

Kontaktfreie Detektion von frei fliegenden Nanoliter-Tropfen

Dipl.-Ing.(FH) **Andraes Ernst**, Dipl.-Ing. **Wolfgang Streule**,
Prof. Dr. **Roland Zengerle**, Dr. **Peter Koltay**, Universität Freiburg

Kurzfassung

Im Folgenden wird ein Sensor zur kontaktfreien Detektion von frei fliegenden Tropfen mit Durchmessern im Bereich von $d = 200\text{--}600\ \mu\text{m}$ ($\sim V = 30\text{--}90\ \text{nL}$) vorgestellt. Der Signalgeber basiert auf einem kapazitiven Prinzip und kann problemlos in die Flugbahn des dispensierten Mediums eingebracht werden. Durch die kleine Bauform kann dies auch bei kleinen Abständen ($\sim 3\ \text{mm}$) der Dispenserdüse zum Substrat umgesetzt werden. Ein Hauptaugenmerk dieses Sensors ist seine kontaktfreie Arbeitsweise, durch welche die Kontamination der dispensierten Flüssigkeit und somit der Verlust einzelner Tropfen vermieden wird. Der Sensor ist in konventioneller Leiterplattentechnologie (engl. PCB-Technologie) hergestellt und kann in seiner momentanen Form zur direkten Prozesskontrolle eingesetzt werden. Durch Vergleichen der aktuellen Sensorsignale mit spezifischen „Fingerprint“ Signalen der dosierten Flüssigkeiten können Volumenänderungen und Geschwindigkeitsabweichungen im Dosierprozess festgestellt werden.

Abstract

In the following we present a non-contact droplet sensor that allows for the detection of free flying liquid droplets with diameters in the range of $d = 200\text{--}600\ \mu\text{m}$ ($\sim V = 30\text{--}90\ \text{nL}$). The working principle is based on capacitive detection. The detector was fabricated cost-effectively in standard PCB-technology (printed circuit board) and characterized by experiments. Due to its small dimensions it can easily be placed into the flight-path of the liquid droplet when the distance between the dispenser and the target is at least 3 mm. The proposed sensor is able to detect any irregularity in the droplet dispensing process by comparing the actual sensor signal with an average liquid specific “fingerprint”. Therefore it is especially suited for online process monitoring in its present form.

Einleitung

Das Dosieren sehr geringer Flüssigkeitsmengen spielt in vielen Bereichen der Industrie eine wichtige Rolle. Beispielsweise finden in der chemischen, biologischen und medizinischen

Industrie hoch präzise Dosiersysteme immer mehr Anwendung [1]. Auch im herkömmlichen Maschinenbau finden fein dosierte Flüssigkeiten ihren Einsatz. Durch die ständige Weiterentwicklung und Forschung auf dem Gebiet der Mikrofluidik kommen fortlaufend neue Dispensiersysteme auf den Markt. Da die dispensierten Flüssigkeitsmengen oft im Piko- oder Nanoliter-Bereich liegen, ist die Überwachung des Dosierprozesses mit einigen Schwierigkeiten und dadurch mit erheblichen Kosten verbunden. Standardmäßig verwendete Meßsysteme basieren auf Gravimetrie oder optischer Bildgebung und sind durch ihre Komplexität nicht kompakt integrier- und parallelisierbar [2]. Insbesondere bei gravimetrischen Verfahren kommt erschwerend hinzu, dass die Tropfen auf eine Waage abgegeben werden müssen und nicht mehr für die weitere Verwendung (chemisches Experiment, Klebepunkt, Lotpunkt etc.) zugänglich sind.

Der hier beschriebene kontaktfreie Sensor hingegen erlaubt die weitere Verwendung der vermessenen Tropfen und ist durch seine flache Bauform leicht auf Anlagen zu integrieren. Durch den Einsatz eines kapazitiven Messprinzips wird eine kontaminationsfreie und direkte Prozesskontrolle ermöglicht. Die Realisierung des Sensors in Standard Leiterplattentechnologie erlaubt eine kostengünstige Herstellung und bietet eine einfache Anpassung des Systems auf verschiedene Bauformen von Tropfendispensierern.

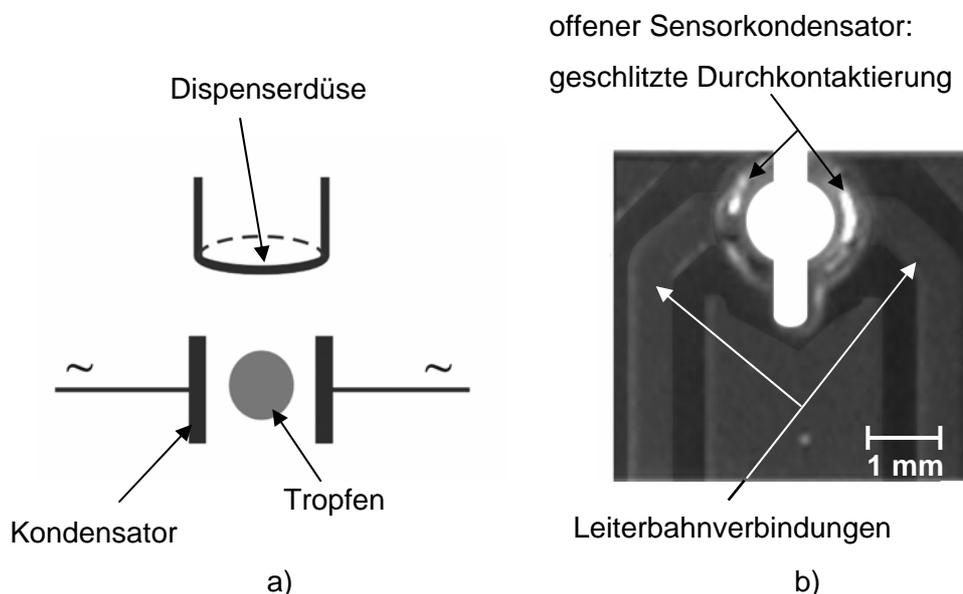


Bild 1: a) Prinzipskizze des kapazitiven Sensorprinzips b) Messkondensator, hergestellt aus Standard PCB Durchkontaktierung (engl. Via)

Kapazitives Detektionsprinzip

Das Funktionsprinzip des hier vorgestellten Sensors basiert auf der Änderung der Kapazität eines offenen Plattenkondensators während ein Flüssigkeitstropfen das elektrische Feld

durchfällt, siehe Bild 1. Durch die Veränderung der durchschnittlichen Permittivität, die durch die Präsenz eines Flüssigkeitstropfens im Messfeld des Sensors zustande kommt, können verwertbare Signale abgeleitet werden. Für eine grobe Abschätzung der zu erwartenden Feldänderung kann die bekannte Formel zur Berechnung der Kapazität eines Plattenkondensators herangezogen werden:

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \frac{A}{s} \quad (1)$$

Da die meisten Flüssigkeiten zu der Gruppe der paraelektrischen Materialien gehören ist deren Permittivität größer als 1, was beim Durchtritt durch den Sensor zur Erhöhung der Kapazität führt [3]. Fällt z.B. ein Tropfen mit einer Permittivität ε_r im Bereich von Wasser ($\varepsilon_{r\text{Wasser}} = \sim 81$ ($f < \text{GHz}$) [3]) durch das elektrische Feld, steigt die Kapazität höchstens um diesen Faktor an. Da bei der kontaktfreien Detektion der Tropfen den Kondensator nicht vollständig füllt, fällt die Kapazitätsänderung entsprechend kleiner aus und Formel (1) muss entsprechend modifiziert werden. Ohne weitere auf die theoretische Ableitung einzugehen (Details siehe [4]) soll an dieser Stelle nur hervorgehoben werden, dass die Änderungen, die durch Wassertropfen mit Volumen im Bereich um $v = 50 \text{ nl}$ liegt verursacht werden und die die Kondensatorplatten nicht berühren, im unteren Femtofarad Bereich liegen. Das zu erwartende Signal ist also sehr klein.

Die geringe, zu erwartende Kapazitätsänderung kann prinzipiell durch zwei grundsätzlich unterschiedliche Messprinzipien nachgewiesen werden. 1) man setzt den Messkondensator als Teil eines LC Schwingkreises und misst die auftretende Frequenzverschiebung oder 2) man lädt den Kondensator und misst den fließenden Strom der durch eine Kapazitätsänderung erzeugt wird. Bei der Umsetzung des vorgestellten Sensors wurde als Grundprinzip auf die zweite Methodik gesetzt. Bei der Durchführung von Experimenten mit Gleichspannungsversorgung konnten jedoch, wie erwartet, keine verwertbaren Ergebnisse erzielt werden, da die kurzzeitig zu erwartenden Ströme im Bereich des Leckstroms der Schaltung lagen. Deshalb wurde das Meßprinzip wie folgt modifiziert: Durch Versorgung des Kondensators mit Wechselspannung können frequenzabhängig signifikantere Ergebnisse erzielt werden, da der Gesamtstrom erhöht wird und sich deutlicher vom Leckstrom abhebt. In diesem Fall wirkt der Messkondensator als kapazitiver Widerstand dessen Impedanz frequenzabhängig ist und durch die Änderung der Kapazität seinen Wert verändert.

Fabrikation

Der hier vorgestellte Sensor ist in Design und Abmessungen auf das kontaktfreie Dispensiersystem PipeJet™ ausgelegt [5]. Die vom PipeJet™ R2b Dispenser gebotene

Grundfläche von $A= 18 \times 56 \text{ mm}$ wurde genutzt, um die benötigten Bauteile anzuordnen und den Sensor mit seinem entsprechenden Halter anzubringen, wie in Bild 2b dargestellt. Um einen kostengünstigen Sensor zu entwickeln wurde auf die Minimierung der Anzahl der Bauteile Wert gelegt. Der Schaltkreis beinhaltet den Sensorkondensator, mehrere Verstärkerstufen um die sehr kleinen Signale zu extrahieren und eine Diodengleichrichtung gefolgt von angepassten Filtereinheiten (Bild 3). Die Filterung wird in zwei Stufen durchgeführt. Die erste Stufe bildet ein aktiver Filter zweiter Ordnung nach Butterworth. Durch die dynamische Anpassung des Filters werden große Widerstände benötigt die ihrerseits ein Rauschen implizieren, welches durch ein nachgeschaltetes RC-Glied unterdrückt wird. Die benötigte Sinusspannung wird auf einer separaten Versorgungsplatine erzeugt, auf welcher auch die Spannungsverteilung für die verschiedenen Operationsverstärker (OPV) vorgenommen wird. Der komplette Sensor wurde unter Verwendung von Standard Leiterplattentechnologie auf 1,6 mm dickem FR4 Material hergestellt, siehe Bild 2a. Durch den Einsatz dieser Technologie konnte ein sehr robustes und kostengünstiges Design verwirklicht werden. Der Messkondensator wurde durch den Einsatz einer runden Standard Durchkontaktierung (Via) hergestellt. Das Via, mit einem inneren Durchmesser von $ID= 1,3 \text{ mm}$, wurde mit einem herkömmlichen Nutenfräswerkzeug (Durchmesser $d= 0,4 \text{ mm}$) in der Mitte aufgetrennt um zwei gegenüberliegenden Kondensatorelektroden herzustellen, siehe Bild 1b. Die Ausrichtung der Dispenserdüse zum Sensorkondensator wird durch einen speziellen PMMA Platinenhalter realisiert. Das umgesetzte Design lässt einen minimalen Abstand von der Dispenserdüse zum Substrat von $\sim 3 \text{ mm}$ zu.

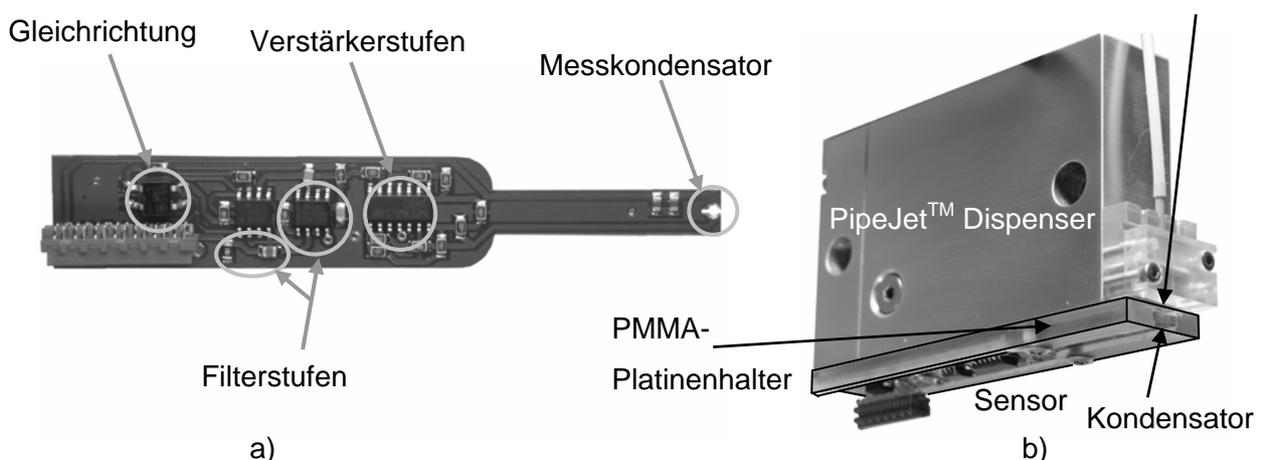


Bild 2: a) bestückte Sensorplatine; b) PipeJet™ Dispenser mit Sensoreinheit

Elektronische Ansteuerung

Der Messkondensator wird mit einem Sinussignal der Amplitude $U_{pp}= 20 \text{ V}$ gespeist das auf

der externen Versorgungsplatine erzeugt wird. Mit dieser Amplitude und der Frequenz $f_{Res} = 156 \text{ kHz}$ wird das System in Resonanz betrieben um bestmögliche Ergebnisse zu erzielen. Die drei gesetzten Verstärkerstufen heben das Ausgangssignal schrittweise an, um durch die hohe Dynamik der Signalentstehung und der gleichzeitig hohen Verstärkung nicht an die bauteilspezifischen Grenzen des verwendeten OPV (TL084) zu geraten. Die Amplituden werden angehoben bis annähernd die maximale Ausgangsspannung der OPVs erreicht ist um die Sensitivität des Sensors zu erhöhen und die Extraktion der kleinen Signale zu gewährleisten. Anhand der Amplitudenänderung kann auf die Kapazitätsänderung geschlossen werden. Durch nachfolgende Gleichrichtung der Wechselspannung und angepasste Filterung des Ausgangssignals kann der Wert der Amplitudenänderung direkt als analoges Signal ausgegeben werden. Bild 3 zeigt den Schaltkreis der Sensorelektronik. Um ein Übersprechen der sehr kleinen Ströme zu verhindern wurde das PCB mit einer Massefläche bedeckt.

Experimente und Ergebnisse

Die folgenden Ergebnisse wurden ausschließlich in Experimenten mit dem beschriebenen Sensorsystem in Verbindung mit dem PipeJet™ Dispenser [6] erzielt. Der PipeJet™ Dispenser ist ein kontaktfreies Drop-on-Demand Dispensiersystem dessen Grundprinzip auf der direkten Volumenverdrängung von Flüssigkeit basiert. Durch die geometrische Ausdehnung des als Aktor fungierenden Piezoelements wird eine, mit Flüssigkeit gefüllte, Kunststoffkapillare deformiert und somit ihr Volumen reduziert.

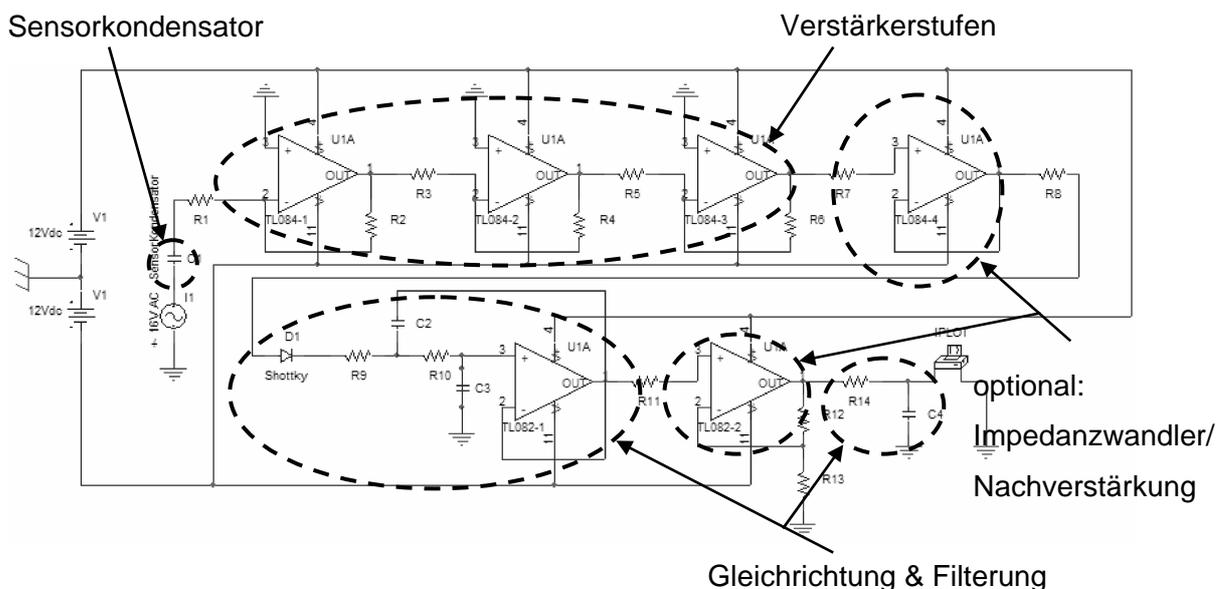


Bild 3: Schaltkreis des kapazitiven Tropfensensors

Diese Volumenänderung zwingt Flüssigkeit aus der Kapillare, welche die Düse, durch die hohe Dynamik der Verformung, in Form eines frei fliegenden Tropfens verlässt. Die

Tropfengeschwindigkeit der Flüssigkeit beim Austritt aus der Düse ist variabel und liegt in der Größenordnung von $v \approx 1$ m/s. Das PipeJet™ Dispensiersystem bietet einfache Variationsmöglichkeit des dosierten Tropfenvolumens durch Anpassung der Piezoausdehnung und der Ausdehnungsdynamik. Der Standardvolumenbereich des PipeJet™ R2b Moduls liegt bei $V = 5 - 110$ nL. Nach dem Verlassen der Düse fliegt der Tropfen durch den Sensorkondensator und generiert das Ausgangssignal auf Grund der auftretenden Kapazitätsänderung. Bild 4 zeigt eine Stroboskopaufnahme des Sensors während ein Tropfen den Kondensator passiert. Die Charakterisierung und Kalibrierung des Sensors hinsichtlich des dosierten Volumens ist im Einzelnen noch nicht abgeschlossen, jedoch kann die Volumenabhängigkeit der Signale leicht erkannt werden (vgl. Bild 6a). Die folgenden Diagramme (Bild 5 bis 7) zeigen den derzeitigen Stand der Charakterisierung. Alle dargestellten Signale wurden als gleitender Mittelwert des Sensorsignals, gemittelt über 100 Werte, berechnet. Die zeitliche Auflösung des Originalsignals betrug dabei 2500 kHz. Durch den Vergleich stroboskopischer Bildaufnahmen der Tropfenflugbahn durch den Kondensator mit der Signalentstehung, kann das Signal in 3 verschiedene Detektionsphasen eingeteilt werden, siehe Bild 5. Der negative Signalausschlag der ersten Phase beschreibt das Eintreten des Tropfens in das Feld des Kondensators. Nach vollständigem Eintritt steigt das Signal in der zweiten Phase an, während der Tropfen den Kondensator passiert. Die Dauer t dieser zweiten Phase entspricht einer Länge der Flugbahn des Tropfens von $l = 1,6$ mm.

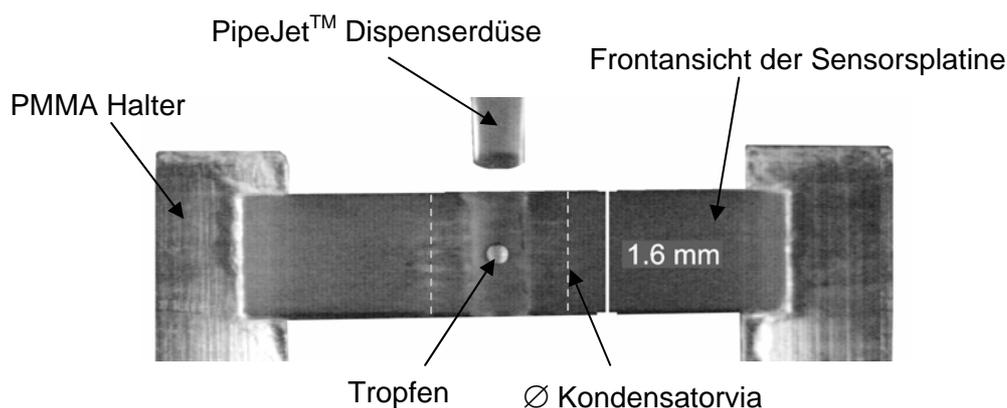


Bild 4: Stroboskopische Aufnahme des experimentellen Aufbaus; Tropfen zwischen den Kondensatorplatten während eines Dispensiervorgangs

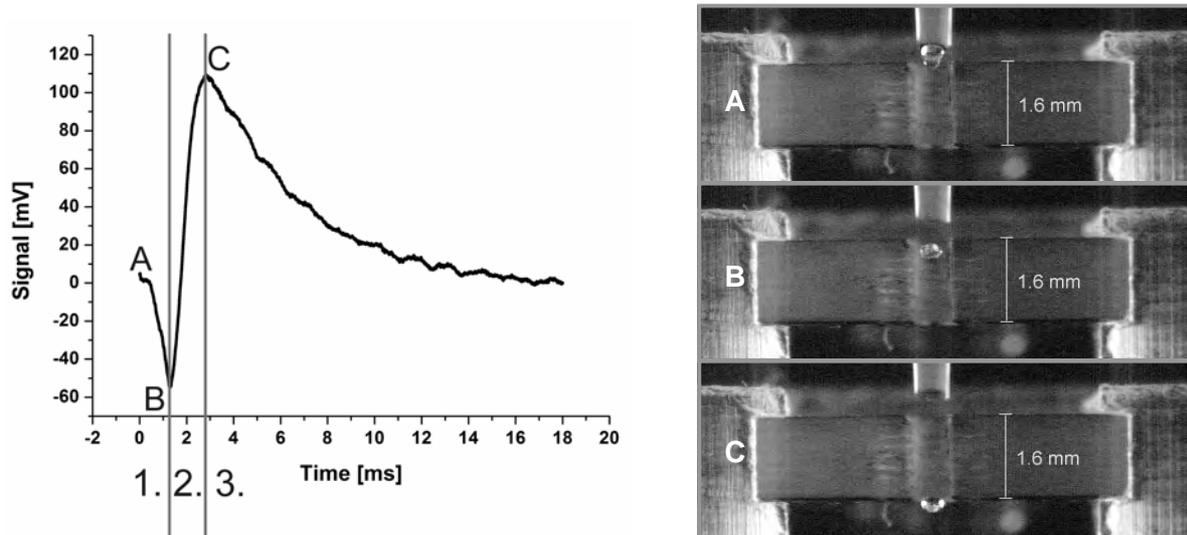


Bild 5: Sensorsignalverlauf beim Durchtritt eines Wassertropfens durch den Sensorkondensator; a) Signal unterteilt in drei Phasen (1-3) und Indikation von drei Signalpunkten (A-C); b) stroboskopische Aufnahmen der Tropfenpositionen an den markierten Signalpunkten (A-C)

Durch die gemessene Dauer t dieser Phase kann somit auf die Geschwindigkeit des Tropfens $v \sim l/t$ rückgeschlossen werden. Nach dem Austritt des Tropfens aus dem Kondensator beginnt die dritte Phase die das Abklingen des Systems in den Anfangszustand beschreibt.

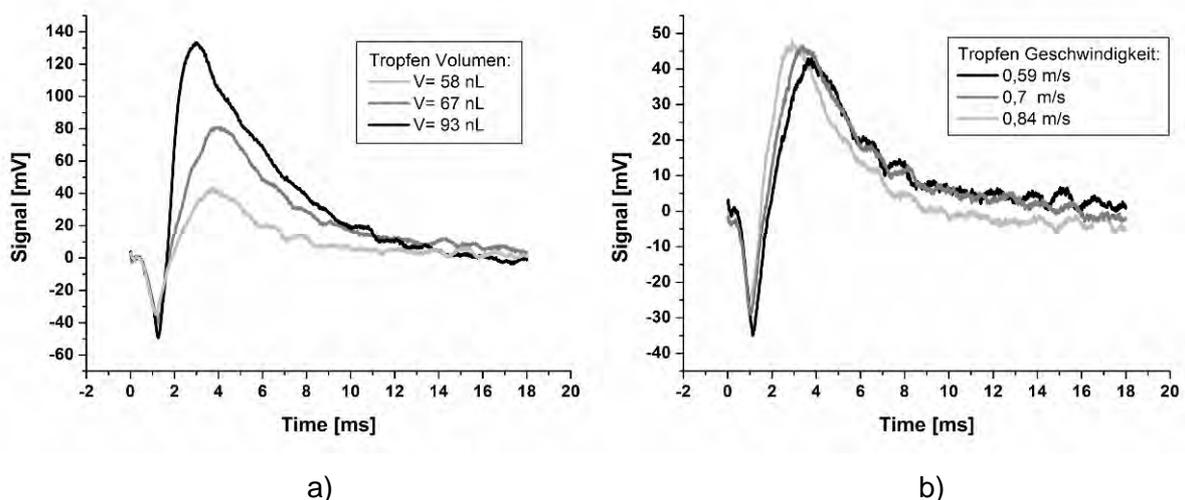


Bild 6: Extrahierte Signale bei unterschiedlichen Dosierbedingungen (Wasser)
 a) Variation des Tropfenvolumens (gravimetrisch bestimmt); b) Änderung der Tropfengeschwindigkeit (Werte in der Legende berechnet aus dem Sensorsignal) bei festem Dosiervolumen von 60 nL

In Bild 6 sind typische Signale dargestellt, die durch Wassertropfen im Volumenbereich von 58 - 93 nL erzeugt wurden. Sie veranschaulichen die Abhängigkeit der Signale zu unterschiedlichen Ansteuerparametern des PipeJet™ Dispensers, die sich primär auf Volumen und Geschwindigkeit der dispensierten Tropfen auswirken. Bild 6a verdeutlicht den Einfluss des Tropfenvolumens auf die Signalhöhe. Bild 6b stellt den Zusammenhang der Tropfengeschwindigkeit zu den Signalen dar, die sich, bei gleichem Tropfenvolumen, in der Steigung der positiven Flanke während Phase zwei widerspiegelt. Durch die ständige Formveränderung eines frei fliegenden Flüssigkeitstropfens (wobbeln) sind die erhaltenen Signale schwieriger zu interpretieren und mit einer zusätzlichen Unsicherheit behaftet. Deshalb wurde in einem weiteren Experiment das Verhalten des Sensors auf das Einbringen von Festkörpern untersucht. Hierzu wurden kleine Glaskugeln mit unterschiedlichen Durchmessern durch das Sensorfeld fallen gelassen. Bild 7 zeigt die Abhängigkeit der Signale zu den Durchmessern und somit zu den Volumina der Kugeln. Auch hier ist eine deutliche Korrelation der Signalhöhe zu den Kugeldurchmessern zu erkennen. Auffällig ist, dass bei der Signalentstehung durch Glaskugeln die erste Phase entfällt und keine negative Flanke beim Eintritt der Kugeln in den Kondensator erkennbar ist. Die Untersuchung dieses Verhaltens wird Thema der weiteren Arbeiten sein.

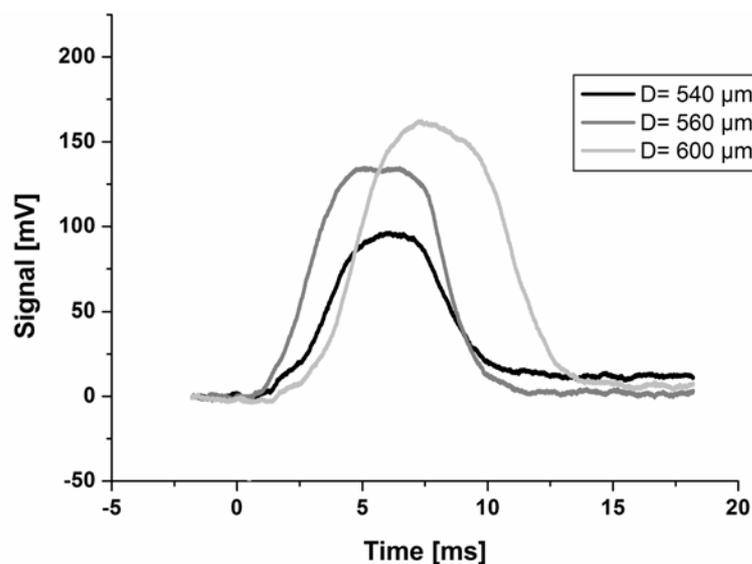


Bild 7: extrahierte Signale erzeugt durch Glaskugeln mit unterschiedlichen Durchmessern

Fazit und Ausblick

Es wurde ein Sensor zur kontaktfreien Detektion von Nanoliter Tropfen vorgestellt, der es ermöglicht den vermessenen Flüssigkeitstropfen weiter zu verwenden (z.B. im Rahmen eines Druckprozesses auf ein Substrat, oder durch Dosierung in eine Mikrotiterplatte etc.). Durch die Herstellung in Standard Leiterplattentechnologie konnte ein sehr kostengünstiges Design realisiert werden, das den gesamten, analogen Signalverarbeitungskreis sowie den offenen Sensorkondensator beinhaltet. Die Machbarkeit das Volumen von dispensierten Flüssigkeitstropfen kapazitiv festzustellen wurde gezeigt und eine Korrelation des Sensorsignals mit dem Tropfenvolumen im Experiment nachgewiesen. Der derzeitige Stand der Sensorcharakterisierung ermöglicht zuverlässig Tropfenausfälle zu detektieren und erlaubt darüber hinaus Variationen in Größe und Geschwindigkeiten der Tropfen festzustellen. Thema der weiteren Untersuchungen wird der Vergleich der Sensorsignale von festen und flüssigen, sowie polaren und unpolaren Testkörpern sein.

Referenzen

- [1] J. Comley, "Continued miniaturisation of assay technologies drives market for nanolitre dispensing", Drug Discovery World Summer 2004, pp. 1-8, 2004
- [2] Timo Lindemann, „Droplet Generation From the Nano to the Femtoliter Range“ Dissertation, Institut für Mikrosystemtechnik (IMTEK), Lehrstuhl für Anwendungsentwicklung, Albert-Ludwigs Universität Freiburg, Deutschland, pp. 69-73, 2006
- [3] George L. Trigg, Encyclopedia of Applied Physics Vol. 5 "Diamond and Diamondlike Carbon to Electron Structure of Solid", ISBN 1-56081-064-5
- [4] William P. Winn, "An Electrostatic Theory for Instruments which Measure the Radii of water drops by Detecting a Change in Capacity Due to the Presence of a drop", J. of Applied Meteorology, Volume 7, Issue 5, pp 929–937, 1968
- [5] W. Streule, "PipeJet: A Simple disposable dispenser for the nanoliter- and microliter range", JALA Vol. 9 Issue 5, pp. 300-306, Oct. 2004
- [6] BioFluidix GmbH Georges-Koehler-Allee 106 79110 Freiburg; www.Biofluidix.de

