Simon Binder* und Gerald Gerlach

Kraftkompensierte chemische Sensoren auf Basis bisensitiver interpenetrierender Polymernetzwerke

Bisensitive interpenetrating polymer networks for force-compensated chemical sensors

DOI 10.1515/tme-2018-0035

Zusammenfassung: Die intramolekulare Kraftkompensation stellt ein neuartiges Verfahren dar, mit dem die Ansprechzeit von chemischen Sensoren auf Hydrogelbasis verkürzt werden kann. Bei dieser Art der Kraftkompensation sind sowohl Sensor- als auch Aktorfunktion in einem einzigen Hydrogel kombiniert. Dieser Beitrag legt die Messmethode, das hierzu notwendige bisensitive Hydrogel und einen entsprechenden Sensoraufbau dar. Die Ergebnisse zeigen, dass sowohl die gewünschte Bisensitivität des Sensors als auch eine Verkürzung der Ansprechzeit erreicht werden konnten.

Schlüsselwörter: Kraftkompensation, chemische Sensoren, Hydrogele.

Abstract: The method of intramolecular force compensation forms a new approach for reducing the response time of hydrogel-based chemical sensors. The principle is based on a bisensitive hydrogel, that fulfills both the function of a sensor and an actuator. This paper presents the measurement principle, the required bisensitive hydrogel and a sensor setup. The results show the desired bisensitivity of the sensor as well as the successful reduction of the response time.

Keywords: Force compensation, chemical sensors, hydrogels.

1 Einleitung

1.1 Kraftkompensation in Chemosensoren

Lange Ansprechzeiten und Kriecheffekte, hervorgerufen durch Diffusionsprozesse im Innern des Hydrogelvolumens, beeinträchtigen wesentlich die Leistungsfähigkeit und folglich

die Wettbewerbsfähigkeit Hydrogel-basierter chemischer Sensoren [7]. Die Methode der Kraftkompensation stellt ein allgemeines messtechnisches Verfahren dar, mit dem diesen unerwünschten Sensoreigenschaften entgegen gewirkt werden kann. Bei zahlreichen anderen Sensoren und Messeinrichtungen, wie z.B. Präzisionswaagen [8], Breitband-Lambdasonden [10] oder Rasterkraftmikroskopen [1], findet dieses Verfahren erfolgreich Anwendung. Hydrogel-basierte Sensoren bestehen aus dem chemisch sensitiven Hydrogel und einem piezoresistiven Drucksensor, der den Quelldruck des Hydrogels infolge des Stimulus misst (Abb. 1 a) [13]. Im Fall der Kraftkompensation wird das Volumen des Hydrogels konstant gehalten. In [12] und [4] wurde dazu eine Gegenkraft auf der Gegenseite des Drucksensors aufgebracht, die durch eine Druckluftquelle bzw. ein weiteres, thermisch anregbares Hydrogel erzeugt wurde. Diese über eine geschlossene Regelschleife geregelte Kraft hält die Hydrogelquellung idealerweise in einem stationären Zustand. Statt der Ausgangsspannung des Drucksensors stellt nun die aufzubringende Gegenkraft das Maß für die Messgröße dar. Der Sensoraufbau gestaltet sich allerdings durch den zusätzlich notwendigen Aktor aufwendig und die Miniaturisierbarkeit ist erschwert.

Dieser Beitrag stellt eine neue Methode der Kraftkompensation mit einem bisensitiven Hydrogel vor, die zu einer drastischen Vereinfachung des Sensoraufbaus führt. Das bisensitive Hydrogel vereint sowohl Sensor- als auch Aktorfunktion, indem es sowohl gegenüber der Ionenkonzentration c_{Na^+} einer Kochsalzlösung (Sensorfunktion) als auch gegenüber der Temperatur ϑ (Aktorfunktion) sensitiv ist (Tab. 1). Die durch die Änderung einer Ionenstärke bedingte Quellung kann damit durch eine Entquellung über einen entsprechenden Temperatureintrag kompensiert werden bzw. umgekehrt. Die Temperatur, unter deren Einwirkung sich im System dieser Gleichgewichtszustand einstellt, ist direkt abhängig von der zu messenden Größe und stellt das Sensorausgangssignal dar. Dieses Verfahren der *intramolekularen Kraftkompensation* im bisensitiven Hydrogel kann prinzipiell auch für die refraktometrische [5], oszillations-

*Korrespondenzautor: Simon Binder, Gerald Gerlach, Institut für Festkörperelektronik, Technische Universität Dresden, Mommsenstraße 15, 01062 Dresden, E-Mail: simon.binder@tu-dresden.de, gerald.gerlach@tu-dresden.de

Abb. 1: (a) Schematischer Aufbau eines piezoresistiven Sensors auf Hydrogelbasis, (b) Erweiterung dieses Sensorkonzepts zu einem intramolekular kraftkompensierten Sensor mit einem kompensatorisch wirksamen Hydrogel und (c) dessen Einbettung in eine Regelschleife mit der zu regelnden Brückendiagonalspannung u_d sowie der Peltierelement-Stellspannung u_{th} .

basierte [11] oder interferometrische [15] Signalauswertung verwendet werden.

Der in dieser Arbeit vorgestellte Ansatz mit bisensitivem Hydrogel nutzt den in Abb. 1 b dargestellten Sensoraufbau. Dabei wird die salzkonzentrationsabhängige Quellung durch Änderung der Temperatur und entsprechende Quellung bzw. Entquellung ausgeglichen. Dies erfolgt über ein Peltierelement, wobei die Temperatur mittels eines Temperatursensors gemessen wird (Abb. 1 c).

1.2 Methode der intramolekularen Kraftkompensation

Die Hydrogelquellung nach einem Stimuluswechsel wird durch ein Druckgefälle zwischen Hydrogel und umgebender Lösung hervorgerufen. Dieser Quelldruck π setzt sich aus drei Beiträgen zusammen [6]:

$$\pi = \pi_{\text{mix}} + \pi_{\text{el}} + \pi_{\text{ion}}. \quad (1)$$

Tab. 1: Vergleich der Ansätze für kraftkompensierte Hydrogelsensoren: Kraftkompensation durch (a) Wechselwirkung zwischen sensorischem und aktorischem Hydrogel, (b) bisensitives Hydrogel.

Kraftkompensation durch Gegendruck mittels Aktor	Intramolekulare Kraftkompensation
<p>$V = \text{konst.}$</p> <p>Hydrogel A (Aktor)</p> <p>Hydrogel B (Sensor)</p>	<p>$V = \text{konst.}$</p> <p>Bisensitives Hydrogel</p>

π_{mix} beschreibt den Druckanteil, der auf die Durchmischung von Polymer und Lösungsmittel zurückzuführen ist, π_{el} fasst den Einfluss der Netzkettendeformationen im quervernetzten Polymer zusammen, während π_{ion} Auswirkungen der inhomogenen Verteilung von Ionen zwischen Hydrogel und umgebendem Lösungsmittel enthält. Der Quellvorgang ist erst abgeschlossen, wenn der Quelldruck abgebaut ist ($\pi = 0$). Die intramolekulare Kraftkompensation zielt darauf ab, den Druck nach einem Stimuluswechsel durch Einkopplung eines zweiten Stimulus möglichst abzubauen, d. h. das Hydrogelvolumen zurück auf den Wert des Ausgangszustands zu bringen.

Der in Hydrogelen auftretende Quellprozess ist maßgeblich für die langen Ansprechzeiten Hydrogel-basierter Sensoren verantwortlich. Die charakteristische Quellzeit τ für kugelförmige Hydrogele nach der Quellkinetikbeschreibung von Tanaka hängt im wesentlichen vom Radius bzw. der charakteristischen Länge a der Hydrogelprobe im Quellungsgleichgewicht und dem kooperativen Diffusionskoeffizienten D_{koop} ab [14]:

$$\tau \propto \frac{a_{\infty}^2}{D_{\text{koop}}}. \quad (2)$$

Daraus ergeben sich somit mehrere Strategien zur Verkürzung der charakteristischen Quellzeit und folglich der Ansprechzeit eines Sensors mit einem Hydrogel als chemomechanischem Wandler:

1. Verkürzung der charakteristischen Länge bzw. der Hydrogelabmessungen,
2. Reduktion von Diffusionsprozessen und der Bewegung der Netzketten.

Die intramolekulare Kraftkompensation reduziert die Bewegung von Netzkettenbestandteilen, indem der zweite

Stimulus dem ersten entgegenwirkt. Dies verkürzt die Quellzeit τ .

2 Kompensatorisch wirksames Polymer

2.1 Synthese des Hydrogels

In [2] wurde ein bisensitives Hydrogel in Form eines Copolymers entwickelt, das die Anforderungen hinsichtlich der Volumenkompensation erfüllt und auf diese Weise eine quasistatische Kompensation ermöglicht. Der Einsatz dieses Hydrogels *net*-P(AA-*co*-NiPAAm) in einem piezoresistiven Quelldruckwandler erfordert allerdings eine hinreichend große Druckfestigkeit des Gelmaterials, die in [2] nicht erreicht wurde.

Bisensitive Copolymere Interpenetrierende Polymernetzwerke

Abb. 2: Schematischer Aufbau eines Durchdringungsnetzwerks (IPN) aus zwei bisensitiven Copolymer-Netzwerken.

Die mechanischen Eigenschaften des Hydrogels lassen sich signifikant verbessern, wenn es als interpenetrierendes Netzwerk (IPN) ausgestaltet wird. In einem interpenetrierenden Netzwerk durchdringen zwei Polymernetzwerke einander (Abb. 2). Die zusätzlichen Verschlaufungen verbessern die mechanischen Eigenschaften, sodass sie der Druckbeanspruchung in einem Sensoraufbau mit Drucksensor gerecht werden. Zusätzlich wurde das Comonomer Acrylsäure (AA) durch die stärkere Säure Acryl-2-amido-2-methylpropansulfonsäure (AMPS) ersetzt. Durch die beiden Comonomere AMPS und *N*-Isopropylacrylamid (NiPAAm) ergibt sich die geforderte Bisensitivität: Das Comonomer NiPAAm bringt die Sensitivität gegenüber der Temperatur in das Netzwerk ein, während die Säure die Empfindlichkeit gegenüber einer Ionenkonzentration verursacht.

Die Herstellung des IPNs erfolgte in einem zweistufigen Verfahren (Abb. 3). In einem ersten Schritt wurde

Abb. 3: Schematischer Ablauf des sequentiellen Herstellungsverfahrens eines Durchdringungsnetzwerks (IPN).

das erste Copolymer-Hydrogel hergestellt. In einem zweiten Schritt wurde dieses Hydrogel getrocknet und in eine zweite Monomerlösung eingelegt. Nach dem Aufquellen desselben in der zweiten Monomerlösung wird die freie radikalische Polymerisation und damit die Vernetzung initiiert. Das Herauslösen des IPN aus dem restlichen umgebenden Copolymer bringt schließlich das finale IPN hervor.

Abb. 4: Reaktionsgleichung des IPN im zweistufigen Syntheseverfahren. Als Vernetzer wurde *N,N'*-Methylenbisacrylamid (BIS) genutzt, als Polymerisationskatalysator *N,N,N',N'*-Tetramethylethyldiamin (TMEDA). Die freie radikalische Polymerisation wurde mit Natriumperoxodisulfat (NaPS) initiiert.

Die Details der Synthese aus Abb. 4 sind in [3] beschrieben. Gemäß IUPAC trägt dieses kraftkompensatorisch wirksame Hydrogel die Bezeichnung $[net\text{-}P(\text{AMPS-}co\text{-}NiPAAm)]\text{-ipn-[}net\text{-}P(\text{AMPS-}co\text{-}NiPAAm)]$.

2.2 Nachweis der quasistatischen Kompensationsfähigkeit

Die Messung des massenbezogenen Quellgrads Q_m (Gl. 3) erfolgte gemäß [2] in freier Quellung:

$$Q_m = \frac{m_g - m_p}{m_p} \quad (3)$$

Dabei sind m_g die Masse der im Quellgleichgewicht gewogenen Proben und m_p die Trockenmasse des Polymers.

Abbildung 5 zeigt den auf diese Weise ermittelten Quellgrad des Hydrogels in Abhängigkeit von der Ionenkonzentration c_{Na^+} (sensorische Funktion) und der Temperatur ϑ (aktorische Funktion zur Kraftkompensation).

Abb. 5: Quasistatisches Quellverhalten des IPN [*net*-P(AMPS-*co*-NiPAAm)]-*ipn*-[*net*-P(AMPS-*co*-NiPAAm)] in der Darstellung als massenbezogener Quellgrad Q_m in Abhängigkeit von der Ionenkonzentration c_{Na^+} und der Temperatur ϑ . Unsicherheit der Temperatur: ± 1 K (Ofen) und $\pm 0,02$ K (Thermostat), relative Unsicherheit der Ionenkonzentration: $< 0,5\%$ (Unsicherheitsfortpflanzung innerhalb der Verdünnungsreihe).

Um Hystereseeffekte bei Temperaturänderungen auszuschließen, wurde die Messung jeweils mit steigender und fallender Temperatur durchgeführt. Abbildung 6 zeigt die Wiederholungsmessung bei steigender Temperatur. Die Hysteresis im freien Quellen ist vernachlässigbar gering.

Abb. 6: Untersuchung des temperaturabhängigen Hystereseverhaltens des IPN.

Abb. 7: Sensorbaugruppe, bestehend aus dem kompensatorisch wirksamen Hydrogel als chemomechanischem Wandler, dem piezoresistiven Drucksensor als mechanoelektrischem Wandler und dem Temperaturfühler, dargestellt als Dreiviertelschnitt-Ansicht (a). Sensorbaugruppe, eingebettet in den Kompensations-Messstand mit zwei Peltierelementen, einem Kühlkörper und angedeuteter Leiterplatte, dargestellt als Dreiviertelschnitt-Ansicht (b).

3 Kraftkompensierter Sensor

3.1 Sensoraufbau

Für den Aufbau des Hydrogel-basierten Sensors mit intramolekularer Kraftkompensation wurde ein TO8-Sockel mit Goldoberfläche (Electrovac GmbH) verwendet (Abb. 7 a). Die 600 nm dünne Goldschicht ist als Haftschrift zur Anbindung des Hydrogels über Thiolgruppen, wie z. B. *N,N'*-Bis(acryloyl)cystamin, nutzbar. In den TO8-Sockel sind mittels Presspassung Edelstahlkanülen eingebracht, die der Zu- und Abfuhr der Messlösung dienen. Die Hydrogelschicht, konditioniert in Wasser bei 23 °C, wurde mittels Gewebestanz (Durchmesser 1,5 mm) strukturiert, auf Teflon getrocknet und schließlich mit einem Cyanacrylat-haltigem Adhäsiv mittig zwischen Ein- und Auslass fixiert. Der piezoresistive Drucksensor (C41, Epcos AG) ist mit einem silikonbasierten einkomponentigen Adhäsiv auf der Sockeloberfläche befestigt. Ein bondbarer Pt1000-Temperaturfühler (TE Connectivity Ltd.) wurde mittels Wärmeleitkleber neben dem Drucksensor angebracht.

Gold-Bonddrähte kontaktieren die Wheatstone-Brücke und den Pt1000 mit den sechs zur Verfügung stehenden Kontaktbeinen des TO8-Sockels. Die Unterseite des Sockels bietet dank dieser Ausführung zwei freie Flächen, die im Messstand mit den beiden Mikropeltierelementen (2,2 W, QC-18-0.6-0.2, Küpper & Co. GmbH) verbunden sind. Zur besseren Wärmeleitung wurde zusätzlich zur Anpresskraft eine Wärmeleitpaste zwischen den Kontaktflächen eingebracht. Der Kühlkörper ist mit Wärmeleitkleber fest an die in Reihe geschalteten Peltierelemente fixiert (Abb. 7 b). In den Kühlkörper sind Buchsen für den TO8-Sockel eingefasst, sodass dieser fest mit der Leiterplatte zur Signalaufbereitung verbunden ist. Diese Konstruktion erlaubt ein einfaches Austauschen des Sockelaufbaus.

Die Sensorplatine enthält neben Filtern u. a. einen Differenzverstärker zur Aufbereitung und Verstärkung der Brückendiagonalspannung u_d .

Für die gezielte Temperierung des Sensoraufbaus sowie den späteren Kraftkompensationsbetrieb kommt ein PID-Einbauregler (BTC-OEM 2000, Belektronig GmbH) zum Einsatz. Dieser ist u. a. für die Temperaturregelung mit Peltierelementen und Pt-Temperaturfühlern ausgelegt. Der Regelausgang stellt ein pulswidenmoduliertes Signal bereit, das in einem nachgeschalteten Filter zur Ansteuerung des Peltierelements in eine Gleichspannung umgeformt wird. Anhand einer Modifikation kann dieser Regler jedoch auch zur Regelung einer entsprechend aufbereiteten analogen Eingangsspannung genutzt werden. Diese Modifikation wurde für den Kraftkompensationsbetrieb vorgenommen.

3.2 Bisensitivität des Sensors

Die Messung der Sensitivität des Sensors gegenüber variierender Ionenkonzentrationen einer Kochsalzlösung einerseits und einer eingekoppelten Temperaturquelle andererseits erfolgte im unregulierten, unkompensierten Betrieb (Ausschlagmethode).

a) Temperatursensitivität

Von besonderem Interesse ist die Kennlinie der Sensorausgangsspannung in Abhängigkeit von der Temperatur. Sie stellt das Übertragungsverhalten der aktorischen Komponente des bisensitiven Hydrogels im Kompensationsbetrieb dar. Eine lineare Übertragungsfunktion für den Steller des Regelkreises ist wünschenswert. In jedem Fall sind anhand der Kennlinie $U(\vartheta)$ Abweichungen von der Linearität beurteil- und Bereiche für ein lineares Übertragungsverhalten bzw. die Wahl eines Arbeitspunkts zur Linearisierung des Systems für den Reglerentwurf abschätzbar. Für eine sprungähnliche Temperaturänderung wurde das Peltierelement in einem geschlossenen Regelkreis mit PI-Regler und dem Temperaturfühler als Messglied betrieben. Der zeitliche Verlauf der Ausgangsspannung der Brückendiagonalspannung ist in Abb. 8 in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Die Messlösungen wurden mittels Niederdruck-Spritzenpumpen (Cetoni GmbH) mit einer Flussrate von $100 \mu\text{l min}^{-1}$ zugeführt.

Abb. 9 zeigt die stationären Endwerte der Ausgangsspannungen in Abhängigkeit von der Temperatur.

Im gemessenen Temperaturbereich ist ein annähernd lineares Übertragungsverhalten zu erkennen. Der für *net*-PNiPAAm-Hydrogele typische, stark nichtlineare Verlauf

Abb. 8: Exemplarischer zeitlicher Verlauf der Ausgangsspannung des Drucksensors in Abhängigkeit von der Temperatur bei einer konstanten Ionenkonzentration von $0,03 \text{ mol l}^{-1}$. Regelgenauigkeit der Temperatur: $0,01 \text{ K}$. Abtastrate: 2 s^{-1} .

Abb. 9: Ausgangsspannung des Drucksensors in Abhängigkeit von der Temperatur bei konstanter Ionenkonzentration von $0,03 \text{ mol l}^{-1}$.

ist aufgrund der im bisensitiven Netzwerk vorhandenen Säureseitengruppen entschärft. Diese Wechselwirkung ist typisch für Polyelektrolyt-Gele, die NiPAAm enthalten [9]. Während Messungen unter freier Quellung nur einen geringen Hystereseverlauf aufweisen (siehe Abschnitt 2.2), ist dieser bei Messungen im Sensor stärker ausgeprägt.

b) Ionensensitivität

Während der Ausschlagsmessung für die Ionensensitivität regelt der PI-Regler die Temperatur des Sensoraufbaus bei einem festgelegten Arbeitspunkt ϑ_{AP} . Die untere kritische Lösungstemperatur (LCST) von NiPAAm beträgt ca. 32°C . In diesem Punkt ist die Steigung des Quellgradverlaufs eines reinen *net*-PNiPAAm-Hydrogels maximal. Daher wurde für die Arbeitspunkttemperatur $\vartheta_{AP} = 32^\circ\text{C}$ gewählt. Der zeitliche Verlauf der Sensorausgangsspannung in Abhängigkeit von verschiedenen Ionenkonzentrationen einer Kochsalzlösung ist in Abb. 10 dargestellt. Die Messung zeigt die sehr gute Reproduzier-

barkeit der Messungen mit dem Hydrogel als sensitive Schicht im Drucksensor.

Abb. 10: Ausgangsspannung des Drucksensors von Abb. 9 in Abhängigkeit von der Zeit und verschiedenen Ionenkonzentrationswerten bei einer konstanten Temperatur von 32 °C. Abtastrate: 2 s⁻¹.

4 Ergebnisse

4.1 Kompensationsbetrieb

Die kontinuierliche Kompensation des Quelldrucks erfordert den Betrieb des Sensors in einer geschlossenen Regelschleife (Festwertregelung). Als Regeltyp wurde ein PI-Regler gewählt, da dieser gegenüber dem P-Regler eine stationäre Genauigkeit gewährleistet. Für die Auslegung der beiden Regelparameter, der Verstärkung K_P und der integralen Verstärkung K_I , wurde ein Arbeitspunkt $U_{AP}(\vartheta_{AP}, c_{Na+AP})$ festgelegt, der generell frei wählbar ist. Sinnvoll ist allerdings der Bereich der höchsten Sensitivität. Für die aktorische Polymerkomponente wurde deshalb der Arbeitspunkt entsprechend der LCST von N α PAAm auf $\vartheta_{AP} = 32$ °C festgelegt. Die höchste Sensitivität für die Ionenkonzentration, verbunden mit einem möglichst großen Bereich zur Volumenkompensation mittels der Temperatur, ist anhand von Abb. 5 abschätzbar. Als Konzentrationsbereich eignet sich das Intervall $[0,01 \text{ mol l}^{-1}; 0,1 \text{ mol l}^{-1}]$. Als möglicher Arbeitspunkt bietet sich bspw. $\vartheta_{AP} = 32$ °C und $c_{Na+AP} = 0,3 \text{ mol l}^{-1}$ an.

Der Sensor weist ein aperiodisches Verhalten auf. Seine Übertragungsfunktion kann daher durch PT_n -Glieder beschrieben werden. Als vereinfachtes Modell wurde dafür ein Verzögerungsglied 1. Ordnung in Kombination mit einem Totzeitglied genutzt, welches ein PT_n -Glieder hinrei-

chend gut approximiert. Zur Reglerauslegung für derartige Regelstrecken kann die Einstellregel nach Ziegler-Nichols herangezogen werden [16]. Nach der Methode des Stabilitätsrandes wurden die kritische Verstärkung $K_{R \text{ krit}}$ und die kritische Periodendauer T_{krit} des dynamischen Systems bestimmt. Aus diesen ergibt sich schließlich ein erster Ansatz für die Reglereinstellwerte K_P und K_I . Mit diesen Werten wurden erste Kompensationsversuche durchgeführt, die in Abb. 11 a dargestellt sind. Abbildung 11 b zeigt zum Vergleich den entsprechenden kompensationslosen Betrieb.

(a)

(b)

Abb. 11: Exemplarische Sprungantwort eines Sensors auf eine Änderung der Ionenkonzentration von 0,01 mol l⁻¹ auf 0,1 mol l⁻¹ ($K_P = 3,4 \text{ V mV}^{-1}$, $K_I = 1,6 \text{ V mV}^{-1} \text{ s}^{-1}$) (a) mit Kraftkompensation und (b) ohne Kompensation ($\vartheta_{AP} = 32$ °C).

4.2 Vergleich Ausschlag- und Kompensationsverfahren

Anhand der Sprungantworten des Sensors im Kompensationsmodus einerseits und im Ausschlagmodus andererseits können vergleichende Aussagen über die Ansprechzeiten getroffen werden. Als Vergleichskriterium wurde die Dauer T_r , beginnend bei Austritt aus dem 2 %-Band nach Anregung und endend bei Eintritt in das 2 %-Toleranzband um den stationären Endwert, gewählt. Für den Kompensationsbetrieb in Abb. 11 ergab sich eine Ansprechzeit von $T_{r,k} = 3,45 \pm 0,09$ min, für die Ausschlagmethode hingegen eine Ansprechzeit von $T_{r,a} = 11,30 \pm 0,12$ min. Die Ansprechzeit durch Anwendung des Kompensationsbetriebs konnte damit um ca. 70 % reduziert werden. Mit drei weiteren Sensoren wurden ähnliche Ergebnisse erreicht (61,6 %, 51 %, 55,5 %). Durch Optimierung der Regelparameter lässt sich die Ansprechzeit ggf. weiter verkürzen.

5 Zusammenfassung

In diesem Beitrag wurde ein quellfähiges Polymer auf Grundlage von interpenetrierenden Netzwerken vorgestellt, das sowohl sensorische als auch aktorische Eigenschaften besitzt und deshalb für konstruktiv einfach aufgebaute kraftkompensierte chemische Sensoren verwendet werden kann. Das Prinzip solcher Hydrogele basiert auf der intramolekularen Kraftkompensation. Anhand von aufgebauten Demonstratoren wurde die prinzipielle Funktionstüchtigkeit dieses neuartigen Messverfahrens nachgewiesen. Die Ansprechzeit solcher Sensoren verkürzte sich um mehr als 50 %. Für die Regelung der Kraftkompensation werden in dieser Arbeit heuristische Methoden angewandt (Einstellregeln nach Ziegler-Nichols), die keine Modellkenntnis des Systems erfordern.

Gegenstand zukünftiger Untersuchungen ist die Beschreibung der intramolekularen Kraftkompensation mittels geeigneter mathematischer Modelle, die ein tieferes Verständnis der Vorgänge innerhalb des Makromoleküls während der Kompensation ermöglichen. Dies soll eine Verbesserung der Systemidentifikation erlauben und damit zu einer besseren Regelung führen. Ein weiterer Schwerpunkt zukünftiger Arbeiten soll außerdem die Untersuchung der Langzeitstabilität sein.

Danksagung: Die in diesem Beitrag vorgestellten Arbeiten wurden von der Deutschen Forschungsgemeinschaft im Rahmen des Graduiertenkollegs 1865 „Hydrogel-basierte

Mikrosysteme“ gefördert. Dank gilt Andreas Krause für die Unterstützung bei den Hydrogelsynthesen.

Literatur

- [1] B. Bhushan. *Nanotribology and Nanomechanics*. Springer, Cham, 4 Auflage, 2017.
- [2] S. Binder, A. T. Krause, B. Voit und G. Gerlach. Bisensitive hydrogel with volume compensation properties for force compensation sensors. *IEEE Sensors Letters*, 1(6), 2017.
- [3] S. Binder, A. Krause und G. Gerlach. Interpenetrating polymer networks for piezoresistive hydrogel-based chemical sensors. 17th International Meeting on Chemical Sensors, Vienna, 2018.
- [4] K. Deng. *Force-compensated hydrogel-based pH sensors*. PhD thesis, Fakultät Elektrotechnik, TU Dresden, 2016.
- [5] J. Dübendorfer, R. E. Kunz, G. Jobst, I. Moser und U. G. Integrated optical pH sensor using replicated chirped grating coupler sensor chips. *Sensors and Actuators B*, 50:210–219, 1998.
- [6] P. J. Flory. *Principles of Polymer Chemistry*. Cornell University Press, New York, 1953.
- [7] M. Guenther, G. Gerlach, C. Corten, D. Kuckling, M. Mueller, Z. Shi, J. Sorber und K.-F. Arndt. Application of polyelectrolytic temperature-responsive hydrogels in chemical sensors. *Macromolecular Symposia*, 254(1):314–321, 2007.
- [8] L. Krause. Vergleich von Kompensations- und Ausschlagprinzip am Beispiel der Wägetechnik. *tm – Technisches Messen*, 71(12):643–650, 2004.
- [9] D. Kuckling, A. Richter und K.-F. Arndt. Temperature and pH-dependent swelling behavior of poly(n-isopropylacrylamide) copolymer hydrogels and their use in flow control. *Macromol. Mater. Eng.*, 288(2), 2003.
- [10] K. Reif. *OttomotorManagement – Steuerung, Regelung und Überwachung*. Springer Fachmedien, Wiesbaden, 4 Auflage, 2014.
- [11] A. Richter, A. Bund, M. Keller und K.-F. Arndt. Characterization of a microgravimetric sensor based on pH sensitive hydrogels. *Sensors and Actuators B*, 99:579–585, 2004.
- [12] V. Schulz. *Advanced Hydrogel-based Chemical Microsensors*. PhD thesis, Fakultät Elektrotechnik, TU Dresden, 2013.
- [13] V. Schulz, M. Guenther, G. Gerlach, J. Magda und F. Solzbacher. Piezoresistive pH microsensors based on stimuli-sensitive polyelectrolyte hydrogels. *tm – Technisches Messen*, 77(3):179–186, 2010.
- [14] T. Tanaka und D. Fillmore. Kinetics of swelling of gels. *The Journal of Chemical Physics*, 70(3):1214–1218, 1979.
- [15] S. Tierney, S. Volden und B. Stokke. Glucose sensors based on a responsive gel incorporated as a Fabry-Perot cavity on a fiber-optic readout platform. *Biosensors and Bioelectronics*, 24(7), 2009.
- [16] H. Unbehauen. *Regelungstechnik I*. Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 15. Auflage, 2008.