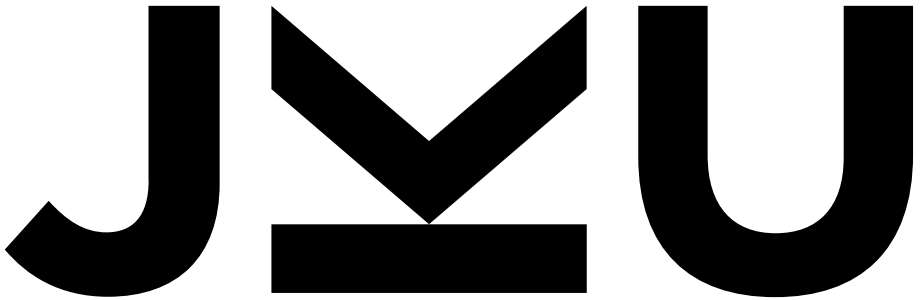

JOHANNES KEPLER
UNIVERSITY LINZ

# SENSORIK IN FLÜSSIGKEITEN

## SMALL IS NOT NECESSARILY BEAUTIFUL

Bernhard Jakoby

Institut für Mikroelektronik und Mikrosensorik

Johannes Kepler Universität Linz

JOHANNES KEPLER UNIVERSITY LINZ

iμe

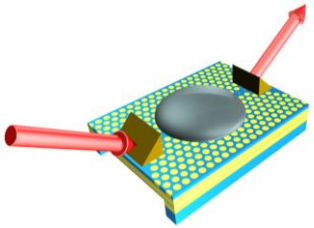
MECHATRONICS
JOHANNES KEPLER UNIVERSITY LINZ

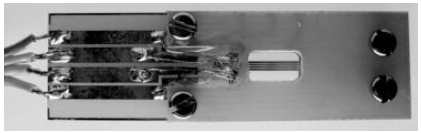
# ÜBERBLICK

- Forschungsthemen
  - Thema: Integrierte IR-Sensoren
  - Thema: Eingebettete Sensoren
- Physikalische Chemosensoren
- Viskositätssensoren
  - Prinzip
  - Modellierung
  - Vergleichbarkeit mit klassischen Verfahren („small is not necessarily beautiful“)
  - Beispiele für Bauformen
- Zusammenfassung

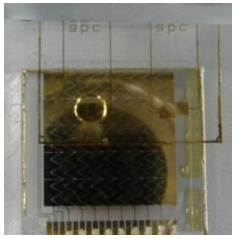
# Forschungsthemen iμe

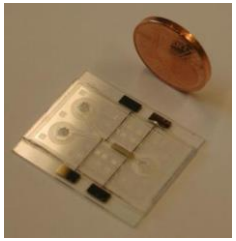
- Sensorik für physikalische Flüssigkeitsparameter



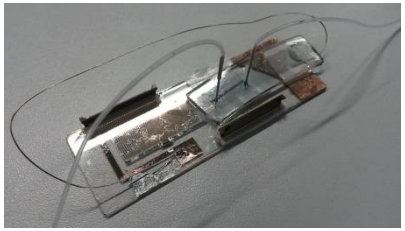


- Mikrofluidik, Lab-on-a-Chip

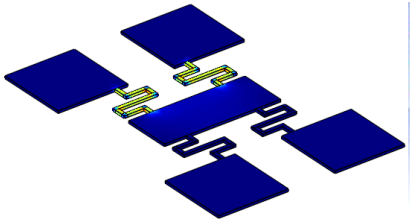


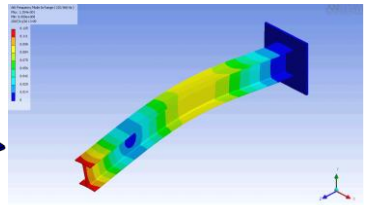


- Miniaturisierte und eingebettete mechatronische Systeme



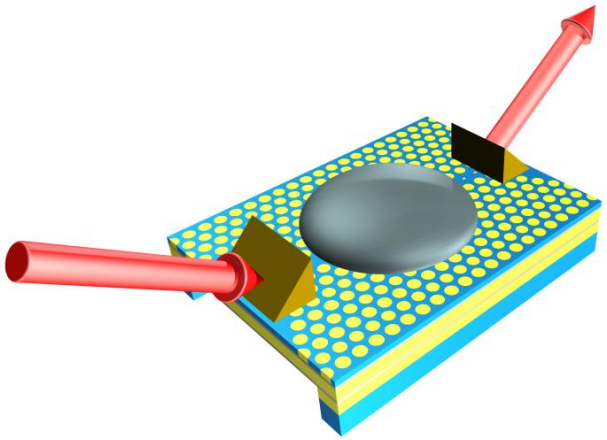
- Modellierung und Simulation

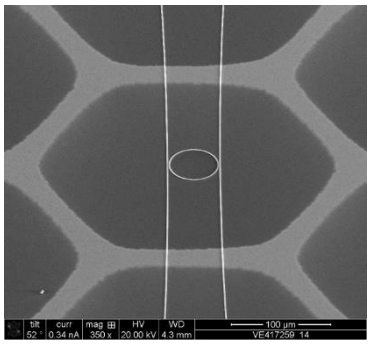


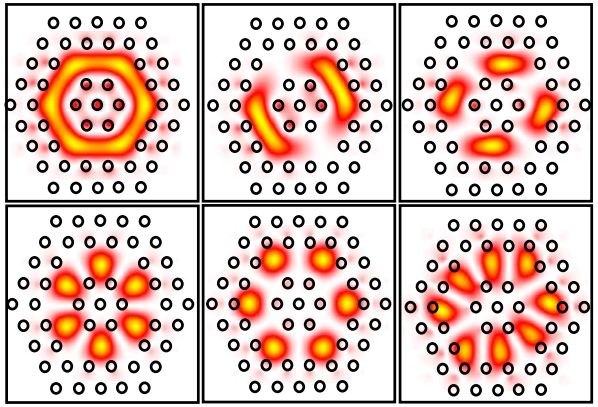


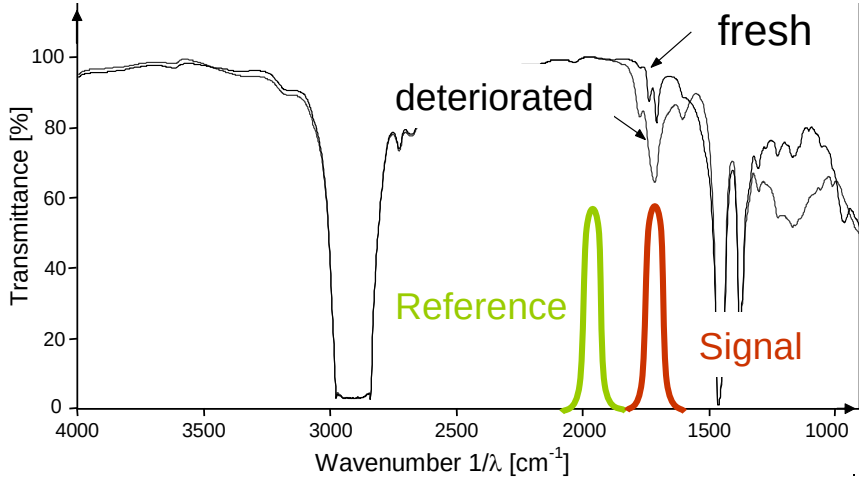
- Auslese- und Auswerteelektronik und Algorithmen

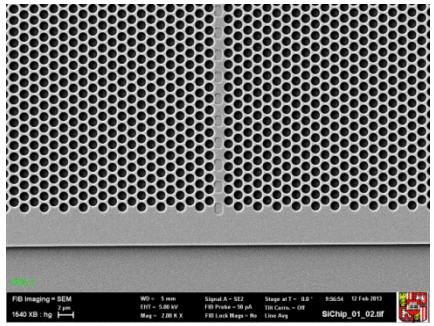
# THEMA: INTEGRIERTE IR-SENSOREN

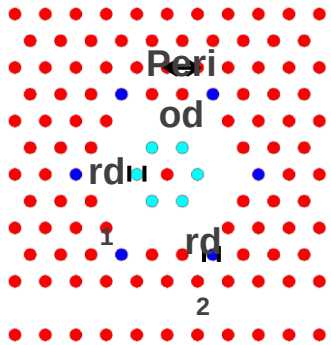








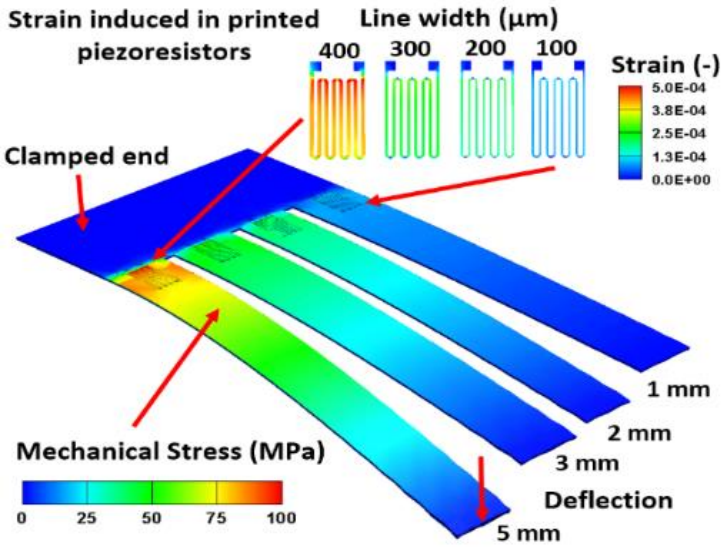



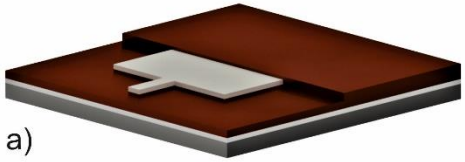


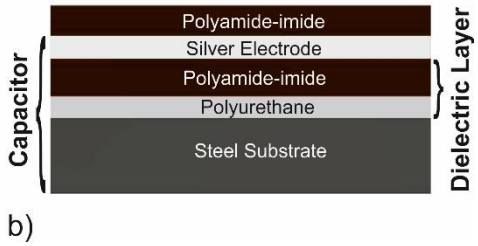


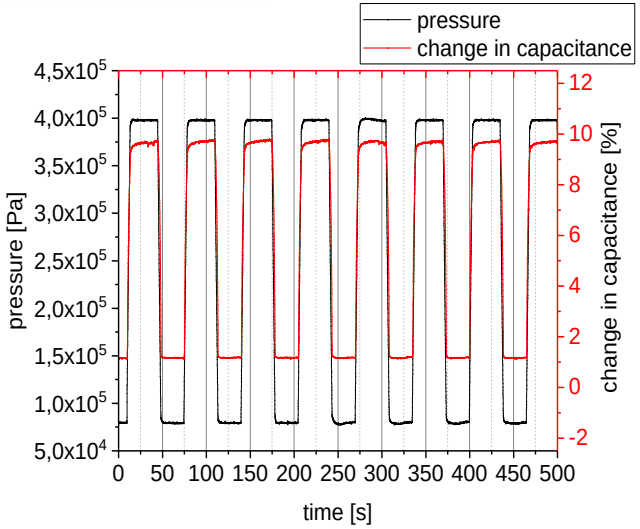
*VM Lavchiev, B Jakoby IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron 23.2 (2016): 452-463.*
*C Ranacher et al, Sens Act A, 277 (2018): 117-123.*
*R. Jannesari et al Sens Act A, 264 (2017): 347-351.*

# THEMA: EINGEBETTETE SENSOREN



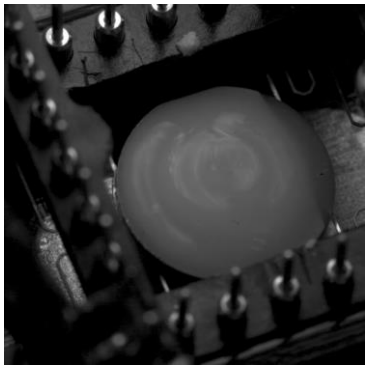



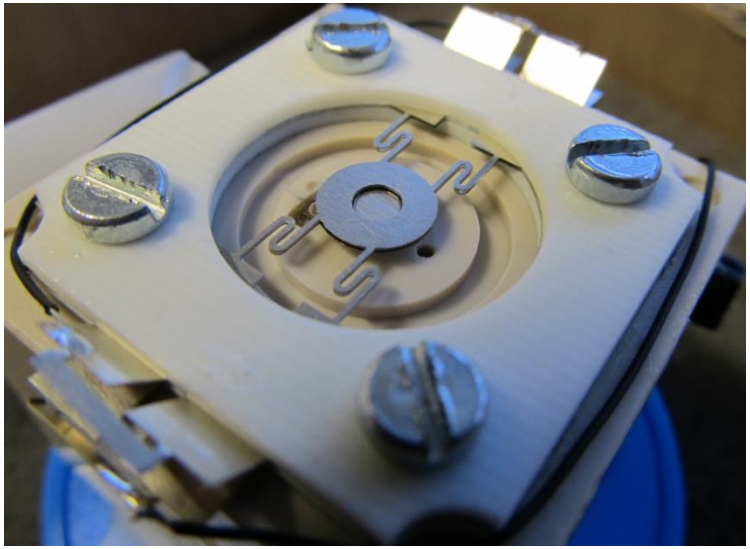


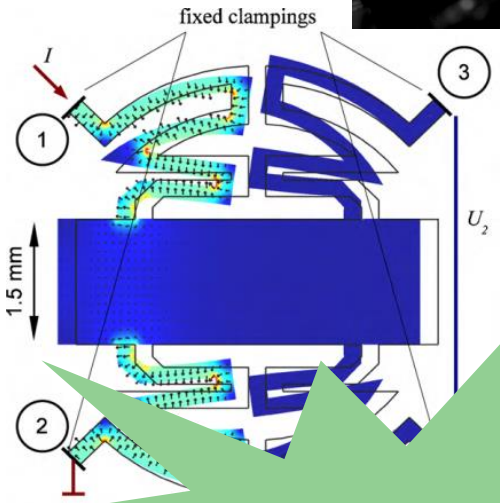
*C Offenzeller et al, IEEE Sens J 18.21 (2018): 8685-8692.*
*M Knoll et al, Sens Act A, 279 (2018): 84-89.*
*C Offenzeller et al, Polymers 10.8 (2018): 852.*
*H Enser et al, Sens Act A, 276 (2018): 137-143.*


JKU

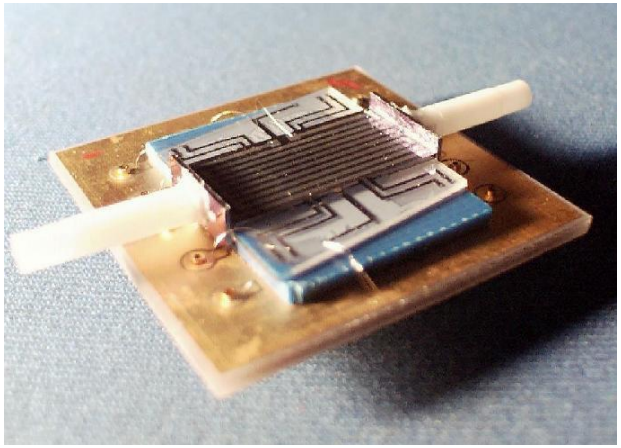
# THEMA: MIKROAKUSTISCHE SENSOREN (FÜR FLUIDE)



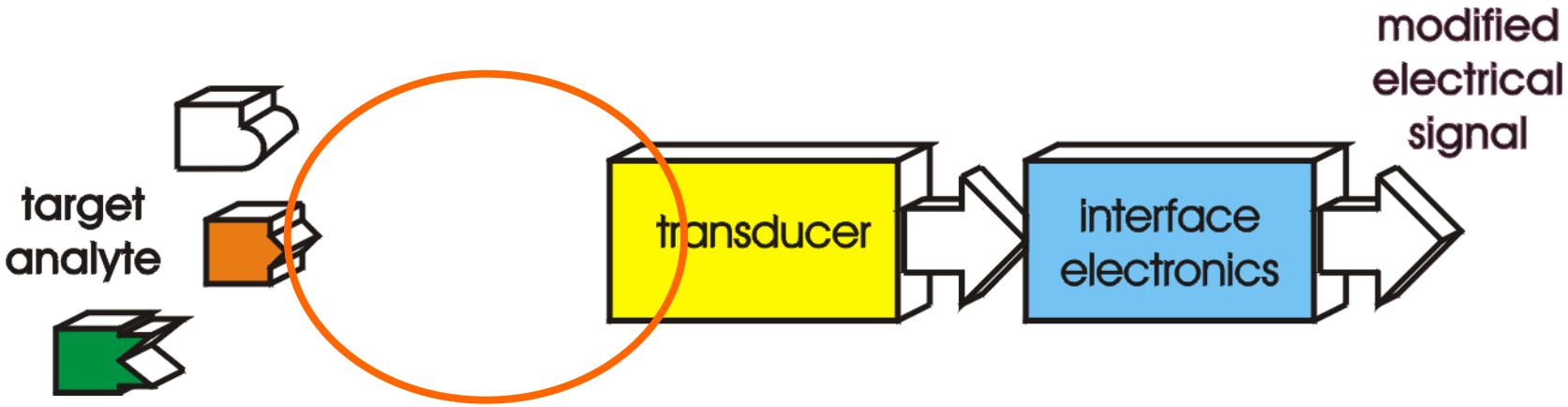





dieser Vortrag



# PHYSIKALISCHE CHEMOSENSOREN (PCS)




"Determination of (bio)chemical properties of a fluid by measuring
physical properties of, or in a fluid"

M. J. Vellekoop, The emergence of physicalchemosensors and biosensors, Proc. Transducers '01 (2001), 770–775

Selektivität aber auch Probleme mit **funktionaler Schicht:**

- Reproduzierbarkeit
- Alterung
- Vergiftung

**Physikalische Chemosensoren** sind potenziell robust aber praktisch keine Selektivität! Abhilfe:

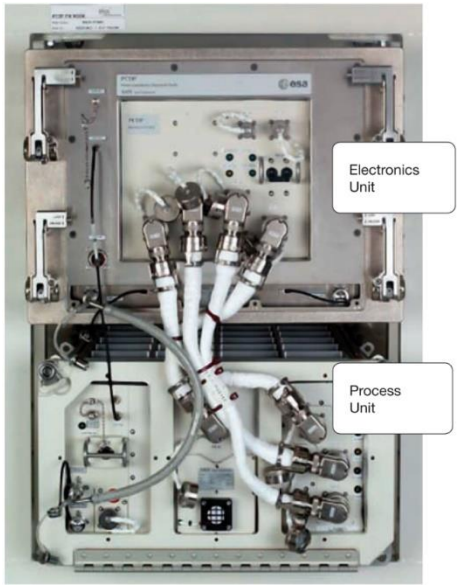
- Bekannter Prozess (z.B. Brauen)
- Multiparameter Sensing

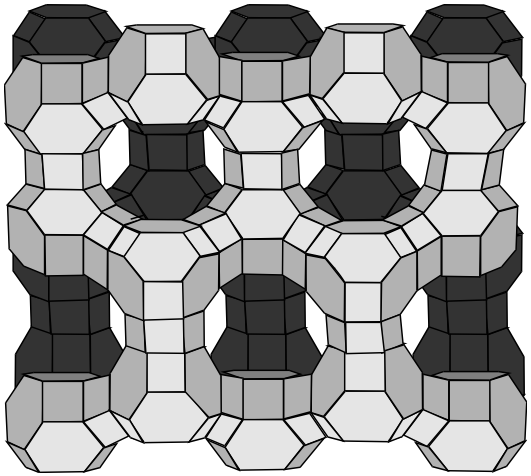
JKU

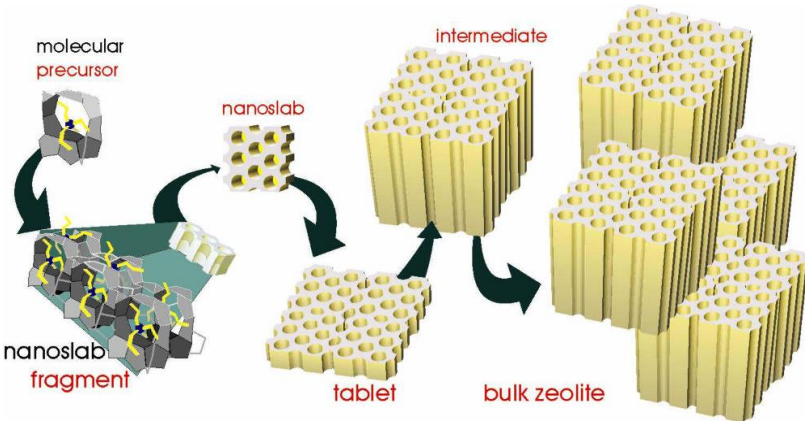
Abb: MJ Vellekoop, U Bremen

# BEISPIEL: ZEOLITH-SYNTHESE

- Zusammenarbeit mit Univ. Leuven, B
- Zeolithe: Mikroporöse kristalline Strukturen mit mannigfaltigen Anwendungen (Katalysatoren, Nanofilter, chemische Sensoren,…)
- Ausgangspunkt der Kooperation: Fernüberwachung eines Versuchsreaktors auf der ISS



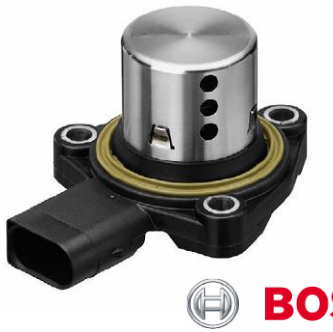



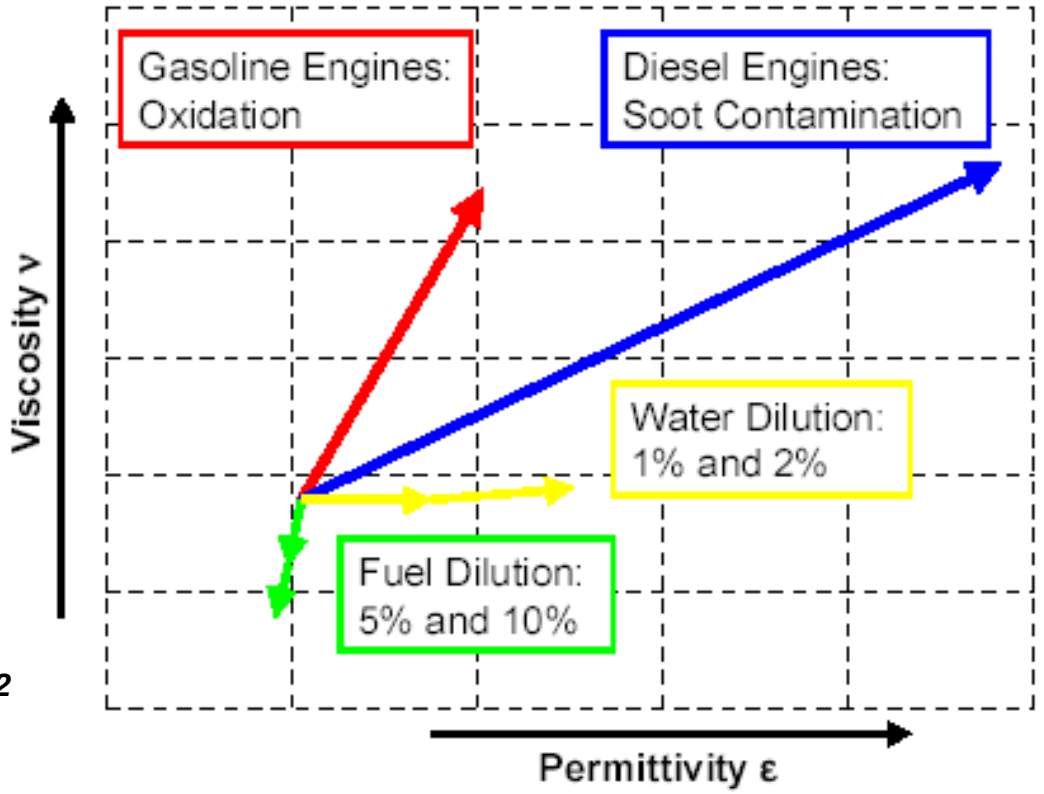



*G Brabants et al. Langmuir 33.10 (2017): 2581-2589.*
*EK Reichel et al, Sens Act A 162.2 (2010): 418-424.*
*LRA Follens et al, Phys Chem Chem Phys 11.16 (2009): 2854-2857.*

# BEISPIEL: ÖLZUSTANDSSENSOR

- Ölüberwachung durch Dielektrizitätszahl und Viskosität



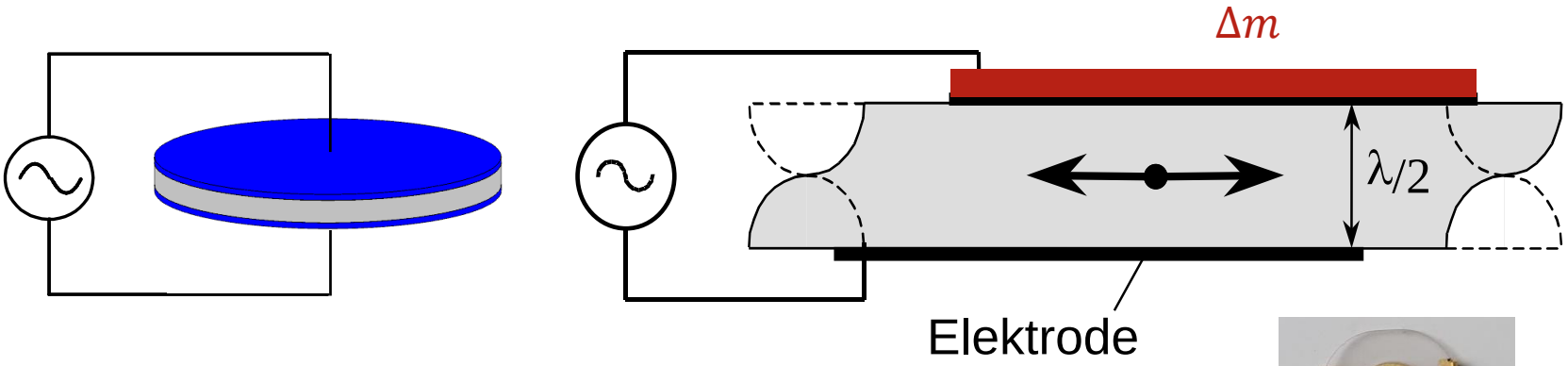




*B Jakoby et al. IEEE Sens J 3.5 (2003): 562-568.*
*A Agoston, C Ötsch, B Jakoby, Sens Act A 121.2 (2005): 327-332.*

JKU

# KLASSISCHER CHEMOSENSOR: QUARTZ MICRO BALANCE (QCM)

- Elektrisch angetriebener mechanischer Resonator (piezoelektrische Quarzscheibe als Dickenschwerschwinger)
- Resonanzfrequenz empfindlich für Massenanlagerungen auf der Oberfläche



Resonanzfrequenzänderung $\Delta f = -\frac{2f_0^2}{\rho_Q \cdot v_Q} \cdot \frac{\Delta m}{A}$

G Sauerbrey, "Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung." *Zeitschrift für Physik* 155.2 (1959): 206-222.

JKU

Abb. li. unter Verwendung wikimedia/commons

# BEISPIELE ANWENDUNG QCM

- Schichtdickenüberwachung z.B. in Aufdampfanlagen
- Bio- und Chemosensoren v.a. auch in der Forschung

Abb.: www.phillipteach.com/qcm/

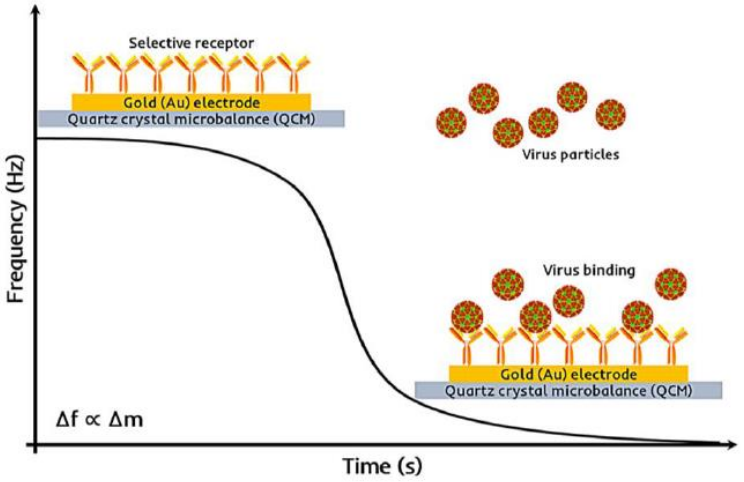



Abb.: Afzal et al, *Chemosensors* 2017, *5*, 7, 5010007



JKU

# QCM: EIGNUNG ALS SENSOR IN FLÜSSIGKEITEN

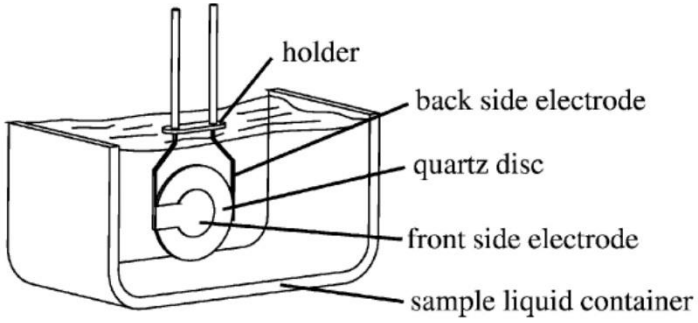
$$\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\omega\rho}}$$

Viskosität

Frequenz

Dichte

- QCMs sind insbesondere beliebt, weil sie in Flüssigkeiten verwendet werden können.
- Bei Eintauchen in eine Flüssigkeit: „Mitschleppeffekt“ durch Viskosität Eindringtiefe $\delta$ kann ~µm sein!
- Wechselwirkung kann in der elektrischen Impedanz beobachtet werden (Resonanzfrequenz $f_r$ und Güte $Q$)



# SCHERSCHWINGER ALS VISKOSITÄTSSENSOREN

- **Unbeschichtete** QCM-Sensoren und andere Schwerschwinger können daher als Viskositätssensoren (allgemeiner: „rheometrische“ Sensoren) eingesetzt werden.
- Empfindlichere Moden: Oberflächenwellen
  - Rayleighwellen strahlen bei Flüssigkeitsbeladung Druckwellen ab („leaky wave“)
  - Love Wellen bieten die gewünschte Scherbewegung; benötigen **Wellenleiterschicht** („guiding layer“)

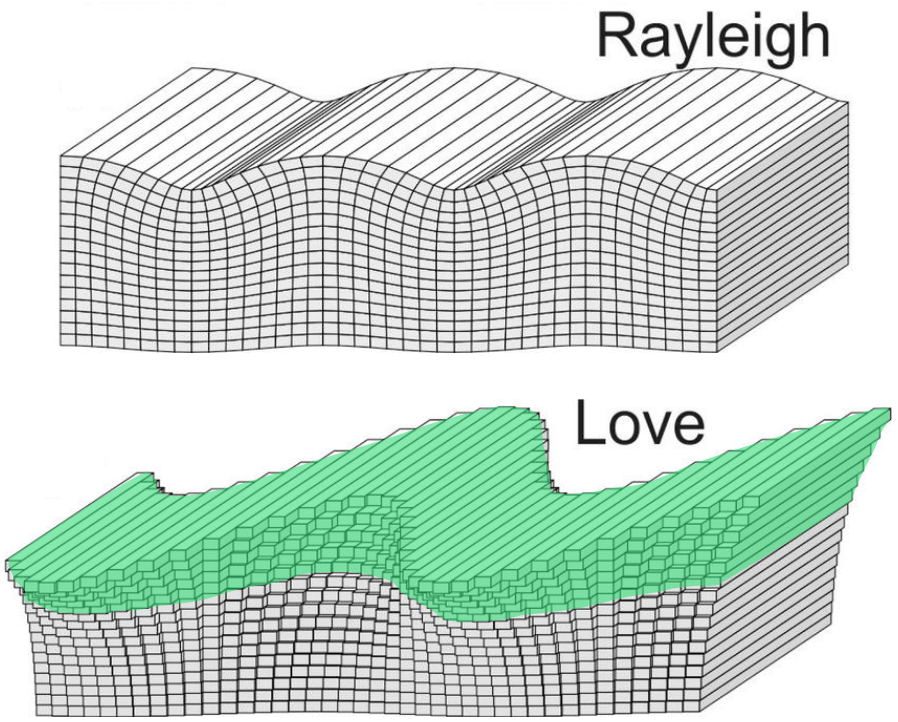
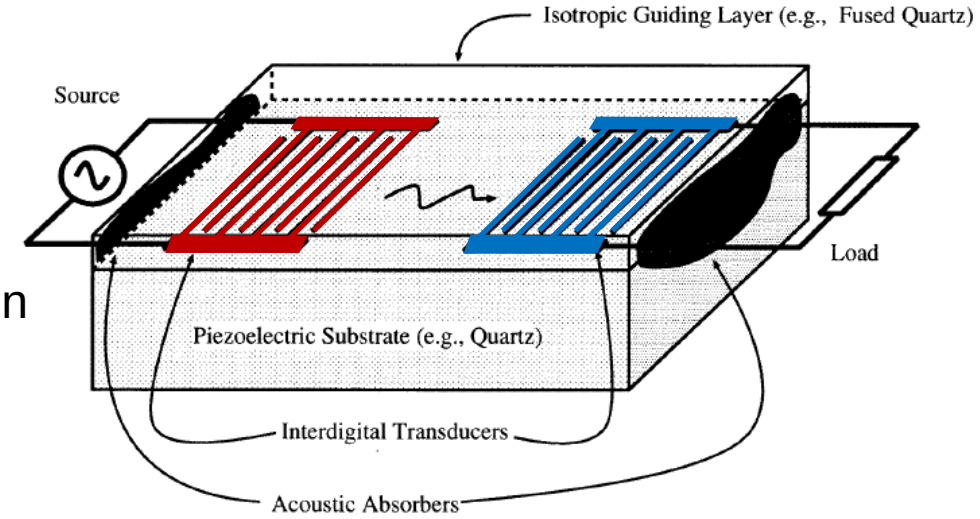



Abb.: Burtin et al, Earth Surf. Dynam., 4, 285–307, 2016

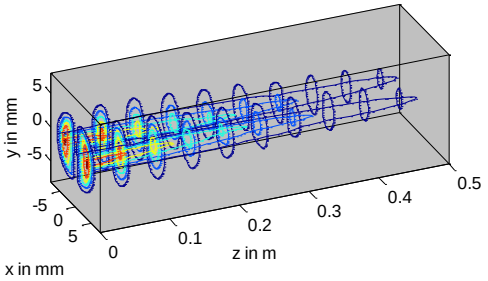
# OBERFLÄCHENWELLEN-BAUELEMENTE („CHIPS“)

- Verwendung piezoelektrischer Substrate und „Interdigitalwandler“ (IDT) - Elektroden: Je nach Kristallschnitt und räumlicher Periode durch inversen Piezoeffekt Anregung von Oberflächenwellen bei bestimmten Frequenzen möglich.
- Die angeregten Wellen können durch IDTs unter Verwendung des direkten Piezoeffekts wieder in elektrische Spannungen zurückgewandelt werden.
- Somit können **Verzögerungsleitungen** aber auch **Resonatoren** gebaut werden, deren **elektrische Parameter (Laufzeit, Phasengeschwindigkeit, …)** von der **mechanischen Wechselwirkung der Welle** mit der Flüssigkeit **oder dem Sensorfilm beeinflusst** werden.

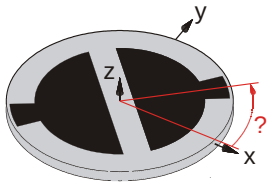


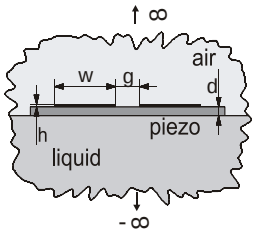

***Jakoby and Vellekoop, Smart Mat. Struct., 6.6 (1997): 668.***

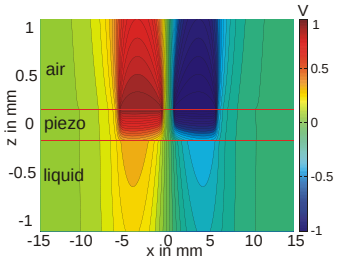
# MODELLIERUNG IST WESENTLICH

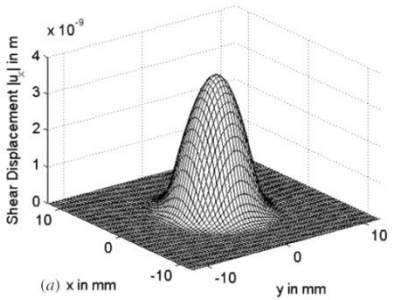


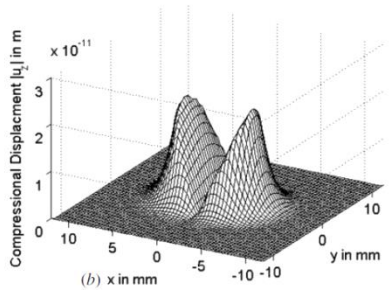

- Effiziente und genau Modelle werden benötigt um Bauelementeverhalten mit den gesuchten Größen (z.B. Viskosität) zu koppeln.
- „Seminumerische Methoden“ helfen mit stark unterschiedlichen Größenordnungen innerhalb eines Problems umzugehen (wo die FEM Schwierigkeiten hat).



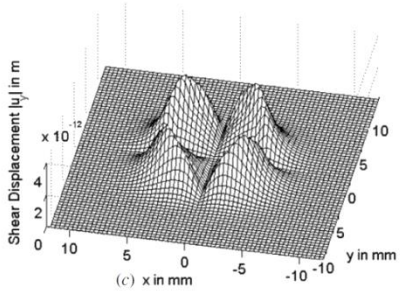



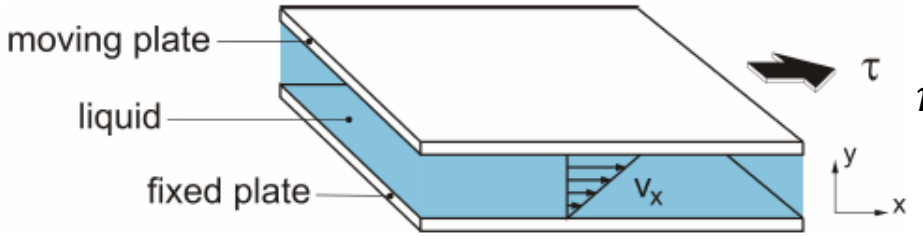


**AO Niedermayer et al.,Meas. Sci. Technol., *23,* 085107, 2012**
**T Voglhuber-Brunnmaier, B Jakoby, Sens. Act. A, *186,* 38-47, 2012**
**B Jakoby, Meas. Sci. Technol., *19*, 052001, 2008**
**R Beigelbeck, B Jakoby, J. Appl. Phys., *95,* 4989-4995, 2004**
**B Jakoby, MJ Vellekoop, IEEE Trans. Ultrason. Ferroel. Freq. Contr., *45*, 1293-1302 1998**

# VISKOSITÄT („ZÄHIGKEIT“)

- Für komplexe Flüssigkeiten mitunter sehr komplexes Verhalten
- Einfache Definition der (Scher-)Viskosität

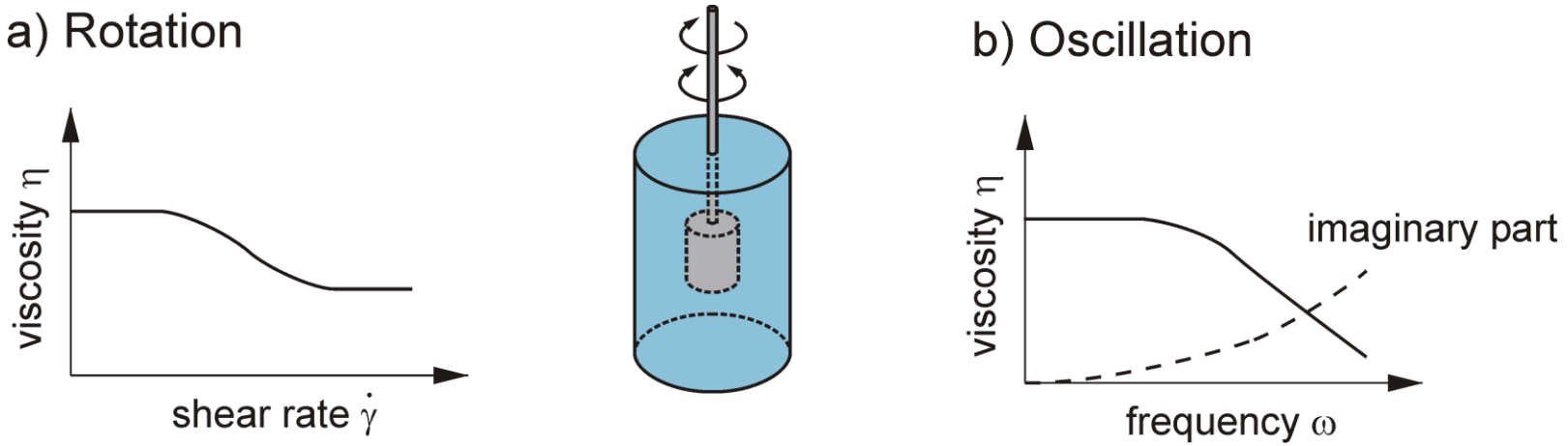



$$\eta = \frac{\tau}{\partial v_x / \partial y} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\text{Scherspannung}}{\text{Scherrate}}$$

- $\eta$ ist konstant für eine „newtonsche“ Flüssigkeit
- „Rheometer“ scheren Testflüssigkeiten in der Regel durch Rotation oder „oszillierend“

# NICHT-NEWTONSCHES VERHALTEN

- Nicht-newtonsches Verhalten inkludiert insbesondere
  - Nichtlinearität von $\eta$ (Abhängigkeit von der Scherrate)
  - Frequenzabhängigkeit und viskoelastisches Verhalten
  - Zeitabhängige Effekte bei komplexeren Flüssigkeiten



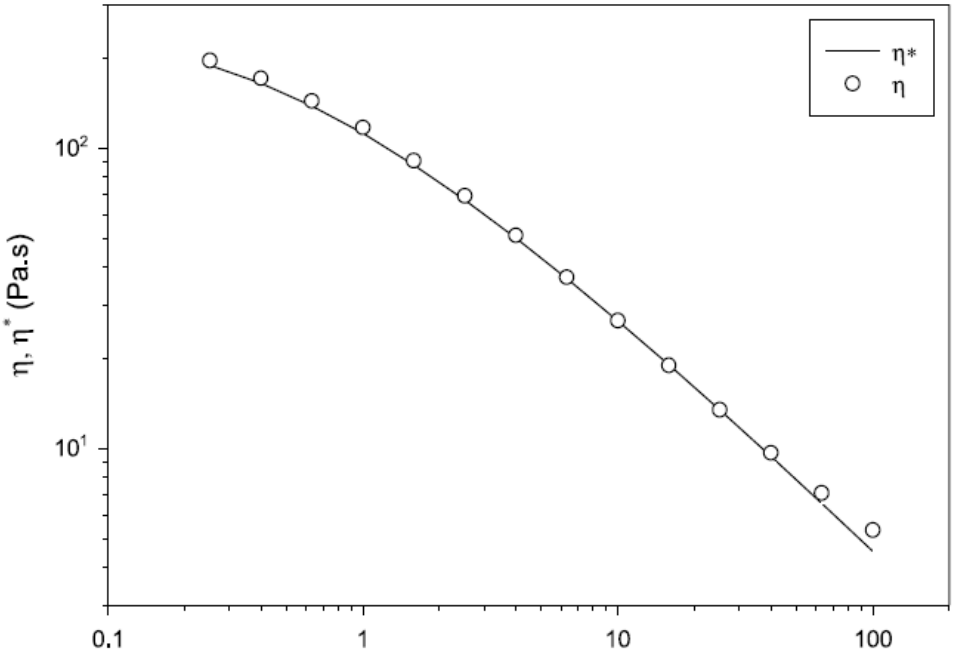

- Mikroakustische Sensoren (wie Love-Wellen-Sensoren und QCMs) schwingen im Vergleich zu klassischen Rheometern **mit sehr hoher Frequenz (MHz statt Hz) und kleiner Amplitude (nm)**
- Es zeigt sich, dass mikroakustische Sensoren vor allem lineares **viskoelastisches Verhalten messen**.

JKU

# BEZUG LINEARE VISKOELASTIZITÄT ZU NICHTLINEAREM VERHALTEN

- „Cox-Merz-Regel“ (empirisch): Für eine Klasse von Flüssigkeiten (vor allem Polymerlösungen) kann die **frequenzabhängige Viskosität für viskoelastische Materialien mit deren scherratenabhängiger Viskosität gleichgesetzt** werden:

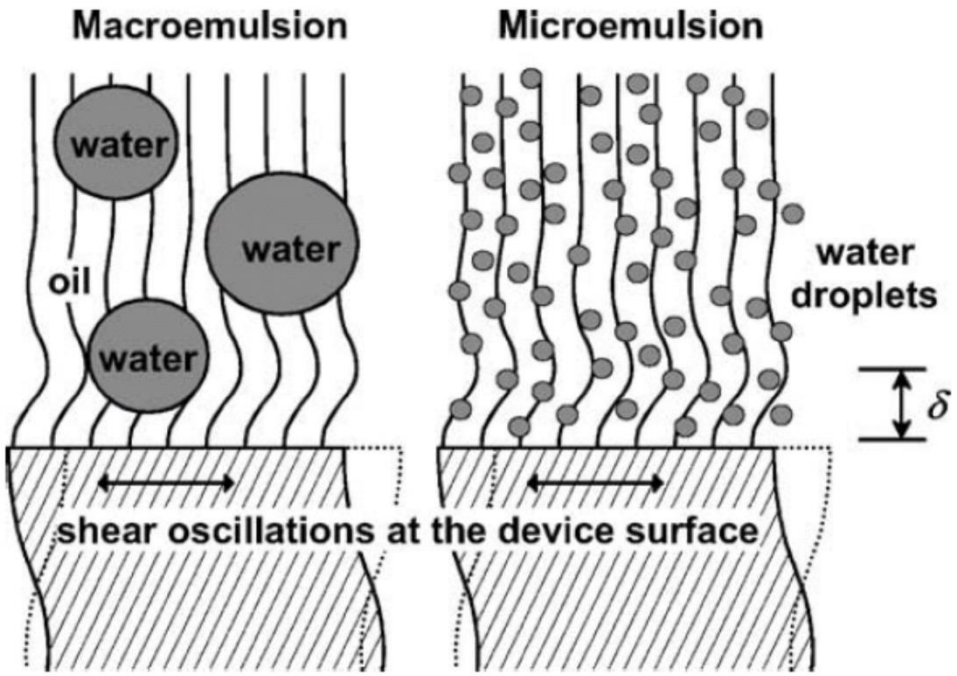
$$\eta(\dot{\gamma}) \approx \left|\underline{\eta}(j\omega)\right|_{\omega=\dot{\gamma}}$$




Y.H. Wen et al., Polymer 45 (2004) 8551–8559

# WELCHEN EINFLUSS HAT DIE MIKROSTRUKTUR DER FLÜSSIGKEIT?

- Aufgrund der geringen Eindringtiefe der Scherwellen können Messergebnisse bei Flüssigkeiten mit „Mikrostruktur“ (im einfachsten Fall Emulsionen und Suspensionen) anders aussehen als jene entsprechender klassischer Verfahren.




*B. Jakoby et al. , Sens Act A 115 (2004) 209–214*

# EXPERIMENT MIT MIKROEMULSIONEN

- Tröpfchengröße u.a. von Tensid/Emulgator abhängig. Bei Mikroemulsionen ist die Tröpfchengröße so klein, dass keine Lichtstreuung mehr auftritt. Im Übergangsbereich von w/o auf o/w Emulsion treten bikontinuierliche („schwammartige“) Phasen auf.

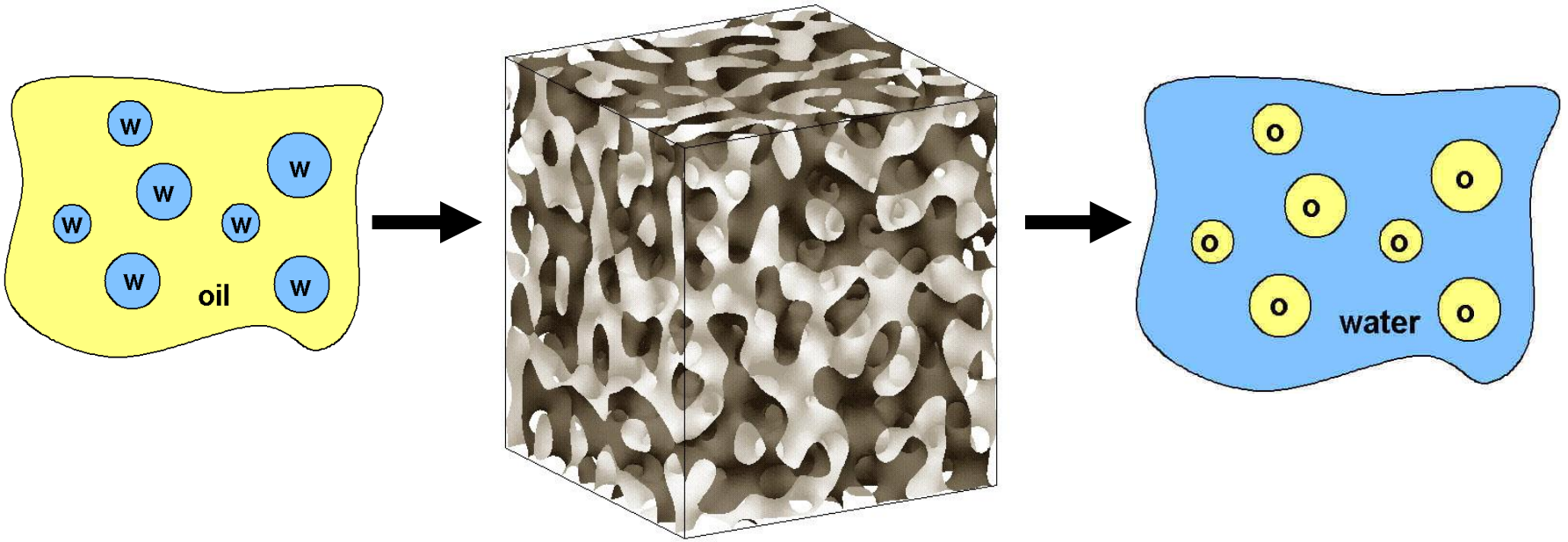
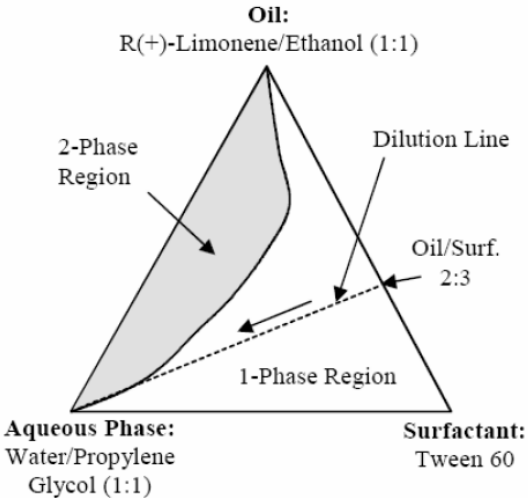
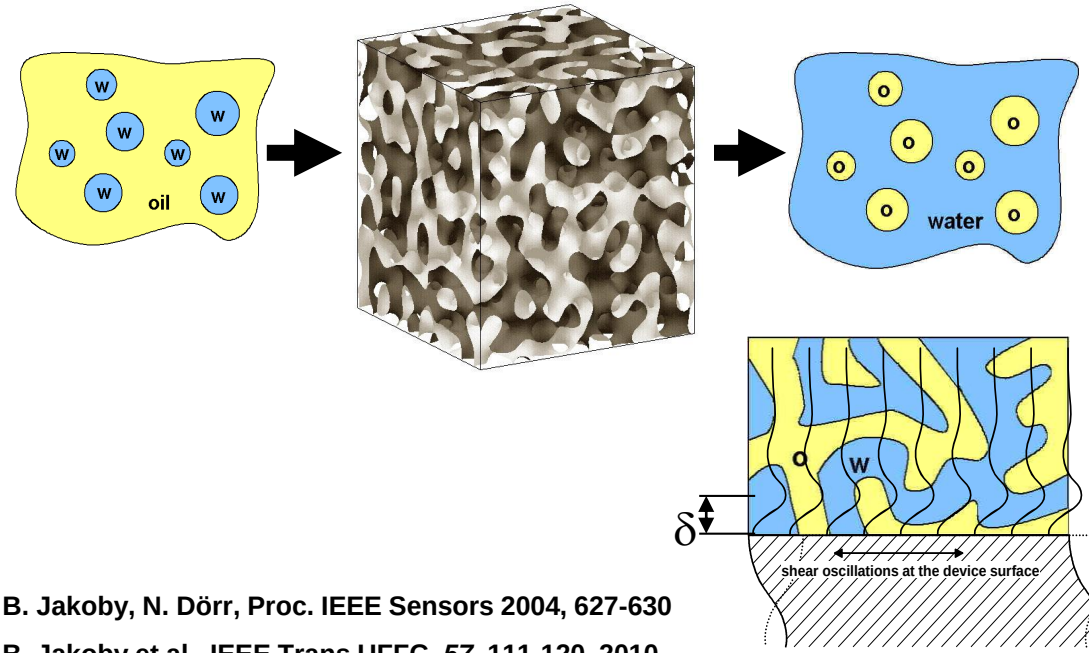


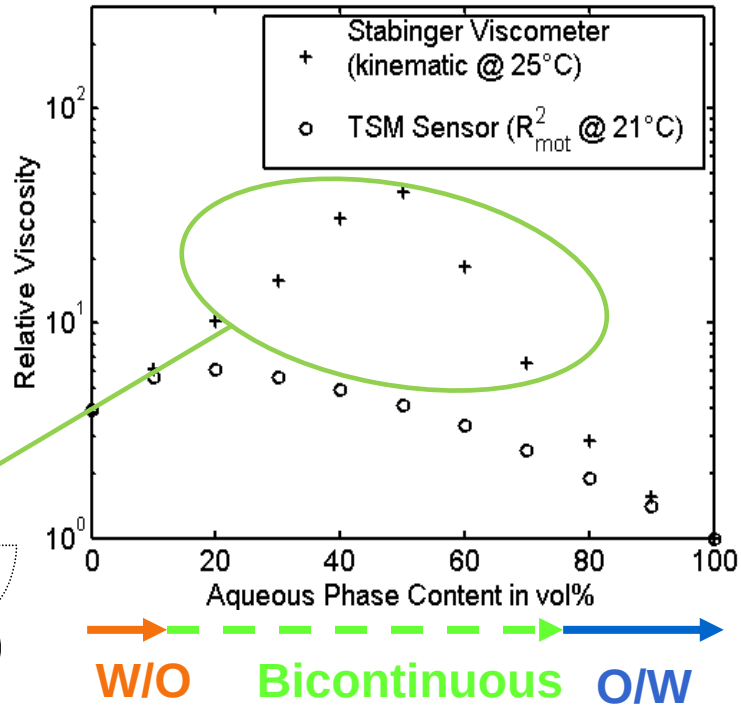

Abb: Pieruschka et al, Langmuir, Vol. 10, No. 2, 1994

# EXPERIMENT MIT MIKROEMULSIONEN

- Große Unterschiede zwischen Laborviskosimeter und QCM- Sensor im Bereich der bikontinuierlichen Phase





B. Jakoby, N. Dörr, Proc. IEEE Sensors 2004, 627-630

B. Jakoby et al., IEEE Trans UFFC, *57*, 111-120, 2010


JKU

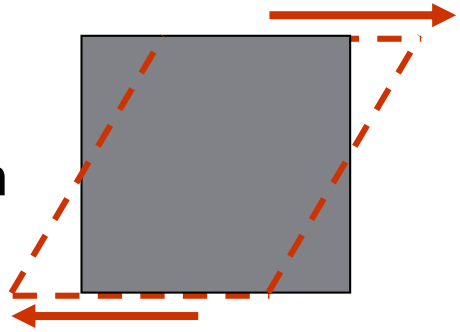
# ABHILFEN

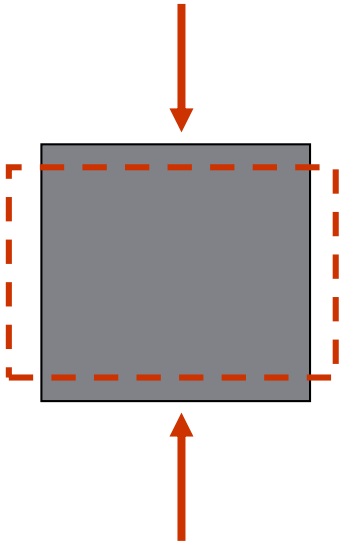
- **Verringern der Frequenz** erhöht Eindringtiefe (und Bauteilgröße)
- **Alternative Schwingungsmoden** können auch Druckwellen anregen welche tiefer in die Flüssigkeit eindringen – dadurch wird auch der E-Modul und der zweite Viskositätskoeffizient relevant

Scherviskosität $\eta$

Volumenviskosität (2. Visk.koeff.) $\lambda$

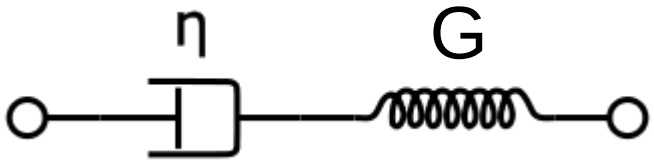
**Schub-spannungen**



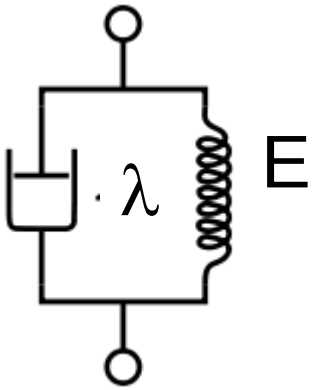


**Normal-spannungen**

Maxwell-Modell:



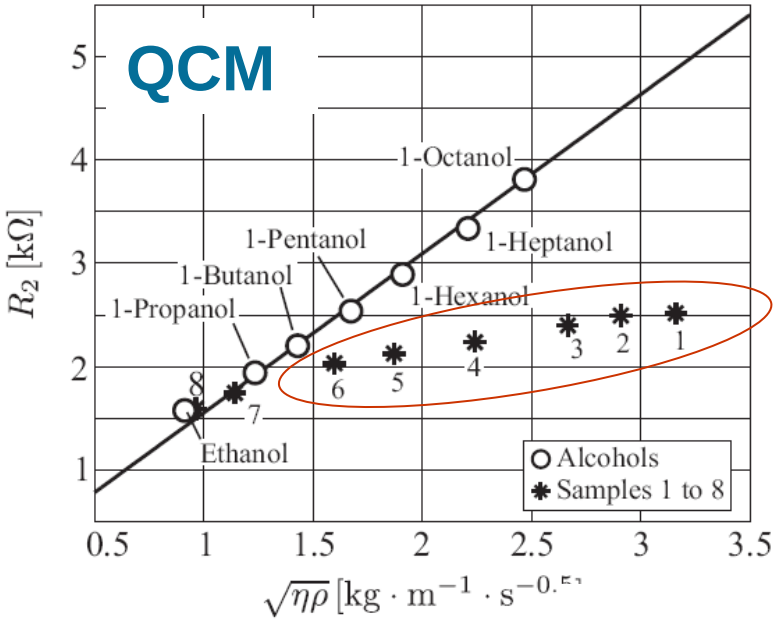

Kelvin-Voigt Modell

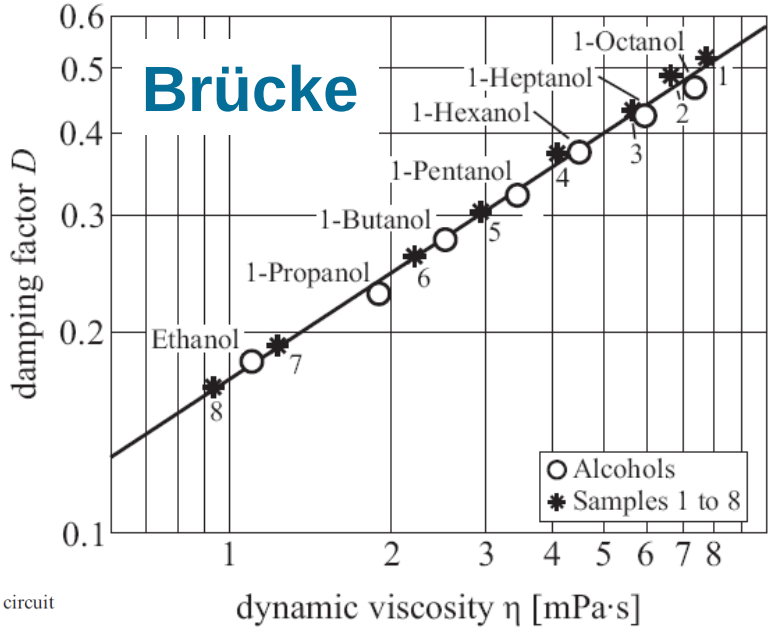



JKU

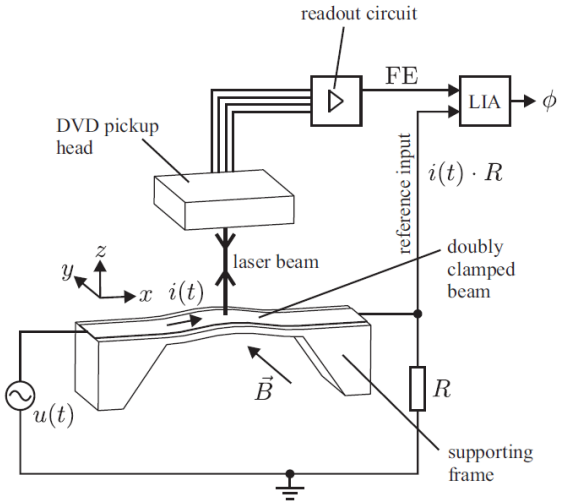
# SCHWINGENDE MIKROBRÜCKE

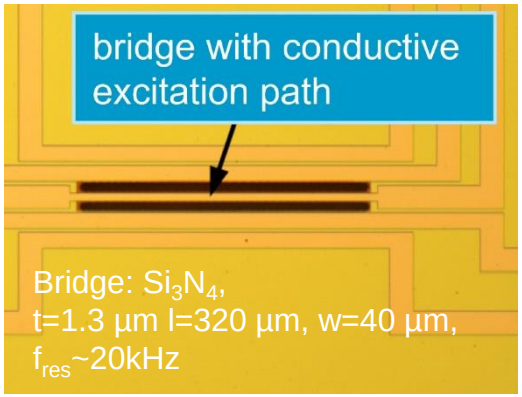
- Alkohole und SiO2–in–H2O Suspensionen (Proben 1-8)




Abweichungen bei Suspensionen



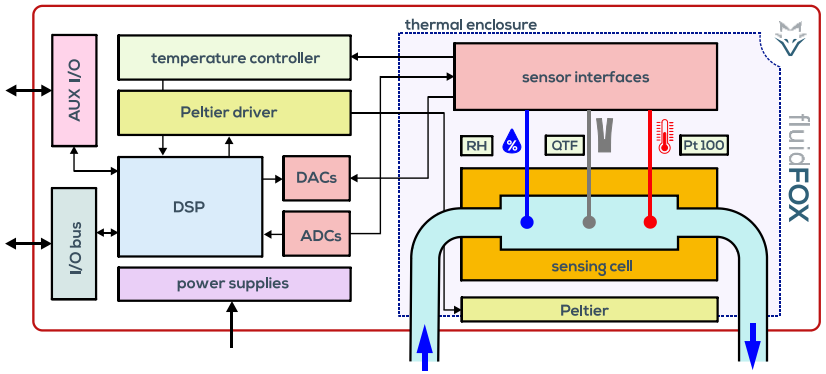



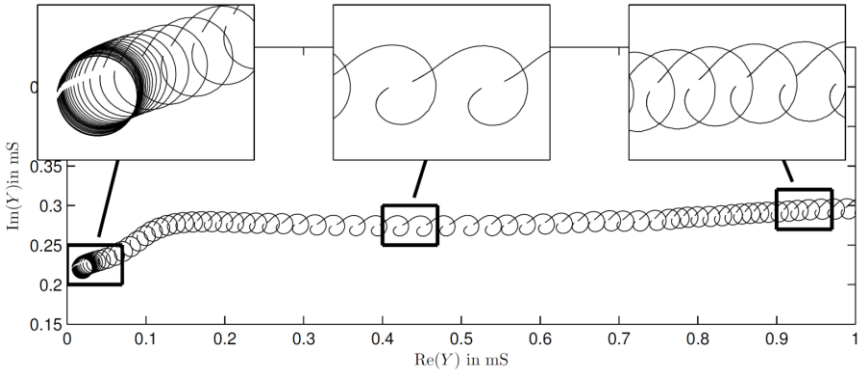


***A. Agoston et al. / Sensors and Actuators A 123–124 (2005) 82–86***
***C. Riesch et al, Proc. IEEE Sensors 2008, p. 391-394***
***B. Weiss et al. / Sensors and Actuators A 143 (2008) 293–301***

# AUSWERTEELEKTRONIK

- Auswertung steht vor zwei Herausforderungen:
  - **Elektronisch**: Extraktion der relvanten Sensorparameter (z.B. Güte $Q$ und Resonanzfrequenz $f_{res}$). Aufgrund der Dämpfung und parasitärer Einflüsse sind Oszillatorschaltungen meist nicht die beste Lösung.
  - Algorithmisch/**Modellierung**: Verknüpfung der erfassten Parameter mit den eigentlich gesuchten Kenngrößen (z.B. Viskosität oder allgemeiner „Zustand“) der überwachten Substanz – inverses Problem.
- Erforschte Konzepte wurden mittlerweile in die Entwicklung übertragen (Spin-Off „microresonant“)





*AO Niedermayer et al, Sens Act A 156.1 (2009): 245-250.*
*AO Niedermayer et al, Meas Sci Technol 23.8 (2012): 085107.*
*T Voglhuber-Brunnmaier, et al, Sensors 19.10 (2019): 2336.*


JKU

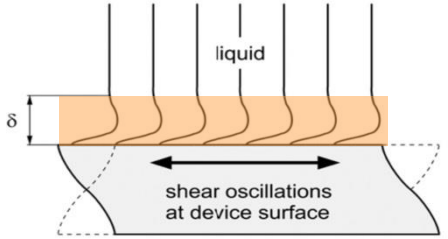
MICRORESONANT

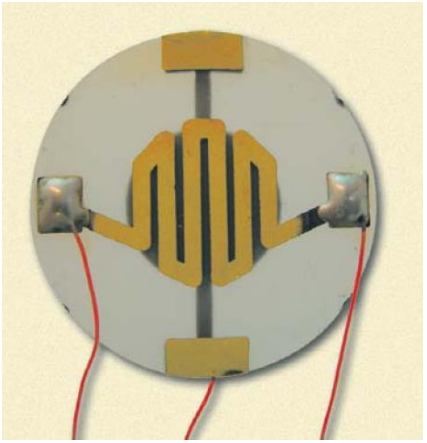
# SENSOREN-ZOO

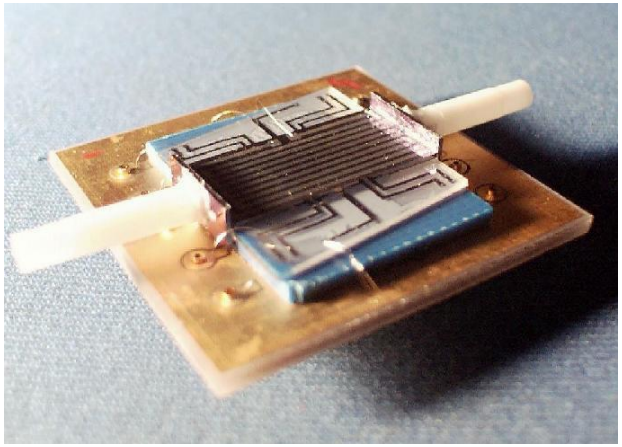
- Die bisher genannten Effekte und Anwendungen sind eine gute Motivation, viele Varianten von Bauelementen zu untersuchen.
- Tatsächlich ist das aber nicht die einzige Motivation. Andere Aspekte sind:
  - Alternative Antriebe (Lorentz-Kräfte) und Ausleseverfahren
  - Drahtlose Ankopplung
  - Alternative Technologien (z.B. Polymere)
  - Integration in Systeme, z.B. Mikrofluidik
  - Vermessung kleinster Probemengen und Objekte (Tropfen)
  - etc.
- Die Beschäftigung mit dem Thema stimuliert zudem die Modellbildung und die Entwicklung (auch: elektronischer) Auswerteverfahren.

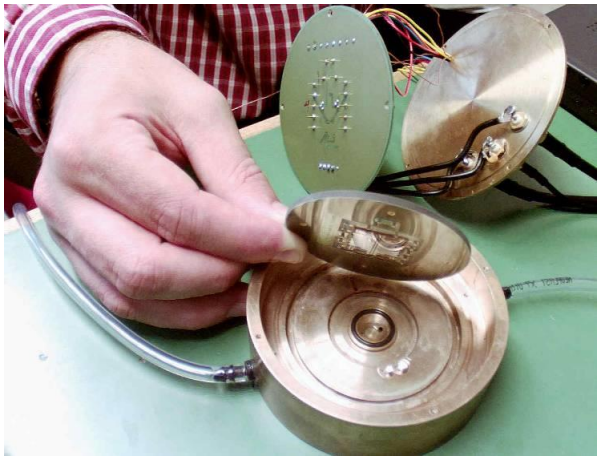
# PIEZOELEKTRISCHE SENSOREN

- Scherschwinger und Stimmgabeln



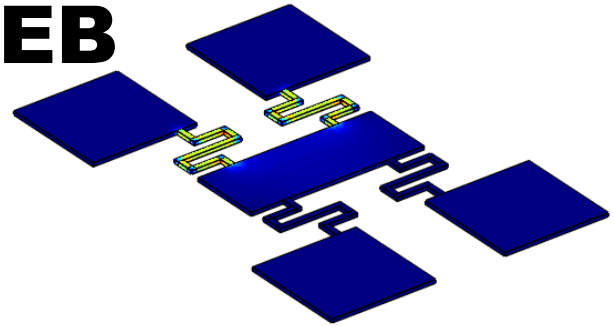


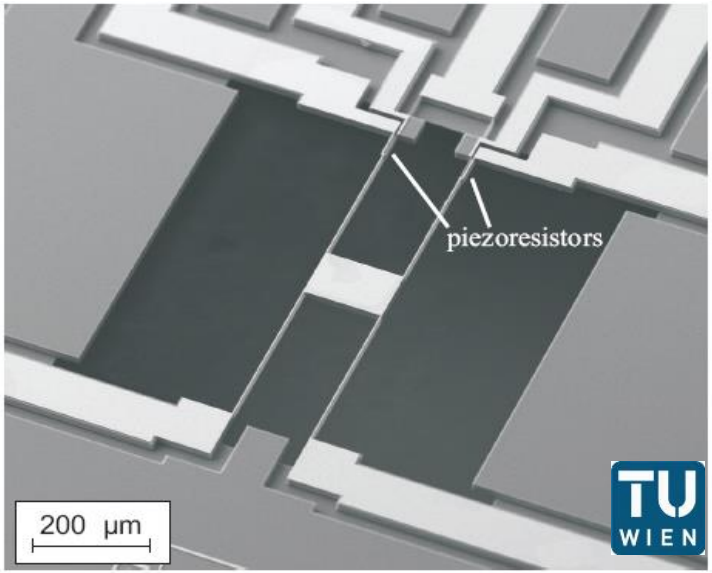


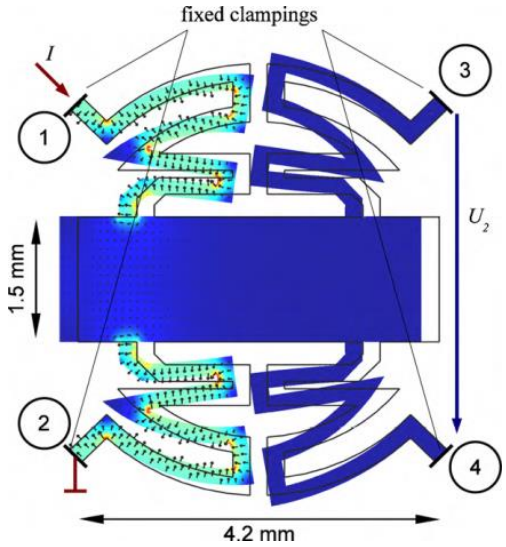
*J Sell, AO Niedermayer, S Babik, B Jakoby, Sens. Act. A, 162, 215-219, 2010*
*B Jakoby, MJ Vellekoop, Sens. Act. A, 68, 275-281, 1998.*
*B Jakoby et al.k. Sens. Act. A, 123, 274-280, 2005.*
*L Follens et al., Phys. Chem. Chem. Phys., 11, 2854-2857, 2009.*

# SCHWINGENDE PLATTEN LORENTZ-KRAFT-ANTRIEB

- Silizium MEMS und Metallplättchen
- Auslesung piezoresistive oder per Bewegungsinduktion



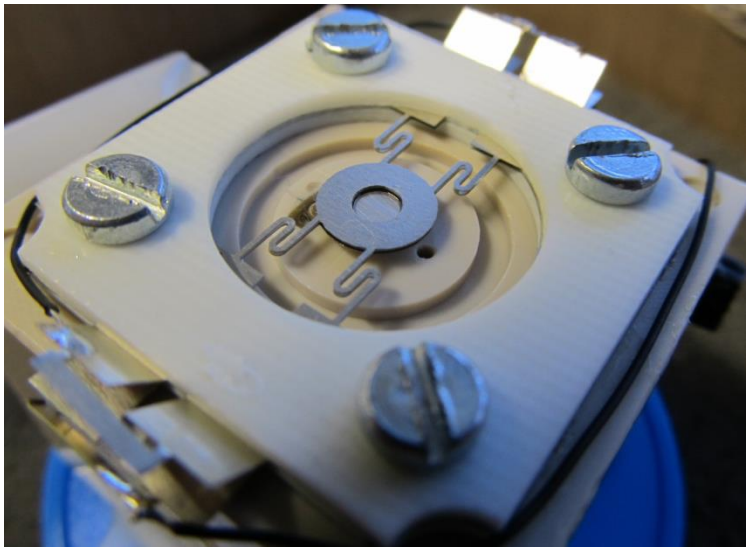


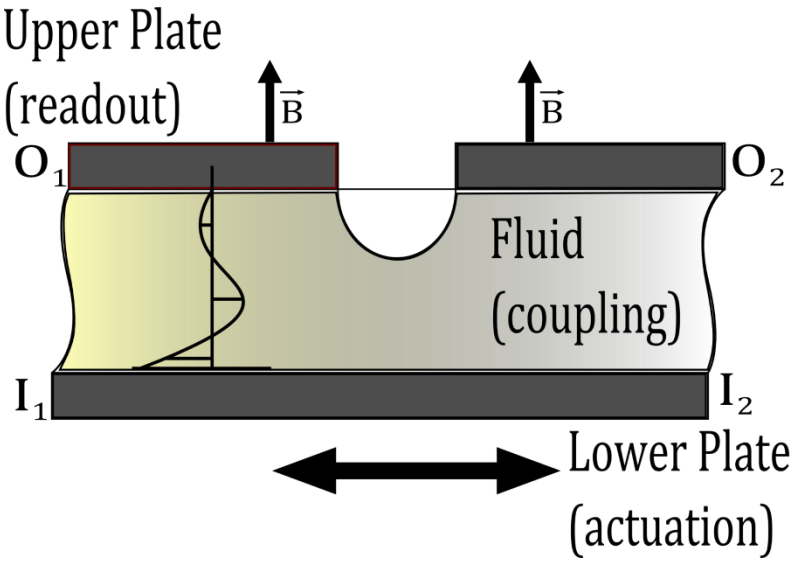



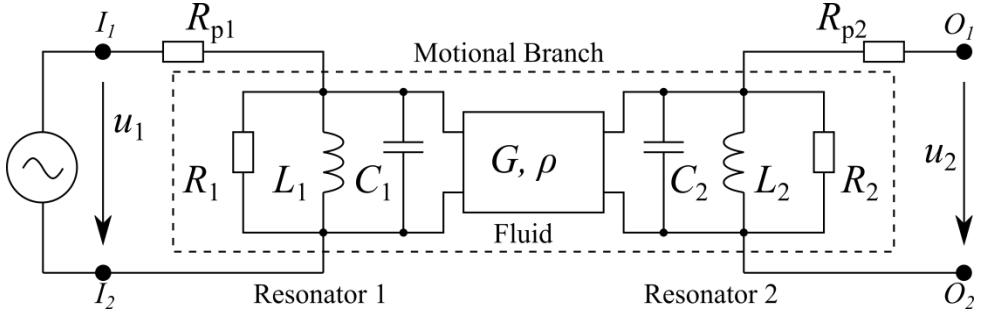
*A Abdallah, M Heinisch, B Jakoby, Sens. Act. A, 199, pp. 318–324, 2013*
*F. Lucklum, E. K. Reichel, and B. Jakoby, Sens. Act. A, 172, 75–81, 2011*
*C Riesch et al., J. Micromech. Microeng., 19, 075010, 2009*

# SCHWINGENDE PLATTEN - TRANSMISSION

- Übertragung von Scherwellen durch hochviskose Flüssigkeiten
- Lorentzkraftantrieb und Auslesung durch Bewegungsinduktion



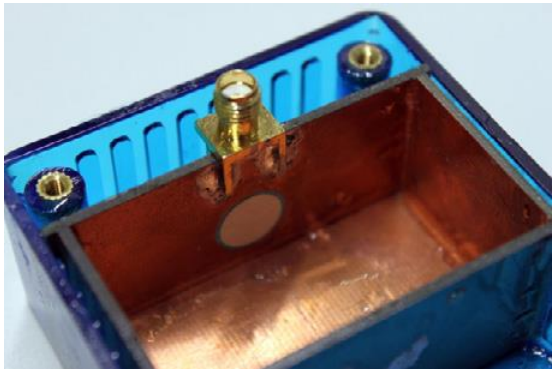


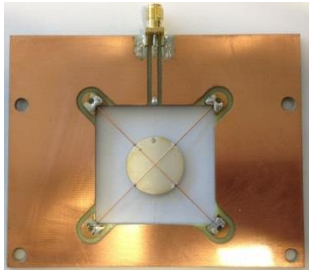



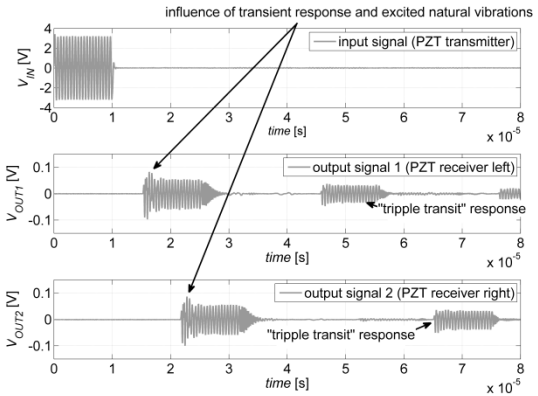

*A Abdallah et al., Proc. IEEE SENSORS 2014, 245-248*

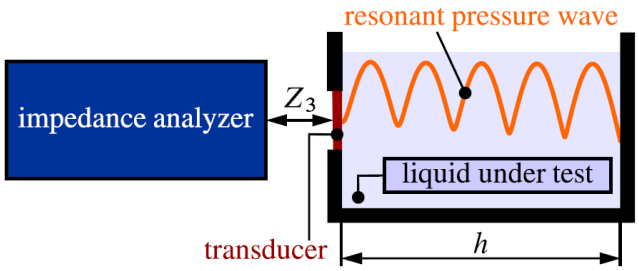
# „LONGITUDINALE“ VISKOSITÄT

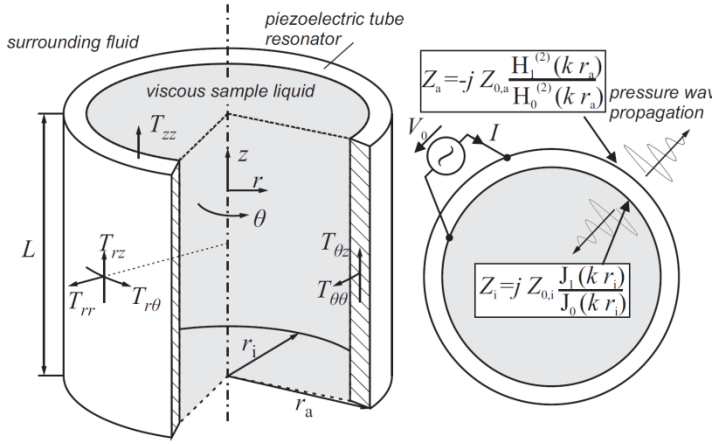
- Messung der Volumenviskosität für hochviskose Materialen
- Zylindrische Anordnung vermeidet Probleme mit Beugung







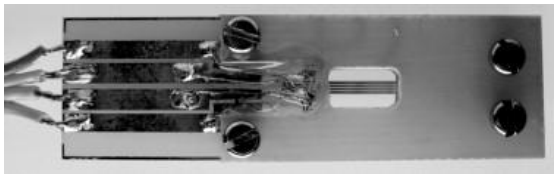



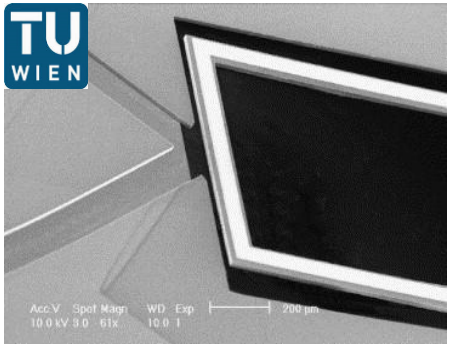



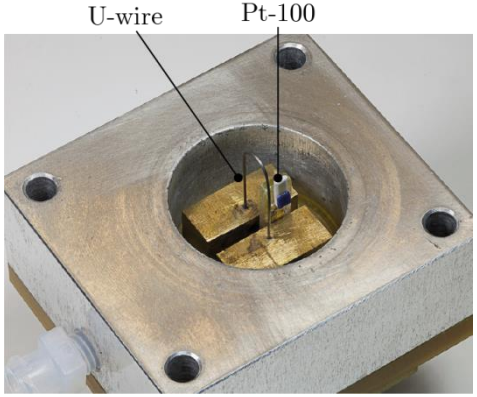

*H Antlinger et al., Sens. Act. A, 202, 23-29, 2013*
*R Beigelbeck et al., Meas. Sci. Technol., 24, 125101,2013*
*H Antlinger et al., Sens. Act. A, 186, 94-99, 2012*

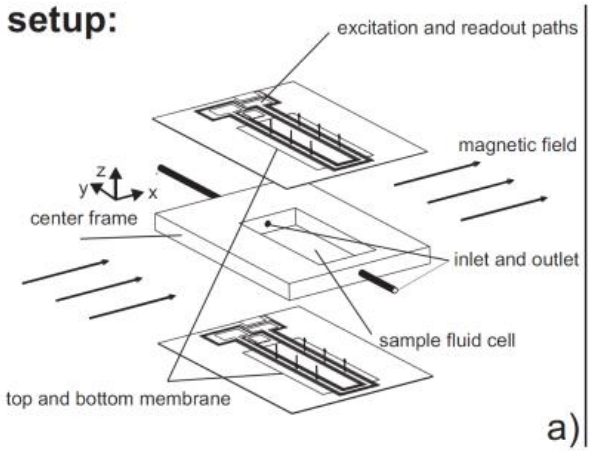
# ANDERE: BRÜCKEN, MEMBRANE,...

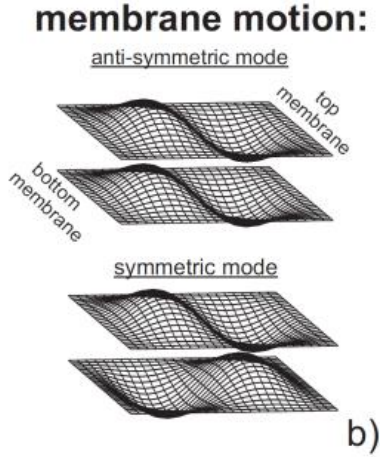
- Lorentzkraftanregung
- Auslesung:
  - ☐ Piezoresistiv
  - ☐ Bewegungsinduktion
  - ☐ Optisch

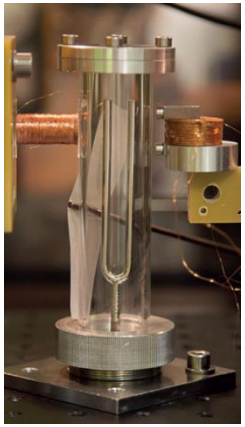




M Heinisch, EK Reichel, I Dufour, B Jakoby, Sens. Act. A, *186*, 111-117, 2012
M Heinisch, EK Reichel, I Dufour, B Jakoby. Sens. Act. A, *172*, 82-87, 2011
C Riesch et al., J. Micromech. Microeng., *19*, 075010, 2009

EK Reichel et al., Sens. Act. A, *156*, 222-228, 2009
EK Reichel, C Riesch, B Weiss, B Jakoby, Sens. Act. A, *145*, 349-353, 2008
A Agoston et al., Sens. Act. A, *123*, 82-86, 2005

# ZUSAMMENFASSUNG

- In vielen Anwendungen (Forschung und Industrie) stellen physikalische Sensoren das Mittel zur Wahl für die Überwachung von Fluiden dar.
- Für die Charakterisierung von Fluiden sind insbesondere rheometrische Parameter interessant.
- Je nach Rheologie des zu sensierenden Fluids sind verschiedene Wechselwirkungsmechanismen relevant, die stark von der Messparametern und Methode (zB Frequenz und Schwingungsmoden) abhängt.
- Bei Flüssigkeiten mit Mikrostruktur sind insbesondere hochfrequente (und damit kleine) Schwinger nicht immer eine optimale Lösung – **Small is not necessarily beautiful**!

# DANKE FÜR DIE AUFMERKSAMKEIT!

Und Dank an das **Team am Institut, an Forschungspartner und Fördergeber**

TU Delft

SAL SILICON AUSTRIA LABS

TU WIEN

UNIVERSITÉ BORDEAUX 1 Sciences Technologies

PAC Process Analytical Chemistry

FFG Forschung wirkt.

RECENDT

COMET

FWF

Competence Centers for Excellent Technologies

LCM LINZ CENTER OF MECHATRONICS GMBH

ARGE sensorik SENSOR RESEARCH AUSTRIA

Universitas Studiorum Brixiae

Universität Bremen

Universitas Sapientiae ac Virtutis Olomucensis 1425