

MASTERTHESIS  
Judith Vanessa Falkhofen

# Optimierung der Nachweisempfindlichkeit eines photoakustischen Spektrometers zur nicht invasiven Glucose-Messung

---

FAKULTÄT TECHNIK UND INFORMATIK  
Department Informations- und Elektrotechnik

Faculty of Computer Science and Engineering  
Department of Information and Electrical Engineering

Judith Vanessa Falkhofen

# Optimierung der Nachweisempfindlichkeit eines photoakustischen Spektrometers zur nicht invasiven Glucose-Messung

Masterarbeit eingereicht im Rahmen der Masterprüfung  
im Studiengang *Master of Science Informations- und Kommunikationstechnik*  
am Department Informations- und Elektrotechnik  
der Fakultät Technik und Informatik  
der Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg

Betreuender Prüfer: Prof. Dr. Marcus Wolff  
Zweitgutachter: Prof. Dr. Peter Möller

Eingereicht am: 26. August 2022

**Judith Vanessa Falkhofen**

**Thema der Arbeit**

Optimierung der Nachweisempfindlichkeit eines photoakustischen Spektrometers zur nicht invasiven Glucose-Messung

**Stichworte**

Spektroskopie, Photoakustik, Glucose, Infrarot, Quantenkaskadenlaser, MEMS Mikrofone, Signal-Rausch-Abstand, Sensitivität

**Kurzzusammenfassung**

Laut der Internationalen Diabetes Federation (IDF) waren im Jahr 2021 rund 574 Millionen Menschen von Diabetes betroffen, davon 1,2 Millionen Kinder. Menschen mit Diabetes müssen regelmäßig ihren Blutzuckerspiegel messen, um rechtzeitig auf Schwankungen reagieren zu können. Um die Lebensqualität zu erhöhen, wird am Heinrich Blasius Institut ein nicht invasiver Sensor zur Glucosemessung in der oberen Hautschicht (der Epidermis) entwickelt. Dabei regt ein Laser die Glucosemoleküle so an, dass ein akustisches Signal entsteht. Dieses Verfahren wird photoakustische Spektroskopie (PAS) genannt. Aus dem Pegel des Signals kann die Glucosekonzentration abgeleitet werden. Schwerpunkt dieser Arbeit ist die Steigerung der Sensitivität des Glucose-Sensors durch Optimierung des verwendeten Quantenkaskadenlasers, der MEMS-Mikrofone und digitaler Signalverarbeitungsverfahren.

---

**Judith Vanessa Falkhofen**

**Title of Thesis**

Optimization of the detection sensitivity of a photoacoustic spectrometer for non-invasive glucose measurement

**Keywords**

Spectroscopy, photoacoustic, glucose, infrared, quantum cascade laser, MEMS microphones, signal-to-noise ratio, sensitivity

**Abstract**

According to the IDF, in 2021 there were around 574 million people affected by diabetes, including 1.2 million children. Diabetes patients have to measure their blood sugar level regularly in order to be able to react to fluctuations in time. In order to increase the quality of life, a non-invasive sensor to measure glucose in the upper layer of skin (the epidermis) is developed at the Heinrich Blasius Institute. In this process, a laser excites the glucose molecules in such a way that an acoustic signal is generated. This method is called photoacoustic spectroscopy (PAS). The glucose concentration can be derived from the level of the signal.

The focus of this work is to increase the sensitivity of the glucose sensor, by optimizing the quantum cascade laser (QCL), MEMS microphones and digital signal processing methods used.

# Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	viii
Tabellenverzeichnis	xi
Abkürzungsverzeichnis	xii
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Theoretischer Hintergrund</b>	<b>3</b>
2.1 Messverfahren zur Glucosebestimmung . . . . .	3
2.2 Lichtausbreitung und Laser . . . . .	5
2.2.1 Quantenkaskadenlaser . . . . .	5
2.2.2 Infraroter Spektralbereich . . . . .	7
2.3 Molekülspektroskopie . . . . .	8
2.3.1 Glucosemoleküle . . . . .	9
2.3.2 Photoakustische Spektroskopie . . . . .	11
2.4 MEMS-Mikrofone . . . . .	12
2.4.1 Eigenschaften verschiedener MEMS-Bauformen . . . . .	14
2.4.2 Kenngrößen der MEMS-Mikrofone . . . . .	16
2.5 Signalverarbeitung zur Rauschminderung . . . . .	21
2.5.1 Rauschquellen . . . . .	21
2.5.2 Digitale Filter . . . . .	22
2.5.3 Lock-In-Amplifier . . . . .	23
<b>3 Ausgangszustand des spektroskopischen Messaufbaus</b>	<b>27</b>
3.1 Messaufbau . . . . .	27
3.1.1 Akustischer Resonator . . . . .	29
3.1.2 MEMS-Mikrofon . . . . .	30
3.1.3 QCL Betrieb . . . . .	32

3.2	Ergebnisse . . . . .	33
3.2.1	Frequenzabhängige Amplitude des Sensors . . . . .	34
3.2.2	Photoakustische Glucose-Messung . . . . .	35
3.2.3	Sensitivität und Nachweisgrenze für konzentrationsabhängige Glucose-Messungen . . . . .	36
<b>4</b>	<b>Optimierung des QCL-Betriebs</b>	<b>40</b>
4.1	Systematische Untersuchung des Pulsbetriebs . . . . .	40
4.1.1	Variation der Pulsweite und -amplitude . . . . .	41
4.1.2	Parameterabhängige Untersuchung der Gesamtleistung . . . . .	42
4.2	Untersuchung der Temperaturentwicklung . . . . .	44
4.3	Konstruktion eines aktiven Kühlsystems . . . . .	46
4.4	Statistische Untersuchung des gekühlten Laserbetriebs . . . . .	46
<b>5</b>	<b>MEMS-Mikrofon-Vergleich</b>	<b>51</b>
5.1	Hardware . . . . .	51
5.1.1	Breakout-Boards . . . . .	51
5.1.2	Single-Ended und differentieller Betrieb . . . . .	51
5.1.3	Schaltungsentwurf des Differenzverstärkers . . . . .	53
5.1.4	Vergleich der Kenngrößen . . . . .	54
5.2	Messaufbau . . . . .	55
5.3	Messmethoden . . . . .	59
5.3.1	Übertragungsfunktionsmessung mit Sweeps . . . . .	59
5.3.2	Signal-Rausch-Verhältnis (SNR) . . . . .	63
5.4	Ergebnisse . . . . .	64
5.4.1	Übertragungsfunktionen . . . . .	65
5.4.2	Signal-Rausch-Verhältnis (SNR) . . . . .	70
<b>6</b>	<b>Optimierte spektroskopische Glucosemessungen</b>	<b>73</b>
6.1	Eigenschaften des optimierten Sensors . . . . .	73
6.2	Ergebnisse . . . . .	74
6.2.1	Sensitivität . . . . .	74
6.2.2	Nachweisgrenze . . . . .	77
<b>7</b>	<b>Diskussion</b>	<b>78</b>
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>80</b>

<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>82</b>
<b>A Anhang</b>	<b>87</b>
A.1 Hardware . . . . .	87
A.2 Software . . . . .	91
<b>Selbstständigkeitserklärung</b>	<b>94</b>

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Übersicht verschiedener Messmethoden für die nicht invasive Bestimmung von Glucose angelehnt an [28]. . . . .	4
2.2	Schematische Darstellung der Funktionsweise eines QCL [44]. . . . .	6
2.3	Schematische Darstellung eines DFB-Lasers [46]. . . . .	7
2.4	Formen der Glukose in Ringdarstellung [27] (bearbeitet). . . . .	10
2.5	(a): Absorptionsspektrum von wässriger Glucoselösung für 10 mg/dL gemessen mit einem FT-IR (Daten aus [25]). (b): Absorptionsspektrum von wässriger Glucoselösung verschiedener Konzentrationen gemessen mit einem FT-IR (Daten aus [48]). . . . .	11
2.6	Gepulste photoakustische Messung (Teile entnommen aus [35],[13]). . . . .	13
2.7	(a): Aufbau einer MEMS-Kondensatormikrofonkapsel [6]. (b): Package mit ASIC und Mikroelektromechanische Systeme (MEMS) [48]. . . . .	15
2.8	Datensignale beim Single-Ended und differentiellen Betrieb. . . . .	15
2.9	Aufbau eines Dual-Backplate-MEMS [34]. . . . .	16
2.10	Veranschaulichung der Parameter SNR und Dynamikbereich sowie Sensitivität [1]. . . . .	19
2.11	Übertragungsfunktion eines MEMS-Mikrofons mit Gehäuse (Daten aus [53]).	20
2.12	Funktionsweise eines Lock-In-Amplifiers im Frequenzbereich [17]. . . . .	23
2.13	Blockschaltbild eines Lock-In-Amplifiers. . . . .	25
3.1	Messaufbau für die photoakustische Spektroskopie. . . . .	28
3.2	Messtechnischer Aufbau der Ausgangssituation. . . . .	28
3.3	Mikroresonator mit Einsetzen des Probenrohrs und Anschrauben des MEMS-Mikrofons an der Mikrofonöffnung. . . . .	29
3.4	Schnitt durch den Mikroresonator mit Bemaßung in mm. . . . .	30
3.5	Amplitudengang des analogen Tiefpass-Filters. . . . .	31
3.6	Parameter des gepulsten Laserbetriebs [40] (angepasst). . . . .	33



3.7	Photoakustische Amplitude einer Graphit-Probe von 10 bis 51 kHz, gemittelt über fünf Messwiederholungen pro Frequenz mit 250 Hz Auflösung. . . . .	34
3.8	Photoakustische Amplitude einer wässrigen Glucose-Lösung von 10- 51 kHz, gemittelt über fünf Messwiederholungen pro Frequenz mit 250 Hz Auflösung. . . . .	35
3.9	Photoakustische Amplitude von Graphit von 45- 50 kHz, gemittelt über drei Messwiederholungen pro Frequenz mit 10 Hz Auflösung. . . . .	36
3.10	Photoakustische Amplitude als Ausgang des Ametek-Lock-In-Amplifier (LIA) verschieden konzentrierter, wässriger Glucose-Lösungen gemittelt über zehn Messwiederholungen pro Konzentration. . . . .	37
4.1	Ein Puls im Zeitbereich mit verschiedenen Pulsweiten. . . . .	41
4.2	Optische Gesamtleistung abhängig von der Pulsbreite und -anzahl. . . . .	44
4.3	Optische Leistung und TEC-Strom des Kühlelements über sieben minütige Messung mit maximaler Spezifikation. . . . .	45
4.4	Lasergehäuse mit Aluminium-Kühlrippe und Ventilator. . . . .	46
4.5	Leistung des gekühlten Lasers von vier und fünf Pulsen pro QCL-Block mit je 100 ns Pulsweite und 2 $\mu$ s Pulsintervall sowie 47,5 kHz Zykluszeit über 10 min Messung im Vergleich. . . . .	47
4.6	(a) Histogramm und geschätzter Dichtefunktion von vier Pulsen. (b) Histogramm und geschätzter Dichtefunktion von fünf Pulsen. . . . .	49
4.7	TEC Strom der zu Abbildung 4.5 zugehörigen Messungen. . . . .	50
5.1	Breakout-Board für das Lazarus Mikrofon. . . . .	52
5.2	Pin-Belegung des Differenzverstärkers INA105 [8]. . . . .	53
5.3	(a) Blockschaltbild und (b) Boardentwurf aus Eagle. . . . .	54
5.4	SNR (S–EIN) und Dynamikbereich (AOP–EIN) für digitale Mikrofone im Vergleich. . . . .	55
5.5	(a) SNR (S–EIN) der analogen MEMS-Mikrofone bei 1 kHz single-ended (s.e.) und differentiell (d.) im Vergleich. (b) Dynamikbereiche (AOP–EIN) der betriebenen MEMS-Mikrofone im Vergleich. . . . .	56
5.6	Mechanischer Messaufbau mit MEMS-Mikrofon-Board und Ultraschall-Lautsprecher. . . . .	57
5.7	Blockschaltbild der Mikrofon-Messungen (vgl. für Hardware-Komponenten mit A.1). . . . .	57
5.8	Impulse dargestellt im Zeitbereich nach der Entfaltung des Signals (entnommen aus [2]). . . . .	60

5.9	Spektrum einer beispielhaften SNR-Messung (Ellen Single-Ended). . . . .	63
5.10	Übertragungsfunktion des Bandpasses. . . . .	65
5.11	Übertragungsfunktion des IM73A135V01 MEMS Mikrofons. . . . .	66
5.12	Übertragungsfunktionen des Lazarus MEMS-Mikrofons. . . . .	67
5.13	Übertragungsfunktionen des Ellen MEMS-Mikrofons. . . . .	67
5.14	(a) ICS40740 differentielle Übertragungsfunktion. (b) Bisheriges Mikrofon- Setup SPH06 differentielle Übertragungsfunktion. . . . .	68
5.15	SNR der MEMS Mikrofone im Vergleich von 40 bis 60 kHz. . . . .	70
5.16	SNR der analogen Mikrofone im Vergleich von 46,25 bis 48,25 kHz. . . . .	71
6.1	(a) Konzentrationsabhängiges photoakustisches Signal des Sensors mit Lock-In-Verstärker von Ametek (Mittel aus 12 Messungen, je 5 Sekunden, 1 s Mittelungszeit). (b) Messergebnisse mit denselben Proben zu einem anderen Zeitpunkt, ausgewertet mit dem digitalen Lock-In-Algorithmus (Mittel aus fünf Messungen, je 15 s Dauer). . . . .	75
7.1	Photoakustische Amplitude von Graphit und destilliertem Wasser von 10- 50 kHz in mV, gemittelt über fünf Messwiederholungen pro Frequenz mit 20 Hz Auflösung. . . . .	78
A.1	Schaltung des Differenzverstärkers von oben und unten. . . . .	89
A.2	Breakout-Board Entwurf für das Mikrofon Knowles: Ellen SPW0878LR5H- 1. . . . .	89
A.3	Breakout-Board Entwurf für die Mikrofone Infineon: IM73A135V1 und IM68D120. . . . .	90
A.4	Eigenschaften digitaler MEMS Mikrofone. . . . .	90

# Tabellenverzeichnis

2.1	Eigenschaften des infraroten (IR) [11] und Einordnung in weitere Spektralbereiche [30]. . . . .	8
3.1	Parameter des MEMS-Mikrofons SPH0641LU4H-1 im Ultraschall-Betrieb.	30
3.2	Betriebskonditionen des verwendeten QCL. . . . .	32
4.1	Mittelwerte, Standardabweichungen, SNR bei verschiedener Pulsanzahl pro QCL-Block. . . . .	49
5.1	Eigenschaften des verwendeten Bandpass-Filters. . . . .	65
5.2	Betrag der differentiellen Übertragungsfunktionen bei 10 kHz & 47,5 kHz. .	69
5.3	Differenz der Grundübertragungsfunktionen zur ersten Harmonischen bei 10 kHz & 47,5 kHz. . . . .	69
A.1	Leistungsgrößen nach Datenblatt (SE=Single Ended, D=Differential). Die digitalen Mikrofone sind abgetrennt. Die besten Spezifikationen sind fett markiert. . . . .	93

# Abkürzungsverzeichnis

**ADC** Analog-Digital-Converter

**AOP** Acoustic Overload Point

**ASIC** Anwendungsspezifische integrierte Schaltung

**CGM** Continuous Glucose Monitoring

**CW** Continuous wave

**DFB** Distributed Feedback

**DSP** Digital Signal Processing

**EIN** Equivalent input noise

**FIR** Finite Impulse Response

**FPGA** Field-programmable Gate Array

**FT-IR** Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer

**FWHM** Full Width at Half Maximum

**IDF** Internationalen Diabetes Federation

**IIR** Infinite Impulse Response

**LIA** Lock-In-Amplifier

**LTI** Linear Time-Invariant

**MEMS** Mikroelektromechanische Systeme

**NTC** Negative Temperature Coefficient Thermistor

**PAS** Photoakustische Spektroskopie

**PDM** Pulse Density Modulation

**QCL** Quantum Cascade Laser

**RMS** Root Mean Square

**SCPI** Standard Commands for Programmable Instruments

**SNR** Signal-to-Noise-Ratio

**SPL** Sound Pressure Level

**TEC** Thermoelectric cooling

**THD** Total Harmonic Distortion

# 1 Einleitung

Laut der Internationalen Diabetes Federation (IDF) waren im vergangenen Jahr 573 Millionen Erwachsene im Alter von 20 bis 79 Jahren und 1,2 Millionen Kinder im Alter von 0 bis 19 Jahren von Diabetes betroffen. Zudem wurden 966 Billionen US-Dollar im Zusammenhang mit der Erkrankung für Gesundheitsausgaben von Personen zwischen 20 und 79 Jahren investiert - das sind 9% der gesamten gesundheitsbezogenen Ausgaben bei Erwachsenen [41]. Allein im Jahr 2021 starben 6,7 Millionen Menschen an Diabetes und es wird erwartet, dass diese Zahl bis 2045 auf 783 Millionen ansteigt.

Die Zahlen verdeutlichen, dass Diabetes eine der häufigsten chronischen Erkrankungen weltweit ist. Bei Diabetes ist der Kohlenhydratstoffwechsel gestört, dazu gehört auch der Blutzuckerspiegel. Dies ist auf einen Mangel des Hormons Insulin oder eine verringerte Insulinwirkung an den Zellen zurückzuführen.

Für Betroffene geht die Erkrankung mit reduzierter Lebensqualität und Lebenszeit einher. Die moderne Diabetestherapie versucht lediglich die negativen Effekte zu minimieren, da bisher keine bekannte Therapie eine Heilung verspricht. Seit einigen Jahren sind neue Technologien, wie Continuous Glucose Monitoring (CGM) und Hybrid-Closed-Loop-Insulinpumpen auf dem Markt. Akute Stoffwechsellentgleisungen und mikro- und makrovaskuläre Komplikationen könnten dadurch vermindert werden [23]. Jedoch wird die Messung invasiv unter der Haut mit einer Nadel im Unterhautfettgewebe durchgeführt. Eine invasive Messung ist nicht nur unangenehm und aufwendig, da die Sensoren regelmäßig gewechselt werden müssen, sondern beinhaltet auch das Risiko von Infektionen. Oft sind zudem täglich zusätzlich herkömmliche Blutzuckermessungen an der Fingerspitze nötig, um die Systeme zu kalibrieren oder die Differenz zwischen Gewebe und Blutzuckerkonzentrationen zu bestimmen.

Der Bedarf nach einer nicht invasiven, kontinuierlichen Glucosemessung ist demnach groß und besonders optische und photoakustische Techniken gewannen dabei zuletzt an Interesse [4, 26, 28, 29, 38, 42, 48, 55].

Ziel dieser Arbeit ist die Optimierung der Sensitivität eines spektroskopischen Messaufbaus. Die Sensitivität wird in dieser Arbeit als Steigung der Zielgröße des Sensors definiert. Sie stellt ein Maß für die Skala des Messbereichs und die Empfindlichkeit des Sensors für konzentrationsabhängige Glucosemessungen dar.

Um die Sensitivität zu bestimmen und anschließend zu optimieren, werden unterschiedliche Aspekte betrachtet:

1. Aufbau eines Systems zur Messung von wässriger Glucoselösung,
2. Vergrößerung der Laserleistung durch optimierte Treiber-Parameter,
3. Auswahl eines optimalen kapazitiven Mikroelektromechanische Systeme (MEMS)-Mikrofons,
4. Signalverarbeitung zur Rauschunterdrückung.

Die Zielsetzung ist demnach durch verschiedene Methoden, sowohl mechanisch als auch elektrisch und optisch, eine optimierte Sensitivität zu erreichen. Der Messaufbau kann durch optimales Ausrichten und Fokussieren des Laserstrahls optimiert werden. Der Lasertreiber bietet Möglichkeiten den gepulsten Laser-Betrieb so zu konfigurieren, dass mehr optische Leistung abgegeben wird. Weiterhin kann durch die Wahl eines, auf die Anforderungen der Spektroskopie angepassten, Mikrofons ein verbesserte Übertragung der akustischen Schwingungen in ein störungsärmeres elektrisches Signal erreicht werden. Eine darauf angepasste Signalverarbeitung der Messdaten im Anschluss erlaubt eine Verringerung des Rauschens.

## 2 Theoretischer Hintergrund

In diesem Kapitel werden zunächst verschiedene Messverfahren zur Glucose-Bestimmung betrachtet. Die Photoakustische Spektroskopie (PAS) wird mit ihren grundlegenden physikalischen Effekten eingeordnet. Zudem werden Lichtausbreitung und Lasertechnologien, wie der Quantum Cascade Laser (QCL) beschrieben. Weiterhin wird die, für die Glucosemessung notwendige, Molekülspektroskopie in Bezug auf Glucosemoleküle erläutert.

Darüber hinaus werden Bauformen und Eigenschaften von MEMS-Mikrofonen beschrieben. Außerdem werden Signalverarbeitungs-Algorithmen zur Rauschminderung vorgestellt.

### 2.1 Messverfahren zur Glucosebestimmung

Die in der Einleitung beschriebene Notwendigkeit der Glucosebestimmung hat in den letzten Jahren verschiedene Messmethoden hervorgebracht. Diese unterscheiden sich in der Anwendung und möglichen Fehlerquellen stark. Abbildung 2.1 zeigt eine Übersicht der möglichen nicht-invasiven Verfahren zur Glucosemessung. Darunter fallen optische sowie nicht-optische Methoden.

In der letzten Kategorie befinden sich beispielsweise Urintests. Aber auch die Umkehriontophorese und Ultraschall-Methode, bei welchen die Glucosemoleküle angeregt werden zur Hautoberfläche zu diffundieren, wo sie mit chemischen Nachweismethoden bestimmt werden. Bei der Iontophorese wird mithilfe eines elektrischen Stroms und beim Ultraschall mithilfe von tieffrequenten Schallwellen die Durchlässigkeit der Haut für interstitielle Flüssigkeit erhöht. Dieser Vorgang ist jedoch langsam und die Messung durch Schweiß fehlerbehaftet. Eine derartige Messung der Glucosekonzentration liegt bspw. 18 min hinter dem Glucosespiegel im Blut [43]. Außerdem kann der elektrische Strom zu Hautirritationen führen [13]. Auch bei der Bioimpedanz-Spektroskopie wird mit elektrischem Strom gearbeitet. Ziel ist, die Impedanz des zwischen den Elektroden liegenden



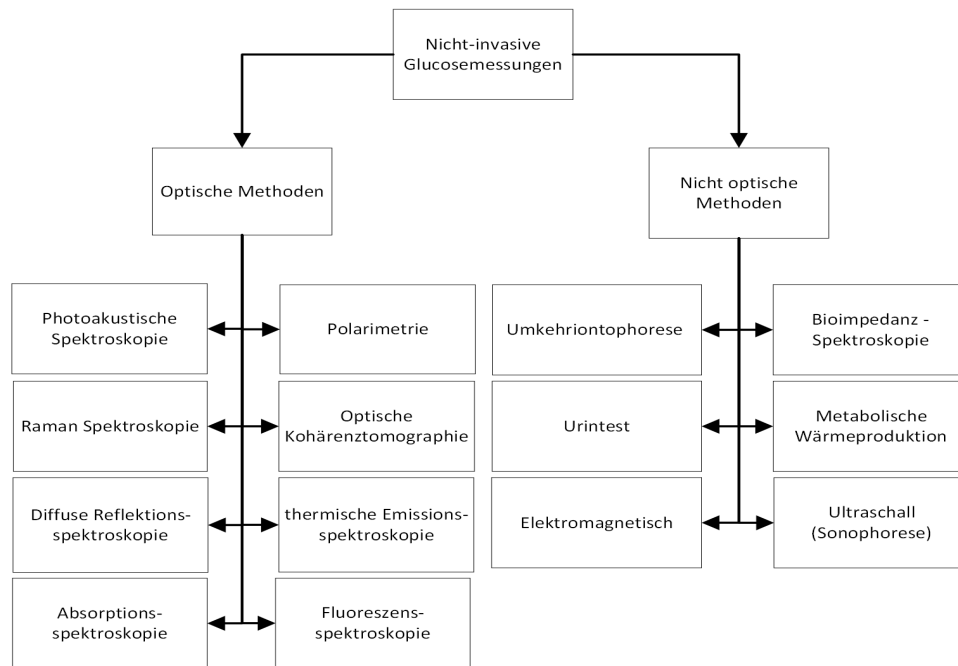


Abbildung 2.1: Übersicht verschiedener Messmethoden für die nicht invasive Bestimmung von Glucose angelehnt an [28].

Gewebes zu bestimmen. Nachteilig ist hier, dass es zwischen verschiedenen Probanden größere individuelle Impedanzschwankungen gibt, die eine Eigenschaft des Gewebes und nicht der Glucosekonzentration sind [13]. Darüber hinaus können zusätzlich die Körpertemperatur, Schwitzen sowie Muskelkontraktionen die Messung stören [13]. Bei der metabolischen Wärmeproduktion wird v.a. die von der Glucoseoxidation erzeugte Wärme gemessen. Diese ist jedoch abhängig von der Umgebungstemperatur. Aus der Menge der Wärmeabgabe, der Durchblutung des lokalen Gewebes und dem Grad der Blutsauerstoffsättigung kann auf den Glucosespiegel geschlossen werden [49].

Es gibt allerdings auch optische Messmethoden, welche auf der Wechselwirkung von Licht (elektromagnetischen Schwingungen) und Materie beruhen. Wozu neben der photoakustischen Spektroskopie auch die Raman-, Absorptions-, Fluoreszenzspektroskopie sowie die thermische Emissionsspektroskopie und diffuse Reflektionsspektroskopie gehören. Meist sind dies Messverfahren, bei denen elektromagnetische Wellen bis zu den Arterien und Venen übertragen werden und abhängig von der Glucosekonzentration in unterschiedlicher Intensität reflektiert werden.

## 2.2 Lichtausbreitung und Laser

Die Ausbreitung von Licht wird in der Wellentheorie als elektromagnetische Welle beschrieben. Diese besteht aus orthogonal zueinander ausgerichteten elektrischen und magnetischen Feldstärkevektoren, welche mit gleicher Frequenz schwingen.

Als beschreibende Einheit der enthaltenen Energie wird in der Praxis meist die Intensität oder Leistungsdichte  $I$  bestimmt, welche sich aus dem zeitlichen Mittelwert der quadrierten elektrischen Feldstärkeamplitude  $E$ , der Dielektrizitätszahl  $\epsilon$  und der magnetischen Permeabilität  $\mu$  ergibt [12]

$$I = \sqrt{(\epsilon \epsilon_0)/(\mu \mu_0)} \overline{E^2} \text{ in W/m}^2. \quad (2.1)$$

Laser emittieren, anders als herkömmliche Lichtquellen, stark gebündelte elektromagnetische Wellen mit einer hohen Intensität und geringer spektraler Bandbreite. Die Lichtenergie in Lasern entsteht durch einen Übergang von Elektronen von einem hohen auf ein niedrigeres Energieniveau. Die daraufhin auftretenden Spektralanteile sind spezifisch für das verwendete Material [22].

### 2.2.1 Quantenkaskadenlaser

Der erste QCL wurde 1994 vorgestellt [14]. Diese Laser werden für den mittleren- und ferninfraroten Bereich verwendet. Zuvor wurden hauptsächlich Bleisalz-Laser für den Spektralbereich von 3 bis 16  $\mu\text{m}$  genutzt, welche jedoch mit Flüssigstickstoff gekühlt werden mussten [56] und eine niedrige optische Leistungsdichte erzeugen konnten.

Im Gegensatz zu herkömmlichen Halbleiter-Lasern, wie den p-n-Diodenlasern, basieren QCLs nicht auf Rekombinationen von Elektronen und Löchern zwischen Leitungs- und Valenzband. Stattdessen vollziehen Elektronen sogenannte Intersubband-Übergänge innerhalb verschiedener Quantenschichten des Leitungsbandes einer Halbleiter-Heterostruktur.

Die dafür verwendeten Übergitter werden aus abwechselnden Nanometer-dicken Schichten zweier Materialien hergestellt. Beispielsweise wechselnden Schichten aus  $\text{Al}_{0,48}\text{In}_{0,52}\text{As}$  (Barrieren mit großer Bandlücke) und  $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$  (Potentialtöpfe mit geringer Bandlücke) [46]. Das periodische Potenzial führt zu Minibändern, welche durch Minigaps getrennt werden [24].

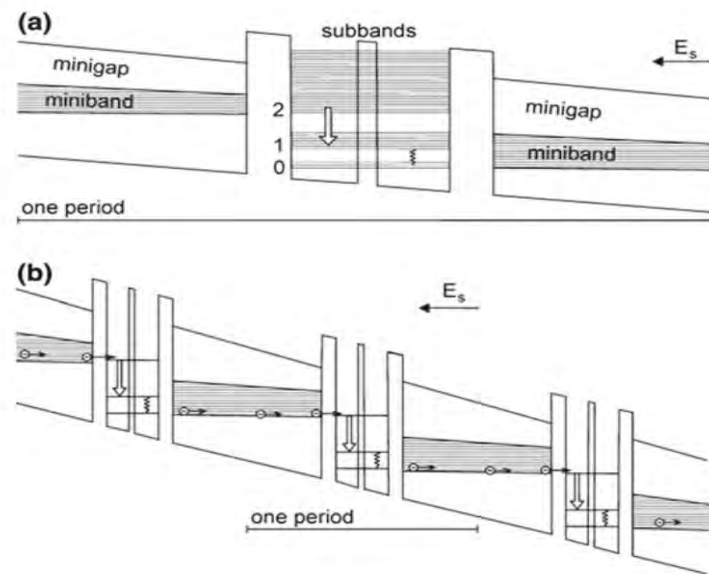


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Funktionsweise eines QCL [44].

Abbildung 2.2 zeigt eine schematische Darstellung eines QCL mit aktiven Zonen (Subbändern) und Injektionszonen (Minigaps und -bands). Die Elektronen halten sich in den Minibands auf, während die Minigaps eine Barriere darstellen.

Wird eine Spannung angelegt, werden Elektronen von dem Miniband, auf Subband 2 übertragen. Daraufhin werden sie angeregt, auf ein Subband 1 bzw. die Quantenschicht eines anderen Materials überzugehen. Während der Relaxation des Subbands 1 werden Photonen emittiert. Möglich ist dies durch einen schmalen Tunnel zwischen zwei Quantenschichten [24].

Dieser Vorgang wiederholt sich periodisch in sogenannten Kaskaden. Theoretisch kann ein Elektron pro Kaskade ein Photon aussenden. Jedoch gibt es konkurrierende Prozesse zur Photonenemission, weshalb der Quantenwirkungsgrad für eine Periode (passierende Elektronen/emittierte Photonen) nur im Promille-Bereich liegt [24].

Die Energie der emittierten Photonen ist durch die Schichtdicke eines Minibandes einstellbar. Die maximale energetische Amplitude ist von der Miniband-Breite abhängig. Die periodische Wiederholung des Übergitters sowie die Breite der AlAs Schichten sind einstellbare Parameter, welche die Wellenlänge beeinflussen [24]. Der in dieser Arbeit verwendete Laser hat eine Wellenlänge von 9230 nm.

## Distributed Feedback Laser

In dieser Arbeit stellt ein Distributed Feedback (DFB)-Laser die Anregungsquelle dar. Abbildung 2.3 zeigt den Aufbau eines solchen DFB-Lasers. Dieser wird verwendet, um einen Mono-mode-Betrieb zu ermöglichen. Also eine sehr schmale spektrale Linienbreite des Lasers.

Zuvor wurden QCL vor allem in Fabry-Perot-Konfiguration hergestellt. Diese Konfiguration enthält einen optischen Resonator aus zwei Spiegeln. Diese Spiegel sind für bestimmte Moden durchlässig und filtern so das elektromagnetische Spektrum optisch. Sie emittierten jedoch in typischer breitbandiger Multimode-Strahlung Linienbreiten von 10 bis  $20 \text{ cm}^{-1}$  bei gepulstem Betrieb [46]. Bei der DFB-Struktur werden die nicht be-

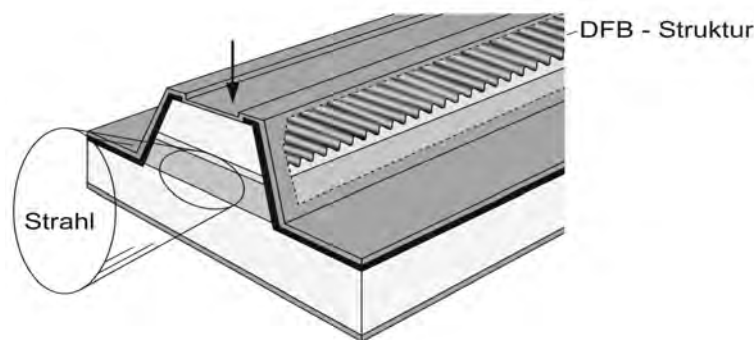


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung eines DFB-Lasers [46].

nötigten Frequenzen mithilfe destruktiver Interferenz gefiltert und die benötigten mit konstruktiver Interferenz verstärkt. Dies wird durch eine Gitterstruktur in der aktiven Zone aus Schichten mit unterschiedlichem Brechungsindex ermöglicht. Damit konnte die Linienbreite der gepulsten DFB-Laser insgesamt deutlich reduziert werden.

Die Linienbreite von gepulsten Lasern wird durch einen sogenannten „frequency chirp“ erzeugt, der durch Aufheizen und damit Brechungsindexänderung während der Pulserzeugung entsteht [46].

### 2.2.2 Infraroter Spektralbereich

Da der in dieser Arbeit verwendete QCL im infraroten Spektralbereich strahlt, wird dieser hier näher betrachtet. Der infrarote Spektralbereich kann für spektroskopische Zwecke in

den fernen, mittleren und nahen Infrarotbereich eingeteilt werden. Tabelle 2.1 zeigt eine entsprechende Unterteilung anhand der Wellenlänge des Lichts.

Tabelle 2.1: Eigenschaften des infraroten (IR) [11] und Einordnung in weitere Spektralbereiche [30].

Spektralbereich	Wellenlänge in $\mu\text{m}$	Frequenz in THz	Wellenzahl in $\text{cm}^{-1}$	Molekülenergie
Fernes IR	50 – 10000	0,3 – 6	10 – 200	Rotationen
Mittleres IR	3 – 50	6 – 100	200 – 3300	Vibrationen
Nahes IR	0,78 – 3	100 – 385	3300 – 13000	Oberschwingungen
UV-VIS	0,1 – 0,78	385 – 3000	13000 – 100000	Elektronenübergänge

Eine der wichtigsten Anwendungen der mittleren Infrarot-Spektroskopie ist die molekulare Spektroskopie. Daher wird in der letzten Spalte zudem bereits aufgezeigt, zu welchen Veränderungen die absorbierte Energie in Molekülen grundsätzlich führen kann.

## 2.3 Molekülspektroskopie

Die Spektroskopie befasst sich mit der Wechselwirkung zwischen elektromagnetischer Strahlung und Materie. Meist wird die Absorption, Emission oder Streuung als Funktion der Strahlungsfrequenz dargestellt [30].

Anwendung findet sie in zahlreichen Gebieten. Dazu zählen die Umwelttechnik ( $\text{CO}_2$  oder Methan Konzentrationen), industrielle Materialanalyse, Lebensmittelindustrie und die Medizintechnik [13]. Häufig untersucht werden Gase oder Flüssigkeiten. Dabei besitzen die meisten Moleküle eine oder mehrere charakteristische Frequenzen, bei denen starke Absorption stattfindet.

Im ferninfraroten Spektralbereich werden meist Rotationsspektren gemessen, im mittleren IR-Bereich charakteristische Schwingungsspektren von Molekülen (Rotations-Schwingungsspektren). Bandenspektren, wie die des Glucose-Moleküls, ergeben sich vor allem aus überlagerten Änderungen von Rotations- und Schwingungsniveaus sowie bereits wenigen Elektronenübergängen [16] (vgl. Tabelle 2.1).

Gleichung 2.2 zeigt einen näherungsweise geltenden Zusammenhang der Gesamtenergie eines Moleküls:

$$E_{\text{ges}} = E_{\text{el}} + E_{\text{vib}} + E_{\text{rot}}. \quad (2.2)$$

Es gilt  $E_{\text{el}} \gg E_{\text{vib}} \gg E_{\text{rot}}$  [16], wobei diese im Einzelnen die elektronische, die Schwingungs- und die Rotationsenergie darstellen. In der Praxis sind diese jedoch nicht exakt unterscheidbar, da beispielsweise schnell rotierende Moleküle durch Zentrifugalkräfte auseinander getrieben werden [30].

Molekülspektren bestehen aus breitbandigen Strukturen, die sich aus der Überlagerung einzelner Absorptionslinien zusammensetzen. Im Gegensatz dazu weisen Atomspektren sehr schmalbandige Linienspektren auf. Einzelne Linien in den Bändern lassen sich auf die Energieniveaus der Elektronen und auf Änderungen im Schwingungs- und Rotationszustand zurückführen [30]. Die Bandenspektren von Rotations-Schwingungs-Spektren entstehen zudem bei höherer Energie als reine Rotationsspektren.

Zu  $E_{\text{vib}}$  tragen vor allem Streck- und Deformationsschwingungen bei. Streckschwingungen sind Schwingungen des Abstands von Atomen innerhalb eines Moleküls ohne Änderung des Bindungswinkels. Bei Deformationsschwingungen hingegen wird der Bindungswinkel deformiert.

### 2.3.1 Glucosemoleküle

Die Glucose ist das wichtigste Biomolekül in der Gruppe der Kohlenhydrate, welche essentiell für den menschlichen Stoffwechsel sind. Sie bestehen aus Aldehyden ( $\text{R-CHO}$ ) oder Ketonen ( $\text{R-CO-R}$ ), die mehrere Hydroxy-Gruppen ( $\text{OH}$ ) tragen [27]. Hierbei steht  $\text{R}$  für einen organischen Rest. Auch der einfache Zucker (Monosaccharide), wie die D-Glucose, gehören zu den Kohlenhydraten. Die Summenformel der Glucose ist:



Die D-Glucose unterscheidet sich von der L-Glucose nicht in der Summenformel, sondern durch Drehung einzelner Atombindungen in eine andere Ausrichtung. Die D-Glucose ist dabei die natürlich vorkommende Form, zum Beispiel in Fruchtsäften (Traubenzucker) [27], während L-Glucose nur sehr selten vorkommt [18]. Die D-Glucose ist es auch, die im Blutzucker von Lebewesen vorkommt. Der Blutzuckerspiegel liegt im nüchternen Zustand bei ca. 90 mg/dL und kann direkt nach einer Mahlzeit auf 144 mg/dL ansteigen [27].



liegt, wie zu erwarten, bei der geringsten Absorption. Zudem ist erneut die Fingerprint-Region der Glucose zu sehen, jedoch mit geringerer Auflösung. Die Banden bei 1080, 1050 und 1109  $\text{cm}^{-1}$  konnten bestätigt werden. Die Wellenlänge des in dieser Arbeit verwendeten QCL von 1083,42  $\text{cm}^{-1}$  ist in den Abbildungen schwarz gestrichelt markiert.

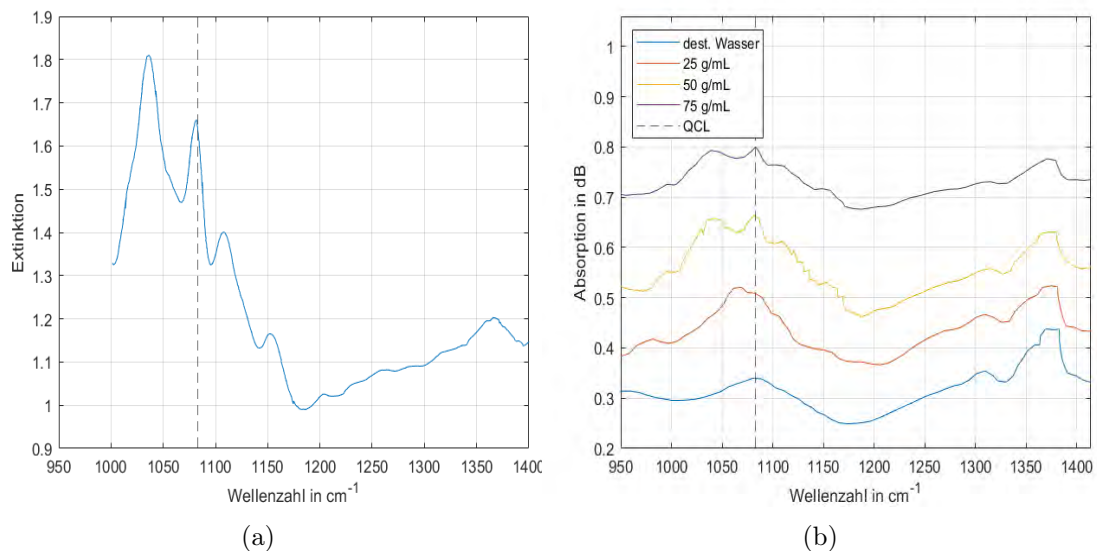


Abbildung 2.5: (a): Absorptionsspektrum von wässriger Glucoselösung für 10 mg/dL gemessen mit einem FT-IR (Daten aus [25]).  
(b): Absorptionsspektrum von wässriger Glucoselösung verschiedener Konzentrationen gemessen mit einem FT-IR (Daten aus [48]).

Die folgenden Banden wurden konkreten Schwingungen zugeordnet [48]:

- 978  $\text{cm}^{-1}$  CH<sub>2</sub>OH-Deformationsschwingungen,
- 1080  $\text{cm}^{-1}$  Kohlenstoffring-Deformationsschwingungen,
- 1150  $\text{cm}^{-1}$  Streckschwingung der C-H Bindung.

### 2.3.2 Photoakustische Spektroskopie

Für die in dieser Arbeit verwendete photoakustische Spektroskopie werden zunächst die Entdeckung und die physikalischen Hintergründe betrachtet.



Der photoakustische Effekt wurde von Alexander Graham Bell im Jahre 1880 untersucht und dokumentiert. Er suchte nach einer Möglichkeit, Sprache mit Hilfe von Licht zu übertragen. Das Ergebnis war ein Versuchsaufbau, in dem mit einem Spiegel Sonnenlicht fokussiert und so platziert wurde, dass es vom gegenüberliegenden Empfänger-Spiegel eingefangen werden konnte. Dieser enthielt im Fokus eine lichtempfindliche Selen-Zelle, die in einen Telefon-Schaltkreis integriert war. Ein Mundstück auf dem Sende-Spiegel versetzte den Spiegel in Vibrationen, welche sich auf die Intensität des Lichts am Empfänger auswirkte. Zudem fand er heraus, dass die Beleuchtung von fester Materie mit einem intensitäts-moduliertem Lichtstrahl zu einer Schallemission mit der Modulationsfrequenz führte [35].

Abbildung 2.6 zeigt den grundlegenden physikalischen Ablauf der gepulsten, photoakustischen Spektroskopie. Zunächst wird einer Probe durch modulierte Laserstrahlung Energie zugeführt. Diese regt Teile des Glucose-Moleküls zu Vibrations-Rotations-Schwingungen an. Beim Stoß an ein anderes Molekül findet eine Relaxation zurück in den Gleichgewichtszustand statt, es entsteht Wärme und die absorbierte Energie wird in kinetische Energie zur Expansion und Kompression der Glucosemoleküle umgewandelt.

Vorteile der photoakustischen Spektroskopie gegenüber anderen optischen Spektroskopie-Methoden sind [54]:

- Die Nachweisempfindlichkeit lässt sich durch einen akustischen Resonator erhöhen.
- Durch Nutzen der Resonanz sind auch kleinere Absorptionswege möglich.
- Ein photoakustisches Signal ist über viele Größenordnungen linear.
- Kostengünstiges Verfahren, da Mikrofone und insbesondere MEMS-Mikrofone preiswerter sind, als Detektoren für infrarote Strahlung.
- Ultraschall wird in den Proben weniger gestreut und gedämpft als elektromagnetische Wellen [35].

### 2.4 MEMS-Mikrofone

Kapazitive MEMS-Mikrofone sind elektrostatische Wandler, die den Schalldruck messen. In den Mikrofonen wird meist eine konstante Vorspannung und damit Ladung am Kondensator angelegt und die Gegenelektrode mit einem hochohmigen Widerstand isoliert.

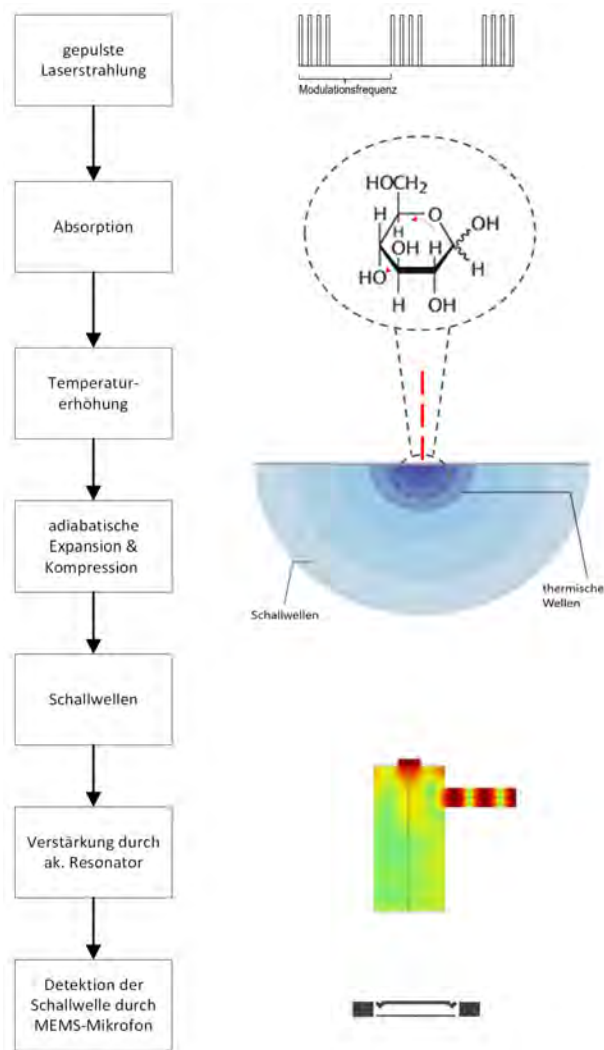


Abbildung 2.6: Gepulste photoakustische Messung (Teile entnommen aus [35],[13]).

Wird durch auftreffenden Schalldruck  $p_S$  eine Schwingung an der Membran erzeugt, so ergibt sich eine Abstandsänderung zwischen der Membran und der Gegenelektrode. Es wird eine Kapazitätsänderung bei gleichbleibender Ladung erzeugt [34]:

$$C(p_S) = \frac{\epsilon_0 \cdot S}{x(p_S)} = \frac{\epsilon_0 \cdot S}{x_0 + \Delta x(p_S)}. \quad (2.4)$$

Dadurch wird eine Änderung der Spannung  $U$ , genauer eine Wechselspannung, die auf die Vorspannung addiert wird, induziert. Diese ist in großen Pegelbereichen linear zum auftreffenden Schalldruck.

In Abbildung 2.7a wird der grundsätzliche Aufbau eines Kondensator-MEMS-Mikrofons gezeigt. MEMS-Mikrofone-Gehäuse haben typischerweise Abmessungen in der Größenordnung von [6]:

$$4 \text{ mm} \cdot 3 \text{ mm} \cdot 1 \text{ mm}.$$

Sie enthalten die sogenannte Anwendungsspezifische integrierte Schaltung (ASIC) (vgl. 2.7b), welcher meist aus einer Ladepumpe, einem Verstärker, Detektoren für Low- oder High-Power Betrieb oder Analog-Digital-Converter (ADC) bei digitalen Mikrofonen aufgebaut ist.

MEMS-Mikrofone können mithilfe der kostengünstigen Planartechnik aus SOI-Wafern hergestellt werden. Es wird mit einer Opferschicht der Abstand zwischen Substrat und Funktionsschicht vorgegeben. Daraufhin wird die Opferschicht selektiv durch Ätzen entfernt. Häufig besteht das Substrat aus Silizium, die Opferschicht aus Siliziumdioxid und das Funktionsmaterial aus polykristallinem Silizium (vgl. Abbildung 2.7a) [6].

### 2.4.1 Eigenschaften verschiedener MEMS-Bauformen

Die MEMS Mikrofone können in einer Single-Ended oder differentiellen Schaltung betrieben werden. Der differentielle Betrieb hat dabei den Vorteil, dass das Mikrofonsignal in zwei verschiedenen Leitungen übertragen wird, wobei eines der Signale invertiert bzw. um 180 Grad verschoben wird. Abbildung 2.8 zeigt die schematische Schaltung. Dadurch wird einerseits der Dynamikbereich verdoppelt. Andererseits werden auch Störungen, welche auf beiden Leitungen gleichzeitig auftreten, dadurch eliminiert, dass die Spannungsdifferenz der phasenverschobenen Signale verwendet wird [20].

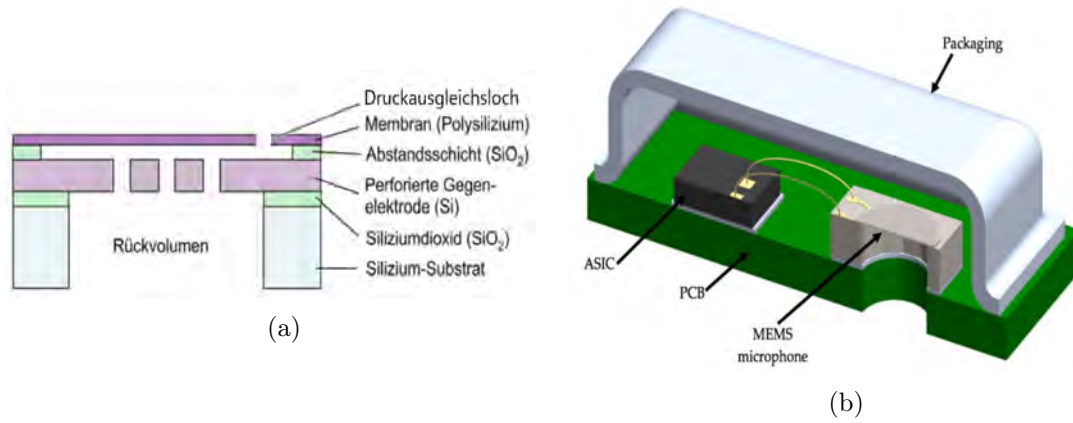


Abbildung 2.7: (a): Aufbau einer MEMS-Kondensatormikrofonkapsel [6].  
 (b): Package mit ASIC und MEMS [48].

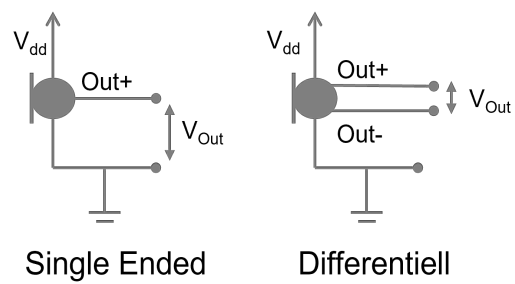


Abbildung 2.8: Datensignale beim Single-Ended und differentiellen Betrieb.

Ein differentielles MEMS-Mikrofon kann auf verschiedene Arten zusammengesetzt sein. Abbildung 2.9 zeigt den Aufbau einer sogenannten Dual-Backplate-MEMS Mikrofonkapsel. Dabei gibt es nicht nur eine, sondern zwei Gegenelektroden, welche die Membran umhüllen. Die Signale werden so bereits mechanisch mit einer Phasenverschiebung von 180 Grad erzeugt.

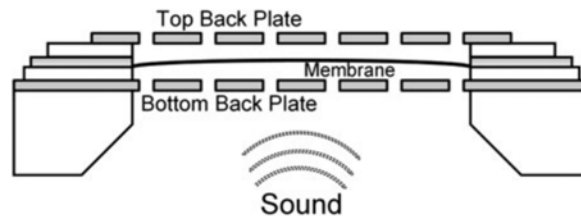


Abbildung 2.9: Aufbau eines Dual-Backplate-MEMS [34].

Durch diese Technologie entstehen die folgenden Vorteile [34]:

- Eine geringere Total Harmonic Distortion (THD), da die geraden Harmonischen unterdrückt werden.
- Aus dem gleichen Grund wird der Acoustic Overload Point (AOP), wo die THD einen Wert von 10% erreicht, nach oben um ca. 3 dB in Richtung höhere Schalldruckpegel verschoben.
- Da eine höhere Vorspannung angelegt werden kann, entsteht ein größeres Signal bei Kapazitätsänderungen und damit eine höhere Sensitivität. Da dieser Zugewinn nicht mit einer Verringerung der Stabilität der Vorspannung einhergeht, steigt auch das Signal-to-Noise-Ratio (SNR).

Neben den differentiellen Dual-Backplate MEMS-Mikrofonen gibt es eine neue Technologie. Diese beinhaltet statt zweier Gegenelektroden zwei Membranen, welche eine Gegenelektrode ober- und unterhalb umschließen. Sie haben die gleichen Vorteile, wie die Dual-Backplate MEMS-Mikrofone und sollen dabei laut Hersteller sogar ein noch größeres SNR aufweisen.

### 2.4.2 Kenngrößen der MEMS-Mikrofone

Im Folgenden werden die relevanten Leistungsgrößen der MEMS-Mikrofone definiert. Diese beschreiben die Fähigkeit der Mikrofone, über weite Pegelbereiche möglichst störungsfrei Schall elektrisch aufzuzeichnen.

### Sensitivität ( $S_{\text{Mic}}$ )

Beschreibt das Verhältnis des vom Mikrofon ausgegebenen Spannungswertes bei einem festgelegten Input von einem 94 dB Sound Pressure Level (SPL) bzw. 1 Pa Schalldruckpegel. Bei einer hohen Sensitivität ist der Abstand zwischen dem Output bei typischen Eingangspegeln und dem bei maximalen Eingangspegeln geringer. Dies kann zu einer größeren Verzerrung und damit verringertem Dynamikbereich führen [1].

$$S_{\text{Mic}} = 20 \log \left( \frac{\text{Sensitivität in V/Pa}}{\text{Output in 1/Pa}} \right) \text{ in dB V} \quad (2.5)$$

### Signal-to-Noise Ratio (SNR)

Bei Mikrofonspezifikationen beschreibt das SNR das Verhältnis eines 94 dB lauten Referenzsignal bei 1 kHz zu dem Grundrauschen. Das Rauschen entsteht je nach Messverfahren durch mehrere Bauteile, bspw. durch das MEMS-Mikrofon selbst oder den ASIC innerhalb des Mikrofongehäuses und das Umgebungsrauschen. Wichtig beim Vergleich des SNR ist, dass die gleiche Bandbreite für die Rauschleistung zugrunde gelegt wird. Meistens beträgt diese 20 kHz. Der SNR berechnet sich wie folgt [17]:

$$\text{SNR} = 10 \log \left( \frac{P_{\text{Signal}}}{P_{\text{Noise}}} \right) = 20 \log \left( \frac{u_{\text{eff, Signal}}}{u_{\text{eff, Noise}}} \right). \quad (2.6)$$

### Total Harmonic Distortion (THD)

Die THD beschreibt das Verhältnis der (unerwünschten) höheren Harmonischen zum Gesamtsignal. Die THD wird auch als Klirrfaktor oder Verzerrung bezeichnet und wird in Prozent angegeben. Häufig wird zu den nichtlinearen Anteilen neben den Harmonischen auch das Rauschen gezählt, die Größe wird dann THD+N genannt. Rechnerisch setzt sich der THD aus den Amplituden der Harmonischen ( $\hat{u}_2^2 + \hat{u}_3^2 + \dots$ ) folgendermaßen zusammen [32]:

$$\text{THD} = \sqrt{\frac{\hat{u}_2^2 + \hat{u}_3^2 + \hat{u}_4^2 + \dots}{\hat{u}_1^2 + \hat{u}_2^2 + \dots}} 100\% . \quad (2.7)$$

### **Acoustic Overload Point (AOP)**

Der AOP gibt den Schalldruck, bei dem der THD 10 % beträgt, an. Dieser liegt am oberen Ende des Dynamikbereichs bei sehr hohen Pegeln. Ein großer AOP ist gewünscht, um eine Sättigung durch Windgeräusche zu oder tieffrequente Störgeräusche bspw. durch Schließen von Türen [34] zu vermeiden.

### **Equivalent Input Noise (EIN)**

Der EIN ist der minimale Schalldruck, bei welchem ein Ausgangssignal erzeugt wird, welches nicht nur auf internes Rauschen zurückzuführen ist. Schalldrücke unter dem EIN liegen unter dem Grundrauschen des Mikrofons und außerhalb des Dynamikbereichs [1].

$$\text{EIN} = 94 \text{ dB} - \text{SNR} \quad (2.8)$$

### **Dynamikbereich**

Der Dynamikbereich reicht vom leisesten bis zum lautesten Pegel, für den das Mikrofon linearen Output erzeugt. Linearen Output erzeugt das Mikrofon definitionsgemäß bis zum AOP. Die folgenden Zusammenhänge bestehen zwischen den Größen [21].

$$\text{Dynamikbereich} = \text{AOP} - \text{EIN} \quad (2.9)$$

In der Abbildung 2.10 ist der Zusammenhang zwischen den beschriebenen Größen graphisch dargestellt.

### **Power Supply Rejection (PSR)**

Die Power Supply Rejection beschreibt die Fähigkeit des ASIC das Rauschen der Versorgungsspannung vor dem elektrischen Output auszuschließen. Für die PSR wird eine mit einem 217 Hz Rechtecksignal modulierte Versorgungsspannung auf das Mikrofon gegeben und der Output des Mikrofons ohne akustischen Input gemessen. Wenn die PSR maximal wäre, würde sie dem Grundrauschen des Mikrofons entsprechen [21].

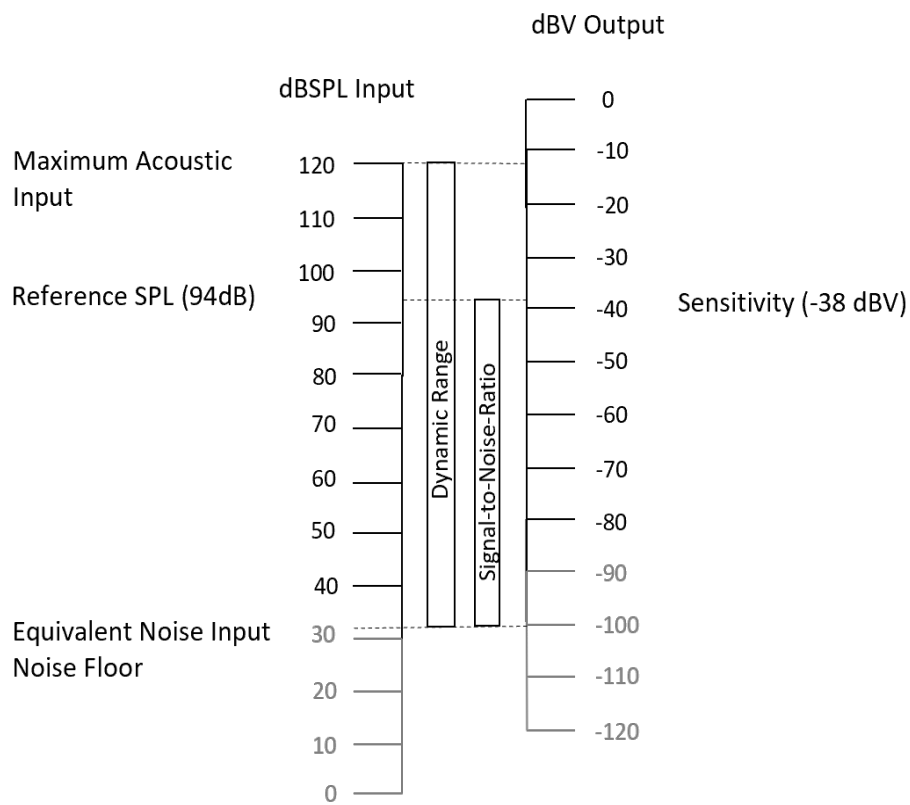


Abbildung 2.10: Veranschaulichung der Parameter SNR und Dynamikbereich sowie Sensitivität [1].



### Übertragungsfunktion

Beschreibt die Übertragungseigenschaften des Mikrofons über den Frequenzbereich. In Herstellerangaben wird der Output bei 1 kHz meist auf 0 dB bezogen.

Abbildung 2.11 zeigt den typischen Verlauf der Übertragungsfunktion eines kapazitiven MEMS-Mikrofons. Tieffrequent wird die Übertragung durch elektrische und mechanische Hochpasseffekte und hauptsächlich durch Luftausgleichslöcher zum Druckausgleich begrenzt.

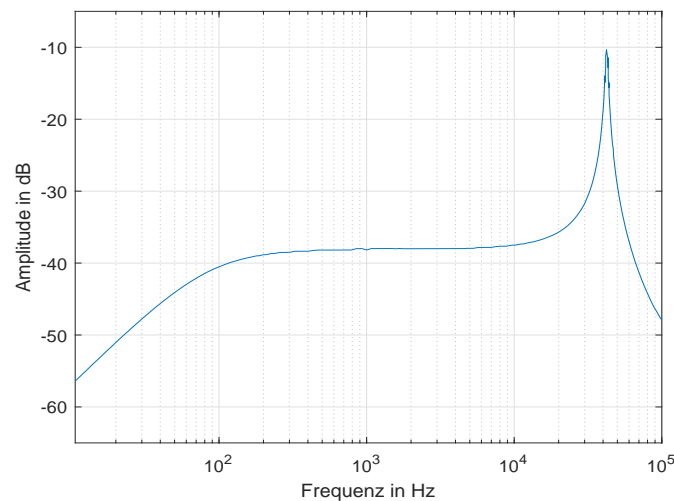


Abbildung 2.11: Übertragungsfunktion eines MEMS-Mikrofons mit Gehäuse (Daten aus [53]).

Die obere Grenzfrequenz hingegen wird durch die Membranresonanz, welche durch die Masse der Membran und die Steifigkeit ihrer Aufhängung definiert ist, gebildet. Es muss auf die Nachgiebigkeit und die Dämpfung der mechanischen Resonanz, z.B. durch Löcher in der Gegenelektrode, geachtet werden [39]. Auch das Vorvolumen und der Schallkanal haben einen Einfluss auf die Resonanz. Je länger der Schallkanal und größer das Vorvolumen ist, desto niedriger die Resonanzfrequenz [53].

Eine stärkere Nachgiebigkeit der Membran bedeutet eine höhere Sensitivität im Übertragungsbereich. Diese kann über Membranradius und -dicke, Elastizitätsmodul und mechanische Vorspannung verändert werden [53]. Auch ein vergrößertes Rückvolumen kann die Sensitivität durch die resultierende, geringer werdende Rückstellkraft erhöhen [53].

Gleichzeitig wird dadurch die Resonanzfrequenz etwas zu tieferen Frequenzen verschoben.

## 2.5 Signalverarbeitung zur Rauschminderung

In diesem Kapitel werden die grundlegenden Zusammenhänge der Signalverarbeitung für die Auswertung der spektroskopischen Messungen erläutert. Einleitend werden dazu die Hauptquellen für störende Rauschprozesse beschrieben.

### 2.5.1 Rauschquellen

Es gibt unterschiedliche Quellen für Rauschen. Daher wird zunächst eine Übersicht der Gründe gegeben, welche sich an [52] orientiert und erweitert wurde:

1. Akustisches Rauschen bzw. Umgebungsrauschen durch Vibrationen wie Körperschallübertragung, Gerätelüfter und Unterhaltungen.
2. Elektronisches Rauschen zum Beispiel thermisches Rauschen, Schrotrauschen, Funkelrauschen. Im Einzelnen bezieht sich das auf die folgenden Punkte:
  - a) Thermisches Rauschen ist eine Eigenschaft von Leitern, die auch ohne elektrische Spannung vorliegt. Es entsteht durch zufällige Bewegungen thermisch angeregter Teilchen.
  - b) Schrotrauschen entsteht durch zufällige Schwankungen des elektrischen Stroms. Diese entspringen der Tatsache, dass Strom diskret geführt wird und die Ankunftszeiten der Elektronen schwanken.
  - c) Funkelrauschen: es wird auch  $1/f$ -Rauschen genannt, was die Frequenzabhängigkeit beschreibt. Es stammt bspw. aus verunreinigenden Fremdstoffen in Leitern oder Generations-Rekombinationsrauschen, also Ladungsträgerdichteschwankungen in Halbleitern.
3. Elektromagnetisches Rauschen, durch Radiofrequenzen (kHz bis GHz-Bereich) und natürliches atmosphärisches Rauschen.
4. Elektrostatisches Rauschen, durch Vorliegen einer elektrischen Spannung in der Umgebung.

5. Rauschen durch AD-Wandlung und Übertragung: Paketverluste bei der Datenübertragung (UART) oder Quantisierungsrauschen.

### 2.5.2 Digitale Filter

In diesem Kapitel werden grundlegende Informationen zu Filtern und Filterkoeffizienten erläutert, da diese in späteren Anwendungen von Bedeutung sind. Auch ein Bandpassfilter reduziert die Messbandbreite und verbessert somit über den geringeren Anteil der Rauschenergie am Spektrum das SNR.

Durchläuft ein Signal  $x(n)$  ein Linear Time-Invariant (LTI)-System, zum Beispiel einen Filter, wird es mit der Impulsantwort  $h(n)$  des Systems gefaltet. Dies ist abhängig von den diskreten Abtastwerten im Zeitbereich  $n \in \mathbb{N}$ .

$$y(n) = x(n) * h(n) \quad (2.10)$$

Der Ausgang des Filters kann mit folgender Differenzgleichung beschrieben werden:

$$y(n) = \sum_{i=0}^N b_i \cdot x(n-i) - \sum_{i=1}^M a_i \cdot y(n-i). \quad (2.11)$$

Entspricht das Eingangssignal  $x(n)$  einem Delta-Impuls  $\delta(n)$ , ist der Ausgang  $y(n) = h(n)$ , sodass die Impulsantwort erhalten wird [36]. Die Z-Transformierte  $Y(z)$  mit  $e^{j\omega} = z$ , der Differenzgleichung lautet:

$$Y(z) = \sum_{i=0}^N b_i \cdot X(z) \cdot z^{-i} - \sum_{i=1}^M a_i \cdot Y(z) \cdot z^{-i}, \quad (2.12)$$

$$Y(z) = \frac{\sum_{i=0}^N b_i \cdot z^{-i}}{1 + \sum_{i=1}^M a_i \cdot z^{-i}} \cdot X(z) = \frac{b_0 + b_1 \cdot z^{-1} + b_2 \cdot z^{-2} + \dots + b_N \cdot z^{-N}}{1 + a_1 \cdot z^{-1} + a_2 \cdot z^{-2} + \dots + a_M \cdot z^{-M}} \cdot X(z). \quad (2.13)$$

Der Koeffizient  $a_1$  ist dabei stets 1. Durch Division durch  $X(z)$  erhält man die Übertragungsfunktion  $H(z)$  [15].

$$H(z) = \frac{Y(z)}{X(z)} = \frac{\sum_{i=0}^N b_i \cdot z^{-i}}{1 + \sum_{i=1}^M a_i \cdot z^{-i}} = \frac{b_0 + b_1 \cdot z^{-1} + b_2 \cdot z^{-2} + \dots + b_N \cdot z^{-N}}{1 + a_1 \cdot z^{-1} + a_2 \cdot z^{-2} + \dots + a_M \cdot z^{-M}} \quad (2.14)$$

Gibt es ein  $a_i \neq 0$ , handelt es sich um einen Infinite Impulse Response (IIR)-Filter oder ein rekursives System. Für ein Finite Impulse Response (FIR)-Filter oder nichtrekursives (transversales) System werden alle  $a_i = 0$  gesetzt vgl. [36]. Dann ergibt sich:

$$H(z) = \sum_{i=0}^N b_i \cdot z^{-i} \quad (2.15)$$

Ein FIR weist eine endliche Impulsantwort auf. Die Länge der Impulsantwort entspricht der Anzahl seiner Koeffizienten [36]. Auf diese Weise kann über gezielte Erzeugung der Koeffizienten die gewünschte Filter-Übertragungsfunktion generiert werden.

Durchläuft ein Signal ein LTI-System, kommt es zu einer frequenzabhängigen Verzögerung. Das Maß für diese Verzögerung ist die Gruppenlaufzeit. Sie ist die negative Ableitung der Phase der Übertragungsfunktion [36].

$$\tau_{GR}(j\omega) = -\frac{d}{d\omega} \arg(H(j\omega)) \quad (2.16)$$

### 2.5.3 Lock-In-Amplifier

Ein sogenannter LIA verbessert das SNR eines Signals durch Verringerung der Bandbreite, denn die Effektivwerte von Rauschprozessen sind direkt proportional zur Wurzel aus der Messbandbreite. Gerade bei Störsignalen im untersten Frequenzbereich, wie 1/f-Rauschen eines Operationsverstärkers oder Temperaturschwankungen, ist ein LIA sinnvoll nutzbar und Filter schwerer einzusetzen [17].

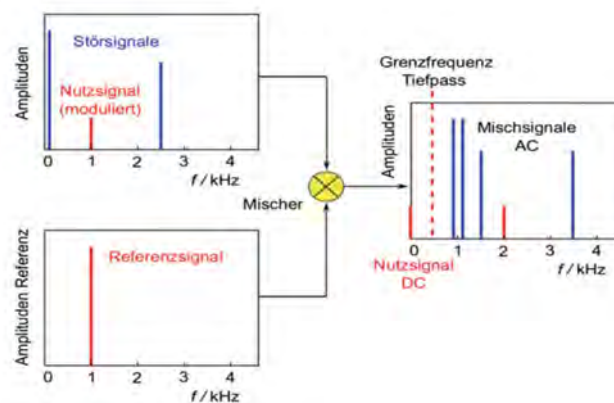


Abbildung 2.12: Funktionsweise eines Lock-In-Amplifiers im Frequenzbereich [17].

Abbildung 2.12 zeigt die generelle Funktionsweise eines LIA im Frequenzbereich. Zu sehen ist, wie das Nutzsignal durch Multiplikation mit einem Referenzsignal in den nach dem Additionstheorem zu erwartenden DC-Anteil und weitere Mischsignale, welche aus Störfrequenzen entstehen, zerlegt wird.

Aus einem Additionstheorem ergibt sich das Ergebnis für die Multiplikation zweier Signale [17]:

$$\cos(\omega_1 t) \cdot \cos(\omega_2 t) = \frac{1}{2} [\cos((\omega_1 t - \omega_2)t) + \cos((\omega_1 t + \omega_2)t)] \quad (2.17)$$

Daraufhin kann mit einem einfachen Tiefpass die gesuchte Nutzsignal-Amplitude mit geringerem Anteil von Störfrequenzen und damit einem besseren SNR extrahiert werden.

Generell sind diese Art der Verstärker phasensensitiv, da sich durch Welleninterferenz Dämpfungen ergeben können. Die Amplitude des DC-Anteils wird maximal, wenn es keine Phasenverschiebung zwischen Eingangs- und Referenzsignal gibt. Daher sollte eine mögliche Phasendifferenz ausgeglichen werden.

### Digitaler Dual Phase Lock-In-Amplifier

Die Notwendigkeit der Phasenberechnung kann bei Einführung von zwei um 90 Grad phasenverschobenen Referenzsignalen wegfallen. Abbildung 2.13 zeigt den Signalverlauf des Dual Phase LIA. Darin zu sehen sind das gemessene Datensignal  $U_M(t)$  mit der Amplitude  $A_M$  und die beiden um 90 Grad verschobenen Referenzsignale  $U_{R1/R2}(t)$  mit der Amplitude  $A_R$ . Die Frequenzen des Datensignals und des Referenzsignals sind  $f_M$  und  $f_{\text{ref}}$  und  $\varphi$  die Phasendifferenz zwischen Daten und Referenzsignal.

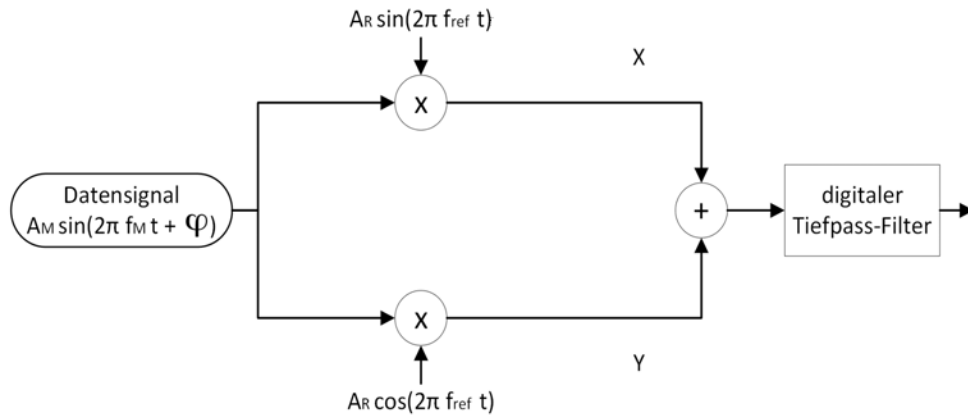


Abbildung 2.13: Blockschaltbild eines Lock-In-Amplifiers.

Dass die Phase  $\varphi$  bei dem Dual Phase LIA wegfällt kann rechnerisch wie folgt begründet werden [33]:

$$\begin{aligned}
 U_{R1}(t) &= A_R \cdot \sin(\omega_{R1}t) \\
 U_{R2}(t) &= A_R \cdot \cos(\omega_{R2}t) \\
 U_M(t) &= A_M \cdot \sin(\omega_M t + \varphi)
 \end{aligned}
 \tag{2.18}$$

$$\begin{aligned}
 Y(t) &= U_{R2} \cdot U_M(t) = A_R \cdot A_M \cdot \sin(\omega_M t + \varphi) \cdot \cos(\omega_{R2}t) \\
 &= \frac{A_R A_M}{2} \cdot (\sin(\omega_M t - \omega_{R2}t + \varphi) + \sin(\omega_M t + \omega_{R2}t + \varphi))
 \end{aligned}
 \tag{2.19}$$

Bei gleicher Signal- und Referenzfrequenz ( $\omega_{R1} = \omega_{R2} = \omega_M$ ) wird 2.19 zu

$$Y(t) = \frac{A_R A_M}{2} \cdot (\sin(\varphi) + \sin(2\omega t + \varphi))
 \tag{2.20}$$

Aufgrund des Tiefpassfilters können die Frequenzanteile mit  $2\omega t$  vernachlässigt werden, sodass sich ergibt

$$\begin{aligned}
 X &= \frac{A_R A_M}{2} \cdot \cos(\varphi), \\
 Y &= \frac{A_R A_M}{2} \cdot \sin(\varphi).
 \end{aligned}
 \tag{2.21}$$

Wird der Betrag des Gesamtsignals berechnet ergibt sich

$$A_{\text{ges}} = \sqrt{X^2 + Y^2} = \sqrt{\frac{A_R^2 A_M^2}{2^2} \cos^2(\varphi) + \frac{A_R^2 A_M^2}{2^2} \sin^2(\varphi)} = \frac{A_R A_M}{2}. \quad (2.22)$$

Die Implementierung des Verstärkers wird in Form eines Dual Phase LIA umgesetzt, da keine Phasen Anpassung zur Maximierung des Signals notwendig ist. Unter anderem [7] und [31] zeigten, dass diese Implementierung in digitaler Form einfach möglich ist.

## 3 Ausgangszustand des spektroskopischen Messaufbaus

In diesem Kapitel wird der Messaufbau in der Ausgangssituation beschrieben und in den einzelnen Kapiteln bereits erste Optimierungsmöglichkeiten aufgezeigt. Zudem werden die ersten Ergebnisse von Messungen des Sensors mit wässriger Glucose-Lösung vorgestellt.

### 3.1 Messaufbau

Der experimentelle Messaufbau des photoakustischen Sensors ist in Abbildung 3.1 als maßstabgetreues 3D-Modell dargestellt. Er umfasst den QCL als Strahlungsquelle (*rechts*), einen mikromechanisch einstellbaren Kollimator (*links unten*) und das akustische Detektionsmodul (*links oben*). Der vom Laser kommende Strahl wird vom Kollimator gebündelt und von unten in die Resonatoröffnung des Detektionsmoduls reflektiert.

Der bisherige messtechnische Aufbau ist in Form eines Blockdiagramms in Abbildung 3.2 dargestellt. Der Lasertreiber erhält vom Signalgenerator ein Rechteck-Signal als Clock für die Pulserzeugung. Dieses gibt die Modulationsfrequenz vor, welche für die photoakustische Messung genutzt wird. Daher stellt die Clock gleichzeitig das Referenzsignal für den Lock-In Verstärker von Signal Recovery (7265 vgl. A.1) dar und wird diesem über eine zweite Leitung zugeführt. Dieser Digital Signal Processing (DSP)-LIA nutzt bereits eine Dual-Phase Konfiguration.



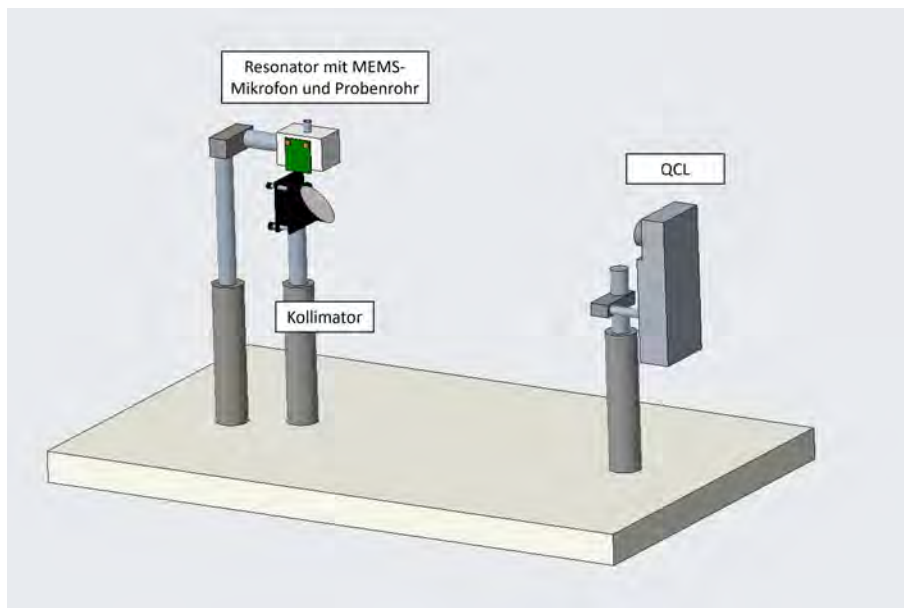


Abbildung 3.1: Messaufbau für die photoakustische Spektroskopie.

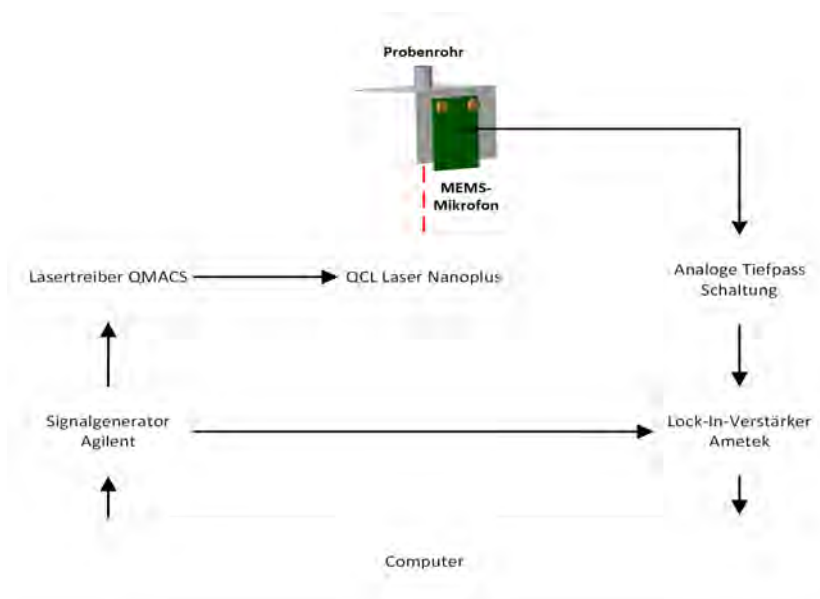


Abbildung 3.2: Messtechnischer Aufbau der Ausgangssituation.

### 3.1.1 Akustischer Resonator

Ein akustischer Resonator kann für die photoakustische Spektroskopie verwendet werden, um das SNR zu verbessern. Durch die geometrischen Abmessungen wird ein mögliches Schallfeld für Schwingungsformen vorgegeben. Schallwellen werden an den inneren Wänden reflektiert und es werden stehende Wellen durch konstruktive und destruktive Interferenz generiert.

Abbildung 3.3 zeigt das akustische Detektionsmodul mit akustischem Resonator, MEMS-Breakout-Board und Probenröhrchen. Das Probenröhrchen hat einen Innendurchmesser von 4 mm und fasst damit ein maximales Volumen von 251  $\mu\text{L}$  Flüssigkeit. Es wird durch eine Schicht Polyethylen von 10  $\mu\text{m}$  Dicke unten abgeschlossen und in die Öffnung des Resonators eingesetzt. Polyethylen hat kein konstant niedriges Absorptionsspektrum, sondern ist frequenzabhängig. Im infraroten Spektralbereich wurde dies u.a. von [45] für 10  $\mu\text{m}$  starke Polyethylen-Folien untersucht. Die Absorption hat bei der Wellenlänge des hier verwendeten QCL von  $1187\text{ cm}^{-1}$  jedoch einen Wert von nahezu Null.

Das MEMS-Breakout-Board wird mithilfe von zwei Schrauben dicht an dem Resonator befestigt. Der Mikrofonöffnung sitzt dabei exakt mittig der Resonatoröffnung.

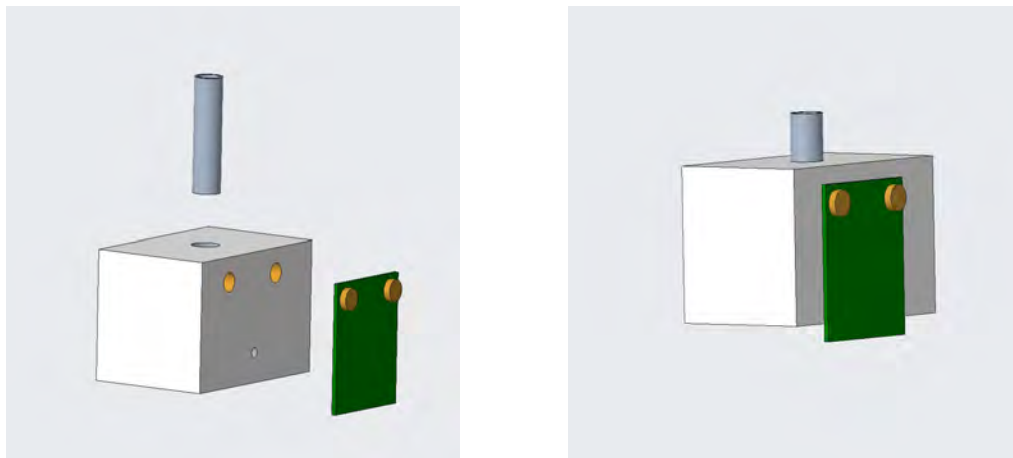


Abbildung 3.3: Mikroresonator mit Einsetzen des Probenrohrs und Anschrauben des MEMS-Mikrofons an der Mikrofonöffnung.

Der Schnitt des Resonators in Abbildung 3.4 zeigt, dass er verschiedene Hohlräume besitzt. Der Resonanzzyylinder läuft vom unteren breiten Hohlraum nach außen und hat einen Durchmesser von 2,02 mm bei einer Länge von 8,12 mm. Die Hohlräume wurden

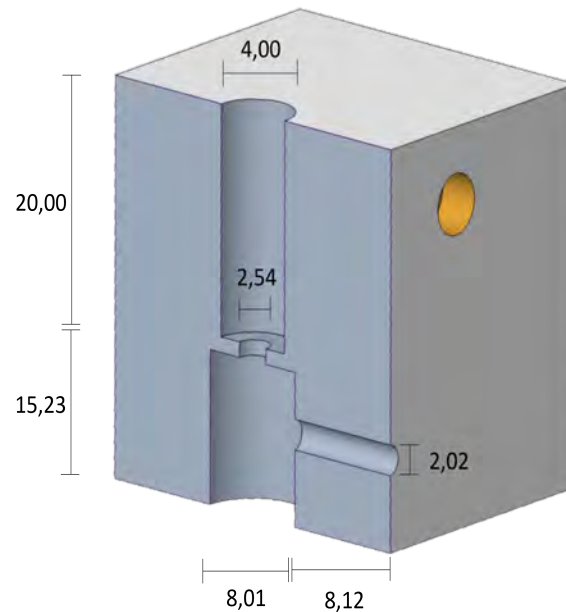


Abbildung 3.4: Schnitt durch den Mikroresonator mit Bemaßung in mm.

in einem vorherigen Projekt so dimensioniert, dass ein Resonanzpeak zwischen 47 und 51 kHz liegt [13].

### 3.1.2 MEMS-Mikrofon

Das bisher verwendete digitale MEMS Mikrofon ist das Modell *SPH0641LU4H-1* (Knowles). Es ist geeignet für den Ultraschall-Betrieb, wenn die entsprechende Clock von 2,4 - 4,8 MHz verwendet wird. Tabelle 3.1 zeigt die Kenngrößen des Mikrofons.

Tabelle 3.1: Parameter des MEMS-Mikrofons SPH0641LU4H-1 im Ultraschall-Betrieb.

SNR	Sensitivität	AOP	THD	PSR+N
64,3 dB(A)	-26 dBFS	120 dB SPL	0,2 %	-84 dBFS(A)

Der Ausgang ist ein Single-Bit Pulsdichte-moduliertes Datensignal. Dieses wurde über den in Abbildung 3.5 dargestellten analogen Tiefpass demoduliert.

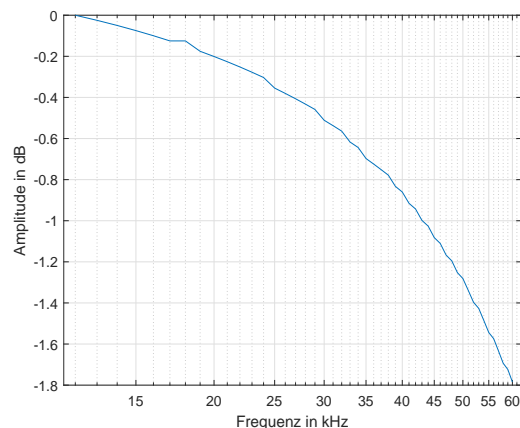


Abbildung 3.5: Amplitudengang des analogen Tiefpass-Filters.

Möglichkeiten zur Optimierung des Mikrofons bestehen hier die Folgenden:

- ⇒ Ein höheres SNR führt zu einer vergrößerten Sensitivität des photoakustischen Sensors, da Signalschwankungen durch Rauschen verringert werden und leisere Signale detektiert werden können. Somit verbessert sich die Nachweisgrenze.
- ⇒ Ein höherer Betrag der Übertragungsfunktion im Ultraschall-Bereich bzw. bei der Modulationsfrequenz führt zu einer größeren Sensitivität bei dieser Frequenz. Diese wiederum führt zu einer besseren Übersetzung der Schallwellen in ein elektrisches Signal.

Bezüglich der Demodulierung des Mikrofon-Signals mithilfe des Tiefpasses bestehen die Folgenden Optimierungsmöglichkeiten:

- ⇒ Ein Tiefpass höherer Ordnung könnte eine stärkere Dämpfung und eine größere Flankensteilheit bewirken. Die stärkere Dämpfung außerhalb des Übertragungsbereichs unterdrückt ungewollte Signalanteile bei anderen Frequenzen besser. Somit steigt das SNR.
- ⇒ Eine digitale Filterung würde eine Optimierung der Filter-Übertragungsfunktion ermöglichen.

### 3.1.3 QCL Betrieb

Die Tabelle 3.2 zeigt die Kennwerte des im Versuchsaufbau verwendeten Lasers von Nanoplus. Der DFB-Laser für 9230 nm (SN 2987) ist in einem LH3 Gehäuse verschraubt (siehe Anhang A.1). Das Gehäuse stellt zudem eine passive Wärmesenke dar. Der Laser kann bei Raumtemperatur betrieben werden. Typischerweise ist die Betriebstemperatur des Lasers 20 °C. Er wird durch ein Peltier-Element bei einer über den QMACS-Treiber eingestellten Betriebstemperatur gehalten.

Für den Betrieb muss zunächst das Tastverhältnis der QCL-Puls-Blocks eingestellt werden. Das Tastverhältnis ist definiert als das Verhältnis der Pulsweite zum Pulsabstand. Dieses liegt mit den maximalen 100 ns und der maximalen Wiederholungsrate (bzw. minimalem Pulsabstand) nach Tabelle 3.2 bei

$$\frac{100 \text{ ns}}{2000 \text{ ns}} = 5 \%. \quad (3.1)$$

Tabelle 3.2: Betriebskonditionen des verwendeten QCL.

Parameter	Symbol & Einheit	Konditionen	
		typ.	max.
Betriebstemperatur	U in °C	20	45
Wellenlänge	$\lambda$ in nm	9230	
Betriebsstrom	I in mA	4600	6000
Betriebsspannung	U in V	22	
Pulsweite	t in ns	100	100
Wiederholungsrate	f in kHz	100	500
Wirkungsgrad	$\eta$ in W/A	0,17	

Teilabbildung 3.6 zeigt die wichtigsten Parameter des gepulsten Laserbetriebs mit dem QMACS-Treiber. Mithilfe des Sync-Pulses wird der Beginn eines QCL-Puls-Blocks und damit die Zykluszeit bestimmt. Diese liegt für die photoakustische Spektroskopie bei der gewünschten Modulationsperiode. Weitere Parameter sind die Pulsanzahl, also die Zahl der Pulse in jedem QCL-Puls-Block, die Pulsweite jedes einzelnen Pulses sowie der Pulsabstand der Pulse innerhalb eines Blocks.

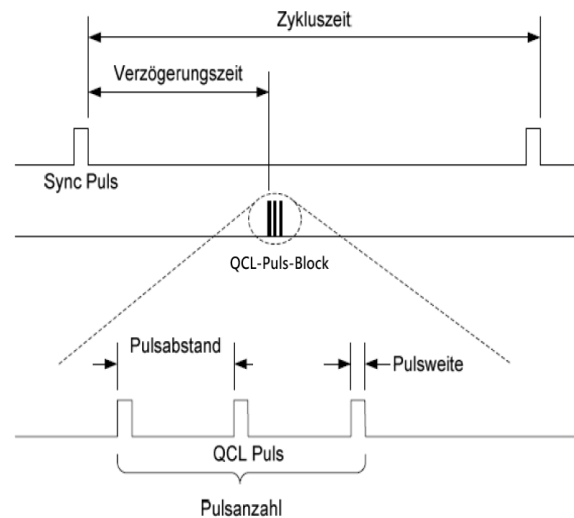


Abbildung 3.6: Parameter des gepulsten Laserbetriebs [40] (angepasst).

In der Ausgangssituation wird der Laser mit einem Puls pro Modulationsperiode betrieben. Der Grund dafür ist, dass das Pulsintervall über den QMACS-Treiber extern auf die Modulationsfrequenz getriggert wird. Somit ist bei einer gewünschten Modulationsfrequenz im kHz-Bereich keine Erhöhung der Pulsanzahl möglich.

Möglichkeiten zur Optimierung bestehen hier die Folgenden:

- ⇒ Größere Leistung durch Umstellen der externen Triggerung des QMACS-Treibers auf die Zykluszeit, um so mehr Pulse in einer Modulationsperiode ausstrahlen zu können.
- ⇒ Erzeugen einer zeitlich stabileren Laserleistung durch ein aktives Kühlelement.

## 3.2 Ergebnisse

Die photoakustischen Messungen der Ausgangssituation haben die folgenden Schwerpunkte:

- ⇒ Bestimmung der frequenzabhängigen Amplitude des photoakustischen Sensors mithilfe einer breitbandig absorbierenden Graphit-Probe.
- ⇒ Bestimmung der optimalen Modulationsfrequenz für Glucose-Messungen.

⇒ Ableitung der Sensitivität und der Nachweisempfindlichkeit für die Bestimmung von Glucose-Konzentrationen aus dem photoakustischen Spektrum.

#### 3.2.1 Frequenzabhängige Amplitude des Sensors

Zunächst wurde ein breiter Frequenzbereich von 10 bis 51 kHz im Resonator mit einer Graphit-Probe untersucht. Graphit absorbiert Wellenlängen in einem breiten Spektralbereich [13]. Die Wellenlänge des Lasers hat demnach nur einen geringen Einfluss auf die Messung und weiterhin kann die Messung einfach reproduziert werden. Daher kann aus den Ergebnissen auf die akustischen Eigenschaften des Resonators geschlossen werden. Abbildung 3.7 zeigt das so gemessene photoakustische Signal am Ausgang des LIA.

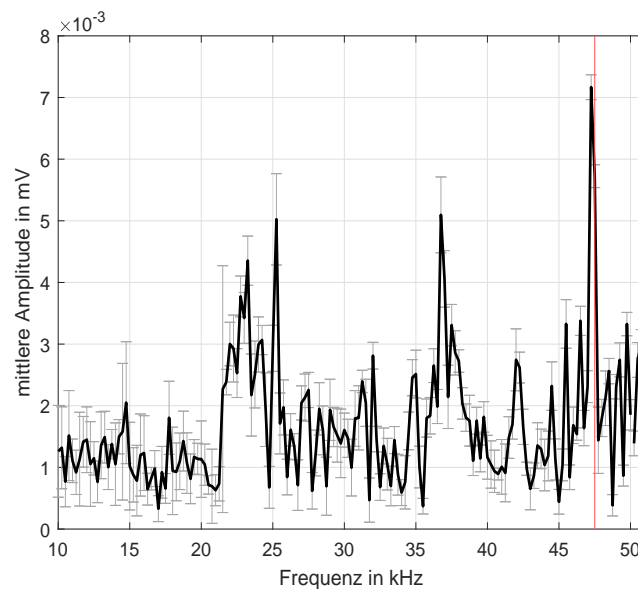


Abbildung 3.7: Photoakustische Amplitude einer Graphit-Probe von 10 bis 51 kHz, gemittelt über fünf Messwiederholungen pro Frequenz mit 250 Hz Auflösung.

Im Bereich von 40 bis 50 kHz befindet sich eine schmalbandige Resonanz bei 46,75 - 47,75 kHz. Dies stimmt mit der im vorherigen Projekt bestimmten Resonanzfrequenz überein. Daher wird die Frequenz 47,5 kHz als vielversprechende Modulationsfrequenz für den photoakustischen Effekt abhängig von der Glucosekonzentration gewählt.

### 3.2.2 Photoakustische Glucose-Messung

Abbildung 3.8 zeigt die Amplitude des photoakustischen Signals einer Probe mit wässriger Glucoselösung. Das verwendete Volumen war  $200 \mu\text{L}$ . Auch bei dieser Messung ist die Resonanz bei  $47,5 \text{ kHz}$  sichtbar. Sie ist mit einer roten Linie im Diagramm markiert. Die Standardabweichung der einzelnen Messpunkte ist mit durchschnittlich  $5,71 \cdot 10^{-7} \text{ V}$  relativ hoch.

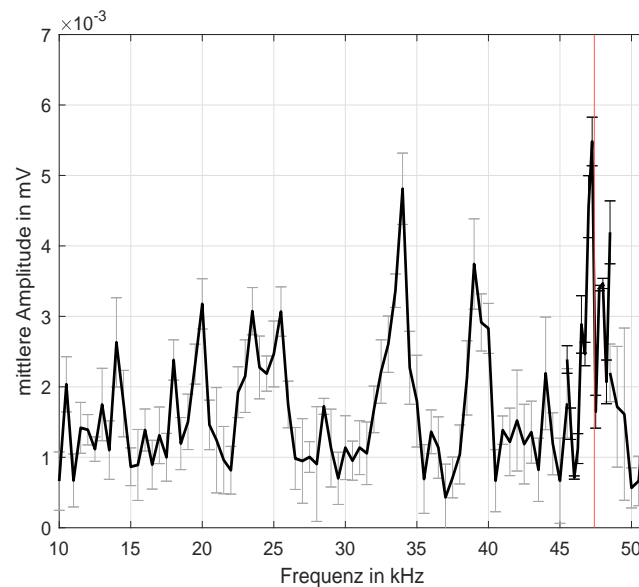


Abbildung 3.8: Photoakustische Amplitude einer wässrigen Glucose-Lösung von 10-51 kHz, gemittelt über fünf Messwiederholungen pro Frequenz mit 250 Hz Auflösung.

Abbildung 3.9 zeigt die photoakustische Amplitude von Graphit in einer größeren Auflösung. Die Resonanzfrequenz des akustischen Resonators konnte mithilfe von Graphit erneut bei  $47,5 \text{ kHz}$  gemessen werden.

Aus Abbildung 3.9 lässt sich nun auch der  $Q$ -Faktor, ein Maß für die Verstärkung des Resonators, berechnen [13]

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f}. \quad (3.2)$$

Dabei ist  $f_0$  die Resonanzfrequenz und  $\Delta f$  die beidseitige Bandbreite bis zu der halben Amplitude, auch Full Width at Half Maximum (FWHM) genannt.



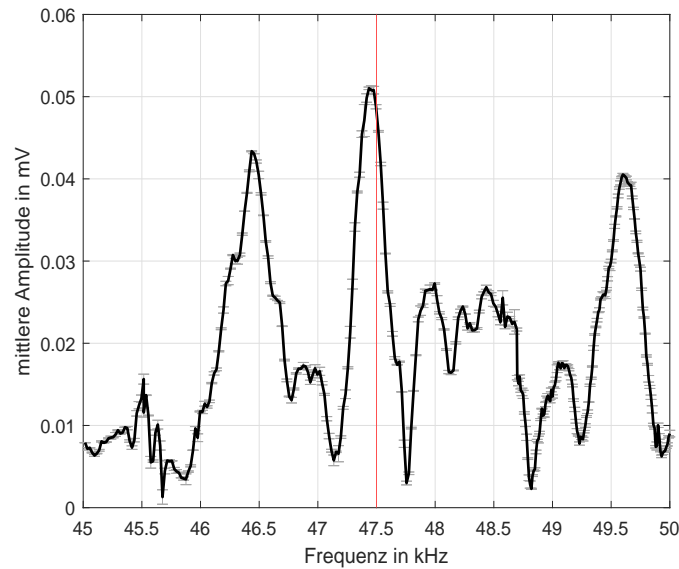


Abbildung 3.9: Photoakustische Amplitude von Graphit von 45-50 kHz, gemittelt über drei Messwiederholungen pro Frequenz mit 10 Hz Auflösung.

Für den verwendeten Resonator liegt der Q-Faktor bei

$$Q = \frac{47436 \text{ Hz}}{(47606 - 47291) \text{ Hz}} = 150. \quad (3.3)$$

#### 3.2.3 Sensitivität und Nachweisgrenze für konzentrationsabhängige Glucose-Messungen

Abbildung 3.10 zeigt die gemittelte, photoakustische Amplitude von verschiedenen, wässrigen Glucose Lösungen. Grundsätzlich steigt dieses mit steigender Konzentration. Jedoch gibt es zwischen 200 und 300 g/L ein Absenken des Signals. Dies entspricht nicht den Erwartungen. Zudem ist die Standardabweichung verhältnismäßig groß. Für die mittlere Standardabweichung aller Messpunkte ergibt sich ein Wert von  $8,396 \cdot 10^{-4} \text{ mV}$ .

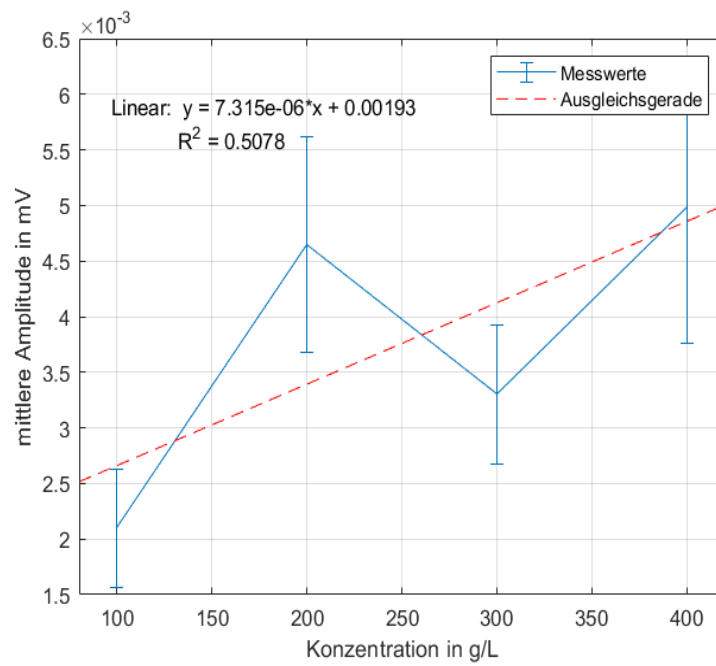


Abbildung 3.10: Photoakustische Amplitude als Ausgang des Ametek-LIA verschieden konzentrierter, wässriger Glucose-Lösungen gemittelt über zehn Messwiederholungen pro Konzentration.

#### Sensitivität

Die Sensitivität eines Sensors wird hier als Steigung des Ausgangssignals im Verhältnis zur abhängigen Variable definiert. Dazu wird meist eine Approximation der den Daten zugrunde liegenden Funktion durchgeführt. Indirekt zeigt die Sensitivität also an, welche Spanne des Ausgangssignals der relevante Signalbereich im Sensor abdeckt.

Gleichung 3.4 beinhaltet die Sensitivität  $S$  des Signals  $x$  mit dem Offset  $A$  des Ausgangssignal  $y$  bei einem linearen Zusammenhang [51]

$$y = A + S \cdot x. \quad (3.4)$$

In dieser Arbeit stellt die photoakustische Amplitude des Lock-In Verstärkers das Ausgangssignal  $y$  in Volt dar. Der Offset der Approximation  $A$  ergibt sich aus dem Punkt, wo das Signal  $x$  Null ist.

Abbildung 3.10 beinhaltet in rot gestrichelt die Ausgleichsgerade aus einer polynomialen Approximation ersten Grades. Es wird ersichtlich, dass die Abweichungen der Messwerte zur Ausgleichsgeraden sehr groß sind. Das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  ist ebenfalls in der Abbildung aufgeführt, es beträgt 50,78%. Etwa die Hälfte der Abweichungen der Messwerte zur Regressionsgeraden ist zufällig und nicht durch den Abstand zum Mittelwert erklärbar.

Die Sensitivität des Sensors beträgt nach der Steigung der Ausgleichsgeraden

$$S_{\text{Sensor}} = 7,32 \cdot 10^{-6} \text{ mV}/(\text{g/L}). \quad (3.5)$$

#### Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze entspricht dem Schnittpunkt zwischen der Ausgleichsgeraden der mittleren Amplitude und einem Vielfachen bzw. Faktor der Standardabweichung  $\sigma$  (vgl. Gleichung 3.6). Der Faktor  $\Phi_{n,\alpha}$  ergibt sich aus dem Signifikanzniveau  $\alpha$  und der Anzahl der Messwerte  $n$ . Für ein Signifikanzniveau von  $\alpha=0,05$  und zehn Messwiederholungen ist  $\Phi_{n,\alpha}=1,9$  [10].

Für die Berechnung der Nachweisgrenze muss der Offset  $A$  berücksichtigt werden. Dieser beträgt nach dem Ergebnis der linearen Regression  $A = 1,93 \cdot 10^{-3} \text{ mV}$ .

$$\Phi_{n,\alpha} \cdot \sigma + A = S \cdot x + A \quad (3.6)$$

Der Offset wird für die weitere Berechnung abgezogen, da er auf beiden Seiten der Gleichung enthalten ist. Demnach ergibt sich eine Schätzung des der Nachweisgrenze  $x_{\text{NG}}$  aus [10]

$$x_{\text{NG}} = \Phi_{n,\alpha} \cdot \frac{\sigma}{S}, \quad (3.7)$$

$$x_{\text{NG}} = \frac{1,9 \cdot \sigma}{S}. \quad (3.8)$$

Die auf diese Weise bestimmte Nachweisgrenze liegt für die konzentrationsabhängigen Glucosemessungen in der Ausgangssituation bei:

$$S_{\text{Sensor}} = 218,07 \text{ g/L} = 21\,807,73 \text{ mg/dL} . \quad (3.9)$$

Demnach liegt die minimal messbare Glucose-Konzentration deutlich über der physiologisch vorkommenden Größenordnung von 30 bis 500 mg/dL [28].

## 4 Optimierung des QCL-Betriebs

In diesem Kapitel wird eine systematische Untersuchung des Pulsbetriebs durchgeführt, um die optimalen Parameter des QCL-Betriebs zu bestimmen. Eine Optimierung ist hierbei durch Anpassung des steuernden QMACS-Treibers möglich. Zusätzlich wird die Erweiterung des Lasers durch ein aktives Kühlsystem untersucht.

### 4.1 Systematische Untersuchung des Pulsbetriebs

Der QCL wird durch einen QMACS-Treiber betrieben, welcher die Steuerung des gepulsten Betriebs über verschiedene Parameter erlaubt. Zunächst werden diese Parameter analysiert. Dazu gehören die in Kapitel 3 bereits vorgestellten Steuergrößen: Pulsweite, Pulsintervall und Pulsanzahl. Die Rahmenbedingungen für die Untersuchung geben die Zykluszeit und das Pulsintervall vor.

Die folgenden Zusammenhänge werden erwartet:

**Zykluszeit (Variation von 14 ns - 14 min)** Mit der Länge der Zykluszeit lässt sich die Modulationsfrequenz bestimmen. Damit gibt sie auch die maximale zeitliche Verteilung von Pulsen vor.

**Pulsintervall (Variation von 0 - 13 ms)** Mit kleinerer Pulsweite wird der zeitliche Abstand zwischen den Pulsen innerhalb eines Blocks geringer, somit passen mehr Pulse in einen Block. Durch eine isolierte Änderung des Pulsintervalls wird keine veränderte Ausgangsleistung erwartet.

**Pulsweite (Variation von 10 ns - 100 ns)** Mit Erhöhung der Pulsweite wird die Dauer  $\tau$  eines einzelnen Pulses größer. Insgesamt steigt dadurch die gesamte Ausgangsleistung.

**Pulsanzahl (Variation von 0 - 4095)** Mit Erhöhung der Pulsanzahl werden mehr Pulse innerhalb eines Zyklus im Abstand des Pulsintervalls erzeugt. Insgesamt steigt dadurch die gesamte Ausgangsleistung.

**Thermoelectric cooling (TEC)-Strom und Temperatur (Variation von -35 - 40°C)** Mit einer möglichen Erhöhung der über einen Negative Temperature Coefficient Thermistor (NTC) gemessenen TEC-Temperatur steigt der TEC-Strom, um eine stärkere Kühlung zu ermöglichen.

#### 4.1.1 Variation der Pulsweite und -amplitude

Abbildung 4.1 zeigt die Messung mit einem Photodioden-Sensor (HgCdTe) (vgl.A.1) für einen wiederholten Puls. Die Zykluszeit wurde mit Hilfe eines externen Triggers auf die Periode der Modulationsfrequenz, also  $21,0526 \mu\text{s}$ , festgelegt. Die gemessene Ausgangsspannung ist proportional zu der optischen Leistung.

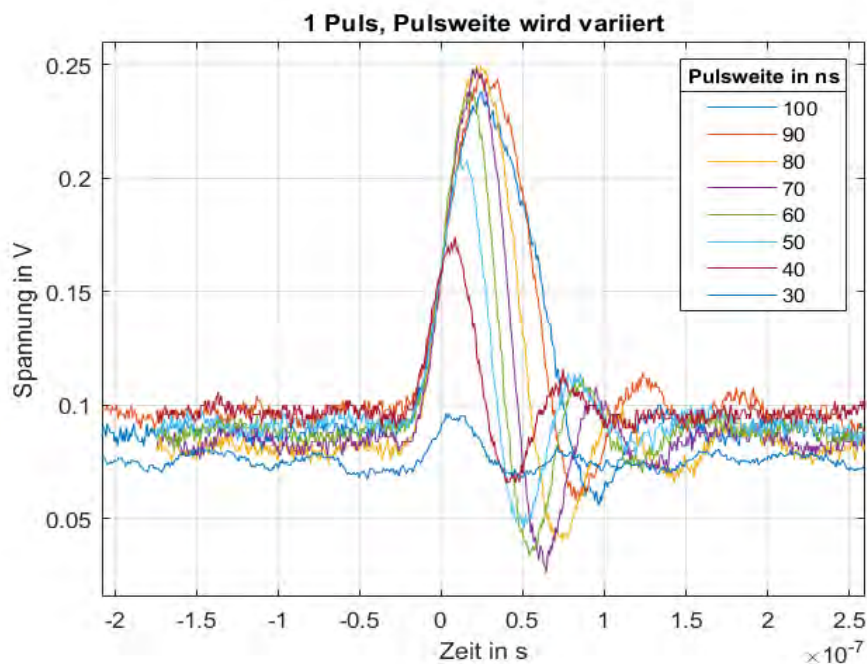


Abbildung 4.1: Ein Puls im Zeitbereich mit verschiedenen Pulsweiten.

Es wird ersichtlich, dass ein DC-Anteil vorliegt. Dieser ist auf Hintergrundstrahlung zurückzuführen. Die geringen Veränderungen des Offsets resultieren aus einem leichten

Temperaturanstieg während der Messung trotz Kühlung des Detektors mit flüssigem Stickstoff.

Zudem wird, wie erwartet, ein breiterer Puls gemessen, wenn die Pulsweite im Lasertreiber um 10 ns erhöht wird. Die Amplitude steigt bei Erhöhung auf 30 bis 60 ns an. Es ist mehr Leistung im System von Lasertreiber bis zum Laser vorhanden. Vermutlich erreicht der Laser mit der vom Treiber eingespeisten Spannung bzw. dem Strom pro Zeiteinheit bei diesen Werten noch nicht den Bereich der maximalen Photonenemittierung.

Die Amplitude steigt ab ca. 70 ns nicht mehr an, da der Kristall des Halbleiters im QCL weiter mit Elektronen angeregt wird, was aber nur noch in Kristallschwingungen und Wärmeentwicklung resultiert und die Photonenemission nicht weiter erhöht. Dies könnte durch ein aktives Kühlelement optimiert werden.

Es gibt ein negatives Überschwingen, was ab einer gewissen Leistung, hier bereits ab 40 ns, auftritt. Dies ist eventuell auf Phasenverschiebungen des Pulses mit einer Dauer im Nanosekunden-Bereich in Leitungen und Bauteilen im Detektor(-Chip) und Oszilloskop zurückzuführen. Die sehr kurze Pulse mit einer gewissen Amplitude werden im Detektor über die Anzahl an Elektronen ausgedrückt und mit Lichtgeschwindigkeit geleitet. Das führt zu einem Rückkoppeln bzw. Schwingen der Elektronen und damit zu einer Phasenverschiebung und Überschwingen der Spannung zum Beispiel in Regelkreisen des Detektors.

Das Rauschen des optischen Signals resultiert aus dem Einwirken von entsprechenden Rauschquellen (vgl. Kapitel 2.5) auf den optischen Sensor. Einen Einfluss auf die elektrische Leistung haben Schrotrauschen von Foto- und Dunkelstrom und thermisches Rauschen sowie Rauschen des eingebauten Verstärkers [17]. Aber bereits die optische Leistung unterliegt Schwankungen durch Hintergrundrauschen.

### 4.1.2 Parameterabhängige Untersuchung der Gesamtleistung

Besonders die gesamte optische Leistung des QCL ist für eine spektroskopische Auswertung von Bedeutung. Bei einer stärkeren Anregung der Moleküle ist ein größeres photoakustisches Signal zu erwarten. Bei gleich bleibendem Rauschen und einem größeren Signal kann dadurch schließlich die Sensitivität des Sensors vergrößert werden.

Die Gesamtleistung kann mit Hilfe eines hoch sensitiven thermalen Laserdetektors (siehe A.1) gemessen werden. Dieser wird in einem fest definierten Abstand zwischen Laser

und akustischem Resonator (vgl. Abbildung 3.1) von 11 cm vom äußeren Laserende bis zum Messkopfeingang platziert. Daraufhin können die Betriebsparameter unabhängig voneinander analysiert werden.

Bei den Messungen mit einer stufenweise erhöhten Pulsanzahl pro QCL-Puls-Block wurde der Pulsabstand nicht verändert und betrug die minimal möglichen  $2\ \mu\text{s}$ . Er resultiert aus der in Tabelle 3.2 aufgeführten, maximalen Wiederholungsrate von 500 kHz für das Lasermodell. Damit ergibt sich mit der in Kapitel 3.2.1 festgelegten Modulationsfrequenz bzw. Zykluszeit von 47,5 kHz ( $21,0526\ \mu\text{s}$ ) und Gleichung 4.2 die maximale Pulsanzahl von fünf Pulsen.

$$\text{Zykluszeit}/2 \geq \text{Pulsabstand} \cdot \text{Pulsanzahl} \quad (4.1)$$

$$\frac{\text{Zykluszeit}}{2 \cdot \text{Pulsabstand}} \geq \text{Pulsanzahl} \quad (4.2)$$

Die Parameterkombination mit der zu erwartenden maximalen optischen Gesamtleistung ist also:

- $2\ \mu\text{s}$  Pulsabstand,
- 100 ns Pulsweite,
- und 5 Pulse innerhalb eines QCL Pulses.

Das Diagramm 4.2 zeigt das Ergebnis der optischen Leistungsmessung abhängig von Pulsbreite und -anzahl gemittelt über eine Sekunde. Es ist erkennbar, dass die Leistung mit Erhöhung der Pulsweite ansteigt. Dabei ist die Steigung selbst davon abhängig, wie viele Pulse der QCL-Puls insgesamt enthält.

Die Standardabweichung  $\sigma$  wurde mit Fehlerbalken eingezeichnet. Sie wird im Bereich von 10-20 ns Pulsweite größer. Dort war die Leistung im  $\mu\text{W}$  Bereich sehr gering, weshalb bedingt durch das Rauschen die Standardabweichung etwas größer ist. Bei 100 ns Pulsweite wird die Standardabweichung für drei, vier und fünf Pulse ebenfalls größer, als für geringere Pulsweiten. Besonders stark ist dieser Effekt bei der maximalen Spezifikation von 5 Pulsen und 100 ns Pulsweite erkennbar. Dort beträgt  $\sigma = 0,113\ \text{mW}$  wohingegen sie bei 5 Pulsen und 90 ns Pulsweite noch bei  $\sigma = 0,003\ \text{mW}$ , also lediglich 2,65 % davon, liegt.

Dieser Effekt ist voraussichtlich auf eine Wärmeentwicklung zurückzuführen. Nachdem der Laser in dieser Spezifikation eine gewisse Zeit emittiert hat, steigt die Temperatur an.



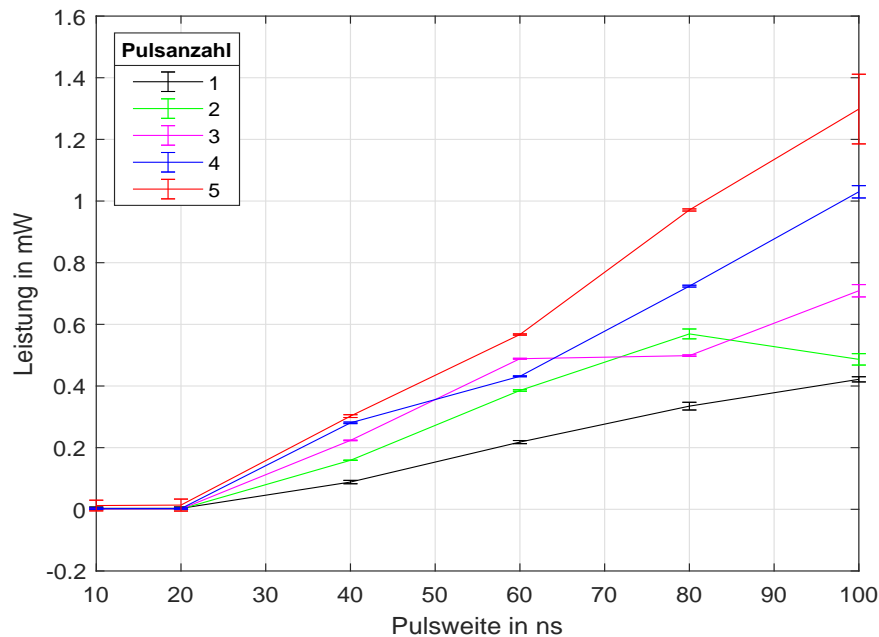


Abbildung 4.2: Optische Gesamtleistung abhängig von der Pulsbreite und -anzahl.

Je wärmer der Laser über die Betriebsdauer wird, desto höher ist die Schwelle zur Photonenemittierung. Die Kristallschwingungen werden immer größer und verlieren Energie durch Stöße, wodurch weniger Photonen ausgesendet werden.

## 4.2 Untersuchung der Temperaturentwicklung

Da eine möglichst große Leistung für eine hohe Sensitivität erzielt werden sollte, sollte der Effekt der Temperaturerhöhung näher untersucht werden. Vorrangiges Ziel ist es, zu erkennen ob ein Betrieb in maximaler Spezifikation möglich ist. Und damit letztendlich die Sensitivität der spektroskopischen Messung durch höhere Leistung vergrößern kann.

Wie im vorherigen Kapitel erläutert, hat eine zu große Temperaturentwicklung voraussichtlich negative Effekte. Und das sowohl auf die gesamte optische Leistung als auch auf deren zeitliche Stabilität.

Das Diagramm 4.3 zeigt die Entwicklung des Stroms in der thermoelektrische Kühlung (TEC) des Lasers sowie die optische Leistung über sieben Minuten. Der TEC Strom im Peltier-Element ist ein Parameter, welcher proportional zur Soll-Kühlung des Laser-Chips

ist, und kann daher zur Einschätzung der schnellen Temperaturentwicklung verwendet werden.

In den ersten zehn Sekunden steigt der TEC Strom schnell stark an, wohingegen die Leistung antiproportional dazu sinkt. Dies weist darauf hin, dass die Wärmeentwicklung in der maximalen Spezifikation zu Beginn sehr hoch ist und ein Teil der vom Lasertreiber bereitgestellten elektrischen Energie die Elektronen im Laserkristall eher zum Schwingen und damit zu Wärmenetwicklung anregen als zu geordneter Photonenemission. Nichtsdestotrotz ist die gesamte optische Leistung auch zum Ende der Aufzeichnung mit 1,34 mW höher, als in jeder anderen Parameter-Kombination (vgl. Abbildung 4.2).

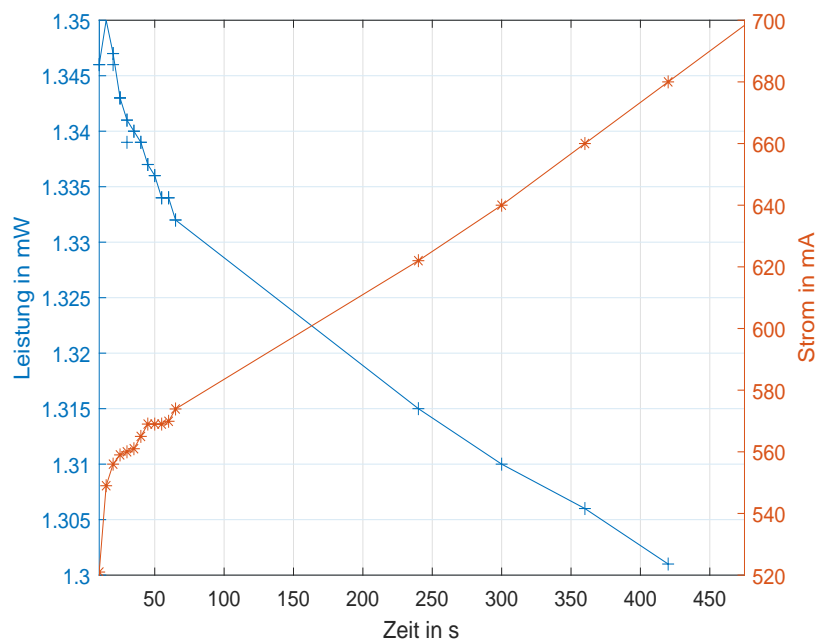


Abbildung 4.3: Optische Leistung und TEC-Strom des Kühlelements über sieben minütige Messung mit maximaler Spezifikation.

Auch bei der Leistung wird ersichtlich, dass selbst bei einem kontinuierlichen Betrieb über sieben Minuten die optische Leistung nicht unter 1,3 mW sinkt. Damit gibt der Laser den höchstmöglichen Betrag der optischen Leistung mit den gegebenen Parametern für die Modulationsfrequenz von 47,5 kHz aus.

Die Entscheidung, welche Betriebsart gewählt werden sollte, ist demnach nur noch von der gewünschten Stabilität abhängig. Diese ist jedoch abhängig von der Temperatur des Lasers und einer Erhöhung während längerer Betriebsdauer.

### 4.3 Konstruktion eines aktiven Kühlsystems

Das entwickelte aktive Kühlelement ist in Abbildung 4.4 dargestellt. Zu sehen ist eine Aluminium-Kühlrippe (*blau*). Diese wurde mithilfe von Wärmeleitpaste auf das TO3 Gehäuse des QCL angebracht und zusätzlich mit sichernden Polyamid-Kabelbindern befestigt. Die Wärmeleitpaste verringert Unebenheiten zwischen Lasergehäuse und Kühlrippe. Zudem besitzt sie eine große Wärmeleitfähigkeit von mehr als  $1,85 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ . Die Paste verringert kleine luftgefüllte Hohlräume und verbessert somit die Wärmeübertragung wesentlich. Auf der Kühlrippe wurde zudem ein Ventilator mit Schrauben befestigt. Dieses aktive Element verbessert zusätzlich die Wärmeableitung aus den Zwischenräumen der Kühlrippe.

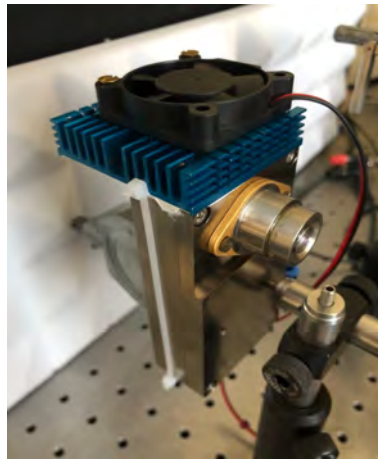


Abbildung 4.4: Lasergehäuse mit Aluminium-Kühlrippe und Ventilator.

### 4.4 Statistische Untersuchung des gekühlten Laserbetriebs

Das Diagramm 4.5 zeigt eine hoch aufgelöste Messung (ein Messpunkt pro Sekunde) der optischen Gesamtleistung über 10 min Betrieb. Die Entfernung des thermalen Sensors betrug erneut 11 cm.

Zunächst fällt auf, dass die optische Leistung in maximaler Spezifikation mit durchschnittlich ca.  $1,553 \text{ mW}$  höher ist als im nicht gekühlten System. Die Kristallschwingungen können vermutlich aufgrund einer geringeren Wärmeentwicklung geordneter ablaufen und somit emittieren prozentual mehr Photonen als durch Kollisionen in Wärme umgewandelt und damit verloren gehen.

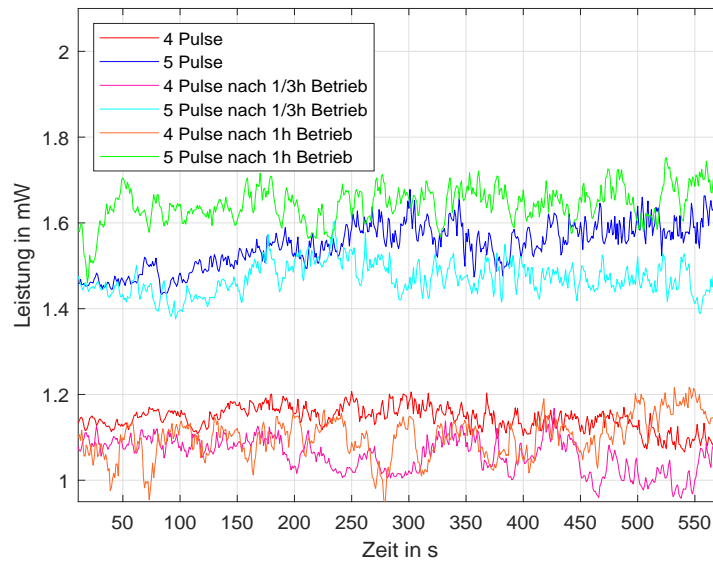


Abbildung 4.5: Leistung des gekühlten Lasers von vier und fünf Pulsen pro QCL-Block mit je 100 ns Pulsweite und 2  $\mu$ s Pulsintervall sowie 47,5 kHz Zykluszeit über 10 min Messung im Vergleich.

Es ist zudem zu sehen, dass beide Graphen grundsätzlichen Amplitudenschwankungen unterliegen. Diese treten sowohl mit Signal als auch ohne auf. Das spricht dafür, dass sie auf Hintergrundrauschen und elektrische Rauschprozesse im Sensor zurückzuführen sind.

Außerdem ist erkennbar, dass die Leistung bei vier im Vergleich zu fünf Pulsen um 0,41 mW geringer ist. Jedoch gibt es einen ansteigenden Trend der Leistung für fünf Pulse von anfänglich 1,45 mW auf 1,60 mW. Dieser Trend konnte wiederholt nachgewiesen werden. Möglicherweise ist er auf einen instabilen Betrieb des TEC-Bauteils zurückzuführen, denn im Vergleich zu den Messungen mit vier Pulsen erreicht der Betrieb bei fünf Pulsen keinen stabilen Zustand des TEC-Stroms. Dies könnte darauf hinweisen, dass die interne Kühlung des Laser-Chips nicht konstant ist. Möglicherweise führt der sich höher einpendelnde TEC-Strom und die entsprechende Kühlung zu einer geringfügig höheren Leistung.

In Cyan und Magenta sind die Graphen gefärbt, welche jeweils zu einem späterem Zeitpunkt gemessen wurden. Diese zeigen einen Offset von bis zu 0,08 mW in der gesamten optischen Leistung nach Dauerbetrieb über bis zu 20 min zwischen den Cyan und Blau, sowie Magenta und Rot gefärbten Messungen.

Die Messung der Laserleistung unterliegt zufälligen Schwankungen. Sie sind demnach Zufallsprozesse, welche statistisch untersucht werden können. Zwei wichtige statistische Eigenschaften sind die Stationarität und Ergodizität. Sie beziehen sich auf den Zusammenhang von Zeit- und Scharmittelwert:

**Stationarität** Bei stationären Prozessen sind alle möglichen Mittelwerte unabhängig von einer Verschiebung aller Beobachtungszeiten um eine beliebige Zeit  $t_0$  [47]. Der Zeitmittelwert  $\bar{I}$  gibt den Mittelwert einer Funktion über einen theoretisch unendlichen Zeitraum an.

**Ergodizität** Stationäre Prozesse, für die alle Scharmittel gleich den entsprechenden Zeitmitteln sind, nennt man ergodische Prozesse [47]. Der Scharmittelwert  $E$  gibt den Mittelwert zwischen theoretisch unendlich vielen Funktionen an der Stelle  $t_0$  an.

Innerhalb einer 10 minütigen Messung liegen die Standardabweichungen jedoch bei geringeren Größenordnungen (vgl. Tabelle 4.1). Die SNR-Werte innerhalb der Messung werden wie folgt über die Standardabweichung  $\sigma$  und den Mittelwert des Signalausschnitts  $\bar{I}_{\text{Signal}}$  berechnet [22]:

$$\text{SNR}_{\text{Laser,intra Meas.}} = \frac{\bar{I}_{\text{Signal}}}{\sigma_{\text{Zeit}}} . \quad (4.3)$$

Die Standardabweichung enthält hier das gesamte Rauschen, also u.a. thermisches Rauschen, Verstärkerrauschen, Schrotrauschen oder optisches Hintergrundrauschen [17].

$$\text{SNR}_{\text{Laser,inter Meas.}} = \frac{E}{\sigma_{\text{Schar}}} . \quad (4.4)$$

Um beurteilen zu können, welche der Konfigurationen mehr Abweichungen beinhaltet, werden die zeitlichen Mittelwerte und Scharmittelwerte mit ihren zugehörigen Standardabweichungen  $\sigma_{\text{Zeit}}$  um den Zeitmittelwert und um den Erwartungswert  $\sigma_{\text{Schar}}$  in Tabelle 4.1 berechnet.

Die in Abbildung 4.5 gezeigten Messwerte sind nicht stationär, da sowohl Zeitmittelwert als auch Scharmittelwert abhängig vom gewählten Zeitpunkt sind. Die Leistungsmessungen innerhalb von 10 min sind auch nicht ergodisch. Es gibt große Abweichungen der jeweils drei Messungen einer Funktionsschar um bis zu  $11,18 \cdot 10^{-5}$  mW bei fünf Pulsen und  $8,861 \cdot 10^{-5}$  mW bei vier Pulsen.

Abbildung 4.6a und 4.6b zeigen die Histogramme der absoluten Häufigkeit der Messwerte in je 100 Balken zusätzlich zu einer geschätzten Dichtefunktion. Es fällt auf, dass die

Tabelle 4.1: Mittelwerte, Standardabweichungen, SNR bei verschiedener Pulsanzahl pro QCL-Block.

Parameter	Zeitpunkt	4 Pulse	5 Pulse
$\bar{I}$ in mW	Start	1,141	1,547
	1/3h	1,058	1,465
	1h	1,101	1,647
$\sigma_{\text{Zeit}}$ in mW	Start	$3,085 \cdot 10^{-2}$	$5,429 \cdot 10^{-2}$
	1/3h	$3,956 \cdot 10^{-2}$	$4,120 \cdot 10^{-2}$
	1h	$4,738 \cdot 10^{-2}$	$4,523 \cdot 10^{-2}$
SNR <sub>intra Meas.</sub>	Start	36,97	28,48
	1/3h	26,75	35,53
	1h	23,23	36,42
E in mW	100 s	$1,107 \cdot 10^{-3}$	$1,531 \cdot 10^{-3}$
	300 s	1,074	1,578
	500 s	1,007	1,634
$\sigma_{\text{Schar}}$ in mW	100 s	$3,163 \cdot 10^{-2}$	$10,30 \cdot 10^{-2}$
	300 s	$7,886 \cdot 10^{-2}$	$8,707 \cdot 10^{-2}$
	500 s	$8,861 \cdot 10^{-2}$	$11,18 \cdot 10^{-2}$
SNR <sub>inter Meas.</sub>	100 s	35,01	14,72
	300 s	13,62	18,13
	500 s	12,12	14,01

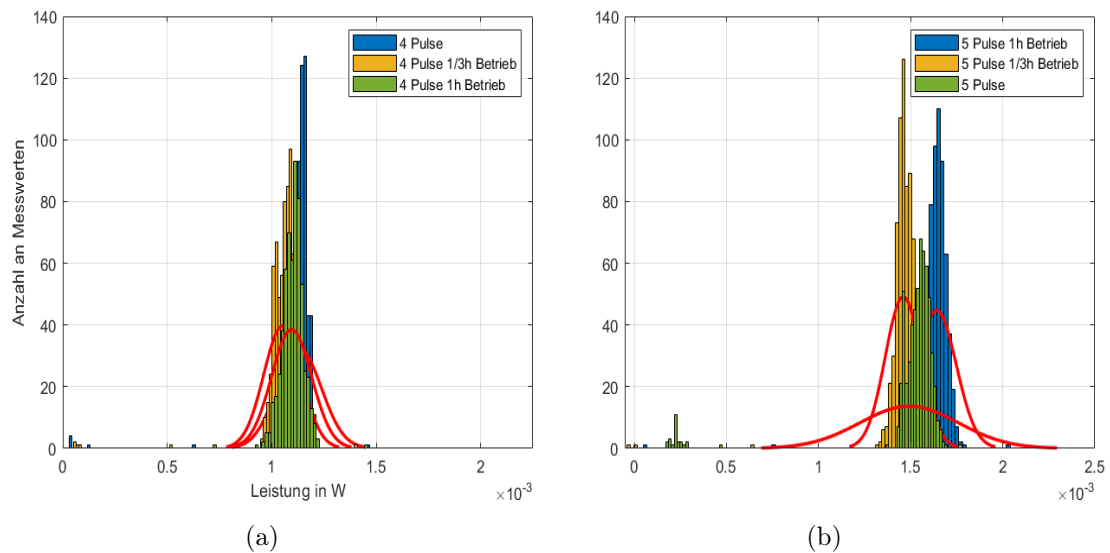


Abbildung 4.6: (a) Histogramm und geschätzter Dichtefunktion von vier Pulsen.  
 (b) Histogramm und geschätzter Dichtefunktion von fünf Pulsen.

Verteilungsfunktionen bei vier Pulsen nach den verschiedenen Zeiträumen des Betriebs eine gleichmäßigere Ausprägung und Mittelpunkt besitzen.

Die Abbildung 4.7 zeigt den Strom des TEC-Elements im Laser. Dies sind die zugehörigen Messungen zu Abbildung 4.5. Zunächst wird ersichtlich, dass der Strom über die 10 minütige Messung zu keinem Zeitpunkt 600 mA übersteigt. Dies war in nicht gekühltem Zustand für fünf Pulse bereits bei ca. 175 s ( $\approx 3$  min) der Fall.

Bei höheren Leistungen und längerer Betriebsdauer wurde ein größerer Strom erwartet, um eine entsprechende Kühlung bei ansteigender Temperatur zu gewährleisten. Die Differenz zwischen dem Startwert und einer Stunde Betrieb ist jedoch gering. Lediglich bei der ersten Messung mit vier Pulsen ist der TEC-Strom um etwa 2% geringer und die zugehörige Leistung etwas höher als der Scharmittelwert (vgl. Abb. 4.5).

Auffällig ist jedoch, dass der Strom bei vier Pulsen nach 500 s (8,3 min) eine Sättigung erreicht und nicht mehr ansteigt. Dies spricht für eine Stabilität im System und dafür, dass der Laser sich nicht weiter erhitzt. Bei fünf Pulsen trat bei den Messungen keine Sättigung ein.

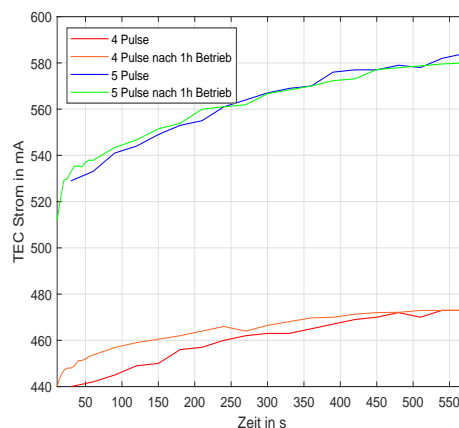


Abbildung 4.7: TEC Strom der zu Abbildung 4.5 zugehörigen Messungen.

Aufgrund der höheren Standardabweichung bei fünf Pulsen innerhalb einer Messung, eines ähnlichen  $\text{SNR}_{\text{intra.Meas.}}$  und vor allem wegen des stabilen TEC-Stroms bei vier Pulsen werden für die optimierten, photoakustischen Messungen vier Pulse gewählt. Die Gefahr eines Leistungsverlusts zwischen zwei Messungen an verschiedenen Zeitpunkten oder einer Erhitzung des gesamten Systems ist bei maximaler Spezifikation mit fünf Pulsen größer.

## 5 MEMS-Mikrofon-Vergleich

In diesem Kapitel werden verschiedene MEMS-Mikrofone in Betrieb genommen, um ihre wichtigsten Merkmale zu vergleichen. Dazu gehören zunächst die in Kapitel 2.4 vorgestellten Kenngrößen. Die beiden wichtigsten Vergleichsparameter sind das SNR und die Übertragungsfunktion sowie die Sensitivität bei der Ziel-Modulationsfrequenz.

### 5.1 Hardware

Zunächst werden die entworfenen Schaltungen und mikroelektronischen Bauteile sowie Breakout-Boards vorgestellt.

#### 5.1.1 Breakout-Boards

In der technischen Zeichnung 5.1 ist die entworfene Platine für eines der MEMS Mikrofone exemplarisch abgebildet. Um möglichst kleine Abmessungen und eine größere Flexibilität bezüglich der nachgeschalteten Bauteile zu erhalten, wurden die Kontakte der mikroelektronischen Mikrofone nach außen geführt. Nur ein Abblock-Kondensator (C1) mit  $1\ \mu\text{F}$  ist auf der Platine vorgesehen, um eventuelle Schwankungen der Betriebsspannung und Rauschen zu verringern. Die Boards für die weiteren MEMS-Mikrofone ähneln sich im Aufbau stark, weshalb sie dem Anhang A.1 zu entnehmen sind.

#### 5.1.2 Single-Ended und differentieller Betrieb

Die analogen Mikrofone können im Single-Ended Modus sowie differentiell betrieben werden. Laut Tabelle A.1 gibt es vor allem Unterschiede in der Sensitivität als auch im SNR. Bei den beiden analogen MEMS Mikrofonen von Knowles ist die Sensitivität



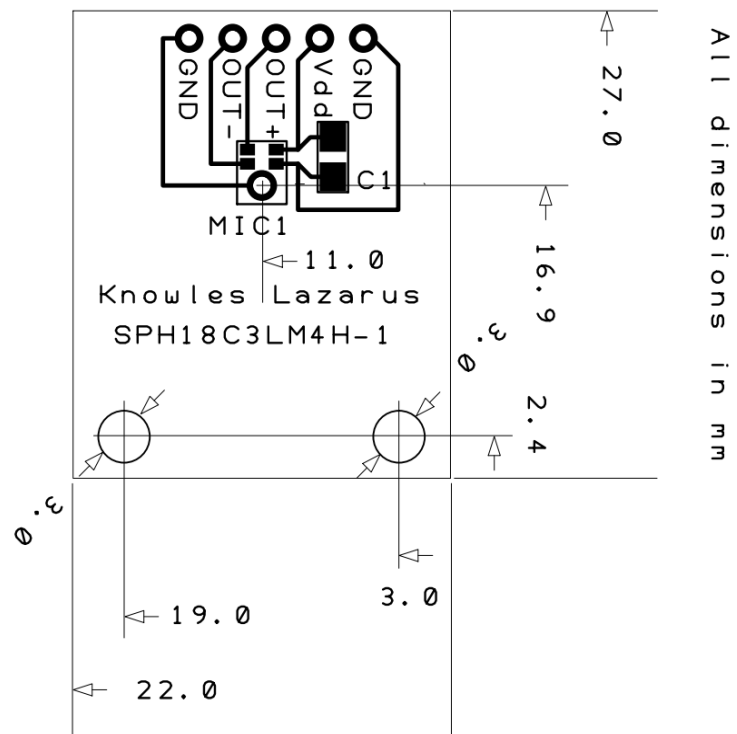


Abbildung 5.1: Breakout-Board für das Lazarus Mikrofon.

im differentiellen Betrieb um 6 dB größer, als im Single-Ended Betrieb. Das ICS40740 Mikrofon ist ausschließlich für den differentiellen Betrieb vorgesehen.

### 5.1.3 Schaltungsentwurf des Differenzverstärkers

Um einen differentiellen Betrieb zu ermöglichen, ist der richtige Anschluss des positiven und negativen Mikrofonausgangs notwendig. Diese verpolten Eingänge werden vom Differenzverstärker subtrahiert, sodass das Signal verdoppelt wird. Gleichzeitig treten elektrische Störungen auf beiden Leitungen gleich auf und werden somit herausgerechnet.

Abbildung 5.2 zeigt die Pin-Belegung des verwendeten Differenzverstärkers von Burr-Brown. Es wird ersichtlich, dass die Eingangssignale  $I^-$  und  $I^+$  zugeführt werden und nur ein Output-Signal existiert. Der Begriff „Verstärker“ ist in diesem Fall irreführend, da das Bauteil eine Verstärkung bzw. einen Gain 1 besitzt.

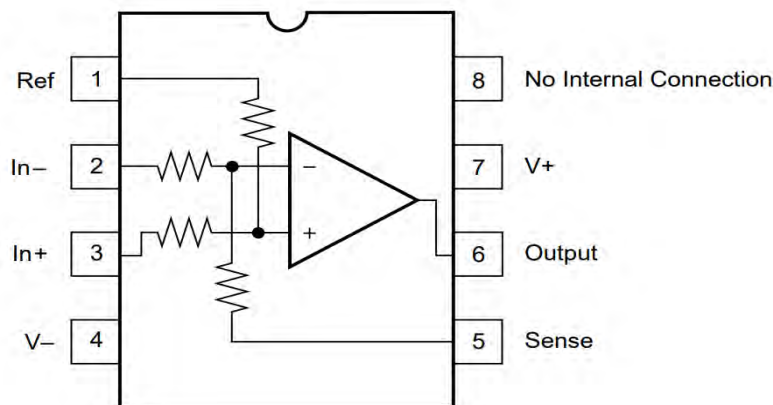


Abbildung 5.2: Pin-Belegung des Differenzverstärkers INA105 [8].

Abbildung 5.3a zeigt die Schaltung, welche für den Betrieb des Differenzverstärkers entworfen wurde. Sie entspricht den Empfehlungen des Herstellers. In Teilabbildung 5.3b ist der Boardentwurf zu sehen, welcher die tatsächliche Umsetzung maßstabsgetreu abbildet. Die Leitungen verlaufen unterhalb des Boards und bestehen aus versilbertem Kupfer. Letztlich ist der differentielle Betrieb im Vergleich zum Single-Ended Modus insgesamt von Vorteil, da die Resistenz vor Störungen hoch ist sowie der Dynamikbereich vergrößert [20].

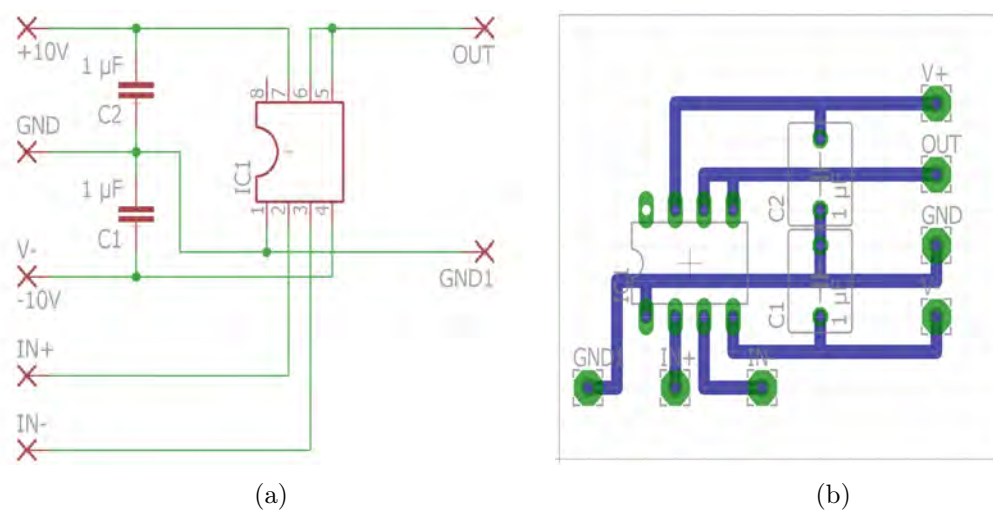


Abbildung 5.3: (a) Blockschaltbild und (b) Boardentwurf aus Eagle.

### 5.1.4 Vergleich der Kenngrößen

Zunächst werden die laut Datenblatt gegebenen Kenngrößen der Mikrofone (vgl. Kapitel 2.4.2) verglichen. Abbildung 5.4 zeigt den Dynamikbereich und das SNR sowie die Sensitivität des bisherigen digitalen Mikrofons SPH06 im Vergleich mit dem IMD120.

Es wird ersichtlich, dass die Mikrofone zwar die gleiche Sensitivität besitzen. Das IMD120 hat jedoch einen größeren SNR von 69 dB FS anstatt 64,3 dB FS beim SPH06. Dadurch ist der Dynamikbereich größer und der Equivalent input noise (EIN) kleiner. Es können somit mit dem IMD120 kleinere Schalldrücke gemessen werden. Dies ist für die photoakustische Messung essentiell.

Abbildung 5.5a (links) zeigt das SNR und den Dynamikbereich der analogen Mikrofone in dBV im Vergleich. Es wird ersichtlich, dass die Mikrofone alle ca. die gleiche Sensitivität besitzen. Das ICS hat mit 37,5 dBV im Vergleich zu den anderen mit 38 dBV Sensitivität einen geringfügig besseren Wert. Dafür besitzen die restlichen Mikrofone ein größeres SNR. Das größte „klassische“ SNR (bestimmt bei 1 kHz) hat das IM73 mit 73 dB.

Die Mikrofone mit einem größeren SNR haben auch einen größeren Dynamikbereich (siehe Abbildung 5.5b). Erkennbar wird zudem, dass der differentielle Betrieb im Vergleich zum Single-Ended bei allen Mikrofonen, bis auf das Ellen-Mikrofon, eine vergrößertes SNR und Dynamikbereich bewirkt.

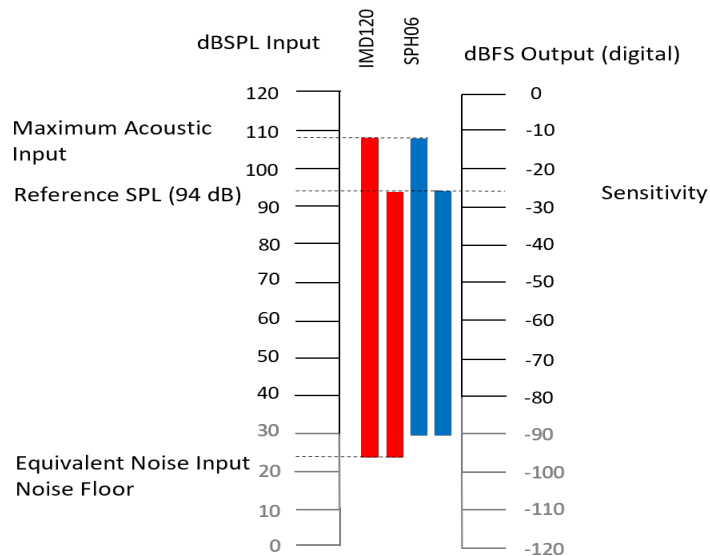


Abbildung 5.4: SNR (S–EIN) und Dynamikbereich (AOP–EIN) für digitale Mikrofone im Vergleich.

Zu beachten ist jedoch, dass bei den Mikrofonen von Knowles (Ellen, Lazarus) zudem ein SNR für 19 kHz angegeben wird. Wird dieser Wert zur Beurteilung herangezogen, ist das Mikrofon Lazarus mit 80 dB SNR führend, gefolgt vom Ellen mit 76 dB SNR. Gerade für die photoakustische Anwendung kann ein großes SNR im hochfrequenten Bereich von besonderem Vorteil sein.

## 5.2 Messaufbau

In Abbildung 5.6 ist der Aufbau für die Vergleiche zwischen den verschiedenen Mikrofonen gezeigt. Wichtig für die Reproduzierbarkeit ist hier vor allem eine wiederholbare Positionierung der Breakout-Boards. Dies wurde mit einem im Messtisch verschraubten Mikrofonhalter realisiert, in den die Boards eingespannt werden. Der Mikrofonöffnung befindet sich daher für alle Mikrofone an derselben Stelle im Schallfeld. Um akustisches Hintergrundrauschen zu verringern, wurden poröse Schallabsorber an den Seiten befestigt.

Abbildung 5.7 zeigt die Leitungen und den Verlauf des Datensignals für die Mikrofon-Messungen. Das Eingangssignal wird durch ein Matlab-Skript am PC erzeugt und mit

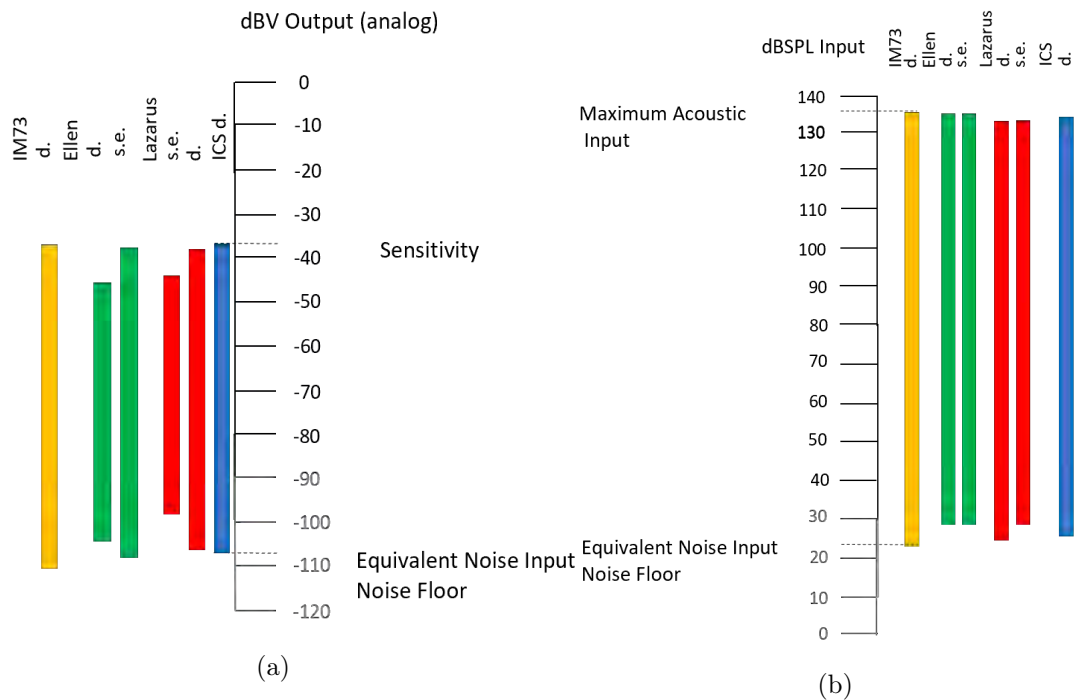


Abbildung 5.5: (a) SNR (S–EIN) der analogen MEMS-Mikrofone bei 1 kHz single-ended (s.e.) und differentiell (d.) im Vergleich.  
 (b) Dynamikbereiche (AOP–EIN) der betriebenen MEMS-Mikrofone im Vergleich.

Standard Commands for Programmable Instruments (SCPI)-Befehlen an den Agilent-Funktionsgenerator gegeben. Dieser erzeugt die Eingangsspannung  $u(t)$  für den Ultraschall-Lautsprecher von Kemo. Der erzeugte Schalldruck  $p(t)$  wird daraufhin von dem MEMS-Mikrofon aufgenommen und an den Differenzverstärker weitergeleitet. Das Ergebnis ist die Ausgangsspannung  $s(t)$ , welche vom Picoscope aufgenommen wird. Gleichzeitig gibt es eine mögliche direkte Verbindung (blau gestrichelt) der Eingangsspannung des Funktionsgenerators zum Picoscope auf dessen zweiten Kanal. Diese wird später für die Übertragungsfunktionsmessungen verwendet.

Die Anforderungen, welche an die Bedingungen für die Messungen gestellt wurden, sind die Folgenden:

**Schalldruckpegel (Variation von  $L_p = 70$  bis 93 dB SPL)** Erzeugung eines relativ hohen Schalldruckpegels, um den 94 dB eines Schallpegelkalibrators, welche zur Bestimmung der Sensitivität verwendet werden, nahe zu kommen. Daneben verbessert

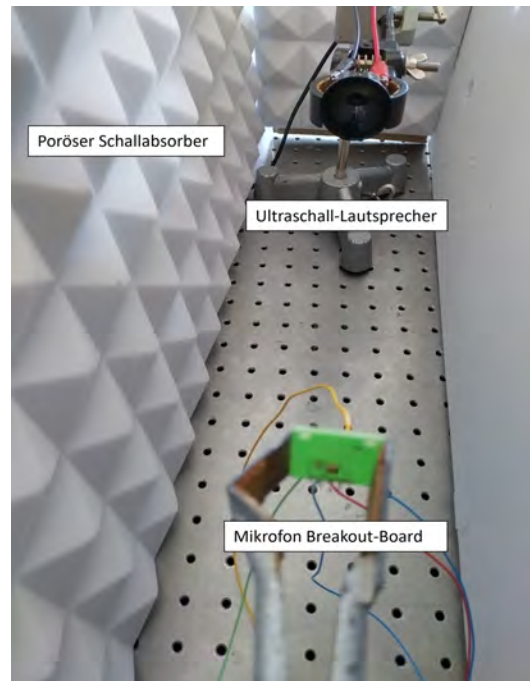


Abbildung 5.6: Mechanischer Messaufbau mit MEMS-Mikrofon-Board und Ultraschall-Lautsprecher.

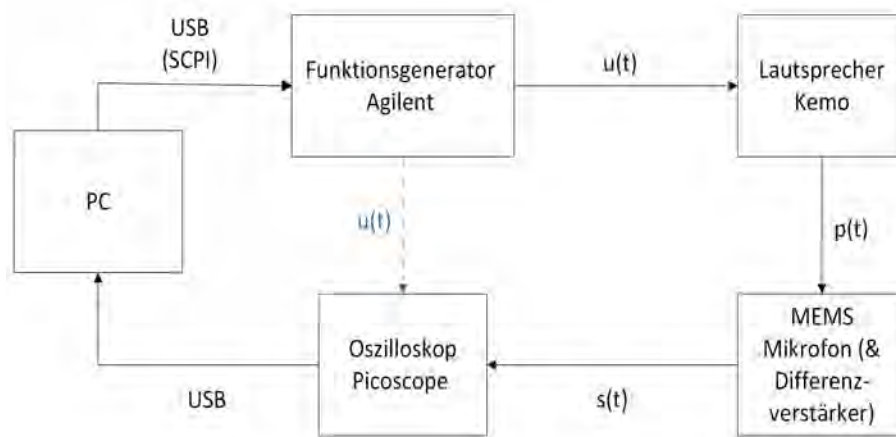


Abbildung 5.7: Blockschaltbild der Mikrofon-Messungen (vgl. für Hardware-Komponenten mit A.1).

ein größerer Pegel bei gleichbleibendem Rauschen das SNR und somit die Genauigkeit der Messung. Es sollte jedoch darauf geachtet werden, dass der Lautsprecher bei besonders hohen Pegeln Nichtlinearitäten erzeugen kann, welche zu Effekten führen können, die nicht exakt wiederholbar sind. Die maximale Nennspannung für den verwendeten Lautsprecher lag bei  $6 V_{pp}$ . Mit der im Datenblatt angegebenen Sensitivität lag der effektive Pegel bei 40 kHz bei 70 dB SPL und bei 53 kHz bei 94 dB SPL. Die folgende Berechnung mithilfe des Lazarus Mikrofons führte zu dem Ergebnis:

$$S(1 \text{ kHz}) = -38 \text{ dBV/Pa},$$

$$S(40 \text{ kHz}) = -38,00 \text{ dBV/Pa} + 20,00 \text{ dBV/Pa} = -18,00 \text{ dBV/Pa},$$

$$S(53 \text{ kHz}) = -38,00 \text{ dBV/Pa} + 4,50 \text{ dBV/Pa} = -33,50 \text{ dBV/Pa}.$$

Die Ergebnisse der Signal-Spannung während der Messung zeigten:

$$V_{\text{eff}}(40 \text{ kHz}) = 889,33 \text{ mV} = -1.0187 \text{ dBV},$$

$$L_p(40 \text{ kHz}) = \frac{-1,0187 \text{ dBV}}{-18,00 \text{ dBV/Pa}} = 0,1232 \text{ Pa} = 70 \text{ dB SPL}.$$

Die niedrigste Ausgangsspannung war bei 53 kHz gegeben. Dies entspricht jedoch auch der niedrigsten angegebenen Sensitivität für das Mikrofon im Frequenzbereich von 40 bis 60 kHz:

$$V_{\text{eff}}(53 \text{ kHz}) = 37,93 \text{ mV} = -28,4195 \text{ dBV},$$

$$L_p(53 \text{ kHz}) = \frac{-28,42 \text{ dBV}}{-33,50 \text{ dBV/Pa}} = 0,8483 \text{ Pa} = 93 \text{ dB SPL}.$$

**Wiederholbare Messbedingungen** Um vergleichbare Ergebnisse zwischen den verschiedenen Mikrofonen zu schaffen, wurden die gleichen Bedingungen bezüglich der folgenden Punkte angestrebt:

- Positionierung des Mikrofon-Ports im Schallfeld,
- Positionierung des Lautsprechers,
- Bedingungen für das Hintergrundrauschen: geschlossene Fenster und Türen, keine Gespräche im Hintergrund, kein Betrieb zusätzlicher Geräte,
- Temperatur und Luftfeuchte im Raum: durchschnittlich 23 °C und 50% rel. Luftfeuchte.

## 5.3 Messmethoden

In diesem Abschnitt werden zunächst die Methoden zur Messung der Übertragungsfunktionen und des frequenzabhängigen SNR vorgestellt. Die Bestimmung der Übertragungsfunktionen wird mithilfe von aufgezeichneten Sweeps durchgeführt, welche über die akustische Übertragungstrecke (Lautsprecher und Mikrofon) modifiziert wurden. Es wird das Ausgangssignal des Funktionsgenerators mit der Last eines Hochfrequenzlautsprechers als Referenzsignal zurückgeführt und als Eingangssignal verwendet (vgl. Kapitel 2.5.2). Das SNR wird frequenzabhängig jeweils als Abstand von abgespielten, hochfrequenten Sinustönen zum Rauschen berechnet.

### 5.3.1 Übertragungsfunktionsmessung mit Sweeps

Zunächst wird das Verfahren mathematisch beschrieben und erläutert. Anschließend wird die in dieser Arbeit verwendete Berechnungsvorschrift vorgestellt.

#### Theorie der Signalgenerierung

Bei Sweep-Signalen wird ein Sinuston über einen definierten Zeitraum über die Frequenz streng monoton steigend oder streng monoton fallend variiert. Dabei werden üblicherweise exponentiell ansteigende Sweeps verwendet. Der Vorteil ist dabei, dass die meisten akustischen Störgeräusche auch im tieffrequenten Bereich liegen, welche durch passive Maßnahmen schwer zu dämpfen sind. Dort besitzt der Sweep aufgrund des exponentiellen Frequenz-Anstiegs mehr Energie. Die Signalgenerierung des Sweeps im Agilent Funktionsgenerator ist vergleichbar mit der Signalgenerierung von Novak *et.al* [2]

$$u(t) = \sin \left[ 2\pi f_1 L \cdot \exp \left( \frac{t}{L} \right) \right]. \quad (5.1)$$

Der Parameter  $L$  ist abhängig von der zeitlichen Länge des Sweep Signals  $\hat{T}$  und dem zu durchlaufenden Frequenzbereich von  $f_1$  bis  $f_2$

$$L = \frac{1}{f_1} \cdot \left[ \frac{\hat{T} f_1}{\ln(f_2/f_1)} \right]. \quad (5.2)$$



Der Sweep wird daraufhin zeitlich invertiert und mit dem gemessenen Eingangssignal gefaltet. Wird dieses Verfahren am Referenz-Signal  $u(t)$  getestet, so entsteht eine nahezu frequenzunabhängige, konstante Übertragungsfunktion, die alle Frequenzen des Eingangssignals gleichermaßen enthält.

Wird das gemessene Signal  $s(t)$  verwendet, entsteht eine Übertragungsfunktion zwischen digitalem Input- und dem aufgenommenen Outputsignal, welches demnach von der akustischen Übertragungsstrecke, also der Luftschallausbreitung zwischen Lautsprecher und Mikrofon, abhängt. Idealerweise ist das Schallfeld bei allen im Verlauf vermessenen Mikrofonen identisch.

Die zu jedem Zeitpunkt enthaltenen Sinusfrequenzen werden mit der jeweilig zugehörigen inversen Gruppenlaufzeit gefaltet, weshalb diese Komponenten durch die sogenannte Entfaltung zu einem Dirac-Impuls werden. Sind jedoch höhere Harmonische im Signal enthalten, treten diese mit einer geringeren Gruppenlaufzeit auf und kommen somit im entfalteten Signal zeitlich vor dem Dirac-Impuls vor [37]. Dies ist in Abbildung 5.8 dargestellt. Das inverse Signal für die Entfaltung  $\tilde{x}$  ergibt aus dem Eingangssignal  $x$  wie folgt [3]:

$$\tilde{x}(t) = \frac{f_1}{L} \exp\left(-\frac{t}{L}\right) x(-t). \quad (5.3)$$

$$s(t) * \tilde{x}(t) = \sum_{m=1}^{\infty} h_m(t + \Delta t_m) = \mathcal{F}^{-1}[\mathcal{F}\{s(t)\} \cdot \mathcal{F}\{\tilde{x}(t)\}] \quad (5.4)$$

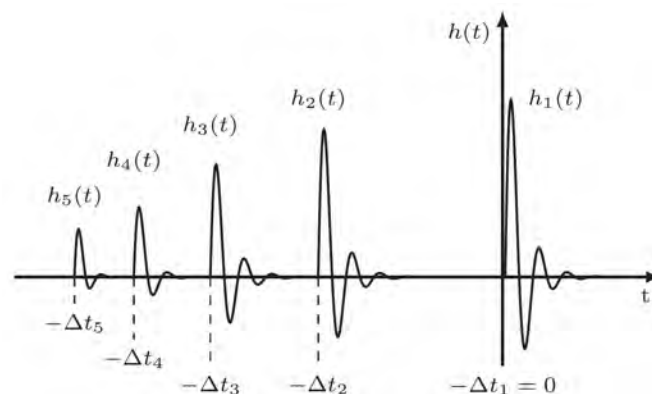


Abbildung 5.8: Impulse dargestellt im Zeitbereich nach der Entfaltung des Signals (entnommen aus [2]).

Im Zeitbereich ergeben sich daraufhin die im Signal enthaltenen Anteile in Form von Impulsantworten. Die Übertragungsfunktion und die zugehörige Impulsantwort des gemessenen Signals  $s(t)$  wird somit von ihren Oberschwingungen  $h_m$  mit  $m \geq 2$  getrennt.

Um diese Anteile getrennt zu analysieren, werden sie im Zeitbereich ausgeschnitten. Dazu wird zunächst das Maximum der Entfaltung  $h_1$  gesucht. Die nichtlinearen Anteile bzw. Oberschwingungen entstehen nach [2] an den zeitlichen Verzögerungen  $t_n$ :

$$\Delta t_n = L \cdot \ln(n). \quad (5.5)$$

Somit kann der erste Impuls  $h_1$ , welcher dem Zeitbereich der Grundübertragungsfunktion  $Hm_1$  entspricht, und die weiteren harmonischen Oberschwingungen über zeitliches Fenster mit Hilfe einer Gauß-Funktion ausgeschnitten werden. Daraufhin werden jeweils die Übertragungsfunktionen der zugehörigen linearen Filter  $G_m$  berechnet. Diese ergeben sich für die ersten drei Harmonischen [3]:

$$\begin{pmatrix} G_1(f) \\ G_2(f) \\ G_3(f) \end{pmatrix} = (A^T)^{-1} \begin{pmatrix} Hm_1(f) \\ Hm_2(f) \\ Hm_3(f) \end{pmatrix}. \quad (5.6)$$

Die Matrix  $\mathbf{A}$  enthält die Umrechnung zwischen den Harmonischen  $l$ -ter Ordnung  $\sin(xl)$  und der  $l$ -ten Potenz des harmonischen Eingangssignals  $\sin(x)^l$  mit  $l \in \mathbb{N}$ . Die Matrix ist somit ein Skalierungsfaktor beim Zusammenhang zwischen den höheren Harmonischen. Denn nach den bekannten Additionstheoremen würden ansonsten bei höheren harmonischen Signalen  $\sin(xl)$  mit  $l \in \mathbb{N} \geq 2$  auch die jeweils niedrigeren Harmonischen zum Betrag der Übertragungsfunktion zu einem bestimmten Anteil beitragen.

### Berechnungsvorschrift

Die Abbildung 5.7 zeigt den Aufbau der Übertragungsfunktionsmessungen. Der gestrichelte Pfeil (blau) wird hier relevant. Er stellt den Referenzkanal bzw. den Eingang für die Berechnung der Übertragungsfunktion dar. Durch den relativen Bezug zum Referenzkanal ergibt sich die gesuchte Übertragungsfunktion aus den Übertragungseigenschaften des Lautsprechers und des Mikrofons. Nur die Signale  $p(t)$  und  $s(t)$  werden als entsprechende Faktoren für die Eigenschaften des Übertragungsweges „gewertet“.

Das mathematisch beschriebene Vorgehen wird für die Aufnahme des Signals sowohl im Referenz-Kanal  $u(t)$  als auch in dem Kanal der akustischen Aufnahme  $s(t)$  genutzt. Dieses Vorgehen wird fünf Mal wiederholt und die Übertragungsfunktionen anschließend gemittelt.

$$H_{\text{sweep}}(f) = 20 \log_{10} \left( \frac{|G_m(s(t))|}{|G_m(u(t))|} \right) \quad (5.7)$$

### 5.3.2 Signal-Rausch-Verhältnis (SNR)

Die Berechnung orientiert sich an der gewöhnlichen Definition für das SNR in Kapitel 2.4.2. Es beschreibt das Verhältnis zwischen der Leistung bzw. dem Effektivwert des Signals zu dem des Grundrauschens.

$$\text{SNR} = 10 \log \left( \frac{P_{\text{Signal}}}{P_{\text{Noise}}} \right) = 20 \log \left( \frac{u_{\text{eff, Signal}}}{u_{\text{eff, Noise}}} \right). \quad (5.8)$$

Das Rauschen enthält, ähnlich wie bei der Definition des SNR eines Lasers, verschiedene Rauschquellen, die an der Messung beteiligt sind. Dazu gehören elektronisches Rauschen des MEMS-Mikrofons, elektrostatisches Rauschen und Quantisierungsrauschen. Auch Umgebungsrauschen wird mit aufgezeichnet. Dieses gehört zu realistischen Messbedingungen bei der Spektroskopie letztlich dazu. Es wurde jedoch im Vergleich zwischen den Mikrofonen möglichst in identischen Größenordnung gehalten (vgl. Kapitel 5.2).

Zur experimentellen Bestimmung des SNR werden jeweils 5,5 s lange Sinustöne  $P_{\text{Signal}}$  von 40 bis 60 kHz in einer Schrittgröße von 250 Hz mit dem Hochfrequenzlautsprecher ausgegeben. Der dafür verwendete Messaufbau ist in Abbildung 5.6 dargestellt. Das dazugehörige Blockschaltbild in Abbildung 5.7 zeigt den Signalablauf. Der Referenz-Kanal wird für die SNR Messungen nicht benötigt. Darstellung 5.9 zeigt die Spektren einer auf diese Weise aufgezeichneten und ausgewerteten Messung. Die einzelnen Sinus-Frequenzen im Abstand von 250 Hz sind gut erkennbar.

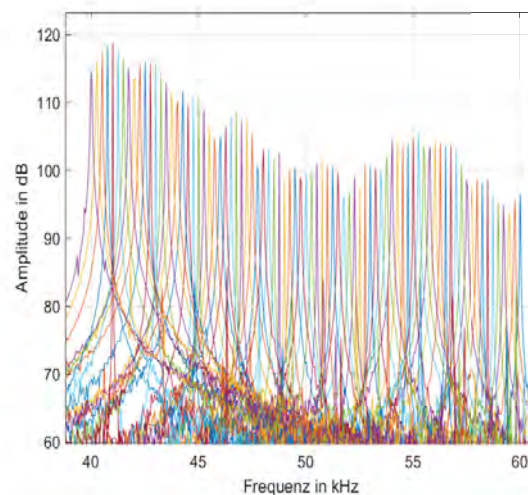


Abbildung 5.9: Spektrum einer beispielhaften SNR-Messung (Ellen Single-Ended).

Ausgehend von dem Pegel des gemessenen akustischen Signals wird schwellenbasiert das Signal vom Umgebungsrauschen getrennt. Mit der bekannten Dauer eines Sinustons wird daraufhin das zeitliche Zentrum berechnet. Der Root Mean Square (RMS)-Wert, auch Effektivwert, einer Sinusfrequenz wurde in einem Bereich von der halben Signaldauer um das zeitliche Zentrum bestimmt.

Nach dem schwellenbasierten Extrahieren des Hintergrundrauschens und des Signalausschnitts wird ein digitaler Bandpass-Filter mit 20 kHz Bandbreite (40 bis 60 kHz) angewendet. Dessen Übertragungsfunktion ist in Abbildung 5.10 dargestellt. Auch bei den Spezifikationen der Mikrofonhersteller wird das SNR meist mit 20 kHz Bandbreite bestimmt. Allerdings unterscheidet sich die Definition hier deutlich, da für die Anwendung der Ultraschall-Bereich relevant ist. Die Herstellerangaben beziehen sich demgegenüber auf den tieffrequenten Bereich bis 20 kHz.

Die digitalen Mikrofone nehmen eine besondere Rolle ein, denn sie benötigen eine Demodulation. Das Datensignal liegt im Falle des bisherigen Mikrofons SPH06 und des neuen digitalen Mikrofons IMD120 in Pulse Density Modulation (PDM)-modulierter Form vor. Das Datensignal des bisherigen Mikrofons wurde mithilfe des analogen Tiefpasses (vgl. Kapitel 3.1.2) demoduliert und daraufhin wie die analogen Ausgangssignale aufgenommen.

Für das IMD120 erfüllt der digitale Filter in 5.10 zwei Zwecke: zum einen die Demodulation des PDM-modulierten Datensignals und zum anderen die Bandbegrenzung, welche für die SNR-Berechnung durchgeführt wird. Auch die Bandbegrenzung der analogen Mikrofone wurde mit demselben Filter durchgeführt.

## 5.4 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden sechs MEMS-Mikrofone miteinander verglichen. Deren Kurzbezeichnungen lauten in dieser Arbeit:

- bisheriges: SPH06 (Knowles),
- IMD120 (Knowles),
- Lazarus (Knowles),
- Ellen (Knowles),
- ICS40740 (InvenSense),
- IM73 (Infineon).

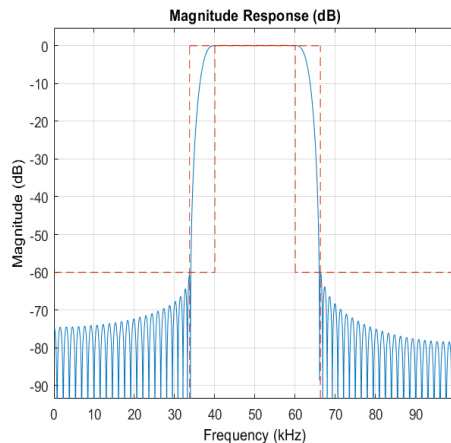


Abbildung 5.10: Übertragungsfunktion des Bandpasses.

Parameter	Wert
Koeff.anzahl	129
Impulsantwort	FIR
Fenster	Kaiser
$f_{pass,u}$	40 kHz
$f_{pass,o}$	60 kHz
$f_{stop,u}$	30,37 kHz
$f_{stop,o}$	60,63 kHz
$G_{stop}$	-60 dB

Tabelle 5.1: Eigenschaften des verwendeten Bandpass-Filters.

Zunächst werden die gemessenen Übertragungsfunktionen analysiert. Daraufhin wird das SNR als wichtiger Parameter für die photoakustischen Messungen dargestellt.

#### 5.4.1 Übertragungsfunktionen

Aufgrund der Frequenzabhängigkeit der Sensitivität ist die Bestimmung der Übertragungsfunktionen der Mikrofone sinnvoll.

In den Abbildungen 5.11, 5.12, 5.13 und 5.14a sowie 5.14b sind die Ergebnisse der Übertragungsfunktionen der MEMS-Mikrofone dargestellt. Die grundlegende Übertragungsfunktion ohne Einfluss der höheren Harmonischen ist jeweils in blau, die erste Harmonische in rot und die zweite Harmonische in gelb dargestellt. Schwarz gestrichelt markiert ist die Resonanzfrequenz der Messzelle bei 47,5 kHz. Ein Wert von 0 dB würde bedeuten, dass  $u(t)$  und  $s(t)$  den gleichen Betrag haben. Je näher der Graph der Übertragungsfunktion an 0 dB liegt, desto größer ist das Spannungssignal des Mikrofans  $s(t)$  hinter dem Differenzverstärker. Dies würde für eine höhere Sensitivität in dem jeweiligen Frequenzbereich sprechen.

Die Übertragungsfunktion des Mikrofans IM73 besitzt bei ca. 28,5 kHz seine Resonanz, dies entspricht ungefähr den im Datenblatt angegebenen 30 kHz. Ab 52 kHz steigt sie jedoch an auf bis zu -25 dB bei 63,65 kHz. Während die erste Resonanz vor allem auf die Eigenschaften der Membran, der Mikrofonöffnung und des Volumens vor der Membran

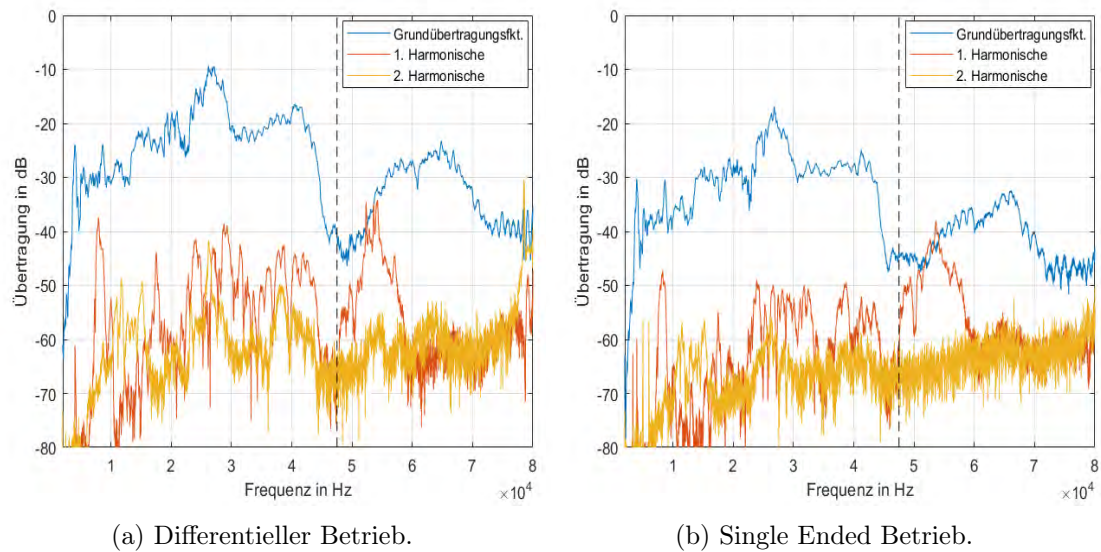


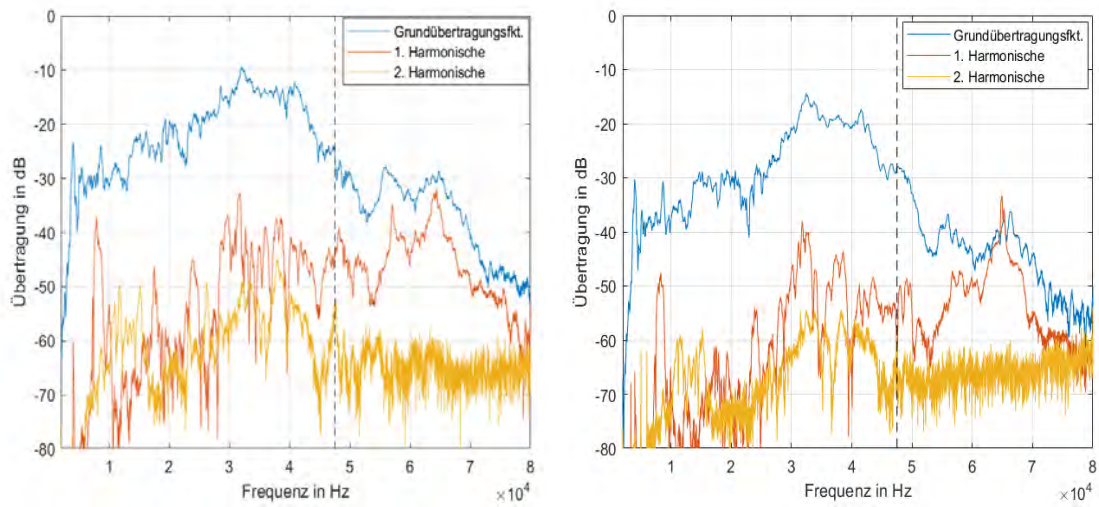
Abbildung 5.11: Übertragungsfunktion des IM73A135V01 MEMS Mikrofons.

zurückzuführen ist, gibt es bei MEMS-Mikrofonen oft eine zweite Resonanz deutlich über 30 kHz, die auf Effekten der Gegenelektrode und des Volumens hinter der Gegenelektrode basiert [19].

Der Übertragung des Lazarus Mikrofons zeigt ebenfalls einen Resonanzbereich um 35 kHz von bis bis zu -10 dB, dieser wird auch im Datenblatt angegeben. Besonders wichtig ist hierbei, dass der Gain der Übertragung bei 47,5 kHz noch nicht so weit gesunken ist wie bei dem IM73 und noch bei knapp 25 dB liegt.

Die Übertragungsfunktion des Ellen-Mikrofons hat um die 40 kHz eine etwas breitere Überhöhung mit einem Spitzenwert von -12,5 dB. Auch laut Datenblatt besitzt das Mikrofon in diesem Frequenzbereich seine mechanische Resonanz. Danach fällt die Übertragungsfunktion kontinuierlich ab, mit Ausnahme zweier erneuter Anstiege bei 55 kHz und 63,2 kHz auf -27 dB.

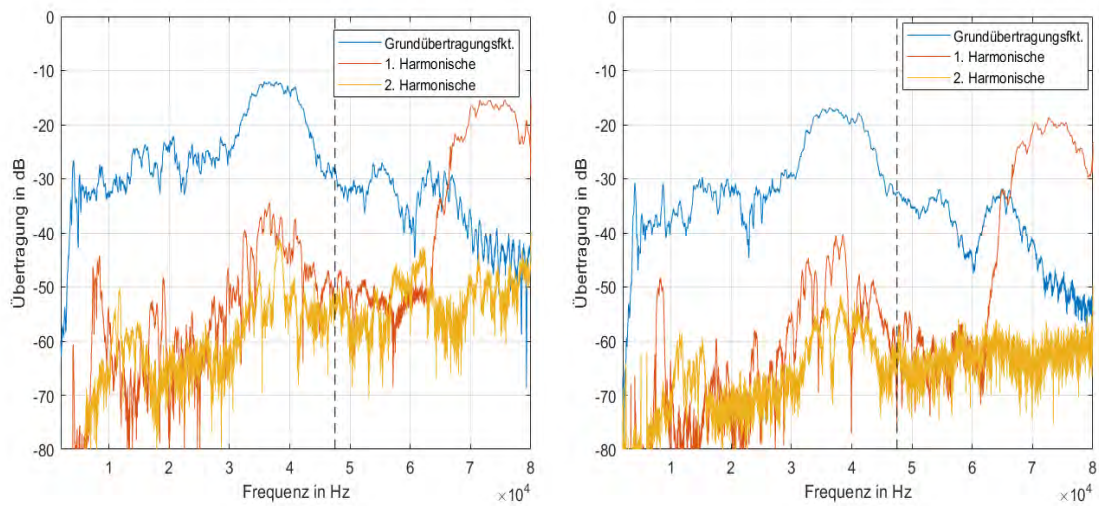
Die Übertragungsfunktion des bisherigen Mikrofons in Darstellung 5.14b zeigt, dass die Sensitivität bei 47 kHz mit -18,47 dB zwar relativ groß ist, jedoch besitzt der rote Graph der ersten Harmonischen an dieser Stelle bereits einen Wert von -18,36 dB. Demnach ist der Anteil höherer Harmonischer und damit der Klirrfaktor groß. Es kann bei dieser Frequenz nicht mehr von einem linearen Übertragungsverhalten gesprochen werden. Auch im Frequenzbereich darunter ist der Abstand zwischen der Grundübertragungsfunktion



(a) Differentieller Betrieb.

(b) Single Ended Betrieb.

Abbildung 5.12: Übertragungsfunktionen des Lazarus MEMS-Mikrofons.



(a) Differentieller Betrieb.

(b) Single Ended Betrieb.

Abbildung 5.13: Übertragungsfunktionen des Ellen MEMS-Mikrofons.



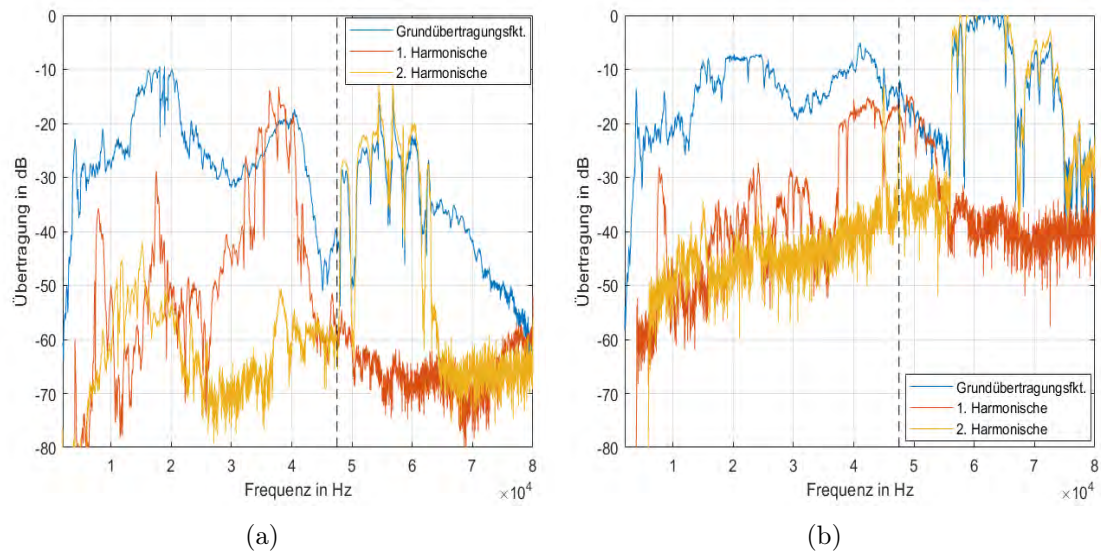


Abbildung 5.14: (a) ICS40740 differentielle Übertragungsfunktion.  
 (b) Bisheriges Mikrofon-Setup SPH06 differentielle Übertragungsfunktion.

und den höheren Harmonischen um bis zu 10 dB geringer als bei den anderen Mikrofonen. Dies ist vermutlich auf Schwachstellen und Rauschprozesse in der Tiefpass-Schaltung oder auf die Datenübertragung mittels Flachband-Kabels zurückzuführen.

Besonders wichtig für die photoakustische Anwendung ist die Sensitivität bei 47,5 kHz. Sie ist proportional zu dem Gain der Übertragungsfunktion an dieser Frequenz. Daher sind die Werte für alle differentiell betriebenen Mikrofone in Tabelle 5.2 im Vergleich zu dem Gain bei 10 kHz aufgeführt. Daraus und aus dem Vergleich der Übertragungsfunktions-Plots wird ersichtlich, dass das Lazarus Mikrofon die beste Übertragung bei 47,5 kHz aufweist.

Mikrofon	Betrag in dB	
	10 kHz	47,5 kHz
IM73	-30,90	-40,90
ICS4740	-28,12	-41,85
Ellen	-32,25	-27,89
Lazarus	-31,19	-25,79
SPH06	-22,45	-18,47

Tabelle 5.2: Betrag der differentiellen Übertragungsfunktionen bei 10 kHz & 47,5 kHz.

Mikrofon	Differenz in dB	
	10 kHz	47,5 kHz
IM73	21,72	23,42
ICS4740	22,18	18,49
Ellen	24,12	26,54
Lazarus	22,02	18,50
SPH06	30,62	0,11

Tabelle 5.3: Differenz der Grundübertragungsfunktionen zur ersten Harmonischen bei 10 kHz & 47,5 kHz.

Der Betrag der Übertragungsfunktion in dB in Tabelle 5.2 ist proportional zur Sensitivität bei den angegebenen Frequenzen 10 und 47,5 kHz. Eine große Sensitivität ist bei gleichbleibendem Rauschen von Vorteil für die Detektion von kleinen Signalen. Während bei 10 kHz das ICS40740 den größten Betrag aufweist, besitzt bei der Modulationsfrequenz das Lazarus Mikrofon unter den analogen Mikrofonen den größten Betrag. Das bisherige Mikrofon SPH06 hat den größten Betrag der Übertragungsfunktion.

Der Betrag der Grundübertragungsfunktion ist zwar proportional zur Sensitivität des Mikrofons, jedoch geben die Übertragungsfunktionen der höheren Harmonischen weitere Informationen zur Zusammensetzung des Signals. Die Werte in Tabelle 5.3 geben die Differenz zwischen der Grundübertragungsfunktion und der ersten Harmonischen an. Auffällig ist, dass das bisherige Mikrofon SPH06 hier die mit Abstand geringste Differenz aufweist. Das Ellen Mikrofon hat die größte Differenz und damit eine vergleichsweise geringeren THD im Ultraschall-Bereich. Bei 10 kHz besitzt das bisherige Mikrofon zwar die größte Differenz zur ersten Harmonischen, hat dafür aber auch den geringsten Betrag der Übertragungsfunktion. Zu beachten ist hierbei, dass es sich nicht um den THD+N handelt und somit tatsächlich nur die ersten Glieder des Terms in Gleichung 2.7 betrachtet wurden. Für eine weitere Beurteilung ist somit eine Quantifizierung des Rauschens unter den verschiedenen Mikrofonen nötig.

### 5.4.2 Signal-Rausch-Verhältnis (SNR)

Abbildung 5.15 zeigt das SNR der verschiedenen Mikrofone im Vergleich. Die Darstellung basiert auf einer mittelwertfreien Differenz aller Mikrofone untereinander, um den absoluten Einfluss des Lautsprechers nicht zu zeigen. Die Bandbreite betrug aufgrund des Bandpass-Filters 20 kHz.

Es wird ersichtlich, dass der SNR bei differentiellem Betrieb frequenzabhängig besser ist als im Single-Ended Modus. Bei dem Lazarus Mikrofon um bis zu ca. 8 dB, bei dem IM73 Mikrofon um bis zu 10 dB bei 40 kHz. Der Unterschied im SNR zwischen den beiden Modi hängt dort auch von der Schaltung im Mikrofon ab. Das Lazarus Mikrofon ist für den differentiellen Betrieb optimiert und hat daher ein deutlich höheres SNR.

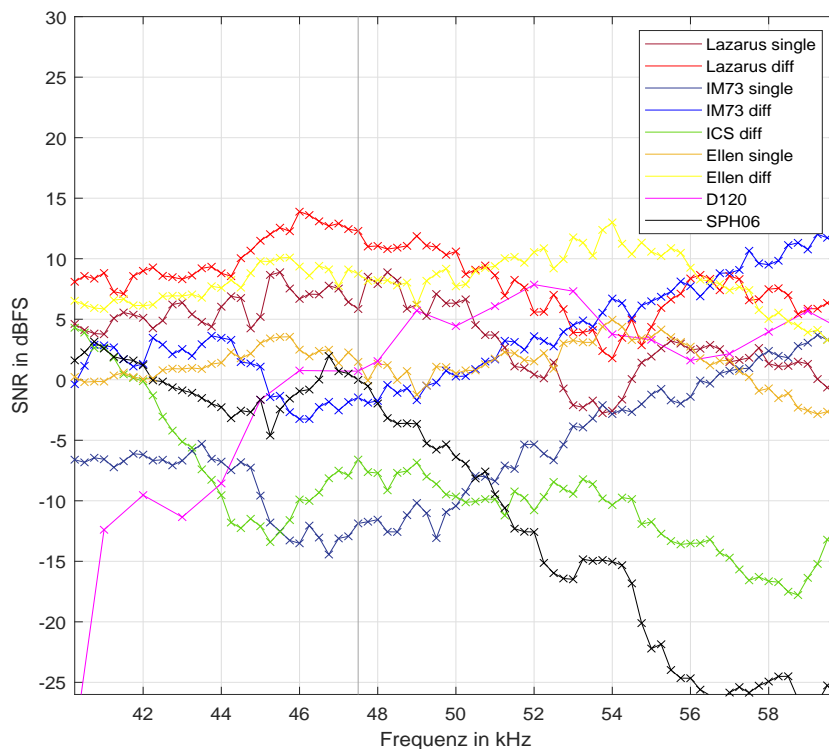


Abbildung 5.15: SNR der MEMS Mikrofone im Vergleich von 40 bis 60 kHz.

Die Modulationsfrequenz bei 47,5 kHz ist erneut markiert. Das beste SNR hat dort das differentielle Lazarus Mikrofon von Knowles. Darauf folgt das differentielle Ellen Mikrofon.

Das bisherige Mikrofon der Ausgangssituation liegt bei 40 kHz noch im mittleren Bereich um 0 dB, sinkt daraufhin jedoch auf bis zu -10 dB. Bei 52 kHz ist das SNR schon um 10 dB und bei 56,75 kHz um 27 dB geringer als der Durchschnitt.

Das IM73 Mikrofon steigt im SNR über 50 kHz deutlich an auf bis zu 12 dB besser als der Durchschnitt bei 60 kHz. Im Datenblatt ist eine ansteigende Sensitivität ab 60 kHz zu verzeichnen, während das Grundrauschen nicht so starken Schwankungen unterliegt bzw. die Angaben im Datenblatt auf einen großen Anteil 1/f-Rauschen schließen lassen.

Das ICS40740 Mikrofon liegt bereits ab 42 kHz deutlich unter dem Durchschnitt der anderen Mikrofone. Es ist für die hier angestrebte Anwendung im Ultraschall-Bereich von 40 bis 60 kHz nicht zu empfehlen.

Abbildung 5.16 zeigt das SNR der Mikrofone um 47,5 kHz in einem kleineren Ausschnitt. Diese Abbildung ist nicht mittelwertfrei, da der Einfluss des Schallfeldes und des Lautsprechers in dem Frequenzbereich klein ist.

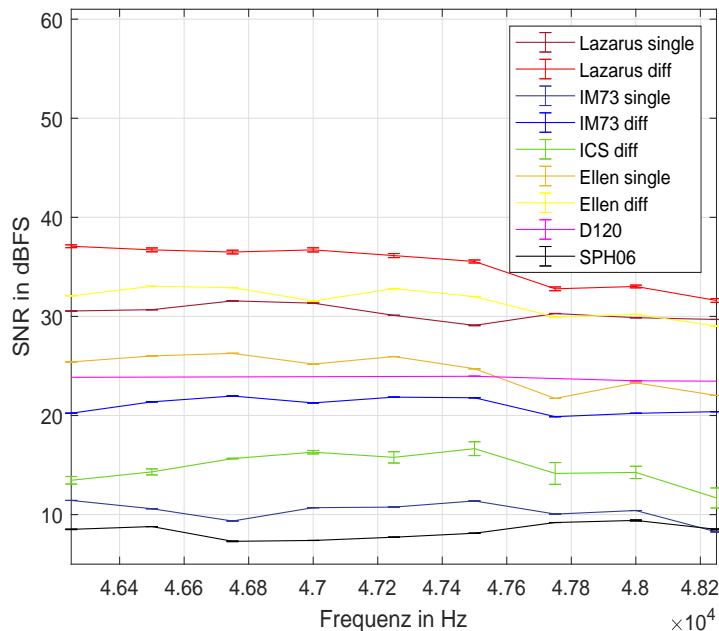


Abbildung 5.16: SNR der analogen Mikrofone im Vergleich von 46,25 bis 48,25 kHz.

Die beiden Mikrofone von Knowles liegen in dem Bereich um die Modulationsfrequenz im besten Bereich. Diese haben eine laut Datenblatt einen sogenannten „additional boost of frequency response in the ultrasonic range“[9]. Dieser könnte aus einer optimierten Membransteifigkeit, -form und -aufhängung sowie Vor- und Rückvolumina resultieren. Das digitale Mikrofon von Knowles befindet sich beim SNR im mittleren Bereich.

# 6 Optimierte spektroskopische Glucosemessungen

In diesem Kapitel werden die Eigenschaften des optimierten Sensors zusammengefasst. Daraufhin werden die optimierten Messungen der photoakustischen Spektroskopie abhängig von der Glucose-Konzentration vorgestellt.

## 6.1 Eigenschaften des optimierten Sensors

Die folgenden Parameter zeichnen den Betrieb des photoakustischen Sensors nach Optimierung der betrachteten Quellen für Unsicherheiten aus:

1. QCL als Anregungsquelle für photoakustische Spektroskopie:
  - aktives Kühlsystem,
  - um  $\frac{0,4217}{1,2984} \cdot 100 = 32,48\%$  höhere Ausgangsleistung durch mehr Pulse pro Modulationsperiode,
  - stabile Ausgangsleistung mit vier Pulsen je 100 ns.
2. Akustischer Resonator mit  $f_R = 47$  bis 51 kHz:
  - Modulationsfrequenz von 47,5 kHz.
3. Breakout-Board mit Reflow-gelötetem MEMS-Mikrofon.
4. MEMS-Mikrofon mit vergleichsweise optimalen Eigenschaften:
  - hohe Sensitivität welche bei 47,5 kHz mit -25,79 dB Gain 8% über dem im Vergleich direkt dahinter liegendem Mikrofon (Ellen) lag,

- hohes SNR, welches 5,66 dB über dem im Vergleich direkt dahinter liegendem Mikrofon (Ellen) lag,
5. Schmales Probenröhrchen mit abschließender, infrarot durchlässiger Polyethylen-Folie von 10 bis 13  $\mu\text{m}$  Stärke.
  6. Digitale Auswerteverfahren für Bandbegrenzung über Filter und Lock-In-Algorithmus.

Der Messaufbau für die optimierten, photoakustischen Messungen unterscheidet sich von dem in Abbildung 3.2 dargestellten, da der analoge Tiefpass wegfällt. Bei Verwendung des digitalen Lock-In-Algorithmus wird zudem der Lock-In-Verstärker von Ametek nicht mehr benötigt, und die Ausgangssignale stattdessen mit einem Oszilloskop (Picoscope) aufgezeichnet.

## 6.2 Ergebnisse

Abbildung 6.1a zeigt das photoakustische Signal ausgedrückt als Spannung hinter dem Lock-In-Verstärker Ametek (vgl. A.1). Es wurde mit wässrigen Glucose-Lösungen verschiedener Konzentrationen im Probenröhrchen gemessen.

### 6.2.1 Sensitivität

Die Sensitivität beträgt nach der Steigung der Ausgleichsgeraden gemäß Gleichung 3.4 nun

$$S_{\text{opt. Sensor}} = 2,22 \cdot 10^{-5} \text{ mV}/(\text{g/L}). \quad (6.1)$$

Demnach ist die Spanne des Ausgangssignals des relevanten Signalbereichs im Vergleich zur Ausgangssituation gestiegen. Auch das Bestimmtheitsmaß der Funktionsapproximation hat sich verbessert und liegt nun bei 0,9165. Theoretisch betrachtet weichen demnach nur noch 8,35% der Werte zufällig von der Ausgleichsgeraden ab. Jedoch scheint die Abweichung der Werte zwischen 200 und 300 g/L nicht zufällig zu sein. Vermutlich kann davon ausgegangen werden, dass systematische Fehler im Modell vorliegen.

In Abbildung 6.1a ist zudem der Messwert von destilliertem Wasser markiert. Dieser wurde jedoch aufgrund von leichten Verschiebungen im spektroskopischen Messaufbau an einem anderen Tag gemessen. Es wird ersichtlich, dass das photoakustische Signal von destilliertem Wasser wie erwartet geringer ist als von wässriger Glucoselösung, auch in

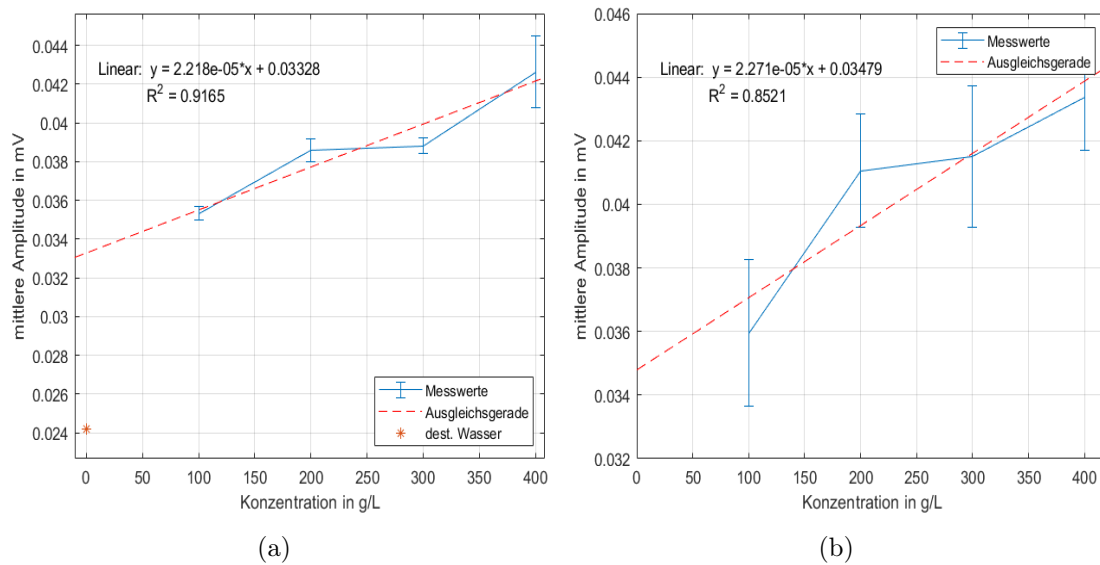


Abbildung 6.1: (a) Konzentrationsabhängiges photoakustisches Signal des Sensors mit Lock-In-Verstärker von Ametek (Mittel aus 12 Messungen, je 5 Sekunden, 1 s Mittelungszeit).  
 (b) Messergebnisse mit denselben Proben zu einem anderen Zeitpunkt, ausgewertet mit dem digitalen Lock-In-Algorithmus (Mittel aus fünf Messungen, je 15 s Dauer).



der geringsten Konzentration. Da die Messwerte an unterschiedlichen Tagen aufgezeichnet wurden und das Ergebnis vergleichbar mit der Ausgangssituation sein soll, wurde destilliertes Wasser nicht in die Approximation einbezogen.

In Abbildung 6.1b ist das Ergebnis einer weiteren Messung des konzentrationsabhängigen photoakustischen Signals zu sehen. Diese Messwerte wurden allerdings entsprechend des Messaufbaus in Abbildung 3.2 nur ohne analogen Tiefpass und mit dem Picoscope anstelle des Lock-In-Verstärkers aufgenommen und in Matlab weiterverarbeitet. Darin wurde ein digitaler Lock-In-Algorithmus implementiert, der den mathematischen Grundlagen in Kapitel 2.5.3 entspricht. Die Ähnlichkeit der mit denselben Proben zu einem anderen Zeitpunkt gemessenen Werte zu dem Ergebnis mit dem Ametek Lock-In-Verstärker spricht für eine sinnvolle Programmierung des Algorithmus.

Mögliche Fehler während der konzentrationsabhängigen Glucosemessung treten hierbei vor allem bei den folgenden Punkten auf. Diese sind in absteigender Reihenfolge nach vermuteter Größenordnung des Einflusses aufgeführt.

1. Wiederholbarkeit der Probenerstellung:
  - Polyethylen-Folie (Falten, kleinste Löcher im Randbereich führen zu unterschiedlicher Folienspannung),
  - Glucose-Mischung (Kondensieren von Wasser (abhängig von der Oberfläche), Lösung des Glucose-Pulvers, Fehler der Feinwaage),
  - Schwankungen des Volumens in der Eppendorf-Pipettenspitze (Luftblasen, Geschwindigkeit des Flüssigkeitseinzugs),
2. Stabilität der Laserleistung (vgl. Kapitel 4.4),
3. Stabilität des spektroskopischen Messaufbaus (Positionierung des Probenröhrchens und dadurch resultierende Veränderung des Laserfokus und der Zellresonanz),
4. Stabilität der Umgebungsbedingungen (Luftfeuchte, Temperatur).

### 6.2.2 Nachweisgrenze

Mithilfe der bekannten Berechnungsvorschrift aus Kapitel 3.2.3 beträgt die Nachweisgrenze für die Glucose-Konzentration beim Lock-In-Verstärker von Ametek und beim digitalen Algorithmus nun

$$x(\text{NG})_{\text{Ametek}} = 68,49 \text{ g/L} = 6849 \text{ mg/dL}, \quad (6.2)$$

$$x(\text{NG})_{\text{dig. Algorithmus}} = 166,90 \text{ g/L} = 16690 \text{ mg/dL}. \quad (6.3)$$

Zu beachten ist hierbei, dass die Nachweisgrenze von der Anzahl an Messungen abhängt. Da für den digitalen Algorithmus die Rohdaten gespeichert und in Matlab weiterverarbeitet wurden, wurden 15s Messdaten aufgenommen und dies fünfmal wiederholt. Die Messungen mit dem Lock-In-Verstärker von Ametek wurden 12-mal wiederholt. Dies könnte ein Grund für die geringere Standardabweichung und damit geringere Nachweisgrenze sein.

## 7 Diskussion

Nachdem das optimierte Kühlsystem für den Laser implementiert wurde, konnten höher aufgelöste Messungen mit mehr Messpunkten durchgeführt werden. Der TEC-Strom stieg nicht so schnell an, und so war ein längerer Laserbetrieb ohne Pausen möglich. Daher wurden abschließend die Messwerte in Abbildung 3.9 (und 7.1) aufgezeichnet. Bei

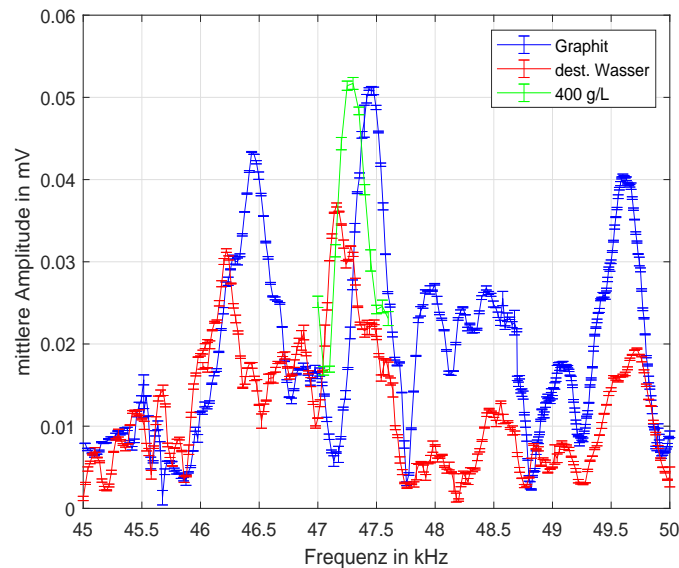


Abbildung 7.1: Photoakustische Amplitude von Graphit und destilliertem Wasser von 10-50 kHz in mV, gemittelt über fünf Messwiederholungen pro Frequenz mit 20 Hz Auflösung.

destilliertem Wasser zeigte sich, dass die Resonanz nicht so stark ausgeprägt ist, wie bei Graphit. Bei der gewählten Modulationsfrequenz lag zwar weiterhin ein lokales Maximum und eine relativ hohe Amplitude vor, jedoch war das Maximum in dieser Messung um ca. 250 Hz zu tieferen Frequenzen verschoben. Dieser Effekt trat bei wässriger Glucoselösung wieder etwas zurück, da sich die Resonanz nur noch um ca. 150 Hz unterschied. Den-

noch muss bei einer Abweichung in dieser Größenordnung auch hier davon ausgegangen werden, dass systematische Fehler im Messaufbau bestehen (vgl. Abschnitt 6.2).

Bei einem Wechsel des den Resonator abschließenden Materials treten Effekte auf, die die Resonanzfrequenz verschieben. Der Abschluss des Hohlraums im Resonator sollte näher betrachtet werden. Durch nahezu schallharte Abschlüsse (Graphit) oder elastischere Materialien kann der Phasensprung bei Reflexion der Schallwelle verändert werden. Zudem ist es möglich, dass durch Erwärmung des Resonators eine Erhöhung der Schallgeschwindigkeit und bei Messung mit kapazitiven Mikrofonen eine Verschiebung der akustischen Resonanz auftritt.

## 8 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein photoakustischer Sensor weiterentwickelt, mit dem Messungen von wässriger Glucose-Lösung möglich sind.

Es wurde die für den akustischen Resonator optimale Modulationsfrequenz bestimmt, welche das gewünschte Signal verstärkt. Nachdem erste photoakustische Messungen mit bisherigen Hardware-Elementen durchgeführt und die Sensitivität sowie Nachweisgrenze bestimmt wurden, konnten Optimierungsmöglichkeiten betrachtet werden.

Dazu gehörte das Untersuchen des Betriebs eines gepulsten QCL und aufgrund einer thermischen bedingten Instabilität die Integration eines aktiven Kühlsystems. Weiterhin wurden sechs verschiedene MEMS-Mikrofone in ihrer frequenzabhängigen Sensitivität und SNR verglichen. Darunter auch ein digitales Mikrofon, welches digital demoduliert wurde. Anhand der Werte dieser Parameter, im Besonderen bei der gefundenen Modulationsfrequenz, wurde das für den Sensor optimale Mikrofon ausgewählt. Zum Schluss konnten optimierte photoakustische Messungen durchgeführt werden.

Auf Grundlage der Ergebnisse dieser Arbeit können zukünftig weitere Optimierungen stattfinden. Zum Beispiel hätte ein digitales Mikrofon den Vorteil für eine Verwendung in einem miniaturisierten Gerät, dass keine weitere AD/DA-Wandlung stattfinden muss. Somit könnte das digitale Datensignal mithilfe eines Field-programmable Gate Array (FPGA) schnell weiterverarbeitet werden.

Weiterhin könnte der digitale Lock-In Algorithmus verbessert werden, indem weitere Mittelungen eingeführt und somit die mittlere Standardabweichung noch stärker verringert werden würde.

Zudem könnte die Resonanz des akustischen Resonators exakt auf die höchste Sensitivität des MEMS-Mikrofons mit dem höchsten SNR abgestimmt werden. Ein Verkleben des Mikrofons würde kleine Luftvolumina zwischen Resonator und Mikrofon verringern. Diese können zu Helmholtz Resonanzen führen und somit den Q-Faktor für das photoakustische

Signal mindern. Weiterhin wäre ein in das System eingebauter Sensor für Temperatur und Luftfeuchte sinnvoll.

Die Laseranregung könnte ebenfalls weiter optimiert werden. Ein QCL mit Continuous wave (CW)-Betrieb würde eine weiter vergrößerte Ausgangsleistung bedeuten. Gleichzeitig würde eine integrierte, aktive Kühlung eine zeitlich stabilere, optische Leistung ermöglichen. Dies könnte mit einer optimal gewählten Glucose-Absorptionsbande eine höhere Sensitivität für geringe Glucose-Konzentrationen mit sich bringen.

Eine weitere Optimierungsmöglichkeit besteht in der Art der Bereitstellung der wässrigen Glucoselösung. Bei der gewählten Lösung eines Röhrchens, welches mit Polyethylen-Folie abgeschlossen wird, gab es Schwierigkeiten in der Reproduzierbarkeit. Zudem ist die Transmission von Polyethylen-Folie zum Teil abhängig von der Dauer und Intensität der Bestrahlung mit optischer Leistung [5]. Möglich wäre eine dünne Glasschicht aus Calciumfluorid mit Antireflexbeschichtung [50].

# Literaturverzeichnis

- [1] ANALOG DEVICES, Jerad L. at: Microphone Specifications Explained. (2012)
- [2] ANTONIN NOVAK, Pierrick L. ; SIMON, Laurent: Synchronized Swept-Sine: Theory, Application and Implementation. In: *Journal of the Audio Engineering Society* (2015)
- [3] ANTONÍN NOVÁK, Laurent S. ; KADLEC, František ; LOTTON, Pierrick: Nonlinear System Identification Using Exponential Swept-Sine Signal. In: *IEEE Transactions on instrumentation and measurement* 59 (2010), Nr. 8
- [4] BOGUE-JIMENEZ, Brian ; HUANG, Xiaolei ; POWELL, Douglas ; DOBLAS, Ana: Selection of Noninvasive Features in Wrist-Based Wearable Sensors to Predict Blood Glucose Concentrations Using Machine Learning Algorithms. In: *Sensors* 22 (2022), Nr. 9, S. 3534
- [5] BORMASHENKO, Edward ; POGREB, Roman ; SHESHNEV, Avigdor ; SHULZINGER, Eugene ; BORMASHENKO, Yelena ; KATZIR, Abraham: Infrared laser radiation induced changes in the IR absorption spectra of thin polymer films. In: *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics* 2 (2000), Nr. 5, S. L38
- [6] BÜTTGENBACH, Stephanus: *Mikrosystemtechnik: Vom Transistor zum Biochip*. Springer, 2016
- [7] CHANDRA, Manish ; SHARMA, Aditi ; ROY, Amrit ; VENKATESH, Anuya ; KAMBLE, Sudhir S. ; RADHAKRISHNAN, JK ; SINGH, Upendra K.: Implementation of digital lock-in and concentration measurement for wavelength modulation spectroscopy (WMS) based Sensors using MATLAB. In: *2017 Third International Conference on Sensing, Signal Processing and Security (ICSSS) IEEE (Veranst.)*, 2017, S. 350–356
- [8] CORPORATION, Burr-Brown B.: Precision Unity Gain Differential Amplifier - INA105. (1985), 8

- [9] CORPORATION, Knowles: *SiSonic Design Guide - AN24*. 1151 Maplewood Drive Itasca, IL 60143, USA: Knowles Corporation (Veranst.), 11 2017
- [10] DIN, Arbeitsausschuß chemische Terminologie (AChT) im: *Nachweis-, Erfassungs-, und Bestimmungsgrenze - Ermittlung unter Wiederholbedingung - Begriffe, Verfahren, Auswertung*. Beuth Verlag, Berlin, 1994
- [11] DIN, Normenausschuss Lichttechnik-FNL sowie Einheiten und Formelgrößen-AEF im: *Strahlungsphysik im optischen Bereich und Lichttechnik – Benennung der Wellenlängenbereiche*. Beuth Verlag, Berlin, 1984
- [12] EICHLER, Hans J. ; EICHLER, Jürgen: *Laser: Bauformen, Strahlführung, Anwendungen*. Springer-Verlag, 2015
- [13] EL-BUSAIDY, Said: *Photoacoustic sensor for in-vivo non-invasive blood glucose measurements*. 2021
- [14] FAIST, Jerome ; CAPASSO, Federico ; SIVCO, Deborah L. ; SIRTORI, Carlo ; HUTCHINSON, Albert L. ; CHO, Alfred Y.: Quantum cascade laser. In: *Science* 264 (1994), Nr. 5158, S. 553–556
- [15] FALKHOFEN, Judith ; AHRENS, Aike ; BEDERNA, Felicitas ; BUSSE, Markus ; EUHUS, Aenne ; LUHTANEN, Timo ; POHLHAUSEN, Jule ; REUTER, Paul: Projektbericht Aktive digitale Geräuschunterdrückung für Kopfhörer. (2019)
- [16] HAKEN, Hermann ; WOLF, Hans C.: *Molekülphysik und Quantenchemie: Einführung in die experimentellen und theoretischen Grundlagen*. Springer-Verlag, 2013
- [17] HEILMANN, Rolf: *Rauschen in der Sensorik*. Springer, 2020
- [18] HORN, Florian: *Biochemie des Menschen: das Lehrbuch für das Medizinstudium*. Georg Thieme Verlag, 2009
- [19] INFINEON, Technologies: *MEMS microphone mechanical acoustical implementation - AN557*. 81726 Munich, Germany: Infineon Technologies AG (Veranst.), 4 2008
- [20] INFINEON, Technologies: *MEMS microphone electrical implementation - Operating Manual*. 81726 Munich, Germany: Infineon Technologies AG (Veranst.), 1 2018
- [21] INVENSENSE: *Microphone Specifications Explained - Application Note AN-1112*. (2016)



- [22] JUMPERTZ, Louise: *Nonlinear Photonics in Mid-infrared Quantum Cascade Lasers*. Springer, 2017
- [23] KALSCHEUER, Hannes: Der Diabetes mellitus und seine Komplikationen. In: *Diabetes aktuell* 18 (2020), Nr. 01, S. 12–12
- [24] KARL, F R.: *Basics of Laser Physics For Students of Science and Engineering*. Spinger, 2017
- [25] KIM, Hye-Jeong ; NOH, In-Sup ; YOON, Gil-Won: Glucose prediction in the interstitial fluid based on infrared absorption spectroscopy using multi-component analysis. In: *Journal of the Optical Society of Korea* 13 (2009), Nr. 2, S. 279–285
- [26] KINNUNEN, Matti ; MYLLYLÄ, Risto: Effect of glucose on photoacoustic signals at the wavelengths of 1064 and 532 nm in pig blood and intralipid. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 38 (2005), Nr. 15, S. 2654
- [27] KOOLMAN, Jan ; RÖHM, Klaus-Heinrich: *Taschenatlas Biochemie des Menschen*. Georg Thieme Verlag, 2009
- [28] KOTTMANN, Jonas ; REY, Julien M. ; LUGINBÜHL, Joachim ; REICHMANN, Ernst ; SIGRIST, Markus W.: Glucose sensing in human epidermis using mid-infrared photoacoustic detection. In: *Biomedical optics express* 3 (2012), Nr. 4, S. 667–680
- [29] KOTTMANN, Jonas ; REY, Julien M. ; SIGRIST, Markus W.: Mid-Infrared photoacoustic detection of glucose in human skin: towards non-invasive diagnostics. In: *Sensors* 16 (2016), Nr. 10, S. 1663
- [30] LECHNER, M D.: Grundlagen der Spektroskopie. In: *Einführung in die Quantenchemie*. Springer, 2017, S. 81–112
- [31] LEIS, J ; MARTIN, P ; BUTTSWORTH, D: Simplified digital lock-in amplifier algorithm. In: *Electronics letters* 48 (2012), Nr. 5, S. 259–261
- [32] LERCH, Reinhard ; SESSLER, Gerhard ; WOLF, Dietrich: *Technische Akustik: Grundlagen und Anwendungen*. Springer-Verlag, 2009
- [33] LINDNER, Peter: Dual Lock-in Verstärker für ein Nahinfrarotspektroskopiesystem Masterarbeit. (2013)
- [34] MAKINWA, Ko A. ; BASCHIROTTO, Andrea ; HARPE, Pieter: *Low-Power Analog Techniques, Sensors for Mobile Devices, and Energy Efficient Amplifiers*. Springer, 2019

- [35] MANOHAR, Srirang ; RAZANSKY, Daniel: Photoacoustics: a historical review. In: *Advances in optics and photonics* 8 (2016), Nr. 4, S. 586–617
- [36] MEYER, Martin: *Grundlagen der Informationstechnik: Signale, Systeme und Filter*. Springer-Verlag, 2013
- [37] MULLER, Swen ; MASSARANI, Paulo: Transfer-Function Measurement with Sweeps. In: *J Audio Eng Soc* 49 (2001), Nr. 6, S. 29
- [38] MYLLYLÄ, R ; ZHAO, Zuomin ; KINNUNEN, Matti: Pulsed photoacoustic techniques and glucose determination in human blood and tissue. In: *Handbook of Optical Sensing of Glucose in Biological Fluids and Tissues* (2008), S. 419–455
- [39] MÖSER, Michael (Hrsg.) ; MÜLLER, Gerhard (Hrsg.): *Handbook of engineering acoustics*. Heidelberg ; New York : Springer, 2009. – OCLC: ocn295001069. – ISBN 978-3-540-24052-5 978-3-540-69460-1
- [40] NEOPLASCONTROL: *Q-MACS MC/SC (Quantum Cascade Laser Measurement And Control System) - Operating Manual*. 3. neoplas control GmbH, Walther-Rathenau-Str. 49a, 17489 Greifswald, Germany: NeoplasControl Q-Macs (Veranst.), 12 2015
- [41] OGURTSOVA, Katherine ; GUARIGUATA, Leonor ; BARENGO, Noël C ; RUIZ, Paz Lopez-Doriga ; SACRE, Julian W. ; KARURANGA, Suvi ; SUN, Hong ; BOYKO, Edward J. ; MAGLIANO, Dianna J.: IDF diabetes Atlas: Global estimates of undiagnosed diabetes in adults for 2021. In: *Diabetes research and clinical practice* 183 (2022), S. 109118
- [42] PLEITEZ, Miguel A. ; LIEBLEIN, Tobias ; BAUER, Alexander ; HERTZBERG, Otto ; LILIENFELD-TOAL, Hermann von ; MANTELE, Werner: In vivo noninvasive monitoring of glucose concentration in human epidermis by mid-infrared pulsed photoacoustic spectroscopy. In: *Analytical chemistry* 85 (2013), Nr. 2, S. 1013–1020
- [43] POTTS, Russell O. ; A. TAMADA, Janet ; J. TIERNEY, Michael: Glucose monitoring by reverse iontophoresis. In: *Diabetes/metabolism research and reviews* 18 (2002), Nr. S1, S. S49–S53
- [44] RENK, Karl F.: *Basics of laser physics*. Springer, 2012
- [45] SAMMON, Chris ; YARWOOD, Jack ; EVERALL, Neil: An FT-IR study of the effect of hydrolytic degradation on the structure of thin PET films. In: *Polymer Degradation and Stability* 67 (2000), Nr. 1, S. 149–158

- [46] SIGRIST, Markus W.: *Laser: Theorie, Typen und Anwendungen*. Springer, 2018
- [47] SIMMER, Uwe: *Signalverarbeitung II*. (2019), 6
- [48] SONG, Chao ; FAN, Wen-Hui ; DING, Ling ; CHEN, Xu ; CHEN, Ze-You ; WANG, Kai: Terahertz and infrared characteristic absorption spectra of aqueous glucose and fructose solutions. In: *Scientific reports* 8 (2018), Nr. 1, S. 1–8
- [49] TANG, Fei ; WANG, Xiaohao ; WANG, Dongsheng ; LI, Junfeng: Non-invasive glucose measurement by use of metabolic heat conformation method. In: *Sensors* 8 (2008), Nr. 5, S. 3335–3344
- [50] THORLABS, Inc: *Calcium Fluoride Windows*. [https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup\\_id=3978&pn=WG50530](https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=3978&pn=WG50530). – Zuletzt aufgerufen am: 15.08.22
- [51] URBAN, Gerald: *Jacob Fraden: Handbook of modern sensors: physics, designs, and applications*. 2016
- [52] VASEGHI, Saeed V.: *Advanced digital signal processing and noise reduction*. John Wiley & Sons, 2008
- [53] WALSER, Sebastian: Dissertation: Programmierbare kapazitive MEMS-Mikrofone. In: *Scientific reports* (2017)
- [54] WOLFF, Marcus: *Sensor-Technologien*. De Gruyter Oldenbourg, 2021
- [55] XU, Zhun ; LI, Changhui ; WANG, Lihong V.: Photoacoustic tomography of water in phantoms and tissue. In: *Journal of biomedical optics* 15 (2010), Nr. 3, S. 036019
- [56] ZELLER, Wolfgang ; NAEHLE, Lars ; FUCHS, Peter ; GERSCHUETZ, Florian ; HILDEBRANDT, Lars ; KOETH, Johannes: DFB Lasers Between 760 nm and 16  $\mu\text{m}$  for Sensing Applications. In: *Sensors* 10 (2010), Nr. 4, S. 2492–2510

# A Anhang

In diesem Kapitel werden Hardware- A.1 und Software- Komponenten A.2 aufgelistet. Zudem werden die Zeichnungen der weiteren Breakout-Board Entwürfe gezeigt A.2, A.3.

## A.1 Hardware

1. Funktionsgenerator: Agilent 32220a LXI
2. Oszilloskop: Picoscope 5444D
3. Oszilloskop: Tektronix TDS 2022B Two Channel Digital Storage
4. Lock-In Verstärker: Signal Recovery 7265 DSP Lock-In Amplifier
5. Laser Nanoplus: S/N: 2987/01-16 9230 nm DFB-Laser
6. Lasergehäuse: Q-MACS LH3 II
7. Neoplas control: QMCAS Lasertreiber: Q-MACS Basis SC S/N 1828031
8. Thermischer Leistungssensor: Lasermesskopf Ophir 3A-FS-SH P/N 1Z02628 Ser.No. 241154
9. Ultraschall-Piezo-Lautsprecher: Kemo L010
10. Fotodiodensensor (HgCdTe): Kolmartech Detektor photodiode sensors; Model KMPV11-1-J1
11. Spannungsquelle Philips: PE, bis 20 V
12. Spannungsquelle Voltcraft, DC Power Supply, PS 152A, bis 15 V
13. MEMS Mikrofone:

- Knowles: Lazarus: SPH18C3LM4H-1: high SNR, high AOP analog bottom port SISONIC™ microphone
- Knowles: Ellen: SPW0878LR5H-1: analog bottom port SISONIC™ microphone
- Infineon: IM73A135V01: IP57 dust and water resistant analog XENSIV™ MEMS microphone
- Infineon: IM69D120, High performance digital XENSIV™ MEMS microphone
- TDK Invensense: ICS-40740: Ultra-Low Noise Microphone with High Dynamic Range

14. Mikrofon Breakout-Boards:

- Beta Layout: Breakout-Boards
- Abblockkondensator Conrad Electronics: 1  $\mu$ F, Art. Nr.: 00458043
- Lötpaste: Chipquik SMD291AX10 Sn63/Pb37 No-Clean T3 Solder Paste 410002-7674
- Reflow-Ofen: Lektor electronics: SMTprecision Lead-free Reflow Oven

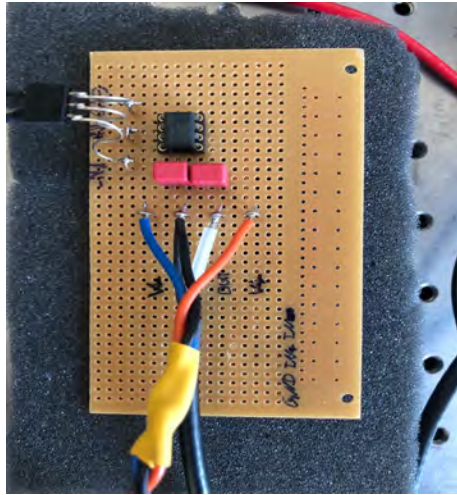
15. Differenzverstärker-Schaltung

- Burr-Brown: Precision Unity Gain Differential Amplifier INA105
- Folien-Kondensatoren: WIMA 2,2  $\mu$ F 50-
- Lötendraht: Kemo KS010 - Versilberter Kupferdraht 1,0 mm 5 m
- Bananenstecker (rot), Conrad Electronics: Art. Nr.:000730670, 4 mm Vollkontakt
- Bananenstecker (schwarz), Conrad Electronics: Art. Nr.:000730661, 4 mm Vollkontakt

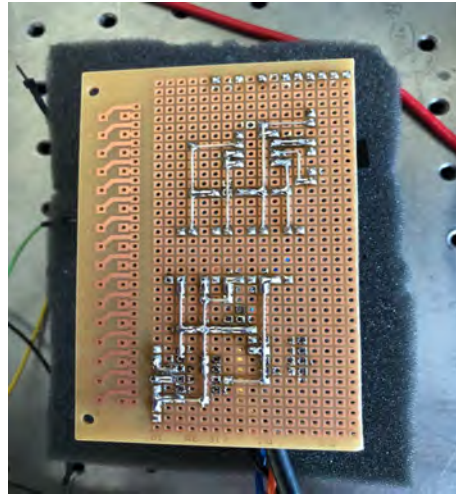
16. Glucose-Messungen

- Eppendorf-Pipette Reference 2bis 1000  $\mu$ L
- Feinwaage ADE GmbH & Co. PFA-3000 (Max: 3 kg, Min: 2 g, d = 0.1 g)
- D-(+)-Glucose ( $\geq 99,5$  GC) Sigma

- Destilliertes Wasser, chemisch rein, demineralisiert gemäß VDE 0510-5 Ernst Vertriebsgesellschaft mbh



(a)



(b)

Abbildung A.1: Schaltung des Differenzverstärkers von oben und unten.

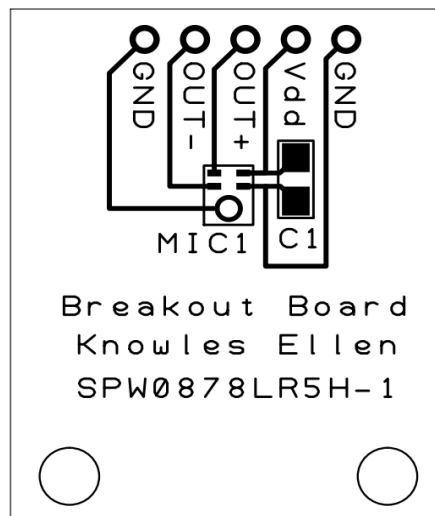


Abbildung A.2: Breakout-Board Entwurf für das Mikrofon Knowles: Ellen SPW0878LR5H-1.

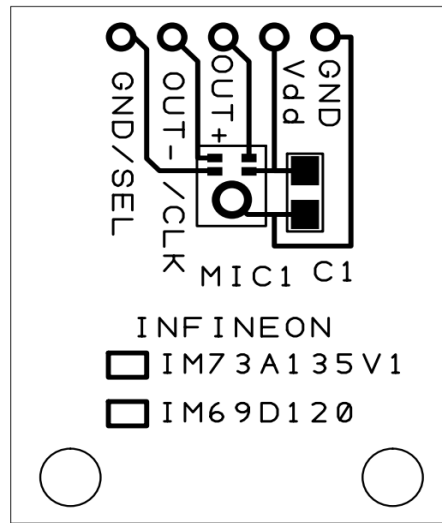


Abbildung A.3: Breakout-Board Entwurf für die Mikrofone Infineon: IM73A135V1 und IM68D120.

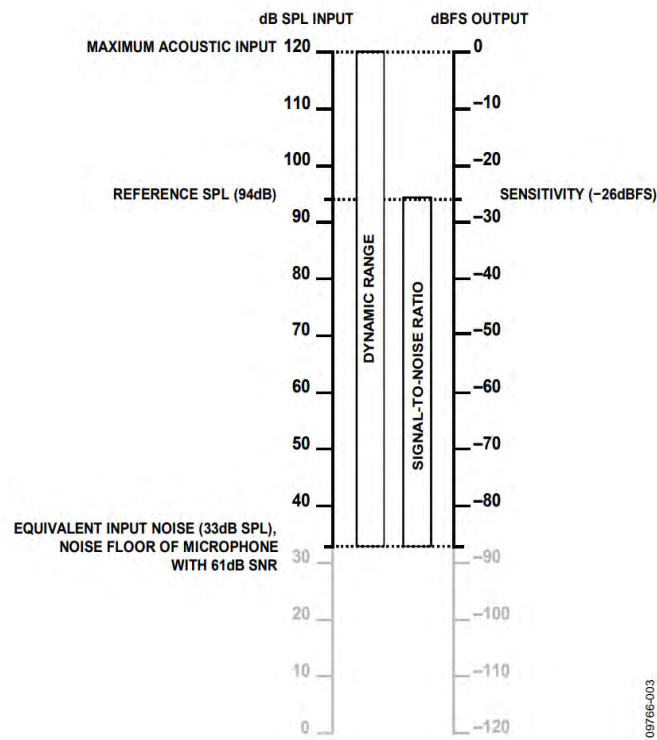


Abbildung A.4: Eigenschaften digitaler MEMS Mikrofone.

## A.2 Software

In diesem Projekt entwickelte Software (befindet sich auf dem beigefügten digitalen Datenträger unter dem Pfad *MatlabCode*):

- *Sweepausgabe.m*
- *Uebertragungsfunktion.m*
- *transferfunction\_sweep\_frequencydomain.m*
- *Sinusausgabe.m*
- *SNR\_Auswertung.m*
- *SNR\_Auswertung\_digital.m*
- *PS5000A\_ID\_Block.m*
- *LockIn.m*
- *Leistungsmessung.m*
- *LaserCharacPlot.m*
- *LaserDetektormessungen.m*

Notwendige Software aus vorherigem Projekt [13]:

- *Master\_Projekt\_PA.m*
- *Allocate\_PA\_Devices.m*
- *AllocatePowerMeter.m*

### 1. Matlab Version R2020b und R2022a

- Simulink
- DSP System Toolbox
- Instrument Control Toolbox
- Mapping Toolbox
- PicoScope Support Toolbox
- Signal Processing Toolbox

### 2. Neoplas control: QMACS Treiber Basic MC/SC Diagnose and Control v0.1.5.0 Firmwareversion FPGA version, Q-MACS MC USB Interface v0.42.4 Fortech Software GmbH

### 3. CadSoft: Eagle Light Edition (Einfach Anzuwendender Grafischer Layout Editor) Version 7.3.0, Einzelplatz-Lizenz für Ausbildungszwecke



4. CAD-Software (3D): PTC Creo Parametric 7.0

Tabelle A.1: Leistungsgrößen nach Datenblatt (SE=Single Ended, D=Differential). Die digitalen Mikrofone sind abgetrennt. Die besten Spezifikationen sind fett markiert.

Mikrofon	Symbol & Unit	Conditions	
		typ.	max.
ICS-40740 (InvenSense)	<b>S</b> (dBV)	<b>-37,5</b>	<b>-36,5</b>
	SNR (dB)	70	
	THD @94 dB SPL (%)	0,06	
	PSR (dBV)	-87	
	AOP (dBS SPL)	132,5	
Lazarus (Knowles)	<i>S</i> (dBV/Pa)	-44 (SE)	-43 (SE)
		-38 (D)	-37 (D)
	SNR (dBV/Pa)	54 (SE)	
		68,5 (D)	
	SNR@19 kHz (dB) (10,5 kHz BW)	68 (SE)	
		80 (D)	
	THD@94 dB SPL (%)		0,5%
Ellen (Knowles)	PSR (dBV(A))	-80 (SE)	
		-95 (D)	
	AOP (dB SPL)	132	
	<i>S</i> (dBV/Pa)	-44 (SE)	-43 (SE)
		-38 (D)	-37 (D)
	SNR (dB)	65 (SE, D)	
	SNR@19 kHz (dB) (10,5 kHz BW)	76	
	<b>THD@94 dB SPL (%)</b>	<b>0,05</b>	
	<b>PSR (dBV(A))</b>	<b>-107 (SE)</b>	
		<b>-101 (D)</b>	
IM73A135V01 (Infineon)	AOP (dB SPL)	134	
	<i>S</i> (dBV)	-38	-37
	<b>SNR (dB)</b>	<b>73</b>	
	THD @94 dB SPL (%)	0,5	
	<b>AOP (dBS SPL)</b>	<b>135</b>	
IMD120 (Infineon)	<i>S</i> (dBFS)	-26	-25
	SNR (dB)	69	
	THD@94 dB SPL (%)	0,2	
	PSR (dB(FS))	-80	
	AOP (dBS SPL)	120	
SPH0641LU4H1 (Knowles)	<i>S</i> (dBFS)	-26	-25
	SNR (dB)	64,3	
	THD@94 dB SPL (%)	0,5	
	PSR (dB(FS))	-84	
	AOP (dBS SPL)	120	

## **Erklärung zur selbstständigen Bearbeitung**

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne fremde Hilfe selbständig verfasst und nur die angegebenen Hilfsmittel benutzt habe. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich gemacht.

---

Ort

Datum

Unterschrift im Original