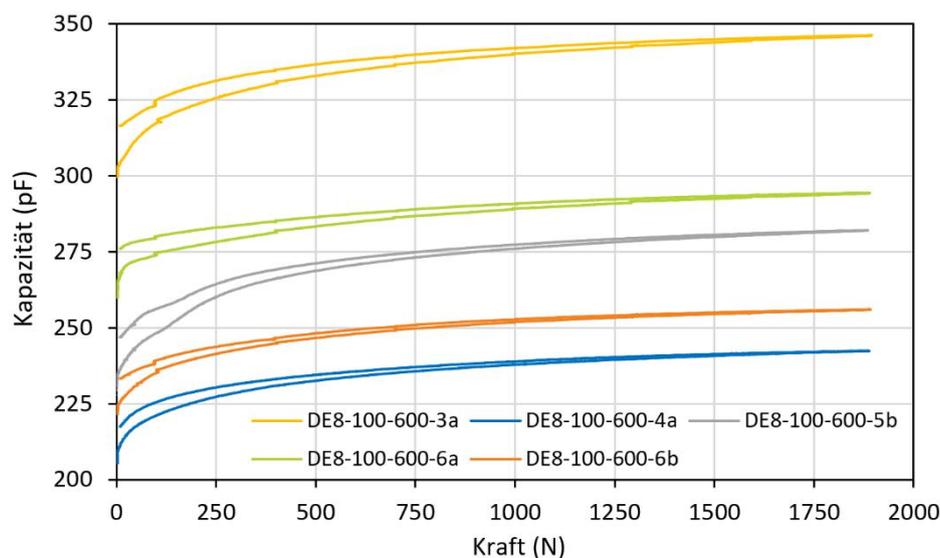


Abb. 10: Vergleich der Kennlinien (nach Eol-Prüfung) von DELTA-C®-Sensoren mit identischen Designparametern (DE8-100-600)

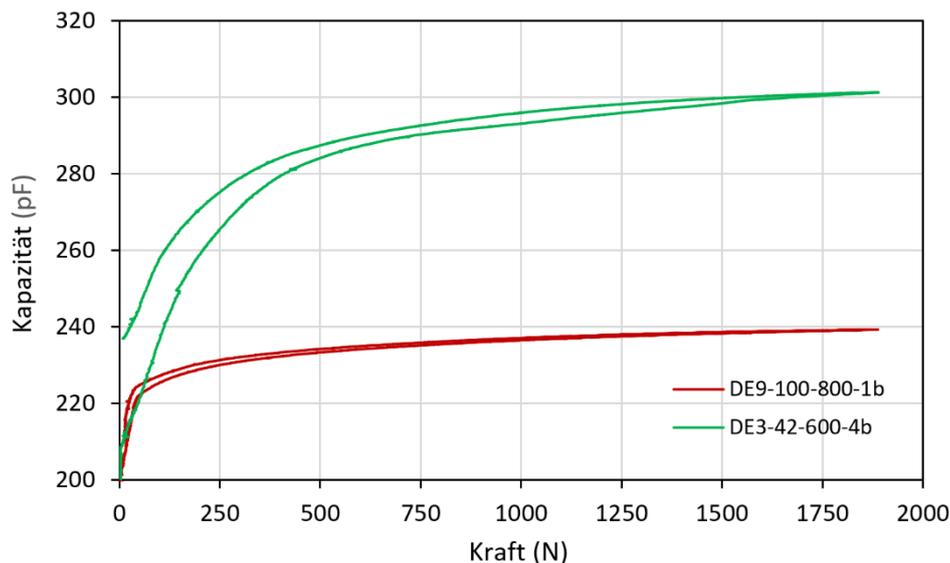


Abb. 11: Vergleich der Kennlinien (nach Eol-Prüfung) von DELTA-C®-Sensoren mit unterschiedlichen Designparametern (Maschenweite und Silikon-schichtdicke)

Stahlgewebes mit der Kupferfolie kleine Falten und Wölbungen. Diese Unregelmäßigkeiten haben einen Einfluss auf das kapazitive Verhalten des Sensors.

Zum momentanen Zeitpunkt des Projektes wurden bereits erste Designparameter variiert, um deren Einflüsse einschätzen zu können. In Abbildung 11 werden zwei Sensortypen mit unterschiedlichen Maschenweiten und Silikon-schichtdicken verglichen. Die Kennlinien unterscheiden sich stark in ihrem Verlauf, obwohl eine annähernd identische Grundkapazität vorliegt. Der DE9-Sensor weist zu Beginn einen starken Anstieg auf und flacht ab ca. 50 N stark ab, sodass kaum noch eine Änderung der Kapazität stattfindet. Dieses Verhalten ist vorteilhaft für die Messung kleiner Kräfte, aber für die Messung größer Kräfte weniger geeignet. Der DE3-Sensor zeigt zu Beginn einen sanfteren Anstieg und flacht dann weniger stark ab, sodass auch bei höheren Lasten noch eine detektierbare Änderung der Kapazität vorliegt. Durch die zusätzlich breitere Hysterese beim DE3-Sensor ist zudem eine genaue Messung kleiner Kräfte erschwert. Auch wenn noch keine quantifizierbaren Aussagen über die Einflüsse der Designparameter getroffen werden können, ist zu erkennen, dass das Sensorverhalten mittels der Designparameter an unterschiedliche Anwendungsfälle angepasst werden kann.

#### Ausblick zur Integration der DELTA-C®-Sensoren in verschiedene industrielle Anwendungen

Um die Nutzbarkeit der sensorischen Eigenschaften von dielektrischen Elastomeren nach-

zuweisen und deren Integrationspotenziale in verschiedenen Anwendungen aufzuzeigen, wurden bisher am Fraunhofer LBF zwei Sensorvarianten aufgebaut und getestet. Abbildung 12 zeigt eine manuell gefertigte Realisierungsvariante in Form eines runden Flachsensors mit einer Dicke von etwa 1 mm und Abbildung 13 stellt die Integration eines DE-Sensors in ein konventionelles Elastomer-Maschinenlager dar. Das Messlager kann verwendet werden, um die Strukturintegrität von Maschinen zu überwachen oder um Fehlfunktionen von Anlagen zu identifizieren.

Im weiteren Verlauf des Projektes „Delight“ werden mehrere applikationsspezifische Sensoren designt und charakterisiert, um in verschiedenen industriellen Anwendungen wie Bedienelementen, Aggregatlagern oder Kupplungen getestet zu werden. Dafür wurden vier Anwendungsfälle ausgewählt, welche ein breites Spektrum an unterschiedlichen Anforderungen abdecken. Dabei müssen unterschiedliche Lastbereiche (10 bis 6000 N), Sensorabmessungen und Genauigkeiten abgedeckt werden. Zudem werden extreme Umweltbedingungen mit Temperaturen von -40 bis +85 °C erreicht.



Abb. 12: Runder Flachsensor mit einer Dicke von etwa 1 mm (manuelle Fertigung)



Abb. 13: Integration dielektrischer Elastomere in ein konventionelles Elastomer-Maschinenlager

Bisher wurde ein teilmontiert gefertigter DELTA-C<sup>®</sup>-Sensor erfolgreich in ein Elastomerbauteil (blau in Abb. 14 dargestellt) eines Aggregatlagers integriert (s. Abb. 15). Bisherige Versuche zeigen, dass der Sensor auch nach dem Integrationsprozess funktionstüchtig bleibt und eine Kapazitätsänderung bzw. eine Kraftänderung detektiert werden kann. Die Sensor Kennlinie des Bauteils wurde noch nicht untersucht.



Abb. 14: Universal-Präzisions-Maschinen-schuhe (Aggregatlager) der Firma Isoloc

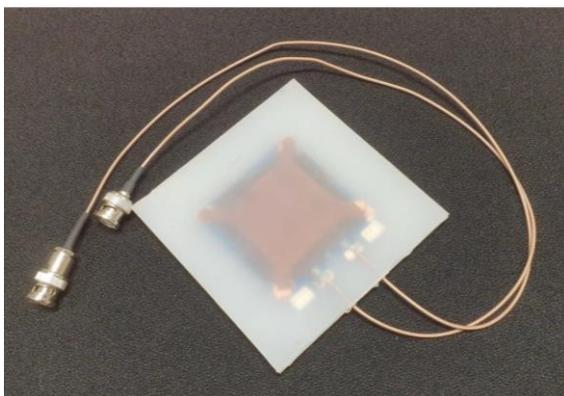


Abb. 15: DELTA-C<sup>®</sup>-Sensor integriert in ein Elastomerbauteil eines Aggregatlagers

Durch die gute Integrationsfähigkeit dielektrischer Elastomere in Teilkomponenten können diese einen maßgeblichen Beitrag zur

Digitalisierung von bislang passiven mechanischen Bauteilen hin zu einer vernetzten, intelligenten und autonom überwachten Produktion beitragen. Das Forschungsvorhaben kann die Potenziale der Technologie als Sensorwerkstoff in Bezug auf eine gute Integrationseignung aufgrund geometrischer Flexibilität aufzeigen. Es können Kraftsensoren mit einer Dicke unter einem Millimeter und weitestgehend frei wählbarer Geometrie hergestellt werden, welche sich zudem zur Applikation auf gekrümmten Flächen eignen.

### Literaturnachweis

- [1] Stauder, J., et al. „Assistenzsysteme in der Produktionstechnik.“, 2017.
- [2] Lee, Bo-Yeon; Kim, Jiyoung; Kim, Hyungjin; Kim, Chiwoo; Lee, Sin-Doo (2016): Low-cost flexible pressure sensor based on dielectric elastomer film with micropores. In: Sensors and Actuators A: Physical 240, S. 103–109. DOI: 10.1016/j.sna.2016.01.037.
- [3] Biggs, J, et al. „Elektroaktive Polymere: Entwicklungen und Perspektiven dielektrischer Elastomere“, Angewandte Chemie 125, Nr. 36, S. 9581–9595, 2013
- [4] Rosset, S., Shea, H.: „Flexible and stretchable electrodes for dielectric elastomer actuators“, Applied Physics A 110, Nr. 2, S. 281–307, 2013
- [5] Kaal, W., Herold, S.: „Numerical investigations on dielectric stack actuators with perforated electrodes“, Smart Materials and Structures, Jg. 22, Nr. 10, S. 104016, 2013
- [6] Uhl, D.; Aul, A.; Vierhaus, P.; Nierla, T.; Straus, M.; Rabindranath, R. und Böse, H. (2015): Planare dielektrische Elastomeraktoren in Multilayertechnologie für industrielle Anwendungen (PlanDE). Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V. (FhG); Fraunhofer-Institut für Silicatforschung ISC. Würzburg.

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

# Histogramm-Verfahren für die Signalaussteuerung bei der Impedanzspektroskopie für Fahrzeugbatterien

*Tobias Frahm, Florian Rittweger, Thorben Schüthe, Karl-Ragmar Riemschneider*

*Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg, Berliner Tor 7, 20099 Hamburg*

## Zusammenfassung

Die bewährte Methode der elektrochemischen Impedanzspektroskopie soll in Zukunft auf das gesamte Batteriesystem in Elektrofahrzeugen angewandt werden. Die dabei erfassten Spannungsantworten der Batteriezellen weisen besonders kleine Amplituden und geringe Störabstände auf. In diesem Kontext soll ein messtechnisches Teilproblem untersucht werden. Für die Umsetzung war es Aufgabe, durch einen steuerbaren Vorverstärker den Dynamikbereich des Analog-Digital-Wandlers (ADC) vollständig zu nutzen. Aufgrund der schlechten Signalqualität bei hoher Verstärkung führt das zu frühzeitiger Übersteuerung des ADC. Hieraus ergaben sich zwei Zielstellungen. Zum einen war die Sättigung des ADC zu erkennen und für die Steuerung des Vorverstärkers zu berücksichtigen. Zum anderen sollte der durch Sättigung entstehende Fehler bestmöglich kompensiert werden. Als Randbedingung musste sich auf Methoden beschränkt werden, welche mit minimalem Rechenaufwand im Sensorchip für jede Batteriezelle implementiert werden können. Der Lösungsansatz greift auf die fortlaufende Beobachtung des abgetasteten Signals mit einfachen statistischen Verfahren zurück. Es werden dabei drei Parameter ermittelt: der Anteil der Datenpunkte in Sättigung, die Varianz und Kurtosis der verbleibenden Datenpunkte, die sich nicht in Sättigung befinden. Daraus kann ein Amplituden-Korrekturfaktor bestimmt werden, welcher die fehlerhaft ermittelte Signalamplitude des übersteuerten Messsignals weitgehend ausgleicht. Dieser Amplituden-Korrekturfaktor kann bei der Berechnung der Impedanz eingesetzt werden. Die vorgestellten Ergebnisse zeigen, dass damit die negativen Auswirkungen infolge der Übersteuerung deutlich zu reduzieren sind.

**Keywords:** Elektrochemische Impedanzspektroskopie, Mixed-Signal-Processing, Histogramm, ADC-Clipping, Batteriesensorik

## 1. Motivation

In Elektrofahrzeugen der nächsten Generation soll auch das Batterie-Management-System (BMS) weiter verbessert werden. Zu diesem Zweck gibt es das Bestreben, die im Labor etablierte Methode der Elektrochemischen Impedanzspektroskopie (EIS) einzusetzen. Mithilfe der EIS lassen sich wertvolle Informationen über den Zustand der Batteriezelle ableiten, hierzu gehören der aktuelle Ladezustand, die Zellalterung, die Leistungsprädiktion und die Innentemperatur [1], [2]. Im Fahrzeug werden die Batteriezellen mit niederfrequenten Wechselströmen angeregt, die an jeder Batteriezelle eine Spannungsantwort erzeugen [3], [4], [5], [6]. Aus dem Wechselstrom und der Spannungsantwort wird die Impedanz für ein Spektrum von Anregungsfrequenzen errechnet. In Elektrofahrzeugen werden Batteriezellen mit sehr geringem Innenwiderstand bis unter einem Milliohm eingesetzt. Zudem ist der Anregestrom aus Gründen der verfügbaren Energie und des Schaltungsaufwands limitiert. Für die Wechselströme zur Anregung wird eingeschätzt, dass der Bereich

zwischen 1 A und 10 A umsetzbar ist. Infolgedessen liegen die Spannungsantworten in der Größenordnung von 1 mV. Sie sind mindestens prozentgenau zu erfassen, d. h. auf sieben Bit oder mehr digital aufzulösen. Der ADC benötigt hierfür einen analogen Vorverstärker. Weil Vorverstärkungsfaktoren in der Größenordnung von 1000 mitunter erforderlich sind, werden unter Praxisbedingungen starke Stör- und Rauscheinflüsse auftreten. Die Verstärkungsfaktoren sind nur mit einer begrenzten Stufenzahl einstellbar. In der Gesamtheit führt das zu einem Zielkonflikt. Entweder wird auf Signalauflösung verzichtet oder es wird ein Fehler durch teilweise Übersteuerung des ADC unvermeidbar. Diese gegensätzliche Problematik besteht auch in anderen Anwendungen [7], [8], [9], [10] und ist der Ausgangspunkt für den nachfolgend vorgestellten Lösungsansatz.

## 2. Systemkontext

Im BMS des Fahrzeugs sind komplexe Rechenmodelle für die Zustandsbestimmung der Batterie implementiert. Sie sollen zukünftig auch auf die Impedanzwerte bei verschiedenen An-

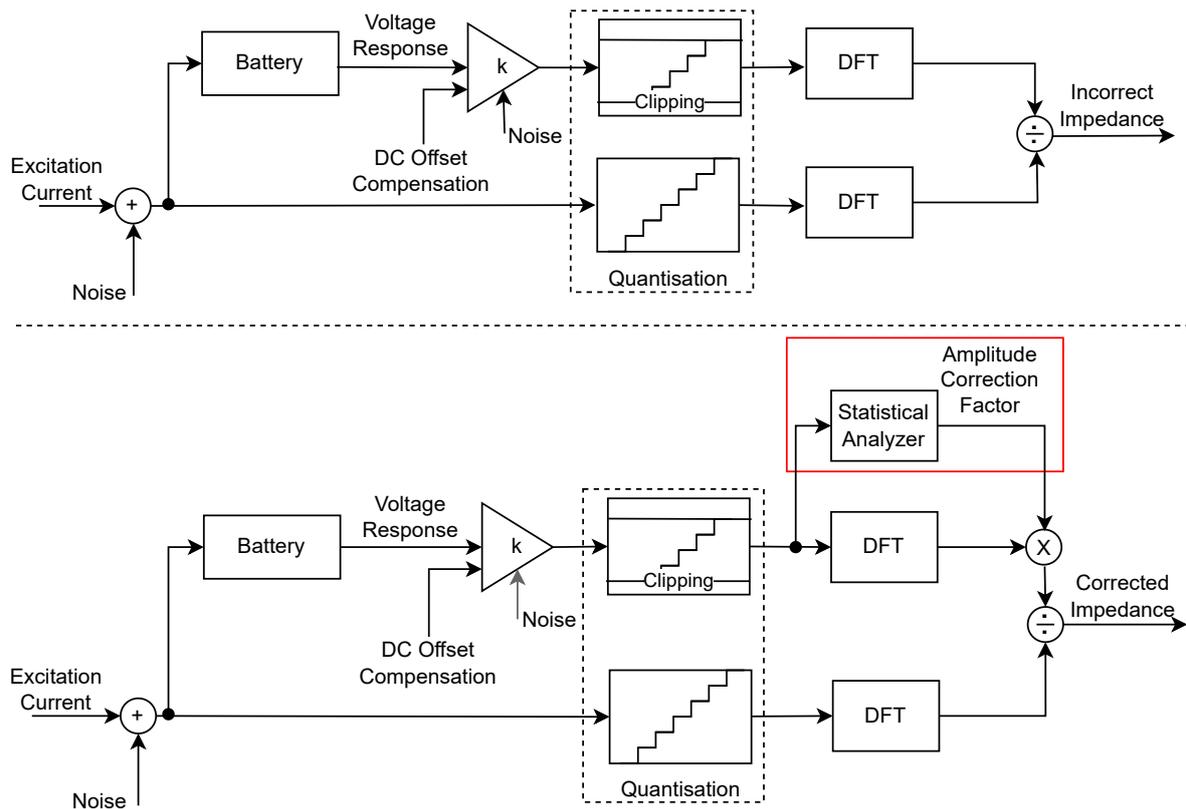


Abb. 1 Die Berechnung der Impedanz wird infolge von unbekannter Amplitude und Rauscheinflüssen verfälscht, wenn eine Sättigung des ADC eintritt (oben). Ziel des vorgestellten Verfahrens ist, die Verfälschung durch einen Amplitude-Korrekturfaktor weitgehend auszugleichen (unten).

regeffrequenzen zurückgreifen können. Hiervon sollen wertvolle Informationen wie Ladezustand, Temperatur, Alterungszustand und Strombelastbarkeit abgeleitet werden. Die Impedanzwerte sind komplexe Größen, welche sich aus den Wechselgrößen von Strom und Spannung errechnen lassen. Hierzu wird ein Wechselstrom mit einer bestimmten Frequenz als Anregung durch die Reihenschaltung der Zellen geleitet. Über jeder Zelle fällt eine resultierende Spannungsantwort ab. Deren Amplitude wird vom ohm'schen Anteil des Innenwiderstands der Zellen bestimmt und die Phase von den kapazitiven Effekten beeinflusst. Es sind Rechenmodelle auf der Basis von Ersatzschaltbildern mit mehreren RC-Gliedern üblich [3].

Bei der Impedanzberechnung werden die Messdaten von Strom und Spannung blockweise ausgewertet, in der Regel erfolgt dies nach Transformation in den Frequenzbereich. Die Abb. 1 zeigt den Messvorgang im Überblick, dabei bestehen folgende Rahmenbedingungen: Die Messung des Anregestroms im Bereich einiger Ampere wird als messtechnisch weniger problematisch eingeschätzt. Die erforderliche Genauigkeit im Prozentbereich ist mit vertretbarem Aufwand

erreichbar. Vereinfachend wird für den Anregestrom von einem nicht übersteuerten Messsignal ausgegangen.

Dies gilt nicht für den Messbereich der Spannungsantworten. Die niederohmigen Zellen erfordern hohe Verstärkungsfaktoren, welche zudem an das aktuelle Signal angepasst werden. Dies erfolgt mithilfe einer stufenweise Steuerung des Vorverstärkers durch die nachgeschaltete digitale Signalverarbeitung. Zudem muss eine Subtraktion des Gleichanteils der Zellspannung erfolgen. Dies kann durch eine steuerbare Subtrahierschaltung oder eine kapazitive Wechselstromkopplung erfolgen. Letzteres ist für eine niederfrequente Anregung bis unter einen Hertz nicht mehr praktisch umsetzbar, weil die notwendigen Kondensatoren sehr groß würden. Daher wird der Gleichanteil auch durch eine steuerbare Referenzspannung kompensiert. Diese wird ebenfalls vom erfassten Digitalsignal errechnet. Dabei wird eine symmetrische Nutzung des Dynamikbereichs des ADC angestrebt.

Die Voruntersuchungen zeigen, dass im Gegensatz zur Strommessung von einem sehr ungünstigen Störabstand auszugehen ist. Unter diesen Bedingungen ergeben sich in der Regel zahlrei-

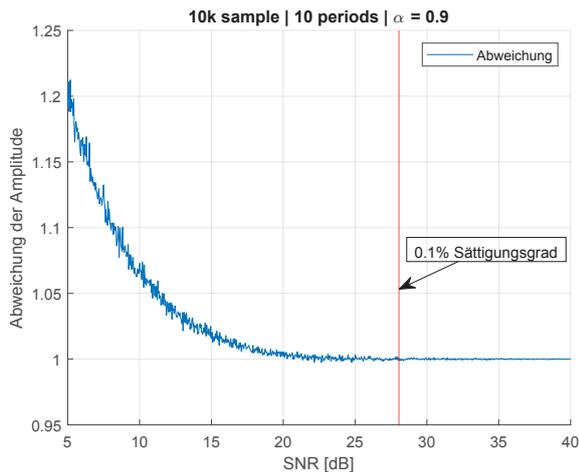


Abb. 2 Rauschteile bewirken eine Abweichung in der berechneten Amplitude  $\alpha$  der DFT.

che Abtastpunkte, welche sich im oberen und unteren Sättigungsbereich der Analog-Digital-Umsetzung liegen.

Die Abb. 2 zeigt, dass bereits durch eine Sättigung des ADC allein durch Rauschteile des Signals die berechnete Amplitude verfälscht wird. Und das obwohl die Signalamplitude ohne Rauschen noch nicht übersteuert ist. Ob sich der ADC in Sättigung befindet und inwieweit die Amplitude verfälscht ist, kann durch eine Klirrfaktoranalyse festgestellt werden. Sie ist jedoch vergleichsweise rechenaufwendig. Wenn sich die Ableitung des gemessenen Signals abschnittsweise zu null ergibt, kann eine Aussage über den Grad der Übersteuerung getroffen werden. Bei starken Rauschteilen ist diese Methode ungeeignet. Auch das einfache Betrachten der Minimal- und Maximalwerten im ADC kann für eine Beurteilung des Sättigungszustands des ADC eingesetzt werden. Weiterhin ist es für eine optimale Aussteuerung notwendig, dass sich die Abtastwerte des Signals möglichst symmetrisch im Dynamikbereich des ADC verteilen. Dies wird ebenfalls durch das Zusammenwirken von analoger und digitaler Signalverarbeitung sichergestellt. Das vorgestellte Verfahren lässt eine Auswertung der Symmetrie der blockweise erfassten Messwerte zu und steuert damit die erforderliche Referenzspannung, welche von der veränderlichen Zellspannung subtrahiert wird. Diese Kompensierung muss trotz vergleichsweise großer Spannung hinreichend präzise erfolgen, da anschließend hohe Verstärkungsfaktoren verwendet werden.

### 3. Lösungsansatz

Der Lösungsansatz besteht in der stochastischen Auswertung der Verteilung der Daten-

punkte des Signals. Mit den gemessenen Charakteristiken wird ein Rückschluss auf den Grad des Fehlers der Messung ermöglicht. Entsprechende Amplitude-Korrekturfaktoren (AKF) können zur Korrektur angewandt werden. Das Histogramm wird in  $h_b = 2^n$  Klassen mit  $n = 12$  aufgeteilt, dies entspricht den Quantisierungsstufen des ADC. Die Ränder  $h_0$  und  $h_b$  beinhalten die Datenpunkte in den Grenzbereichen des Dynamikumfangs des ADC. Über den Anteil der Datenpunkte, welche sich in den Randbereichen befinden, lässt sich eine Aussage über den Sättigungsgrad des ADC treffen. In Kombination mit den stochastischen Momenten der Varianz sowie der Kurtosis kann der Fehler, welcher durch Sättigung des ADC entsteht, einem AKF zugeordnet und anschließend kompensiert werden.

### 4. Statistische Analyse

Das Histogramm findet unter anderem Anwendung zum Testen und zur Charakterisierung von Analog-Digital-Wandlern [12]. Sinusförmige Signale weisen eine charakteristische Verteilungsfunktion auf, welche qualitativ einem Spezialfall der Beta-Verteilung für  $\alpha = \beta$  entspricht. In der Abb. 3 (linke Spalte) ist die charakteristische Ausprägung des Histogramms eines periodengenauen, sinusförmigen Signals für steigende Verstärkungen zu sehen. Zu erkennen ist, dass die Datenpunkte sich bei zunehmender Verstärkung des Signals in die Randbereiche verlagern. Der Anteil der sich in Sättigung befindlichen Abtastwerte wird im folgenden Sättigungsgrad  $c$  genannt. Dies wird auch durch die statistischen Momente der Verteilung beeinflusst. Dazu gehören Varianz und Kurtosis (Wölbung). Die Abb. 3 (unten) zeigt den Verlauf des Histogramms bei zunehmendem Rauschen (Verschlechterung des SNR) und konstanter Verstärkung. Im Vergleich zu einem rauschfreien sinusförmigen Signalverlauf bildet sich das Histogramm weniger markant aus. Die Datenpunkte verteilen sich gleichförmiger über alle Klassen des Histogramms, bis die Sättigung durch starkes Rauschen wieder zu einer Konzentration der Datenpunkte in den Randbereichen führt. Auffällig ist außerdem, dass die Varianz mit steigendem Sättigungsgrad des ADC wenig Veränderung aufweist, wohingegen die Kurtosis sensibler reagiert. Das Histogramm ist durch einfaches Zählen der Abtastpunkte im Wertebereich einer Klasse zu implementieren. Es kann verwendet werden, um Rückschlüsse auf die Signalqualität des vorliegenden Signals zu ziehen und um Korrekturen von Verfälschungen zu ermöglichen.

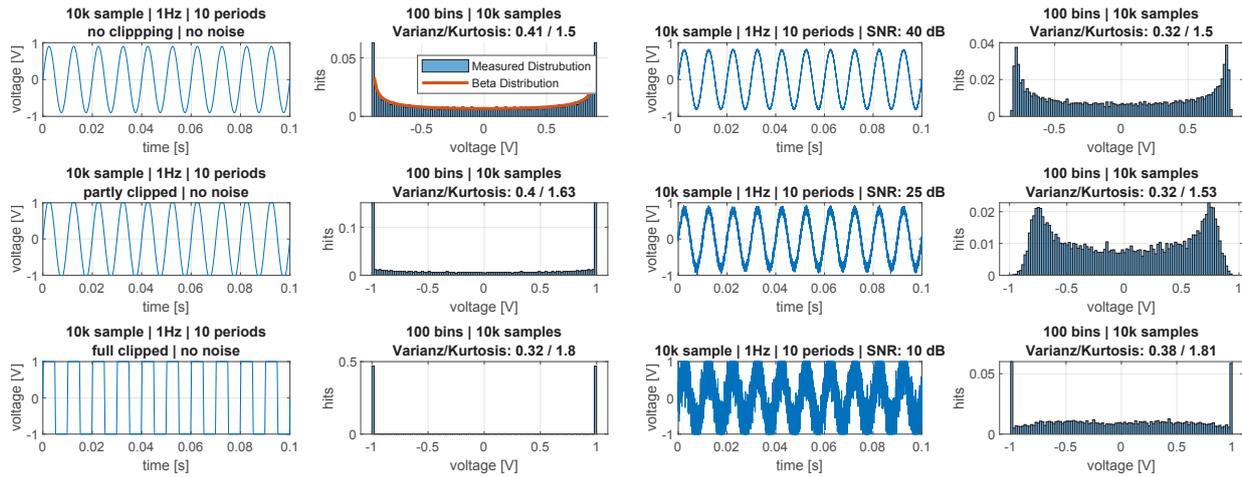


Abb. 3 Die linken Histogramme werden durch rauschfreie Signale mit verschiedener Amplitude erzeugt. Dabei werden unterschiedliche Sättigungsgrade dargestellt. Die rechten Histogramme zeigen verschiedene Rauschverhältnisse bei konstanter Amplitude.

## 5. Ermittlung der Korrekturfaktoren

Der Zusammenhang der Korrekturfaktoren zeigt sich über den Störabstand und der Verstärkung des Signals mit den drei angeführten Größen:

- Sättigungsgrad als Anteil der Datenpunkte in der Sättigung des ADC
- Varianz der Verteilung der Abtastwerte<sup>1</sup>
- Kurtosis der Verteilung der Abtastwerte<sup>1</sup>

Der Dynamikbereich des ADC ist in  $b$  Stufen aufgelöst. Jeder Abtastpunkte kann in einem Histogramm einer Klasse  $h_i$  zugeordnet werden, wobei  $b \leq i$  ist. Der Sättigungsgrad ergibt sich aus der Anzahl der Abtastpunkte  $n_0$  und  $n_b$  in den äußersten Klassen  $h_0$  und  $h_b$  des Histogramms nach Gl. (1).

$$c = \frac{n_0 + n_b}{n} \cdot 100 \quad (1)$$

Die Ermittlung der AKF muss zuvor mittels Simulation erfolgen. Dafür wird in der Simulation ein sinusförmiges Referenzsignal  $u_{Ref}(t)$  mit bekannter Amplitude verwendet, das kein Rauschen aufweist. Spektralanteile außerhalb der Grundfrequenz  $f_0$  des Referenzsignals werden nicht betrachtet. Dieses Signal  $u_{Ref}(t)$  wird außerdem mit additivem Rauschen beaufschlagt, entsprechend dem Batteriemodell beeinflusst und multiplikativ verstärkt. Anschließend wird es in den Minimal- und Maximalwerten begrenzt und quantisiert. Hierfür werden die relevanten Kombinationen aus SNR  $n$  und Verstärkung  $g$  durchlaufen. Es ergibt sich das Signal  $u_{n,g}(t)$ . Dafür wird jeweils der Sättigungsgrad des ADC, die Varianz  $\sigma^2(u_{n,g}(t))$  und die Kurtosis  $w(u_{n,g}(t))$  bestimmt. Für den AKF ergibt sich im Frequenzbereich Gl. (2).

<sup>1</sup>Nicht berücksichtigt werden Abtastwerte in der Sättigung des ADC.

$$AKF_{n,g} = \frac{|\hat{U}_{Ref}(f_0)|}{|\hat{U}_{n,g}(f_0)|} \quad (2)$$

Zur weiteren Optimierung kann der Korrekturfaktor auch komplex bestimmt werden, der aktuelle Ansatz verwendet den Betrag und skaliert den Imaginär- und Realteil der komplexen Amplitude.

## 6. Kalibrations- und Arbeitsphase

Zunächst wird eine Kalibrationsphase durchgeführt, in welcher eine Zuordnung des AKF anhand der statistischen Eigenschaften des Ausgangssignals erfolgt. Diese Zuordnung wird als tabellarische Abbildung in einer Look-Up Tabelle (LUT) gespeichert, siehe Abb. 4. Die Einträge der LUT werden durch Simulationsläufe für alle Parameterkombinationen aus Verstärkung (Gain) und Rauschanteil (Noise) erzeugt. Dabei durchlaufen die Parameter stufenweise Bereiche, die für die Anwendung zuvor abgeschätzt wurden. Sofern dabei Einträge der LUT nicht besetzt werden, erfolgt eine Interpolation. Die Mehrfachbesetzung von Einträgen in der LUT kam in der Simulation selten vor, in diesem Fall wurde der vorherige Eintrag überschrieben. Der resultierende Fehler hat einen vernachlässigbaren Einfluss. Dies entspricht auch der geringen Abweichung in der Differenzdarstellung in Abb. 5 (unten rechts).

In der späteren Arbeitsphase kann das Messsignal nach den statistischen Eigenschaften blockweise analysiert werden. Die drei Ergebnisse der Analyse können unmittelbar als Index der LUT verwendet werden und der AKF aus der LUT ausgelesen werden. Die Abb. 5 zeigt die Charakteristik des Sättigungsgrades und der stochastischen Momente für die Signale  $u_{n,g}(t)$ . Als Alternative zur LUT kann eine Funktion von

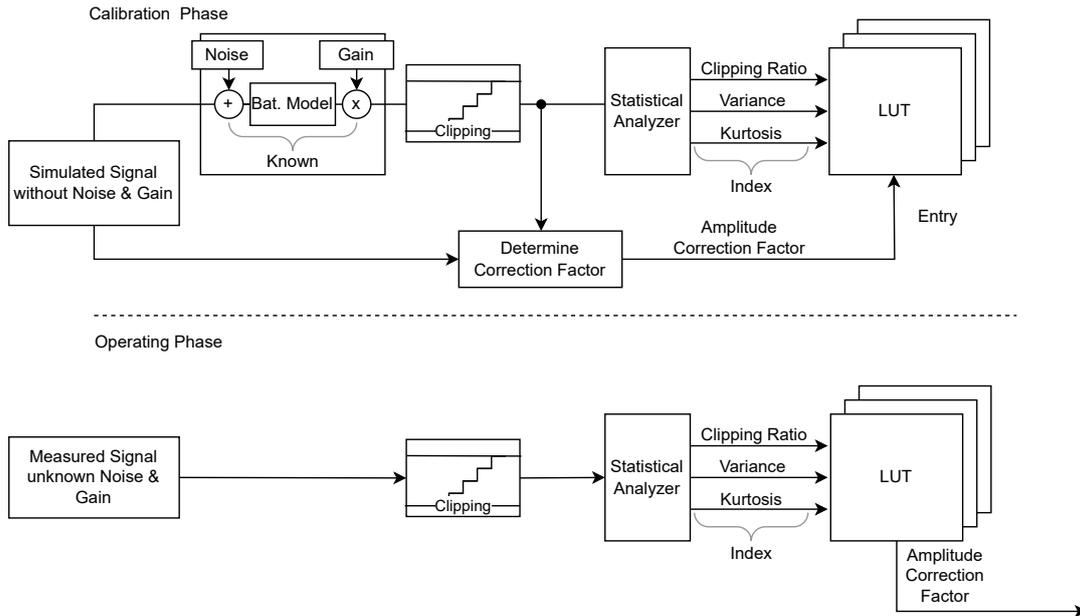


Abb. 4 Während der Kalibrationsphase wird die LUT erstellt. Während der Arbeitsphase liefert die LUT den Amplituden-Korrekturfaktor.

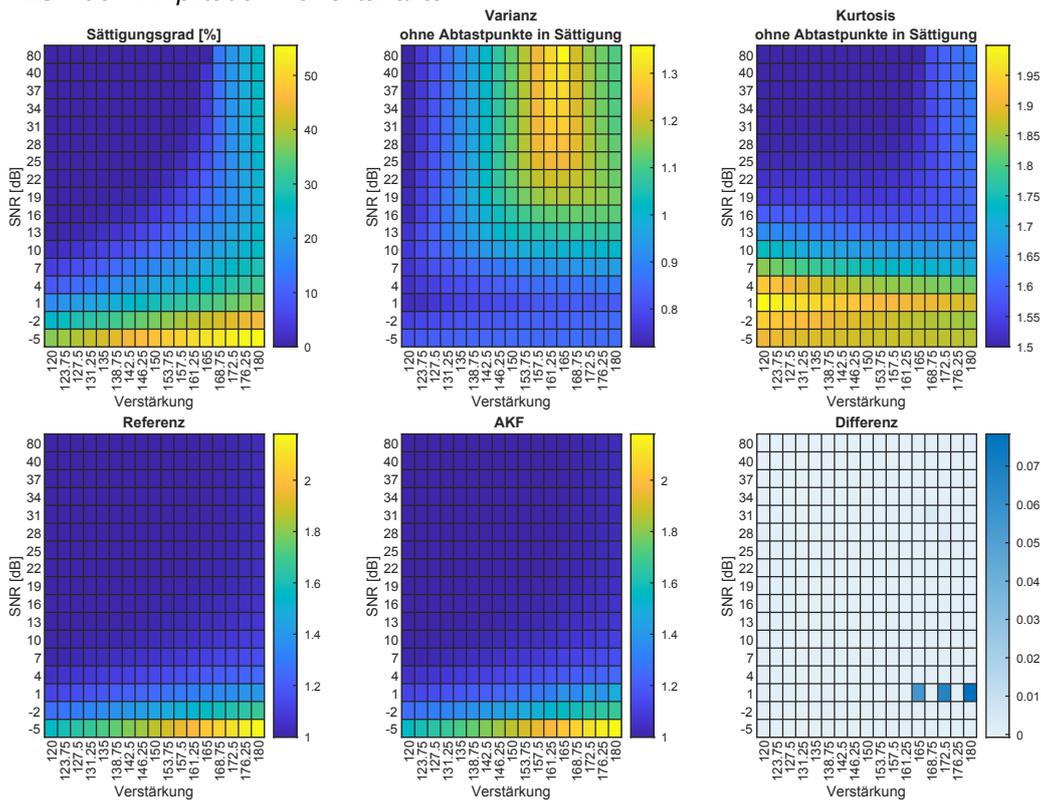


Abb. 5 Die stochastischen Merkmale der Verteilung (oben) werden verwendet, um auf die Signalqualität zu schließen. Die AKF (unten) werden für jede Kombination von Verstärkungsfaktoren und Rauschabstand des Signals gebildet. In den Darstellungen (oben) ist zu erkennen, dass der Sättigungsgrad, die Varianz und die Kurtosis unterschiedliche Bereiche mit deutlichen Gradienten aufweisen. Diese Bereiche ergänzen sich in der Überdeckung. Damit wird eine Zuordnung mit hinreichender Sicherheit möglich, wenn diese drei Parameter herangezogen werden.

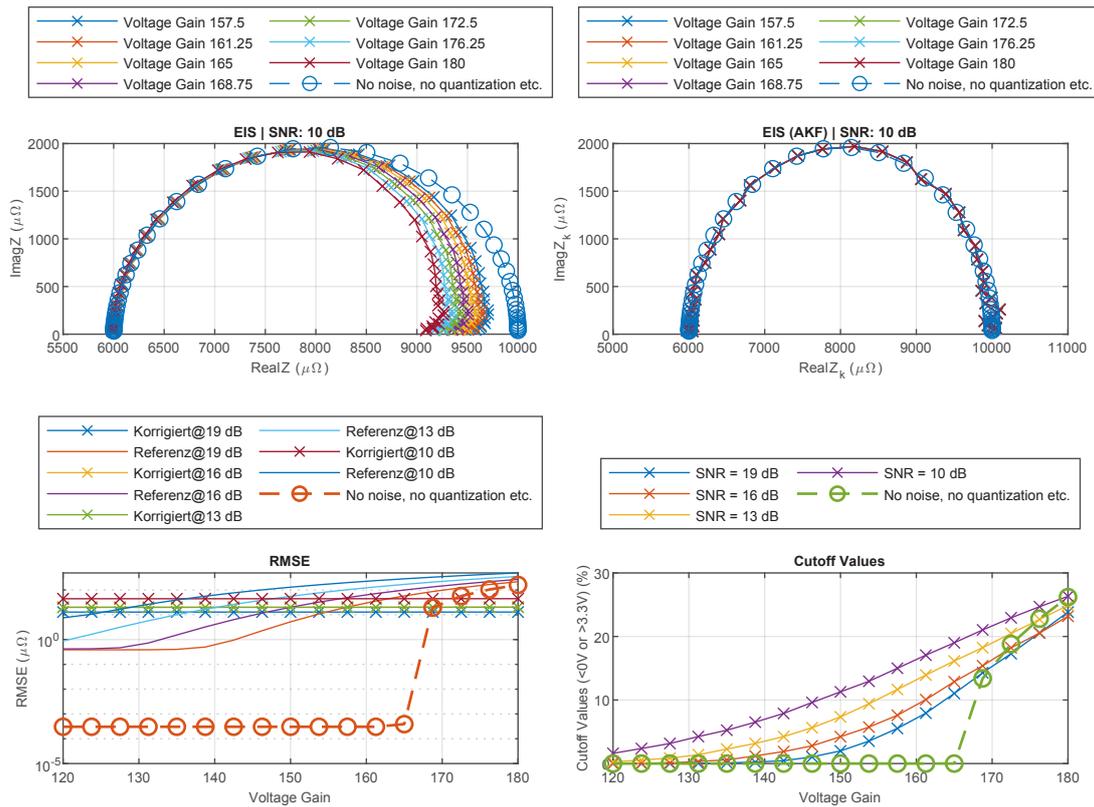


Abb. 6 Das EIS-Spektrum weist nach der Korrektur eine deutliche Verbesserung im direkten Vergleich auf. Die Korrektur ist besonders bei hohen Verstärkungen wirksam, was auf den Amplitudengang des Batteriemodells zurückzuführen ist.

drei Variablen verwendet werden. Die Koeffizienten einer Linearkombination von  $c$ ,  $\sigma^2$  und  $w$  wurden durch numerische Optimierung bestimmt und zeigten vergleichbare Ergebnisse.

## 7. Simulationsbeispiel

Zunächst werden die AKF in der Simulation<sup>2</sup> berechnet. Hierfür wurde der in Abb. 4 dargestellte Signalfuss implementiert. Das Stromsignal wird vor der Berechnung der Spannungsantwort mit additivem weißem Rauschen beaufschlagt. Das verwendete Batteriemodell ist ein einfaches RRC-Modell ( $R_0 = 6 \text{ m}\Omega$ ,  $R_1 = 4 \text{ m}\Omega$ ,  $C_1 = 500 \text{ mF}$ ), womit wurde die Spannungsantwort transient berechnet. Der Rauscheinfluss am Verstärker wurden nicht berücksichtigt. Die Anregung erfolgt mit einer Amplitude von 1 A, der erwartete Wechselanteil der Spannungsantwort liegt bei ca. 10 mV. Der durch die Batteriespannung aufgeschlagene Gleichanteil der Spannungsantwort wird subtrahiert. Die Quantisierung erfolgt mit einem Dynamikbereich von 12-Bit, die Sättigung des ADC wird durch die Limitierung der Werte simuliert. Die Grenzwerte liegen für das Minimum bei 0 V und im Maxi-

<sup>2</sup>Der Quellcode zum dargestellten Simulationsbeispiel: <https://github.com/TobiasFrahm/histogramm-verfahren>

um bei 3,3 V. Die Verarbeitung der Signale erfolgt blockweise mit 10000 Abtastwerten. Für die Bildung der AKF wird die Simulation für den Wertebereich der Verstärkung  $g = 120 \dots 180$  und dem Störabstand  $n = -5 \dots 80 \text{ dB}$  durchgeführt. In der Arbeitsphase erfolgt die Berechnung der EIS aus Messwerten. Wenn Sättigung auftritt, dann wird auf die zuvor berechnete LUT zugegriffen. Der dort entnommene AKF wird multiplikativ mit der Amplitude der Spannung im Frequenzbereich verrechnet, siehe Gl. (3). Zur Validierung wurden die vorgenannten Bereiche der Verstärkung und des Störabstands durchlaufen und jeweils das Impedanzspektrum für alle Frequenzen  $f_i$  der EIS bestimmt.

$$Z_k(f_i) = \frac{\hat{U}_{n,g}(f_i) \cdot AKF}{\hat{I}(f_i)} \quad \forall i = 1 \dots m \quad (3)$$

## 8. Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse in Abb. 6 zeigen eine deutliche Verbesserung in der Berechnung der EIS. Es werden in der Abbildung die Nyquist-Plots des einfachen RRC-Modells dargestellt, die einen Halbkreis in der komplexen Darstellung bilden. Die Berechnung der EIS weist ohne Korrektur (oben links) einen ausgeprägten Fehler im Be-

reich mit hohem Realteil auf. Dies entspricht der niederfrequenten Anregung. Hier wirkt sich der Amplitudengang des Modells aus. Der Fehler zeigt sich in einer sättigungsabhängigen Stauchung des Halbkreises im Nyquist-Plot. In der Simulation traten bis zu 10% verfälschte Impedanzwerte auf. Dieser Fehler kann mit dem vorgeschlagenen Korrekturverfahren erheblich vermindert werden, er reduziert sich auf etwa 1%.

Die Abb. 6 (unten rechts) zeigt den prozentualen Sättigungsgrad in Abhängigkeit der Verstärkung der Spannung. Das Korrekturverfahren ist bei minimalem Sättigungsgrad nicht erforderlich. Es sollte dann nicht angewandt werden, weil es ggf. zu einem geringen zusätzlichen Fehler führen kann, siehe Abb. 6 (unten links).

Eine statistische Analyse der Abtastwerte ist bereits zur Steuerung der Vorverstärkung verwendet worden [13]. Die vorgestellte Methode zur Korrektur der Sättigung geht darüber hinaus, sie ist zunächst in einer Simulation untersucht worden. Das Amplituden-Korrekturverfahren wird gegenwärtig auf Mikrocontrollern im Rahmen der Entwicklung von Batterie-Zellsensoren umgesetzt. Dies ist ein Teilbeitrag zum Gesamtziel des Forschungsprojekts, gemeinsam mit Projektpartnern die elektrochemische Impedanzspektroskopie als Messmethode für große Fahrzeugbatterien in Elektrofahrzeugen verfügbar zu machen.

## Förderung

Die Untersuchung entstand im Rahmen des Verbundprojekts ProMoBiS - "Progressive Multizell-Verbund-Konzepte für Batteriesysteme mit integrierter Sensorik". Das Forschungsprojekt wird vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) im Rahmen des 7. Energieforschungsprogramms (Förderkennzeichen 03ETE046G) im Bereich "Energiewende im Verkehr" gefördert und vom Projektträger Jülich betreut.

## Literatur

- [1] J. P. Schmidt, *Verfahren zur Charakterisierung und Modellierung von Lithium-Ionen Zellen*, Dissertation, Karlsruhe, KIT Scientific Publishing (2013)
- [2] Kohs, Alexander *Batteriemodell zur Prädiktion des Gesundheitszustands von Lithium-Ionen-Batterien*, Dissertation, Univ. Stuttgart, Springer (2022); doi: 10.1007/978-3-658-37679-6
- [3] P. Keil und A. Jossen, *Aufbau und Parametrierung von Batteriemodellen*, 19. DESIGN&ELEKTRONIK-Entwicklerforum Batterien & Ladekonzepte, München, (2012); mediatum.ub.tum.de/doc/1162416/1162416.pdf
- [4] V. Roscher, K.-R. Riemschneider, N. Sassano, *Batterie-Zellsensoren mit drahtloser Kommunikation und verteilter Signalverarbeitung*, Automobil-Sensorik, T. Tille, Hrsg., Springer, (2016); doi: 10.1007/978-3-662-48944-4\_2
- [5] T. Hammerschmidt, J.P. Schmidt, *Impedanzsensorik für Batteriezellen in Elektro-Fahrzeugen* in *Automobil-Sensorik*, T. Tille, Hrsg., Springer, (2018); doi: 10.1007/978-3-662-56310-6\_5
- [6] V. Roscher, M. Schneider, P. Durdaut, N. Sassano, S. Pereguda, E. Mense, K.R. Riemschneider *Synchronisation using wireless trigger-broadcast for impedance spectroscopy of battery cells*, IEEE SAS Sensors Applications Symposium (2015); doi: 10.1109/sas.2015.7133608
- [7] J. S. Abel, J. O. Smith, *Restoring a clipped signal* in Proc. IEEE ICASSP, pp. 1745–1748, (1991); doi: 10.1109/icassp.1991.150655
- [8] S.-K. Ting, A. H. Sayed, *Mitigation of clipping in sensors* IEEE International Conference on Acoustics, Speech and Signal Processing, pp. 5934–5938, (2013); doi: 10.1109/ICASSP.2013.6638803
- [9] N. Zhou, J. Wang, B. Sun, R. Liu and N. Hu, *The Automatic Repairing Method Addressing Clipping Distortions and Frictional Noises in Electronic Stethoscope*, IEEE 7th International Conference on Bioinformatics and Computational Biology (ICBCB), pp. 195–199, (2019); doi: 10.1109/ICBCB.2019.8854669
- [10] A. D. C. Chan, J. R. Green, D. MacIsaac, G. D. Fraser, *Detection of ADC clipping, quantization noise, and amplifier saturation in surface electromyography*, IEEE International Symposium on Medical Measurements and Applications Proceedings, (2012); doi: 10.1109/memea.2012.6226629
- [11] P. Jung, *Periodically driven stochastic systems*, Physics Reports, pp. 175–295, (1993); doi: 10.1016/0370-1573(93)90022-6
- [12] R.S. Gamad, D.K. Mishra, *Gain error, offset error and ENOB estimation of an A/D converter using histogram technique*, Measurement, Volume 42, Issue 4, pp. 570–576, (2009); doi: 10.1016/j.measurement.2008.10.003
- [13] T. Frahm *Sensorsystem für die Impedanzspektroskopie in Fahrzeugbatterien: Analogvorstufe, Signalverarbeitung und Software*, Masterarbeit, HAW Hamburg, 2023.

# Improving sensor performance of gas sensors by micropumps

Oliver Zett<sup>1,2</sup>, Michael Henfling<sup>1,2</sup>, Agnes Bußmann<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Fraunhofer Institute for Electronic Microsystems and Solid State Technologies EMFT  
Hansastraße 27 d, 80686 Munich, Germany

<sup>2</sup> Universität der Bundeswehr München  
Werner-Heisenberg-Weg 39, 85579 Neubiberg, Germany

## Abstract

The detection of different gases is required in many technical applications or safety relevant devices. The detection threshold, accuracy and response time are often limited and insufficient for demanding applications. To increase sensor performance, increased pressure can be beneficial. In this publication we demonstrate the combination of a commercially available CO<sub>2</sub> sensor that uses the photoacoustic NDIR sensing principle and a micro diaphragm pump fabricated by Fraunhofer EMFT. Several possible advantages result from this combination: improved response times, wider detection limits concerning the upper and lower limit, actual volumetric measurements and sharper temporal resolution. We use a custom made measurement setup and a reference system to validate these claims. Our results show a shift of the sensor signal by over 40% when increasing the pressure in the measurement chamber by 200 mbar with a micropump. We also observed a signal reduction of over 30% when reducing the pressure by 200 mbar with a micropump. These intentional signal shifts can also be achieved with sensors working with different sensing principles due to the physics of the ideal gas law. Furthermore, we show an improved response time. In future the different configurations that we tested in this study will be combined into one configuration. In addition, smaller micropumps from Fraunhofer EMFT can reduce the overall system size significantly. The resulting measurement unit can address challenging applications in gas sensing, due to the improved sensor performance.

**Keywords:** CO<sub>2</sub> sensor, micropump, sensor improvement, active sampling

## Introduction

There is a wide range of monitoring applications that require gas sensors for various gases. A low detection threshold is crucial for many of those applications, especially in the case of safety relevant devices, where the target gas is harmful to health. There are two ways to improve the lower detection threshold. Either current sensor technology itself can be improved or an active sampling and compression of the target gas can increase the sensitivity.

Active sampling in combination with compression is challenging if the available space is limited, since miniaturized fluidic actuators and microfluidic channels are necessary. In this contribution we propose the combination of piezoelectrically driven micro diaphragm pumps, see Fig. 1, with gas sensors to improve the system performance in various regards while remaining small and portable. Active sampling and compressing has several advantages including faster response times and an increased working range of a gas sensor.

The latter can be explained utilizing the ideal gas law depicted below, see equation 1.



*Fig. 1 Portfolio of the Fraunhofer EMFT micropumps. The cuboid shaped micropumps are manufactured with photolithography methods, while the cylindrical shaped micropumps are fabricated with a laser welding process.*

Due to a change in pressure, the number of molecules per volume and thus the density of the gas changes. This relationship has a

significant impact on the measurement result. With this approximation, we expect a linear behavior of the sensors signal: A pressure change of  $\Delta p = \pm 200$  mbar results in a signal change of  $\pm 20\%$ , compared to the signal at 1000 mbar [1]. With the micro diaphragm pumps it is possible to control the gas pressure as well as the gas volume that passes through the sensor.

$$p \times V = n \times R \times T \quad (1)$$

p: Gas pressure  
V: Gas volume  
n: Amount of substance  
R: Universal gas constant  
T: Gas temperature

## Materials and Methods

The following paragraphs describe the measurement setup and which equipment was used to derive the measurements.

### Micropumps

Micropumps come in a wide variety of geometries and operating principles [2]. A research group of the Fraunhofer EMFT specializes in micropumps that can be categorized as displacement pumps with piezoelectric bending actuators and passive check valves. A portfolio of Fraunhofer EMFT's micropumps reaching from the world's smallest micro diaphragm pump with an edge length of 3.5 mm to a micropump with a diameter of 30 mm is depicted in Fig. 1. The micropump utilized in this work (second largest pump in Fig. 1) is made from stainless steel and has an outer diameter of 20 mm with a chamber diameter of 18 mm and a chamber height of approximately 60  $\mu\text{m}$ . It is actuated with an alternating signal, e.g., sinusoidal or square wave signal form, reaching from -80 V to 300 V. The asymmetrical actuation signal results from the induced pretension during the piezo mounting process and polarized piezoelectric ceramic [4]. Fig. 2 illustrates the pretension of the micropump in the initial state and its working principle.

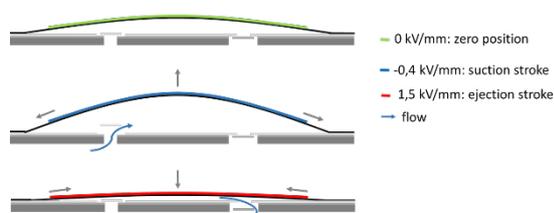


Fig. 2 A cross section of a micropump in its initial state (top), during suction stroke (middle) and during ejection stroke (bottom).

### Measurement Setup

To test our hypothesis, we utilize two sensor nodes that each contain two commercially available sensors: a CO<sub>2</sub> Sensor from Sensirion (SDC41) that uses the photoacoustic NDIR sensing principle, and a Multiparameter sensor from Bosch (BME680) that measures humidity, temperature, pressure and VOCs. All sensors were operated in a standard configuration. For the SDC41 the auto calibration was disabled. For readout of the SDC41 sensors we used the SEK-SensorBridge and ControlCenter Software from Sensirion. For the BME680, two Arduino Uno microcontroller boards and serial I2C connections were used. One sensor node is placed in a stainless-steel measurement chamber with an inner volume of 250 ml to simulate ambient conditions. The other sensor node is placed outside of the measurement chamber and is housed in a gas tight 3D-printed flow cell. The flow cell material is out of clear resin from Formlabs with a volume of 11 cm<sup>3</sup>. The flow cell is directly connected to the measurement chamber by two 30 cm long silicone tubes with an inner diameter of 2 mm from Deutsch & Neumann GmbH. For the generation of different CO<sub>2</sub> concentrations, a premixed test gas of 5% CO<sub>2</sub> in synthetic air and synthetic air as the carrier gas were purchased from Linde AG. To ensure the correct CO<sub>2</sub> concentration and humidity of the test gas, the gas mixer HovaCAL® 7836-VOC from IAS GmbH Germany was used. To generate a constant pressure in the measurement chamber and throughout the entire system a custom-built pressure regulation system was implanted. This system consists of a 1:1 dome-loaded back pressure regulator LF series from Equilibar. The pilot pressure is set using the Bronkhorst ERC Series ERC-1C-001.6PA electronic pressure regulator. The pressure within the measurement chamber can be adjusted within a range of 700 mbar to 1200 mbar. The absolute pressure inside the measurement chamber is recorded by a precision pressure sensor FDAD 35-M00 from Ahlborn. To determine the flow rate of the micro pump, the flow meter EL-Flow Prestige FG-111B from Bronkhorst was used. To adjust dynamic pressure as well as the flow through the flow cell a common needle valve was used, see Fig. 3.

### Sensor system Characterization

A piezoelectric micro diaphragm pump with passive ortho-planar valves was used for the experiments. This pump was developed at

Fraunhofer EMFT [3]. It has a diameter of 20 mm and a height of 1.5 mm. The pump can create overpressure of over 400 mbar and negative pressure of more than 200 mbar. This pressure range enables an increase of a sensor's measurement range. A manual needle valve is used to control the pressure build up in the sensor nodes flow cell. A positive or negative pressure of 200 mbar in the flow cell is achieved while maintaining a flowrate of multiple ml/min with this approach.

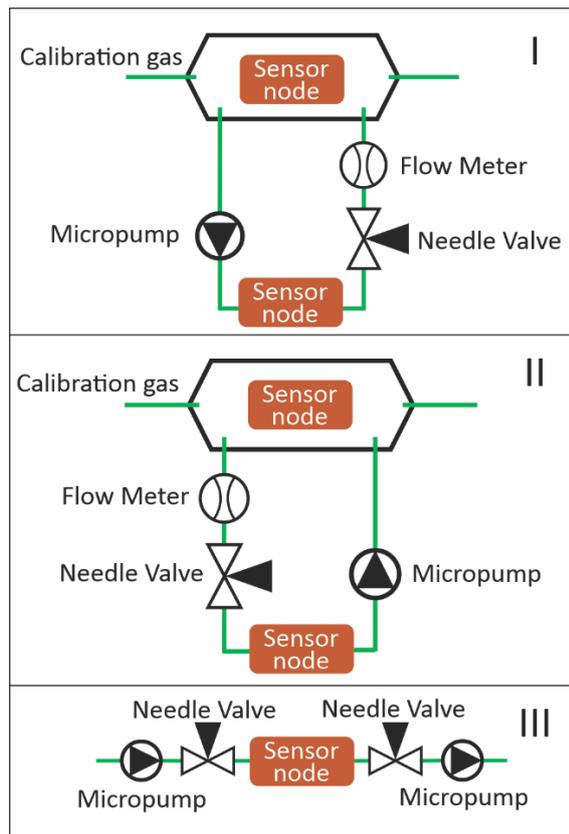


Fig. 3 Different measurement setups are depicted. Setups I and II are part of the experiments while setup III envisions the future pneumatic actuator unit.

We conduct our experiments with a set of two sensor nodes for comparing purposes. One sensor is set into the direct downstream of the test gas, which is provided by our gas mixer, the other is connected in parallel with a micropump and a valve in series. Fig. 3 shows the two different setups (setup I and setup II) which were examined. Setup I generates a positive pressure by a restricted needle valve. Setup II generates a negative pressure by a restricted needle valve. Both setups also simulate sampling tubes and their influence on the response time and sensor performance.

The III configuration shows the pneumatic actuator that we are going to develop for optimal

sensor improvement. It allows the operation in both above-mentioned setups. The long scope is to implement a pneumatic actuator unit that can be combined with various gas sensors to enhance their capabilities.

## Results

The SCD41 and the micropump are characterized individually, before the two setups, combining micropump and gas sensor, are tested.

### Sensor Characterization

The first measurement shows the behavior of the SCD41 at different atmospheric pressures from 700 mbar to 1200 mbar, see Fig. 4. For this experiment, the CO<sub>2</sub> concentration, temperature and the abs. humidity were constantly set to 2000 ppm CO<sub>2</sub>, 20 °C and 1 % abs. humidity.

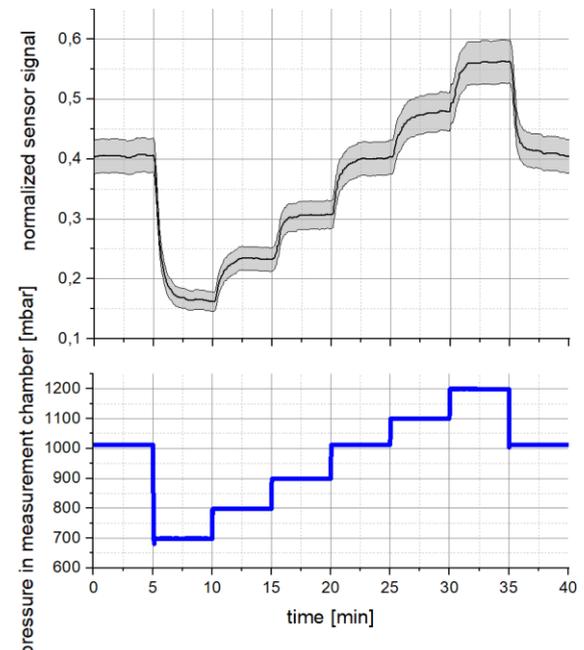


Fig. 4 Pressure calibration at 2000 ppm CO<sub>2</sub>, 20 °C and 1% abs. humidity with 1013 mbar, 700 mbar, 800 mbar, 900 mbar, 1013 mbar, 1100 mbar, 1200 mbar and 1013 mbar.

Based on this pressure dependency where the sensor shows higher CO<sub>2</sub> values at higher pressure and lower CO<sub>2</sub> values at lower pressure, we can now manipulate the pressure in the flow cell. It also shows that the sensor does not adhere precisely to the ideal gas equation, which is to be expected considering the complexities and deviations present in real-world gas measurements.

### Micropump Characterization

For the characterization of the micropump a profilometer Fries Research & Technology MicroProf, a waveform generator Agilent Keysight 33500B, a signal amplifier Piezomechanik SVR150/3, a flow sensor EL-Flow Prestige FG-111B from Bronkhorst and a pressure controller CPC 3000 from Mensor were used. An initial characterization of the micropump illustrates the best operating conditions and its expected performance.

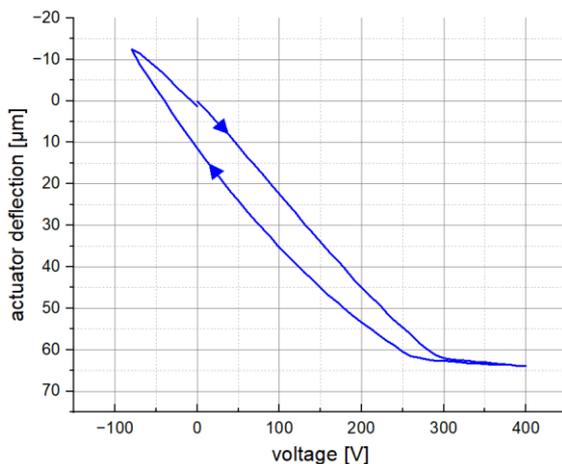


Fig. 5 Static displacement measurement of the micropump. The displacement is measured at the center of the micropump while a voltage sweep is applied to the piezoelectric bending actuator.

Fig. 5 displays the static deflection measured at the center of the micropump depending on the applied voltage. The curve depicted has a typical hysteresis, that is caused by the piezoelectric nature of the actuator, as described in earlier publications [3]. The slope of the graph is significantly decreased between 300 V and 400 V. This change in slope is caused by a touchdown of the diaphragm to the pump chamber bottom, which blocks any further downwards movement. The touchdown allows the diaphragm to move very far towards the chamber bottom and thus reduces the residual dead volume in the chamber after the ejection stroke. This reduced dead volume leads to a good compression ratio and therefore beneficial air transport properties. Based on the actuator stroke measurement, we choose an actuation amplitude of 300 V and  $-80$  V as peak values for flow rate characterization of the pump.

The backpressure capability refers to the ability of the micropump to overcome resistance or pressure in the fluidic system. In Fig. 6, the micropump was tested under increasing levels of backpressure until 0 ml/min flow is detected. Two actuation signal forms were tested: a

sinusoidal signal (blue curve) and a square wave signal (orange curve). The micropump shows a high backpressure capability of over 300 mbar when actuated with a sinusoidal waveform and an even higher capability of over 400 mbar when a square wave signal is applied. The higher pressure capability with rectangular actuation is caused by the faster actuator movement. This fast change of volume in the chamber causes a rapid pressure increase and leads to a higher absolute pressure in the chamber. Additionally, the fast pressure change leads to fast valve opening and closing, leading to better effective fluid flow.

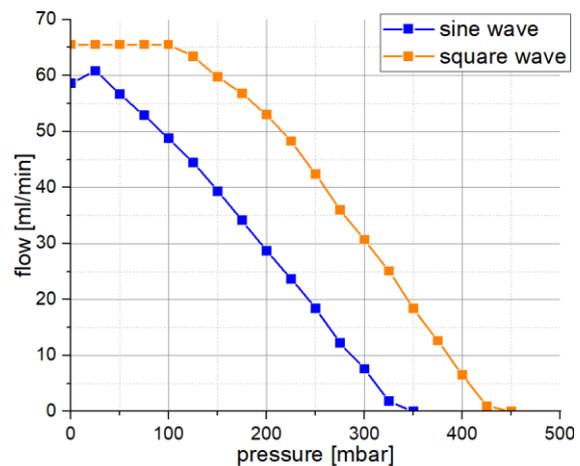
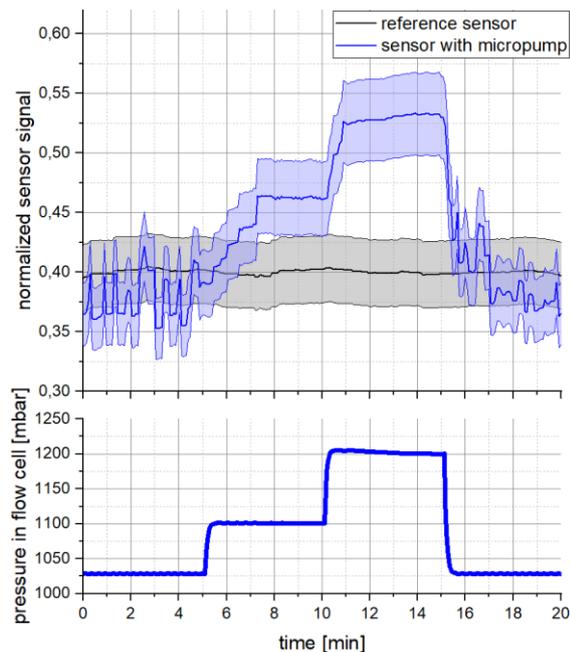


Fig. 6 The backpressure capability of the micropump is depicted. A 250 Hz signal with peak values of 300 V and  $-80$  V is applied. The pressure against the micropumps pumping direction was increased until no flow is detected anymore. The measurement was performed with two signal forms.

### Combination of Gas Sensor and Micropump

To investigate the influence of the micropump on the gas sensor, the micropump was operated at different frequencies and installed before and after the sensor node in overpressure setup I and negative pressure setup II. The humidity, temperature and CO<sub>2</sub> concentration in the measurement chamber were kept constant at 1% absolute humidity, 20 °C and 2000 ppm CO<sub>2</sub>. In setup I, the micropump was driven with a sinusoidal signal form at 10 Hz, 73 Hz, and 250 Hz. The needle valve was adjusted at 250 Hz to generate an overpressure of 1200 mbar. Corresponding to that needle valve position, the other frequencies were adjusted to generate 1100 mbar (at 73 Hz) and 1025 mbar at 10 Hz. Fig. 7 shows the sensor signals of the reference sensor and the sensor with the micropump. It clearly shows that the sensor signal of the sensor with the

micropump fluctuates at 10 Hz. We assume that the SCD41, especially on account of the NDIR sensing principle, picks up on the pressure pulses given by the micropump for lower frequencies in this case 10 Hz, whereas at 73 Hz and 250 Hz, the sensor signal stays constant and stable. Due to the pressure increase, the sensor signal of the sensor with the micropump is shifted to higher values compared to the reference sensor.

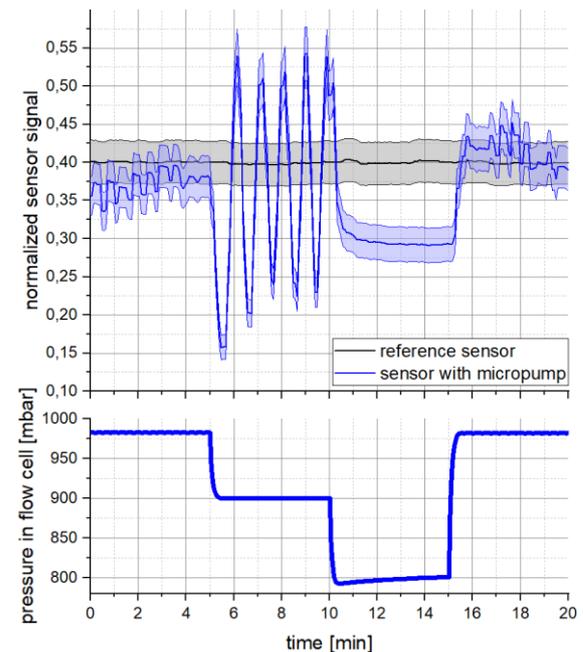


**Fig. 7** Measurement in setup I of the CO<sub>2</sub> sensor reaction (upper graph) to a micropump generating 100 mbar and 200 mbar overpressure (lower graph). The blue and black areas show the sensor inaccuracy taken from the datasheet ( $\pm 40$  ppm plus 5% of the sensor value).

Fig. 8 shows the results of the frequency changes in negative pressure setup II. Here, the frequencies of 10 Hz, 53 Hz, and 250 Hz were used. The needle valve was partially closed to achieve a pressure of 800 mbar at 250 Hz. At frequencies of 10 Hz and 53 Hz, pressures of 980 mbar and 900 mbar were reached utilizing a sinusoidal signal form. At 10 Hz, the sensor with the micropump shows similar fluctuations as seen for overpressure measurements depicted in Fig. 7. At 53 Hz, this signal begins to oscillate with a higher amplitude. At 250 Hz, this signal stays stable and constant but at a lower value compared to the reference sensor, due to the pressure reduction.

The sensitivity of the sensor was influenced by the micropump through different settings. For the overpressure setup I, the micropump was

driven with a sinusoidal signal at 250 Hz with a regulated flow of around 30 ml/min. The sinusoidal signal form was chosen, although a square wave signal is capable of higher flow rates and backpressures, to reduce pressure pluses which increase with the actuation signal's slope. In this experiment, the CO<sub>2</sub> concentration was changed, in 10-minute intervals, from 0 ppm, 200 ppm, 400 ppm, 600 ppm, 2000 ppm, and then in reverse until the original concentration of 0 ppm was reached.



**Fig. 8** Measurement in setup II of the CO<sub>2</sub> sensor reaction (upper graph) to a micropump generating 100 mbar and 200 mbar negative pressure (lower graph). Oscillations can be observed at the 100 mbar negative pressure due to a certain frequency (53 Hz) with which the micropump was actuated. The blue and black areas show the sensor inaccuracy taken from the datasheet ( $\pm 40$  ppm plus 5% of the sensor value).

For the negative pressure setup II, the CO<sub>2</sub> concentration was changed, in 10-minute intervals, from 2000 ppm, 3000 ppm, 4000 ppm, 5000 ppm, 6000 ppm, and then in reverse until the original concentration of 2000 ppm was reached. Also 250 Hz and a sinusoidal signal form were applied to the micropump during this measurement. This resulted in a flow rate of around 20 ml/min.

The results in Fig. 9 and Fig. 10 show the expected signal behavior in response to the deployed pressure. For the overpressure setup I, the signal values differ in the arithmetic mean by over 40% compared to the reference sensor

towards higher values. For the negative pressure setup II, the signal value changed in the arithmetic mean by 30% compared to the reference sensor towards lower values.

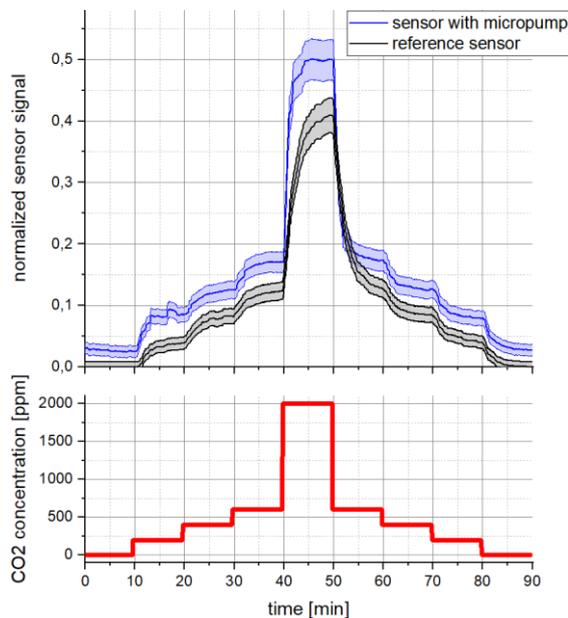


Fig. 9 Sensor responses of the SDC41 atmospheric condition in black and of the negative pressure setup II in blue.

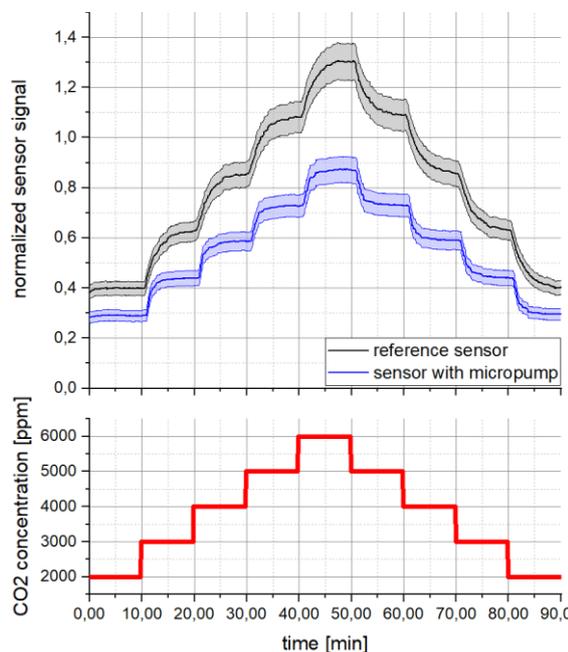


Fig. 10 Sensor responses of the SDC41 atmospheric condition in black and of the over pressure setup I in blue.

## Discussion and Future Scope

The results shown emphasize the benefits as well as the technical challenges that come with

the integration of a micropump with a photoacoustic NDIR sensing-based CO<sub>2</sub> sensor. Due to the pulse rates produced by the micropump, the frequencies can have a significant impact on the measurement stability. Particularly for lower frequencies and in the negative pressure setup, the sensor exhibits fluctuating signals that oscillate highly. For higher frequencies, we observed more stable signals of the CO<sub>2</sub> sensor. Therefore, higher frequencies can be used to apply over pressure and negative pressure to the sensor node. In our sensor setup the SCD 41 shows a higher impact for the pressure dependency as suggested by the ideal gas equation. More investigations on the combination of micropumps with gas sensors need to be conducted. It is important to assess how the accuracy of the sensor is affected by a micropump.

A fully integrated system, as shown in setup III Fig. 3 with silicon micropumps and valves from Fraunhofer EMFT, needs to be built and characterized with additional measurements concerning pressure pulses generated by the micropump. Therefore, a pressure sensor with a high measurement frequency needs to be incorporated into the flow cell. Also, gas sensors with other working principles need to be evaluated. With an active control of the pressure inside a gas sensor it would be possible to implement the pressure dependency as a useful tool not only to improve the sensitivity but also other aspects such as: response time, recovery time, sensor regeneration processes as well as sensing in high altitudes or harsh environments where a normal pressure compensation is no longer applicable.

## References

- [1] Wiegler, G. (2016). Gasmesstechnik in Theorie und Praxis: Messgeräte, Sensoren, Anwendungen. Springer-Verlag.
- [2] Bußmann, A. B., Grünerbel, L. M., Durasiewicz, C. P., Thalhofer, T. A., Wille, A., & Richter, M. (2021). Microdosing for drug delivery application—A review. *Sensors and Actuators A: Physical*, 330, 112820.
- [3] Bußmann, A. B., Durasiewicz, C. P., Kibler, S. H. A., & Wald, C. K. (2021). Piezoelectric titanium based microfluidic pump and valves for implantable medical applications. *Sensors and Actuators A: Physical*, 323, 112649.
- [4] Herz, M., Richter, M., & Wackerle, M. (2016). U.S. Patent No. 9,410,641. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

# Laser-based method for the fabrication of monolithically and vertically integrated MEMS sensors

*Tobias Brunner<sup>1,\*</sup>, Florian Fuchs<sup>2</sup>, Samuel M. Fink<sup>1</sup>, Jonas Frühling<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Fraunhofer Institute for Laser Technology ILT, Steinbachstraße 15, 52074 Aachen, Germany*

<sup>2</sup>*Innolite GmbH, Liebigstraße 20, 52070 Aachen, Germany*

*\*Contact: tobias.brunner@ilt.fraunhofer.de*

## Abstract

An obstacle to further miniaturization and precision of MEMS sensors is the separate construction of the sensor and the evaluation chip. By integrating the sensor directly onto the ASIC, not only can this source of error be eliminated, but also the space requirement is reduced. One challenge to be addressed is the thermal load of the ASIC, which must not be exceeded. A solution to this problem involves depositing silicon for the sensor structures in an amorphous phase using gas phase deposition. Subsequently, laser radiation is used to crystallize the silicon, and the silicon layer is made conductive by incorporating dopant atoms deposited together with the silicon. Complete crystallization of this layer is crucial for the usability of the MEMS structures for sensors. In this context, strategies for achieving complete crystallization of an amorphous silicon layer are developed, and the complete solid-phase crystallization of a 10 µm thick amorphous silicon layer is demonstrated. This is done experimentally and through FEM simulation. Furthermore, a trade-off between the complete crystallization of the silicon layer and the functional integrity of the ASIC is identified. This trade-off must be experimentally verified and, if necessary, circumvented through appropriate processing strategies.

**Keywords:** MEMS, Laser annealing, Sensors, Finite Elements Simulation, Thin Films

## I. Introduction

Micro-electromechanical systems (MEMS) are popular in the sensor industry due to their versatility and robustness. In the form of inertial sensors, pressure and temperature sensors, and many other functions, they are widely used in everyday life, and despite current market fluctuations, industry growth is expected. [1] In the field of high-precision inertial sensors, a growth of \$570 million is expected by 2027, with MEMS being attributed competitive potential if performance and price can be adjusted to other systems such as fiber optic gyroscopes [2]. One obstacle on the path to further miniaturization and precision of MEMS sensors is the separate manufacturing of the MEMS unit and the integrated circuit (IC) chip used for signal evaluation. This architecture not only occupies a larger area, but also disrupts the sensor signals through parasitic capacitances and thermal drift in the bonding wires. [3]. Vertical monolithic integration, where the MEMS element is directly fabricated on the IC through layer deposition and post-processing, offers the potential to reduce both the footprint and the disturbances. The mechanical anchor points can be simultaneously used for electrical interconnection.

As the thermal load of the epitaxial growth of silicon for the MEMS layer on the IC (up to 1000 °C) exceeds the destruction threshold for CMOS circuits (400 – 450 °C [4, 5]), the manufacturing of the MEMS element in this way is not possible. In an alternative process, silicon together with dopant atoms is deposited in an amorphous phase via a gas phase deposition, which is possible at IC-compatible temperatures < 450 °C.

The amorphous phase results in a sheet resistance that is several orders of magnitude too high for the usage as conductive interconnect. Through a thermal post-treatment it can be transformed into a polycrystalline phase, resulting in technically relevant sheet resistances. A conventional oven process requires temperatures of > 600 °C [6], the maximum thermal load of the ASIC is exceeded as a result. In an alternative process, the amorphous silicon layer can be heated locally using laser radiation. The process duration is a few milliseconds. By introducing localized heat with a short process duration, the thermal load on the IC is reduced. Furthermore, literature suggests higher stress limits of the IC with shorter interaction times [7, 8]. This laser process is described here.

## II. Laser-induced crystallization of silicon

The amorphous phase of silicon is a metastable state. As a result, it can be crystallized either through a melting process followed by solidification (Liquid Phase Crystallization - LPC) or through the path of solid-phase crystallization (SPC). If the starting material is doped with a dopant, the dopant atoms are incorporated into the silicon crystal lattice during the crystallization process. Optically, both the amorphous phase and the crystalline phase, as well as the SPC phase and the LPC phase, can be visually distinguished from each other in terms of color. This is depicted in the cross section in Fig. 1. [9]

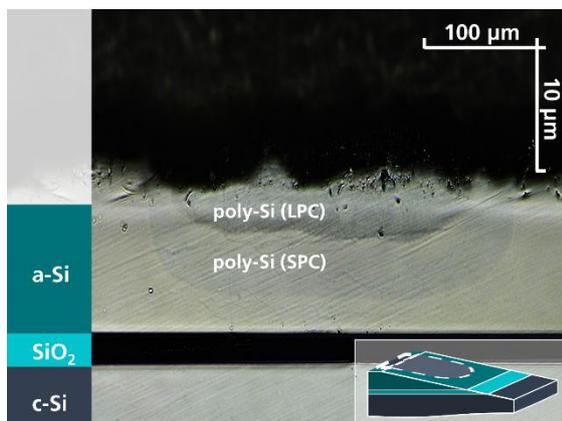


Fig. 1: Cross-section of a wafer with a substrate of single-crystal silicon (c-Si), a thermally and electrically insulating oxide layer (SiO<sub>2</sub>), and a layer of amorphous silicon (a-Si). In the a-Si layer, areas of polycrystalline silicon (poly-Si) generated by laser irradiation are visible. A visual difference in color between SPC and LPC can be observed.

In the case of liquid phase crystallization, convection processes in the liquid phase are also stimulated. Material redistributions caused by this can be identified on the wafer surface under a microscope, as shown in Fig. 2. The resulting roughness should be avoided.

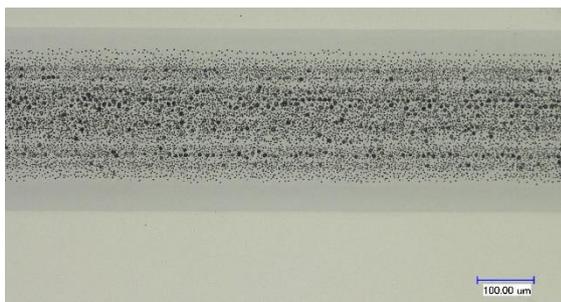


Fig. 2: a-Si surface with a trail of poly-Si. The LPC poly-Si area can be identified by the surface inhomogeneities.

The temperature window of the SPC is time-dependent. During the process described in this paper, the interaction time of the laser radiation with the material is approximately 0.1 ms. As a result, an SPC temperature window of approximately 980 °C - 1120 °C can be reached. [9] During the laser process, three target parameters must be met in order to create a suitable layer for a MEMS sensor: The layer must be completely crystallized. The layer must be free of cracks and bubbles. The thermal load of the process must preserve the IC integrity.

To fully crystallize the a-Si layer, a flat temperature gradient must be present in this layer, over the full thickness of the layer the maximum should be  $\Delta T \leq 140 \text{ °C}$ . At the same time, a temperature gradient of  $\Delta T \geq 530 \text{ °C}$  must be achieved over the thermally insulating oxide layer (SiO<sub>2</sub>) to preserve the IC compatibility of the process.

## III. Methods

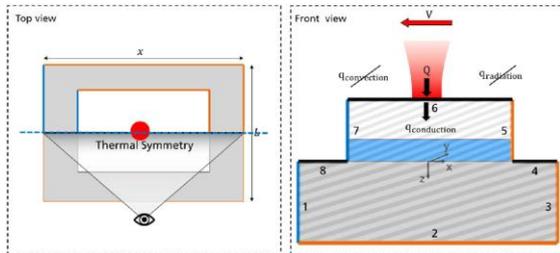
To evaluate the depth of crystallization, it is sufficient to examine the thickness of the differently colored layers in a cross-section. The cross-section is grinded at an angle of approximately 20° to the plane (see Fig. 1, Inlay). Since this leads to a distorted representation of the layer thicknesses, the ratio of the actual thickness of the SiO<sub>2</sub> layer to the measured thickness is used as a scaling factor.

To determine the temperature distribution within the sample during the process, thermal simulations are performed. The Finite Element Method (FEM) is used for this purpose. The simulation program used is developed by Annika Völl and Thomas Bussek at the Chair of Technology of Optical Systems (TOS) at RWTH Aachen University. The program allows for representing the heat input through laser radiation using an intensity profile and volumetric absorption. The volume elements are rectangular and equally sized within a simulated layer. Multiple layers can be modeled with their own material-specific parameters. A temperature-dependent, reversible phase transition can be modeled. [10]

The program allows for simulating heat conduction. Convection and thermal radiation are not considered. In a comparative simulation using the COMSOL Multiphysics simulation program by Comsol Multiphysics GmbH (Göttingen, Germany), it becomes apparent that the influence of these heat transport mechanisms is negligible.

The boundary conditions are chosen according to [11] and are displayed in Fig. 3. A thermal

symmetry is assumed orthogonal to the direction of motion of the laser spot.



**Fig. 3:** Scheme of the boundary conditions used for the simulation, picture taken from [11]. Blue areas: Dirichlet boundary condition, surface is at preheating temperature. Black areas: Neumann boundary condition, heat flux  $q = 0$ . Orange areas: Insulated boundary condition: No temperature flux is possible, can only be heated by interaction with laser radiation.

As the phase transition can only be represented reversibly (e.g., a melting process), cooling processes after the end of the irradiation duration cannot be represented, as the material properties of the polycrystalline phase are again used instead of those of the amorphous phase. However, for the crystallization process itself, only the temperature distribution during the irradiation is relevant. Since the laser spot is moved over the surface, a thermal equilibrium is formed after a finite time. The simulation is evaluated only at the equilibrium point in time. The material properties are chosen analogous to [9, 12].

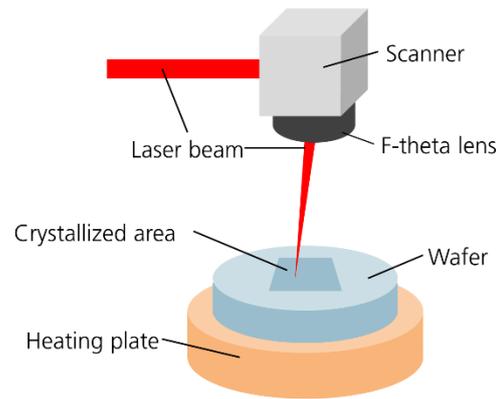
#### IV. Sample processing

The wafers used are provided by the Fraunhofer Institute for Silicon Technology ISIT. The layer structure is listed in Tab. 1.

**Tab. 1:** Layer structure and layer thicknesses of the wafers used.

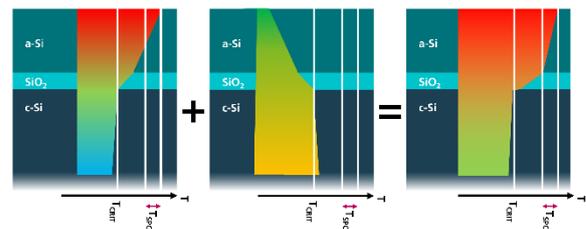
| Layer            | Thickness [ $\mu\text{m}$ ] |
|------------------|-----------------------------|
| a-Si             | 10.4                        |
| SiO <sub>2</sub> | 2.45                        |
| c-Si             | 725                         |

A laser system with a wavelength of 1070 nm is used. The laser radiation is directed into a galvanometric scanner with an F-theta lens attached. This allows for a movement of the laser spot over the surface. A sketch of the experimental setup is depicted in Fig. 4.



**Fig. 4:** Setup for the laser annealing process

Since the laser radiation is absorbed in the volume, a temperature gradient is created during the annealing process (also see Fig. 4), which decreases from the sample surface to the substrate. To achieve a flat gradient in the amorphous layer, as mentioned in Chapter II, the material needs to be preheated from below. The laser-induced temperature gradient is superimposed with a counter-gradient of the preheating, as shown in Fig. 5.



**Fig. 5:** By superimposing opposing temperature gradients from laser-induced heat input and preheating, a flatter temperature gradient can be achieved in the a-Si layer. The shown color gradients are for illustration purposes only and are not associated with actual temperature values.

An upper limit for the preheating temperature is given by the destruction threshold of the IC. Cross-sections can be used to observe that the crystallization front follows the intensity profile of the laser beam [9]. In thermal simulations as well, the temperature profile is observed to be almost a stamp impression of the intensity profile, see Fig. 6, left. To obtain a homogeneous crystallization depth, a so-called Tophat is used for the beam geometry, which means a constant intensity across the beam diameter, an example of which is shown in Fig. 6, right.

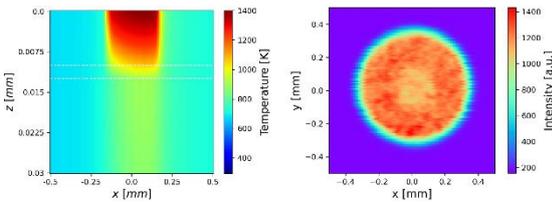


Fig. 6: Left: Cross-section of a simulated temperature profile during laser annealing, using a Tophat beam geometry.

Right: Measurement of the intensity distribution of a Tophat beam geometry at the focal point at 60 W (30%) nominal laser power, measured with the beam analysis device FocusMonitor by PRIMES GmbH (Pfungstadt, Germany).

During the annealing process, the surface is scanned by the laser spot in a meandering pattern. The laser scanning speed is 100 mm/s. For the selection of laser power, fields are processed with incrementally increasing laser power. Afterwards, the power level is chosen, whose next higher level shows signs of melting on the surface. Thus, the upper temperature limit of the SPC is always reached at the surface.

## V. Strategies for SPC through-crystallization

Since the upper SPC temperature limit also sets a limit on the usable laser radiation intensity, an increase in the depth of crystallization can only be achieved to a limited extent by increasing the laser power. The parameter set described in Tab. 2 is used as a reference value. For this parameter set, a depth of crystallization of 6.0  $\mu\text{m}$  is achieved. [9]

Tab. 1: Set of parameters which can be varied to influence the SPC crystallization depth.

| Parameter                     | Value             |
|-------------------------------|-------------------|
| Laser wavelength              | 1070 nm           |
| Preheating temperature        | 300 °C            |
| Laser scanning speed          | 100 mm/s          |
| Laser power                   | 11.6 W            |
| Beam diameter                 | 330 $\mu\text{m}$ |
| Lane distance meander pattern | 60 $\mu\text{m}$  |

In the experiments, the wavelength of the laser and the scanning speed of the laser spot are kept constant. The laser power is chosen, as described in Chapter IV, in a way that the upper SPC temperature limit is reached at the surface of the sample.

As observed in [9] for beam diameters of 330  $\mu\text{m}$  and 570  $\mu\text{m}$ , increasing the beam diameter leads to an increase in the depth of crystallization. The beam diameter can be increased by using an F-Theta lens with a higher focal length. This is illustrated in Fig. 7 for a larger parameter range. In this way, with preheating temperatures of 450 °C, complete crystallization of the a-Si layer can be achieved starting from a beam diameter of 570  $\mu\text{m}$ , and with preheating temperatures of 400 °C, starting from a beam diameter of 850  $\mu\text{m}$ .

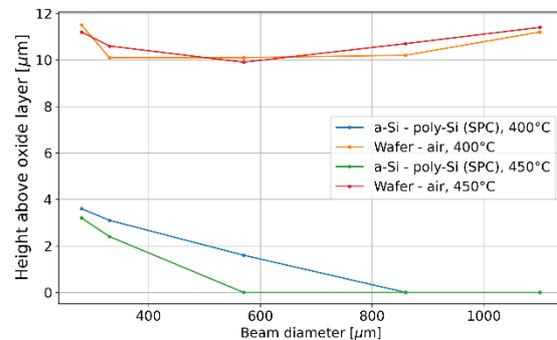
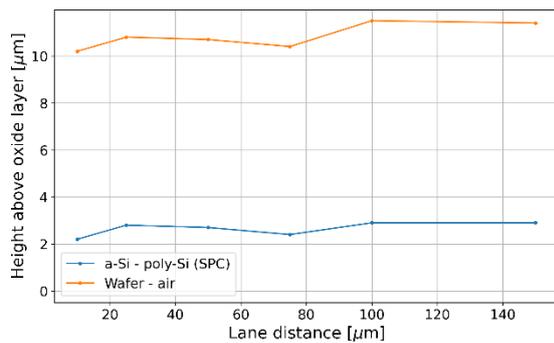


Fig. 7: Height of the interfaces wafer-air and a-Si to poly-Si above the oxide layer in dependence on the laser beam diameter. A height of 0  $\mu\text{m}$  of the latter one resembles a through-crystallization, as achieved for the preheating temperatures 400 °C and 450 °C.

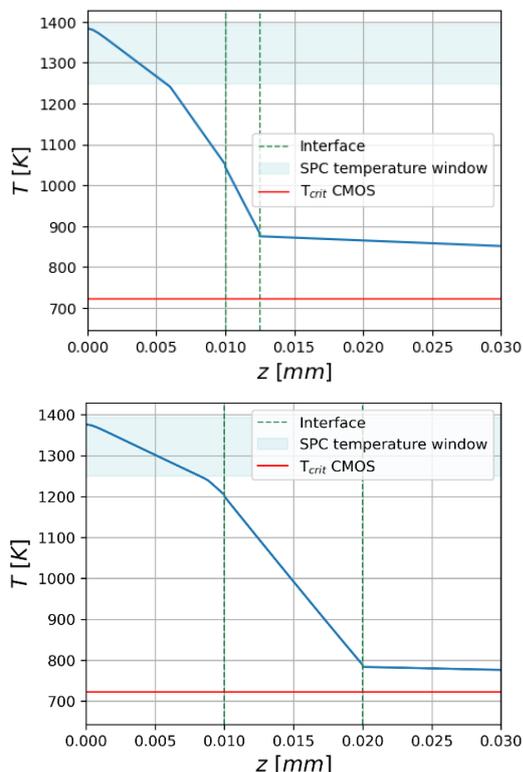
The simulation of the process with the corresponding beam diameters shows that a larger heat-affected zone leads to heat accumulation in the a-Si layer, resulting in a flatter temperature gradient. The depth of crystallization is increased that way.

However, the overlap of adjacent tracks within the scanned meander pattern has only a minor effect on the depth of crystallization. As shown in Fig. 8, the difference between a track spacing of 10  $\mu\text{m}$  (~3 % of the beam diameter) and 150  $\mu\text{m}$  (~45 % of the beam diameter) is only 1  $\mu\text{m}$  in terms of crystallization depth.



**Fig. 8:** Height of the interfaces wafer-air and a-Si to poly-Si above the oxide layer in dependence on the lane distance of the meander pattern. This variation is performed for a beam diameter of  $330\ \mu\text{m}$  with constant power and a preheating temperature of  $400\ ^\circ\text{C}$ .

During the crystallization of the a-Si layer, the interface with the oxide layer is heated to at least the lower SPC temperature limit,  $980\ ^\circ\text{C}$ . The temperature must then drop to an IC-compatible value of  $450\ ^\circ\text{C}$  across the oxide layer. This is not achieved for an oxide layer thickness of  $2.45\ \mu\text{m}$ , as shown in Fig. 9 above. However, the simulation demonstrates that a thicker oxide layer not only allows for a greater temperature drop towards the ASIC but also creates heat accumulation in the a-Si layer, resulting in a greater depth of crystallization. This is illustrated in Fig. 9 below.



**Fig. 9:** Temperature curve along  $x=y=0$  in  $z$ -direction (beam width:  $330\ \mu\text{m}$ , preheating temperature  $400\ ^\circ\text{C}$  in dependence on the depth,  $0\text{mm}$  being the surface).  
Top:  $2.5\ \mu\text{m}$  oxide layer thickness.  
Bottom:  $10\ \mu\text{m}$  oxide layer thickness.

Even in the shown case of an oxide layer thickness of  $10\ \mu\text{m}$  it can't be avoided that the temperature of the ASIC is above its destruction threshold.

## Conclusion

The laser crystallization of amorphous silicon is a process step in an approach for vertical and monolithic integration of MEMS sensor and ASIC. Initially, amorphous silicon with dopant atoms is deposited on the chip using a gas phase deposition. Subsequently, the amorphous silicon layer is heated using laser radiation and thus thermally transformed into a polycrystalline phase. To avoid surface defects, this is done through solid-phase crystallization.

The main challenge is to fully crystallize the existing amorphous silicon layer in depth while staying within the temperature window of solid-phase crystallization. Furthermore, the thermal load of the ASIC must not be exceeded.

As strategies to increase the depth of crystallization, methods for creating heat accumulation in the a-Si layer are identified. Experimental evidence shows the complete crystallization of a  $10\ \mu\text{m}$  thick a-Si layer. The ASIC can be protected from higher temperatures by using thicker oxide isolation layers adjacent to the a-Si layer. However, in both strategies, the thermal load of the ASIC is still exceeded. One solution to this problem would be to integrate additional insulating oxide layers, such as aluminum oxide.

Since an ASIC also contains several insulating oxide layers and it is experimentally impossible to verify if the simulated temperature distribution matches reality, further investigations into the destruction threshold of the ASIC in the laser crystallization process are pursued. For this purpose, a Daisy Chain structure on the wafer could be considered as a cost-effective alternative to using a real CMOS.

## References

- [1] Delbos, P., P.-M. Visse and C. Midelet. *Status of the MEMS Industry 2023. Market and Technology Report*. YINTR23353 (2023).
- [2] Damanios, D. *High-End Inertial Sensing 2022. For industrial, mobility and defense*



# Herstellung von Halbleitersensoren auf SnO<sub>2</sub>-Basis für die photoaktivierte Messung von Wasserstoff bei niedrigen Betriebstemperaturen

*Ingo Weyrauch<sup>1</sup>, Rene Breuch<sup>1</sup>, Kostyantyn Konstantynovskii<sup>1</sup>, Peter Kaul<sup>2</sup>*

*<sup>1</sup>Deutsches Institut für Luft und Raumfahrt e.V. (DLR), Institut für den Schutz terrestrischer Infrastrukturen, Rathausallee 12, 53757 Sankt Augustin, Deutschland*

*<sup>2</sup>Hochschule Bonn-Rhein-Sieg, Institut für Sicherheitsforschung (ISF), Von Liebig-Straße 20, 53359 Rheinbach, Deutschland*

## Zusammenfassung

Die Messung von Wasserstoff und potentiell explosionsfähiger Gasgemische mithilfe von Halbleitersensoren kann ein Sicherheitsrisiko darstellen, da für solche Sensorsysteme für gewöhnlich hohe Betriebstemperaturen notwendig sind. Durch den Austausch von thermischer durch photonische Aktivierung lässt sich dieses Sicherheitsrisiko jedoch deutlich verringern und Sensoren können annähernd bei Raumtemperatur betrieben werden. In dieser Arbeit wurden Sensoren auf SnO<sub>2</sub>-Basis nasschemisch hergestellt und während der Gasmessung mit einer UV-LED angeregt. Unter Bestrahlung zeigte sich eine deutlich gesteigerte Sensorreaktion gegenüber Wasserstoff schon bei Betriebstemperaturen von 55 °C

**Keywords:** Gassensorik, Halbleitersensoren, Wasserstoff, Photonik

## Einleitung

Halbleitersensoren für die Detektion verschiedenster Gase, kommen aufgrund ihrer kleinen Baugröße, kostengünstigen Herstellung und breiten Anwendungsspektrum [1] heutzutage in vielen wesentlichen Bereichen des öffentlichen Lebens zum Einsatz. Die Verwendung solcher Sensoren zur Messung potentiell explosiver Gase, wie zum Beispiel Wasserstoff, ist jedoch aufgrund der hohen Betriebstemperaturen [2] mit einem zusätzlichen Sicherheitsrisiko verbunden. Ein weiteres Problem stellt die Querempfindlichkeit dieser Art von Sensoren gegenüber verschiedenen Gasspezies dar [1].

Die Aktivierung von Halbleitersensoren mittels photonischer Bestrahlung soll als Alternative zur aktiven Heizung der sensitiven Materialien genutzt werden. Dies hat zum einen den Vorteil, dass die Hitzeentwicklung und damit das Explosionsrisiko bei Betrieb der Sensoren minimiert wird, zum anderen bietet die Bestrahlung mit unterschiedlichen Lichtquellen die Möglichkeit, das Sensorverhalten gezielt zu beeinflussen [2] und so Unterschiede im Reaktionsverhalten verschiedener Sensoren zu verstärken. Für diesen Zweck soll die nasschemische Herstellung von Halbleitersensoren auf Metalloxidbasis für die photonische Bestrahlung optimiert und das Verhalten der

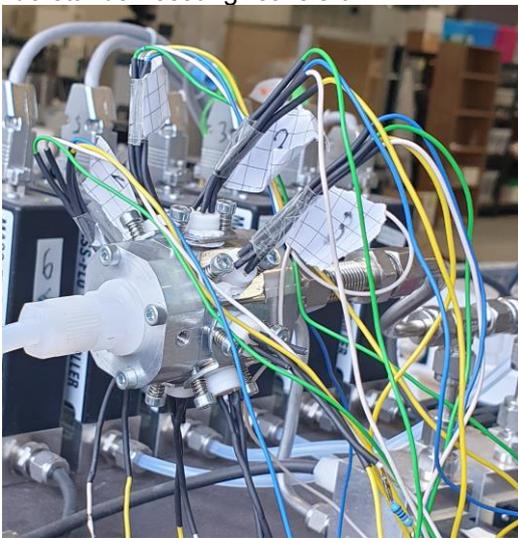
Sensoren bei Kontakt zu Wasserstoff und Bestrahlung mit UV-LEDs untersucht werden.

## Materialien und Methoden

Für die Herstellung der Halbleitersensoren kommen Leersubstrate der Firma Umweltsensortechnik (UST) zum Einsatz. Diese bestehen aus einem 3x3 mm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Substrat mit zentraler Interdigitalstruktur (IDS) und können mithilfe eines Pt10-Widerstands, der die IDS von drei Seiten umgibt, beheizt werden. Das Substrat ist für die einfache Integration in elektronische Schaltkreise an einen TO-39 Sockel gebunden. Die Herstellung einer sensitiven Schicht auf der IDS erfolgt mittels Drop-Casting von SnO<sub>2</sub> Nanopartikeln mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von < 100 nm in wässriger Suspension. Die Konzentration der Nanopartikel beträgt 10 mg/mL, und es werden insgesamt 10 µL der Suspension auf die IDS aufgebracht. Während der Beschichtung werden die Substrate auf 160 °C beheizt, um die Verdampfung des Wassers zu beschleunigen, und so den Coffee-Ring-Effekt zu minimieren. Die Schichten werden anschließend 18 Stunden bei 600 °C gesintert. Für die Beheizung der Schichten wird die integrierte Pt-Heizstruktur der UST Leersubstrate verwendet.

Die Nanostruktur und Homogenität der sensitiven Schichten wird optisch mittels eines

Keyence VDX200 Lichtmikroskops und REM-Aufnahmen bei 70.000-facher Vergrößerung mit einem FE-SEM Zeiss Ulta 55 bewertet, während die Leistungsfähigkeit der Sensoren bei der Messung von Wasserstoff in einer Gasmessstrecke (GMU) ermittelt wird. Die Wasserstoffkonzentration beträgt 1000 ppm in atmosphärischer Luft, bei 50 % relativer Luftfeuchtigkeit und Betriebstemperaturen der Sensoren zwischen Raumtemperatur (RT) und 115 °C. Für die Untersuchung der photonischen Aktivierung der Sensorreaktion sind UV-LEDs (KTS-2012UV365) des Herstellers Kingbright mit einer Wellenlänge von 365 nm und einer maximalen Leistung von 120 mW in die Messkammer der GMU integriert. Die LEDs werden mit einem 470 Ohm Vorwiderstand und einer Spannung von 15 V betrieben, sodass sich eine elektrische Leistung von 93 mW ergibt. Die Messkammer, welche in Abbildung 1 dargestellt ist, wurde symmetrisch aufgebaut, um einen möglichst gleichmäßigen Gasfluss über die Sensoren zu gewährleisten. An jeder der acht Außenseiten befindet sich ein Steckplatz, sodass je 4 Sensoren mit gegenüberliegenden LED's in die Kammer installiert werden können. Die LEDs können während der Messung nach Bedarf ein- und ausgeschaltet werden. Die Messung der Sensorwiderstände wird über ein Keysight DAQ 970A mit einer 2-Punkt Widerstandsmessung realisiert.

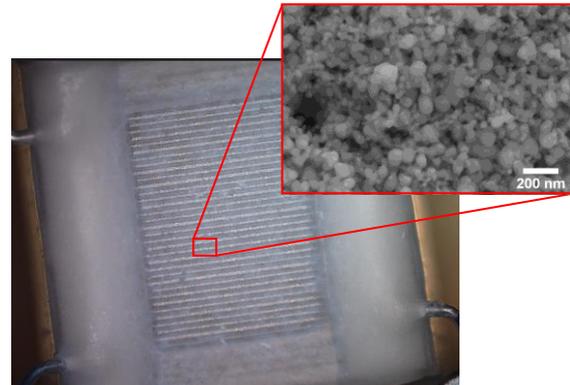


*Abb. 1: Symmetrisch aufgebaute Messkammer der Gasmessstrecke für gleichzeitige Messung und Bestrahlung von vier Gassensoren*

### Ergebnisse und Diskussion

Die REM und lichtmikroskopischen Aufnahmen einer durch Drop-Casting hergestellten und anschließend gesinterten SnO<sub>2</sub> Schicht auf einem UST Leersubstrat sind in Abbildung 2

dargestellt. Unter dem Lichtmikroskop erscheint die semitransparente Schicht dünn und homogen, sodass die unterliegende IDS noch deutlich zu erkennen ist. Die REM-Aufnahmen zeigen einzelne Nanopartikel, die durch Sinterbrücken miteinander verbunden, aber nicht vollständig verschmolzen sind. Dadurch ergibt sich zum einen eine gute Kontaktierung zwischen den Partikeln, zum anderen verfügt die sensitive Schicht über eine große spezifische Oberfläche für die Adsorption von Analytmolekülen.



*Abb. 2: Lichtmikroskop- und REM-Aufnahme einer mittels Drop Casting hergestellten SnO<sub>2</sub> Schicht auf einem UST-Leersubstrat.*

Die Messungen der Sensoren in der Gasmessstrecke ist in Abbildung 3 dargestellt, wobei die Zufuhr von Wasserstoff durch blaue Balken gekennzeichnet ist. Der Test der hergestellten Sensoren zeigt, dass bei reinen Schichten aus SnO<sub>2</sub> ohne zusätzliche Maßnahmen nur eine schwach ausgeprägte Reaktion auf 1000 ppm Wasserstoff bei niedrigen Betriebstemperaturen auftritt. Unter zusätzlicher UV-Bestrahlung während der gesamten Messung ist jedoch eine deutliche Reaktion schon bei Betriebstemperaturen von 55 °C erkennbar. Bei Kontakt zu Wasserstoff reagiert der Sensor innerhalb von Sekunden mit einer Verringerung des Messwiderstands, die sich ebenso schnell umkehrt, sobald die H<sub>2</sub>-Zufuhr unterbrochen wird. Auch bei Raumtemperatur und zusätzlicher Bestrahlung ist eine Reaktion des Sensors auf Wasserstoff erkennbar, die allerdings wesentlich schwächer ausgeprägt ist als bei Betriebstemperaturen zwischen 55 °C und 115 °C. Ein weiterer Vorteil der Bestrahlung zeigt sich bei Änderung der Betriebstemperatur. Während die nicht bestrahlten Sensoren nach Erhöhung der Sensortemperatur auf 55 °C einen deutlichen Drift zeigen und selbst nach zwei Stunden keinen stabilen Grundwiderstand

erreicht haben, sind die bestrahlten Sensoren bei Betriebstemperaturen von 55 °C schon nach wenigen Minuten einsatzbereit und erholen sich nach Unterbrechung der H<sub>2</sub>-Zufuhr vollständig.

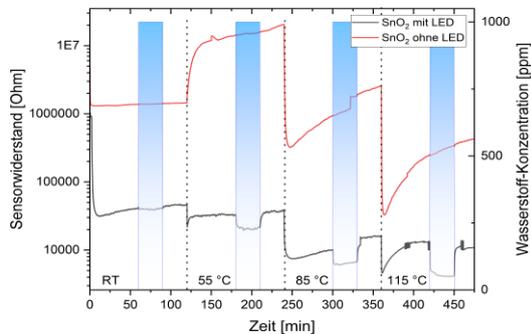


Abb. 3: Messung von 1000 ppm Wasserstoff bei Betriebstemperaturen zwischen Raumtemperatur und 115 °C, sowie mit und ohne Bestrahlung mit einer UV-LED bei 365 nm

### Ausblick

Im nächsten Schritt soll die Herstellung der Sensoren in Hinblick auf Stabilität und Reproduzierbarkeit optimiert werden. Zudem sollen Schichten aus weiteren Metalloxiden hergestellt und mit weiteren photokatalytisch aktiven Materialien, wie zum Beispiel Gold-Nanopartikeln, gedoped werden, mit dem Ziel zu untersuchen, ob die Betriebstemperatur weiter verringert werden kann. Gold-Nanopartikel und andere Edelmetalle, wie Platin, bieten im Zusammenhang mit der Messung von Wasserstoff den Vorteil, dass sie selbst photokatalytisch aktiv sind, und durch Effekte, wie Hydrogen-Spillover die Dissoziation und Reaktion von Wasserstoff an der Oberfläche des Metalloxids begünstigen [3]. Der Test auf Querempfindlichkeiten gegenüber weiteren Analyten soll zeigen, ob die Nutzung der optischen Anregung für die Entwicklung von lichtbasierten Sensorarrays geeignet ist und wie automatisierte statistische Methoden genutzt werden können, um mit ihrer Hilfe zwischen verschiedenen Gasen zu unterscheiden. Durch Ein- und Ausschalten der LEDs während der Messung können zudem mehr Informationen aus einem einzelnen Sensor generiert werden, die für ein virtuelles Sensorarray genutzt werden könnten.

### Literaturnachweis

- [1] J. Zhang, Z. Qin, D. Zeng et al., "Metal-oxide-semiconductor based gas sensors: screening, preparation, and integration," *Physical*

*chemistry chemical physics: PCCP*, vol. 19, no. 9, pp. 6313–6329, 2017.

- [2] R. Kumar, X. Liu, J. Zhang, M. Kumar, "Room-Temperature Gas Sensors Under Photoactivation: From Metal Oxides to 2D Materials" *Nano-Micro Lett.* (2020) 12:164
- [3] C. Liu, Q. Kuang, Z. Xie, L. Zheng "The effect of noble metal (Au, Pd and Pt) nanoparticles on the gas sensing performance of SnO<sub>2</sub>-based sensors: a case study on the [221] high-index faceted SnO<sub>2</sub> octahedra", *CrystEngComm*, 2015, 17, 6308-6313

# Entwicklung eines Operando Raman Aufbaus zur Analyse eines $\text{In}_2\text{O}_3$ - Halbleitersensors für die Detektion von Triacetontriperoxid (TATP)

*Rene Breuch<sup>1,2</sup>; Johannes, Warmer<sup>1</sup>, Stephan Maurer<sup>1</sup>, Peter, Kaul<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Hochschule Bonn-Rhein-Sieg, Institut für Sicherheitsforschung, Heisenbergstraße 16, 53359 Rheinbach, Deutschland

<sup>2</sup> Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e. V. (DLR), Institut für den Schutz terrestrischer Infrastrukturen, Rathausallee 12, 53757 Sankt Augustin, Deutschland

## Zusammenfassung

Diese Arbeit konzentriert sich auf die Entwicklung eines operando-Raman-Aufbaus, um die Detektion von Triacetontriperoxid (TATP) mithilfe eines  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Halbleitersensors zu untersuchen. Das operando-Raman Verfahren vereint dabei die situ-Spektroskopie mit der Echtzeitüberwachung des Sensorverhaltens während des Betriebs. Der entwickelte Aufbau ermöglicht die gezielte Exposition eines Sensors mit TATP in einem kontrollierten Gasstrom und die simultane Raman-spektroskopische Analyse der Sensoroberfläche. Durch Anpassung von Gaszusammensetzung und Temperatur des Sensors können Wechselwirkungen zwischen Sensor und TATP beobachtet werden. Die Methode und die Ergebnisse bieten Einblicke in das Adsorptionsverhalten und die chemischen Reaktionen von TATP auf der Sensoroberfläche und ermöglichen weiterhin auch die Untersuchung anderer Analyten. Dieser Ansatz kann zur Verbesserung der Sensorleistung genutzt werden.

**Keywords:** Metalloxidgassensor, Operando-Raman-Spektroskopie, TATP

## Einleitung und Motivation

Der Begriff operando-Spektroskopie stammt aus dem Forschungsbereich der heterogenen Katalyse und beschreibt dort die spektroskopische Untersuchung eines „arbeitenden Katalysators“. Dabei vereint die Methode die spektroskopische in situ-Untersuchung mit der gleichzeitigen Überwachung der Performance des Katalysators. Dieses Konzept wurde in den letzten Jahrzehnten ebenfalls auf den Forschungsbereich der halbleitenden Metalloxidsensoren übertragen. Dort beschreibt der Begriff die Untersuchung von Sensoren durch eine Kombination einer in-situ-spektroskopischen Studie an einem in Betrieb befindlichen Sensorelement mit der gleichzeitigen Aufnahme des Sensorwiderstands und der Untersuchung der Gasphase<sup>[1]</sup>. Diese Kombination von Methoden ist bereits mehrfach zur Untersuchung von Sensorreaktionen an Halbleitersensoren eingesetzt worden, beispielsweise von Sänze *et al.*<sup>[2]</sup> für Ethanol mit  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensoren oder von Warmer *et al.*<sup>[3]</sup> für TATP mit  $\text{WO}_3$ -Sensoren. Dieses spektroskopische Verfahren soll nun dazu genutzt werden die sensorische Detektion des Sprengstoffes Triacetontriperoxid (TATP) mit Hilfe eines Halbleitersensors zu analysieren und daraus erzielte Erkenntnisse für die

Verbesserung der Sensoreigenschaften abzuleiten. Dazu wurde ein Messaufbau erstellt, der es ermöglicht einen Indiumoxid ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) basierenden Halbleitersensor, gezielt einem Gasstrom mit TATP auszusetzen und während der sensorischen Detektion der Gasphase die Oberfläche Raman-spektroskopisch zu untersuchen.

## Material und Methoden

Zur Herstellung des  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensor wurde ein Leersubstrat der Fa. Umweltsensortechnik (UST), welches aus einem 3x3 mm  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Substrat mit zentraler Interdigitalstruktur (IDS) besteht und mithilfe eines Pt10-Widerstands, beheizt werden kann. Diese wurde mit einer 10 mg/ml Suspension aus  $\text{In}_2\text{O}_3$  Nanopartikeln (Sigma Aldrich, 99,9 %, <10 nm TEM) per Drop-Casting beschichtet und anschließend bei 600°C für 15 h gesintert.

Die Oberfläche des  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensors wurde mittels des Rasterelektronenmikroskop Supra 25 der Fa. Zeiss untersucht, dazu wurde ein Arbeitsabstand von 8 mm und eine Beschleunigungsspannung von 15 kV verwendet.

Für die Operando-Raman-Untersuchung wurde ein Messaufbau aus einer Gasmischanlage, einer Operando-Raman-Messkammer, einem Raman-Mikroskop und einem Gasphase IR-Spektrometer erstellt, siehe **Abb 1**.

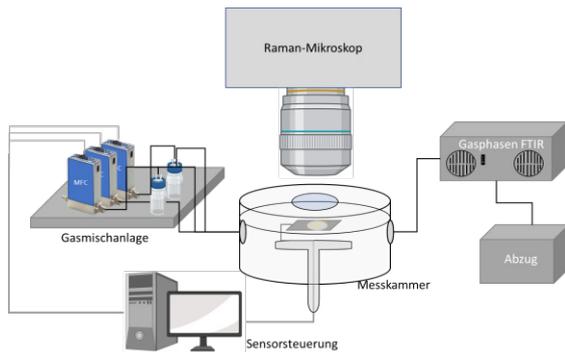


Abb. 1: Schematischer Aufbau der Messanordnung zur Operando-spektroskopischen Untersuchung des Sensors.

Für die Raman-Untersuchung wurde das Raman-Mikroskop Senterra R200L von Fa. Bruker verwendet. Mit diesem wurde ein Laser mit der Wellenlänge von 532 nm und einer Leistung von 20 mW durch ein LMPlan 20 $\times$ -Objektiv mit einer numerischen Apertur von 0,4 und einem Arbeitsabstand von 12 mm auf die Sensoroberfläche fokussiert.

Das Spektrometer des Senterra's besitzt ein hochauflösendes Gitter mit 1200 Linien/mm und ein Andor Du420-OE-Detektor mit 2014  $\times$  256 Pixeln und wurden zur Erfassung des Raman-Streulichts verwendet. Die Operando-Messkammer besteht aus einer zylindrischen Kammer mit einem Innenvolumen von ca. 20 ml und besitzt zwei Gasanschlüsse an der Mantel-Seite des Zylinders in einem 90 $^\circ$  Winkel zueinander. Die obere Stirnseite lässt sich mit einem Kammerdeckel verschließen, dieser weist eine zentrale Bohrung auf, die mit einem Deckglas aus Borosilikatglas versiegelt ist. Die untere Stirnseite der Messkammer weist ebenfalls eine Bohrung auf, über die ein Trägerstempel in die Kammer eingelassen werden kann. Dieser Träger besitzt einen TO-39-Sockel, auf dem die Sensoren positioniert werden, und eine versiegelte Verkabelung, mit der der Sensor mit einer Heizspannung versorgt werden kann und über die das Sensorsignal aufgezeichnet werden kann. Diese Messkammer ist wiederum an einem Einsatz für den Mikroskoptisch des Raman-Mikroskops befestigt und kann darüber im Messtisch eingefügt werden. (Abb. 2).

In dieser Messkammer wurden in dieser Arbeit der Sensor für die Operando-Raman Untersuchung einem kontrollierten Gasvolumenstrom ausgesetzt.

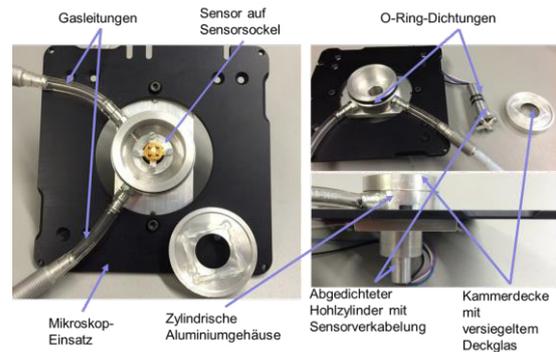


Abb. 2: Darstellung der Messkammer und ihrer Komponenten.

Zur Steuerung der Gasstrom wurde eine Gasmischeinheit (GMU) konzipiert, die aus drei Massendurchflussreglern (MFC) besteht (Modell 1179C MKS Instruments GmbH). Ein Strom synthetischer Luft (20,5 % O<sub>2</sub>, 79,5 % N<sub>2</sub>, kohlenwasserstofffrei, Westfalen AG) konnte bis zu einer Durchflussrate von 2 l/min geregelt werden. Die Luftfeuchtigkeit wurde mittels eines zweiten MFC's eingestellt, indem die synthetische Luft durch zwei mit Reinstwasser gefüllte Waschflaschen geleitet wurde. Durch das Verhältnis der beider Volumenströme konnte die Luftfeuchtigkeit zwischen 5 % und 95 % relativer Luftfeuchtigkeit eingestellt werden. Der dritte MFC wurde verwendet, um TATP in den Gasstrom einzubringen. Die Synthese des TATPs sowie die Quelle wurde nach Warner *et al.*<sup>[4]</sup> hergestellt und betrieben. Dabei wurde synthetische trockener Luft durch die Quelle mit phlegmatisierten TATP geleitet und anschließend mit dem restlichen Gasstrom aus MFC 1 und 2 gemischt. Für das Monitoring der Gasphase wurde das Gasphasen-FT-IR-Spektrometer (Modell CX4000 Gasmet Technologies GmbH) verwendet. Alle Experimente wurden bei 50 % relativer Luftfeuchtigkeit und einem Gesamtgasfluss von 100 ml/min durchgeführt. Das Sensorsignal, der elektrische Widerstand des Sensors, wurde im Zweipunkt-Gleichstrommodus mit einem Keithley 2700 Digitalmultimeter mit einer Datenaufnahmerate von 0,5 Hz gemessen.

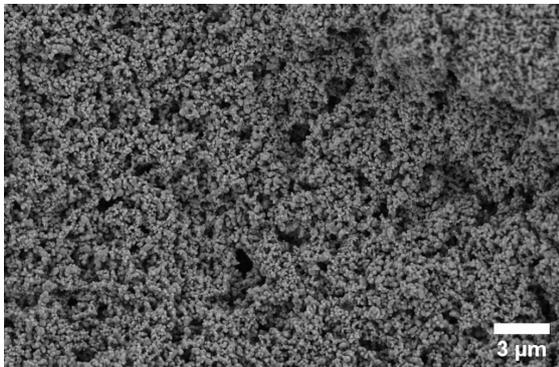
In der entwickelten Messkammer wurde nun der In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sensor betrieben und eine Messung mit und ohne TATP im Gasstrom durchgeführt. Dazu wurde der In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sensor zuerst auf 600  $^\circ$ C aufgeheizt und mit synthetischer Luft gespült. Anschließend wurde der Sensor auf Raumtemperatur abgekühlt und nach ca. 1 h die Raman-Messung gestartet. Anschließend wurde TATP dem Gasstrom zugegeben und ebenfalls nach 1 h die Messung erneut an derselben Messposition durchgeführt. Die

Raman-Spektren wurden mit 1 s Integrationszeit und über 500 Spektren koaddiert. Das Differenz-Spektrum wurde wie bei Warmer *et al.* berechnet, indem die Messung ohne TATP von dem Spektrum mit TATP subtrahiert wurde. [3]

Für die TATP-Referenz wurde ein Spektrum von kristallinem TATP mit einer reduzierten Laserleistung von 2 mW aufgenommen und einer Integrationszeit von 1 s und 60 koaddierten Spektren im Raman-Mikroskop aufgenommen.

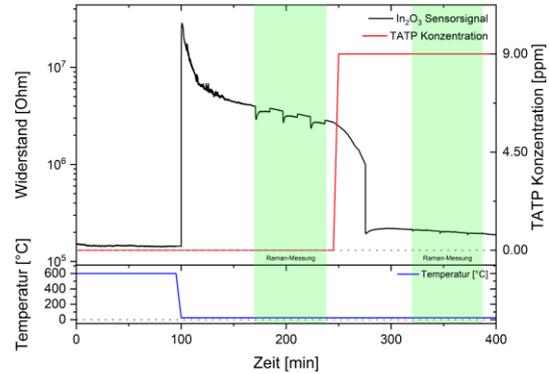
### Resultate und Diskussion

Ein Ausschnitt der Sensoroberfläche des hergestellten  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensors ist in **Abb. 3** dargestellt. Dieser zeigt eine stark nanostrukturierte Oberfläche und viele Poren im  $\mu\text{m}$ -Bereich.



**Abb. 3:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Sensoroberfläche des  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensors bei einer 10.000-fachen Vergrößerung.

Dieser Sensor wurde anschließend in die Messkammer eingebaut und die Operando-Raman Messung wie im Kapitel Material und Methoden beschrieben durchgeführt. Das dabei aufgenommene Sensorsignal des  $\text{In}_2\text{O}_3$  Sensors ist in **Abb. 4** logarithmisch dargestellt sowie der Temperaturverlauf des Sensors und der Verlauf der TATP Konzentration im Gasstrom.



**Abb. 4:** Logarithmische Darstellung des Sensorverlaufs des  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensors während der Operando-Raman Messung sowie Temperaturverlauf und TATP Konzentration.

Nach dem Ausheizen ist ein deutlicher Anstieg des Sensorwiderstands bemerkbar, der sich in der folgenden Stunde wieder absinkt und stabilisiert. Die Raman-Messungen sind ebenfalls im Widerstand des Sensors sichtbar, die Wechselwirkung mit dem Laser führt zu einem leichten Absinken des Widerstands, grüne Bereiche **Abb. 4**. Aufgrund dessen, dass die Raman-Messung mit dem hochauflösenden Gitter (1200 Linien pro mm) aufgenommen wurden ist, wurde das Spektrum aus drei Einzelbereichsmessungen aufgenommen und von dem Programm Opus (Fa. Bruker) zusammengesetzt, daher ist die Wechselwirkung des Sensorwiderstands mit dem Laser dreifach hintereinander sichtbar. Durch die Zugabe des TATP's in den Gasstrom reagiert der Sensor wiederum mit einer Abnahme des Sensorwiderstands. Die Wechselwirkung des Sensorwiderstands mit dem Laser der Raman-Messung ist während der Zugabe des TATP's deutlich geringer als im Vergleich zu der Messung ohne TATP.

Die dargestellten Sensordaten beschreiben ein langsames Einlaufverhalten des  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensors beim Abkühlen auf Raumtemperatur sowie eine langsame Reaktion des  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensorsignals nach der Zugabe des TATP's in den Gasstrom. Dieses langsame Verhalten ist wahrscheinlich auf die niedrige Arbeitstemperatur des Sensors zurückzuführen, da die Arbeitstemperatur für metalloxidische Gassensoren in der Literatur eher für höhere Temperaturen beschrieben ist.

Die Raman-Spektren die während dieser Messung von TATP aufgenommen wurden sind in **Abb. 5** dargestellt. Im unteren Diagramm ist das Differenz-Spektrum der Operando-Raman Untersuchung dargestellt,

sowie im oberen Diagramm das Referenz-Raman Spektrum von kristallinem TATP.

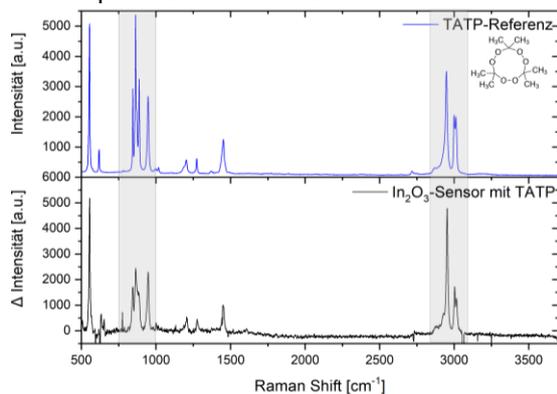


Abb. 5: Das Differenz-Raman Spektrum der Oberfläche des  $\text{In}_2\text{O}_3$ -Sensors und vergleichendes Spektrum von kristallinen TATP mittels Raman-Mikrospektroskopie

Die spektroskopische Analyse zeigt deutlich, dass in dem Differenz-Raman Spektrum die CH-Schwingungen des TATP (Peaks zwischen 2800 und 3000  $\text{cm}^{-1}$ )<sup>[5]</sup> detektiert werden konnten. Darüberhinaus ist weiterhin erkennbar, dass auch die Schwingungen der Peroxid-Gruppen (Peaks zwischen 800 bis 1000  $\text{cm}^{-1}$ )<sup>[5]</sup> des TATP's vorhanden sind. Diese weisen allerdings im Vergleich mit dem TATP Referenz Spektrum Veränderungen auf.

Dies deutet daraufhin, dass die Peroxid-Bindungen des TATPs weiterhin zu einem großen Anteil vorhanden sind und, dass diese nicht unter gleichen Bedingungen auf der Oberfläche des  $\text{In}_2\text{O}_3$  vorliegen wie im kristallinen TATP. Dieser Hinweis lässt darauf schließen, dass es sich bei der Sensorreaktion nicht um eine radikalische Reaktion aufgrund einer homolytischen Bindungsbruch der Peroxide handelt, sondern ein anderer Effekt die Sensorsignale hervorruft, bei dem das TATP als Ring weitgehend intakt bleibt.

### Ausblick

Die Ergebnisse zeigen, dass der Aufbau und die Methodik gut geeignet sind die Adsorption von TATP auf der Oberfläche der Sensoren zu analysieren und bietet die Möglichkeit gezielt das Adsorptionverhalten des TATP's und anderer Analyte an unterschiedlichen Sensoroberfläche zu untersuchen während gleichzeitig das Sensorverhalten der Sensoren erfasst werden können.

### Literaturnachweis

- [1] A. Gurlo, R. Riedel, *Angewandte Chemie - International Edition* 46, 3826-3848 (2007) DOI: 10.1002/anie.200602597.
- [2] S. Sänze, A. Gurlo, C. Hess, *Angewandte Chemie - International Edition* 52, 3607-3610 (2013) <https://doi.org/10.1002/anie.201207258>
- [3] J. Warmer, R. Breuch, M.J. Schöning, P. Wagner, P. Kaul, *Phys. Status Solidi A*. 2300790 (2024) <https://doi.org/10.1002/pssa.202300790>
- [4] J. Warmer, P. Wagner, M. J. Schöning, P. Kaul, *Phys. Status Solidi A*. 212, 1289 (2015) DOI: 10.1002/pssa.201431882.
- [5] R. J. Stokes, E. L. Normand, R. Lindley, P. Black, M. McCulloch, D. N. Middleton, W. E. Smith, B. Foulger, C. Lewis, *Optics and Photonics for Counterterrorism and Crime Fighting V* 748600 (2008) DOI: 10.1117/12.830348.

# Eine integrierte Datenstromverarbeitung zur Erfassung von Umweltlagebildern

Andrej Lejman<sup>1</sup>, Nick Rüssmeier<sup>1,2</sup>, Oliver Ferdinand<sup>1</sup>, Frederic Stahl<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Deutsches Forschungszentrum für Künstliche Intelligenz GmbH (DFKI), DFKI Niedersachsen, Marine Perception, Oldenburg, Deutschland

<sup>2</sup>Jade Hochschule, Fachbereich Ingenieurwissenschaften, Wilhelmshaven, Deutschland

## Zusammenfassung

Sensoren werden vielfach zur Erfassung von Objekten und Objektmerkmalen eingesetzt, um ein möglichst vollständiges Situationsbewusstsein für großflächige Gebiete zu schaffen. Hierzu kann beispielsweise ein verteiltes Sensorbox-Netzwerk verwendet werden, indem die Vorteile heterogener Sensoren, das heißt Sensoren unterschiedlichster Typen, kombiniert und deren Sensordaten fusioniert werden. Ein solches Netzwerk besteht dabei aus mehreren einzelnen, geographisch verteilten Sensorbox-Knoten, die die Sensoren einbinden sowie deren Daten simultan erfassen. Über eine integrierte Datenstromverarbeitung können die heterogenen Sensordaten in einer einheitlich festgelegten Datenstruktur abgelegt und bearbeitet werden. Die Datenbasis aller Sensorbox-Knoten ermöglicht es nun, umfassende Umweltlagebilder zu erzeugen. In Häfen können so zum Beispiel Bewegungen einzelner Wasserfahrzeuge wahrgenommen und dokumentiert werden. Die Verarbeitung, Speicherung, Fusionierung sowie der Austausch von Sensordaten zwischen den Sensorbox-Knoten und möglichen Benutzern erfolgt dabei zentral über die sogenannte Middleware. Diese stellt, als Übersetzungsebene im Hintergrund, sowohl die Kommunikation als auch die Verwaltung zwischen Hardware- und Anwendungsebene zur Verfügung. Die Integration einer Middleware aus der Robotik bietet aufgrund ihrer Leistungsfähigkeit und Popularität eine valide Grundlage für eine integrierte Datenstromverarbeitung verteilter Sensoren, da – ähnlich einem Sensorbox-Knoten – heterogene Sensoren in die Roboter integriert werden, um die Umgebung wahrzunehmen.

Mehrere Middleware Alternativen wurden auf Basis der ermittelten Anforderungen, wie etwa der Bedarf eines möglichst genauen Lokalisierungssystems, und ihrer Architekturen selbst miteinander verglichen. Hierbei wurde *Robot Operating System (ROS)* als geeignetste Middleware ausgewählt. Diese Arbeit stellt die Herausforderungen und Lösungen der Integration von ROS als solches Datenstrommanagement in bestehende Sensorbox-Knoten dar und zeigt erste Anwendungen und Ergebnisse.

**Keywords:** Verteilte Sensornetzwerke, Middleware Integration, Robot Operating System (ROS), Heterogene Sensoren, Datenfusion.

## Einleitung

Ein Sensorbox-Knoten bietet eine einheitliche Architektur für Hardware, Software und Datenstromfusion von verteilten optischen Sensoren. Solche Knoten bieten eine Plattform für mehrere Nutzer, um Sensordaten aufzuzeichnen und auszutauschen sowie Anwendungen in verschiedenen Bereichen von Forschung und Entwicklung zu entwickeln und zu evaluieren. Diese Bereiche umfassen unter anderem die Objekterkennung und -verfolgung unter Verwendung von Methoden der künstlichen Intelligenz [1]. Das Sensorbox-Netzwerk ist für den Einsatz in Großraumexperimenten konzipiert, bei denen die Entfernungen zwischen den Sensorbox-Knoten mehrere Kilometer betragen können.

Ein Netzwerk mit Sensorbox-Knoten wurde bereits in [2] vorgeschlagen und auf Basis der Middleware *Odysseus* [3] entwickelt. Das System wurde bereits erfolgreich eingesetzt, jedoch entstehen Schwierigkeiten bei der Übertragbarkeit der Systemarchitektur auf neue Anwendungsgebiete, zum Beispiel für eine automatisierte Objekterkennung in dynamischen Umgebungen oder die präzisere Zuordnung der geographischen Position von erfassten Objekten. Herausforderungen, die hierbei entstehen, sind (a) Integration neuer Sensoren in die bestehende Middleware, (b) Neukonfiguration bestehender und bereits integrierter Kameras, (c) allgemeine Wartung des Systems wie Softwareupdates, und (d) die Überwachung der Vollständigkeit und Integrität erfasster Datensätze. Diese Limitierungen beeinträchtigen die Flexibilität, Erweiterbarkeit

und Genauigkeit der Datenerfassung und -verarbeitung des bisherigen Sensorbox-Knotens. Die Anpassungsfähigkeit des Systems hängt spezifisch von der genutzten Middleware ab.

Angesichts dieser Herausforderungen besteht Bedarf an der Weiterentwicklung des Systems hin zu einem neuen, universellen Sensorbox-Knoten auf Basis einer geeigneten aktuellen Middleware, der zusätzlich für folgende Zwecke geeignet ist:

- Integration von verteilten Sensoren mit RTK-korrigierter Lokalisierung,
- Verarbeitung und Kommunikation von heterogenen Sensordaten, sowie
- Entwicklung und Erprobung neuer Anwendungen nebst Erfassung von Grundversuchsdatensätzen.

Hieraus lässt sich die folgende Zielstellung ableiten, die mit der vorliegenden Arbeit angestrebt wird:

*Integration einer neuen Middleware in die Sensorbox-Knoten unter Berücksichtigung der identifizierten Anforderungen sowie der Erkenntnisse zum aktuellen Stand der Technik und Wissenschaft, um eine flexiblere Plattform für heterogene Sensoren für Forschung und Entwicklung bereitzustellen.*

## Methodik

Der Entwurf des Sensorbox-Netzwerks basiert auf dem Bedarf, eine robuste und gleichzeitig flexible und erweiterbare Plattform für die Datenerfassung und -verarbeitung bereitzustellen. Das Gesamtkonzept (Abb. 1) sieht vor, dass eine Vielzahl von Sensoren unterstützt wird, deren Daten fusioniert werden und daraus ein umfassendes Umweltlagebild erstellt werden kann. Es ist in drei Ebenen unterteilt: Sensor-, Middleware- und Anwendungsebene.

Die Daten werden in der Sensorebene erhoben. Sensor-Konfigurationen, die aus heterogenen, verteilten Sensoren bestehen, werden über entsprechende lokale Schnittstellen in das Sensorbox-Netzwerk integriert. Darüber hinaus können mit dem Wiedergabemodul die aufgezeichneten Sensordaten wiedergegeben werden, sodass umfangreiche Realszenarien offline verfügbar und wiederholbar sind. Die Sensordaten werden im Anschluss an die Middleware-Ebene übergeben, die den Kern des Sensorbox-Netzwerks bildet und damit den Großteil der Funktionalität des Sensorbox-Knotens bereitstellt. In dieser Ebene erfolgen (a) die intrinsischen Kalibrierungen für Sensoren zur Erfassung von Bilddaten, um mögliche Abbildungsverzeichnungen zu korrigieren, (b) die Georeferenzierung aller Sensordaten anhand des

Lokalisierungssystems (extrinsische Kalibrierung), (c) die Fusion aller heterogenen Sensordaten zu einem gemeinsamen lokalen Lagebild, und (d) die Speicherung in einer homogenen Datenstruktur zur späteren Wiederverwendung.

Die verarbeiteten Sensordaten werden in dieser Stufe des Prozesses über das Kommunikationsmodul des einzelnen Sensorbox-Knoten an die Anwendungsebene und damit in das gesamte Sensorbox-Netzwerk übertragen. Hier erfolgt die Fusion der lokalen Lagebilder von einzelnen Sensorbox-Knoten zu einem Gesamtlagebild, auf dessen Grundlage die Nutzer die jeweiligen Anwendungen entwickeln können.

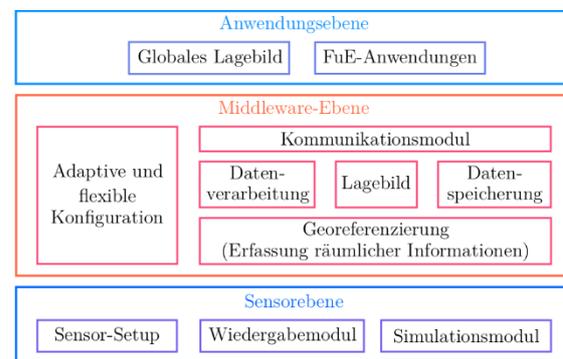


Abb. 1: Schematische Darstellung des Gesamtkonzepts mit Sensor-, Middleware- und Anwendungsebene.

Ein signifikanter Unterschied zum bereits existierenden Sensorbox-Knoten besteht in der Verwendung einer neuen Middleware. Die Entscheidung, ROS [4] als Middleware zu nutzen, ermöglicht eine flexiblere Integration und Verarbeitung der Sensordaten. Dieser Schritt adressiert damit direkt die Herausforderungen, die bei der früheren Verwendung von Odysseus aufgetreten sind. ROS ist eine Open-Source-Software zur Entwicklung wiederverwendbarer Funktionen in autonomen Systemen [5, 6]. Es bietet eine breite Auswahl an nützlichen Erweiterungen und Entwicklungswerkzeugen, einschließlich der Implementierung verschiedener Sensoren über spezifische oder universelle Datenkommunikationsprotokolle. ROS deckt die identifizierten Anforderungen nahezu vollständig ab und verfügt über eine große Gemeinschaft, die zahlreiche ROS-Pakete aktuell weiterentwickelt und bereitstellt. Der Kommunikationsmechanismus basiert auf der *publisher-subscriber*-Architektur, die eine robuste Kommunikation ermöglicht [7]. Neue ROS-Nachrichtentypen können leicht ergänzt werden. ROS verfügt dazu bereits über eine umfangreiche Bibliothek, die eine effektive

Integration heterogener Sensoren ermöglicht. Neue Module und Pakete lassen sich somit schnell entwickeln und testen. Es ist daher für Entwickler sehr flexibel und erlaubt gleichzeitig in verschiedenen Programmiersprachen zu entwickeln. Verschiedene Debugging- und Visualisierungstools ermöglichen sowohl Probleme mit der Software als auch der Hardware zu identifizieren und zu lösen. Darüber hinaus sind Module zur Visualisierung in RViz [8] verfügbar, mit denen Sensordaten in einem fusionierten Lagebild dargestellt werden können.

Um Datenverluste der Sensorbox-Knoten bei Unterbrechung der Netzwerkverbindung zu vermeiden, wurde das Multi-Master-Prinzip [9] anstelle eines einzelnen ROS-Masters für alle im Feld verteilten Sensorbox-Knoten implementiert. Dadurch ist ein Einsatz und Betrieb ohne ständige Netzwerkverbindung zwischen allen Sensorbox-Knoten möglich. Dies trägt besonders zur Ausfallsicherheit bei, da jeder Sensorbox-Knoten nun selbst die Integrität der Datenpakete sicherstellen kann, ohne dabei auf eine permanente Netzwerkverbindung angewiesen zu sein.

Abb. 2 zeigt die Verarbeitungskette der Sensordaten und die Berechnung der Objektposition. Die spezifischen Aufgaben sind in einem ersten Schritt die Erfassung der Sensordaten, separat und individuell für jeden einzelnen Sensorbox-Knoten. Nach der Korrektur der Sensordaten wird die Position von Objekten durch eine Überlagerung von Laserscanner-Punktwolken und Bilddaten in Kombination mit den von Mask R-CNN [10] generierten Segmentierungsmasken bestimmt.

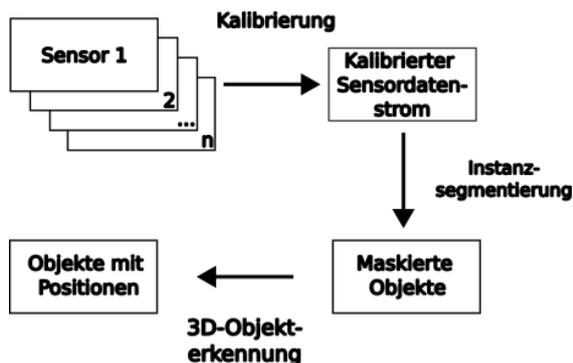


Abb. 2: Schematische Darstellung der Sensordatenverarbeitung vom einzelnen Sensor bis zum erkannten und im Raum lokalisierten Objekt.

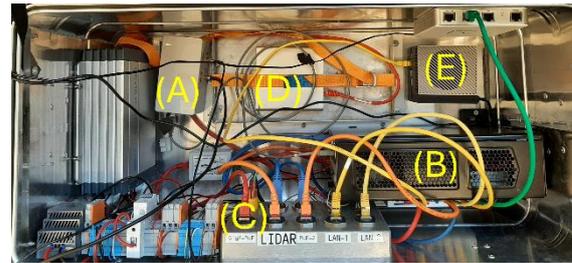


Abb. 3: Detaillierte Darstellung des Hardware-Aufbaus eines Sensorbox-Knotens: (A) GNSS- und RTK-Rover zur Berechnung der genauen Position aus der GNSS-Antenne und Korrekturdaten einer RTK-Basisstation. (B) Hardwareplattform für die Verarbeitung von Sensordaten; (C) Anschlussfeld mit Energie- und Sensoranschlüssen; (D) CloudKey als Netzwerktechnik für die Vernetzung aller im Feld verteilten Sensorbox-Knoten; (E) Edge Device für Evaluierungen von KI-Anwendungen während eines Feldeinsatzes.

### Implementierung

Auf Basis der in [2] bereits erzeugten Sensorbox-Knoten wurden neben der Implementierung der neuen Middleware ROS nun auch Modifikationen und Erweiterungen an der Hardware mit zum Beispiel erweiterten Netzwerkkomponenten und Sensoren vorgenommen. Abb. 3 zeigt den inneren Aufbau eines solchen Sensorbox-Knotens.

Um im Sensorbox-Netzwerk eine infrastrukturunabhängige Kommunikation über weite Strecken im Untersuchungsgebiet zu ermöglichen, werden je nach Anforderung unterschiedliche Kommunikationsmodule verwendet: Für kurze Strecken können neben kabelgebundener Ethernet-Verbindung auch herkömmliche outdoorfähige WiFi-Antennen genutzt werden (UAP-AC-M-Pro, Ubiquiti Networks, USA). Bei größeren Distanzen hingegen können Richtfunkantennen zum Einsatz kommen (Nanobeam NBE-M5AC-500, Ubiquiti Networks, USA).

Zur Unterstützung von KI-Anwendungen im Feldeinsatz ist jeder Sensorbox-Knoten zudem mit einem Edge-Device (NVIDIA Jetson AGX Orin) ausgestattet. Durch die Implementierung von ROS auf diesem Gerät ermöglicht es eine direkte Anbindung an den Datenstrom und gewährleistet somit eine unmittelbare, leistungsfähige Verarbeitung der Sensordaten am Einsatzort.

Die eingesetzten optischen Sensoren umfassen dabei:

- einlagige Laserscanner (SICK LMS-153),
- mehrlagige Laserscanner (SICK MRS6124, 24 Lagen),
- visuelle Kameras (Basler acA2040-gc), und
- Infrarotkameras (Optris PI450).

Um Feldeinsätze besser vorzubereiten und die Handhabung der Sensoren im Feld flexibler zu gestalten, werden alle Sensoren eines Sensorbox-Knotens auf einem speziell entwickelten Sensorträger montiert und ausgerichtet (Abb. 4). Der Sensorträger integriert Sensoren, die Primärdaten wie Bilddaten erzeugen, sowie weitere Sensoren, die Zusatzinformationen zur Lokalisierung bereitstellen, beispielsweise die Distanz vom Sensor zum Objekt. Die relative räumliche Ausrichtung und Distanzen von Sensoren auf einem Trägersystem werden zuvor einmalig vorbestimmt. Hierüber wird eine extrinsische Kalibrierung vereinfacht und die automatisierte Erfassung der Objekte und ihrer Position im Raum erleichtert. Obwohl Kameras primär nur zweidimensionale Informationen von Objekten liefern, ist es möglich, diese präzise mit den Distanzinformationen der von den Laserscannern erzeugten Punktwolken zu überlagern. Dadurch wird eine Georeferenzierung der Objekte ermöglicht.

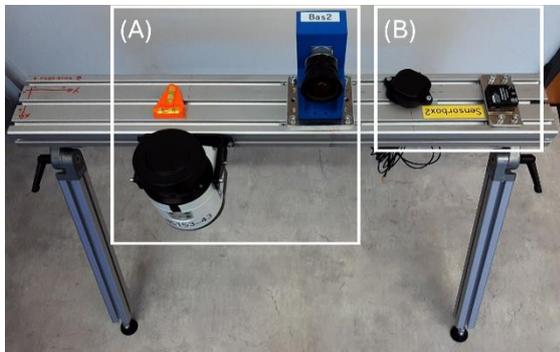


Abb. 4: Sensorträger zur direkten Implementierung von Lokalisierungs- und Orientierungsänderungen während des Einsatzes mit (A) Laserscanner (LMS-153) und visueller bzw. Infrarotkamera (blaues Gehäuse), und (B) Positionierungsmodul mit GNSS-Antenne und IMU-Einheit.

Eine absolute Position der jeweiligen Sensorträger wird durch ein präzises Lokalisierungssystem erfasst. Hierfür werden Multiband-GNSS-Informationen mit Echtzeit-Kinematik-Korrekturen (RTK) von einer nahegelegenen Referenzstation kombiniert.

Die Orientierungsinformationen der im Feld eingesetzten Sensoren werden in Verbindung mit einer Inertial Measurement Unit (IMU) direkt in den Datenstrom integriert. Die Georeferenzierung aller Sensordaten ist entscheidend für die Genauigkeit der Lagedarstellung.

### Anwendungsszenario maritime Lagebilder

Um die Wirksamkeit und Anpassungsfähigkeit der Sensorbox-Knoten zu demonstrieren, werden spezifische Anwendungsfälle in realen Umgebungen getestet. Die Tests konzentrieren sich auf die Erfassung und Analyse von Daten in dynamischen Umgebungen, wie sie in einem Jachthafen auftreten. Die Validierung in solchen Szenarien bestätigt die Fähigkeit des Sensorbox-Netzwerks, vollständige und fehlerfreie Datensätze zu liefern, die für Forschungs- und Entwicklungsanwendungen unerlässlich sind.

Ein Beispiel für den Einsatz der neu entwickelten Sensorbox-Knoten zur Erstellung maritimer Lagebilder ist der Nassauhafen in Wilhelmshaven. Die Übersichtskarte in Abb. 5 zeigt die verteilten Standorte der Sensorbox-Knoten, die an Land mit Sensor Ausrichtung aufs Wasser aufgestellt wurden. Sie dienen dazu, Schiffsbewegungen zu erkennen, ihre Position zu verfolgen und ein umfassendes Lagebild des Hafengebiets zu erstellen.

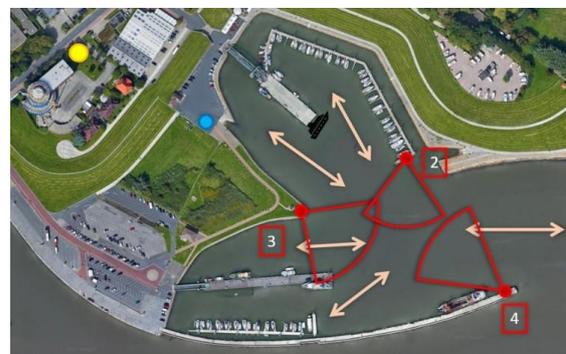


Abb. 5: Einsatz der Sensorbox-Knoten am Nassauhafen in Wilhelmshaven, Deutschland. Rote Punkte markieren Aufstellorte der Sensorträger mit angedeuteten Erfassungsbereichen (rote Kreisabschnitte). Die vorrangig relevanten Bewegungsrichtungen der Objekte sind durch Pfeile angedeutet. Gelber Punkt: Aufstellort der GNSS-Referenz.

Dieser Hafen wurde aufgrund seiner Merkmale und Gegebenheiten ausgewählt, um die Fähigkeit des Sensorbox-Netzwerks umfassend zu demonstrieren. Er zeichnet sich durch eine vielfältige Umgebung mit

unterschiedlichem Verkehrsaufkommen aus. Schiffstypen unterschiedlicher Größe, einschließlich Motoryachten und kleinerer Boote, führen verschiedene Manöver in unterschiedlichen Bereichen des Hafens durch. Darüber hinaus kommen regelmäßig dynamische Szenen vor, zum Beispiel Segelboote, die an Regatten teilnehmen. Die Vielfalt der Szenarien und die dynamischen Veränderungen im Hafengebiet illustrieren, warum der Nassauhafen ein gutes Testfeld für das Sensorbox-Netzwerk darstellt.

In diesem Zusammenhang wurden im September 2022 insgesamt drei Sensorbox-Knoten an drei verschiedenen Positionen eingesetzt. Dabei wurde ein realistisches dynamisches Szenario im Hafengebiet aufgezeichnet, das einen umfassenden Datensatz darstellt und für die Forschung und Entwicklung weiterer Anwendungen genutzt werden kann.

### Ergebnisse

Der im Nassauhafen aufgezeichnete Datensatz, enthält Aufnahmen von Booten unter verschiedenen Bedingungen und Konfigurationen. Die gewonnenen Daten dienen als Grundlage für die Berechnung der Objektposition (Abb. 6). Das Mask R-CNN-Modell ermöglicht hier bereits die Instanzsegmentierung einzelner Fahrzeuge, basierend auf vortrainierten Gewichten (COCO-Gewichte [11]), die jedoch auch irrelevante Klassen für die 3D-Erkennung segmentieren und Segelboote manchmal als mehrere Instanzen erkennen. Eigene annotierte Daten wurden hierfür noch nicht verwendet.

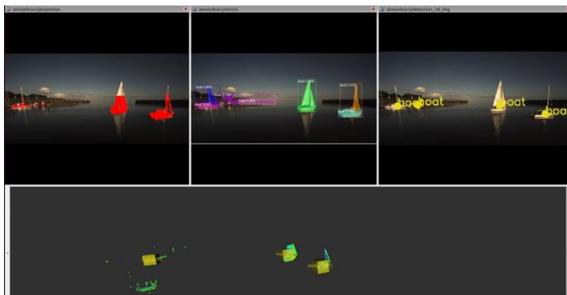


Abb. 6: Darstellung der Daten mit dem ROS-Visualisierungstool RViz. Oben links: Überlagerung der Punktwolkendaten der erfassten Objekte; Mitte: Überlagerung von Mask R-CNN mit 2D-Segmentierungsmaske der Instanzen; Rechts: 3D-Objekterkennung der Boote; Unten: Zeigt die 3D-Welt, einschließlich der Erkennungen als gelbe Rechtecke.

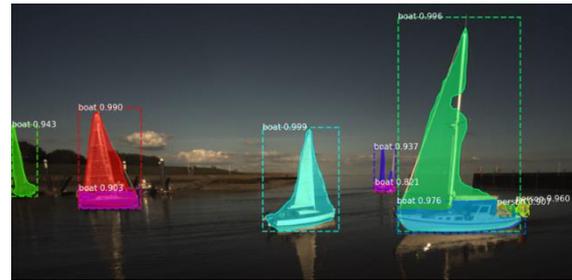


Abb. 7: Beispielhaftes Resultat der Objekterkennung mit Mask R-CNN auf RGB-Bildern der Sensorbox am Standort 3, basierend auf ResNet-101 mit vortrainierten COCO-Gewichten.

Anschließend wird die Segmentierungsmaske genutzt, um ein detailliertes Verständnis der räumlichen Struktur eines Segelbootes zu erhalten. Die Ergebnisse zeigen deutlich, dass Mask R-CNN in der Lage ist, Segelboote zu erkennen und zu segmentieren (Abb. 7). Das Modell ist zudem robust gegenüber kurzen Verdeckungen eines Objektes. Bei der Anwendung von Laserdaten in Kombination der Segmentierungsmaske ist es besonders wichtig, die Position des Segelbootes zu berechnen. Um die dem Segelboot entsprechenden Datenpunkte aus der Punktwolke zu separieren, wird die Distanzinformationen der Laserdaten über die entsprechende Segmentierungsmaske gelegt. Anschließend kann die Position der Koordinaten des Segelbootes bestimmt und als ROS-Nachricht ausgegeben werden.

### Diskussion

Das Sensorbox-Netzwerk zeigt ein robustes Verhalten gegenüber Sensorausfällen. Es ist möglich, ausgefallene oder neue Sensoren mit geringem Aufwand in die aktive Aufzeichnung aufzunehmen. Die ROS-Knoten werden dabei im ROS-Berechnungsgraphen durch die Publisher-Subscriber-Architektur isoliert ausgeführt, sodass diese keinen Einfluss auf andere ROS-Knoten nehmen, wenn beispielsweise ein Sensor des ROS-Knotens ausgefallen ist.

Die neuen Sensorbox-Knoten sammeln Daten von verschiedenen Sensoren, die miteinander verbunden und in ein ROS-basiertes System integriert sind.

Die Funktionen dieser Sensorbox-Knoten umfassen in dieser entwickelten Version nun zusätzlich die:

- Intrinsische und extrinsische Kalibrierung aller Sensoren pro Sensorbox-Knoten,
- Georeferenzierung aller verwendeten Sensorbox-Knoten mittels GNSS und RTK-Korrekturen,

- Direkte Steuerung der wichtigsten Sensorparameter über ROS-Befehle ohne proprietäre Software,
- Erfassung vollständiger 3D-Informationen einzelner Objekte aus den im Testfeld gesammelten Sensordaten,
- Auswahl, Start oder Stopp von ROS-Themen, die während des Feldeinsatzes benötigt werden,
- Umfängliche Aufnahmekontrolle der Dateneingabe und -ausgabe.

In der Ausbaustufe verfügt der ROS-basierte Sensorbox-Knoten noch nicht über eine grafische Benutzeroberfläche (GUI) zur Erstellung von Lagebildern. Die vollständige Steuerung des Sensorbox-Knotens erfolgt über das Linux-Terminal. Das ROS-eigene Paket *rqt* bietet Plugins, die auch eine GUI-basierte Steuerung des Sensorbox-Knotens ermöglichen. Das *rqt*-Paket enthält jedoch keine expliziten Plugins zur Erstellung von Lagebildern, da es primär für die Robotik-Anwendung entwickelt wurde. Es ist weiterhin denkbar, eine GUI für die ROS-basierten Sensorbox-Knoten zu entwickeln, die eine komfortable und vollständige Bedienung im Feldeinsatz ermöglicht.

### Zusammenfassung und Ausblick

In großflächigen und dynamischen Umgebungen ermöglichen verteilte Sensorbox-Knoten die Fusionierung eines umfassenden Lagebildes. Sensordaten heterogener, verteilter Sensoren und Sensorsysteme werden dabei in eine homogene Datenstruktur überführt. Dabei können aus realen dynamischen Szenarien der Testfeldumgebung umfassende Datensätze gewonnen und für wissenschaftliche sowie technische Anwendungen in multidisziplinären Bereichen in weiteren Anwendungen genutzt werden. Der ROS-basierte Sensorbox-Knoten im Netzwerk liefert hierfür vollständig georeferenzierte Informationen annotierter Daten. Die aktuelle Entwicklung beinhaltet daher auch Aspekte für plattformunabhängige Anwendungen.

In Beispielanwendungen zur segmentierten Objekterkennung auf Basis verschiedenster Sensordaten zeigen diese umfassenden Funktionalitäten, auch ohne vortrainierte Gewichtung. Im Ausblick sind allerdings weitere Entwicklungsschritte erforderlich, um die Benutzerfreundlichkeit zu steigern. Die Erweiterung des Systems um eine zentrale GUI steht hierbei im Mittelpunkt der zukünftigen Entwicklungsaktivitäten. Damit wird eine expertenunabhängige und gleichzeitig umfassende Kontrolle des Systems gewährleistet. Perspektivisch könnten auch die

aktuellen Daten und erfassten Objekte direkt im Feldeinsatz hierüber visualisiert werden.

In der aktuellen Implementierung wurden noch keine eigenen annotierten Daten verwendet. Die Integration derartiger Daten wird als nächster wichtiger Schritt zur Verbesserung der Modellgenauigkeit und zur Anpassung an spezifische Anforderungen angesehen. Dadurch würde nicht nur die Genauigkeit der Objekterkennung erhöht, sondern auch die Segmentierung weiter verbessert und an die spezifischen Bedingungen des Einsatzgebietes angepasst.

### Danksagung

Die Autoren danken der Hafenaufsicht Wilhelmshaven und Niedersachsen Ports für die Unterstützung bei den Feldversuchen, insbesondere Herrn Helmut Wessels der Schiffsmeldestelle. Der Hauptteil der Arbeit wurde im Rahmen des Projektes CoPDA durchgeführt. Das Projekt wurde vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) unter dem Förderkennzeichen 01IW19003 gefördert.

### Literaturnachweis

- [1] A. Dittmer et al., *Robotik in der Wirtschaftsinformatik. Edition HMD. Springer Vieweg, Wiesbaden* (2023); doi: 10.1007/978-3-658-39621-3\_16
- [2] N. Rüssmeier et al., *Journal of Sensors and Sensor Systems* 6, 37-52 (2017); doi: 10.5194/jsss-6-37-2017
- [3] D. Geesen et al., *Ambient Assisted Living. Advanced Technologies and Societal Change. Springer, Berlin, Heidelberg* (2012); doi:10.1007/978-3-642-27491-6\_16
- [4] M. Quigley et al., *ICRA workshop on open source software* Bd.3, 3.2 Kobe, Japan, S. 5 (2009).
- [5] Stanford Artificial Intelligence Laboratory et al. (2018). Verfügbar unter: <https://www.ros.org>
- [6] S. Macenski et al., *Science Robotics* 7, (2022); doi: 10.1126/scirobotics.abm6074
- [7] P. Eugster et al., *ACM Comput. Surv.* 35, 114-131 (2003); doi: 10.1145/857076.857078
- [8] A. Mahtani et al., *Packt Publishing, Birmingham, UK.* (2018); ISBN: 9781788623650.
- [9] M. Garzón et al., In: *Robot operating system (ROS)*, 449-483 (2017). doi: 10.1007/978-3-319-54927-9\_14
- [10] K. He et al., *Computer Science in arXiv, Cornell University* (2017); doi: 10.48550/arXiv.1703.06870
- [11] T.-Y. Lin et al., *CoRR* (2014); doi: 10.48550/arXiv.1405.0312

# Investigation of Application-Specific Assembly Technologies and Metrological Influencing Factors of MEMS-based NIR Spectral Sensors

*Janek Otto, Karl-Ludwig Krieger*  
 University of Bremen – ITEM, Otto-Hahn-Allee 1, 28359 Bremen, Germany  
 janek.otto@uni-bremen.de

## Abstract

The article compares different construction and housing technologies of a compact, MEMS-based near-infrared (NIR) spectral sensor and highlights their advantages and disadvantages. The arrangement and alignment of the radiation source and the detector in particular have a significant influence on the quality of the spectral measurement. The optical beam path can be positively influenced by the design of these sensor components, thus improving the spectral measurements. In addition, external mechanical and thermal influencing factors on MEMS spectral detectors are examined and possibilities for algorithmic calibration and compensation are presented. Mechanical vibrations and shocks influence the interferometer in the MEMS-FPI detector, which results in a disturbance of the measurement. Thermal loads, such as temperature fluctuations, also lead to a change in the measurement behavior. This results in a measurement deviation of the detected intensity and wavelength. The concepts and results presented serve as a basis for taking the development of new types of MEMS-based spectral sensors to a new level and promoting their applicability in various areas.

**Keywords:** Optical measurement methods, near-infrared spectroscopy, MEMS sensor technology, sensor design

## Introduction

Near-infrared spectroscopy (NIRS) is a physical analysis method that has numerous advantages over other methods, such as non-invasive, contactless measurement and the possibility of direct evaluation. Due to these positive characteristics, an increased use of NIRS in the industrial environment can be observed, especially in recent years. Companies are showing increasing interest in using NIR sensors in various areas such as agriculture, food and animal feed production and the recycling industry [1, 2]. There are also efforts to establish NIRS in areas of process engineering for monitoring different process parameters (such as cooling lubricants [3]) by means of inline or online measurement. However, due to the special requirements in an industrial context, conventional NIR spectrometers, which were originally developed for laboratory use, are unsuitable for these application environments. This requires the use of new types of measuring systems that can cope with the diverse requirements of industrial and process environments.

## The challenge

The realization of promising measurement systems is made possible by the use of MEMS-based (microelectromechanical system) spectral detectors. These detectors have a miniaturized design and thus enable the conception of a compact measuring system [4]. These measuring systems can thus be adapted, configured and optimized according to the application-specific requirements in the industrial sector. However, these detectors and measuring systems have typical and characteristic features and restrictions that must be taken into account when designing and evaluating the measuring system and the measurement results. In particular, the accurate and reliable measurement of the NIR spectrum poses a challenge in harsh industrial environments. In this context, the article will present various application-specific design and housing technologies as well as the challenges posed by coupled mechanical interference and thermal influences.

### MEMS-FPI spectral detectors

The focus of the investigations is on the use of MEMS-FPI (Fabry-Pérot interferometer) NIR detectors. MEMS-FPI spectral detectors, as shown in Fig. 1, essentially consist of three components: optical bandpass filter, FPI element and photosensor. The FPI element, which consists of two semi-transparent mirrors (reflectors), transmits a specific wavelength by varying the distance between the two mirrors, which then hits the photosensor. The FPI element thus acts as an optical resonator, which enables selective measurement of discrete intensity values of the spectrum. By continuously varying the distance, a quasi-continuous spectrum can be measured.

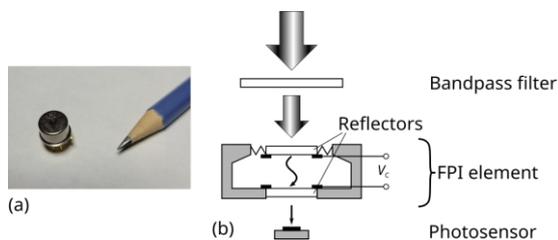


Fig. 1: Image (a) and functional principle (b) of a MEMS-FPI detector

However, due to their design and properties, MEMS-FPI spectral detectors are sensitive to various external factors. Mechanical and thermal influences in particular can cause an unintentional and sometimes unpredictable shift (modulation) of the mirrors, which has an impact on the spectral measurement.

### Housing technologies

The conception, development and design of a MEMS-based NIR spectral sensor for use in an industrial environment involves diverse requirements. For example, the sensor should be as adaptive and modular as possible in order to meet the application-specific requirements and enable integration into different process environments. The sensor presented in [5] forms the basis for the design and housing concept. The presented sensor includes three MEMS-FPI NIR spectral detectors, which makes it possible to measure a spectrum in the wavelength range from 1350 nm to 2150 nm. Since a single detector only has a limited spectral sensitivity of a window of approx. 300 nm, a large part of the NIR spectrum can be captured by integrating several detectors into one sensor head.

As can be seen in Figure 2, the detectors are arranged in a circle and alternate with radiation sources. Miniaturized tungsten lamps are used as radiation sources, which generate a broadband emission spectrum.

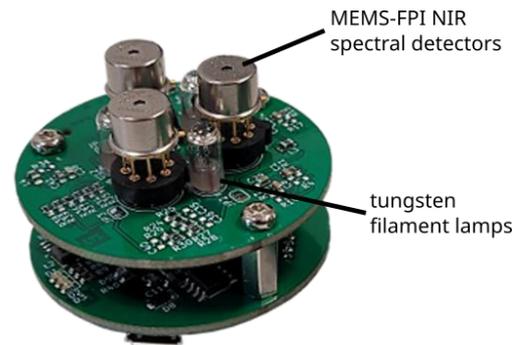


Fig. 2: Miniaturized NIR spectral sensor with MEMS-FPI detectors

Various construction technologies were developed on the basis of the sensor in order to be able to use the prototype in an industrial environment. The arrangement of the detectors and radiation sources plays a particularly important role here. The arrangement and orientation of these two sensor components allows the beam path of the NIR radiation to be significantly influenced and controlled, which increases the quality of the spectral measurement and allows more radiation energy to be used. Figure 3 shows the concept of an NIR spectral sensor for reflectance measurement.

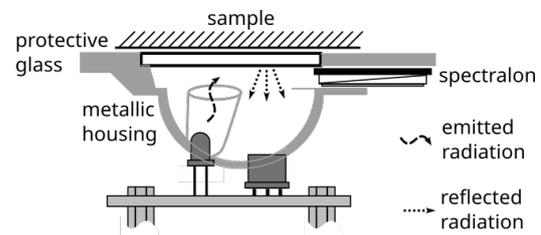


Fig. 3: Sensor concept of an MEMS-based reflection measurement

The signal-to-noise ratio (SNR) of the measurement can be improved by using a metallic housing in the area of the sensor head. The radiation sources can be regarded as spherical radiators whose radiation is emitted equally in all directions. A stainless steel housing, which has a high degree of reflection, allows the radiation to be directed and concentrated on a measuring spot. The use of a metallic housing also offers the advantage of thermal heat dissipation. The NIR detectors are only approved for an operating temperature of up to approx. 75 °C and also exhibit strongly temperature-dependent measurement behavior. By using a metal housing, the heat loss of the radiation sources can therefore be effectively dissipated.

Optical crown glass is used as a protective glass between the sample material and the sensor system. This is characterized by a high transmission coefficient in the NIR range. This glass can also be produced with a (broadband) anti-reflection coating (BBAR), which prevents interfering reflections on the surface between the phases and thus improves transmission. Sapphire glass is also suitable for harsh operating environments, as it is considerably less susceptible to scratches and other damage due to a approximately 3 to 4 times larger Knoop hardness. To integrate the sensor into a process chain for spectral measurement of a fluid, it is preferable to align the protective glass and the sensor head at an angle to the direction of flow. This improves the coupling of the radiation into the fluid. In addition, alignment at an angle to the direction of flow has the advantage that a continuous flow occurs at the protective glass, which counteracts contamination.

An important element in the design of an NIR sensor that works reflectively, as shown in Figure 3, is the integration of a reflection standard. Since the optical properties (emission, transmission, reflection) of the radiation sources as well as the detectors and other optical components located in the beam path depend on various influencing factors, such as temperature and humidity, reference measurements must be carried out. These measurements must be carried out regularly and as required and serve as a kind of calibration of the measuring system. A Spectralon made of sintered polytetrafluoroethylene (PTFE) is generally used as the reflection standard for NIR spectrometers. This has an extremely high and uniform reflectance (> 95 %) in the NIR range. Using a linear actuator, this can be moved in front of the protective glass as required in order to carry out the reference measurement. The sensor shown above works by means of reflection, i.e. the sample to be measured is illuminated and the (diffuse) reflected radiation is measured by the detector. The implementation of an NIR sensor, which works according to the principle of transmission, is also possible. In this measurement method, the radiation sources are located opposite the detectors. The radiation passes through the sample material and is transmitted to the detector. The prerequisite for this method is that the sample material must be optically permeable to a certain degree. This measurement method is therefore unsuitable for media that are impermeable to NIR radiation. Figure 4 shows the arrangement of the relevant optical sensor components. The

optical path length is the distance traveled by the radiation through the sample material. A standard length of 10 mm is suitable here. Shorter lengths are also conceivable with corresponding opaque samples. Another advantage here is the spatial separation of the radiation source from the detector. This means that the detector does not heat up due to the hot radiation source. In this case, the reference measurements are carried out when the channel between the radiation source and detector is empty or filled with a defined medium.

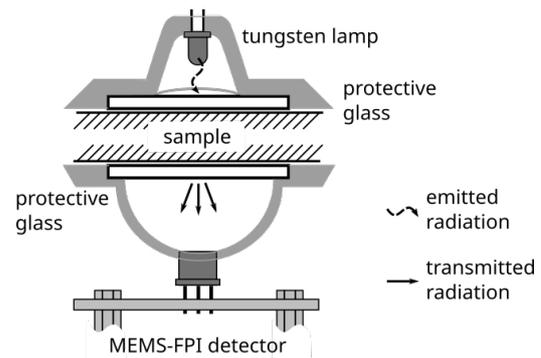


Fig. 4: Sensor concept of an MEMS-based transmission measurement

It is also possible to apply the sensor using an optical fiber probe. This approach has the great advantage of spatial separation between the sample material and the sensor. Particularly in an industrial environment and integration in inline or online process chains, mechanical coupling of interfering vibrations can occur, which has a negative effect on the measurement behavior of the sensor or detector. By using a fiber probe, however, it is possible to decouple the mechanical vibrations. A collimating lens can also be integrated into the fiber probe, which enlarges the measuring spot and thus increases the quality of the measurement. In this way, it can also be used in very hot places, such as those found in plastics processing (injection molding).

#### Influencing measurement factors

MEMS-FPI NIR spectral detectors consist of two mirrors facing each other. By applying an electrical voltage, the distance between the mirrors can be varied, which controls the transmitted wavelength resulting from the constructive interference. Due to this physical-mechanical operating principle, the detector is sensitive to thermal and mechanical interference factors. Moisture, on the other hand, has no direct influence as the detector is encapsulated in an airtight housing.

The influence of mechanical vibrations and shocks was investigated using a shaker. The NIR sensor was placed in the middle of the shaker for this purpose (Figure 5). In order to be able to investigate only the influence of mechanical vibrations on the detectors, the radiation sources that would contribute to heating were switched off. Instead, an NIR LED was placed directly in front of the detector, which emits a constant, narrow-band spectrum.

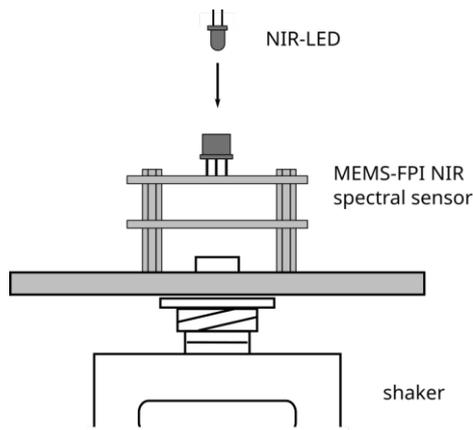


Fig. 5: Experimental setup for the investigation of mechanical influences on MEMS-FPI detectors

The shaker enables mechanical shocks and vibrations that can be varied in terms of strength and frequency. It was shown that even small mechanical vibrations have a considerable influence on the measured values. This behavior was to be expected, as the NIR detector contains miniaturized micromechanical components that are moved out of position when mechanical influences are coupled in, which affects the spectral measurement. The vibrations indicate that the FPI element cannot keep the mirror position of the optical oscillator constant, which makes the measurement unusable. If a critical impulse force is exceeded, the detector is destroyed.

The measurements to investigate the temperature behavior of the NIR detectors were carried out in a climatic chamber. An NIR LED was placed directly in front of the detector, as the emitted radiation characteristics of the radiation sources also depend on the temperature and this influencing parameter should be eliminated. The climatic chamber was then used to set different temperatures and observe the effects on the measured spectra in parallel.

The results of the spectral measurements at different temperatures are shown in Figure 6. It can be seen that the temperature change leads to a distortion of the spectral

measurement in the horizontal (wavelength) and vertical direction (intensity). An intensity change of approx. +5 % and a wavelength shift of the peak of approx. 8 % (-24 nm) could be observed at a temperature change of 30 Kelvin. However, the distortion is not linear over the spectral range, as can be seen in Figure 6.

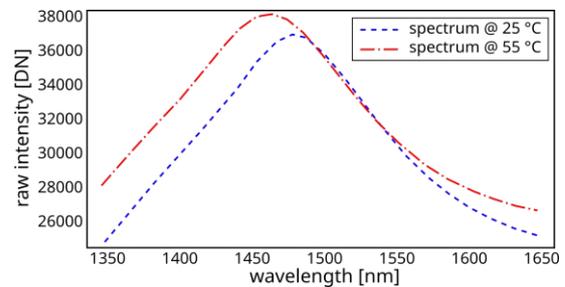


Fig. 6: Influence of temperature on the spectral measurement of MEMS-FPI detectors

The MEMS-FPI NIR detectors have integrated temperature-dependent resistors (Negative Temperature Coefficient - NTC). The thermistors can be used to determine the temperatures directly and separately for each detector. This temperature information can be taken into account when controlling the FPI elements. Feedback allows the temperature drift of the detectors to be compensated and the measurements to be stabilized. Individual component constants were determined for this purpose, which are incorporated into the determination of the control voltage of the FPI element and compensate for the drift due to the temperature change accordingly.

After this compensation was performed, measurements were carried out again with the spectral sensor at different temperatures. This showed that the compensation was successful and the sensor recorded a constant spectrum regardless of the temperature. The change in intensity and wavelength shift at a temperature difference of 30 Kelvin amounted to less than 1 %. As long as the detectors are operated within the specified temperature range, measurement is therefore possible without measurement deviations.

## Conclusion

The use of MEMS-FPI NIR spectral detectors in industry and process analysis opens up many new areas of application. Thanks to their compact design and comparatively inexpensive technology, future use in various technical application scenarios is conceivable. MEMS NIR detectors enable the implementation of different measuring

principles that have advantages and disadvantages. For example, reflection measurement can be used to measure solids and non-transparent liquids. Transmission is suitable for transparent liquids, films and gases. By coupling an optical fiber probe, the measuring location can be spatially separated from the sensor. This eliminates thermal and mechanical interference that would be transferred from the measurement location to the sensor.

The main external factors that negatively influence the measurement result of the MEMS-FPI spectral detector are mechanical and thermal interferences. Mechanical disturbances in the form of shocks or vibrations cause a measurement error that cannot be compensated for algorithmically; in this case, the measurement must be discarded. Under these circumstances, mechanical decoupling, e.g. using a fiber probe, is necessary. If the vibrations are too strong, the detector will be mechanically destroyed. Thermal influences cause a drift in the intensity and wavelength of the detector's measurement results. However, this drift can be taken into account and fully compensated for by feedback of the temperature and its consideration when determining the control voltage of the FPI element. This means that the temperature has no negative influence on the measurement result.

### Acknowledgment

The research project KK5039206DF3 of AiF Projekte GmbH, Berlin is funded by the Federal Ministry of Economics and Climate Protection within the framework of the Central Innovation Program for SMEs (ZIM) on the basis of a resolution of the German Bundestag. Many thanks to the sponsor for the financial support.

### Literature

- [1] Yakubu, H. G.; Kovacs, Z.; Toth T.; et al.: The recent advances of near-infrared spectroscopy in dairy production – a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 2020, 62:3, 810-831, DOI: 10.1080/10408398.2020.1829540
- [2] Mancini, M.; Mircoli, A.; Potena, D.; et al.: Prediction of pellet quality through machine learning techniques and near-infrared spectroscopy. *ScienceDirect, Computers & Industrial Engineering*, 2020, 147, DOI: 10.1016/j.cie.2020.106566
- [3] Chung, H; Ku, M.-S.: Near-Infrared Spectroscopy for On-Line Monitoring of Lube Base Oil Processes. *Appl. Spectrosc.* 57, 2003, 545-550
- [4] B. Bec, K.; Graftka, J.; W. Huck, C.: Principles and Applications of Miniaturized Near-Infrared

- (NIR) Spectrometers. *Chem. Eur. J.* 2021, 27, 1514, DOI: 10.1002/chem.202002838
- [5] Otto, J.; Krieger, K.-L.; Andreesen, H.: Development of a compact NIR sensor using MEMS-FPI NIR spectral detectors. VDE Verlag, ITG-Fachbericht 303, 2021, Sensoren und Messsysteme - Beiträge der 21. ITG/GMA-Fachtagung: 192-199

# DisDAQ - A Modular and Distributed Measurement and Processing System for Industrial Process Optimization

*Leander B. Hörmann, Christian Helmel, Veronika Putz, Christian Kastl  
Linz Center of Mechatronics GmbH, Altenberger Str. 69, 4040 Linz, Austria  
Email: leander.hoermann@lcm.at*

## Abstract

In the dynamic realm of industrial manufacturing, enhancing efficiency is important for optimizing resource use, minimizing operating costs, and boosting productivity. Addressing global competition, custom production demands, and sustainability goals necessitates improvements in machinery and facility efficiency and flexibility. These improvements require comprehensive information on machine states, environments, and processes, often achieved through enhanced data utilization and additional sensors. When enhancing existing sensor capabilities, in a first step, important key parameters like the required physical quantity, sensor sensitivity, sampling rate and clamping position need to be clarified. Since these parameters are often not known in advance, they need to be targeted in feasibility studies and initial measurement campaigns. This paper introduces a distributed data acquisition system, DisDAQ (Distributed Data Acquisition and Algorithms Quiver), designed for such feasibility studies and initial measurement campaigns as well as industrial process monitoring, analysis, and optimization. DisDAQ integrates data collection from a scalable array of spatially distributed sensors, supports various sensor types, and minimizes measurement campaign preparation. Leveraging the Robot Operating System (ROS) 2, DisDAQ employs containerized ROS2 nodes packaged with the package manager Helm for flexible, synchronized data acquisition and processing, facilitating edge computing to preprocess data. Three different real-world application scenarios are presented which show the flexibility and general applicability of DisDAQ for different application areas.

**Keywords:** Distributed data acquisition, measurement system, modular architecture, ROS, Kuber-netes, industrial measurement campaigns, retrofitting

## I. Introduction

In the ever-evolving landscape of industrial manufacturing, the need for improved efficiency remains a constant challenge, driven by the imperative to optimise resource utilisation, reduce operating costs, and increase overall productivity. As industries face the challenges of global competition, lot size one production and sustainability goals, the need to improve the efficiency and flexibility of machinery, facilities, and processes is becoming increasingly important. Such an improvement needs additional information and knowledge about the state of the considered machines, their environment, and of the processes to which they belong. The additional information is typically acquired by leveraging existing machine data more effectively and – in most cases – by retrofitting additional sensors [1]. Industrial IoT sensors [2]-[4] are well suited for such retrofitting tasks. However, before adding additional sensors to an existing plant, in a first step, important key parameters like the required physical quantity to be measured, sensor sensitivity and dynamics, sampling rate and clamping position need to be

clarified. Since these parameters are often not known in advance, they need to be targeted in feasibility studies and initial measurement campaigns. To be as flexible as possible in terms of supporting different industries, machines, facilities, and processes, a modular and flexible data acquisition system which supports the management and the execution of such measurement campaigns with low integration effort and without major interferences of the production workflow is needed.

This paper presents a distributed data acquisition system engineered to redefine how industrial processes are monitored, analysed, and optimized. By seamlessly integrating raw data aggregation across a scalable set of spatially distributed sensors, this innovative system aims to reduce preparation effort for measurement campaigns, to provide a synchronized and reliable data acquisition, and to support various types of sensors (including analog and digital industry grade sensors as well as lab quality systems, cameras, ...). Additionally, it allows capturing background information available from machine data. Especially when assessing the feasibility of machine learning methods, e.g., for

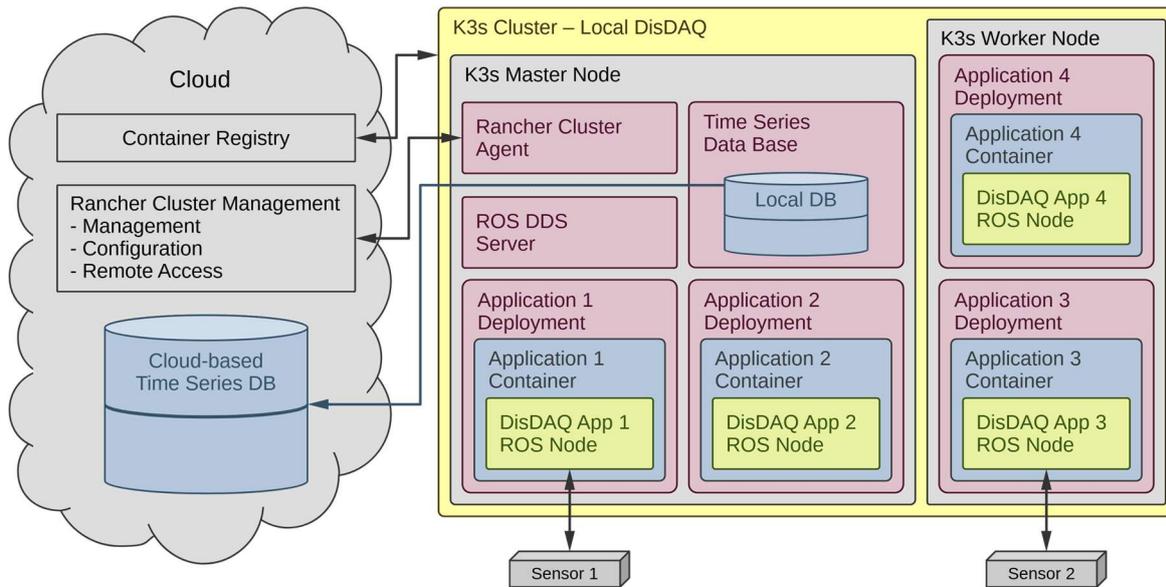


Figure 1: DisDAQ system architecture overview showing the K3s Kubernetes cluster (yellow) with one master node and one worker node. Each node has one or more deployments which are containerized. Inside these containers, the DisDAQ apps are executed which are responsible for interfacing the real sensors or data processing in real-time.

condition monitoring and predictive maintenance, the associated data-driven approaches require a highly increased amount of data which needs to be aggregated and analysed. To reduce the amount of data which needs to be transmitted, e.g., to a remote analysis system, preprocessing directly at the data acquisition system can be utilized. This, also known as edge computing, is also supported by the presented system. For the system at hand, the combination of a distributed data acquisition and the support of algorithm execution has led to its name DisDAQ (Distributed Data Acquisition and Algorithms Quiver).

It is based on the Robot Operating System (ROS) in version 2 as underlying communication and data exchange framework. Each ROS2 node of the DisDAQ system is responsible for a single data acquisition or data processing task and publishes the resulting data as ROS2 messages. The ROS2 nodes are containerized and can be individually parameterized and deployed in a local K3s Kubernetes cluster. Similar architectures have been presented but are not suitable to be run on resource constraint embedded pcs [5] or do not use a Kubernetes cluster for communication between parts of the system [6]. The presented approach enables a very flexible composition of the DisDAQ system for a certain measurement task. Since every ROS2 node of the DisDAQ system is part of the same ROS2 network, the nodes also share the same time base, which is necessary to enable a distributed data acquisition, combining data sources operating at different sample rates. Thus,

measurement tasks can be started and stopped individually, and the recorded time-stamped data can easily be synchronized and resampled after recording. This allows for an easy combination of data from sensors employing their own internal clock (e.g., low-cost cameras) as well as sensors that can externally be triggered. Beginning with data acquisition nodes which acquire data from physical sensors, a data acquisition and processing chain can be set up using further processing nodes. Finally, the resulting data will be used for analysis and visualization and is typically stored in a data base or transmitted to an upper-layer system.

The rest of the paper is organized as follows: Section II describes the system architecture of a typical DisDAQ system and its logical structure. Section III explains the typical steps to set up a measurement campaign and manage the system. Section IV presents three application scenarios which show the general applicability of DisDAQ for different application areas. Finally, Section V concludes the paper and outlines directions for future work.

## II. System Architecture

The DisDAQ system architecture is shown in Figure 1 which is based on a K3s Kubernetes cluster set up on an Ubuntu server installation. The K3s Kubernetes cluster is a certified Kubernetes distribution built for IoT and edge device applications. The Kubernetes cluster consists of at least the K3s master node and optional K3s worker nodes depending on the application. Each of them represents a physical device such

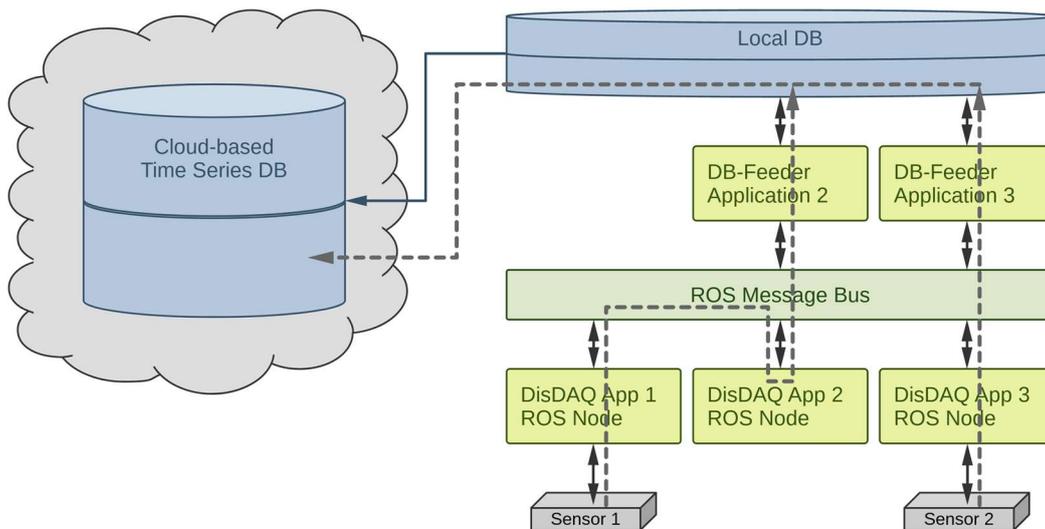


Figure 2: Logic structure of a DisDAQ instance showing the DisDAQ applications which are connected logically via the ROS message bus.

as an industrial PC or a single board computer (e.g. Raspberry Pi). These devices can be used also in distributed applications but are part of the local K3s cluster and communicate via its software defined network.

DisDAQ is deployed with the package manager Helm. It is used to package all necessary Kubernetes resources needed for the installation into a single, version-controlled package, the so-called Helm chart. The Helm chart defines the necessary cluster resources for the DisDAQ package to function as intended. All applications that are deployed for DisDAQ are containerized and packaged using Helm. A DisDAQ app package may contain drivers to interface sensors or algorithms for real time data manipulation or processing on the data served by sensor interfacing apps. The DisDAQ and DisDAQ app packages define all cluster resources that are needed for each app to function, such as local storage, network configuration, container arguments, cluster services and fine granular security context to add or remove capabilities for the application containers. Each DisDAQ app uses the robot operating system in version 2 (ROS2) to publish the resulting data. Thus, ROS2 is the underlying communication framework to connect the DisDAQ app and create a flexible data aggregation and data processing system. This logic structure is shown in Figure 2. It shows a DisDAQ instance using two physical sensors to gather data of physical quantities (e.g. temperature, vibration, images, ...). Not every DisDAQ app is necessarily interfacing a physical sensor. As already mentioned, the DisDAQ app may also consume already gathered data and process them (down-sampling, statistical filtering, pattern recognition including image recognition...). This is also illustrated in

Figure 2: Raw data from Sensor 1 are gathered using the DisDAQ App 1 and published via the ROS message bus. The data is used by the DisDAQ App 2 which is subscribed to the data from DisDAQ app 1. It processes the data and publishes the result via the ROS message bus. Finally, the data is subscribed by the DB-feeder DisDAQ app 2 which writes it into the local data base.

In Figure 2, the second aggregation example shows a more direct way: Raw data from Sensor 2 are gathered using the DisDAQ app 3 and published via the ROS message bus without preprocessing. The data is subscribed by the DB-feeder DisDAQ app 3 which writes it into the local data base.

Each DisDAQ instance (K3s DisDAQ device cluster) has typically a local time series data base (e.g., TimescaleDB or InfluxDB). Using a local data base has the advantage that its availability does not depend on network connectivity and bandwidth. Thus, it is well-suited to serve as primary storage solution. If necessary, the local data base can be configured to synchronize the local data with an online cloud-based time series data base. During periods with a stable internet connection, data is synchronized with the remote data base, where it can be accessed remotely as well. As alternative to using a local data base storage option, raw data can directly be saved as binary data files, which is especially helpful for aggregating raw data from large bandwidth sources (e.g., camera, lidar, imaging radar).

Besides the local data base, other optional plugins are available, only the most important ones are listed here:

- A live visualization tool allows for a brief status overview of the system. It can be used

for verifying, if the system works as planned and supports debugging the system.

- The interactive development environment Jupyter Lab can be used for live data manipulation, which is useful during development of new functionalities or during the integration of new sensors in an operating system.

The DisDAQ instance (K3s DisDAQ device cluster) is typically managed via a cloud-based cluster management software (e.g. the open-source tool Rancher). Therefore, a cluster agent is deployed in the local K3s cluster. This cluster agent provides access for the cluster management software to the local Kubernetes API and therefore enables the cluster management software to view and edit the local cluster information and resources.

The novelty of this paper is the configuration for distributed in-cluster ROS2 nodes without the use of host networking, 3rd party software for networking, or the definition of extra VLANs.

ROS2 uses Data Distribution Service (DDS) and therefore uses a distributed discovery mechanism of ROS2 nodes by default. Without the use of VLANs and 3rd party SDNs (software defined networks), a centralized dynamic discovery mechanism is used. Therefore, a FastDDS Discovery Server is deployed in the cluster. The FastDDS implementation offers currently the lowest latency and second-best bandwidth performance compared to other DDS implementations according to [7]. Every ROS2 node container is configured to use the DDS Server via the Kubernetes deployment. This not only enables the possibility of distributed multi-node ROS2 communication within the K3s cluster but also reduces the network load for the discovery process by a factor of 15. To allow communication between all deployed ROS2 nodes and the dynamic utilization of ports, a K8s network policy is defined that allows all traffic within a 'ros' subdomain. All containerized ROS2 nodes reside in this subdomain. In addition, a headless service selects all ROS2 containers. To configure communication with the DDS server and to enable the use of the DDS server for all ROS2 nodes, a Fast DDS configuration defining a 'super\_client\_profile' is provided via a ConfigMap, and all containerized ROS2 nodes are configured to use it.

### III. Measurement Campaign Management

Each measurement campaign using a DisDAQ system starts with setting up the hardware. Depending on the application, a suitable edge device (e.g., industrial pc) is selected as master node edge device. If necessary, further embedded computers are set up for distributed data acquisition and processing. The sensor



*Figure 3: Hardware setup of a DisDAQ system inside a watertight housing for outdoor usage.*

hardware is connected, and every component is mounted into a housing.

Depending on the application, watertight housing may be necessary. An example hardware setup for outdoor usage is shown in Figure 3. The hardware setup includes an embedded PC (black box on the right), three DAQs (light blue boxes in the middle), and the necessary cabling. Additional hardware for network connectivity and uninterruptible power supply, which allows controlled shutdown and notification in case of power interruption, are located at the lower level of the box (not visible in Figure 3).

For remote management of the DisDAQ installation, a new DisDAQ instance is set up in the cloud-based cluster management system. On the master node edge device, the host operating system and the DisDAQ packages are installed. To connect the local installation with the cluster management software a token obtained from it must be provided during the installation of the DisDAQ package.

Within the DisDAQ instance on the cluster management software, all necessary apps are installed and configured (e.g., the correct physical ports to which the sensors are connected, need to be defined). Furthermore, the intended data storage solution (local data base or raw binary writers or both) is configured. After installation and configuration, the DisDAQ apps can be started, and the system is ready for operation.

### IV. Application Scenarios

Possible application scenarios are manifold since the DisDAQ system is highly modular and adaptable. The main focus of this paper is to show its applicability and advantages for industrial process optimization. For completeness, other reference applications will also be briefly described.

### A. Condition Monitoring and Predictive Maintenance

The first application scenario describes the usage of the DisDAQ system for long-term condition monitoring and predictive maintenance. Existing machines are often not sufficiently equipped with sensors to aggregate enough data for development and evaluation of predictive algorithms. Retrofitting is applied to integrate additional sensors into the machines to provide such data. However, the location of the sensors may have a crucial impact on the data quality. Since the optimal location, type, and other important parameters (e.g. sampling rate, resolution, etc.) are often not known in advance, they need to be targeted in feasibility studies and initial measurement campaigns. The DisDAQ system is very well suited for such tasks due to its flexibility and configurability. In the presented application scenario, the overall goal is to determine the wear of a cutting tool from measurement data of the cutting process as described in [9]. In this paper, the authors use different sensors to detect first the operational state of the cutting tool (cutting or not cutting) and to estimate then the wear of the tool. The DisDAQ system is now used gather data from all sensors. Most of them are directly connected to the DisDAQ system (motor current sensor, accelerometers, infrared thermometers) and sampled with a rate of up to 2 kHz. A rotating sensor is integrated via an external interface. Thus, all relevant data is stored together in the DisDAQ system. Using DisDAQ and its feasibility of remotely accessing the acquired data directly since the installation, the overall process (sensor selection, parameterization, algorithm development) is simplified.

### B. Process Optimization Scenario

The second application scenario involves the monitoring of a large-scale indoor production line, producing walls of prefabricated houses. Throughout the manufacturing process, wall elements undergo various production steps, in which predominantly manual tasks are performed by one or multiple workers. The complexity of products varies widely, as the prefabricated houses are highly customizable. Consequently, each wall element can be considered as an individual product with customized manufacturing effort. To optimize the overall production efficiency and minimize backlogs at the production line, the allocation of staff and the production sequence of wall elements need to be optimized. To train a digital twin of the plant using actual production data, synchronized data of production times must be recorded. Retrofitting of a distributed recording system using off-the-shelf components is challenging, as wiring of



Figure 4: Sensor setup for roof-top installation of the mobile environmental sensor rack (MESR) using a mobile DisDAQ instance.

components throughout the entire plant is not feasible due to the constant traffic of forklifts, indoor cranes, and customized systems used for transporting and rotating wall elements during production. As solution, several wireless nodes of the DisDAQ system are distributed across the most critical production steps. These nodes record the passage of wall elements by measuring the RSSI (Received Signal Strength Indication) values between RFID readers connected to the DisDAQ nodes and disposable RFID tags mounted onto the wall elements. Customized algorithms process the RSSI data for each station, generating events such as "Wall #a finishes production step #b at time #c". The obtained events are timestamped with a time-base synchronized across all DisDAQ nodes. Since all nodes are wireless, the system can easily be modified or expanded during operation. The recorded data at current is used to simulate and optimize the production planning [10].

### C. Mobile Measurement Scenario

The third application scenario uses the DisDAQ system during testing of autonomous driving (AD) functions. AD-functions need to work under harsh weather conditions, e.g., heavy rain or fog. Thus, the AD-functions also have to be tested during these harsh environmental conditions. The actual conditions must be documented during the test drives. In the course of the Test.EPS project [11], the Mobile Environmental Sensor Rack (MESR) has been developed, which can be mounted on top of a vehicle. It operates in parallel to the sensors used for AD and measures the actual weather conditions including temperature, relative humidity, wind speed and wind direction, precipitation intensity and type, road surface condition, and the GNSS-based position. The MESR setup uses an installation of the DisDAQ system. This application scenario highlights the flexibility and configurability of a DisDAQ system which also supports mobile and independent usage.

#### D. Application Scenario Summary

All three application scenarios are different in the type of sensors the use, different on the requirements on data acquisition, and different in the overall goal which is targeted by each application scenario. Thus, it has been shown that the DisDAQ system is suitable not only for industry process optimization but also for other application areas like mobile data acquisition.

#### V. Conclusion

This paper has introduced DisDAQ, a distributed data acquisition system designed to enhance the efficiency and flexibility of industrial manufacturing processes. The DisDAQ system, built on the ROS2 framework and employing containerized nodes, provides a scalable and modular solution for seamless data collection and preprocessing. By supporting a variety of sensor types and incorporating edge computing capabilities, DisDAQ addresses the critical need for synchronized and reliable data acquisition. The three application scenarios presented further validate DisDAQ's capability to support diverse use cases, ranging from condition monitoring and predictive maintenance, over production process optimization, to mobile application scenarios.

Future work will focus on two aspects, first, the improvement and extension of the DisDAQ system itself by supporting additional sensors and integrating advanced algorithms, and second, on the performance evaluation of the system itself regarding scalability, throughput, and robustness. By continuing to refine and expand DisDAQ, we aim to contribute to the ongoing efforts to optimize industrial processes, ultimately driving greater efficiency, cost savings, and sustainability in manufacturing.

#### Acknowledgements

This work has been supported in part by the Austrian Federal Ministry of climate action, environment, mobility, innovation and Technology (BMK) through the program "Mobilität der Zukunft (MdZ) – 16. Ausschreibung Automatisierte Mobilität (EUREKA 2020). The Research is also funded by the Hungarian Federal Ministry of Transport, Innovation and Technology, Hungarian Funding Agency. This work has been supported in part by the COMET-K2 Center of the Linz Center of Mechatronics (LCM) funded by the Austrian federal government and the federal state of Upper Austria.

#### References

[1] T. Lins, R. Augusto Rabelo Oliveira, L. H. A. Correia and J. Sa Silva, "Industry 4.0 Retrofitting," *2018 VIII Brazilian Symposium on Computing*

- Systems Engineering*, Salvador, Brazil, 2018, pp. 8-15, doi: 10.1109/SBESC.2018.00011.
- [2] E. Sisinni, A. Saifullah, S. Han, U. Jennehag, and M. Gidlund, "Industrial internet of things: Challenges, opportunities, and directions," *IEEE Transactions on Industrial Informatics*, vol. 14, no. 11, pp. 4724–4734, 2018.
- [3] J. Lin, W. Yu, N. Zhang, X. Yang, H. Zhang, and W. Zhao, "A Survey on Internet of Things: Architecture, Enabling Technologies, Security and Privacy, and Applications," *IEEE Internet of Things Journal*, vol. 4, no. 5, pp. 1125–1142, 2017.
- [4] A. Berger, T. Hölzl, L. B. Hörmann, H. -P. Bernhard, A. Springer and P. Priller, "An environmentally powered wireless sensor node for high precision temperature measurements," *2017 IEEE Sensors Applications Symposium (SAS)*, Glassboro, NJ, USA, 2017, pp. 1-6, doi: 10.1109/SAS.2017.7894039.
- [5] Y. Zhang, C. Wurrll and B. Hein, "KubeROS: A Unified Platform for Automated and Scalable Deployment of ROS2-based Multi-Robot Applications," *2023 IEEE International Conference on Robotics and Automation (ICRA)*, London, United Kingdom, 2023, pp. 9097-9103, doi: 10.1109/ICRA48891.2023.10160632.
- [6] J. Ichnowski et al., "FogROS2: An Adaptive Platform for Cloud and Fog Robotics Using ROS 2," *2023 IEEE International Conference on Robotics and Automation (ICRA)*, London, United Kingdom, 2023, pp. 5493-5500, doi: 10.1109/ICRA48891.2023.10161307.
- [7] V. Bode, D. Buettner, T. Preclik, C. Trinitis, and M. Schulz, "Systematic Analysis of DDS Implementations," *In Proceedings of the 24th International Middleware Conference (Middleware '23)*, New York, NY, USA, 234–246, doi: 10.1145/3590140.3629118.
- [8] Open Robotics, "Using Fast DDS Discovery Server as discovery protocol [community-contributed]," <https://docs.ros.org/en/humble/Tutorials/Advanced/Discovery-Server/Discovery-Server.html#fast-dds-discovery-server-v2>, retrieved May 2024.
- [9] K. Pichler, M. Huemer, G. Kaineder, R. Schlosser, B. Dorfner, and C. Kastl, "Wear detection for a cutting tool based on feature extraction and multivariate regression", *2024 IEEE 25th International Conference on Information Reuse and Integration for Data Science (IRI)*, accepted, to be published.
- [10] M. A. Gartner, W. Grenzfurter, B. Zauner, M. Gronalt, "Job and Product Rotation for Maximising the Production Output on Multi Mixed-Model Assembly Lines for Element Prefabrication in Industrialised Housebuilding". *Computers & Industrial Engineering*, Volume 190, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.cie.2024.110041>.
- [11] J. Reckenzaun et al., "Transnational Testing, Operation and Certification of Automated Driving Systems: Perspective from testEPS and Central System EUREKA Projects - Mid-Term Results," *2023 IEEE International Automated Vehicle Validation Conference (IAVVC)*, Austin, TX, USA, 2023, pp. 1-8, doi: 10.1109/IAVVC57316.2023.10328093.

# Thread cutting and data analysis using a vertical articulated robot

Markus Gapp<sup>1</sup>, Jennifer J. Blöchle<sup>1</sup>, Thomas M. Wendt<sup>1</sup>, Stefan J. Rupitsch<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Hochschule Offenburg, Badstraße 24, D-77652 Offenburg

<sup>2</sup>Universität Freiburg, Institut für Mikrosystemtechnik – IMTEK, Georges-Köhler-Allee 201  
D-79110 Freiburg

Tel. 0781 205-1130, markus.gapp@hs-offenburg.de

## Abstract

The objective of this work is to automate thread cutting of internal threads using an industrial robot. The system is designed to accommodate various sheet sizes based on the robot's working range. The robot controller records the data of axis 6 during the cutting process, which will be applied for process and quality analysis. This axis was utilised for the cutting process. An optical displacement sensor determines the accuracy of the moving axis. The robot's endlessly rotating axis 6 offers further advantages, including no additional drive for cutting, maximum flexibility, high automation, and a large working range of up to 800 · 800 mm depending on the robot. The maximum torque derived from the cutting process was 3.52 Nm. The radial movement of the chuck was measured at  $\Delta r = 0.27$  mm, which was 60 times higher than the planned data.

**Keywords:** Robotics, thread cutting, data analysis, process quality, robot accuracy.

## Introduction

Manufacturing processes in general are categorised into four main groups: primary shaping, forming, cutting, and special processes [1].

Similarly, thread production is categorised into primary shaping, forming, and cutting, and is part of the special processes. Table 1 illustrates the categories of the cutting processes.

Tab. 1: Cutting processes for thread production [1, adapted].

| Thread cutting processes                  |   |          |
|---|---|----------|
| With a geometrically defined cutting edge | With a geometrically non defined cutting edge | Erroding |

Recent research focuses on thread cold rolling with round dies [2], a highly efficient and quality-oriented forming process. Cold rolling is established in various industrial fields for outside threads, such as shafts.

Automation allows for various methods of thread cutting, including manual processes, semi-automated processes with thread cutting

arms, and fully automated processes using machines such as milling cutters, CNC, or punch laser machines.

This innovative solution bridges the gap between semi-automated and fully automated machines. Our robot is capable of automating the process without the need for an external drive. By utilizing the last axis of an articulated robot, we eliminate the need for a special electric motor for cutting.

The metal sheets in this case are prepared for M4, M6, and up to M12 threads. This work specifically highlights the cutting of M4 and M6 threads.

## System setup

This contribution discusses the use of the endless rotary axis 6 for cutting threads with a geometrically defined cutting edge [1], as opposed to using a special drive for drilling [3] or cutting.

Therefore, this approach offers a flexible design that is particularly helpful for smaller quantities. Furthermore, the data from the cutting axis will be analysed to draw conclusions about the process and quality. Figure 1 shows the system setup, including the sheet holder, sheet, flange-mounted thread cutter, and the KUKA KR16 industrial robot.

The size of the sheet metal is 289 · 248 mm and the length of the thread cutter is 60 mm, as shown in Figure 1.

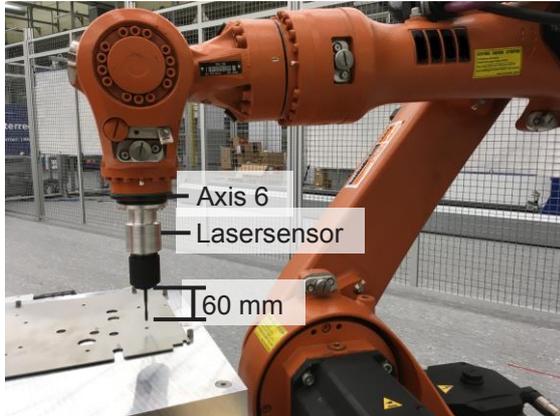


Fig. 1: System design and setup, thread cutter flanged directly onto the endless rotary axis 6.

### Data collection and methods

The operating range of robot axes is mechanically limited, which also defines the working range of the kinematics. Only axis 6 does not have a mechanical end stop and can be configured as an endlessly rotating axis.

The robot controller offers various information through the oscilloscope function, such as path planning data or drive measurement data. It is also possible to store system parameters. This is done at 12 ms intervals (83 Hz), the drive measurement data is recorded at 500 Hz.

The process of triggering can be initiated by a direct call from the robot program. The data to be recorded needs to be configured in advance.

The so-called interpolator data and the data from the robot's cutting axis 6 are particularly interesting for this task. The interpolator data is based on path planning calculations, for example using forward [4] and backward transformations. These include the Cartesian values and, for example, the electric current, speed and tracking error of axis 6, all of which can be displayed on the robot controller's teaching box. These values can also be accessed in files and processed offline using software packages like Matlab.

Figure 2 displays the Cartesian coordinates of the interpolator data. The movement in direction of the sheet metal equals 8 mm in z-direction of the robot's base coordinate system. From the starting position above the hole, the depth of a cut can be ensured if the

thread cutter is functioning properly and not broken.

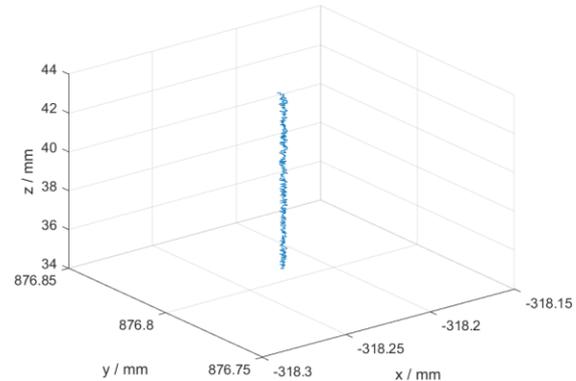


Fig. 2: Interpolator data x, y and z from the path planning. Minor deviations are visible due to the resolution in the calculation.

The position of the axis 6 movement between the robot's flange and the drill chuck was measured using the laser distance sensor (Sick OD2000-1301T15) as shown in Figure 1. The distance was calculated based on the sensor's working range using the analog voltage output, which was measured with a data acquisition device from Measurement Computing (USB1208LS). The differential method was used at a sampling rate of 1000 Hz.

### Results of process torque

Figure 3 shows the torque of the cutting axis with (red) and without (blue) material processing for an M6 thread. The increase in torque at the start and during cutting is evident. The thread depth is  $\ll 1.5 \cdot D$ , where  $D$  is the diameter of the M6 thread, and therefore there is no relaxation problem [5]. The areas of feed (1), forming (2) and shaping (3) are also visible in the electric current and torque of axis 6 [6]. At the end of range (3), there is a slight decrease in torque, which is caused by the already cut sheet metal.

The torque of axis 6 at the robot's flange can be presented as

$$T_{(t)} = i \cdot kt \cdot I \quad (1)$$

where  $i$  – gear ratio  
 $kt$  – motor constant  
 $I$  – motor current

The torque to process the thread cut corresponds to

$$\Delta T = T_P - T_M \quad (2)$$

$$\max(\Delta T) \quad (3)$$

with  $T_P$  – torque including cutting process  
 $T_M$  – torque to move only the axis without processing

The signal noise [7] is a result of the current measurement.

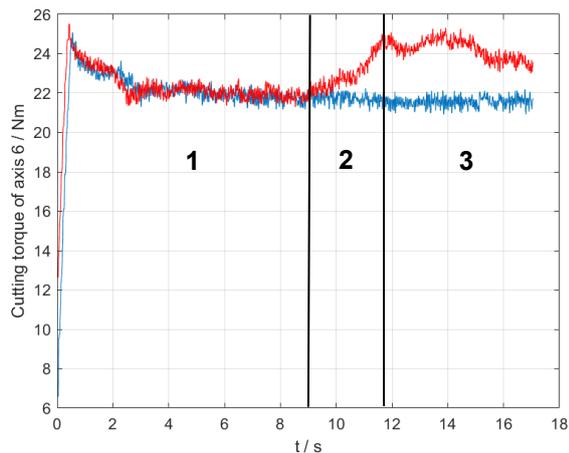


Fig. 3: Comparison of torques, ■ movement without cutting and ■ with cutting a thread at the output/flange of axis 6.

### Results of gradient, range (2)

The cutting torque gradient ( $dT/dt = 1 \text{ Nm/s}$ ) was derived from Figure 3. This could be used for quality control in addition to the maximum torque value.

The gradient depends on the cutting speed of the thread cutter and must be adapted to the speed and the material to be cut, which is not the subject of this work.

### Results of radial spindle accuracy

Figure 2 displayed the planned path during thread cutting, as indicated by the interpolator data. The measurement was executed while cutting a thread. Figure 4 illustrates the radial movement of the chuck during thread cutting.

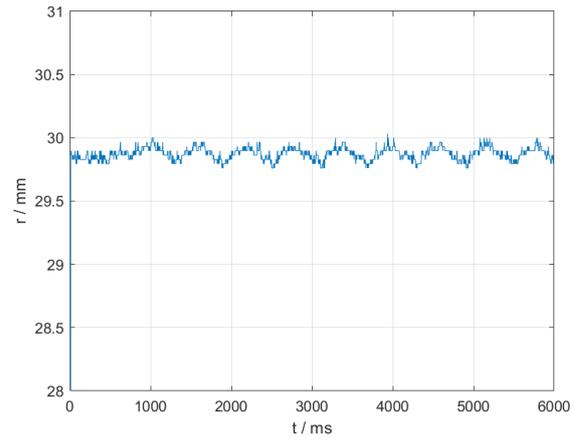


Fig. 4: Radial accuracy, the movement of the drill chuck has been programmed as shown in Fig. 2.

The maximum values are obtained from each rotation of the drill chuck. The sensor analog voltage signal is always utilized within the range of 0 to 5 V, which corresponds to a range of 60 to 130 mm. Therefore, the values displayed above indicate a distance of approximately 90 mm between sensor and chuck.

The remaining peaks are a result of optical sensor measurements caused by reflections on the metal surface. Although a transversal filter is used to filter the signal, some minor peaks are still visible.

### Discussion

Threads smaller than M6 do not show a significant increase in torque. Measurements of M4 cuts showed a maximum process torque of only 1 Nm. This is due to the lower torque required to cut an M4 thread in a 2 mm thick sheet compared to the torque required to move the spindle alone.

The torque required to cut an M6 thread can be determined from the process torque graph, as shown in [5]. The maximum torque value recorded was 3.52 Nm, calculated using equations (1), (2), and (3). The data are presented in Figure 3.

The increase in torque during forming the thread, refer to range 2 in Figure 3, ensures the correct cut.

Upon analysing the interpolator data during thread cutting, it was found that there is an inaccuracy in the radius  $r$  of  $\Delta r = 0.0043 \text{ mm}$  (calculation based on Figure 2). Additionally, a  $\Delta r = 0.27 \text{ mm}$  was measured by observing the radial movement of the chuck. These findings

suggest that the robot's geometric model is inaccurate due to a lack of calibration.

### Conclusion

It has been demonstrated that the setup can cut threads in a sheet metal using only axis 6 as the spindle of an articulated robot.

Due to the large working range of the robot, it is possible to work on sheets up to 800 mm wide.

The torque for the cutting process can be calculated from the electric current of axis 6. Figure 3 shows distinct torque curve regions as described in [5].

The spindle's accuracy during the cutting process was measured and compared with the calculated values. The chuck's measured accuracy was 60 times worse than the planned motion, indicating that the robot is not an absolute calibrated robot [8]. This is compensated in the given system setup by the mechanical backlash of the drill cutter shaft.

Further research is required to investigate the effects of different thread sizes. For threads smaller than M6, the main focus should be on detecting the process torque. Conversely, larger threads, such as M12, could have a significant impact on kinematics resulting from process torque. This is particularly relevant when the robot arm is operating at the outer limits of its working area. The significant difference in eigenfrequency between the inner and outer ranges could have an impact on the quality of thread cuts.

The suggested measurement setup has revealed a difference between the Cartesian data of the path planning and the radial movement of the chuck, highlighting the importance of accuracy in robotics. It is assumed that the main factor affecting accuracy is the partially calibrated robot.

Further research is required to determine whether a geometrically calibrated robot would perform better. Additionally, it is of interest to investigate whether measuring axis 6 with a single displacement sensor is a viable method for verifying the robot's accuracy.

The proposed setup offers a fully automated and cost-effective solution that surpasses existing machine solutions.

### Acknowledgement

We would like to thank Co. Ruch Novaplast GmbH for sponsoring the robot and Co. Förster Technik GmbH to support us with thread cutting equipment.

### References

- [1] B. Bender, D. Göhlich, *Dubbel Taschenbuch für den Maschinenbau, Band 2*, (2020); doi: 10.1007/978-3-662-59713-2\_1
- [2] D.-W. Zhang, C. Zhang, C. Tian, S.-D. Zhao, Forming characteristic of thread cold rolling process with round dies, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 120:2503–2515 (2022); doi: 10.1007/s00170-022-08918-6
- [3] J. Arthur, M. Khoshdarregi, Pose optimization and path improvement in robotic drilling through minimization of joint reversals, *Taylor & Francis, Advanced Robotics*, 36:20, 1076-1086 (2022); doi: 10.1080/01691864.2022.2125828
- [4] L. Zhibin, L. Shuai, L. Xin, An Overview of Calibration Technology of Industrial Robots, *IEEE/CAA, Journal of Automatica Sinica* (2021); doi: 10.1109/JAS.2020.1003381
- [5] R. Bienemann, *Evaluation der Schneidkantenbelastung beim Gewindebohren schwer zerspanbarer Werkstoffe*, Dissertation, Universität Kassel (2009)
- [6] M. Schäfer, *Analyse und Beschreibung des Innengewindefertigungsverfahrens Gewindefurchen auf Basis eines Modellversuchs*, Dissertation, Universität Kassel (2004)
- [7] R. Kunzler, *Rotorlagegeberlose Verfahren zum Betrieb einer permanenterregten Synchronmaschine im elektrifizierten Antriebsstrang*, Dissertation, Universität Magdeburg (2018)
- [8] A. Nubiola, I. A. Bonev, Absolute calibration of an ABB IRB 1600 robot using a laser tracker, *Robotics and Computer-Integrated Manufacturing* 29 (2013), doi: 10.1016/j.rcim.2012.06.004

# Road Traffic Safety Measures: Lab Testing on Collision Avoidance

*Nithya Shree Ravishankar, Christoph Cammin*  
*Helmut-Schmidt-Universität / Universität der Bundeswehr Hamburg*  
*Professur Technologie von Logistiksystemen*  
*Holstenhofweg 85*  
*22043 Hamburg*  
*E-Mail: ravishan@hsu-hh.de, christoph.cammin@hsu-hh.de*

## Abstract

The increasing traffic volume necessitates robust collision avoidance. Modern vehicles employ advanced sensors like radar, LiDAR, and cameras for real-time data processing (5G collision avoidance). However, not all road users are equipped with such technology, especially vulnerable ones like pedestrians. The proposed approach for setting up a collision avoidance system involves utilizing a camera including internal object recognition capabilities. Additionally, the camera features functions allowing the definition and observation of specific regions as vehicles traverse them. In a laboratory setup, model vehicles follow predefined paths, and collision-prone regions along these paths are identified. The camera's extended functions, accessible via its dashboard, capture and analyze the behavior of moving objects within these regions. This approach enables a comprehensive examination of potential collision scenarios and facilitates the development and testing of collision avoidance algorithms.

This paper provides an overview of utilizing the Bernard Mobility Analyzer (BMA) which is an intelligent optical system for identifying objects for monitoring, control, and guidance. It consists of a camera system that, supported by an internal controlling unit and artificial intelligence, recognizes objects, and only processes and transmits this anonymous information. The camera is deployed for functions such as trajectory prediction and collision avoidance. The paper covers the experimentation methodology, including challenges, along with settings for obtaining relevant data. Insights are given into the communication protocol, platforms used, and overall architecture. In conclusion, a simplified collision warning system could be set up on a laboratory scale.

**Keywords:** 5G, Collision Avoidance, Road Traffic, Lab Experimentation, Computer Vision

## Introduction

Collision avoidance is an indispensable function across various domains, encompassing manufacturing, transportation, robotics, and aviation. These systems are pivotal in ensuring safety, enhancing efficiency, and minimizing costs. For example, in modern automobiles, collision avoidance systems utilize sensors and algorithms to detect obstacles on the road, such as pedestrians or other vehicles [1]. When a potential collision is detected, these systems can automatically apply brakes or provide warnings to the driver, helping to prevent accidents and ensure the safety of everyone on the road. The increasing road traffic emphasizes the importance of implementing robust collision avoidance systems to prevent accidents [2]. The goal of reducing traffic has also been pursued intensively in research for several years. Contemporary vehicles are equipped with

various sophisticated sensors and onboard electronics featuring rapid real-time processing capabilities.

The approach described in the following paper is based on the architecture [3]. In a downscaled indoor lab setup, the images captured by the Bernard Mobility Analyzer (BMA) [4] are utilized for data analysis, aiding in assessing vehicle positioning and identifying potential collision scenarios. Through various scenarios, the system can pinpoint collision-prone situations. Subsequently, warning signals are generated to mitigate collisions, enhancing overall safety measures. To implement collision avoidance using data from the BMA additional methodologies and technologies are used alongside to navigate objects along their intended paths. Integrated with inputs from the camera, machine learning algorithms predict patterns, allowing vehicles

to make decisions. The designed path-planning algorithms generate feasible trajectories using camera data, to issue warnings at risk intersections to prevent collisions. Leveraging low-cost sensors and partially autonomous capabilities, various scenarios can be emulated to evaluate the effectiveness of collision avoidance systems. The paper will further elaborate on the implementation approach and experimental methodology in subsequent sections.

This paper is organized accordingly: Related work and previous research are outlined in the next section. Then, the approach and setup are shown, followed by a section describing the methodology. The observations and results are presented in the sections afterwards and finally, a conclusion and an outlook are given.

### Related Work

Research in collision avoidance and road safety spans various domains, with recent studies focusing on innovative approaches to mitigate risks and enhance safety for all road users. The paper "CAR-2-X and Pedestrian Safety" [5] introduces concepts for road users to exchange position data and warnings via cellular networks. The study "Impact of Roadway Characteristics on Intersection Crash Severity" [6] examines factors such as pavement friction and lighting, emphasizing the importance of considering roadway characteristics in crash severity analysis. A study on Real-Time IoT-Architecture for Collision Avoidance in Smart Cities based on the 5G Mobile Technology is proposed in [3]. Another contribution is the research on "Vulnerable Road Users' Safety in Infrastructure-Assisted ITS" [7] which proposes a VRU awareness message exchange mechanism to increase reaction time and prevent collisions using innovative communication strategies. The development of a "Vehicle-Mounted Detection and Collision Avoidance System" [1] addresses factors like vehicle speed and safety distance to enhance road safety through comprehensive collision avoidance measures. Other studies, such as "Traffic Collision Detection Using DenseNet" [8] and "Enhanced V2X Pedestrian Collision Avoidance System" [9] explore advanced technologies like deep learning and V2X communication to detect and mitigate collisions, emphasizing the integration of diverse sensor sources for informed vehicle responses. Research efforts include initiatives like "Smart City IoT Application for Road Infrastructure Safety and Monitoring" [10] which leverages the Digital Twin concept to

enhance road safety and infrastructure management through real-time data processing. These diverse contributions highlight the evolving landscape of collision avoidance research and the importance of integrating advanced technologies and communication strategies to enhance road safety and mitigate risks effectively.

### Approach and Setup

The laboratory setup described is aimed at providing a controlled, dynamic environment for the exploration of intersection scenarios. Predefined paths serve as the basis for vehicular experiments, incorporating key features to emulate real-world conditions. Figure 1 shows the experimental setup that comprises a combination of remote-controlled cars and autonomous vehicles programmed for path following. This setup enables the investigation of both human-controlled and automated behaviors in the same controlled environment. The path design includes intersection zones, where vehicles may cross paths. These intersections are modeled to replicate common scenarios encountered in real environments. To facilitate the study of trajectory dynamics [11], extended sections of the route are configured to allow multiple vehicles to travel simultaneously along the same path. This design choice facilitates the observation of how vehicles interact when navigating shared paths, an essential consideration for the integration of autonomous vehicles into mixed traffic scenarios.

The requirements for the model vehicles include cost-effectiveness, realistic functionality (such as real steering), appearance authenticity (for recognition by camera-based sensors), collision robustness, and safe operation in proximity to people without additional protective measures like fencing or boundaries. Considering these requirements, scaled RC (Radio Controlled) model vehicles were chosen. These vehicles offer affordability, accessibility, and safety, making them suitable for experimentation without significant financial investment. In [12] challenges of basic functions for autonomous vehicles are experimentally evaluated using similar low-cost sensors and model vehicles. The chosen models provide space to integrate additional components like sensors and cameras while remaining small enough to reduce the risk of accidents during testing. Their versatility allows for customization according to specific project requirements, making them feasible for collision detection experiments.

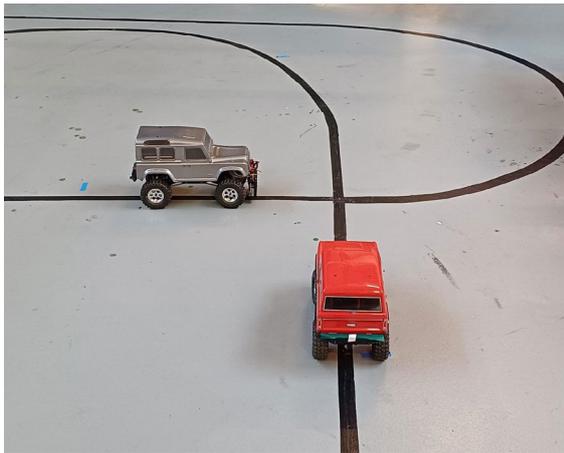


Fig. 1: Intersection scenario – lab setup.

To ensure scalability and accurate representation, the objects used in experimentation are scaled down to a ratio of 1:10 concerning real-world dimensions. This scaling factor maintains fidelity while optimizing space utilization within the laboratory setup. The positioning of observation equipment, particularly the camera, is paramount for precise data collection. Utilizing lens calculators [13] and empirical testing, the optimal height for BMA Camera lens placement is determined to be 1.45 m from the ground, ensuring coverage of the designated tracks. The horizontal position on the floor was determined empirically. From a lateral view, the camera is placed at 2.8 m ground distance in front of the tangential path, as shown in Figure 2. The ground distance to the center of the intersections is 3.1 m, each. The camera's horizontal angle of view of  $103^\circ$  allows it to capture approximately 7 m at the first tangential path, allowing the entire oval in front of the camera to be observed.

The BMA Camera is equipped with the added feature of a dashboard that allows the definition of various functions based on object identification and trajectory mapping. The main functions implemented through the BMA that pertain to the application of collision avoidance are introduced in this section. Traffic and Parking model: This model detects vehicles, riders, and persons in dynamic scenes (e.g., urban traffic or highways where objects move fast). This model comprises of the following functions:

"ROI" – Region of Interest: This function is used to count objects in this region. Trigger options can be chosen that are then used to be saved at regular intervals (e.g. 10 s) or when the state of the zone changes (e.g. parking lot surveillance – a car leaves the parking zone).

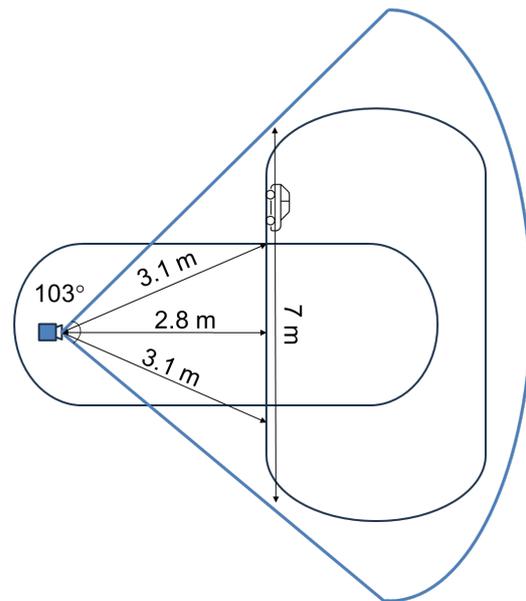


Fig. 2: Sketch of lens coverage.

A region of interest event is triggered either by a status change or by a time interval triggered (property trigger type). The property state can change from occupied to free and vice versa. Each event has a custom name (property roiname) and a timestamp (property timestamp) when the event occurs. Detected objects and the associated class are listed (property objects). The classes depend on the use case and can be "car", "truck", "person", etc.

"CL" – Counting Line: Every time the center of the object passes through the line, it is counted. Counting lines can trigger traffic events, and speed measurement can be enabled by setting up a second counting line with a user-specified distance between them. A crossing line event is triggered as soon as an object crosses a virtual line (marked through the property lineId). The line has a custom name (property lineName). The object can have lines crossed in two directions (property direction) and move either in or out. In addition, the object that crosses the line is classified (property class).

"OD" – Origin/Destination: In this approach, regions of interest for observation are defined, encompassing both entry and exit points for objects. This method is particularly effective for dynamic data, as it triggers output when objects move between defined zones. By implementing overlapping regions, collision areas can be identified, to monitor and gather entry-exit data for analysis of collision risk and collision avoidance.

In the architecture depicted in Figure 3, there are four main modules: data collection, data analysis, warning generation, and output of warning messages or signals. This setup involves collecting and analyzing data to detect potential collisions. When a risk is identified, the warning module generates a message sent to the output module, which communicates the warning to relevant parties such as drivers, nearby vehicles, or vulnerable road users. The BMA Camera serves as the sensor component. The architecture illustrates the flow of retrieving MQTT [14,15] data from the BMA, using common technologies. Converting the data into JSON format using Node-RED [16], which is then stored in MongoDB [17] for analysis and collision detection algorithm development. This data includes information on region occupancy, vehicle trajectories, and entry-exit patterns of road users, all of which are time-stamped for analysis.

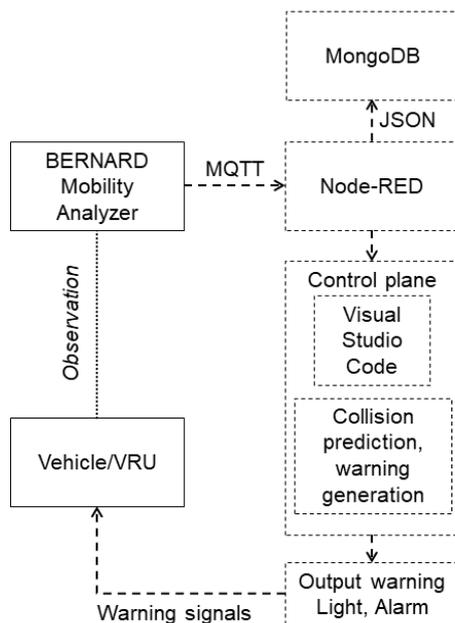


Fig. 3: Overall architecture.

### Methodology

The experimental framework is conducted within a laboratory environment, to emulate real-world driving scenarios. The primary methodology employed for collision detection and avoidance revolves around trajectory mapping. By mapping the paths of automated vehicles within the laboratory environment, potential collision points are identified and analyzed. An algorithmic approach is adopted to issue collision warnings. Integral to the experimental framework is the utilization of the BMA Camera dashboard functions.

The experiment methodology employs three functions: ROI identifies collision zones, CL tracks object paths, and OD monitors the movement of origins and destinations, crucial for capturing data on object interactions. To evaluate system responsiveness, the experimental setup analyzes timestamps from each output to measure time intervals between transmissions. This enables the detection of any delays between component transmissions and notifications. An essential aspect of the experimental setup involves evaluating system performance under diminished illumination. Enclosing the designated area within structures to limit external light and subjecting the collision avoidance system to scenarios of reduced visibility, the study aims to assess its robustness and reliability in challenging lighting environments.

These parameters derived from the observations encompass object presence/identification, object movement between zones, object presence within specific ROIs and object movement across defined lines. The data includes object IDs, observed functions (ROI, CL, OD), function outputs, and corresponding timestamps for each observation or output received. Additionally, coordinates of bounding boxes surrounding objects in the analyzed images are obtained to track object movement between positions.

The objective of the methodology is to record output data generated when objects, whether static or dynamic, alter their positions at different speeds or traverse various regions. Through the ROI function, data indicating object presence within specific boxes is collected. Changes in output are noted as objects transition between regions to map their paths. Observation focuses on identifying when objects reach intersection regions, particularly examining instances where multiple objects approach the same intersection area simultaneously or sequentially.

Data obtained from the OD function delineates zones through which objects or modeled vehicles traverse. This information, combined with basic object ID, timestamp, and bounding box coordinates, provides understanding of object paths and entry/exit zones. Recognition of object direction aids in discerning whether objects, including multiple ones, are moving toward the same zone concurrently or successively, facilitating analysis of object movement and presence within intersection zones.

The CL function, in addition to basic information such as timestamps, object IDs, and bounding box coordinates, registers when objects cross counting lines. By placing consecutive counting lines in the region, the movement of objects along defined trajectories is mapped. Speed estimation between two counting lines further enhances analysis, offering insight into object behavior around the intersection zone.

The provided image illustrates the designated zones and areas subject to observation within the camera's scope. In Figure 4, the implementation of the ROI is depicted, where regions R1 and R3 are identified as collision-prone zones. Objects traversing along the horizontal and vertical tracks within these zones are susceptible to collisions, contrasting with the lower collision risk associated with region R2.

Figure 5 portrays the implementation of the CL function. As the object progresses along lines CL1 to CL4 on the predefined path, observations are made when it crosses each counting line. Entry into CL1 signifies presence within a collision-prone zone, signalling the potential for collision should another object traverse the same path toward that zone.

Figure 6 illustrates the implementation of the origin/destination OD zone function, enabling analysis of object movement direction. Observations are made based on the zone from which the object departs and the zone into which it moves. Red-colored boxes denote collision-prone zones, where objects are carefully monitored when present within these areas.

## Results

This section analyzes observations from experimental functions with each function (CL, ROI, and OD) tested for five iterations in the collision detection framework to evaluate their performance under different conditions. Within each experiment, the moving car/object traversed the path a minimum of ten times to ensure precision and consistency in output patterns. Among the five rounds of experiments, certain functions were tested with multiple moving objects to simulate collisions. This testing methodology aimed to analyze output data and develop strategies to prevent collisions.

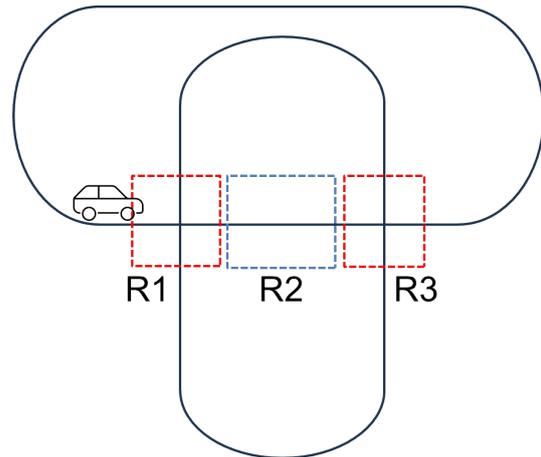


Fig. 4: Region of Interest function.

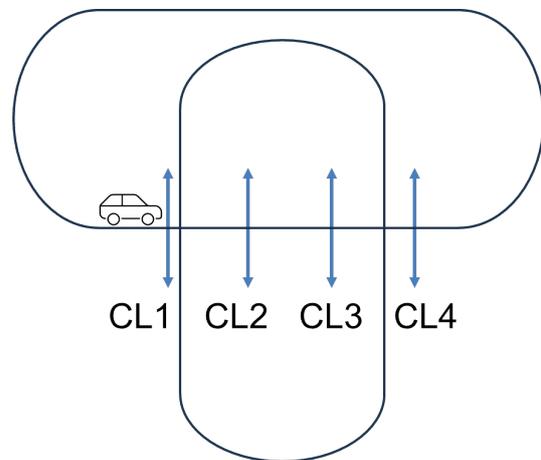


Fig. 5: Counting Lines function.

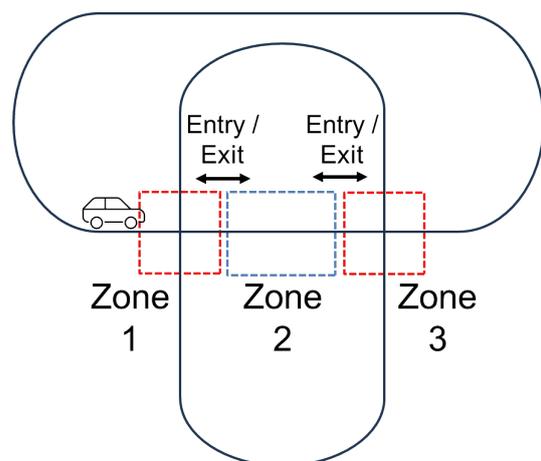


Fig. 6: Origin/Destination Zone function.

Accuracy and sensitivity for the ROI, CL, and OD functions were computed using the confusion matrix derived from experimental data. True positives (TP), true negatives (TN), false positives (FP), and false negatives (FN) were tallied to determine accuracy and sensitivity. Accuracy represents the proportion of correct classifications (TP and TN) out of the total instances, while sensitivity measures the proportion of correctly identified positives (TP) relative to all actual positives (TP and FN). These metrics offer insights into the functions' performance in object detection, movement tracking, and collision prediction. The percentages represent the relative performance of object detection instances within specific categories like ROI, CL, and OD, for the same object ID in that category. Accuracy and sensitivity metrics are derived from the confusion matrix, indicating the model's performance in identifying TP, TN, FP, and FN values across these categories. Minor deviations may arise due to slight variations in total instance counts used for calculations.

Figure 7 presents an analysis of the results obtained from experiments. According to the methodology, data from the BMA is stored in the database and analyzed for the measure of success ratio under different scenarios. The measurements are compared against the true scenario (according to the conditions of the experiment).

The ROI function reveals its capability to detect objects within predefined regions with an accuracy of 71%. This result includes 78% of true positive outputs. The function's ability to provide spatial information for collision prediction is highlighted. The findings emphasize the importance of an object's proximity to the ROI box midpoint for accurate detection. With a sensitivity of 63%, the ROI function shows potential in identifying objects

|                       |                       |
|-----------------------|-----------------------|
| ROI: 78%              | Nil                   |
| OD: 70%    CL: 91%    |                       |
| <b>True positive</b>  | <b>False positive</b> |
| <b>False negative</b> | <b>True negative</b>  |
| ROI: 45%              | ROI: 70%              |
| OD: 55%    CL: 40%    | OD: 65%    CL: 80%    |

Fig. 7: Confusion matrix of results.

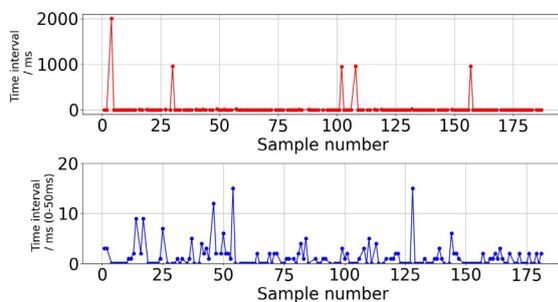
within collision-prone zones, enabling timely warning signals to prevent collisions as objects traverse through these areas.

In evaluating the OD function, its efficiency in capturing object movement between designated regions is highlighted. With a sensitivity of 56% and an accuracy of 67%, the OD function demonstrates its suitability for dynamic scenarios, as entry/exit data absence in static environments represents its dynamic nature. Scenario-based analysis is implemented for identifying potential collisions at regional intersections. The synchronization of object entry and exit is important in determining collision probability to mitigate collisions.

The CL function serves for trajectory mapping and speed estimation, with an accuracy of 76 % and a sensitivity of 69 %. Object presence is confirmed after the midpoint of the object passes through the line, with directional indications of its movement toward or away from the observable region. Speed estimation, typically ranging from 0.3 to 0.6 m/s, aids in further analysis of collision probability based on object speed towards the collision warning region. Leveraging this data, an algorithm is formulated to detect instances where objects traverse the observed collision region at higher speeds, triggering collision warnings to enforce avoidance measures. When scaled up to real-world objects, the speed range of 0.3 m/s to 0.6 m/s corresponds to approximately 10.8 km/h to 21.6 km/h. This speed range can be considered as the speed at which the original objects would move if tested in a parking garage scenario.

An algorithm written in Python is developed to provide trajectory information based on object movement across counting lines. The algorithm facilitates the identification of probable collisions based on trajectory matching, demonstrating the system's capability to track multiple objects and predict collision scenarios accurately. A warning signal is generated when the object enters the observed probable collision area where other objects are detected in that area bypassing that counting line. The collision warning signals are provided by analyzing the data from the ROI function and OD that indicate the presence of the objects in the region at the time and in which direction they move out of/in respectively.

Figure 8 presents an analysis of time intervals, reflecting the duration from BMA output to screen presentation via Node-RED. The first graph displays all observed intervals, offering a comprehensive view of the processing landscape. The second graph focuses on intervals less than or equal to 50 ms, showcasing instances without outliers. These intervals capture Node-RED's processing time. The intervals are computed by comparing consecutive output timestamps from the BMA. In the context of Node-RED operations, these time intervals serve as a proxy for Node-RED's processing efficiency, excluding transmission intervals. Short intervals signify swift processing, while longer intervals may indicate processing bottlenecks or delays in data handling. For the overall time intervals, the analysis shows a maximum of 1996 ms. The mean interval duration stands at approximately 36.9 ms. The standard deviation for these intervals is 213.7 ms. Statistics for time intervals without outliers (i.e., less than or equal to 50 ms) reveal a maximum of 15 ms. The mean interval duration is approximately 1.3 ms. The standard deviation for these intervals is about 2.4 ms. These findings can guide further optimization efforts and considerations when deploying the system in a collision avoidance application. In particular, the outliers should be eliminated.



**Fig. 8:** Time interval plot.

The dim light experiments yielded results indicating effectiveness among the ROI, CL and OD zone functions. While the object identification function can be reliable under reduced visibility, other system functionalities exhibited limitations. The data collected for the object identification function in dim light conditions revealed an accuracy of about 77%. This accuracy percentage was calculated by filtering all outputs from the experiments that correctly identified objects as cars, dividing them by the total iterations, and calculating the percentage. When object identification was performed under normal light conditions, it demonstrated an accuracy of 94%, which is corresponding to the documentation [18].

## Conclusion and Outlook

Based on the experimental setup and the various scenarios explored, the BMA camera demonstrates utility in analyzing images that closely replicate real-world scenarios. While it excels in observing predefined zones to monitor vehicle/object movement, it falls short in scenarios requiring video monitoring due to imprecise output and intermittent detection. Enhancements are warranted to render the device more adaptable, precise, and consistent across diverse scenarios. This entails equipping it with features conducive to precise detection and adaptable functionality under varying conditions. Integrating external sensors can serve to enhance overall system reliability. Following laboratory experimentation, the chosen approach proves beneficial for exploring collision scenarios and devising mitigation strategies. The utilization of RC model vehicles facilitates iterative experimentation at minimal cost, mitigating energy expenditure and ensuring safety within the controlled laboratory environment. The indoor setting eliminates external factors like weather and traffic, streamlining experimentation processes. Inherent limitations impede the comprehensive exploration of all desired scenarios. Scaling down objects and environments can limit the effective utilization of BMA functions, impacting the successful implementation of collision detection systems. However, the object identification worked as reliably as specified in the documentation.

In future, the system should feature adaptable sensors capable of real-time adjustments and interactive platforms for dynamic input modification and output analysis. Incorporating video analysis capabilities and object tracking IDs can enrich scenario evaluation and facilitate precise observation amidst varying traffic densities. By addressing these considerations, the efficacy and versatility of collision avoidance systems can be markedly improved in laboratory settings. Exploring delay measurements and performance in low-light conditions presents promising avenues for further study. Refining methodologies for assessing system responsiveness and enhancing accuracy using advanced microcontroller technology and precise sensors could enhance the system's performance. Investigating the impact of various scenarios and environmental conditions on delay measurements can optimize collision detection systems. Addressing challenges posed by reduced visibility requires innovative solutions, such as augmenting sensor capabilities with advanced imaging technologies and

developing algorithms tailored to low-light conditions. Simulating and testing scenarios under different lighting conditions can refine strategies for optimizing system performance and enhancing road safety.

### Acknowledgement

This work is conducted within the project "5G-trAAffic" (FKZ: 45FGU116\_G), funded by the Federal Ministry for Digital and Transport (Bundesministerium für Digitales und Verkehr (BMDV)). This contribution is also funded by dtec.bw – Digitalization and Technology Research Center of the Bundeswehr. dtec.bw is funded by the European Union – NextGenerationEU.

### References

- [1] Y. -Y. Chang, C. -Y. Yu, L. -T. Lee, "Research of Vehicle-Mounted Detection and Collision Avoidance System Based on Dedicated Short Range Communications," 2016 International Symposium on Computer, Consumer and Control (IS3C), Xi'an, China, 2016, pp. 299-302, doi: 10.1109/IS3C.2016.85
- [2] Government Offices of Sweden, "Vision Zero - no fatalities or serious injuries through road accidents", [Online]. (last access: 23.01.2024). Available: <https://www.roadsafetysweden.com/about-the-conference/vision-zero---no-fatalities-or-serious-injuries-through-road-accidents/>
- [3] C. Cammin, et al. "Concept for a Real-Time IoT-Architecture for Collision Avoidance in Smart Cities based on the 5G Mobile Technology", 2023 IEEE International Conference on Omni-layer Intelligent Systems (COINS), Berlin, Germany, 2023, pp. 1-7, doi: 10.1109/COINS57856.2023.10189240
- [4] BERNARD Gruppe. Bernard Mobility Analyser, 2024. [Online]. (last access: 23.01.2024). Available: [https://www.bernard-gruppe.com/media/attachments/en/BMA\\_ProductDescription.pdf](https://www.bernard-gruppe.com/media/attachments/en/BMA_ProductDescription.pdf)
- [5] K. David, A. Flach, "CAR-2-X and Pedestrian Safety" IEEE Vehicular Technology Magazine, vol. 5, no. 1, pp. 70-76, 2010, doi: 10.1109/MVT.2009.935536
- [6] M. Sharafeldin, A. Farid, Ahmed, K. Ksaibati, "Investigating the Impact of Roadway Characteristics on Intersection Crash Severity". *Eng.* 3, pp. 412-423, 2022, doi: 10.3390/eng3040030
- [7] V. R. S. Banjade, et al., "Vulnerable Road Users Safety in Infrastructure Assisted Intelligent Transportation System", 2021 IEEE International Smart Cities Conference (ISC2), Manchester, United Kingdom, 2021, pp. 1-7, doi: 10.1109/ISC253183.2021.9562960
- [8] D. Kaluza, M. Seiler, R. Kashef, "Traffic Collision Detection Using DenseNet," 2023 IEEE International Conference on Industrial Engineering and Engineering Management (IEEM), Singapore, 2023, pp. 928-933, doi: 10.1109/IEEM58616.2023.10406631
- [9] J. Kotte, et al. "Concept of an enhanced V2X pedestrian collision avoidance system with a cost function-based pedestrian model." *Traffic Injury Prevention*, 18(sup1), 37–43, 2017, doi: 10.1080/15389588.2017.1310380
- [10] N. Ashfaq, et al., "Smart City IoT Application for Road Infrastructure Safety and Monitoring by Using Digital Twin", 2022 International Conference on IT and Industrial Technologies (ICIT), Chiniot, Pakistan, 2022, pp. 1-6, doi: 10.1109/ICIT56493.2022.9989141
- [11] Y. Zhang, Yu et al., "Hybrid Trajectory Planning for Autonomous Driving in Highly Constrained Environments", *IEEE Access*, vol. 6, pp. 32800-32819, 2018, doi: 10.1109/ACCESS.2018.2845448
- [12] F. T. El-Hassan, "Experimenting With Sensors of a Low-Cost Prototype of an Autonomous Vehicle," *IEEE Sensors Journal*, vol. 20, no. 21, pp. 13131-13138, 2020, doi: 10.1109/JSEN.2020.3006086
- [13] Lens Calculator [Online]. (last access: 10.04.2024). Available: <https://www.jvsg.com/calculators/cctv-lens-calculator/>
- [14] U. Hunkeler, H. L. Truong, A. Stanford-Clark, "MQTT-S — A publish/subscribe protocol for Wireless Sensor Networks," 2008 3rd International Conference on Communication Systems Software and Middleware and Workshops (COMSWARE '08), Bangalore, India, 2008, pp. 791-798, doi: 10.1109/COMSWA.2008.4554519
- [15] E. Nemlaha, et al., "Suitability of MQTT and REST Communication Protocols for IIoT or IIoT Devices Based on ESP32 S3", in: Silhavy, R., Silhavy, P., Prokopova, Z. (eds) *Software Engineering Application in Systems Design. CoMeSySo 2022. Lecture Notes in Networks and Systems*, vol 596. Springer, Cham, doi: 10.1007/978-3-031-21435-6\_19.
- [16] M. Lekić, G. Gardašević, "IoT sensor integration to Node-RED platform," 2018 17th International Symposium INFOTEH-JAHORINA (INFOTEH), East Sarajevo, Bosnia and Herzegovina, 2018, pp. 1-5, doi: 10.1109/INFOTEH.2018.8345544
- [17] R. Čerešňák, K. Matiaško, A. Dudáš, "Improvement of Data Searching in MongoDB with the Use of Oracle Database," 2021 18th International Multi-Conference on Systems, Signals & Devices (SSD), Monastir, Tunisia, 2021, pp. 1388-1393, doi: 10.1109/SSD52085.2021.9429468
- [18] BERNARD Gruppe. Bernard Mobility Analyser / SWARM Documentation, 2024. [Online]. (last access: 23.01.2024). Available: <https://docs.swarm-analytics.com/technical-documentation>

# Solarrollstuhl - Laderegulation mit PV-Modul für Rollstuhlintegration

*Dick, Aaron-Jakob,<sup>1,2</sup> Torreck, Clemens<sup>1,3</sup>, Habasch Philipp<sup>4</sup>, Liebold, Falk<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Duale Hochschule Gera-Eisenach, Fachgebiet Elektrotechnik und Industrielle Elektronik, Weg der Freundschaft 4, 07546 Gera, Deutschland

<sup>2</sup>Stahlwerk Thüringen GmbH, Kronacher Str. 6, 07333 Unterwellenborn, Deutschland

<sup>3</sup>Voestalpine AG, Zum Wasserturm 79/1, 04626 Schmöln, Deutschland

<sup>4</sup>Deutsche Multiple Sklerose Gesellschaft Landesverband Berlin e. V., Joachimstrasse 7, 12555 Berlin

## Zusammenfassung

Es wurde ein Elektrorollstuhl um die Funktion des mobilen Ladens via Solarenergie erweitert. Den Ausgangszustand bildet ein elektrischer Rollstuhl der Firma „Mobiclinic“, dieser verfügt über zwei nachgerüstete in Reihe geschaltete 12 V LiFePo4 Batterien und zwei 24 V Gleichstrommotoren für je ein Hinterrad. Des Weiteren standen eine Solarplatte mit einer Ladeleistung von 100 Wp und ein MPPT Solarladeregler der Firma Victron Energy zur Verfügung.

Für den Prototyp wurde ein Rahmen aus Aluminiumprofilen gefertigt welcher die Solarplatte als Dach über dem Rollstuhl hält. Parallel zu dem mechanischen Teil wurde der vorhandene Stromkreis des Rollstuhls aufgetrennt. An dem Verbindungspunkt zwischen den Batterien und der Handsteuerung wurde der Ladeausgang des MPPT Solarregler eingebunden.

Der fertiggestellte Prototyp wurde anschließend auf Alltagstauglichkeit und energetische Rentabilität des Umbaus getestet. Nach ersten Versuchen innerhalb des Labors wurden dafür Testfahrten im Hofwiesepark Gera und bei der DMSG in Berlin mit mehreren Probanden ausgeführt. Im Vordergrund standen hierbei die Messung des durchschnittlichen Verbrauchs und die Stabilität des Aufbaus. Abschließend wurde ein Fazit gezogen und die Möglichkeiten der Verbesserung diskutiert.

**Keywords:** Energieautarke Sensorik, Signalverarbeitung, Energietechnik und erneuerbare Energien, Elektroantriebe, MPP, Medizintechnik, Photovoltaik, Elektromobilität, Multiple Sklerose

## 1. Einführung

Die von der Deutschen Multiple Sklerose Gesellschaft (dmsg) gestellte Anforderung, die Reichweite und Nutzungsdauer eines elektrischen Rollstuhl im Dauerbetrieb von täglich drei Stunden, durch eine zusätzliche Photovoltaik-Anlage auf vier bis sechs Stunden zu erhöhen wurde umgesetzt. Das Ziel der Deutschen Multiplen Sklerose Gesellschaft ist es, die Lebensqualität von Menschen mit MS zu verbessern und ihnen ein selbstbestimmtes Leben unter Wahrung ihrer Menschenrechte und ihrer Gleichberechtigung mit Nichtbetroffenen zu ermöglichen.

Innerhalb eines Vierteljahres konnte ein Prototyp realisiert werden, der leicht und zugleich leistungsstark ist. Nach dem Entwurf und der Abstimmung des Konzeptes (Siehe Abb. 1) wurden Mechanik, ein Steuerung mit Sensorik und die Software realisiert. Spannend für die Beteiligten wurde es, als sie in der Erprobungsphase den Nutzen nachweisen

konnten. Die Messtechnik zur Erfassung der abgegebenen elektrischen Leistung und der durch die Solarzelle zugeführten wurde ebenfalls implementiert. Die Messungen bestätigten die Konzeption. Der Rollstuhl wurde mit Aluminiumleichtprofilen um ein Solardach, sowie Embedded Controller, Sensoren und Messtechnik erweitert und wird momentan in Berlin von der DMSG getestet. Dabei gab es vielfach positive Rückmeldung.



**Abb. 1 Konzept zur Ladekreisenerweiterung mittels Solarpanel und MPPT-Regler**

### 1.1. PV-Modul

Ein PV-Modul besteht aus einer Vielzahl von Solarzellen, je nach der geforderten Ausgangsspannung oder dem erforderlichen Ladestrom werden diese Zellen in Reihe oder parallel verschaltet. Mehrere Zellen in Reihe ergeben eine höhere Spannung und mehrere Zellen parallel können einen höheren Ladestrom erzielen.

Durch den Photoeffekt können Elektronen, welche mit Photonen wechselwirken, genug Energie aufnehmen, so dass diese in das Leitungsband eintreten und zum Stromfluss beitragen.

### 1.2. MPP-Regelung

Die MPP-Reglung regelt den Arbeitspunkt der Solarplatte. Der MPP, also der „Maximum Power Point“, wird im Regler über einen Messwiderstand ermittelt. An dem Messwiderstand werden die Spannung und der Strom gemessen und darüber die Leistung berechnet. Am Eingang des MPP-Reglers liegt ein DC/DC Wandler, welcher die variable Eingangsspannung der Solarzelle auf eine konstante Ausgangsspannung für die Batterie wandelt. Die Ausgangsspannung wird über den Tastgrad am DC/DC Wandler eingestellt, wird der Tastgrad erhöht steigt auch die Ausgangsspannung. Die meisten MPP-Regler starten im Leerlauf. In diesem Punkt liefert die Solarzelle keinen Strom und die errechnete Leistung am Messwiderstand liegt bei null. Der Regler erhöht anschließend den Tastgrad, womit die Ausgangsspannung am DC/DC Wandler steigt, mit der Spannung steigt laut dem ohmschen Gesetz auch der Strom am Messwiderstand und damit auch die errechnete Leistung. Der Tastgrad wird immer weiter erhöht und damit auch die Spannung und der Strom, solange bis die neue Leistung kleiner ist als die vorher gemessene. An diesem Punkt ist der MPP überschritten. Der Tastgrad wird wieder reduziert und stellt sich auf diesen Wert ein. Damit ist der MPP der Solarzelle erreicht.

### 1.3. LiFePo4 Batterie

Bei einer Lithium-Eisenphosphat-Batterie handelt es sich um eine energiedichtere und damit leichtere Alternative zur Blei-Säure-Batterie. Bei einer 100%igen Entladetiefe garantiert sie bis zu 3000 Ladezyklen und wurde aus diesem Grund im Zuge der Umbauarbeiten verbaut.

## 2. Umbau des Rollstuhls

Der Rahmen für das Solarpanel besteht aus leichtem modularem 30\*30 mm

Aluminiumprofil, welche über demontierbare Halter an vier Punkten mit dem Rollstuhl verbunden ist und die Solarplatte in einem Winkel von ca. 20° über dem Fahrer hält um einen leichten Einstieg zu realisieren.



**Abb. 2 Umgebauter Rollstuhl mit:**  
**1. Elektromotoren, 2. LiFePo4-Batterien,**  
**3. Solarpanel, 4. Aluminiumprofil und**  
**5. Halterungssystem**

Die Einbindung des Solarladestromkreises erfolgt am Verbindungspunkt zwischen den Batterien und der Handsteuerung. Die Verbindungsstecker, welche am Original-Rollstuhl verbaut waren, wurden dafür aufgetrennt und in eine Verbindungsdose geführt. Diese besitzt eine Schutzklasse von IP66, ist damit gegen Staub- und starken Spritzwasser geschützt und erlaubt ein Verbinden der einzelnen Kreise. Des Weiteren findet in ihr die Sensorik zur Leistungsmessung ihren Platz. Der Gesamtaufbau ist in Abb. 2 zu sehen.

### 3. Messaufbau

Für die Aufnahme der Messdaten wurde ein myRio1900 Messcontroller der Firma National Instruments verwendet (siehe Abb. 3). Über das eigene Betriebssystem „LabVIEW RT“ können LabView-Programme autark auf dem Messcontroller ausgeführt werden.



Abb. 3 Messsystem NI-MyRIO 1900

Für den Anschluss von externer Sensorik besitzt der Controller eine „MSP“-Schnittstelle, an der eine mitgelieferte Lochrasterplatine angeschlossen wird. Auf diese wurden zum einen die Widerstände für die Messung der Batteriespannung und zum anderen die Anschlussleitungen der zwei Hall-Sensoren zur Strommessung gelötet. Die Messung der Batteriespannung erfolgt über einen Spannungsteiler.

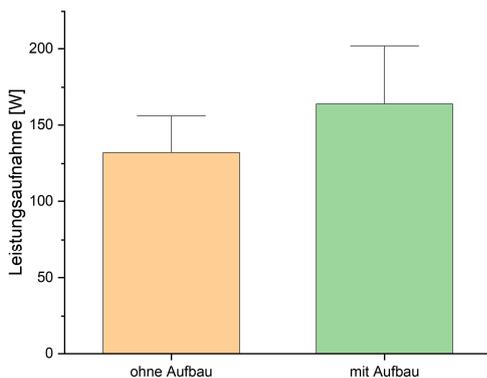


Abb. 4 Mittlere Leistungsaufnahme des Rollstuhls mit und ohne Umbau

Die Messung des verbrauchten und des Ladestromes der Solarplatte erfolgt über die genannten Hall-Sonden, diese wurden an den entsprechenden Leitungen in die Verbindungsdose eingebaut. Die Hall-Sonden messen entsprechend dem Ampere-Maxwell'schen Gesetz die magnetische Flussdichte des stromdurchflossenen Leiters mit Hilfe der so genannten Hall-Spannung. Die

Messspannung ist proportional der magnetischen Flussdichte und damit dem fließenden Strom im Leiter proportional.

#### 3.1. Auswertung

Die Auswertung der Messergebnisse erfolgt über Excel, der Messcontroller speichert die gesammelten Messwerte als CSV-Datei ab und gibt diese an der internen USB Schnittstelle aus.

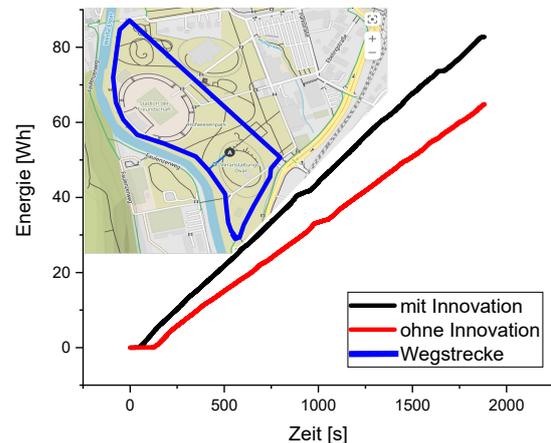


Abb. 5 Energieverbrauch auf der 2 km langen Teststrecke (oben links) mit und ohne Innovation

Diese CSV-Datei kann in Excel importiert und weiterbearbeitet werden. Innerhalb einer ca. 25 min Testfahrt wurde die Leistungsdaten, bei jeweils gleicher Teststrecke von ca. 2 km Länge und mittlerer Geschwindigkeit von ca. 4,9 km/h (siehe Abb. 5), mit und ohne Aufbau mit der Messsensorik ermittelt.

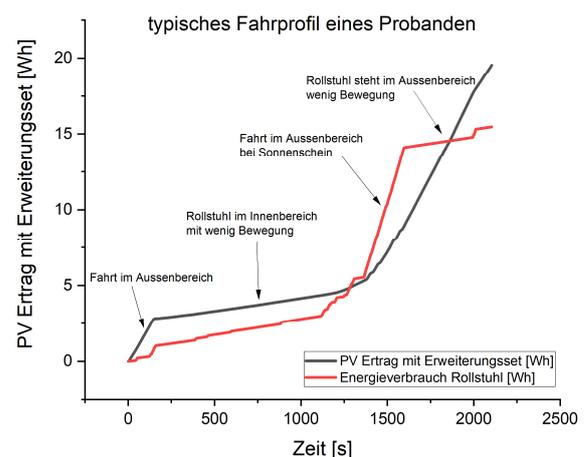


Abb. 6 PV-Ertrag und Energieverbrauch an einem Sommertag und typischen Fahrtverlauf zwischen Wohnung und Außenanlage

Es stellt sich im konkreten Beispiel eine mittlere Leistungszunahme von ca. 130 W

(ohne Aufbau) auf 160 W (mit Aufbau) ein (siehe *Abb. 4*).

Der Energieverbrauch mit der Innovation liegt bei 83 Wh und ohne bei 65 Wh (siehe *Abb. 5*), In *Abb. 6* ist der Nutzen der Innovation zu sehen. D.h. das Mehrgewicht durch den Aufbau wird durch das verwendete 100 Wp-Solar-Modul gepuffert und darüber hinaus kann der Akku geladen werden. Damit konnte das Ziel erreicht werden. Aufgrund der Testfahrten wurde der Rollstuhl, samt Aufbau, mehrfach durch Türen bewegt, Treppen getragen und in einen Transporter verladen. Festgellte wurde dabei folgendes:

- Der Aufbau ist schmal und niedrig genug um durch gängige Türen zu fahren.
- Das Tragen des Rollstuhls ist sowohl mit, als auch ohne Aufbau nur durch zwei Personen durchzuführen.
- Treppen im Außenbereich lassen sich, obgleich etwas schwieriger, auch mit dem Aufbau überwinden.
- Das Verladen in einen hohen Transporter ist ohne Demontage des Gestells möglich, dabei wird der Rollstuhl, rückseitig gekippt.

In Zukunft ist es sinnvoll die Halterungen des Solarmoduls mit Schraubensicherung einzukleben. Auf ebenen Strecken gab es keine Auffälligkeiten. Zu beachten ist lediglich das sich der Aufbau nicht im Sichtfeld des Fahrers, aber auf Augenhöhe vorbeilaufender Passanten oder Radfahrer befindet. Eine vorsichtige Fahrweise ist wird vorausgesetzt. Offizielle Rampen mit ca. 6% Steigung führten nicht zum Kippen des Rollstuhls.

## Fazit

Die Innovation zeigt, dass ein modular aufgebautes Erweiterungsset mit der Möglichkeit der Laderegulierung über Sonnenenergie für einen Elektrorollstuhl die Reichweite und damit die Unabhängigkeit an die Ladeinfrastruktur betroffener Rollstuhlfahrer erhöht. Durch die Nutzung der Sonnenenergie kann auch für weite Strecken auf wie sonst üblich größere Batterien verzichtet werden. Sowohl

- der mechanische Aufbau, als auch
- die notwendigen Verdrahtungs- und Programmierarbeiten
- die Integration der Messtechnik zur Leistungsdatenerfassung und für das Aufzeichnen der Messwerte
- das Einbinden des PV-Panels und Ladereglers

sind abgeschlossen.

Des Weiteren konnten erste vielversprechende Testfahrten auch von MS-Betroffenen absolviert werden.

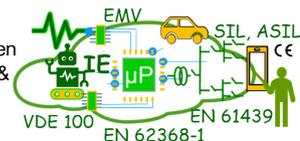
Es wurde das Laden mit Solarstrom unter verschiedenen Bedingungen untersucht. Die Gesamtleistungsaufnahme des Rollstuhls liegt bei ca. 165 W. Bei sonnenreichen Tagen mit ca. 100 W Ladeleistung ist eine deutliche Wegstreckenverlängerung gut realisierbar. Über eine erste Kleinserie durch die Unterstützung eines Industrieunternehmens und dem Voranbringen der Innovation würden sich die Autoren und die DMSG sehr freuen.

## Literatur

- [1] Mertens K.: "Photovoltaik; Lehrbuch zu Grundlagen, Technologie und Praxis" Carl Hanser Verlag München, 4. aktualisierte Auflage, Leipzig, 2018
- [2] Häberlein H.: "Photovoltaik; Strom aus Sonnenlicht für Verbundnetze und Inselanlagen" AZ Fachverlag, 1. Auflage, Aarau, 2007
- [3] Reindl L., Schürfer E., Zagar B.: „Elektrische Messtechnik; Messung elektrischer und nichtelektrischer Größen“ Carl Hanser Verlag München, 13. Vollständig überarbeitete Auflage, München, 2022
- [4] Liebold F.: Vorlesungsskript „Drehstromverteilsysteme 2024“ Duale Hochschule Gera-Eisenach

## Kontakt:

Prof. Dr.-Ing. Falk Liebold  
Duale Hochschule Thüringen  
Fachgebiet Elektrotechnik &  
Industrielle Elektronik  
falk.liebold@dhge.de



# Sensorboard für die Phasenanschnitt- und Wellenpaketsteuerung

*Helmerich, Jonas<sup>1,2</sup>, Liebold, Falk<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Duale-Hochschule Gera-Eisenach, Fachgebiet Elektrotechnik und Industrielle Elektronik, Weg der Freundschaft 4, 07546 Gera, Deutschland*

<sup>2</sup>*Preh GmbH, HW-Engineering, Schweinfurter Straße 5-9, 97616 Bad Neustadt a. d. Saale, Deutschland*

## Zusammenfassung

Es wurde ein Demoboard entwickelt, welches die Phasenanschnittsteuerung und Wellenpaketsteuerung an Kondensatormotoren visuell durch Sensormesstechnik veranschaulicht. Dabei kommen optoelektronische Sensoren, Hall-Sensoren und Hysteresebremsen zum Einsatz. Das entwickelte Sensorboard steuert zwei Kondensatormotoren an, deren Last über Hysteresebremsen einstellbar ist. Die Ansteuerungsverfahren wurden in einem STM 32 Controller umgesetzt. Spannungs- und Stromverläufe werden digitalisiert und auf dem Touchdisplay visualisiert.

**Keywords:** Kraft- und Drehmomentsensoren, Optische und Infrarot-Sensoren, Zustandsüberwachung, Signalverarbeitung, Systemdesign, Motoransteuerung, Strommessung, Hall-Sensoren, elektrische Sicherheit

## Einführung

Elektromotoren sind fundamentale Bauelemente in zahlreichen industriellen Anwendungen, Haushaltsgeräten und Verkehrsmitteln, die unseren modernen Alltag antreiben. Ihr Einsatzbereich erstreckt sich von kleinen elektronischen Geräten bis hin zu leistungsstarken industriellen Maschinen. Eine Schlüsselrolle bei der Optimierung der Leistungsfähigkeit von Elektromotoren spielen dabei die Drehmoment- und Drehzahlregelung. Diese beiden Aspekte sind entscheidend, um die Effizienz, Präzision und Flexibilität von Elektromotoren zu maximieren und den Anforderungen verschiedenster Anwendungen gerecht zu werden. Die Drehmomentregelung ermöglicht die präzise Steuerung der Kraft, die der Elektromotor auf eine Last ausübt. Dies ist von großer Bedeutung, da unterschiedliche Anwendungen unterschiedliche Drehmomente erfordern. Sei es bei der Bewegung eines Förderbands, der Rotation eines Roboter gelenks oder dem Antrieb eines Elektrofahrzeugs – eine gezielte Anpassung des Drehmoments ist unerlässlich, um die gewünschte Leistung zu erzielen. Gleichzeitig spielt die Drehzahlregelung eine ebenso wichtige Rolle, indem sie die Rotationsgeschwindigkeit des Motors präzise steuert. Dies ist besonders relevant in Anwendungen, bei denen eine genaue Geschwindigkeitskontrolle erforderlich ist, wie beispielsweise in der Automobilindustrie, in Pumpensystemen oder in der Robotik.

Verschiedene Motorarten haben verschiedene Arten Drehmoment und Drehzahl zu regeln. Drehstrommotoren können per Frequenzumrichter in der Drehzahl, oder per Feldorientierter Regelung im Drehmoment gestellt werden, wohingegen Gleichstrommotoren per Pulsweitenmodulation gesteuert werden können.

In üblichen Haushaltsgeräten wie Waschmaschinen oder Klimaanlage, sowie in der Haustechnik in Rollläden oder Rolltoren werden Kondensatormotoren eingesetzt. Auch diese Motoren müssen steuerbar sein. Insbesondere bei Rolltoren ist ein präzises Drehmoment von großer Bedeutung. Es sollte ausreichend hoch sein, um eine reibungslose Bewegung des Tores zu gewährleisten. Gleichzeitig ist es essenziell, dass das Drehmoment nicht übermäßig hoch ist, um potenzielle Verletzungen zu vermeiden, falls eine Person zwischen das Tor gerät. Es gibt zwei Verfahren um die Leistung, und somit das Drehmoment von Kondensatormotoren zu steuern, die Phasenanschnittsteuerung und die Wellenpaketsteuerung.

## Zielstellung

Das Ziel dieser Arbeit bestand darin, ein Demoboard für die Steuerung von Phasenanschnitt und Wellenpaketsteuerung mit Kondensatormotoren zu entwickeln, um eine vergleichende Darstellung dieser Verfahren zu ermöglichen. Das Demoboard soll mit zwei Kondensatormotoren ausgestattet



Abb. 1). Um die Motorströme verlustfrei zu messen, wird ein Hall-Effekt-Sensor vom Typ ACS724KMA von Allegro eingesetzt. Dieser integrierte Schaltreis (engl. Integrated Circuit, IC) misst den Strom über den Hall-Effekt und gibt eine zum Strom proportionelle Spannung aus (siehe Abb. 2).

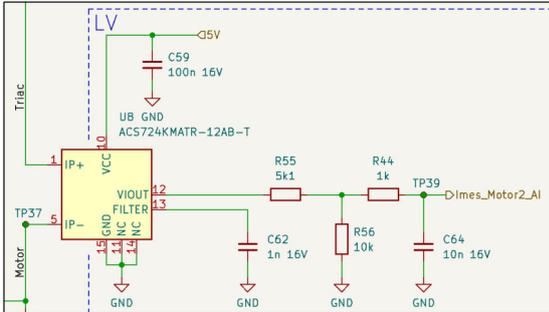


Abb. 2: Messung des Stromes mit Hall-Sensor

Zum Messen der Netzspannung wie auch der Motorspannungen wird der AMC1100DWV, ein Isolationsdifferenzverstärker von Texas Instruments, verwendet (Siehe Abb. 3).

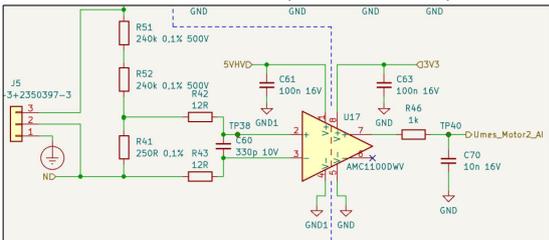


Abb. 3: Messschaltung Netzspannung

Damit die Drehzahl der Motoren gemessen werden kann, werden zwei externe Drehzahlsensoren benötigt. Der Drehzahlsensor wird direkt über der Motorwelle platziert. Die Motorwelle wird auf der Höhe des Sensors im Umfang zur Hälfte schwarz lackiert. Die Infrarot-LED des Photounterbrechers sendet kontinuierlich Licht aus. Dieses wird von der unlackierten Seite der Motorwelle reflektiert und erreicht den Phototransistor des Unterbrechers (siehe Abb. 4). Aus der Signalfrequenz kann schnell auf die Drehzahl geschlossen werden.

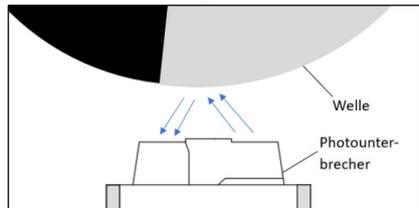


Abb. 4: optische Drehzahlmessung

Die Bremssteuerung erfolgt über Hysteresebremsen und eine einstellbare Konstantstromquelle [5]. Durch die hohen Datenraten bei der Signalverarbeitung beim verwendeten Display

Serial Interface (DSI) gelten für die Leiterbahnen besonders hohe Anforderungen und müssen impedanzkontrolliert ausgelegt werden.

Die Software für die Steuerung wurde in der STM32CubeIDE geschrieben. Im ersten Schritt wurde die Pinbelegung mittels STM32CubeMX festgelegt, sowie die Timer und externen Schnittstellen eingestellt. Aufgabe der Software ist es, die Messdaten zu erfassen und im Display wiederzugeben. Um einen genauen Verlauf zu erhalten, werden 50 im gleitenden Mittelwert vorgefilterte Werte pro Halbwelle bei einer Netzfrequenz von 50 Hz dargestellt. Die Analog-Digital-Wandler (ADCs) sind auf eine Auflösung von 12 Bit und Wandlungszeit von 0,8 µs eingestellt. Die Werte werden alle 200 µs per Timer-Interrupt eingelesen und in eine globale Variable abgelegt. Sobald diese Variable voll ist, wird ein Flag gesetzt, um dies zu signalisieren. Anschließend werden die Werte ausgelesen und an die Oberfläche weitergegeben. Der Programmablaufplan der Interrupt-Service-routine (ISR) ist in folgender Abb. 5 zu sehen.

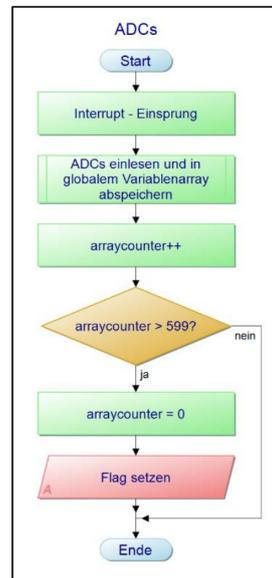


Abb. 5: Programmablauf der Interrupt Serviceroutine

### Ergebnisse

Der aufgebaute Prüfstand ist in Abb. 6 zu sehen und besteht aus 1. Hysteresebremse, 2. Planetengetriebe um die Drehzahl anzuheben und 3. Kondensatormotor.

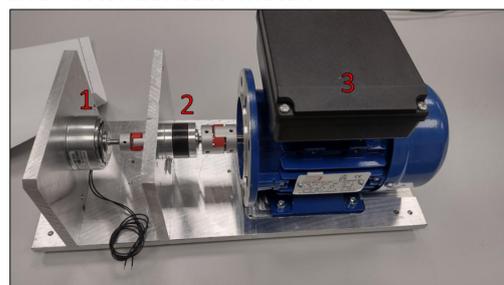


Abb. 6: Prüfstand mit Hysteresebremse (1), Planetengetriebe (2) und Kondensatormotor (3)

Das erprobte und entwickelte Sensorboard ist in Abb. 7 dargestellt.

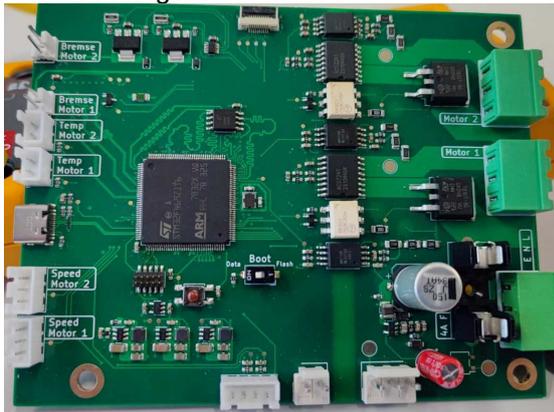


Abb. 7 Sensorboard zur Ansteuerung der Motoren (li. I/O zu Motor und Sensorik, re. 230 V Seite mit galvanischer Trennung über opto-Triacs)

Die Wellenpaketsteuerung funktioniert mit ohmschen und induktiven Lasten.

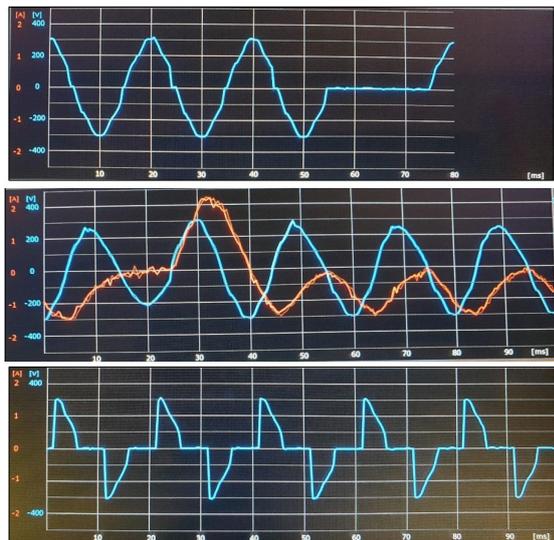


Abb. 8 Wellenpaketsteuerung und Phasenanschnitt an ohmscher und induktiver Last.

In Abb. 8 ist die Ansteuerung einer ohmschen Last (oben) und eines Kondensatormotors (Mitte), sowie Phasenanschnitt an einer ohmschen Last auf dem Touchdisplay mit Spannung (blau) und Strom (rot) als Funktion der Zeit dargestellt.

Die GUI ist intuitiv aufgebaut und stellt Spannungs- und Stromverläufe dar. Die Motoren können darüber ein- und ausgeschaltet, sowie die Bremskraft für Hysteresebremse eingestellt und die Drehzahl eingelesen werden (siehe Abb. 9).

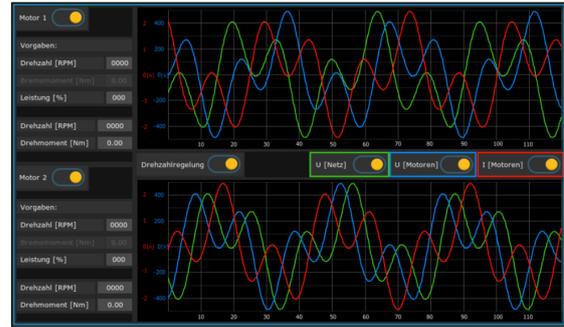


Abb. 9 Display Oberfläche der GUI

## Zusammenfassung

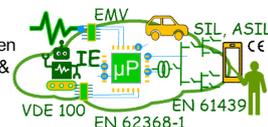
Das Ziel der Arbeit bestand darin, ein Demoboard für die Steuerung von Phasenanschnitt und Wellenpaketsteuerung bei Kondensatormotoren zu entwickeln, um die beiden Ansteuerverfahren vergleichend darzustellen. Ein zentraler Aspekt war die Entwicklung einer Steuereinheit, die die Ansteuerung der Motoren und Bremsen übernimmt, sowie die Erfassung und Visualisierung der Messdaten ermöglicht. Für die Steuereinheit wurde ein Schaltplan und ein Layout unter Beachtung der geltenden Schutzmaßnahmen erfolgreich erstellt. Beim Layout wurde außerdem auf eine Wahrung der Signalintegrität im Falle von hochfrequenten Datenleitungen geachtet. Die im Rahmen der Arbeit geschriebene Software ermöglicht Messdaten zu erfassen und über ein Display zu visualisieren. Der Nutzer kann über Elemente auf dem Display Betriebsparameter einstellen und so die beiden implementierten Ansteuerverfahren miteinander vergleichen. Das Demoboard stellt ein umfassendes Anschauungsobjekt dar, um die Ansteuerverfahren zu vergleichen.

## Literaturnachweis

- [1] Kahlhorn, Peter, Drehstrommotor mit Kondensator; Kahlhorn Technischer Handel April 2024
- [2] Liebold, Falk; Vorlesungsskript, Drehstromtechnik und Grundlagen der Elektronik 2024, Duale Hochschule Gera-Eisenach
- [3] STMicroelectronics (Aug 2018): "Snubberless™, logic level and standard 8 A Triacs", Rev 15, Datenblatt
- [4] LiteOn (Jun 2016): "MOC3052 SERIES", Rev E, Datenblatt
- [5] Magtrol (Jan 2023): "HB Hysteresebremsen und MHB Abgegliche Bremsen", Datenblatt

## Kontakt

Prof. Dr.-Ing. Falk Liebold  
Duale Hochschule Thüringen  
Fachgebiet Elektrotechnik &  
Industrielle Elektronik  
falk.liebold@dhge.de



# Additive Manufactured Capacitive Displacement Sensor Concept for Adaptive Pin-Array Gripper

*Steffen Schröder<sup>1</sup>, Thomas M. Wendt<sup>1</sup>, Stefan J. Rupitsch<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Offenburg University of Applied Sciences, Work-Life Robotics Institute, 77652 Offenburg, Germany

<sup>2</sup>University of Freiburg, IMTEK - Department of Microsystems Engineering, 79110 Freiburg, Germany

## Abstract

This research presents a capacitive displacement sensor concept for use in a pin array gripper. The sensor measures the displacement of individual pins with a plate capacitor structure. The pin is movably positioned between the electrodes. The capacitive displacement sensor is constructed with sensing, guiding, and shielding electrodes. A homogeneous electric field is achieved between the capacitor plates to ensure a linear change in capacitance. A shielding concept for the sensor has been evaluated to minimize external interference and mutual interference between the individual displacement transducers. This ensures stable operation and reliable displacement measurements of the individual pins. The design of the concept for additive manufacturing offers advantages in terms of customization and implementation on different pin gripping systems, as well as a compact design. A test sensor was additive manufactured. The newly developed sensor was tested in an experimental setup to ensure functionality and comparing the sensory behavior with the simulations.

**Keywords:** Capacitive sensing, additive manufacturing, pin-array gripper.

## Introduction

Robots are utilized in numerous applications due to their versatility, which makes them suitable for a wide variety of tasks. A challenge for modern gripping systems is the handling and gripping of various objects. A variety of gripping systems are available, including parallel jaw grippers, vacuum grippers, human hand grippers and pin-array grippers [1], [2]. Pin-array gripping systems consist of several individual pins that can move independently of each other and adapt to various structures [3]. These increase contact friction between the gripper jaw and the object. They withstand shear forces due to the flexibility of the pins in one direction. This distinguishes them from conventional compliant structures that deform evenly in all directions, such as foams, silicones and other soft materials.

## Motivation

Adaptive pin-array gripper in robotic applications promise improved efficiency and the ability to deal with uncertainties in the positioning of objects and surface geometries. This increases versatility and adaptability to meet the demands of various tasks in different industries. Advanced sensors in gripping systems are important to ensure precise and safe handling. In [4], a vision-based approach tracks the movement of each pin and

estimates the displacement. Environmental interferences, such as shadows and reflections, are disturbing factors for camera solutions. Vision systems often require special lighting and optics, which increases the size of the entire system.

## Concept and working principle

The exploited sensor concept is based on a grounded parallel plate capacitor. A parallel plate capacitor is created by applying different potentials to two electrodes, generating an electric field between them. Without taking into account stray fields, the capacitance  $C$  of a plate capacitor can be calculated by

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{d}. \quad (1)$$

In (1),  $\epsilon_0$  represents the permittivity of vacuum space,  $\epsilon_r$  the relative permittivity of the dielectric material,  $d$  the distance between the electrodes, and  $A$  the area of the sensing plate. The capacitance of a parallel plate capacitor is affected by the geometry of the electrodes, the distance between the plates, and the dielectric properties of the material. The change in dielectric properties is the basic working principle of the presented sensor design. The space between the plates consists of two different materials and can be thought of as two parallel capacitors. The current location of

the pin divides the two capacitors horizontally into one containing air and the other containing the pin material. Moving the pin causes the total capacitance to change due to the changing material. Consequently, we can determine the pin position by measuring the capacitance.

COMSOL Multiphysics was used for the finite element method (FEM). The simulations were performed with polylactic acid (PLA) as pin material with an  $\epsilon_r$  of 2.8. This value is based on the results of [5], [6].

The concept builds on previous work from [7], in which a capacitive level sensor was designed. The sensor includes sensing, shielding, guiding electrodes and a ground electrode. The ground electrode is located on the opposite side of the sensing electrode and forms the parallel plate capacitor. The sensor concept is shown in Fig. 1.

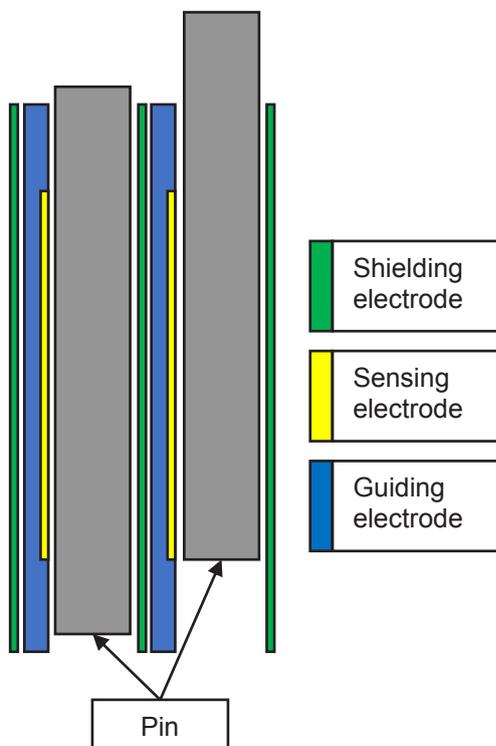


Figure 1: Displacement sensor concept for a two-pin gripper.

The electric field of the sensing electrode is directed within the measuring range and edge effects are minimized due to the arrangement of the guiding electrode. Fig. 2 shows the simulated homogeneous electric field in the relevant measuring area. Linearity, precision, and accuracy are achieved through this concept. The grounded shielding electrodes protect the sensor from external influences and prevent mutual interference between the individual pin sensors.

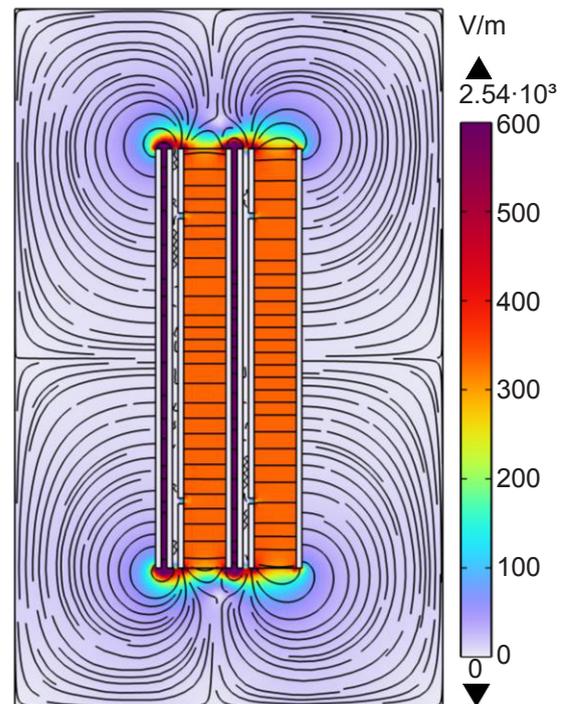


Figure 2: Simulation of the electric field for the two-pin sensor concept.

### Test Sensor Design

A test sensor was designed for proof of concept. The sensor is 20 mm wide, 30 mm long and 5.4 mm thick. All electrodes have a thickness of 0.4 mm. The guiding electrode is divided into two parts i.e., guiding electrode A and B. The sensing electrode is 10 mm in width and 20 mm in length. The guiding electrode A is arranged in a U-shape around the sensing electrode. A wire is connected to the sensing electrode through a 1.4 mm notch. A thickness of 0.4 mm PLA for Carrier A and Carrier B is sufficient to isolate the electrodes. The ground electrode on the opposite side is separated from the sensing side by Carrier C. This has a recess for a pin measuring 10 mm wide by 25 mm long and 3 mm thick. The design of the test sensor is shown in Fig. 3.

### Materials and Machine

The sensor was manufactured using Neotech AMT 15X SA with a layer height of 0.2 mm and 100% filling density. The 3D-printed sensor is made of PLA (ecoPLA, 3DJAKE) and conductive PLA from Protospasta. The conductive layers serve as electrodes.

Copper wires are applied to integrate the electrodes into the evaluation circuit. The test sensor as complete and partially with the sensing side is shown in Fig. 4.

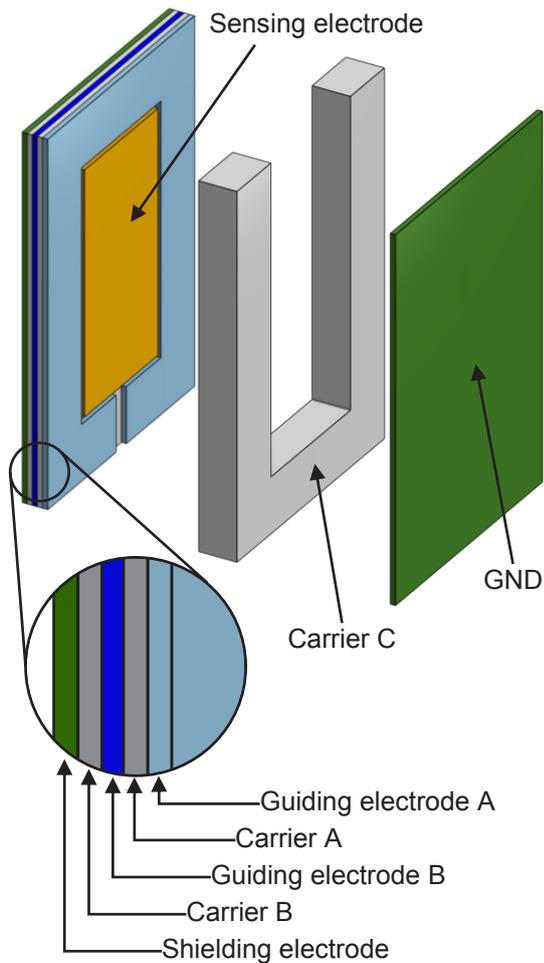


Figure 3: Design of the test sensor as partial explosion view.

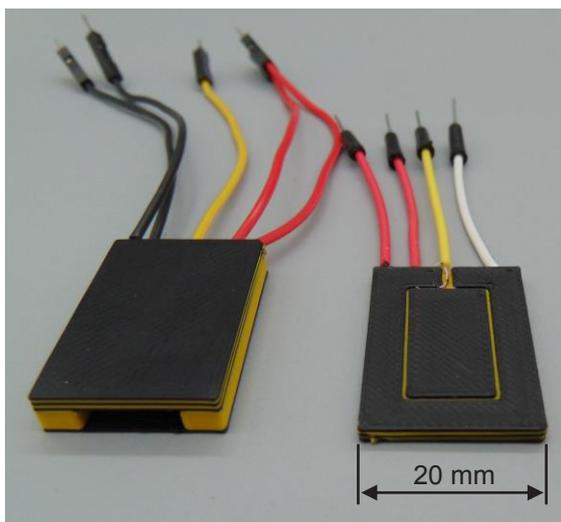


Figure 4: Additively manufactured test sensor as complete (right) and partially with only the sensing side (left).

### Experimental Setup

We evaluated the test sensor in an experimental setup to verify the results of the simulations. The sensors were connected to a capacitance-to-digital converter (CDC). The capacitance measurements were performed on the EVAL-AD7747 board. This board utilizes the AD7747 CDC to measure capacitance with high accuracy ( $\pm 10$  fF) and linearity ( $\pm 0.01\%$ ). The CDC has a port for active shielding connected to the guiding electrodes [8]. The evaluation board was connected to a PC where the data was collected and analyzed in MATLAB. The setup is shown in Fig. 5.

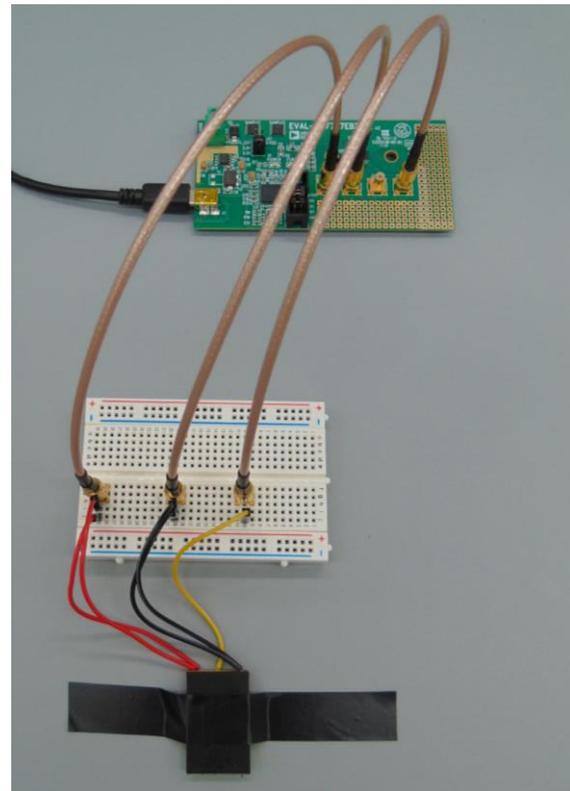


Figure 5: Experimental setup with the EVAL-AD7747 board (top) and the sensor (bottom).

Different Pins with a ranging length from 1 mm to 30 mm were put inside the sensor for the measurements. This is used to recreate a pin displacement. 100 measurements are taken for the capacitance for each pin length and for no pin. Fig. 6 shows three of the 30 pins.

### Results

An experiment was conducted to compare the simulated capacitance with the measurement of the fabricated sensor. Fig. 7 shows the capacitance related to the pin length.

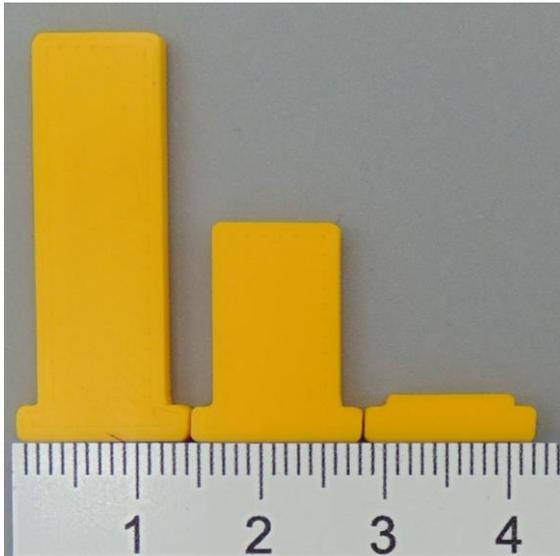


Figure 6: Pins for the experimental setup with a length of 30 mm (left), 15 mm (middle) and 1 mm (right).

The operating range of the sensing electrode starts at 5 mm and extends to 25 mm due to the sensor design. The measured values for the fabricated sensor have a standard deviation ranging from 6.2 fF to 55.6 fF.

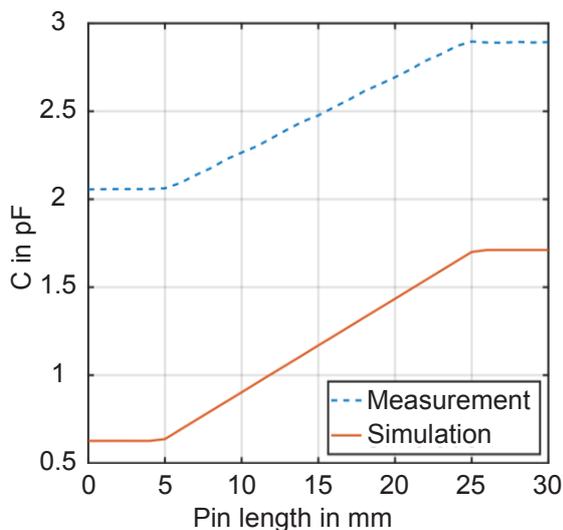


Figure 7: Simulated and measured capacitance of the sensor with different pin lengths.

### Discussion

Fig. 7 shows an offset between the simulated and measured values of the sensor of 1.461 pF. The offset is due to the parasitic capacitance of the connecting wires, which were excluded from the simulation. The average deviation of the measured capacitance change between a displacement from 0 mm to 30 mm is 0.248 pF or 22.85%, compared to the simulation. This deviation

mainly stems from deviating material parameters and geometric deviations due to manufacturing tolerances. The  $\epsilon_r$  of 2.8 determined from other studies and used for the simulation does not appear to be correct in this case. There are different causes for the deviation: the different printer, filament, material batch, ambient conditions during production or the infill structure. With the exception of the pitch error related to the inaccurate  $\epsilon_r$ , the measurements confirm the simulation. The sensor shows an approximately linear behavior in the relevant measurement area. Capacitance fluctuations at the edges of the sensing electrode due to fringing field effects could be minimized by applying guiding electrodes.

### Conclusion

A capacitive displacement sensor concept for pin-gripper was designed, simulated, fabricated and evaluated. The sensor was manufactured using 3D printing, which opens up new design possibilities. This allows for the creation of complex components with integrated capacitive displacement sensors. The sensors can be scaled and customized for new applications. The experimental results confirm the simulation and the functionality of the fabricated sensor.

### Future Work

The dielectric properties of PLA need to be studied in more detail to enable more accurate simulations. The effects of different geometries, materials other than PLA, and printing parameters such as layer height, infill pattern, or nozzle diameter will be the subject of future research.

A future research study will investigate real gripping scenarios using a scaled version of the sensor concept that consists of several pin sensors, as shown in Fig. 8.

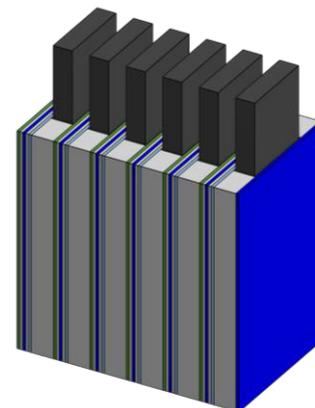


Figure 8: Scaled version of the sensor concept for further investigations.

## Acknowledgement

Funded by the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG, German Research Foundation) – 426605889

## Literature

- [1] J. Hernandez *et al.*, “Current Designs of Robotic Arm Grippers: A Comprehensive Systematic Review,” *Robotics*, vol. 12, no. 1, Art. no. 1, Feb. 2023, doi: 10.3390/robotics12010005.
- [2] P. Khadkotkar and A. K. Mishra, “Short Review on Gripper System: Introduction, Types and Applications,” vol. 13, no. 2.
- [3] A. Mo, H. Fu, and W. Zhang, “A Universal Gripper Base on Pivoted Pin Array with Chasing Tip: 11th International Conference, ICIRA 2018, Newcastle, NSW, Australia, August 9–11, 2018, Proceedings, Part II,” 2018, pp. 100–111. doi: 10.1007/978-3-319-97589-4\_9.
- [4] W. Hasan, L. Gerez, and M. Liarokapis, “Model-Free, Vision-Based Object Identification and Contact Force Estimation with a Hyper-Adaptive Robotic Gripper,” in *2020 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems (IROS)*, Las Vegas, NV, USA: IEEE, Oct. 2020, pp. 9514–9520. doi: 10.1109/IROS45743.2020.9340952.
- [5] I. Kuzmanić, I. Vujović, M. Petković, and J. Šoda, “Influence of 3D printing properties on relative dielectric constant in PLA and ABS materials,” *Prog Addit Manuf*, vol. 8, no. 4, pp. 703–710, Aug. 2023, doi: 10.1007/s40964-023-00411-0.
- [6] C. Dichtl, P. Sippel, and S. Krohns, “Dielectric Properties of 3D Printed Polylactic Acid,” *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2017, p. e6913835, Jul. 2017, doi: 10.1155/2017/6913835.
- [7] N. Hangst, S. Schroeder, T. M. Wendt, L. Stiglmeier, P. Gawron, and U. B. Himmelsbach, “Design of a Grounded Low-Cost Capacitive Liquid Level Sensor for Robotics Applications, especially in the Field of Gastronomy,” in *Sensors and Measuring Systems; 21th ITG/GMA-Symposium*, May 2022, pp. 1–5.
- [8] Analog Devices, “AD7747 24-Bit Capacitance-to-Digital Converter with Temperature Sensor Datasheet.” 2007.

# Development and Setup of an Optical Dynamic Scanning Calorimetry Setup for Modern Material Science at High Temperatures

*Matthias Zipf<sup>1</sup>, Amir Narymany Shandy<sup>1</sup>, Jochen Manara<sup>2</sup>, Frank Hemberger<sup>2</sup>, Jürgen Hartmann<sup>1,2</sup>*  
<sup>1</sup>Technical University of Applied Sciences Würzburg-Schweinfurt, Münzstraße 12, 97070 Würzburg (Germany)

<sup>2</sup>Center for Applied Energy Research (CAE), Magdalene-Schoch-Straße 3, 97074 Würzburg (Germany)

## Abstract

In modern high-temperature material science, currently a reliable measurement method for determining the specific heat capacity at temperatures far above 1000 °C is still lacking. In order to close this knowledge gap, a new measurement apparatus based on the differential scanning calorimetry method (DSC) is to be developed as part of the OptiMa project. Therein, radiation thermometry is used for the temperature measurement and various heating techniques will be examined.

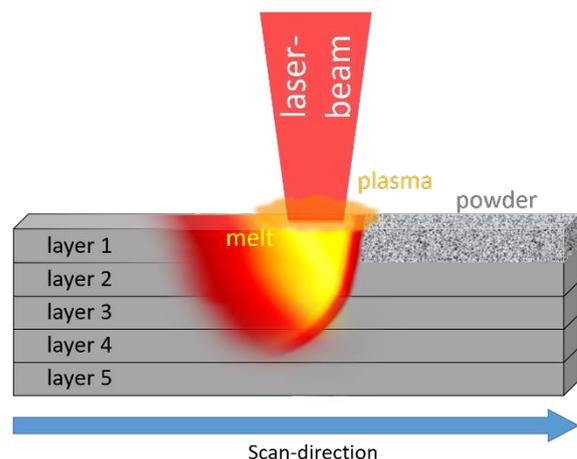
**Keywords:** High-temperature applications, thermal analysis, differential scanning calorimetry, non-contact temperature measurement, radiation thermometry.

## Motivation and Objectives of the Project

In many areas, modern materials science is of great importance for research and development projects. In additive manufacturing techniques, such as selective laser melting (SLM; cf. Fig. 1), material is melted locally at high temperatures using a laser beam. The goals of current development herein are to increase precision and improve process control. In order to increase the efficiency of thermal energy conversion processes, an increase in the process temperature is necessary, but this requires the development of high-temperature stable materials. Under operating conditions in gas turbines, the temperature of the ceramic thermal barrier coating (TBC; cf. Fig. 2) of the modern turbine blades is sometimes far above the melting point of the material of the metallic substrate.

The exact knowledge of the material parameters at high temperatures of 1000 °C to over 2000 °C is necessary for the reliable prediction of the behavior of various materials under the extreme operating conditions in the above-mentioned applications, for example. In particular, the thermal diffusivity and the specific heat capacity are of great relevance. To determine the thermal diffusivity, the laser flash method can be used as a verified measurement method even at high temperatures above 2000 °C. The specific heat capacity can already be measured reliably at temperatures below

1000 °C using the differential scanning calorimetry (DSC) method. However, for temperatures significantly above 1000 °C, there is currently no reliable measurement method available, that provides verified information about the specific heat capacity of material samples.



*Fig. 1: Graphic illustration of the selective laser melting process (SLM) in additive manufacturing.*

Therefore, the aim of the project *Optical Differential Scanning Calorimetry for Modern Material Research at High Temperatures (OptiMa)* is to remedy this lack of information in

the future. As part of this project, the DSC method is to be further developed for use at temperatures between 1000 °C and over 2000 °C.

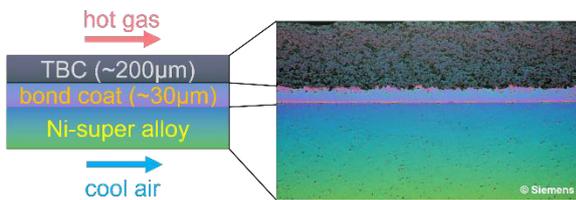


Fig. 2: Typical, of several layers consisting structure of thermal barrier coatings (TBC) on modern gas turbine blades.

### Principle of differential scanning calorimetry

Differential scanning calorimetry is a method for determining the specific heat capacity. A typical measurement setup is shown schematically in Fig. 3. The material sample to be analyzed is inserted into a crucible, which is placed in the measuring cell together with an empty reference crucible. The entire measuring cell is heated with a specific temperature profile (e.g. continuous or stepwise increase). The temperatures of the heater ( $T_0$ ), of the sample crucible ( $T_S$ ) and of the reference crucible ( $T_R$ ) are measured and the temperature difference ( $\Delta T$ ) between the crucibles is determined (cf. Fig. 4). A change in the course of the temperature difference indicates differences in the absorption of thermal energy and can be used to determine the specific heat capacity of the material sample under investigation after careful calibration of the setup [1][2][3].

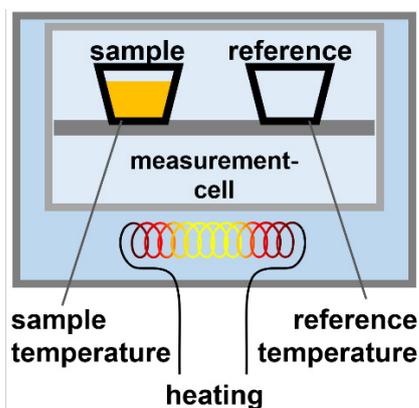


Fig. 3: Schematic drawing of a typical measuring cell for differential scanning calorimetry [1][2][3].

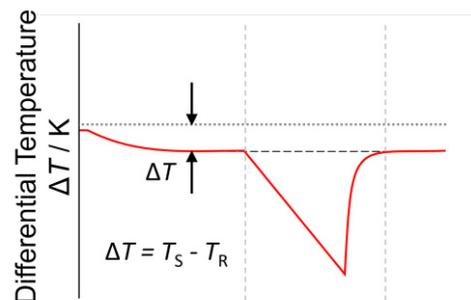
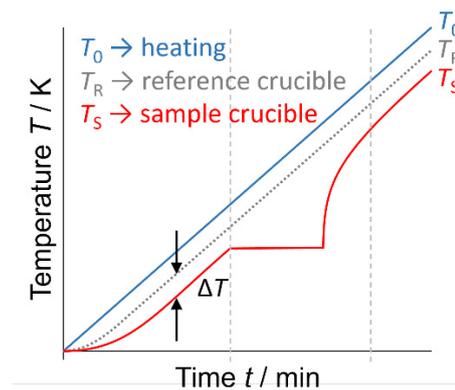


Fig. 4: Exemplary illustration of the course of the temperatures of the sample and reference crucible (top) and the differential temperature (bottom) during the heating process for a measurement using the differential scanning calorimetry method [1][2][3].

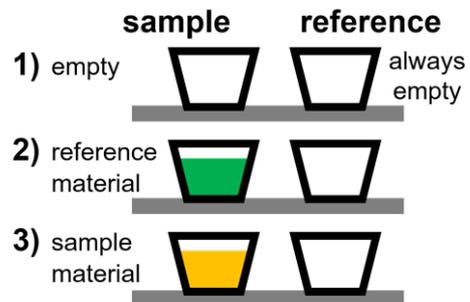


Fig. 5: Typical sequence of a measurement series using DSC:  
 1.) Empty measurement, both crucibles empty;  
 2.) Reference measurement, sample crucible: Reference material;  
 3.) Sample measurement, sample crucible: Sample material.

To calibrate the measurement cell (cf. Fig. 5), the measurement is carried out with two empty crucibles in a first step in order to obtain a baseline that takes into account the asymmetries of the setup. In the second step,

the sample crucible is filled with a reference material of known specific heat capacity - e.g. sapphire. A calibration factor can be calculated from the result of this measurement, which can be used to determine the specific heat capacity of the sample under investigation [2][3][4].

### Planned measurement method

In most DSC systems today, thermocouples are used for the necessary temperature measurement. However, the measurement uncertainty of these contact temperature sensors increases at higher temperatures. In addition, their service life decreases significantly. Therefore, today, reliable DSC measurements are only possible up to a maximum temperature of 1500 °C [5][6].

The measurement method planned as part of the OptiMa project (cf. Fig. 6) therefore intends to replace these thermocouples with methods based on contactless radiation thermometry. Specifically, a spatially resolved temperature measurement is to be carried out using high-resolution thermographic cameras. In addition, radiation thermometers are also to be used for temperature measurement. In particular, their measurement signal is to be used for heating control.

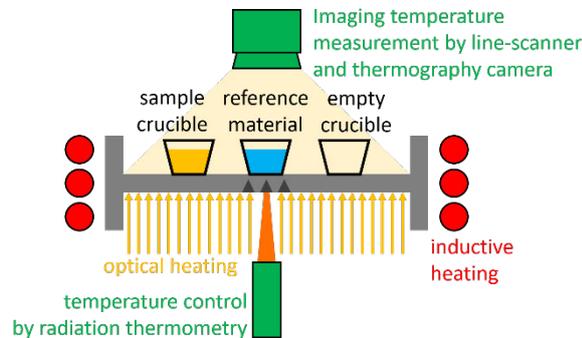


Fig. 6: Schematic drawing of the planned measurement setup for differential scanning calorimetry with temperature measurement by radiation thermometry and using a triple cell sample holder design as well as different heating techniques.

In addition to non-contact temperature measurement, several methods of sample heating are being investigated as a part of the project. Firstly, the measurement system consisting of the sample holder and the crucibles is heated inductively. For this purpose, the sample holder is made of electrically conductive and also high temperature stable material, e.g. graphite. In addition, the usability

of an optical heating method for the sample holder system using laser radiation and a conventional electrical heating method using resistance-heating elements will also be investigated.

Furthermore, as part of the further developed DSC method, sample holders using a triple-cell design are to be applied. As a result, it will be possible to reduce the number of required single measurements. In addition to the sample measurement, only one reference measurement (all crucibles empty) is needed instead of two required reference measurements in a classic two-cell DSC system [7][8].

### Experimental measurement setup

The central element of the new measuring setup for optical differential scanning calorimetry (cf. Fig. 7) is a vacuum chamber mounted in a strut profile frame, which serves as a measuring cell and enables the heating of the samples to be examined in the absence of air. The surface of the measurement cell is temperature-stabilized in order to create a constant homogeneous radiation background to minimize the related measurement uncertainties. The measurement cell is equipped with several infrared-transparent windows. The measurement setup is also equipped with two movable traverses, which are used to mount measurement instruments such as thermographic cameras and radiation thermometers. Due to this combination, the samples to be examined can be observed from a variety of angles, and thus radiation thermometric measurement data can be recorded.

For heating the material samples to be examined, an induction heating system is used, which inductively heats the graphite sample holder following a predefined temperature course. In addition to inductive heating, sample heating using laser radiation is also being tested and evaluated as part of the project. The windows of the measuring cell therefore also allow the irradiation of a laser beam. In addition, the supporting strut profile frame is covered with opaque housing to ensure laser safety.

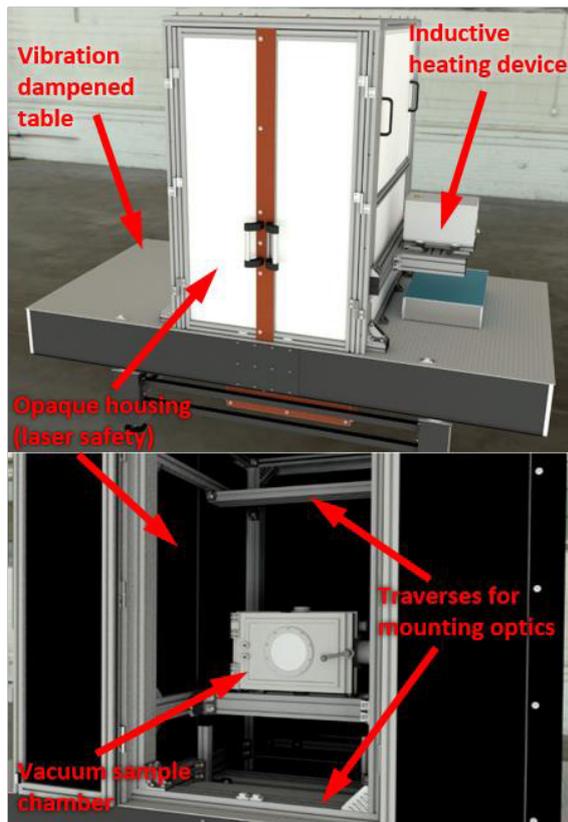


Fig. 7: Graphic depiction of the new measurement setup for optical differential scanning calorimetry.

#### Development of optimized sample holders

The sample holders used in the new DSC setup not only have to meet the requirements of the DSC measurement principle in terms of thermal conductivity, they also have to be selectively inductively heatable and also have to provide infrared-optical surface properties that are suitable for radiation thermometric temperature measurement. In order to meet all these requirements at the same time, specially adapted sample holders are also being developed for the new measurement setup. In order to optimize the sample holder geometry based on the triple-cell design according to the required properties, first detailed finite element simulations (cf. Fig. 8) are carried out so that design parameters can be varied without material loss. Using the knowledge gained from the simulations, sample holders are then manufactured for use in the first test measurements. In the course of this, the knowledge gained from the simulations can be verified in experiment.

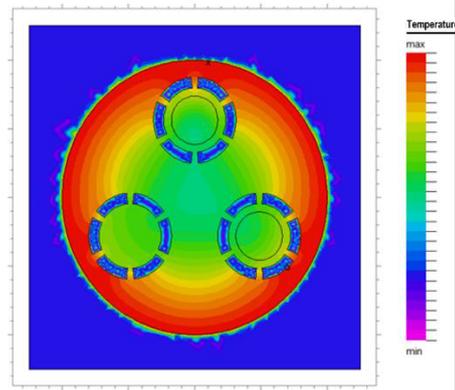


Fig. 8: Simulated temperature distribution on a variant of the investigated triple-cell sample holder design.

#### Acknowledgement

This research project (contract number: 13FH070KX0) is funded by the German Federal Ministry of Education and Research as part of the funding program Forschung an Fachhochschulen.

#### Literature

- [1] A. Frick, C. Stern, *DSC-Prüfung in der Anwendung, 2nd edition*, 2013; doi: 10.1007/978-3-446-43692-3
- [2] W. F. Hemminger, H. K. Cammenga, *Methoden der Thermischen Analyse*, 1989; doi: 10.1007/978-3-642-70175-7
- [3] *DIN EN ISO 11357-1:2017-02: Kunststoffe – Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC) – Teil 1: Allgemeine Grundlagen*; doi: 10.31030/2589772
- [4] *DIN EN ISO 11357-4:2021-05: Kunststoffe – Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Teil 4: Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität*; doi: 10.31030/3215266
- [5] A. Ulanovskiy, F. Edler, J. Fischer, P. Oleynikov, P. Zaytsev, A. Pokhodun, *International Journal of Thermophysics*, 36 (2015) 433-443; doi: 10.1007/s10765-014-1780-4
- [6] S. M. Sarge, E. Gmelin, G. W. H. Höhne, H. K. Cammenga, W. Hemminger, W. Eysel, *Thermochemica Acta*, 247 (1994) 129-168; doi: 10.1016/0040-6031(94)80118-5
- [7] B. Wunderlich, *Journal of Thermal Analysis*, 32 (1987) 1949-1955; doi: 10.1007/BF01913987
- [8] Y. Takahashi, *Pure And Applied Chemistry*, 69 (1997) 2263-2269; doi: 10.1351/pac199769112263

## Multigassensoren - Standardisierte Prüfanweisung und Prüfgase für VOC-Detektoren zur Innenraumluftgütemessung

### Schwerpunkt: C9

Carlo Tiebe<sup>1</sup>, Richard Fix<sup>2</sup>, Andreas Schütze<sup>3</sup>

1 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 12200 Berlin

2 Bosch Sensortec GmbH, Gerhard-Kindler-Straße 9, 72770 Reutlingen

3 Universität des Saarlandes, Postfach 15 11 50, 66041 Saarbrücken

### Zusammenfassung

Flüchtige organische Verbindungen (VOC, "Volatile Organic Compounds") sind ein wichtiger Parameter zur Bewertung der Luftqualität speziell in Innenräumen. Deren Bestimmung ist vergleichsweise komplex, da VOC ein Oberbegriff für viele verschiedene Verbindungen ist. Die Richtlinie VDI/VDE 3518 Blatt 4<sup>[1]</sup> (Entwurf) beschreibt eine vom Messprinzip unabhängige Prüfung sowie sinnvolle Prüfgasmischungen für VOC-Detektoren. Die Richtlinie schafft die Basis für vergleichbare Messungen mit Sensoren und Messsystemen für die Bestimmung von VOC Konzentrationen in Innenräumen.

### Einleitung

Die menschlichen Sinne umfassen das Hören, Sehen, Fühlen, Schmecken und Riechen. Unter diesen ist der Geruchssinn als einziger chemischer Natur, da er auf das Einatmen chemischer Substanzen reagiert. Der menschliche Geruchssinn ist kontinuierlich aktiv und äußerst empfindlich gegenüber geringen Mengen von Stoffen in der Luft, beispielsweise Odorierungsmitteln in Erdgas. Dies ermöglicht eine rasche Erkennung von Leckagen an Erdgasleitungen nach dem Austreten odorierten Gases durch jeden Einzelnen. Im Gegensatz dazu ist der menschliche Geruchssinn nicht in der Lage, Gase wie Wasserstoff (H<sub>2</sub>) oder Kohlenstoffmonoxid (CO) wahrzunehmen. Hier sind spezielle Messinstrumente erforderlich, die schnell auf potenziell gefährliche Stoffe hinweisen.<sup>[2, 3]</sup>

Die Zusammensetzung technischer Gase variiert stark, was den verstärkten Einsatz von Gassensoren zur Überwachung und Steuerung technischer Prozesse erforderlich macht. Dies gilt ebenso für die Produkt- und Qualitätskontrolle in Bereichen, die direkten Einfluss auf unser tägliches Leben und unsere Gesundheit haben. Hierbei sind Sensoren erforderlich, die Gase im relevanten Messbereich erfassen und bewerten können, einschließlich komplexer Gasgemische. Die Anforderungen an diese Sensoren sind hoch, da sie möglichst spezifisch sein müssen. Insbesondere für die Erfassung von Gasgemischen ist eine Kombination mehrerer Sensoren in Verbindung mit einer intelligenten Signalerfassung und -auswertung notwendig, um optimale Ergebnisse zu erzielen. Dabei werden hohe Standards in Bezug auf Zuverlässigkeit und Genauigkeit der Sensoren gesetzt.<sup>[2, 3]</sup>

### Was sind Multigassensoren?

Multigassensoren sind fortschrittliche Messinstrumente, die in der Lage sind, mehrere gasförmige Komponenten eines Gasgemischs zu unterscheiden, zu erkennen oder quantitativ zu erfassen. Sie ermöglichen somit die differenzierte Analyse von Gasgemischen. Diese Sensoren setzen sich aus einem oder mehreren Sensorelementen zusammen, die zu einem Sensorarray verbunden sind, oder sie bestehen aus einem Sensorarray sowie den erforderlichen Bauteilen für Steuerung, Signalauswertung und Datenspeicherung. Im Idealfall verwenden sie miniaturisierte Sensorelemente, die häufig auf einem der folgenden Prinzipien basieren:

- thermisch, wie Wärmeleitfähigkeitsdetektoren oder Wärmetönungssensoren (Pellistoren),
- elektrisch, durch Metalloxid-Sensoren oder amperometrische Sensoren,
- gravimetrisch, mittels mikromechanischer Cantilever,
- optisch, beispielsweise durch nicht-dispersive Infrarotsensoren,
- ionisierend, wie bei Photoionisationsdetektoren oder Ionenmobilitätsspektrometrischen Sensoren.

### Unser Beitrag zur Qualitätsinfrastruktur

Um einen klaren Überblick zu gewährleisten, ist es entscheidend, dass Sensoranwendende im Voraus wissen, welcher Sensor für welchen Messbereich und an welchem Ort am besten geeignet ist. Diese Frage ist oft nicht leicht zu beantworten und erfordert eine eingehende Betrachtung der spezifischen Vor- und Nachteile verschiedener verfügbarer Technologien. Die Richtlinienreihe VDI/VDE 3518, erarbeitet vom Fachausschuss Multigassensorik der VDI/VDE-Gesellschaft Mess- und Automatisierungstechnik, beschreibt einen systematischen Ansatz für die präzise und sichere Anwendung von Multigassensoren.

Blatt 1 definiert Begrifflichkeiten und beschreibt den generellen Aufbau von Gasmesssystemen für die Anwendungskategorien Komfort, Diagnose, Prozessüberwachung und Sicherheit.<sup>[4]</sup>

Blatt 2 definiert Leistungsmerkmale und Wertebereiche für die jeweiligen Anwendungen sowie Funktionalitäten und spezifiziert die durchzuführenden Prüfverfahren und deren Bewertung.<sup>[5]</sup>

Blatt 3 beschreibt das Anwendungsgebiet zu geruchsbezogenen Messungen mit Multigassensoren.<sup>[6]</sup>

Blatt 4<sup>[1]</sup> der Richtlinie ist für Sensoren und Messsysteme (gemeinsam als Detektoren bezeichnet), die VOC in der Gasphase detektieren und einen einzelnen oder mehrere Zahlenwerte ausgeben, welche die Innenraumluftgüte bezogen auf VOC beschreiben. Diese Zahlenwerte (Einzel- und/oder Summenparameter; ggf. ausgegeben als Farbskala) können die Konzentration bzw. den definierten VOC-basierten Luftqualitätsindex oder die Luftqualitätsklasse repräsentieren. Die Richtlinie gilt prinzipiell für alle Sensortechnologien, die VOC in der Gasphase messen (z. B. Metalloxidgassensoren, elektrochemische Zellen, Photoionisationsdetektoren etc.), und soll eine bessere Vergleichbarkeit der Messergebnisse unterschiedlicher Detektoren ermöglichen.

Diese Richtlinie führt den Begriff TVOC<sub>VDI</sub> ein mit dem Ziel, eine vom Messprinzip unabhängige Prüfung für VOC-Detektoren zu ermöglichen. Sensoren zum Nachweis von individuellen, gesundheitsschädlichen Grenzwertüberschreitungen werden von dieser Richtlinie nicht behandelt.

Zur Funktionsprüfung der Sensoren werden Prüfgasgemische definiert, die das Anwendungsszenario der Innenraumluftgütemessung realistisch wiedergeben. Die Testsequenz, in der die Detektoren mit diesen Prüfgasen beaufschlagt werden, berücksichtigt die anwendungsspezifische Variation der relevanten Umweltparameter, beispielsweise der Gasfeuchte oder typischer atmosphärischer Hintergrundgase.

Neben Prüfverfahren zur Funktion der Detektoren (Messbereich, Genauigkeit, Querempfindlichkeit) werden auch Prüfverfahren für potenzielle Sensorvergiftungen unter Anwendungsbedingungen, Lebensdauertests und Tests zur Prüfung der Langzeitstabilität bzw. Drift beschrieben. Diese Tests müssen ggf. spezifisch für die einzelnen Sensorprinzipien und Anwendungsszenarien sein.

Die Richtlinienreihe richtet sich als Leitfaden an Herstellende, Lieferanten und Nutzende, um umfassende Informationen und Erklärungen für die präzise und sichere Anwendung von Multigassensoren bereitzustellen. Zudem sollen einheitliche Rahmenbedingungen für die Beurteilung der Leistungsmerkmale von Multigassensoren sowohl für Hersteller, Kalibrier- und Prüflabore als auch Anwender geschaffen werden. Die Erarbeitung der Richtlinie wurde wissenschaftlich und messtechnisch durch Labormessungen und Feldtests im Projekt VOC4IAQ im Zeitraum 2021 bis 2023 abgesichert.<sup>[7]</sup>

## Danksagung

Die Autoren dieses Beitrages danken dem VDI/VDE Fachausschuss 4.64 Multigassensorik und dem Projektteam VOC4IAQ für die wertvolle Zusammenarbeit.

## Literaturnachweis (Formatvorlage)

- [1] VDI/VDE 3518 Blatt 4:2024-02, *Multigassensoren - Standardisierte Prüfanweisung und Prüfgase für VOC-Detektoren zur Innenraumluftgütemessung*, <https://www.vdi.de/3518-4>.
- [2] C. Tiebe, M. Hofmann, Immer mehr Multigassensoren *UmweltMagazin* **2019**, 49, 06, 21-22, <https://doi.org/10.37544/0173-363X-2019-06>.
- [3] C. Tiebe, S. Johann, S. Dessel, Prüfanweisung für Gassensoren *UmweltMagazin* **2021**, 51, 03-04, 41-42, <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/52445>.
- [4] VDI/VDE 3518-1:2011-05, *Multigassensoren - Begriffe, Aufbau und Arbeitsweise, Klassifizierung*, <https://www.vdi.de/3518-1>.
- [5] VDI/VDE 3518-2:2014-12, *Multigassensoren - Klassifizierung, Prüfung und Bewertung*, <https://www.vdi.de/3518-2>.
- [6] VDI/VDE 3518-3:2018-12, *Multigassensoren - Geruchsbezogene Messungen mit elektronischen Nasen und deren Prüfung* <https://www.vdi.de/3518-3>.
- [7] J. Amann, A. Schütze, C. Bur, Wissenschaftliche Absicherung einer Richtlinie zur Prüfung von Sensorsystemen für die Erfassung der Innenraumluftqualität auf Basis von VOC als Vorstufe für internationale Normen - VOC4IAQ. *Zenodo* **2023**, *Schlussbericht*, <https://doi.org/10.5281/zenodo.8237902>.

# Gasfeuchtemessung in der Normung

Carlo Tiebe<sup>1</sup>, John Davenport<sup>1</sup>, Andreas Lorek<sup>2</sup>, Stephen Garland<sup>2</sup>, Volker Schwanke<sup>3</sup>, Roland Wernecke<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM),

<sup>2</sup>Institute for Planetary Research, DLR, Rutherfordstraße 2, 12489 Berlin, Germany,

<sup>3</sup>dr. wernecke Feuchtemesstechnik GmbH

## Zusammenfassung

Schwefelhexafluorid (SF<sub>6</sub>) ist ein 22.800-mal stärkeres Treibhausgas als CO<sub>2</sub>, wird aber aufgrund seiner isolierenden Eigenschaften in Mittel- und Hochspannungssystemen wie Schaltanlagen eingesetzt. Voraussetzung für die Durchschlagfestigkeit ist ein geringer Wasserdampfgehalt. Viele aktuelle Feuchtigkeitssensoren zeigen jedoch eine Querempfindlichkeit gegenüber CO<sub>2</sub>. Diese Richtlinienarbeit zielt darauf ab, den aktuellen Stand der Technik zu erweitern und neue Erkenntnisse zu gewinnen. Abschließend erfolgt eine Erweiterung der Richtlinie zur Gasfeuchte-Messung VDI/VDE 3514.

**Keywords:** Gassensorik, Industrienormen, SF<sub>6</sub>.

## Einleitung

Das Gas Schwefelhexafluorid (SF<sub>6</sub>) ist eines der stärksten Treibhausgase mit einem Treibhauseffekt-Faktor von 22.800 gegenüber Kohlenstoffdioxid (CO<sub>2</sub>). [1] Aufgrund seiner Isoliereigenschaften wird es in Mittel- und Hochspannungsanlagen eingesetzt, u.a. immer noch in neuen Windkraftanlagen. Deshalb ist SF<sub>6</sub> in den Fokus der Europäischen Union gerückt und soll durch andere Gasgemische, die oftmals einen hohen CO<sub>2</sub>-Anteil enthalten, substituiert werden. [2] Ein wesentlicher Punkt, ist die Sicherstellung einer geringen Gasfeuchte in solchen Isoliertgasen, um die Durchschlagfestigkeit und die Vermeidung von Korrosion zu gewährleisten. [2, 3] Querempfindlichkeiten gegenüber CO<sub>2</sub> wurden bereits bei bestehenden Feuchtigkeitssensoren nachgewiesen. [4, 5]

## Richtlinien Entwicklungsarbeit

Ziel des WIPANO-Vorhabens „Normgerechte Feuchtemessung in Gasgemischen bei der Ablösung umweltschädlicher Gase in der Industrie (NORFEUGA)“ ist die Entwicklung und Validierung eines sensorgestützten Verfahrens zur Grenzwertkontrolle der Gasfeuchte in CO<sub>2</sub> bzw. in CO<sub>2</sub>-basierten Gasgemischen, um diese alternativ zu SF<sub>6</sub> sicher einsetzen zu können. Die Ergebnisse bilden die Grundlage für die Standardisierung der Feuchtemessung in Hochspannungsanlagen und für die Entwicklung und Qualifizierung von Messgeräten.

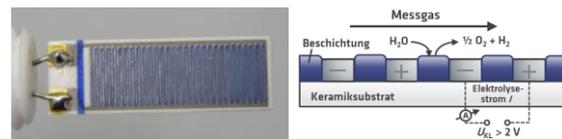


Abb. 1: Links: Beispiel Coulometrischer Sensor mit interdigitalen Elektroden zur Validierung von Feuchtemessungen in CO<sub>2</sub>. Rechts: Schematische Darstellung des Funktionsprinzips des coulometrischen Sensors.

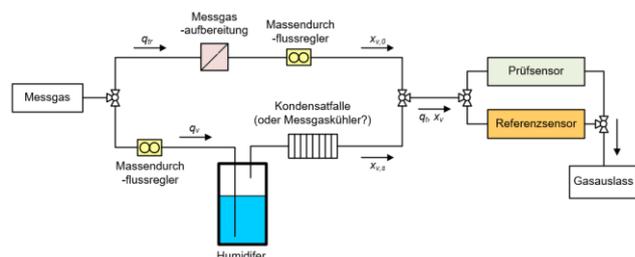


Abb. 2: P&ID einer allgemeinen Feuchtigkeitserzeugungs- und Messanordnung in Anlehnung an VDI/VDE 3514-3

Eine Aktualisierung/Erweiterung der in DIN 50450-1:1987-08 beschriebenen Aspekte soll ebenfalls mit der Erweiterung des Standes der VDI/VDE 3514er Richtlinienreihe [6-8] berücksichtigt werden. Die Norm deckt den Anwendungsbereich zur Bestimmung des Wasserdampf-Volumenanteils in den Gasen

Wasserstoff, Sauerstoff, Stickstoff, Argon und Helium mit einer Phosphorpentoxid-Zelle, elektrolytisches/coulometrisches Prinzip, VDI/VDE 3514-2 ab. Dabei strömt das zu untersuchende Gas mit einem bekannten Wassergehalt über einen coulometrischen Sensor. Abb. 1 zeigt ein Beispielfoto und ein Diagramm des Funktionsprinzips der coulometrischen Sensoren. Hier hängt der Widerstand der Beschichtung (blau) von der Feuchtigkeit ab und liefert einen Strom, anhand dessen die Feuchtigkeit gemessen werden kann. Abb. 2 zeigt ein P&ID einer allgemeinen Feuchtigkeitserzeugungs- und Messanordnung, in der die Feuchtigkeit durch Abkühlen von feuchtem Testgas und Zusammenführen mit trockenem Gas in kontrollierten Verhältnissen gesteuert wird.

Tab. 1: *Aktueller Stand der Anforderungen an SF<sub>6</sub> mit Daten aus DIN EN IEC 60480 (VDE 0373-2):2020-06 [7] und VDI/VDE 3514 Blatt 1. [8]*

| Beschreibung              | Größe und Einheit   |
|---------------------------|---|
| SF <sub>6</sub>           | > 97 Vol-%  |
| Luft oder CF <sub>4</sub> | < 30000 µL/L  |
| H <sub>2</sub> O          | $x_v < 200 \text{ ppm}_v$   |
| Mineralöl                 | < 10 mg/kg (äq. 10 ppm <sub>w</sub> )   |
| Säuregehalt               | < 50 µL/L gesamt) oder 12 µL/L für SO <sub>2</sub> + SOF <sub>2</sub> oder 25 µL/L für HF |

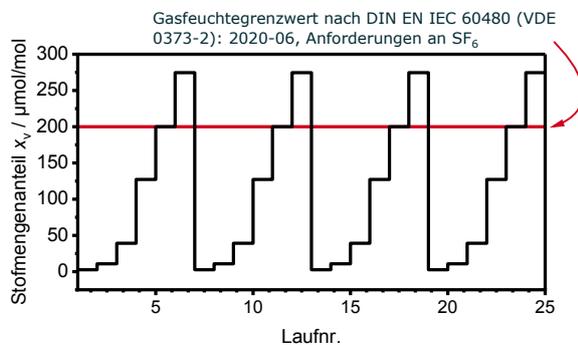


Abb. 3: *Prüfung/Kalibrierung von Hygrometern mit aufsteigenden Gasfeuchtegehalten, bei 2,5; 10; 40; 127; 200; und 275 µmol/mol.*

Sensoren werden mit einem Aufbau wie dem in Abb. 2 gezeigten getestet. Nach ausreichender Einstellzeit wird ein stabiles Messsignal erhalten. Die Tests umfassen diese Schritte: Überprüfung der Nullpunktanzeige mit „trockenem“ Gas (Restfeuchtegehalt kleiner als -80 °C Frostpunktemperatur bzw. 0,5 µmol/mol) sowie Überprüfung der Sensorantwortsignale bei verschiedenen Stoffmengenanteilen bis 275 µL/L bzw. 275 µmol/mol, wie in Abb 3 gezeigt. Dieser

angestrebte Messbereich basiert auf der Spezifikationsnorm für SF<sub>6</sub> als Schutzgas in elektrischen Betriebsmitteln DIN EN IEC 60480:2020-06 mit einem definierten Grenzwert von 200 µmol/mol, wie in Tabelle 1 gezeigt. [9] Die Messwerte werden dokumentiert und zur Auswertung herangezogen. Das Ziel des Vorhabens ist hier die Validierung zur Erweiterung des messtechnischen Einsatzbereiches und die Erweiterung des Anwendungsbereiches zur Gasfeuchtebestimmung in CO<sub>2</sub> als alternatives Betriebsmittel in elektrischen Anlagen.

Um die Erweiterung der Norm bearbeiten zu können wurde eine Reihe von industriellen Sensoren zum Überprüfen ausgesucht. Diese Sensoren unterteilen sich in zwei Gruppen: Sensoren für den Spurenfeuchtebereich (<300 ppm<sub>v</sub>) und für den höheren Feuchtebereich (>300 ppm<sub>v</sub>). Wobei diese Messbereiche, insbesondere für relative Feuchte-Sensoren, temperatur-abhängig sind.

Detaillierte Versuche der Sensoren für den Spurenfeuchtebereich unter Einfluss von CO<sub>2</sub> wurden bereits am DLR durchgeführt und die Daten werden gerade analysiert. Abb. 4 zeigt Beispielkennlinien für 3 parallelgeprüfte coulometrische Planarsensoren, die unter Luft und CO<sub>2</sub> getestet wurden. Die Feuchtwerte (in Frostpunkt dargestellt) wurden mit einem Taupunktspiegel Referenzmessgerät erfasst. Es ist im Diagramm deutlich zu sehen, dass eine in Luft gemessene Kennlinie nicht für Messungen in CO<sub>2</sub> ausreicht.

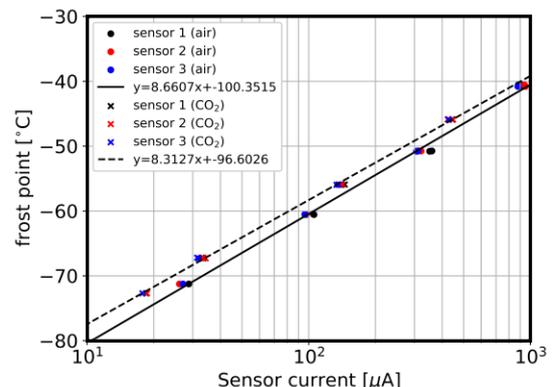


Abb. 4: *Beispielkennlinien für 3 parallelgemessene coulometrische Planarsensoren für Luft und für CO<sub>2</sub>.*

Die aktuelle Herausforderung, innerhalb Deutschlands und Europas schnell gemeinsame Grundlagen und Standards zu etablieren, kann effektiv durch die Verknüpfung von gremienunterstützter Richtlinienarbeit und praktischer Umsetzung in Zusammenarbeit mit

den beteiligten Unternehmen bewältigt werden. Dabei wird die konsensorientierte Gremienarbeit durch die gewonnenen praktischen Erkenntnisse unterstützt. Das Projekt erleichtert die Standardisierungsarbeit, indem es über die üblichen Dienstleistungen technischer Regelsetzer hinausgeht und somit die erforderlichen Arbeiten beschleunigt.

### Enhancement-Faktoren

Aus der Theorie ist bekannt, dass insbesondere zwischen Wasser und Kohlendioxid Wechselwirkungseffekte existieren. In der Hygrometrie beschreibt der Enhancement-Faktor die gasabhängige Wechselwirkung des Sättigungsdampfdrucks mit einem Matrixgas. Das NIST entwickelte eine Einrichtung zur Messung des Enhancementfaktors von Wasser in Kohlendioxid<sup>[10]</sup>. Es wurden hierbei Einflüsse zwischen CO<sub>2</sub>-Sättigungsdampfdruck bei Umgebungsdruck sowie CO<sub>2</sub>-Hydraten bei hohem Drücken und niedrigen Temperaturen erwartet.

Der Enhancement-Faktor liegt im Bereich zwischen 1 und 2. Das heißt bei einem konstantem Stoffmengenanteil Wasserdampf verursacht ein höherer Enhancement-Faktor niedrige Taupunkttemperaturen. In dieser Richtlinienarbeit wird jedoch Gasfeuchte erzeugt, indem CO<sub>2</sub>-Matrixgas bei Drücken von etwa 0,1 MPa bis 0,12 MPa (1 bar bis 1,2 bar) in einer Waschflasche mit Wasser befeuchtet wird. Im Vergleich zwischen Theorie<sup>[11]</sup> und Praxis<sup>[10]</sup> ist bei Gasdrücken kleiner als 0,5 MPa mit Enhancement-Faktoren kleiner als 1,0055 zu rechnen. Für erste Experimente wurde daher entschieden, dass der Enhancement-Faktor nicht vollständig verwendet werden muss. Vielmehr ist zu vermerken, dass für Messpläne nach dem Mischgasgeneratorprinzip<sup>[4]</sup> zu den erwarteten Hydratbildungen kommen kann.<sup>[11]</sup> Dies wirkt sich dann auf das Mischungsverhältnis zwischen trockenem und befeuchtetem Teilgasstrom aus.

### Zusammenfassung

In dieser Richtlinienarbeit wird daher ein experimenteller und theoretischer Ansatz untersucht, um die bislang systematischen Effekte von Kohlendioxid auf die Hygrometrie in CO<sub>2</sub>-haltigen Gasen<sup>[12]</sup> zu beschreiben. Dieser Ansatz zielt darauf ab, den aktuellen Stand der Technik zu erweitern und neue Erkenntnisse zu gewinnen.

### Danksagung

Die Autoren danken dem VDI/VDE GMA Fachausschuss 4.65 „Gasfeuchtemessung“ für den Wissensaustausch.

Dieses Projekt wird gefördert durch WIPANO – Wissens- und Technologietransfer durch Patente und Normen, Mittelgeberzeichen 03TN0045B.

### Literaturnachweis

- [1] UFCCC: Kyoto Protocol to the united nations framework convention on climate change, United Nations Framework Convention on Climate Change, (1997)
- [2] B. Osterath, Das perfekte Treibhausgas ersetzen *Nachrichten aus der Chemie*, 68(11), 34-37 (2020). doi: 10.1002/nadc.20204100026
- [3] Wissenschaftliche Dienste des Deutschen Bundestages, Schwefelhexafluorid Anwendungen, Klimawirkung, Emissionsentwicklung und Maßnahmen zur Minderung *Webseite, WD 8 - 3000 - 065/22* (2022). <https://www.bundestag.de/resource/blob/921318/46e98f9ae6d8c43013dfd2b468358b72/WD-8-065-22-pdf-data.pdf>.
- [4] Andreas A. Lorek und J. Majewski, Humidity Measurement in Carbon Dioxide with Capacitive Humidity Sensors at Low Temperature and Pressure, *Sensors*, 18(8), 2615, (2018) doi: 10.3390/s18082615
- [5] D. Mutter, If the air runs out during calibration - experiences with calibrating the humidity in CO<sub>2</sub> and SF<sub>6</sub>, held at the 38th DKD - Technical Committee Meeting "Temperature and Humidity", Berlin, (2019).
- [6] VDI/VDE 3514 Blatt 3:2020-02, *Gasfeuchtemessung - Kalibrierung und Messunsicherheit*, <https://www.vdi.de/3514-3>.
- [7] VDI/VDE 3514-2:2013-03:2013, *Gasfeuchtemessung - Messverfahren*, [www.vdi.de/3514-2](http://www.vdi.de/3514-2).
- [8] VDI/VDE 3514-1:2016-11:2016, *Gasfeuchtemessung – Kenngrößen und Formelzeichen*, [www.vdi.de/3514-1](http://www.vdi.de/3514-1).
- [9] DIN EN IEC 60480:2020-06:2020, *Spezifikationen für die Wiederverwendung von Schwefelhexafluorid (SF<sub>6</sub>) und seinen Mischungen in elektrischen Betriebsmitteln*, <https://www.beuth.de/de/norm/din-en-iec-60480/316594571>.
- [10] R. J. Wheatley, A. H. Harvey, Intermolecular potential energy surface and second virial coefficients for the water-CO dimer *Journal of Chemical Physics*, 134, 13 (2011) doi: 10.1063/1.3574345
- [11] C. W. Meyer, Dew-Point Measurements for Water in Compressed Carbon Dioxide of METCCUS, seminar *Seminar documents 10-26*, Slides 177 to 195 (2023), [https://metccus.eu/wp-content/uploads/2023/11/MetCCUS\\_Seminar\\_2\\_023\\_Presentations.pdf](https://metccus.eu/wp-content/uploads/2023/11/MetCCUS_Seminar_2_023_Presentations.pdf).
- [12] D. Sonntag, Advancements in the field of hygrometry *Meteorologische Zeitschrift*, 3(2), 51-66 (1994) doi: 10.1127/metz/3/1994/51

# IoT-Feedback-System zur Analyse und Optimierung von Bewegungsabläufen im Sport mittels E-Textiles und KI

*Björn Martin Keune<sup>1</sup>, Hubert Welp<sup>1</sup>, Alfred Niski<sup>1</sup>*  
<sup>1</sup>THGA, Herner Str. 45, 44787 Bochum, Deutschland

## Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wird der Entwicklungsstand eines IoT-Systems vorgestellt, das als Ökosystem zur automatisierten Generierung von individuellen Avataren aus historischen, sportphysiologischen Leistungsparametern dienen soll. Die fortlaufend aufgezeichneten und aufbereiteten Daten können neben der Leistungsdiagnostik mittels Gamification zur Absolvierung regelmäßigerer Trainingseinheiten sowie höherer Leistung motivieren. Darüber hinaus sollen historische Daten perspektivisch für telemedizinische Anwendungen genutzt werden. Dies auch präventiv, indem Überbeanspruchungen frühzeitig durch gezielte Datenanalysen und Feedback vermieden werden können. Von besonderem, wissenschaftlichen Interesse ist die Analyse potentieller Leistungsfähigkeit unter virtuellen Bedingungen, ermöglicht durch die generierten Avatare als digitale Zwillinge ihrer Originale.

Die laufenden praktischen Arbeiten konzentrieren sich zunächst darauf, eine nahtlose Wirkungskette des IoT-Systems zu realisieren und die dafür benötigten Teilsysteme aus Soft- und Hardware prototypisch aufzubauen. Dazu zählen ein nutzerfreundlicher Registrierungs- und routinefähiger Anmeldeprozess mittels NFC-Technologie und Prozessautomatisierung. Durch Edge-Computing, als dezentrale Vorverarbeitung aggregierter Messdaten, soll die zu übertragene Datenmenge aus Sensor- und Metadaten minimiert werden. Durch die Nutzung von 4G/LTE werden ausreichende Übertragungsgeschwindigkeiten vom dezentralen Edge-Gerät zur zentralen AWS Cloud-Plattform gewährleistet. Die finale Aufbereitung, Analyse und Weiterverwertung der gewonnenen Daten findet in der Cloud statt und bietet ein hohes Maß an Datenverfügbarkeit, unter anderem durch die mobile Zugriffsmöglichkeit.

Für den Machbarkeitsnachweis der Wirkungskette finden Kraftsensoren in elektronischen Textilien Anwendung. Als leistungsdiagnostisches Szenario dient das Fitnessboxen, bei dem in Form eines Cardio-Workouts Ausdauer, Kraft und Koordinationsfähigkeit trainiert werden. Hierbei werden durch ein Sensorarray im Sportgerät neben der ausgeübten Kraft und Geschwindigkeit auch Ausübungstechnik und angewandte Kombinationen erfasst. Eine automatisierte Datenanalyse ermöglicht ein zielgerichtetes Feedback zur Optimierung von Bewegungsabläufen.

**Keywords:** Cloud, Digitaler Zwilling, Drucksensor, E-Textiles, IoT, KI.

## Einführung

Laut öffentlich verfügbaren Studien, u.a. von der OECD, kann die Einhaltung der WHO-Empfehlungen für angemessene Bewegung im Alltag mit großer Wahrscheinlichkeit eine erhebliche Entlastung für die öffentlichen Gesundheitssysteme bedeuten [1].

Angesichts einer alternden Bevölkerung in Europa und heranwachsenden Generationen von sog. digital natives, werden kreative Ideen benötigt, um sportliche Aktivitäten in allen Altersgruppen zu fördern.

In vielen Disziplinen hat sich die Methode der Gamification bewährt, um mittels spieltypischer Elemente wie Erfahrungspunkten und Badges, Fortschrittsbalken oder Ranglisten, spielfremde Aktivitäten attraktiver zu gestalten. Durch

solche und weitere Mittel sollen Engagement und erwünschte Verhaltensweisen bei Ausübung der Aktivität gefördert werden. Im Kontext einer sportlichen Betätigung kann dies die regelmäßige Teilnahme und Bereitschaft zu intensiveren Trainingseinheiten bedeuten. Gleichzeitig gilt es, das Verletzungsrisiko zu minimieren, indem die korrekte Ausübung von Bewegungsabläufen belohnt wird. Tatsächlich sind viele Unfälle, die im Sport zu Verletzungen führen, auf falsches Verhalten und mangelnde technische Fähigkeiten zurückzuführen [2].

Digitale Lösungen zur Gamification können eine personalressourcenschonende Skalier- und Individualisierbarkeit bieten [3], indem neue spielerische Elemente von zentraler Stelle aus automatisiert ausgerollt, überwacht

und gesteuert werden. Ebenso lassen sich individuelle Daten vom User-Engagement automatisiert erfassen, verarbeiten, analysieren und darauf aufbauend Handlungsempfehlungen ableiten. Auf der gleichen Datengrundlage ließen sich auch angepasste Angebote neuer spieltypischer Elemente entwickeln. Auch ein soziales Vernetzungsangebot mit anderen Usern kann anhand individualisierbarer Kriterien automatisiert stattfinden. Beide Fälle bewirken einen selbstverstärkenden Effekt, indem User-Engagement zu passenderen Angeboten und somit wiederum zu einem zunehmenden Engagement motivieren kann.

Da Fitnessstraining zu einem der am häufigsten ausgeübten Sportaktivitäten gehört, trotz leistungsintensiver Phasen oftmals als monotone Aktivität wahrgenommen wird, im Vergleich eher nicht zu den kostenintensiven Aktivitäten zählt, selten besondere Vorkenntnisse zum Einstieg erfordert und in der Regel fremd spieltypischer Elemente ist, bietet es sich als Szenario für eine digitale Gamification-Lösung an. Um das betrachtete Szenario weiter einzugrenzen, dient Fitnessboxen als leistungsdiagnostisches Szenario. Fitnessboxen bietet als Cardio-Workout intensive Trainingsphasen zur Steigerung von Ausdauer, Kraft und Koordinationsfähigkeit, indem variierende Muskelgruppen und Bewegungsabläufe an einem Übungsgerät trainiert werden. Diese Betrachtung bietet den praktischen Vorteil, dass eine technische Lösung nicht als Wearable, also als getragene Anwendung am menschlichen Körper, sondern lediglich für eine Integration am Übungsgerät entwickelt werden muss. Dadurch lassen sich Anforderungen an eine zuverlässige elektrische Energieversorgung, geeignete Kommunikationsschnittstellen, Größe und Gewicht formulieren, die überwiegend mit auf dem Markt frei verfügbaren, günstigen Standardlösungen und somit geringerem Aufwand erfüllt werden können.

### Systemkonzept

Abb. 1 zeigt eine Skizze vom allgemeinen Systemkonzept aus [4] als IoT-Lösung ohne technische Spezifikationen und Anspruch auf Vollständigkeit. Darin ist die Wirkungskette in sieben wesentlichen Prozessschritten unterteilt:

1 Im ersten Prozessschritt muss sich der User am Übungsgerät anmelden. Dadurch wird sichergestellt, dass die beim Training aufgezeichneten Messdaten dem richtigen

User zugeordnet werden können. Hierbei wird vorausgesetzt, dass der User bereits registriert wurde und dementsprechend über ein Nutzerkonto mit begrenzten Zugriffsrechten auf Daten und Applikationen in der Cloud verfügt.

2 Im zweiten Prozessschritt erfolgt das Training am Übungsgerät. Dabei werden sportphysiologische Daten durch geeignete Sensoren oder Sensorarrays erfasst und an ein IoT-Edge-Gerät übertragen. Die Datenübertragung kann drahtlos oder drahtgebunden stattfinden.

3 Im dritten Prozessschritt werden die Messdaten in einer Datenbank auf dem IoT-Edge-Gerät strukturiert und vorübergehend gespeichert, einschließlich zugehöriger Metadaten wie Userkennung, Zeitstempel und geografischen Positionsdaten des Edge-Geräts. Dadurch lässt sich die Datenhistorie ein- und einem User sowie Trainingsumfeld zuordnen. Hier kann eine Vorverarbeitung der Daten stattfinden, insbesondere um einem begrenzten Datenvolumen oder etwaigen Latenzzeiten Rechnung zu tragen.

4 Im vierten Prozessschritt werden die bereits erstmalig vorverarbeiteten Trainingsdaten vom Edge-Gerät an eine Cloud-Plattform mit den benötigten Diensten übertragen. Die M2M-Kommunikation erfolgt mit einem geeigneten Netzwerkprotokoll drahtlos oder drahtgebunden. Die Daten basieren auf den ursprünglich beim Training aufgezeichneten Mess- und Metadaten. Für eine sichere Verbindung und Datenübertragung werden verfügbare kryptographische Verfahren nach Stand der Technik genutzt. Dadurch wird gewährleistet, dass sich nur authentifizierte Edge-Geräte mit der Cloud-Plattform verbinden lassen und von dort Daten übertragen werden. Somit werden auch die IT-Schutzziele der Datenvertraulichkeit und -integrität unterstützt.

5 Im fünften Prozessschritt werden die Trainingsdaten vom Edge-Gerät in der Cloud empfangen und dort strukturiert abgelegt. Darüber hinaus wird an dieser Stelle eine Dashboard-Anwendung zur Visualisierung der historischen Daten angeboten, z.B. als Zeitliniendiagramm oder in Form von Statistiken. Spätestens an dieser Stelle sollen konkrete Aussagen hinsichtlich der Bewegungsabläufe, Ausführungstechniken usw. getroffen werden können. Dies beinhaltet u.a. Informationen darüber, mit welchem

Körperteil das Übungsgerät kontaktiert wurde und kann Methoden des maschinellen Lernens zwecks Objektdetektion o.ä. erfordern.

**6** Im sechsten Prozessschritt greift der User über ein mobiles Endgerät auf seine eigenen Trainingsdaten in der Cloud zu. Dies geschieht, indem er sich mit seinem Nutzerkonto verbindet und Dashboard-Anwendungen zwecks Visualisierung nutzt. Darüber hinaus kann er Daten seines Nutzerprofils ändern.

**7** Im siebten Prozessschritt kann der User seine eigenen, ausgewählten Trainingsdaten mit Dritten teilen. Bspw. um auf einer Rangliste mit anderen Usern gelistet zu werden, Badges sichtbar zu machen, Feedback von einem Sporttrainer oder Arzt einzuholen, oder sogar um die Daten für wissenschaftliche Zwecke zu veröffentlichen. Dabei muss gewährleistet sein, dass der User die Kontrolle über seine Daten behält, ausreichend informiert für fundierte Entscheidungen ist und auch die Freigabe von Daten widerrufen kann.

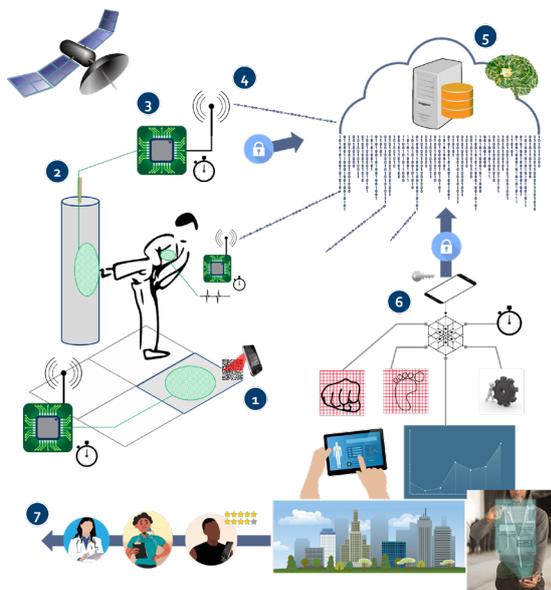


Abb. 1: Allgemeines Systemkonzept [4]

### Prototyp

Basierend auf dem Systemkonzept aus Abb. 1 wurden technische Lösungen für alle notwendigen Teilsysteme in Form von Hard- und Softwarekomponenten definiert und prototypisch umgesetzt. Nachfolgend sind die wesentlichen Komponenten beschrieben und teilweise grafisch dargestellt.

Abb. 2 zeigt das IoT-Edge-Gerät bestehend aus einem Einplatinencomputer Raspberry Pi 4 Model B, einem GPS-Empfänger mit Antenne,

Real-Time-Clock und E3372 LTE Modem mit SIM-Karte. Die einzelnen Komponenten vom Edge-Gerät sind in einem gemeinsamen Gehäuse miteinander verbunden. Das Gehäuse wurde mittels additiver Fertigung eines vorhandenen 3D-Druckers aus PLA-Filament gefertigt.



Abb. 2: Edge-Komponenten im Gehäuse [5]

Auf dem Raspberry Pi wird als Betriebssystem Raspberry Pi OS, basierend auf der Linux-Distribution Debian, verwendet. Es wurden im Laufe der Prototypentwicklung auch andere Betriebssysteme getestet und zukünftige Änderungen sind nicht ausgeschlossen.

Auf dem Raspberry Pi wird ein in Python programmierter Quellcode ausgeführt, u.a. um Sensor- inkl. Metadaten, darunter Userkennung, Zeitstempel und Geokoordinaten, in einer SQLite-Datenbank im JSON-Format zu strukturieren. Um zu gewährleisten, dass alle Daten über einen Zeitstempel verfügen, werden in absteigender Reihenfolge UTC-Zeitstempel per GPS-Empfänger u-blox NEO-6M, NTP-Server oder Real-Time-Clock – je nach Verfügbarkeit – erzeugt. Darüber hinaus werden drahtlose Verbindungen per Bluetooth Low Energy zu anderen Teilsystemen aufgebaut, um von dort die prozessrelevanten Daten abzufragen. Dazu zählt die Kennung des aktuell am Übungsgerät angemeldeten Users. Die User-Anmeldung erfolgt an einem dafür vorgesehenen Terminal per NFC-Reader. Abb. 3 zeigt das ebenfalls additiv gefertigte Gehäuse des Terminals. Darin befinden sich ein NFC-Reader vom Typ PN532 NFC RFID Wireless Module V3 sowie ein per SPI-Schnittstelle angebundener Mikrocontroller ESP32-WROOM-32. User melden sich durch Auflage eines NFC-Tags mit UUID zur eindeutigen Kennung an. Sobald sich ein User an- oder abmeldet, wird diese Information an das Edge-Gerät übertragen. Die verwendeten, transparenten 888-Bytes-NFC-Tags sind kreisrunde selbstklebende Sticker und haben einen Durchmesser von ca. 25 mm.

Eine LED im Terminal-Gehäuse signalisiert sichtbar den Anmeldestatus. Bei Untersuchungen in [5] und [6] wurde jeweils eine stabile Verbindung zwischen Terminal und Edge-Gerät für Entfernungen bis ca. 8 m empirisch nachgewiesen.



Abb. 3: NFC-Reader im Gehäuse u. Tags [5]

Neben dem Terminal zur Useranmeldung ist zum jetzigen Zeitpunkt noch der zugekaufte Demonstrator einer textilen Drucksensormatte der Fa. 3E Smart Solutions per BLE an das Edge-Gerät angebunden. Abb. 4 zeigt die Drucksensormatte sowie für verschiedene Belastungsszenarien der Matte im Edge-Gerät empfangene Messdaten. Die Sensormatte hat die Abmessungen 400 mm x 400 mm bei einer Sensorarrayfläche von 320 mm x 320 mm mit einer Sensorarrayfläche von 320 mm x 320 mm mit einer Sensormatrix von 16 x 16 Messpunkten. Die Matrix wird aus einer mit Kohlenstoff beschichteten, elektrisch leitfähigen Polyethylen-Folie mit dehnungsabhängigem elektrischem Widerstand zwischen 10 k $\Omega$  und 50 k $\Omega$  je m<sup>2</sup> und sich kreuzenden leitfähigen Garnen ober- und unterhalb des die Folie umhüllenden Textilgewebes gebildet.

Die räumliche Auflösung je Sensorfeld beträgt 20 mm x 20 mm. Jedes Feld kann mit 8 Bit jeweils 256 verschiedene Diskretisierungsstufen abbilden. Die Daten der Sensorfelder werden zeilenweise per BLE an das Edge-Gerät versendet. Dies erfordert je Zeile wenige Millisekunden.

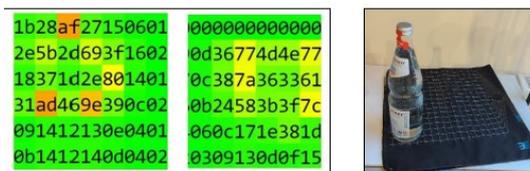


Abb. 4: Drucksensormatte im Betrieb [6]

Die im Edge-Gerät strukturierten und temporär in der SQLite-Datenbank gespeicherten Daten werden per 4G/LTE an den AWS IoT-Core, einem Cloud-Dienst, übertragen und von dort weiteren Diensten zur Datenaufbereitung zur Verfügung gestellt.

AWS wurde u.a. aufgrund seiner Marktführerschaft und benutzerfreundlichen Einstiegsmodellen statt alternativen Cloud-Plattformen wie Azure oder GCP ausgewählt. Eine umfassende Analyse der Vor- und Nachteile verfügbarer Cloud-Plattformen wurde nicht durchgeführt. Als IoT-Protokoll wird MQTT verwendet, das die in JSON strukturierten Mess- und Metadaten als Payload ohne Mehraufwand versenden kann. Als MQTT-Broker hat sich Mosquitto bewährt. Schlüsselpaare bzw. Geräte-Zertifikate für die sichere Datenverbindung konnten in AWS generiert werden.

Abb. 5 zeigt schematisch die wesentlichen Komponenten des IoT-Systems und ihre Verbindungen untereinander. Neben den beschriebenen Diensten in AWS wurde ebenfalls mit der Dynamo DB experimentiert, um erste praktische Erfahrungen zu sammeln.

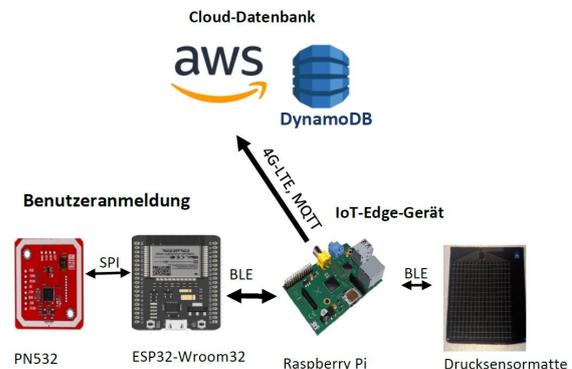


Abb. 5: Komponenten des IoT-Systems [5]

Darüber hinaus existieren neben den beschriebenen Hardware-Komponenten, mit ihren zentralen Funktionen, weitere Software-Bausteine, die noch nicht in der Wirkungskette des bestehenden IoT-Systems integriert wurden. So wurde u.a. bereits in der Entwicklungsumgebung MATLAB der Fa. Mathworks eine Lösung zur Klassifikation von Drucksensordaten entwickelt, um zwischen verschiedenen Objektklassen in Kontakt mit dem Sensorarray zu differenzieren. Dadurch lassen sich deutlich kleineren Payloads in MQTT-Nachrichten realisieren, indem nicht alle einzelnen Sensordaten, sondern stattdessen nur Metadaten aus Objektklasse und Bezugsordinate an die Cloud verschickt werden müssen. Auf dieser Basis lässt sich eine synthetische, näherungsweise Rekonstruktion von Sensormessdaten in der Cloud erreichen. Dadurch lassen sich voraussichtlich weit mehr als neunzig Prozent des aktuell benötigten Datenvolumens von ca. 0,4 GB/Tag je Sensorarray einsparen. Zwar entstehen dadurch in den Datenbankeinträgen der Cloud potentiell Fehler hinsichtlich

einzelner Sensordaten, tatsächlich sind für das betrachtete Szenario Fitnessboxen Einzelwerte im Array jedoch kaum relevant, sondern eher Mittelwerte. Eine zeitnahe Implementierung auf dem Edge-Gerät ist in Planung. Zur Veranschaulichung ist in Abb. 6 die aktuelle Datenstruktur für den JSON-Export dargestellt. Abb. 7 zeigt im Vergleich dazu das JSON-Schema für die sparsamere Datenstruktur.

```
#Zusammensetzen der daten für JSON-Export
data = {
  "Zeit": {
    "UNIX": datum_und_uhrzeit.timestamp(), #Timestamp in
(float)
    "Source": rtc_data.timestamp_source #Datenquelle
  },
  "GPS": {
    "Lon": gps[0], #Longitude (float)
    "Lat": gps[1], #Latitude (float)
    "Alt": gps[2], #Altitude (float)
    "num_sats": int(gps_data.num_sats), #Anzahl Satelieten
    "gps_qual": gps_data.gps_qual #Qualität des Signals
  },
  "User": {
    "Name": matte_daten.user, #User Name (string)
    "User_UUID": matte_daten.user_uuid #User UUID (string)
  },
  "Matte": {
    "BLE_Status": matte_daten.signal, #Status Signal: 1 =
Kein Signal (bool)
    "MAC": matte_daten.mac_address, #BLE MAC (string)
    "Service_UUID": str(matte_daten.service_uuid), #BLE Ser-
(string)
    "Characteristic_UUID": str(matte_daten.characteris-
#BLE Characteristic UUID (string)
    "SizeN": matte_daten.n, #Laenge Matte (int)
    "SizeM": matte_daten.m, #Breite Matte (int)
    "Daten": local_matrix #Dateninhalt (2D int array)
  }
}
```

Abb. 6: Datenstruktur für JSON-Export [6]

```
},
"foundobjects": [
  {
    "found_frame": "<required: integer>",
    "xpos": "<required: float>",
    "ypos": "<required: float>",
    "rotation": "<required: float>",
    "force": "<required: float>"
  }
],
"raw_data": [
  [
    "<optional: int>",
    "<optional: int>"
  ],
  [
    "<optional: int>",
    "<optional: int>"
  ]
]
```

Abb. 7: Neues JSON-Schema

Ein Versenden der Rohdaten vom Sensorarray ist noch immer optional möglich und kann bspw. für Inbetriebnahmen, Kalibrierungszwecke oder Fehleranalysen genutzt werden. Neu ist das erforderliche JSON-Element zur Abbildung detektierter Objekte im Sensorarray. Dieses beinhaltet neben der erkannten Objektklasse, wie bspw. vereinfacht Hand oder Fuß, Informationen zur

Bounding-Box mit Referenzkoordinaten im Sensorarray, Rotationswinkel und arithmetischen Mittelwert der ausgeübten Kraft von den relevanten Sensorfeldern im Array.

Erste Untersuchungen haben gezeigt, dass sowohl eine Objektdetektion mittels Deep-Learning und einer YOLO-Netzwerkarchitektur als auch einfache Kantenfilter für die bisher betrachteten Klassen ausreichen. Allerdings werden erst tiefergehende empirische Untersuchungen eine belastbare Aussagekraft bieten, sodass hierzu noch keine abschließende Entscheidung gefallen ist.

### Fazit und Ausblick

Die Wirkungskette des IoT-Systems als geplantes Ökosystem für weiterführende Anwendungszwecke konnte bereits prototypisch umgesetzt und praktisch nachgewiesen werden, einschließlich NFC-basierter Benutzeranmeldung.

Das schon bei kleinen Sensorarrays anfallende, relativ hohe Datenvolumen erfordert technische Maßnahmen zur Datenaggregation für eine wirtschaftliche Skalierbarkeit des Systems. Erste Schritte dafür wurden unternommen.

Laufende praktische Arbeiten zielen darauf ab, den Reifegrad des Systems zu erhöhen, damit dieses anschließend ausgewählten Probanden zur Verfügung gestellt werden kann. Zu diesem Zweck wird u.a. eine neue Gehäuse-Generation entwickelt. Diese unterscheidet sich von den in Abb. 2 und 3 dargestellten Gehäusen darin, dass bislang verbliebene Öffnungen durch den Einsatz von transparentem Acrylglas geschlossen, 5V-LED-Streifen zur Signalisierung von unterschiedlichen Betriebszuständen sowie Miniatur-Buzzer als Signalgeber für ein audiovisuelles Feedback bei User-An- und Abmeldungen am NFC-Terminal ergänzt werden. Ebenso soll durch gezielte Anpassungen der Parameter bei der additiven Gehäusefertigung die haptische Qualität weiter verbessert werden.

Um die Zuverlässigkeit der GPS-Daten zu verbessern, können alternative Empfänger oder abgesetzte Antennen im Verbund getestet werden. Darüber hinaus werden ergänzend zu den Drucksensorarrays weitere Sensoren zur Messung von wirkenden Beschleunigungen und Umgebungstemperatur integriert, um etwaige Störeinflüsse softwaretechnisch kompensieren zu können. Weitere Systemupgrades können die Integration von bildgebenden Sensoren umfassen, um die Orientierung einzelner Gliedmaßen mit den Leistungsdaten zu verschneiden. Für ein effizientes, skalierbares

Soft- und Firmware-Managements des potentiell wachsenden Gerätepools, werden erste Ideen einer Container-Virtualisierung der Applikationen von Edge und Cloud mittels Docker und ihrer Orchestrierung mittels Kubernetes oder Docker Swarm formuliert. Und schließlich muss ein Prozess zur benutzerfreundlichen Registrierung und automatischen Versendung von NFC-Tags entwickelt und implementiert werden. In diesem Zusammenhang muss auch recherchiert werden, inwieweit die UUID zur Anmeldung am Übungsgerät per NFC-fähigem Mobiltelefon in dem Prozess abgebildet werden kann. Ein erster Konzeptentwurf bildet einen klassischen Registrierungsprozess ab. Dieser besteht im Wesentlichen aus der Eingabe von personenbezogenen Daten, wie E-Mail-Adresse, Mobiltelefonnummer, Wohnanschrift und Sicherheitsfrage zwecks Mehr-Faktor-Authentifizierung, automatisch generierten Bestätigungsabfragen per E-Mail und dem Postversand neuen Usern zugeordneter UUIDs bzw. NFC-Tags. Dabei gilt es selbstverständlich, allen Bestimmungen der DSGVO insbesondere im Umgang mit personenbezogenen Daten gerecht zu werden. Als Alternative zu dem bisher eingesetzten Sensorarray, werden gestickte Druck- bzw. Kraftsensoren von den Deutschen Instituten für Textil- und Faserforschung (DITF) in Denkdorf betrachtet, vgl. Abb. 8.

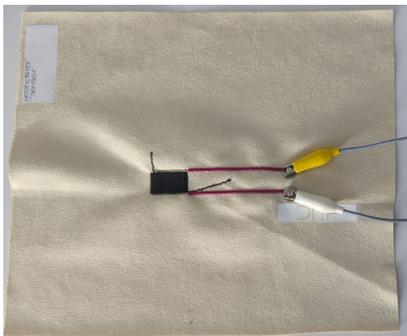


Abb. 8: DITF-Probe eines gestickten Sensors

Mit Blick auf die angestrebte Generierung von Avataren anhand sportphysiologischer Leistungsparameter, ist die Analyse potentieller Leistungsfähigkeit unter virtuellen Bedingungen von besonderem wissenschaftlichem Interesse. Dies gilt insbesondere, wenn der Mensch selbst als Quelle elektrischer Energie betrachtet wird, wie in [7]. In diesem Zusammenhang stellt sich die Frage, inwieweit sich der Mensch in unterschiedlichsten Belastungssituationen dafür eignet, welche Wechselwirkungen existieren und welche Einflüsse besonders signifikant sind.

## Danksagung

Die Autoren bedanken sich ausdrücklich bei allen mitwirkenden Studierenden der THGA, die im Rahmen ihrer SHK-Tätigkeiten und studentischen Projekt- oder Abschlussarbeiten wertvolle Beiträge zur praktischen Umsetzung des allgemeinen Systemkonzepts geleistet haben und weiterhin mit großem Engagement leisten. Namentlich erwähnt seien hier insbesondere Hr. A. Taleb, Hr. M. Delle, Hr. A. Möller und Hr. F. Konopka.

## Literaturnachweis

- [1] OECD and World Health Organization, *Step Up! Tackling the Burden of Insufficient Physical Activity in Europe*, 17 Feb 2023, 86 pages, <https://doi.org/10.1787/500a9601-en>.
- [2] C. Klein, P. Luig, *Basis-Übungen zur Prävention von Sportverletzungen - Stabilisation, Mobilisation, Sensomotorik & Koordination*, 2013.
- [3] N. Koutsouris, et al., *InLife: a platform enabling the exploitation of IoT and gamification in healthcare*, 14th International Conference on Wireless and Mobile Computing, Networking and Communications (WiMob), Limassol, Cyprus, 2018, pp. 224-230, doi: 10.1109/WiMOB.2018.8589153.
- [4] B.M. Keune, H. Welp, A. Niski, *IoT Feedback System for Analysis and Optimization of Human Motion Sequences*, WEC2023 – 7th World Engineers Convention, Prague, Czech Republic, 2023.
- [5] A. Taleb, *NFC-basierte Benutzerauthentifizierung für ein Multi-User- IoT-System zum Monitoring von menschlichen Bewegungsabläufen in Sport mit der AWS Cloud-Plattform*, Bachelorarbeit, THGA, Bochum, Deutschland, 2024.
- [6] F. Konopka, *Erfassung von Daten aus textilen Drucksensoren als Grundlage der prototypischen Entwicklung eines Messsystems für Monitoring und Analyse von Kraftanwendungen im Sport*, Bachelorarbeit, THGA, Bochum, Deutschland, 2023.
- [7] Y. Zou, L. Bo, Z. Li, Recent progress in human body energy harvesting for smart bioelectronic system, *Fundamental Research*, vol. 1, issue 3, 2021, Pages 364-382, ISSN 2667-3258, <https://doi.org/10.1016/j.fmre.2021.05.002>.

# Eine Methode zur erklärbaren Merkmalsextraktion aus dem Zeit- und Frequenzbereich für Condition Monitoring

*Christian Fuchs, Steffen Klein, Julian Schauer, Andreas Schütze, Tizian Schneider  
Universität des Saarlandes, Lehrstuhl für Messtechnik, Universität Campus  
Gebäude A5.1, 66123 Saarbrücken, Deutschland  
c.fuchs@imt.uni-saarland.de*

## Zusammenfassung

Zu neuronalen Netzen bieten klassische maschinelle Lernmethoden eine Alternative zur robusten Auswertung von industriellen Messdaten und deren Verständnis. Merkmalsextraktionsmethoden dienen dabei zum einen der Reduktion der Datenmenge, zum anderen können sie genutzt werden, um Zusammenhänge zwischen Merkmalen und physikalischen Größen zu plausibilisieren.

Hier wird der Time Frequency Extractor (TFEx) vorgestellt, der Signale sowohl im Zeit- und Frequenzbereich analysiert, sowie sie in Bänder unterteilt, deren Strukturen a priori bekannt sind. Aus diesen Bändern werden Merkmale extrahiert und danach werden die besten Merkmale durch eine Ranking- oder Selektionsmethode bestimmt. Mit Hilfe der bekannten Unterteilungsstruktur und des Merkmalarankings kann rückverfolgt werden, aus welchen Signalbereichen und welcher Domäne (Zeit oder Frequenz) die selektierten Merkmale stammen. Es ist dadurch zum Beispiel nachvollziehbar, aus welchem Zeitsegment und aus welchem Frequenzband das höchst selektierte Merkmal stammt und welche Art von Merkmal dort berechnet wurde. Hier wurden zwei Datenbeispiele herangezogen. Beim ersten Datensatz wurde ein trivialer Zusammenhang zwischen Merkmal und Vorhersage festgestellt und beim zweiten Datensatz wurde ein Korrelationsproblem in den Daten identifiziert.

**Keywords:** Condition Monitoring, Feature Extraction, Explainable AI, Sensor Fusion.

## Einleitung

Maschinelles Lernen wird in den meisten Fällen direkt mit neuronalen Netzen in Verbindung gebracht. Diese sind zwar universell, werden aber häufig als Black Box gesehen [1]. Es gibt verstärkte Bemühungen, die Zwischenschritte des maschinellen Lernens zu visualisieren und zu plausibilisieren [2, 3].

Ein alternativer Ansatz zu Deep Learning ist Feature Extraction, Selection, Classification / Regression (FESC/R, [4]). Dieser bietet die Möglichkeit, physikalisch interpretierbare Merkmale zu verwenden.

Bei industriellen Messdaten ergeben sich außerdem statistische Abhängigkeiten z.B. weil alle Trainingsdaten aus Kostengründen an derselben Maschine aufgezeichnet wurden. Dadurch kann die Übertragbarkeit der Modelle auf andere Maschinen nicht statistisch gezeigt werden, und es braucht eine physikalische Interpretation des gelernten Modells, um dessen physikalische Sinnhaftigkeit zu plausibilisieren.

Merkmalsextraktoren beschränken sich häufig auf Merkmale entweder aus der Zeit- oder der Frequenzdomäne. Beispiele dafür sind Statistische Momente [5] oder die Hauptkomponentenanalyse (Principal Component Analysis, PCA [6]). In diesem Paper wird der Time Frequency

Extractor (TFEx) vorgestellt, der relevante Merkmale sowohl aus dem Zeit- als auch dem Frequenzbereich extrahiert.

Durch Benchmarks verschiedener Merkmalsextraktionsmethoden stellte sich heraus, dass der TFEx sich für ein breites Feld von industriellen Anwendungsfällen eignet [7]. Gleichzeitig bietet er in Kombination mit FESC/R Möglichkeiten im Bereich der Merkmal-Plausibilisierung und ist in der Lage robuste Ergebnisse zu liefern [8]. Der TFEx ist automatisiert anwendbar [9].

Neben der vollständigen Beschreibung der Methode stehen hier die Möglichkeiten zur Merkmal-Plausibilisierung als Werkzeug für Explainable AI im Vordergrund.

## Funktionsweise Extraktor

In diesem Abschnitt wird die Funktionsweise des TFEx beschrieben sowie die Wahl der Merkmale begründet.

Die beiden wesentlichen Elemente des TFEx sind die Segmentierung, sowie die gleichzeitige Analyse von Zeit- und Frequenzdomäne. Dies ist in Abbildung 1 anhand eines Beispielsignals dargestellt. Der TFEx bildet Segmente im Zeit- und Frequenzbereich. Die Rohdaten werden im Zeitbereich in äquidistante, linear unterteilte Segmente aufgeteilt, die wiederum durch Fouri-

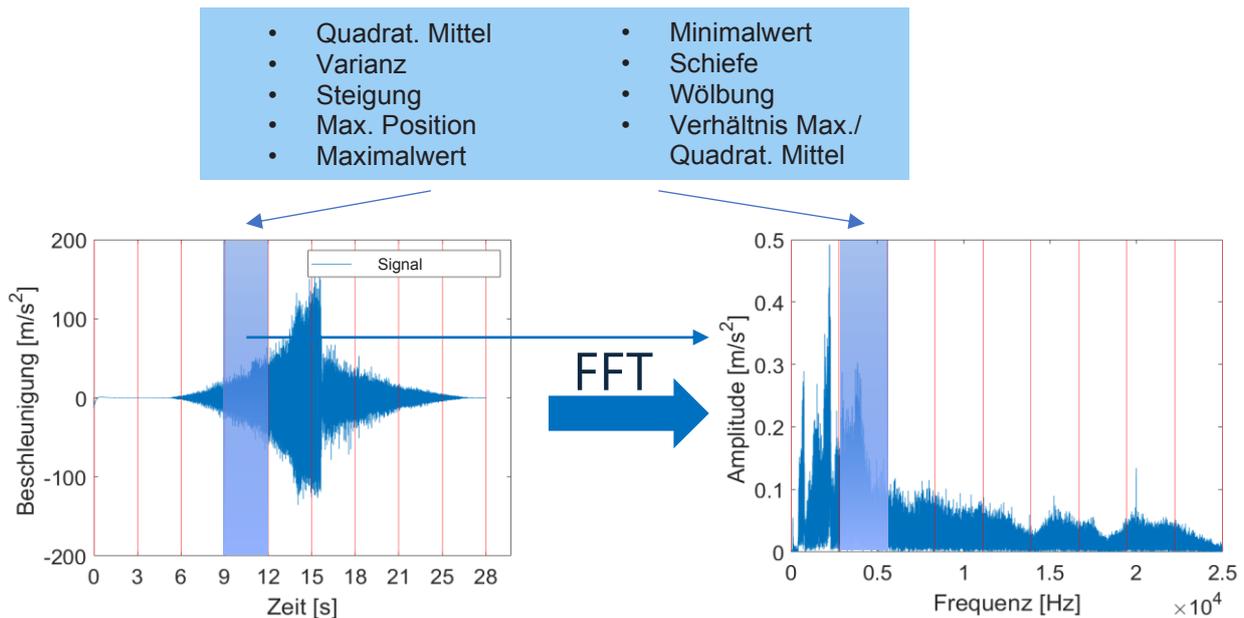


Abb. 1: Extraktionsmuster des TFEEx: Neun Merkmale aus z.B. zehn Zeit- und zehn Frequenzsegmenten, linear und äquidistant unterteilt. Blaue Markierungen: Beispiel Herkunft Merkmal.

er-Transformation in den Frequenzbereich (Amplitudenspektrum) überführt werden. Alle resultierenden Frequenzspektren werden wiederum linear und äquidistant unterteilt. Zusätzlich werden alle Spektren und der vollständige Zeitbereich auch ohne Unterteilung verwendet. Für alle Zeit- und Frequenzsegmente werden die in Abb. 1 genannten statistischen und formbeschreibenden Merkmale berechnet. Die Anzahl der Zeitsegmente und Frequenzbänder lässt sich an den jeweiligen Anwendungsfall anpassen. Im gezeigten Beispiel wurden zehn Zeitsegmente und zehn Frequenzbänder gewählt.

Die Wahl einer linearen und äquidistanten Unterteilung begründet sich zum einen durch die einfache Parametrisierung. Zum anderen sind bei industriellen Messsignalen auch hochfrequente Signalanteile relevant [10], welche mit linearen Bändern detaillierter unterteilt werden als mit der weit verbreiteten logarithmischen Unterteilung [11].

### Hyperparameter

Die wichtigsten Hyperparameter des TFEEx sind:

- Anzahl Zeitsegmente
- Anzahl Frequenzsegmente pro Zeitsegment

Die Anzahl der Segmente kann jeweils als Hyperparameter für die Zeit- und Frequenzdomäne gewählt werden.

Zur Automatisierbarkeit entsteht der Bedarf nach breit nutzbaren Default Werten, die zur Generierung eines universellen Merkmalssets beitragen.

### Anzahl Zeitsegmente

Bei der Wahl der Anzahl der Zeitsegmente ist entscheidend, ob das Signal zeitdynamisch oder quasistationär ist. Während quasistationäre Signal mit wenigen Segmenten (eins bis fünf) bereits gut beschrieben werden können, braucht es bei zunehmender zeitlicher Dynamik mehr Segmente (z.B. zehn).

Ohne Prozesswissen werden für die automatisierte Nutzung fünf Zeitsegmente als Ausgangspunkt empfohlen.

### Anzahl Frequenzsegmente

Die Einteilung des Frequenzbereichs ist von der Abtastrate abhängig, da die Anzahl der Frequenzbänder deren Bandbreite beeinflusst. Daher sollten kleinere Abtastraten mit einer geringeren Anzahl an Frequenzbändern einhergehen. Dennoch sollte man v.a. bei hohen Abtastraten die Anzahl der resultierenden Merkmale und die mögliche Redundanz im Auge behalten. Ohne Prozesswissen werden für die automatisierte Nutzung zehn Frequenzsegmente als Ausgangspunkt empfohlen.

### Extrahierte Merkmale

Aus jedem der Segmente und Bänder werden nun die in Abb. 1 gelisteten neun Merkmale extrahiert. Sie beschreiben das Signal im jeweiligen Segment in seiner Form. Der quadratische Mittelwert (RMS), Varianz, Schiefe und Wölbung werden verwendet, um die Verteilung der Messdaten im jeweiligen Segment zu

beschreiben. Zusätzlich zu den statistischen Momenten werden Maxima und Minima untersucht, welche vor allem bei kalibrierten Sensoren viel Information enthalten können. Außerdem werden die Position des Maximums und dessen Verhältnis zum RMS-Wert extrahiert, z.B. um die Position von Frequenzpeaks und deren Ausprägung zu erfassen. Zusätzlich wird die Steigung betrachtet, welche z.B. einen innerhalb eines Segments neu auftretenden Offset erkennen könnte.

### Anzahl Merkmale

Die Anzahl der insgesamt extrahierten Merkmale berechnet sich entsprechend der linearen Segmentierung folgendermaßen:

$$nFeat = nFeatSeg * [nSegT + 1 + (nSegT + 1) * (nSegF + 1)] \quad (1)$$

Dabei ist  $nFeatSeg$  die Anzahl der Merkmale pro Segment (hier: neun, vgl. Abb. 1);  $nSegT$  ist die Anzahl der Zeitsegmente;  $nSegF$  die Anzahl der Frequenzbänder; und  $nFeat$  die resultierende Gesamtanzahl an extrahierten Merkmalen. Die Additionen um eins erklären sich jeweils durch die zusätzliche Verwendung des vollständigen Zeitbereichs und der vollständigen Amplitudenspektren.

### Datensätze

Um die Möglichkeiten der Methode zu visualisieren, werden beispielhaft Datensätze gewählt, anhand derer die Leistungsfähigkeit und Plausibilisierbarkeit gezeigt werden.

#### Hill-Valley with noise

Der erste Datensatz ist der Open Source Datensatz „Hill-Valley“ [12], vgl. Abb. 2.

Bei diesem simulierten Datensatz geht es darum, zu erkennen, ob die Daten einen „Hügel“

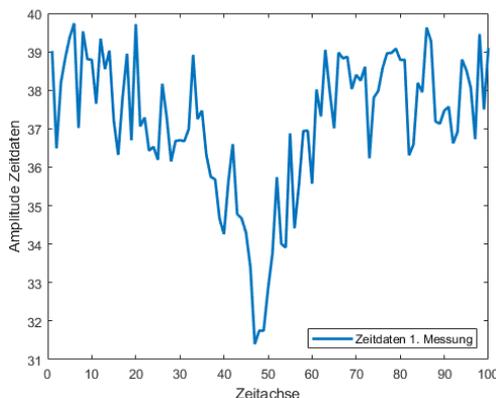


Abb. 2: Rohdaten Hill-Valley Datensatz, Beispiel erste Messung mit dem Label Valley („Tal“).

oder ein „Tal“ formen. Jedes Datensample besteht dabei aus je 100 Datenpunkten, die mit zusätzlichem Rauschen beaufschlagt wurden.

Der Plot zeigt, dass dieser Effekt mit dem bloßen Auge erkennbar ist. Es ist aber nicht festgelegt, zu welchem Zeitpunkt diese Hügel und Täler auftreten, was die automatisierte Klassifikation erschwert.

Dieser Datensatz eignet sich zur Demonstration des Extraktors, da er strukturell einen Sensor in einem Arbeitszyklus darstellen könnte. Des Weiteren ist der Datensatz weit verbreitet und anschaulich, wodurch die Ausführungen nachvollziehbar sind.

#### Hydraulik (Detektion freier Luft in Öl)

Als zweites Beispiel wurde eine Messung an einem Hydraulik-Prüfstand (Schwingungsanalyse, [13]-[16]) mit Beschleunigungssensoren verwendet. Es wurde Luft in das Öl geblasen. Danach wurden Daten bei verschiedenen Luftgehalt- und Normalzuständen mit zwei dreiaxigen Beschleunigungssensoren („Acc 1“ und „Acc 2“) aufgezeichnet (Abb. 3). Der Prüfstand simuliert im Betrieb eine hydraulische Presse, die 10s in die Druckbegrenzung läuft und danach jeweils 10s lang unterschiedliche Druckniveaus hält. Die Sensoren wurden jeweils an der Antriebseinheit der Primär- und der Sekundärpumpe befestigt. Die Abtastrate der Beschleunigungssensoren beträgt 8192 Hz.

Diese Daten wurden ausgewählt, da sie sowohl einen zeitlich unterteilten Verlauf (Druckzyklus) als auch frequenzspezifische Informationen wie Resonanzfrequenzen aufweisen [17].

#### Methodik Merkmalsinterpretation

Zunächst werden Merkmale mittels TFE<sub>x</sub> berechnet und mit einer geeigneten Ranking-Methode nach Relevanz sortiert. Abb. 4 zeigt das höchst selektierte Merkmal nach der Zielgröße sortiert. Die Skalierung ist hier für beide gültig.

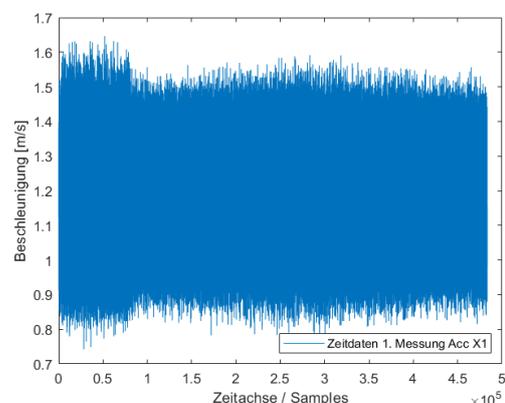


Abb. 3: Rohdaten Hydraulik Datensatz, Beispiel erste Messung X-Achse von „Acc 1“

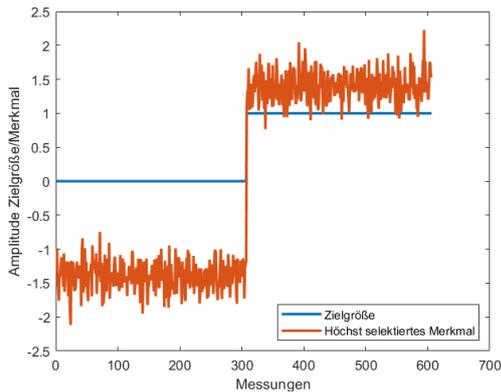


Abb. 4: Höchst selektiertes Merkmal, sortiert und geplottet über die Zielgröße (hier: Hill = 1, Valley = 0).

### Merkmals-Ranking / Plausibilisierung

Als Ranking-Methode wird hier „Maximum Relevance, Minimum Redundancy“ (MRMR, [18]) gewählt, da diese Methode bei der Sortierung die potentielle Redundanz durch Merkmale aus unterschiedlichen Segmenten berücksichtigt.

Wendet man die beschriebene Methodik auf den Hill-Valley Datensatz an, kristallisiert sich die Wölbung über den vollständigen Zeitbereich als bestes Merkmal heraus (vgl. Abb. 4).

Es ist klar zu sehen, dass alle Hügel rechtschief (Schiefe > 0) und alle Täler linksschief (Schiefe < 0) sind. Dies ist einfach zu erklären, da die Mehrzahl der Datenpunkte nah an der Grundlinie liegen und Täler für negative Ausreißer bzw. Hügel für positive Ausreißer sorgen und so die Schiefe der Verteilung beeinflussen. Damit hat die Methode für diesen Datensatz ein klar erklärbares Merkmal gefunden, welches allein stehend eine perfekte Klassifizierung von Tälern und Hügeln erlaubt.

### Multisensor-Methode

Für den Hydraulik-Datensatz wird die gleiche Methodik angewandt wie vorher bereits auf die Hill Valley Daten. Zusätzlich wird hier eine Multisensor-Methode angewandt, mit Selektion mehrerer Merkmale, die zur Auswertung beitragen. Für Datensätze mit mehreren Sensoren werden die Merkmale für jeden Sensor einzeln berechnet und zum Ranking in einen Merkmalspool zusammengefasst. Dadurch können alle sechs Kanäle (zwei Sensoren mit je drei Achsen) berücksichtigt werden.

Das höchst selektierte Merkmal wird wieder aufsteigend über der Zielgröße aufgetragen und individuell skaliert, vgl. Abb. 6. Hierbei entspricht die Reihenfolge der aufgetragenen Kurven dem zeitlichen Ablauf der Experimente.

Als Hyperparameter für den TFE<sub>x</sub> werden die empfohlenen fünf Zeitsegmente und zehn Fre-

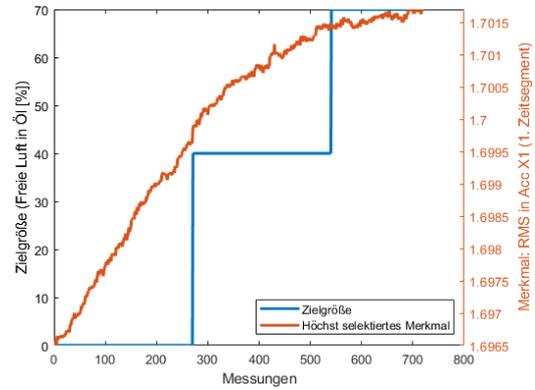


Abb. 5: Höchst selektiertes Merkmal, sortiert und geplottet über die Zielgröße (hier: Freie Luft in Öl / Lufteintrag [%]).

quenzabschnitte gewählt. Hier wird das beste Merkmal aus dem ersten von fünf Zeitsegmenten der X-Achse von „Acc 1“ („Acc X1“, vgl. Abbildung 6) ermittelt und es handelt sich um den RMS Wert aller Messungen in diesem Zeitsegment.

### Problemidentifikation

Auch für diesen Datensatz ist eine Korrelation des besten Merkmals zur Zielgröße mit dem bloßen Auge erkennbar, was die Klassifizierung ermöglichen kann. Es ist allerdings auffällig, dass die Kurve nicht stufenweise verläuft, sondern kontinuierlich.

Außerdem ist aus dem Design of Experiment (DoE) bekannt, dass das Merkmal und die Zielgröße in dieser Darstellung exakt in der Reihenfolge der Experimente aufgetragen ist. Betrachtet man den Wertebereich des unskalierten Merkmals genauer, stellt man fest, dass es sich um eine sehr geringe Steigerung des RMS von 1 % über den zeitlichen Verlauf der Messungen handelt. Hierbei könnte es sich um verstärkte Vibrationen durch erhöhte Öltemperaturen im Laufe der Messungen bei steigender Betriebstemperatur handeln.

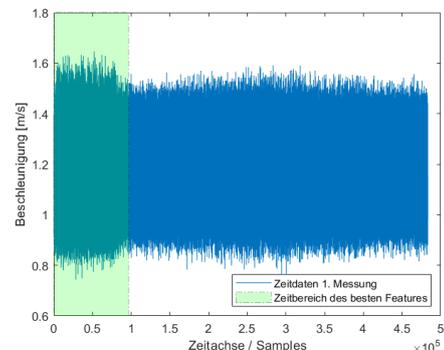


Abb. 6: Bestes Merkmal aus markiertem Zeitbereich („RMS T“ aus „Acc X1“, 1. Exp.).

Zusätzlich zum besten Merkmal enthalten auch die sonstigen selektierten Merkmale Informationen, um die Vorhersage zu präzisieren. Es gilt dabei, den Sweetspot [4] zur Anzahl der Merkmale zu ermitteln, der zum besten Endergebnis führt. Dazu können z.B. die Bayes-Optimierung oder Parameter-Sweeps verwendet werden. Anhand stufenweiser Parameter-Sweeps wurde hier mit 250 Merkmalen das beste Ergebnis erreicht (vgl. Abb. 12).

### Multisensorverteilung

Für die insgesamt sechs Kanäle (zwei Sensoren mit je drei Kanälen) wird ein Pie Chart generiert, das anzeigt (Abb. 7), wie viel Prozent der 250 selektierten Merkmale aus den jeweiligen Sensorkanälen stammen.

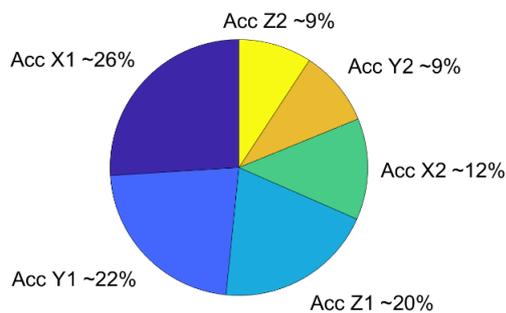


Abb. 7: Anteile der Sensorkanäle an den 250 selektierten Merkmalen.

Des Weiteren wird von jedem Sensorkanal eine Übersicht erstellt, um zu erkennen aus welchen Signalbereichen wie viele Merkmale stammen. Dies wird hier anhand des mit 26% meist verwendeten Kanals „Acc X1“ durchgeführt. Dabei entstehen insgesamt drei Plots:

1. Zeitintervalle der Zeitmerkmale
2. Zeitintervalle der Frequenzmerkmale
3. Frequenzbänder der Frequenzmerkmale

Zunächst werden also die Zeitintervalle der Zeitmerkmale aufgetragen (Abb. 8).

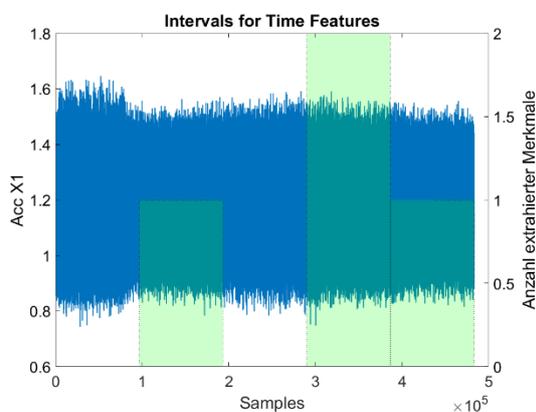


Abb. 8: Anzahl der Zeitmerkmale des Sensorkanals „Acc X1“ pro Zeitsegment.

Dort ist zu erkennen, dass je ein Zeitmerkmal aus dem zweiten und fünften Zeitsegment sowie zwei Zeitmerkmale aus dem vierten Zeitsegment stammen.

Als Nächstes werden die Frequenzmerkmale betrachtet. Da der TFEx die Spektren auch über die einzelnen Zeitsegmente bildet, werden diese als Erstes identifiziert (Abb. 9).

Dort ist direkt zu erkennen, dass zehn Frequenzmerkmale aus dem gesamten Zeitbereich stammen. Man beachte dabei, dass Merkmale über den gesamten Bereich (Start der Trennstreife) als Offset zu betrachten sind, da sie über das ganze Signal bereits als Merkmale zählen.

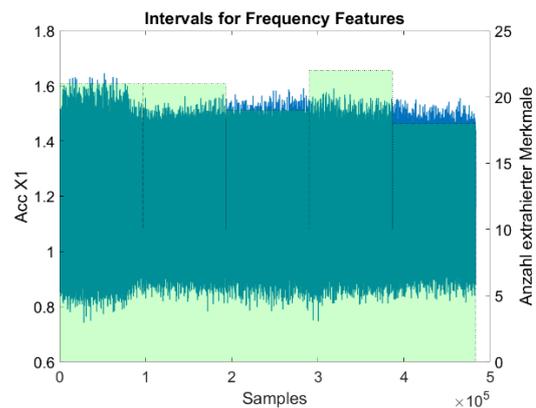


Abb. 9: Anzahl der Frequenzmerkmale des Kanals „Acc X1“ pro Zeitsegment.

Dadurch ergibt sich außerdem, dass elf Frequenzmerkmale aus den ersten beiden Zeitsegmenten stammen; neun aus dem dritten; zwölf aus dem vierten sowie acht Frequenzmerkmale aus dem fünften Zeitsegment. Damit sind es insgesamt vier Zeitmerkmale und 61 Frequenzmerkmale, die aus dem Sensorkanal „Acc X1“ stammen ( $65/250 = 26\%$ , vgl. Abb. 7).

Als letztes wird aufgetragen, aus welchen Frequenzbändern diese vier Merkmale stammen (Abb. 10).

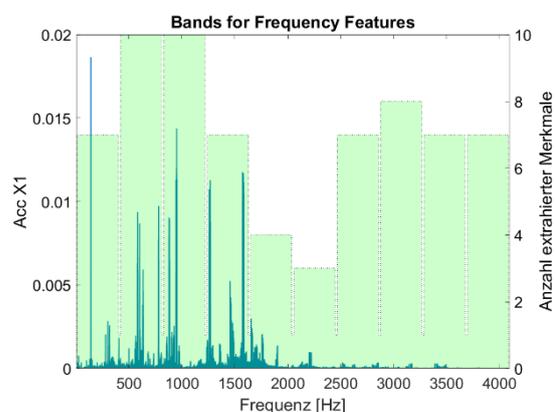


Abb. 10: Anzahl aller Frequenzmerkmale des Kanals „Acc X1“ pro Frequenzband.

Im Detail zeigt Abbildung 10, dass ein Frequenzmerkmal aus dem gesamten Frequenzspektrum stammt, sechs weitere je aus dem ersten, vierten, siebten, neunten und zehnten Frequenzband; neun je aus dem zweiten und dritten; drei aus dem fünften; zwei aus dem sechsten sowie sieben Frequenzmerkmale aus dem achten Frequenzband. Auch hier ist zu beachten, dass Merkmale aus dem gesamten Frequenzbereich als Offset zu betrachten sind. Die Summe der Frequenzmerkmale muss auch hier 61 ergeben, da jedes einzelne den zuvor ermittelten Zeitsegmenten entstammt.

Aus physikalischer Sicht ist hier auffällig, dass viele Merkmale aus dem Frequenzbereich zw. 500 Hz und 1600 Hz stammen, in welchen einige Frequenzpeaks zu verorten sind. Davon können einige mit Resonanzfrequenzen des Messaufbaus in Verbindung gebracht werden, welche bei Voruntersuchungen festgestellt wurden [17]. Ein Beispiel hierfür sind die Kühllamellen des Primärtriebs, deren Eigenfrequenzen u.a. bei 585 Hz und 1585 Hz auftraten.

## Ergebnisse Klassifikation

Um möglichst kurz gefasst zu verifizieren, dass mit den gezeigten Merkmalen auch eine Klassifizierung möglich ist, werden die selektierten Merkmale mit einer Linearen Diskriminanzanalyse [19] mit nachfolgender Berechnung der Mahalanobis Distanz [20] (LDAMahal) ausgewertet. Außerdem werden alle Ergebnisse 3-fach zufällig kreuzvalidiert (3-fold cv), um die statistische Robustheit zu prüfen.

### Hill Valley (with Noise)

Im Falle des Hill Valley Datensatz konnte mit den erlangten Merkmalen ein Klassifikationsfehler von 0% bei der 3-fach Kreuzvalidierung erreicht werden. Da das Merkmal physikalisch unumstritten eine klare Trennung der beiden Klassen zulässt, resultiert dies in einer perfekten Konfusionsmatrix, die in Abb. 11 dargestellt ist. Dieses Ergebnis ist aufgrund des erklärbaren Merkmals plausibel.

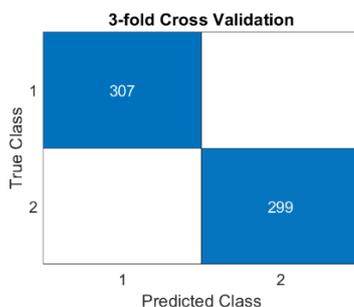


Abb. 11: Hill-Valley-Datensatz, Vorhersage der Klassifikation per LDA und Mahalanobis-Distanz mit 3-fold cv.

## Hydraulik Ölverschmutzung

Im Falle des Eintrags freier Luft in Öl bei den Hydraulikvibrationsdaten konnte mit den erlangten Merkmalen ein Klassifikationsfehler von 0% bei der Kreuzvalidierung (cv prediction) erreicht werden (vgl. Abb. 12). Zusätzlich werden sämtliche Prozessdaten zur Gruppenvalidierung mit einer „Leave-One-Group-Out“ (LoGo) Kreuzvalidierung [8] herangezogen. Es wird also die Robustheit dieser Vorhersage gegenüber der Pumpenleckage, der Speicherleckage und dem Fehlverhalten des Ventils geprüft. All diese Validierungen erzielten einen Klassifizierungsfehler kleiner als 1% (vgl. Abb. 12).

Die Ergebnisse sind laut der Validierungen sowohl statistisch robust als auch robust gegenüber der genannten Parameter. Aufgrund des Verlaufs des besten Features (Abb. 6) bleibt die Robustheit gegenüber der Öltemperatur offen bzw. es bleibt offen, ob die Öltemperatur vorhergesagt wird statt des Lufteintrags.

## Diskussion und Ausblick

Trotz gründlicher Validierung ließ sich nur durch das direkte Betrachten der Merkmale (Abb. 6) eine grundlegende Problematik feststellen. Es sollten also Anpassungen im DoE vorgenommen werden, um Effekte wie Temperaturänderungen zu berücksichtigen oder umgehen zu können.

Der größte Nachteil liegt bei dieser Methode in der explosiv wachsenden Anzahl an Merkmalen bei steigender Anzahl an Segmenten. Das führt u.a. zu hoher Redundanz, die später per Selektion wieder ausgeglichen werden muss (MRMR).

Der Vorteil der vorgestellten Methode liegt in der flexiblen und nachvollziehbaren Extraktion von Merkmalen.

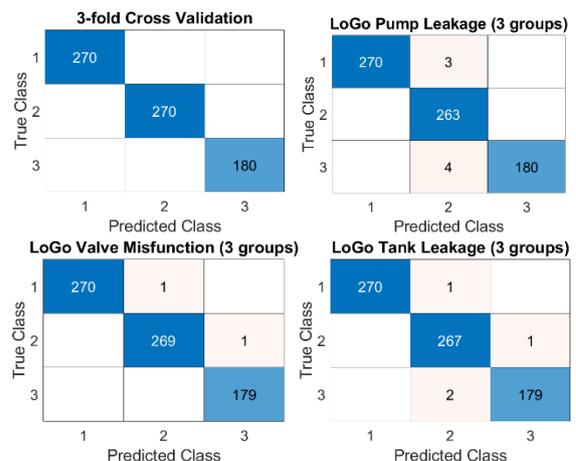


Abb. 12: Vibrationsdaten Hydraulik, Lufteintrag in Öl, Vorhersage der Klassifikation per LDAMahal mit vier Kreuzvalidierungsarten.

Außerdem bietet die Struktur auch die Möglichkeit mit logarithmischen Frequenzbändern, Ordnungsanalysen, Hüllkurven sowie beliebigen Zeit- und Frequenzbereichen zu arbeiten. All diese Variationen wurden am Lehrstuhl bereits verwendet. Diese Varianten sind als alternative Modi über die Definition von Name-Value-Pairs integrierbar und nutzbar.

In Kombination mit geschickter und bewusster Vorverarbeitung, leistet diese Methode gute Vorarbeit für Klassifikations- und Regressionsmethoden. Dabei kann man auch auf neuronale Netze abzielen, die dann mit den erzielten Merkmalen trainiert werden.

Die Nachvollziehbarkeit von Ergebnissen anhand der plausiblen Merkmale und die Problemidentifikation anhand der unplausiblen Merkmale stehen hier stets im Vordergrund.

### Literaturnachweis

- [1] A. Adadi, M. Berrada, "Peeking Inside the Black Box: A Survey on Explainable Artificial Intelligence (XAI)," *IEEE Access* Volume 6, 2018.
- [2] D. Rudresh, D. Devam, N. Het, S. Smiti, O. Rana, P. Pankesh, Q. Bin, W. Zhenyu, S. Tejal, M. Graham, R. Rajiv, "Explainable AI (XAI): Core Ideas, Techniques, and Solutions," *ACM Comput. Surv.* 55, 9, Article 194, 2023, <https://doi.org/10.1145/3561048>.
- [3] Technology Programme AI Innovation Competition of the Federal, "Explainable AI: Requirements, Use Cases and Solutions," Ministry for Economic Affairs and Climate Action, Germany (2022), online verfügbar: [https://www.digitale-technologien.de/DT/Redaktion/EN/Downloads/Publikation/KI\\_Inno\\_Xai\\_Studie.html](https://www.digitale-technologien.de/DT/Redaktion/EN/Downloads/Publikation/KI_Inno_Xai_Studie.html), letzter Aufruf: 16.05.2024.
- [4] T. Dorst, Y. Robin, T. Schneider, A. Schütze, "Automated ML Toolbox for Cyclic Sensor Data," *Joint Virtual Workshop of ENBIS and MATHMET Mathematical and Statistical Methods for Metrology MSMM*, 2021.
- [5] S. Lomba, J., F. Alves, M.I., "Moments," In: Daya Sagar, B., Cheng, Q., McKinley, J., Agterberg, F. (eds) "Encyclopedia of Mathematical Geosciences," "Encyclopedia of Earth Sciences Series," Springer, 2021, Cham. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-26050-7\\_454-1](https://doi.org/10.1007/978-3-030-26050-7_454-1).
- [6] A. Maćkiewicz, W. Ratajczak, "Principal components analysis (PCA)," *Computers & Geosciences*, Volume 19, Issue 3, 1993, Pages 303-342, ISSN 0098-3004, [https://doi.org/10.1016/0098-3004\(93\)90090-R](https://doi.org/10.1016/0098-3004(93)90090-R).
- [7] P. Goodarzi, S. Klein, A. Schütze, T. Schneider, "Comparing Different Feature Extraction Methods in Condition Monitoring Applications," *IEEE I2MTC*, 2023.
- [8] P. Goodarzi, A. Schütze, T. Schneider, "Comparing AutoML and Deep Learning Methods for Condition Monitoring using Realistic Validation Scenarios," *arXiv preprint arXiv:2308.14632*, 2023.
- [9] T. Schneider, N. Helwig, A. Schütze, "Industrial condition monitoring with smart sensors using automated feature extraction and selection," *IOP Meas. Sci. Technol.*, 2018.
- [10] R. Wirth, "Maschinendiagnose an Industriegetrieben - praktische Signalidentifikation," *Antriebstechnik* 37, Nr. 11, S. 77-81, 1998.
- [11] S. Mecking, A. Mayr, U. Schanda, "Messung von Körperschall-Nachhallzeiten inhomogener Strukturen am Beispiel einer Holzbalkendecke," *DAGA*, Darmstadt, 2012.
- [12] L. Graham, F. Oppacher, "Hill-Valley," *UCI Machine Learning Repository*, 2008, <https://doi.org/10.24432/C5JC8P>.
- [13] A. Sturm, "Maschinen- und Anlagendiagnostik: Für die zustandsbezogene Instandhaltung," Stuttgart: Teubner, 1990, ISBN 3519063336.
- [14] A. Handl, "Multivariate Analysemethoden," Berlin: Springer, 2010, ISBN 3540433864.
- [15] N. Helwig, E. Pignanelli, A. Schütze, "Condition Monitoring of a Complex Hydraulic System using Multivariate Statistics," *IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference*, Pisa, Italy, 2015.
- [16] N. Helwig, E. Pignanelli, A. Schütze, "Detecting and Compensating Sensor Faults in a Hydraulic Condition Monitoring System," *SENSOR 2015 - 17th International Conference on Sensors and Measurement Technology*, 2015, Nuremberg, Germany.
- [17] S. Klein, "Multivariate Auswertung spektraler Beschleunigungsdaten für das Condition Monitoring," *Bachelor-Thesis*, 2015, Saarland University, page 46, table 5, Saarbrücken.
- [18] Z. Zhenyu, R. Anand, M. Wang, "Maximum Relevance and Minimum Redundancy Feature Selection Methods for a Marketing Machine Learning Platform," *IEEE International Conference on Data Science and Advanced Analytics (DSAA)*, 2019, 442-452., <https://doi.org/10.1109/DSAA.2019.00059>.
- [19] A. Tharwat, T. Gaber, A. Ibrahim, A. E. Hassani, "Linear discriminant analysis: A detailed tutorial," *Ai Communications*. 30. 169-190, 2017, <https://doi.org/10.3233/AIC-170729>.
- [20] G. Mclachlan, "Mahalanobis Distance," 1999, *Resonance*. 4. 20-26., <https://doi.org/10.1007/BF02834632>.

|                                      |                 |                                   |                         |                                   |                 |
|--------------------------------------|-----------------|-----------------------------------|-------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| 3D Gaussian Splatting.....           | D4.2            | Druck.....                        | P11                     | Hall-Sensoren.....                | P27             |
| 3D-Druck.....                        | C1.2, C1.4      | Druckluftleckage.....             | A1.1                    | harmonische Analyse.....          | B4.4            |
| 5G.....                              | C5.4, P25       | Druckmessung.....                 | D3.4                    | Heterogene Sensoren.....          | P20             |
| Aberrationen.....                    | B2.4            | DSC.....                          | C3.3                    | High-temperature applications ... | P30             |
| Abgasnachbehandlung.....             | A3.3            | Durchstimmbare IR-Detektoren ..   | B4.3                    | Histogramm.....                   | P13             |
| active sampling.....                 | P14             | Edge Computing.....               | A1.4, P23               | Hochdruck.....                    | P11             |
| ADCClipping.....                     | P13             | edge detection.....               | B2.1                    | Hochgeschwindigkeitszug-          |                 |
| Additive Fertigung ...               | B5.2, C1.4, P29 | electrical.....                   | C1.1                    | versuch.....                      | B2.3            |
| agriculture.....                     | D1.1            | Electrochemical impedance         |                         | Hochtemperatur-Abgas-             |                 |
| akustisch-resonante                  |                 | spectroscopy.....                 | P06                     | sensoren.....                     | A3.4            |
| Photoakustik.....                    | A4.1            | Elektrische Impedanzspektroskopie |                         | Holzfeuerung.....                 | A3.4            |
| Altsan-dregeneration.....            | C4.3, C5.1      | (EIS).....                        | C4.3, C5.1              | Human-Robot Collaboration.....    | A1.3            |
| Ammoniak-Detektion.....              | A3.3            | elektrische Sicherheit.....       | P27                     | Human-Robot Differentiation.....  | A1.3            |
| Ausdehnungssensorik.....             | A2.3            | Elektroaktive Polymer EAP.....    | A2.3                    | Hydrogen leakage.....             | P02             |
| Autarke Sensorik.....                | P04             | Elektroantriebe.....              | P26                     | Hydrogen sensor.....              | P02             |
| automatisierte Kontrollfunktion ..   | D3.2            | Elektrochemische                  |                         | Hygrometrie.....                  | P32             |
| Automatisierung.....                 | P12             | Impedanzspektroskopie.....        | P13                     | H-ZSM5-Zeolith.....               | A3.3            |
| Automobil.....                       | A5.2            | Elektromobilität.....             | P26                     | Identifikation.....               | C5.2            |
| Batch-Prozess.....                   | C3.4            | Elektromotoren.....               | C4.2                    | Impedanz.....                     | P09             |
| Batteriespeisung.....                | A2.4            | Elektroretinographie.....         | P01                     | Impedanzspektroskopie.....        | D4.1            |
| Bayessche Inferenz.....              | D5.3            | Empfindlichkeit.....              | C4.3, C5.1              | Impedanzspektrum.....             | B4.4            |
| Bedarfsorientierte Wartung.....      | D4.4            | End-of-Line-Prüfung.....          | C4.4                    | Inclination Sensor.....           | D5.1            |
| Benzol.....                          | A4.1            | Energieautarke Sensorik.....      | P26                     | indirect measurement method...    | D4.3            |
| Biogas.....                          | P09             | Energietechnik und erneuerbare    |                         | inductance measurement.....       | D4.3            |
| biosensing.....                      | P06             | Energien.....                     | P26                     | infrared focal plane array.....   | B5.1            |
| Brennstoffzelle.....                 | A5.3            | E-Textiles.....                   | P35                     | Infrarot.....                     | B3.4            |
| BTEX.....                            | A4.1            | Explainable AI.....               | P36                     | Infrarot-Spektroskopie.....       | A3.2, B5.4      |
| Cancer Therapy.....                  | D3.3            | EyeOnWater.....                   | P08                     | Instrumental Odor Monitoring      |                 |
| Cantilever-Sensoren.....             | C3.4            | Fabry-Pérot-Interferometer.....   | B4.3                    | Systems (IOMS).....               | C2.3            |
| Capacitive sensing.....              | P29             | Faserverstärkte Kunststoffe.....  | D1.2                    | Integration.....                  | P12             |
| Chlorophyll fluorescence.....        | B1.2            | FD-FLIM.....                      | B1.3                    | Interdigitalelektrode.....        | P09             |
| Clamp-on.....                        | A2.4            | Features extractor.....           | A5.4, P36               | Internet of Things.....           | A1.2, A2.4, P35 |
| CO2 sensor.....                      | P14             | Fingerprint.....                  | C5.2                    | IO-Link.....                      | C1.3            |
| Collision Avoidance.....             | P25             | Finite Elements Simulation.....   | P17                     | IP-Schutzart.....                 | C4.4            |
| Collision Warning.....               | C5.4            | Flow Metering.....                | P03                     | IRFPA.....                        | B5.1            |
| Computer Vision.....                 | P25             | Flow Profile.....                 | P03                     | Isolierglas.....                  | P04             |
| Condition Monitoring.....            | A1.2, P36       | Fluoreszenz.....                  | B1.3                    | Justage.....                      | B4.3            |
| Corrugated Membrane.....             | C3.2            | Fluoreszenzlöschung.....          | D3.1                    | Kalibrierung.....                 | B4.3            |
| damage.....                          | A5.4            | Force-Feedback Control.....       | C3.2                    | Kameramesssysteme.....            | B2.4            |
| Dämpfung.....                        | D1.2            | Forel-Ule-Skala.....              | P08                     | Kapazitive Füllstandsmessung..    | A2.4            |
| data analysis.....                   | P24             | Formstoffe.....                   | C4.3, C5.1              | KI.....                           | P35             |
| Datenfusion.....                     | P20             | Fraktionale Fourier-              |                         | Klebstoffe.....                   | C4.1            |
| Dauermagnet.....                     | C4.2, D5.4      | Transformation.....               | D4.2                    | Kleine.....                       | B2.3            |
| Deep Neural Networks.....            | A1.4            | Frequenzanalyse.....              | A1.1                    | kompakte GC-Systeme.....          | C2.3            |
| Dehnung.....                         | P11             | Front side detection.....         | B5.2                    | komplexe Permittivität.....       | C4.3, C5.1      |
| Dehnungsmessstreifen.....            | C1.3            | funktionale Sicherheit.....       | A5.2                    | koresonantes Prinzip.....         | C3.4            |
| Dehnungsmessung.....                 | B2.3            | Gamification.....                 | P35                     | Kraft- und Drehmoment-            |                 |
| Detektion.....                       | B1.3            | Gaschromatographie.....           | C2.3                    | sensoren.....                     | P27             |
| Diabetisches Fußsyndrom.....         | D3.4            | Gasfeuchte.....                   | P32                     | Kraftaufnehmer.....               | C1.3            |
| Diamant.....                         | A2.2            | Gasmesstechnik.....               | A4.1, A4.4              | Kraftmessdose.....                | C1.3            |
| Dichtheitsprüfung.....               | C4.4            | Gasmesstechnik.....               |                         | Kraftmessung.....                 | A2.1            |
| Dielektrische Elastomersensoren      |                 | Gassensor.....                    | A3.1, A5.3, D3.1        | Kraftsensorik.....                | C1.4, P12       |
| DES.....                             | A2.3            | Gassensorik..                     | A3.2, A3.3, A3.4, A4.2, | Kunststoff.....                   |                 |
| dielektrisches Elastomer.....        | P12             | B3.4, P09, P18, P31               |                         | Kunststoff.....                   | A4.4, B1.3      |
| differential scanning calorimetry .. | P30             | GC-SOMSA.....                     | C2.3                    | Lab Experimentation.....          | P25             |
| Digitale Sensorik.....               | C1.3            | Geführte Akustische Wellen.....   | D1.3                    | Langzeitbeatmung.....             | D3.2            |
| Digitalisierung.....                 | B4.1            | Geführte Wellen.....              | D1.2                    | Laser annealing.....              | P17             |
| Direkte Absorptions-                 |                 | Glasfritte.....                   | P11                     | Laser Flash Analysis.....         | B5.2            |
| spektroskopie.....                   | A4.2            | Greiftechnik.....                 | C1.4                    | laser triangulation.....          | B2.1            |
| Distributed Data Acquisition.....    | P23             | Guided waves.....                 | A5.4                    | Laser-Doppler-Vibrometrie.....    | B2.3            |
| Drehmoment.....                      | C1.2            | Halbleitergassensoren.....        | P18                     | Laserspektroskopie.....           | A4.2            |

|                                      |           |                                   |           |                                       |                 |
|--------------------------------------|-----------|-----------------------------------|-----------|---------------------------------------|-----------------|
| Lebensmittel.....                    | B1.3      | one layer samples .....           | B5.2      | Rohrsysteme.....                      | D1.3            |
| LED .....                            | D3.1      | Operando-Raman-                   |           | Safety and Security.....              | P04             |
| Lithium-Ionen-Batterie.....          | A2.3      | Spektroskopie.....                | P19       | Sauerstoff (O2) .....                 | D3.1            |
| localization .....                   | A5.4      | Ophthalmologie .....              | P01       | Scheibensensor .....                  | A2.1            |
| low power .....                      | P06       | Optical measurement methods...    | P22       | Schichtdickenbestimmung .....         | D1.3            |
| Low-Field-NMR .....                  | P03       | optisch nicht kooperative Flächen |           | Schlierentechnik.....                 | D4.2            |
| LTCC.....                            | C5.2      | .....                             | B2.4      | Schmierfilimpedanz.....               | D4.1            |
| Lüftung .....                        | B1.4      | Optische Auslese.....             | A2.2      | Selektive katalytische                |                 |
| Luftwechsel .....                    | B1.4      | Optische und Infrarot-Sensoren..  | P27       | Reduktion (SCR).....                  | A3.3            |
| Lumineszenz .....                    | A3.1      | PAM fluorometer.....              | B1.2      | Self-Healing .....                    | P10             |
| LWIR .....                           | B5.1      | Partikel.....                     | B1.4      | Self-Monitoring.....                  | P10             |
| Machine Learning.....                | A1.1      | Partizipative Wissenschaft.....   | P08       | Self-Sensing.....                     | C1.4            |
| Machine Learning... A1.4, A5.4, D4.4 |           | Pellistor.....                    | A5.2      | Self-X System .....                   | P10             |
| Magnetic Drug Targeting. D1.4, D3.3  |           | Pferdeauge.....                   | P01       | Self-X-Hierarchy.....                 | P10             |
| Magnetic Nanoparticles... D1.4, D3.3 |           | Photonik.....                     | P18       | Sensor .....                          | B1.4, C1.2, P17 |
| Magnetische Messtechnik .....        | C4.2      | Photovoltaik.....                 | P26       | sensor design.....                    | P22             |
| magnetische Sensoren.....            | C4.2      | physically inspired model.....    | D4.3      | Sensor Fusion.....                    | P36             |
| Magnetometry .....                   | P03       | Piezoelectric MEMS Microphone     | C3.2      | sensor improvement .....              | P14             |
| Magnetomotive Ultrasound             |           | Piezoelectric Thin-Films.....     | C3.2      | Sensor Network .....                  | D5.1            |
| Imaging .....                        | D1.4      | Piezoelektrizität .....           | C3.3      | Sensorkonzept .....                   | A5.1            |
| magnetorheological fluid (MRF) D4.3  |           | Piezoresistiv .....               | P11       | Sensorport .....                      | C2.3            |
| Magnetostriktion.....                | A2.1      | PIN photodiode.....               | B1.2      | Sensorsystem .....                    | P08             |
| Manipulationsschutz.....             | C5.2      | pin-array gripper .....           | P29       | Sensorsystementwicklung.....          | C2.3            |
| Materialeigenschaften .....          | D1.3      | Pipeline leakage .....            | P02       | Sicherheitselemente .....             | C5.2            |
| Materialeigenschaften.....           | C4.1      | plasmonic metamaterial            |           | Sicherheitstechnik.....               | P04             |
| Measurement System .....             | P23       | absorbers.....                    | B5.1      | Siebdruk.....                         | A5.1            |
| mechanical power .....               | C1.1      | Plastic welding.....              | B2.1      | Signalkorrektur.....                  | A3.4            |
| Mechanistische Aufklärung .....      | A3.2      | PMA.....                          | B5.1      | Signalverarbeitung ..A4.2, B4.1, P26, | P27             |
| Medical Technology .....             | D3.3      | Polyvinyl Alcohol Ultrasound      |           | Silizium.....                         | P11             |
| Medizintechnik .....                 | D3.2, P26 | Phantom .....                     | D1.4      | Silizium-Nitrid .....                 | C3.4            |
| Medizintechnik .....                 |           | portable potentiostat .....       | P06       | Simulation .....                      | B3.4            |
| Mehrzioptimierung/ Pareto-           |           | Positioning .....                 | C5.4      | Simultane Thermische Analyse. C3.3    |                 |
| Optimum.....                         | D5.4      | Positionssensor .....             | D5.4      | Smart City .....                      | C5.4            |
| MEMS .....                           | P17       | Präkonzentration .....            | A4.3      | Smart Sensors .....                   | A1.4            |
| MEMS sensor technology .....         | P22       | Prävention .....                  | D3.4      | sound propagation .....               | D1.1            |
| metal-insulator-metal absorbers B5.1 |           | Predictive Maintenance .....      | D4.1      | Spektralanalyse .....                 | B4.1            |
| Metalloxid .....                     | A5.3      | pressure vessel .....             | A5.4      | Stahl.....                            | P11             |
| Metalloxidgassensor .....            | P19       | Primärsensor .....                | A2.1      | Störstoffe.....                       | A4.4            |
| microbolometer .....                 | B5.1      | Probennahme .....                 | A4.4      | Stress.....                           | A2.2            |
| micropump .....                      | P14       | Process Optiomization.....        | P23       | Strommessung.....                     | P27             |
| Middleware Integration .....         | P20       | process quality.....              | P24       | Strömungsvisualisierung .....         | D5.3            |
| Mikrofabrication .....               | C3.4      | Prototyping .....                 | A1.2      | Structural Health Monitoring.....     | A1.2            |
| Mikrofonsensor.....                  | A1.1      | Pulse amplitude modulation.....   | B1.2      | strukturierte Metallelektrode.....    | P12             |
| Mikrowellenradar .....               | C4.1      | Pupillographie.....               | P01       | Stückprüfung .....                    | C4.4            |
| MIM .....                            | B5.1      | pyroelektrischer Sensor .....     | B4.1      | Switching integrator .....            | B1.2            |
| miniaturisiert.....                  | D3.1      | Quantum Sensing.....              | P03       | synthetic aperture                    |                 |
| Mixed-Signal-Processing.....         | P13       | Quantum yield's efficiency.....   | B1.2      | focusing technique .....              | D1.1            |
| MOS Sensor.....                      | A4.3      | Quarzresonator.....               | B4.4      | Systemdesign .....                    | P27             |
| Motoransteuerung .....               | P27       | radiation thermometry.....        | P30       | Systemintegration .....               | B4.1            |
| MPP .....                            | P26       | Real-time object detection .....  | A1.3      | tactile .....                         | B2.1            |
| multi layer samples .....            | B5.2      | Recycling.....                    | A4.4      | Tamper-Sensorik .....                 | C5.2            |
| Multiple Sklerose .....              | P26       | Reduced graphene .....            | P02       | TATP.....                             | P19             |
| MWIR .....                           | B5.1      | renewable energy .....            | C1.1      | Telemedizin.....                      | P35             |
| NDIR .....                           | B3.4      | Resonanz Tracking.....            | A4.1      | temperature sensor.....               | P07             |
| near-infrared spectroscopy.....      | P22       | Resonanzfrequenz .....            | C3.3      | Temperatur-Quenching.....             | A3.1            |
| non-contact temperature              |           | Richtlinie .....                  | P31       | Temperaturzyklus .....                | A4.3            |
| measurement .....                    | P30       | Road Traffic.....                 | C5.4, P25 | T-equivalent circuit.....             | D4.3            |
| O2-Quenching.....                    | A3.1      | robot .....                       | B2.1      | Terahertz-Technik.....                | C4.1            |
| object detection .....               | D1.1      | robot accuracy .....              | P24       | Textilintegration.....                | D3.4            |
| oceanography .....                   | P07       | Robot Operating System (ROS) .P20 |           | thermal analysis .....                | P30             |
| Odor-Detection-Port (ODP).....       | C2.3      | Robotik .....                     | C1.4, P24 |                                       |                 |

---

|   |           |
|---|-----------|
| thermischer Infrarotsensor .....                    | B4.4      |
| thermistor .....                                    | P07       |
| Thermoelektrik .....                                | A3.4      |
| Thermografie .....                                  | D5.3      |
| Thermogravimetrie .....                             | C3.3      |
| Thin Films.....                                     | P17       |
| thread cutting .....                                | P24       |
| TMR-Based Decoder.....                              | P10       |
| TMR-Sensor-Array .....                              | D3.2      |
| Toluol .....  | A4.1      |
| Tomografie .....                                    | D4.2      |
| Transiente Methoden .....                           | A3.2      |
| Transimpedance amplifier .....                      | B1.2, P06 |
| Typprüfung .....                                    | C4.4      |
| Ultraschall .....                                   | D1.2      |
| Ultraschall-Durchflussmessung .....                 | D1.3      |
| Ultrasonic imaging.....                             | D1.1      |
| ultrasound .....                                    | A5.4      |
| Ultrasound Imaging .....                            | D3.3      |
| Ultrasound-based Material<br>Characterization ..... | D1.4      |
| Uncertainty Prediction .....                        | D5.1      |
| uncooled thermal imaging .....                      | B5.1      |
| Verbundwerkstoffe .....                             | C1.4      |
| Verteilte Sensornetzwerke .....                     | P20       |
| Vibration Monitoring .....                          | A1.2      |
| Visuell evozierte Potentiale .....                  | P01       |
| VOCs.....   | A4.3      |
| Wälzlager .....                                     | D4.1      |
| Wärmeleitfähigkeit.....                             | A5.1      |
| Wärmeleitfähigkeitsdetektor .....                   | A5.3      |
| Wärmeleitfähigkeitssensor .....                     | A5.2      |
| Wasserqualität .....                                | P08       |
| Wasserstoff .. A5.1, A5.2, A5.3, A5.4,<br>P02, P18  |           |
| Wasserstoffqualität.....                            | B5.4      |
| water surface.....                                  | P07       |
| Werkzeuginnendruck .....                            | P11       |
| Wind energy .....                                   | C1.1      |
| wind turbine generator.....                         | C1.1      |
| Windenergieanlage .....                             | D5.3      |
| Zerstörungsfreie Prüfung.....                       | C4.1      |
| Zink-Zinn-Oxid.....                                 | A3.1      |
| Zinnoxid.....                                       | A3.2      |
| Zustandsbasierte Wartung .....                      | D4.4      |
| Zustandsüberwachung.....                            | A2.3, P27 |

# Anhang

# Unterwasserobjekterkennung mit kapazitiven mikromaschinellen Ultraschallwandlern (CMUT)

Meghana Vishwanatha<sup>1,2</sup>, Nooshin Saeidi<sup>1,2</sup>, Karman Selvam<sup>1</sup>, Kevin Diex<sup>1</sup>, Maik Wiemer<sup>1</sup>, Harald Kuhn<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Fraunhofer ENAS, Technologie Campus 3, 09126 Chemnitz, Germany

<sup>2</sup>Technische Universität Chemnitz

[Nooshin.saeidi@enas.fraunhofer.de](mailto:Nooshin.saeidi@enas.fraunhofer.de)

## Abstrakt

Die Weite der Ozeane stellt sowohl Herausforderungen als auch Chancen für die Erkennung von Unterwasserobjekten dar. Unter den für die Objekterkennung verfügbaren Sensoroptionen wie RADAR, LiDAR und Kameras zeichnet sich die Ultraschalltechnologie durch ihre Kompaktheit, ihren geringen Stromverbrauch und ihre Zuverlässigkeit aus. Ihre Fähigkeit, bei trüben und schlechten Lichtverhältnissen und über große Entfernungen effizient zu arbeiten, macht sie ideal für Unterwasseranwendungen. Die Entwicklung der MEMS-Technologie hat fortschrittliche Ultraschallwandler wie CMUTs eingeführt, die eine große Bandbreite, hohe Empfindlichkeit und eine bessere akustische Anpassung bieten. Diese Forschung untersucht die Fähigkeiten von CMUTs für die Erkennung von Unterwasserobjekten. In dieser Arbeit wurden in Polymer verkapselte CMUTs verwendet, die am Fraunhofer ENAS mit einer Resonanzfrequenz von 1,5 MHz gefertigt wurden. Verschiedene Experimente wurden mit untergetauchten Objekten in einer Laborumgebung durchgeführt. Die Versuchsergebnisse veranschaulichen, dass der CMUT in der Lage ist, Objekte unter Wasser genau zu erkennen. Der Fehlerprozentsatz für die Entfernungsmessung mit dem CMUT betrug nur 0,05 %. Die Ergebnisse deuten auch darauf hin, dass die CMUTs in der Lage sind, Objekte aus verschiedenen Materialien wie Stahl, Glas, Polycarbonat und Silikon zu erkennen und zu differenzieren. Diese Ergebnisse sind ein starkes Indiz dafür, dass die CMUTs sehr gut in der Lage sind, Objekte unter Wasser zu detektieren, und sind somit eine vielversprechende Wahl für die Forschung auf dem Gebiet der Ultraschall-Objekterkennung.

**Schlüsselwörter:** Unterwasser, Objekterkennung, Ultraschall, CMUT, ToF

## Einleitung

In der heutigen vernetzten Welt ist die Objekterkennung zu einem integralen Bestandteil unseres täglichen Lebens geworden und spielt eine Schlüsselrolle in einer Reihe von Anwendungen, die Effizienz, Komfort und Sicherheit verknüpfen und verbessern. Diese Technologie ermöglicht es Maschinen, Gegenstände zu erkennen, zu lokalisieren und zu kategorisieren und so menschliche Wahrnehmungsfähigkeiten zu simulieren. Von autonomen Autos, die intelligent navigieren, Fußgänger erkennen und Hindernissen ausweichen können, bis hin zu Prozessoptimierungen und Automatisierung in der Industrie bis hin zu Überwachungssystemen für das Verkehrsmanagement hat die Objekterkennung unsere Welt revolutioniert. Einige der typischen Anwendungsfälle sind in Abbildung 1

dargestellt, darunter Totwinkelerkennung, Einparkhilfe und Kollisionsvermeidung

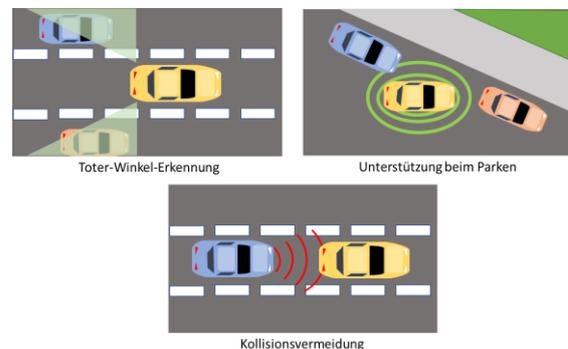


Abb. 1: Anwendungen zur Objekterkennung

Trotz ihres Erfolgs gerade im automobilen Sektor ist die Objekterkennung im Unterwasserbereich noch nicht der Art etabliert. Obwohl Ozeane etwa 95 % der Erdoberfläche

bedecken, sind bisher nur etwa 5 % erforscht. Dies liegt an vielen Herausforderungen, die die Unterwasserumgebung mit sich bringt, wie z. B. schlechte Sicht, bspw. bedingt durch einen hohen Salzgehalt, raues Gelände, ungünstige Temperaturen und hoher Druck. Daher ist eine zuverlässige und genaue Sensorlösung, die in der Lage ist, diese Herausforderungen zu meistern und Objekterkennungstechniken unter Wasser zu integrieren, von großer Bedeutung. Verschiedene multidisziplinäre Bereiche wie Meeresbiologie und Geologie könnten von dieser Technik stark profitieren. Einige der vorteilhaftesten Anwendungsfälle sind die Unterwassernavigation, die Kartierung des Meeresbodens, die Unterwasserprofilierung und die Überwachung von Pipelines.

Mit dieser Motivation zielt diese Forschung darauf ab, die Fähigkeiten von CMUT als nächste Generation von Unterwasser-Sensor-Lösungen zu erforschen. Ihre vielen Vorteile wie Designflexibilität, die die Nutzung eines großen verschiedenen Frequenzbereiches ermöglicht, Serienproduktion, einfache Array-Fertigung, große Bandbreite und CMOS-Kompatibilität können genutzt werden, um gewünschte Sensorlösungen für Unterwasser-spezifikationen zu entwickeln.

### Stand der Technik

Die Aufgabe der Objekterkennung könnte mit verschiedenen Arten von Sensormodalitäten wie LiDAR-, Kamera-, RADAR- und Ultraschallsensoren erfüllt werden. Jede dieser Technologien hat ihre eigenen Vorteile und Grenzen. Die Wahl des richtigen Sensors hängt von der Zielanwendung ab.

RADAR und LiDAR haben zwar eine gute Erfassungsreichweite, sind aber sperrig und haben einen hohen Stromverbrauch und sind daher nicht für Anwendungen mit begrenzter Größe und Leistung geeignet. Kameras haben eine gute Bildauflösung und Reichweite, realisierbar eine hohe Rechenleistung im Gerät, haben aber eine schlechte Nachtsicht und werden stark von den Wetterbedingungen beeinflusst. Ultraschallsensoren hingegen funktionieren unabhängig der gegebenen Lichtverhältnisse, können feste und transparente Objekte erkennen und haben einen geringen Stromverbrauch. Sie sind zudem äußerst kompakt und lassen sich problemlos in elektronische Systeme und andere Sensoren integrieren, wodurch sie die Effizienz von Anwendungen, im Gegensatz zu herkömmlich verbauten Sensoren, steigern können [1].

In Anbetracht der Leistung unter Wasser leidet LiDAR als lichtbasiertes Sensorsystem unter einer hohen Dämpfung unter Wasser, da das Licht in Wasser gebrochen wird. Die hohe Trübung des Wassers trägt ebenfalls zu dieser Herausforderung bei. Kameras können die Unterwasserumgebung am realistischsten darstellen, aber ihre Leistung ist in Regionen mit schlechter Sicht begrenzt, was den Einsatz zusätzlicher Lichtquellen wie LEDs oder Blitzlichter erfordert, was nicht nur das System sperriger macht, sondern auch den Stromverbrauch erhöht. HF-basierte Sensorik leidet auch unter einer hohen Dämpfung unter Wasser. Ultraschallsensoren hingegen werden nicht durch schlechte Lichtverhältnisse beeinträchtigt, sind kompakt und benötigen weniger Strom. Zusätzlich werden sie weniger durch die Wassertrübung beeinträchtigt, was den idealen Einsatz unter Wasser ebnet. Daher erweist sich die ultraschallbasierte Sensorik als die bessere Wahl für Unterwasseranwendungen. Die herkömmlichen Ultraschallsensoren, die im Handel erhältlich sind, sind meist piezobasiert. Obwohl es sich um eine etablierte Technologie handelt, die seit mehreren Jahrzehnten auf dem Markt ist, leiden sie unter Einschränkungen wie schlechter Impedanzanpassung, begrenzter Bandbreite und arbeitsintensiver Fertigung. Mit dem Fortschritt der MEMS-Technologie sind innovative Sensoren wie CMUTs und PMUTs entstanden, die den Herausforderungen herkömmlicher Wandler gerecht werden. CMUTs haben insbesondere eine große Bandbreite, eine kompaktere Größe, eine bessere akustische Anpassung, eine gute Transduktionsfähigkeit und können in Chargen mit verschiedenen Array-Möglichkeiten hergestellt werden. Daher können sie eine Alternative zur bestehenden Ultraschalltechnologie sein [2].

### Sensor-Konzept

Jede CMUT-Zelle ist im Grunde ein variabler MEMS-Kondensator. Es besteht aus einer festen unteren Elektrode, einer dünnen Membran, einer flexiblen oberen Elektrode mit einem Vakuumhohlraum, einer Isolierschicht und einem Siliziumsubstrat dazwischen, wie in Abbildung 3 dargestellt.

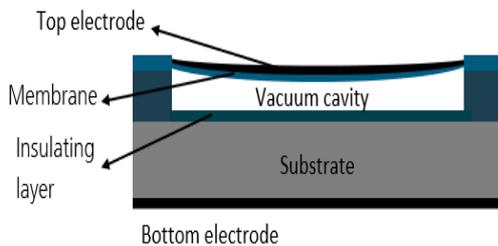


Abb. 3: CMUT-Konstruktion

CMUTs arbeiten nach dem Prinzip der kapazitiven Transduktion. Sie verfügen über zwei Betriebsmodi: Sendemodus und Empfangsmodus. Im Sendemodus sind sowohl Gleich- als auch Wechselspannung gekoppelt. Die DC-Vorspannung baut ein elektrostatisches Feld im CMUT auf, welches die obere Elektrode auf das Substrat zieht. Die Steifigkeit der Platte erzeugt eine mechanische Rückstellkraft, die der Anziehung entgegenwirkt. Die Erzeugung von Ultraschall wird durch Anlegen einer Wechselspannung an den Kondensator erreicht. Dadurch vibriert die Membran und erzeugt Ultraschallwellen [3]. Im Empfangsmodus wird die DC-Vorspannung angelegt, um die Membran in eine statische Ablenkung zu bringen. Eingehende Ultraschallwellen versetzen die abgelenkte Membran in Schwingung, wodurch anschließend ein Strom erzeugt wird, der proportional zu den empfangenen Ultraschallwellen ist. Die in dieser Studie verwendeten CMUTs wurden mittels Waferbonden am Fraunhofer ENAS hergestellt.

### Experiment zur Objekterkennung unter Wasser

Der in dieser Arbeit vorbereitete Objekterkennungsaufbau besteht aus einem Wassertank, einem gekapselten CMUT, einem Ultraschallprüfgerät (OPBOX, OPTEL Sp'o lka z o.o., Polen) und einer Datenvisualisierung in einem Computer. Das Experiment wurde in einem Glasaquarium durchgeführt, das zu einem Viertel seines Fassungsvermögens mit Leitungswasser gefüllt war. Zwei 3D-gedruckte Halter sitzen auf dem Rand des Aquariums und fixieren die Metalllehre. Ein Seitenarm wurde gedruckt, um den Sensor zu halten und im Wasser aufzuhängen. Diese wurde am beweglichen Teil des Metallmessgeräts befestigt. Die Eintauchtiefe kann über den Schiebemechanismus im Seitenarm eingestellt werden. Die Versuchsumgebung mit einem Stahlstab als Objekt ist in Abbildung 4 dargestellt. Der Stahlstab wurde verwendet, um

den Versuchsaufbau für die Erkennung von Unterwasserobjekten zu testen.

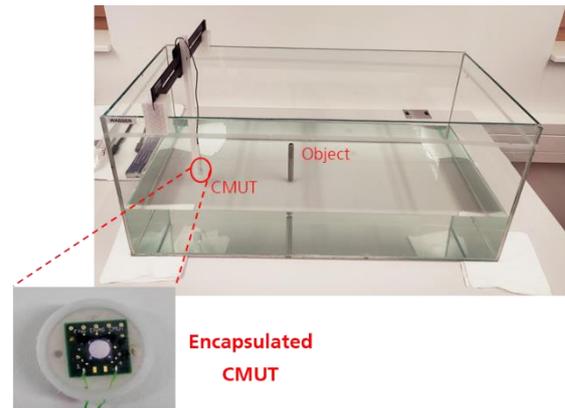


Abb. 4: Objekterkennungseinrichtung mit CMUT und Unterwasserobjekt

Mit diesem Aufbau wurden drei verschiedene Objekte für die Objekterkennung ausgewählt. Die Objekte wurden in einer Linie mit dem Sensor platziert und in Schritten von 5 cm von ihm entfernt und bei jedem Schritt wurde der Time of Flight (ToF)-Wert aufgezeichnet und die Signaldaten gespeichert. Das erste Objekt war ein zylindrischer Stahlstab mit einem Durchmesser von 13 mm und einer Länge von 150 mm. Um die Fähigkeit des Sensors zu untersuchen, transparente Objekte zu erkennen, wurde ein rechteckiger Glasquader mit den Abmessungen (50 mm x 30 mm x 30 mm) und ein Polycarbonat-Würfel mit den Abmessungen 50 mm x 50 mm x 50 mm ausgewählt. Abbildung 5 zeigt den zylindrischen Metallstab und den transparenten Quader und Würfel, der in dieser Arbeit verwendet wurde.

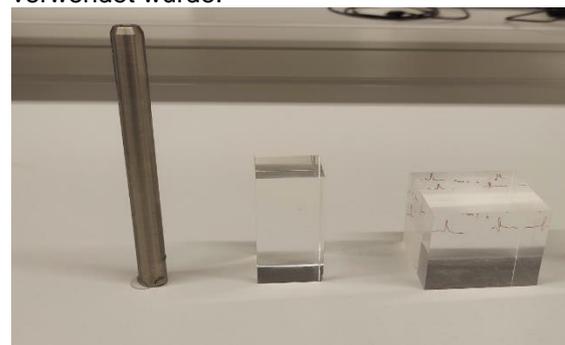


Abb. 5: Objekterkennungseinrichtung mit CMUT und Unterwasserobjekt

Um zu untersuchen, ob der Sensor empfindlich auf das Objektmaterial reagiert, wurde eine kreisförmige Platte mit einem Durchmesser von 200 mm und einer Dicke von 17 mm verwendet, die auf der einen Seite eine Metalloberfläche und auf der anderen Seite Silizium aufweist. Die Position der Platte und des CMUT wurden

festgelegt, so dass das Sensorverhalten für die beiden unterschiedlichen Materialien untersucht werden kann. Die zwei Oberflächen des Objekts sind in den Abbildungen 6(a) bzw. 6(b) dargestellt.

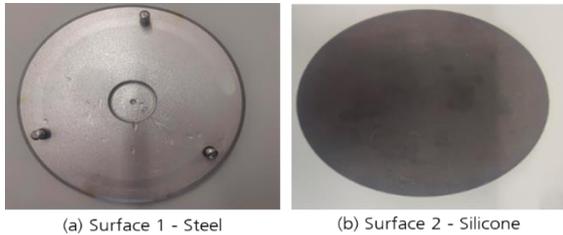


Abb. 6: Kreisförmiges Objekt zum Testen der Empfindlichkeit von CMUT gegenüber Materialien

**Befund**

Der CMUT wurde mit dem in Abbildung 4 dargestellten Versuchsaufbau getestet. Der Aufbau wurde mit einer Stahlstange von 15 cm Länge überprüft. Da sich das Objekt in einer festen Position in der Nähe der Glaswand befand, wurde der CMUT in unterschiedlichen Abständen platziert. Die Abbildungen 7 und 8 zeigen die Impuls-Echo-Reaktion der CMUT-Unterwasserobjekterkennung, wobei das Signal A die erste Schnittstelle (Verkapselungs-/Flüssigkeitsgrenzfläche) zeigt, Signal B die Reflexion des Probenobjekts, das 30 cm (Abbildung 7) und 53 cm (Abbildung 8) vom CMUT-Wandler entfernt ist, und Signal C die Reflexion von der Glaswand zeigt

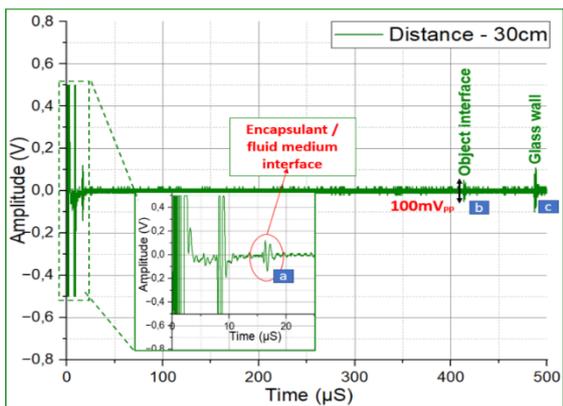


Abb. 7: Impulsechoantwort vom CMUT unter Wasser für einen zylindrischen Stahlstab in 30 cm Entfernung.

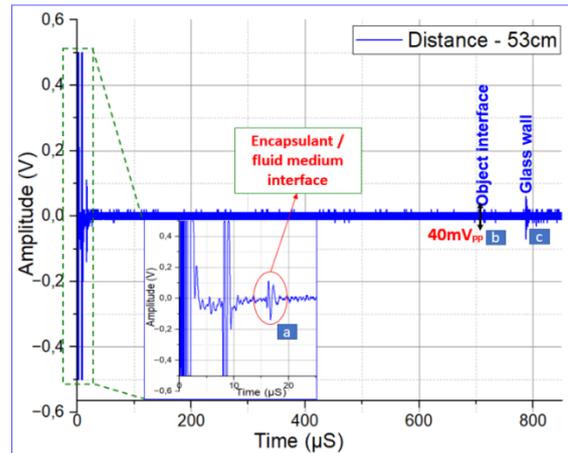


Abb. 8: Impulsechoantwort vom CMUT unter Wasser für einen zylindrischen Stahlstab in einem Abstand von 53 cm.

Wie in den Abbildungen 7 und 8 zu sehen ist, steigt der ToF-Wert mit zunehmendem Abstand zwischen Sensor und Objekt. Die entsprechenden Entfernungswerte, die aus den ToF-Werten berechnet werden, stimmen ebenfalls mit den tatsächlichen Entfernungswerten überein, dies ist in Abbildung 9 zu sehen. Es zeigt das Diagramm der tatsächlichen und gemessenen Entfernungswerte aus dem Experiment. Der durchschnittliche Fehlerprozentsatz betrug 0,81 %. Es wurden klare und unterscheidbare Echosignale zwischen dem Probenobjekt und der Glaswand gemessen, die zeigen, dass der Sensor mehrere Objekte identifizieren kann. Mit diesem Experiment wurde die Machbarkeit von CMUTs für die Erkennung von Unterwasserobjekten nachgewiesen.

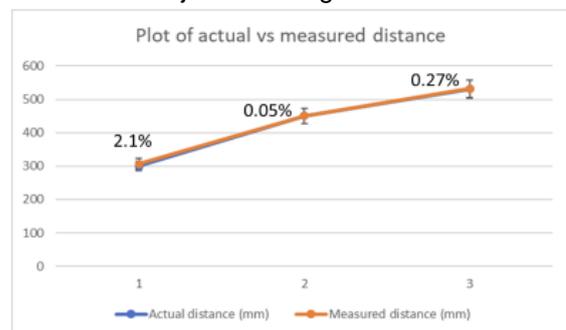


Abb. 9: Diagramm des tatsächlichen vs. gemessenen Abstands für Stahlstabobjekt

Nachdem die Machbarkeit von CMUTs für die Objekterkennung mit einem Stahlstab nachgewiesen wurde, wurde die nächste Reihe von Experimenten durchgeführt, um die Fähigkeit des CMUTs zur Erkennung

transparenter Objekte zu testen. Für dieses Experiment wurde ein transparenter Quader (5cm x 3cm x 3cm) aus Glas mit einem akustischen Impedanzwert von 13MRayls und ein Würfel (5cm x 5cm x 5cm) aus Polycarbonat mit einem akustischen Impedanzwert von 2,77MRayls ausgewählt. Sie wurden in einer Linie mit dem Sensor bewegt und die ToF-Messwerte wurden in jedem 5-cm-Intervall aufgezeichnet

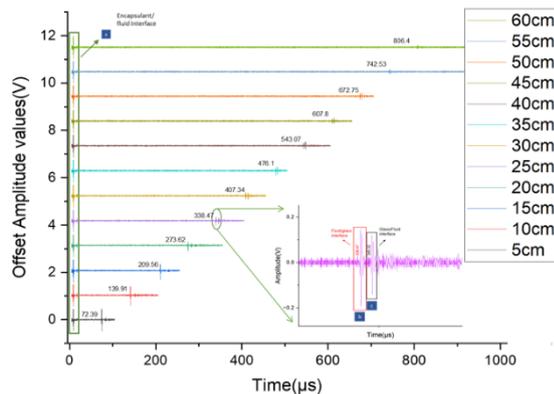


Abb. 10: Pulsechomessungen des CMUTs für quaderförmige Objekte in verschiedenen Entfernungen mit ToF-Werten und vergrößerte Darstellung der Puls-Echo-Reaktion bei 25 cm

Die Impulsechomessungen für den Quader als Objekt bei Entfernungswerten von 5 cm bis 60 cm sind in Abbildung 10 dargestellt. Wie in Abbildung 10 zu sehen ist, steigen die ToF-Werte weiter an, wenn das Objekt vom Sensor wegbewegt wird. Die Amplitude des empfangenen Signals ist bei einem Mindestabstand von 5 cm maximal und nimmt mit zunehmender Entfernung immer weiter ab. In der Abbildung ist das Signal a auf die Reflexion von der Grenzfläche zwischen Verkapselung und flüssigem Medium zurückzuführen. Das empfangene Signal des erkannten Objekts hat tatsächlich 2 Signale. Dies ist in der vergrößerten Darstellung der Puls-Echo-Antwort von CMUT in einem Abstand von 25 cm zu sehen. Dabei entspricht das Signal b der Vorderseite des Objekts oder der Fluid/Glas-Grenzfläche und das Signal c der Rückseite des Objekts oder der Glas/Fluid-Grenzfläche. Diese Ergebnisse sind ein klarer Hinweis darauf, dass das CMUT in der Lage ist, transparente Objekte zu erkennen.

Um die Wiederholbarkeit zu überprüfen, wurde ein anderes transparentes Objekt aus Polycarbonat ausgewählt. Das Objekt war ein Würfel mit den Maßen 5cm x 5cm x 5cm. Der Würfel wurde in einer Linie mit dem Sensor und von ihm weg bewegt. Die Puls-Echo-

Messungen wurden in jedem 10-cm-Intervall aufgezeichnet. Die Puls-Echo-Diagramme, die in jeder Entfernung zusammen mit ihren ToF-Werten aufgezeichnet wurden, und ein vergrößertes Diagramm des Empfangssignals in 20 cm Entfernung sind in Abbildung 11 zu sehen.

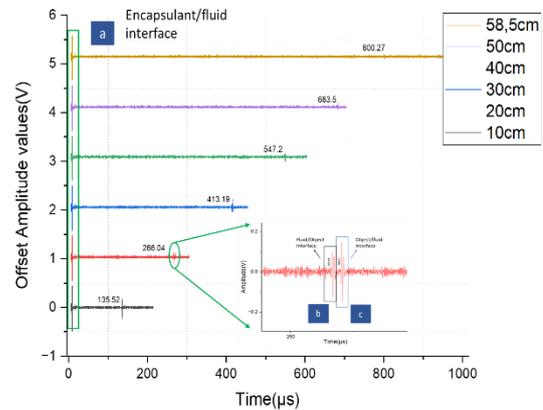


Abb. 11: Pulsechomessungen des CMUTs für Würfelobjekte in verschiedenen Entfernungen mit ToF-Werten und vergrößertes Diagramm der Puls-Echo-Reaktion bei 20 cm

In Abbildung 11 ist Signal a auf die Reflexion von der Grenzfläche zwischen Verkapselung und flüssigem Medium zurückzuführen. Signal b entspricht der Vorderseite des Objekts bzw. der Fluid/Objekt-Grenzfläche und das Signal c entspricht der Rückseite des Objekts bzw. der Objekt/Fluid-Grenzfläche. Aus den Ergebnissen geht hervor, dass die ToF-Werte mit zunehmendem Abstand zum Sensor linear ansteigen. Die Amplitudenwerte nehmen mit zunehmenden Abstandswerten ab. Diese Ergebnisse belegen, dass der CMUT transparente Objekte aus verschiedenen Materialien erkennen kann.

Um die Möglichkeit der Materialcharakterisierung zu untersuchen, wurden Puls-Echo-Messungen für ein kreisförmiges Metallobjekt aufgezeichnet, das einseitig mit Silizium beschichtet war. Fläche 1 entspricht dem Metallteil und die Fläche 2 entspricht dem Silizium. Obwohl die Messungen in genau der gleichen Entfernung vom CMUT durchgeführt wurden, ist zu erkennen, dass die Signalamplitude für jede Art von Material unterschiedlich ist. Tabelle 1 zeigt, dass der Stahlwerkstoff im Vergleich zu Silikon eine höhere Echoamplitude aufweist

Tab. 1: Charakterisierung der Materialamplitude

| Oberfläche | Abstand (cm) | Amplitude (mV) |
|------------|--------------|----------------|
| Stahl      | 65           | 319            |
| Silikon    | 65           | 280            |

Faktoren wie akustische Impedanz, Materialdichte, Porosität und Absorptionsgrad spielen eine wichtige Rolle bei der Signaldämpfung. Daher hängt die Amplitude stark von dem Objekt ab, von dem sie reflektiert wird. Stahl mit höherer Dichte und höherer Schallgeschwindigkeit (5790 m / s) ergibt eine bessere Reflexionsamplitude im Vergleich zu Silizium (Schallgeschwindigkeit um 1600 m / s). Die Ergebnisse des CMUTs liefern eine klare Unterscheidung zwischen den beiden Oberflächen in Bezug auf die Amplitude und beweisen damit, dass die im reflektierten Signal enthaltenen Informationen zur Materialcharakterisierung verwendet werden können.

### Schlussfolgerung

Diese Forschungsarbeit zielte darauf ab, die Fähigkeiten von CMUT für die Erkennung von Unterwasserobjekten zu untersuchen. CMUTs, die mit einer Resonanzfrequenz von 1,5 MHz (in Flüssigkeit) arbeiten und am Fraunhofer ENAS hergestellt wurden, wurden verwendet, um die Erkennung von Unterwasserobjekten in einem Laboraufbau für verschiedene Objektgrößen und -entfernungen zu untersuchen. Die Versuchsergebnisse deuten darauf hin, dass der CMUT in der Lage ist, Objekte unter Wasser genau zu erkennen. Der Fehlerprozentsatz für die Entfernungsmessung mit dem CMUT betrug nur 0,05 % (ohne Berücksichtigung menschlicher Fehler bei der Bezugnahme auf die Entfernung). Die Ergebnisse deuten auch darauf hin, dass der CMUT in der Lage ist, Objekte aus verschiedenen Materialien wie Stahl, Glas, Polycarbonat und Silizium genau zu erkennen. Die Daten aus dem Materialcharakterisierungsexperiment haben gezeigt, dass es möglich ist, das Material anhand der Amplitude des erfassten Signals zu identifizieren. Diese Ergebnisse sind ein starkes Indiz dafür, dass die CMUTs sehr gut in der Lage sind, Objekte unter Wasser zu detektieren und eine vielversprechende Wahl für die Forschung auf dem Gebiet der Ultraschall-Objekterkennung sind. Mit weiteren Forschungen und Untersuchungen ist es möglich, das enorme Potenzial von CMUTs für

verschiedene Unterwasseranwendungen zu erschließen.

### Referenzen

- [1] Shao, Zhichun & Peng, Yande & Pala, Sedat & Liang, Yue & Lin, Liwei. (2021). 3D Ultrasonic Object Detections with >1 Meter Range. 386-389; doi:10.1109/MEMS51782.2021.9375173.
- [2] Jia, L., He, C., Xue, C. et al. The device characteristics and fabrication method of 72-element CMUT array for long-range underwater imaging applications. *Microsyst Technol* 25, 1195–1202 (2019); doi: <https://doi.org/10.1007/s00542-018-4062-4>
- [3] Butrus T Khuri-Yakub and Ömer Oralkan 2011 *J. Micromech. Microeng.* 21 054004; doi: 10.1088/0960-1317/21/5/054004