

# Schlussbericht FBH

# Verbundprojekt: Innovationscampus Elektronik und Mikrosensorik Cottbus – *iCampµs* - Teilvorhaben FBH

Förderkennzeichen: 16ES1132

Datum: 30.06.2022

Verfasser:	S. Krause, W. Heinrich (AP1)
	J. Gleim, M. Vastag, A. Müller, M. Maiwald, B. Sumpf (AP5)
Berichtszeitraum:	15.11.2019 - 31.12.2021

# Name der Arbeitspakete:

AP1	Mobiles, Ultra-Low-Power-Radar für Medizinanwendungen
AP5.a	Aufbau des Applikationslabors µ-Spektrum

Beteiligte Projektpartner: BTU, FBH, IZM (AP1); FBH, IPMS (AP5 a/b)

# 1. Aufgabenstellung

Das Gesamtziel des Vorhabens war das folgende (siehe Schlussbericht des Koordinators BTU):

Mit dem Innovationscampus sollten erstmals die Kompetenzen aller genannten Partner

- Brandenburgische Technische Universität Cottbus-Senftenberg (BTU-CS)
- Fraunhofer-Institut für Photonische Mikrosysteme (IPMS)
- Fraunhofer-Institut für Zuverlässigkeit und Mikrointegration (IZM)
- Ferdinand-Braun-Institut, Leibniz-Institut für Höchstfrequenztechnik (FBH)
- Leibniz-Institut für innovative Mikroelektronik (IHP)

synergetisch in Cottbus zusammengeführt und die Kooperation gezielt für den Transfer von FuE-Ergebnissen mit breitem gesellschaftlichem Nutzen forciert werden. In enger Orientierung an dem identifizierten Handlungsbedarf für das Lausitzer Revier und insbesondere an den Empfehlungen der Kommission "Wachstum, Strukturwandel und Beschäftigung" lassen sich fokussiert auf das enorm an Bedeutung gewinnende Feld der Mikrosensorik folgende inhaltlichen Ziele des Innovationscampus zusammenfassen:

- Bündelung der Kompetenzen zur Entwicklung neuer miniaturisierter Sensorlösungen
- Gemeinsames Roadmapping orientiert am Marktbedarf
- Identifikation von Innovationspotentialen und Erkenntnistransfer in die Wirtschaft
- Forcierung des Übergangs Forschung Entwicklung Produkt inklusive Prototyping



- Identifikation von Ausgründungsmöglichkeiten
- Durchführung gemeinsamer FuE-Arbeiten mit hohem Transfer- bzw. Ausgründungspotential
- Wissensmanagement und IP-Sicherung
- Unterstützung von Unternehmen z. B. bei komplexen mess- und produktionstechnischen Fragestellungen

Die <u>Aufgaben im Teilvorhaben des FBH</u> bezogen sich auf die Arbeitspakete AP1 und AP5 und beinhalteten die folgenden wissenschaftlich-technischen Arbeitsziele:

- Mobiles Low-Power-Radarsystem für Medizinanwendungen (AP1)
  - Verbesserung der Robustheit der Datenerfassung durch Software- und Hardware-Maßnahmen am 24 GHz Sechs-Tor-System.
- Aufbau des Applikationslabors µ-Spektrum (AP5)
  - Aufbau und Realisierung eines Spektrometer-losen Raman-Messsystems zur Detektion von Carotinoiden.

# 2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Siehe Schlussbericht des Koordinators zum Gesamtvorhaben, Abschnitt I.2

# 3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Siehe Schlussbericht des Koordinators zum Gesamtvorhaben, Abschnitt I.3

# 4. Wissenschaftlich-technischer Stand, an den angeknüpft wurde

Ergänzend zu den Angaben im Schlussbericht des Koordinators zum Gesamtvorhaben in Abschnitt I.4 ist zu nennen:

- AP1 (Medizinradar): Die Arbeiten des FBH beruhten auf den vorangegangenen Forschungstätigkeiten von Prof. Alexander Kölpin und den in diesem Kontext entwickelten 24 GHz-Radar-Demonstratoren nach dem Sechs-Tor-Prinzip. Die im Vorhaben des FBH erarbeiteten Software- und Hardware-Lösungen wurden anhand dieser Labor-Muster demonstriert.
- AP 5 (Applikationslabor µ-Spektrum): Das Messprinzip der Spektrometer-losen Raman Messung beruht auf einer Zwei-Wellenlängen-Anregung. Diese bildet die Grundlage der *Shifted Excitation Raman Difference Spectroscopy* (SERDS) und der daraus abgeleiteten, hier eingesetzten Messmethode. Es werden an die Anregungswellenlängen bzw. an das zu untersuchende Target angepasste optische Transmissionsfilter eingesetzt, um eine Spektrometer-lose Detektion ausgewählter Raman-Signale von Carotinoiden zu ermöglichen.



# 5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen

<u>AP 1:</u> Es wurde intensiv mit dem Institut für Hochfrequenztechnik der Technischen Universität Hamburg zusammengearbeitet (Prof. Kölpin), das die 24 GHz-Radar-Systeme zur Demonstration der FBH-Vorhabenergebnisse bereitstellte.

<u>AP 5a:</u> In Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer IPMS wurden physikalische Anforderungen und Parameter ausgearbeitet zur Realisierung und Bereitstellung eines Wellenlängen-selektiven optischen Raman-Filters auf Basis der MEMS-Technologie. Das bereitgestellte Filter des IPMS wurde am FBH hinsichtlich seiner spektralselektiven Eigenschaften getestet.

In Zusammenarbeit mit dem Deutschen Institut für Ernährungsforschung (DIfE) Potsdam-Rehbrücke wurden seit 07/2021 innerhalb der klinischen Studie "BioMiEL" Spektrometer-basierte Raman-Messungen an Haut durchgeführt. Dieses Messsystem wird dem DIfE für eine weitere Studie, "SERINA", zur Verfügung gestellt. Der Ethikantrag hierzu ist genehmigt, die Studie soll in 05/2022 starten.

# 6. Erzielte Ergebnisse

#### 6.1. AP 1: Mobiles Ultra-Low-Power-Radar für Medizinanwendungen

Im Rahmen des AP 1 sollten kompakte Radarsysteme entwickelt werden, mit denen sich die Herz-Kreislauf-Funktionen von Patienten berührungslos überwachen lassen. Relative Abstandsänderungen des Patienten können damit im Mikrometerbereich aufgelöst und Herz-Kreislauf-Parameter in Quasi-Echtzeit bestimmt werden. Exzellente Ergebnisse hat dabei bisher das Sechs-Tor-Radar erzielt, das auf schnellen Diodendetektoren beruht. Unvorhersehbare Patientenbewegungen und stark schwankende Signalpegel beeinträchtigen jedoch die Zuverlässigkeit, da der Dynamikbereich der verwendeten Diodendetektoren begrenzt ist.

Am FBH wurden deshalb im Rahmen des iCampµs-Vorhabens zwei verschiedene Ansätze entwickelt, die die Dynamik solcher Systeme verbessern und die unabhängig voneinander eingesetzt werden können.

 Die Linearisierung des Sechs-Tor-Systems auf der digitalen Ebene, basierend auf der Kalibration der analogen Signale im Basisband; dazu wurden digitale Algorithmen entwickelt, die auf Kalibriermessungen basieren und sowohl die Linearität der Detektoren deutlich steigern [1] als auch den Einfluss von System-Unvollkommenheiten reduzieren [2]. Die entwickelten Korrekturalgorithmen unterscheiden sich insofern von bestehenden Konzepten, dass sie nicht auf eine Korrektur der verzerrten IQ-Signale, sondern auf eine Korrektur der 4 individuellen Basisbandspannungen abzielen. Diese stehen üblicherweise in digitalisierter Form zur Verfügung. Die Konzepte konnten mit Schaltungssimulationen und experimentellen Untersuchungen an einem existierenden Sechs-Tor bei 24 GHz erfolgreich getestet werden. Eine kombinierte Korrektur von Phasen- und Amplitudenfehler zusammen mit einer digitalen Linearisierung der Detektoren für hohe Eingangsleistungen konnte den auftretenden Fehler bei Abstandsänderungen unter Laborbedingungen im Vergleich zum Stand der Technik deutlich verbessern.



 Die Erhöhung der Detektor-Linearität durch Verwendung von GaN- bzw. InP-Dioden als Detektoren, die aufgrund der höheren Spannungsfestigkeit Vorteile gegenüber den bisher verwendeten Silizium-basierten Dioden versprechen; dazu wurden Schaltungen mit GaNund InP-Dioden mit integrierten Anpassnetzwerken und ausgangsseitigem Shunt-Kondensator mit den am FBH verfügbaren GaN-HEMT- und InP-HBT-MMIC-Prozessen realisiert. Sie ermöglichen eine einfache Integration in existierende Sechs-Tor-Aufbauten. On-Wafer Messungen zeigen, dass die material-spezifisch hohe Schwellenspannung der GaN-Dioden relativ hohe LO-Leistungen erfordert, um in einen für den Betrieb von Sechs-Toren geeigneten Betriebsarbeitspunkt gebracht zu werden. Weiterhin bereitet die Impedanzanpassung dieser Dioden Probleme. Dem gegenüber zeigen die Detektoren, die mithilfe der InP-HBT-Technologie am FBH gefertigt wurden, sehr erfolgversprechende Eigenschaften bezüglich der Verbesserung des Dynamikbereiches im Vergleich zu Si-Dioden und der Fähigkeit, auch bei hohen Eingangspegeln mit entsprechender LO-Leistung zu operieren.

Die Ergebnisse sind im Folgenden ausführlicher beschrieben.

# 6.1.1 Digitale Linearisierung

Da beim Sechs-Tor üblicherweise alle vier Ausgangskanäle (Basisbandspannungen der Leistungsdetektoren) zunächst digitalisiert werden, um dann das komplexe IQ-Signal zu bilden, findet sich hier viel Potential um bestehende Asymmetrien in der passiven Sechs-Tor Schaltung sowie der Leistungsdetektoren zu kompensieren. Abb. 1 zeigt die aufgezeichneten Basisband-spannungen während eines linearen Phasen-Sweep des RF Signals von 360°/s.



Abbildung 1: Basisbandsignale während eines Phasen-Sweep von 360°/s. Die Unterschiede in den Amplituden, die Gleichspannungspegel, sowie Abweichungen von den idealen Phasendifferenzen sind durch Asymmetrien in der passiven Sechs-Tor Schaltung, bestehend aus Quadraturkopplern und einem Leistungsteiler, bedingt.

Eine solche Messung mit bekannter Phasenbeziehung bildet die Grundlage der Kalibrierung, welche dazu dient, die System-Asymmetrien zu bestimmen [1]. Dabei werden drei Korrekturparameter pro Kanal instantan bestimmt (Amplituden Asymmetrie, Phasendifferenz, DC Offset gemäß Abbildung 1). Es wurde gezeigt, dass diese für eine gewählte LO-Leistung unabhängig von der anliegenden RF-Leistung sind und die Korrektur daher große praktische Bedeutung hat. Die IQ-Signale werden anschließend vektoriell zusammengesetzt, wobei die zuvor bestimmten Korrekturparameter berücksichtigt werden.





Abbildung 2: (Links) IQ-Konstellation ohne Korrekturen (LO Leistung: -2 dBm, RF Leistung: -30 bis -10 dBm). Die ideale kreisförmige Konstellation ist elliptisch und um den Ursprung verschoben, aufgrund von existierenden Asymmetrien in der Sechs-Tor-Schaltung. (Rechts) IQ-Konstellation mit angewandten Phasen und Amplitudenkorrekturen [2].

Abb. 2 verdeutlicht die Effektivität der entwickelten Methode. Die ursprüngliche Verzerrung der kreisförmigen IQ-Konstellation aufgrund von Asymmetrien zu einer elliptischen und verschobenen Konstellation kann effektiv mithilfe der in [1] beschriebenen Methode korrigiert werden. Da den extrahierten Korrekturparametern eine physikalische Bedeutung zukommt, ist es ebenfalls möglich, mit einer Serie von Kalibriermessungen und Schaltungssimulationen die Asymmetrien realen Schaltungskomponenten zuzuordnen. Dies ermöglicht es der/m Schaltungsdesigner\*in, Probleme während der Herstellung der Sechs-Tor-Komponenten zu identifizieren und die Qualität des Herstellungsprozesses zu bewerten.

Hinsichtlich der Dynamik von Detektoren wurden wichtige Arbeiten bezüglich einer digitalen Korrektur unter hohen Eingangspegeln und im Großsignalbetrieb vorangebracht. Ein solches Szenario tritt auf, wenn die Distanz zwischen Radarsystem und Patient\*in klein ist bzw. ein rauscharmer Verstärker am Eingang verwendet wird. Die Korrektur nicht-linearer Effekte, wie in diesem Fall zu beobachten, ist prinzipiell schwierig. Es konnte jedoch gezeigt werden, dass auch hier die digitale Korrektur an individuell digitalisierten Basisbandkanälen in Verbindung mit einer vorhergehenden Leistungskalibrierung große Vorteile gegenüber den etablierten Methoden bringen kann. In [2] (siehe Abschnitt 7) werden die Details dieser Kalibriermessungen beschrieben. Es wird Messung unter bekannter RF-Phasenlage im Großsignalbetrieb und bei hohen eine Eingangsleistungen durchgeführt, wobei das interferometrische Arbeitsprinzip genutzt wird, um die Änderung der gemessen Ausgangspannungspegel im Sättigungsbereich (linearer Abschnitt der Diodenkennlinie) von den Verhältnissen im reinem "square-law" Betrieb abzuleiten. Diese Abweichung lässt sich am Beispiel von Si-Schottkydetektoren mit einer einfachen Funktion in Abhängigkeit von der Ausgangsspannungsamplitude ausdrücken. Sie steht beim Betrieb des Radars direkt zur Verfügung und kann genutzt werden, um nicht-lineare Effekte der Detektoren im Großsignalbetrieb unter hoher Eingangsleistung zu reduzieren und damit den Dynamikbereich deutlich zu steigern.





Abbildung 3: (Links) Intermodulationsprodukt in Abhängigkeit von anliegender RF Eingangsleistung mit und ohne Linearisierung. (Rechts) Die Signalverzerrung durch die hohe Aussteuerung der Detektoren spiegelt sich ebenfalls in der IQ-Konstellation wider (LO~RF=2 dBm). Die Linearisierung ist sehr effektiv in der Kompensation der auftretenden Übersteuerung der Dioden-Detektoren bei hohen Eingangspegeln.

Diese Methode wurde an einem Sechs-Tor-Radar bei 24 GHz verifiziert. Die dritte Harmonische wurde dabei als typisches Intermodulationsprodukt herangezogen, um die Effektivität zu quantifizieren. Hier lässt sich ein starker Anstieg ohne Linearisierung beobachten (Abb. 3 links), der sich als zunehmende eckige Verformung der ideal kreisförmigen IQ-Konstellation äußert und als "Squircle" (Kombination der Begriffe "square" und "circle") bezeichnet wird. Diese Konstellation führt zu hohen Fehlern bei der Auswertung der Abstandsänderung aus der Phase. Die im Projekt entwickelte neue Korrekturmethode führt zu einer deutlichen Reduktion der nicht-linearen Effekte und einer verbesserten Rekonstruktion der kreisförmigen IQ-Konstellation. Die Methode wurde an einem speziellen Aufbau zur Abstandmessung benutzt und der etablierten Squircle-Fitting-Methode gegenübergestellt. In Kombination mit einer vorangehenden Phasen- und Amplituden-Asymmetrie-Korrektur konnte der Fehler der Abstandsänderung deutlich verringert werden, wie in Abb. 4 sichtbar wird.



Abbildung 4: Vergleich der Squircle-basierten etablierten Korrektur Methode mit der im AP1e entwickelten Methode. Deutlich kleinere Fehler in der Bestimmung der Abstandänderung sind die Folge unter Großsignalbetrieb und bei hohen Eingangs-leistungen.



#### 6.1.2 GaN- und InP-Dioden als Detektoren

Die Integration der Detektoren als MMIC bietet einige Vorteile gegenüber dem Aufbau von Detektoren basierend auf diskreten Dioden-Komponenten. Da das Sechs-Tor-Radar empfindlich gegenüber Asymmetrien in den Schaltungskomponenten ist, kann durch die hohe Einheitlichkeit der Komponenten eines Prozessierung-Runs bzw. auf einem gemeinsamen Chip eine deutlich höhere Symmetrie zumindest der Detektoren erzielt werden. Weiterhin lassen sich das Impedanz-Anpassnetzwerk integrieren, das ausgangsseitige Tiefpassfilter optimieren und dadurch sehr kompakte Radardetektoren realisieren. Zudem wird davon ausgegangen, dass die relativ hohe Temperaturabhängigkeit der Detektoren aufgrund deren Gleichheit in einem MMIC-Prozess reduziert werden kann.

Der Entwurf von integrierten Radar-Detektoren in III/V-Technologie setzt zuverlässige Modelle voraus, insbesondere Kenntnisse der zu implementierenden Diode, welche die Schlüsselkomponente des Detektors darstellt. Zu Beginn der Arbeiten waren solche Modelle nicht verfügbar und wurden schrittweise auf der Grundlage vorangehender Prozessierung-Runs erstellt. Dabei musste sowohl das DC-Verhalten (z.B. Kennlinie Ausgangsstrom vs. Eingangsspannung) als auch das RF-Verhalten sorgfältig analysiert und nachgebildet werden.

#### GaN-Diodendetektor

Das Layout des Detektor-Chips (zwei benachbarte Detektorschaltungen) ist in Abb. 5 dargestellt. Die Gesamtabmessungen betragen ca. 1 x 1.2 mm<sup>2</sup> und werden durch die Pads am Eingang/Ausgang via Bonddrähten mit existierenden Sechs-Tor Schaltungen verbunden. Störende Temperaturunterschiede in den Detektoren können aufgrund der unmittelbaren Nähe und hohen thermischen Leitfähigkeit der GaN-auf-SiC-Technologie minimiert werden. Die verwendeten Dioden basieren auf der Gate-Diode eines GaN-HEMTs, wie sie im MMIC-Prozess standardmäßig verfügbar ist.



Shunt Kondensator zum Tiefpass-Filter

Abbildung 5: Foto der gefertigten integrierten Detektorschaltung in GaN mit Dimensionen von ca. 1x1.2 mm<sup>2</sup>. Zwei identische Detektoren befinden sich in unmittelbarer Nähe, um jeweils den I- oder Q-Kanal zu bilden, dadurch werden störende Temperaturunterschiede zwischen den Komponenten minimiert. Die GaN-auf- SiC-Technologie zeichnet sich zusätzlich durch eine hohe Wärmeleitfähigkeit aus.

Die Detektoren wurden mit Hilfe des 0.25 µm-GaN-HEMT-MMIC-Prozesses am FBH realisiert und anschließend charakterisiert. Abb. 6 zeigt den Vergleich von gemessener und modellierter DC-



Kennlinie der verwendeten Diode. Die DC-Charakteristik lässt sich sowohl im Durchlass- wie auch im Sperrbereich der Diode gut modellieren.



Abbildung 6: DC-Kennlinie (Strom vs. Eingangsspannung) der gemessenen und modellierten Diode im Vergleich.

In Abbildung 7 sind die Ergebnisse eines Leistungs-Sweeps bei 30 GHz gezeigt. Aufgetragen ist die DC-Ausgangsspannung als Funktion der Eingangsleistung. Zwar ist der Detektor bei 30 GHz schlecht angepasst, nichtsdestotrotz ist die benötigte Eingangsleistung, um die Diode in einen geeigneten Arbeitspunkt auszusteuern, mit mehr als 25 dBm sehr hoch. Dies hängt hauptsächlich mit der hohen Schwellenspannung (ca. 0.8 V, siehe Abbildung 6) der verwendeten GaN-Diode zusammen. Als Alternative zu den verwendeten Gate-Dioden könnten GaN-Schottkydioden hier eine Verbesserung erzielen, diese wurden jedoch erst nach Ende des Vorhabens verfügbar und es ist wegen der Materialeigenschaften (es handelt sich weiterhin um einen Übergang mit dem Widebandgap-Material GaN) keine durchgreifende Änderung der Charakteristik zu erwarten. Insgesamt zeigen die Ergebnisse, dass mit den GaN-Gate-Dioden die gewünschte Verbesserung des Detektorverhaltens nicht zu erwarten ist.



Abbildung 7: DC-Ausgangsspannung des GaN-Detektors als Funktion der Eingangsleistung bei 30 GHz (links: lineare Darstellung, rechts: logarithmische Darstellung). Der Detektor ist bei der gemessenen Frequenz zwar nicht optimal angepasst, die benötigte Leistung zur Aussteuerung der GaN Diode ist trotzdem sehr hoch (>25 dBm), aufgrund der hohen Schwell*en*spannung. Des Weiteren besitzt die Diode aufgrund des hohen Nichtidealitäts-Faktors einen wenig ausgeprägten "square-law"-Bereich, der wichtig für die Funktion des Sechs-Tors ist.



#### InP-Diodendetektor

Ähnlich der Vorgehensweise beim Entwurf des GaN-basierten Detektors wurde zunächst auf Grundlage vorangegangener Prozessierungen ein Schaltungsmodell der InP-Dioden erstellt. In Abb. 8 ist die Modellierung im Vergleich mit Messungen dargestellt. Sowohl im Sperrbereich als auch im Durchlassbereich der Diode konnte eine gute Übereinstimmung erzielt werden.



Abbildung 8: DC Kennlinie der InP-Diode links: Sperrbereich (lineare x-Achse), rechts: Durchlassbereich in doppeltlogarithmischer Darstellung, im Vergleich zwischen Modell und Messung.

Aufbauend auf den DC-Kennlinien wurde das Modell erweitert und ein Hochfrequenz-Großsignalmodell erstellt. Nach De-Embedding von externen Effekten weist auch hier das Modell eine gute Übereinstimmung mit den Messungen auf. Die extrahierten Abhängigkeiten der Kapazitäten von der anliegenden Spannung ermöglichen die Erstellung eines Großsignalmodells, das dann für den Entwurf der InP-Detektoren genutzt wurde.



Abbildung 9: Chipfoto (links) des InP-Detektors und (rechts) dessen DC-Ausgangsspannung als Funktion der Eingangsleistung bei 24 GHz, Vergleich Messung (rot) mit Simulation (schwarz).



Die Schaltung besteht aus der Diode und einem Anpassnetzwerk, es sind jeweils 2 Exemplare dieser Schaltung auf einem Chip integriert, um ein möglichst symmetrisches Verhalten zu erzielen (u.a. in Bezug auf die Temperatur). Abb. 9 (links) zeigt das Chipfoto.

Die letztlich relevante Charakteristik ist die durch die Gleichrichtung entstehende DC-Ausgangsspannung als Funktion der Eingangsleistung bei Speisung mit einem 24 GHz-Signal, wie es den Verhältnissen in der 6-Tor-Matrix entspricht. Abb. 9 (rechts) zeigt die zugehörigen Messdaten und den Vergleich mit den Simulationen.

Man erkennt, dass bereits bei 5 dBm Eingangsleistung eine Ausgangsspannung von 0.2..0.3 V erreicht wird. Dies liegt um Größenordnungen über den bei den GaN-Detektoren beobachteten Werten, die erst bei wesentlich höheren Eingangsleistungen überhaupt einen Anstieg der Spannung erkennen lassen (siehe Abb. 7). Der Verlauf deckt sich sehr gut mit den simulierten Werten, die Tatsache, dass die gemessenen Spannungen sogar höher sind als nach der Simulation zu erwarten, lässt sich mit Ungenauigkeiten in der Großsignalmodellierung der Diode erklären. Weiterhin ist für den Einsatz im 6-Tor-Reflektometer wichtig, dass die DC-Ausgangsspannung in einem möglichst großen Bereich der Eingangsleistung eine quadratische Charakteristik ("Square law") als Funktion der Eingangsleistung aufweist, was ein Maß für die verfügbare Dynamik darstellt. Dieses ist für die InP-Dioden in sehr guter Weise gegeben.

Die Schlussfolgerung aus diesen Ergebnissen lautet, dass die InP-Dioden (im Gegensatz zur GaN-Version) eine vielversprechende Performanz in Bezug auf die Dynamiksteigerung des betrachteten Sechs-Tor-Radars liefern.

Der Stand des gesamten Arbeitspaketes AP1 zum Projektende und die Erfüllung der Meilensteine sind dem Schlussbericht des Koordinators zu entnehmen (siehe Abschnitt II.1), die Darstellung in Tabellenform ist im Folgenden noch einmal wiedergegeben.

Nr.	Beschreibung	Datum	Stand	Anmerkungen
AP1-M1	Spezifikation liegt vor	Feb. 2020	100 %	Leichte Verzögerung wegen verspätetem Personaleintritt ohne Auswirkungen auf den Projektfortschritt
AP1-M2	Schnittstellen zahlenmäßig definiert	Mrz. 2020	100 %	Planmäßig abgeschlossen
AP1-M3	Antennensystem liegt vor	Mrz. 2021	100%	Planmäßig abgeschlossen
AP1-M4	Radar-Transceiver-Chip liegt vor	Apr. 2021	100%	Planmäßig abgeschlossen
AP1-M5	Detektorkonzept liegt vor	Feb. 2021	100%	Planmäßig abgeschlossen
AP1-M6	Detektorschaltung entworfen und gefertigt	Sep. 2021	100%	Planmäßig abgeschlossen
AP1-M7	Selbsttestkonzepte liegen vor	Dez. 2021	100%	Planmäßig abgeschlossen
AP1-M8	Algorithmen zur Ermittlung medizinisch relevanter Parameter aus Messdaten liegen vor	Dez. 2021	100%	Planmäßig abgeschlossen
AP1-M9	Demonstratorsystem liegt vor	Dez. 2021	80%	Planmäßig abgeschlossen bis auf ein Gehäuse



# 6.2. AP5: Aufbau des Applikationslabors µ-Spektrum

Im Rahmen des AP5 wurde ein kompakter, mobiler Labordemonstrator für die Spektrometer-lose Raman-Messung von Carotinoiden entwickelt. Dieser optische Raman-Sensor kann zur Bestimmung von β-Carotin-Gehalten im klinischen- oder Agrarumfeld genutzt werden, um den Gesundheitszustand eines Patienten bzw. die Qualität von Lebensmitteln zu bestimmen.

Die Realisierung eines Spektrometer-losen Resonanz-Raman Messsystems, bei dem auf den Einsatz eines Spektrometers mit Charged Coupled Device (CCD) als Detektor verzichtet wird, basiert auf der Messung einer intensiven Raman-Linie der Targetsubstanz ß-Carotin mit zwei zueinander spektral verschobenen Anregungswellenlängen. Bei Anregung mit der ersten Wellenlänge  $\lambda_{on}$  wird diese Raman-Linie aus der Gesamtheit der Stokes-Linien mittels eines optisch spektral schmalbandigen Filters herausselektiert. Der spektrale Abstand der zweiten Wellenlänge  $\lambda_{off}$  ist so gewählt, dass sich die ausgewählte Raman-Linie der Zielsubstanz außerhalb des Transmissionsbereichs der Filtercharakteristik befindet und darüber hinaus keine Querempfindlichkeiten, wie z.B. Raman-Linien anderer Substanzen, auftreten, Zudem können Informationen zum Untergrundsignal gesammelt werden.



Abbildung 10: Allgemeines Messprinzip der Spektrometer-losen Raman Messung. (oben) Raman Spektrum mit Anregungswellenlänge  $\lambda_{on}$ . (unten) Raman Spektrum mit Anregungswellenlänge  $\lambda_{off}$ . (gelbe Fläche) Transmissionsbereich des Bandpassfilters  $\Delta \lambda$ .

Als Anregungsquelle wurden ein am FBH entwickeltes GaN Dioden-basiertes Zwei-Wellenlängen Lasersystem realisiert [3]. Die Anregungswellenlängen liegen bei 456 nm ( $\lambda_{on}$ ) bzw. 450 nm ( $\lambda_{off}$ ) und können mit einer Frequenz von bis zu 1 kHz geschaltet werden. Dieser Laser wurde inkl. Wärmesenke und Stromversorgung in einem Gehäuse, einem sogenannten Turn-Key-System,



verbaut, welches sich über eine USB-Schnittstelle mit einer am FBH-entwickelten Software ansteuern lässt. Das emittierte Laserlicht wird über einen kommerziellen optischen Faserkoppler in eine optische Faser mit 50 µm Kerndurchmesser und numerischer Apertur 0,22 eingekoppelt und zur Transferoptik, der Raman-Optode, geleitet.

Das optische Design und das Gehäuse der Raman Optode (150x30x12 mm<sup>3</sup>) wurde am FBH entwickelt. Über kommerzielle zugeschnittene integrierte Linsen und Filter wird der Anregungsstrahl auf die Probe transferiert und die dadurch erzeugten Raman-Photonen in Rückstreuung eingesammelt. Über geeignete Langpass-Kantenfilter werden die Anregungswellenlängen blockiert und ein optisch schmalbandiges Bandpassfilter bei 491 nm (spektraler Durchlassbereich  $\Delta\lambda = 2,6$  nm) selektiert die charakteristische Raman-Linie von  $\beta$ -Carotin bei 1525 cm<sup>-1</sup>.



Abbildung 11: Optodenhalbschale mit (1) Anregungsfaser mit integrierter Optik; (2) Bandpassfilter; (3) Spiegel; (4) Langpassfilter; (5) Saphirfenster/Linse; (6) Detektionsfaser mit integrierter Optik, (7) Bandpassfilter 491 nm.

Mit Hilfe einer optischen Faser mit Kerndurchmesser von 200 µm und integrierter Optik wird das Detektionslicht eingekoppelt und auf eine kommerzielle Silizium-basierte Photodiode der Firma Thorlabs geleitet. Der erzeugte Photostrom wird zunächst durch einen Transimpedanzwandler (TIA) verstärkt und dann über einen kommerziellen Lock-In-Verstärker (LIA) in Referenz zur Schaltfrequenz gemessen. Die entstehende Spannung verhält sich proportional zur  $\beta$ -Carotin-Konzentration. Das Spektrometer-lose Raman-System wurde zusammen mit einem Akku (LIONTRON LiFePO4 LX 12, 8V 20 Ah) in einen Schutzkoffer, Peli Case iM2370 Storm, integriert, siehe Abb. 12. Somit lässt sich das System transportieren und es können problemlos vor-Ort Messungen außerhalb des Labors durchgeführt werden.





Abbildung 12: (Links) Messung einer β-Carotin-Lösung mit dem Spektrometer-losen Raman-System. (Rechts) CAD-Zeichnung des Spektrometer-losen Raman-Systems.



Unter Laborbedingungen konnte das Spektrometer-lose Raman System für  $\beta$ -Carotin in Lösung Nachweisgrenzen in derselben Größenordnung wie ein Spektrometer-basiertes Raman-System inkl. gekühltem CCD-Detektor erzielen. Dafür wurde  $\beta$ -Carotin in Dichlormethan mit verschiedenen Konzentrationen ( $c = 0,2 - 100 \mu$ mol/L) gelöst und jeweils Spektrometer-basiert und Spektrometer-los vermessen (siehe Abb. 13). Zur Berechnung der Nachweisgrenze wurde das  $3\sigma$  Kriterium nach DIN 32645 verwendet.



Abbildung 13: Bestimmung der Nachweisgrenze von  $\beta$ -Carotin durch lineare Regressionsanalyse. (Links) Auftragung der am LIA gemessenen Spannung gegen die  $\beta$ -Carotin-Konzentration. Lineare Regression erfolgte für Konzentrationen bis 2 µmol/L. (Rechts) Auftragung der Intensitäten, gemessen mit dem Spektrometer-basierten System, als Funktion der  $\beta$ -Carotin Konzentration. Lineare Regression erfolgte für Konzentrationen bis 2 µmol/L.



Der Stand des gesamten Arbeitspaketes AP5 zum Projektende und die Erfüllung der Meilensteine sind dem Schlussbericht des Koordinators zu entnehmen. Die Darstellung in Tabellenform ist im Folgenden noch einmal wiedergegeben.

Nr.	Beschreibung	Datum	Stand	Ggf. neues Datum	Anmerkungen
AP5-M1	Verfeinerung Spezifikationen für ein spektrometerloses Resonanz-Raman- System	01.2020	100%		Termingerecht abgeschlossen
AP5-M2	Auswahl der für ein spektrometerloses Resonanz-Raman-System am besten geeigneten Lichtquelle im Bereich um 488 nm	12.2020	100%		Termin gerecht abgeschlossen
AP5-M3	Bereitstellung geeigneter Ansteuer- und Messelektronik	06.2021	100%		abgeschlossen
AP5-M4	Festlegung der spektralen Abstände für die Anregungslaser	04.2020	100%		Termingerecht abgeschlossen
AP5-M5	Raman-Optode zum Einsatz im Raman- System	06.2021	100%		abgeschossen
AP5-M12	Verfeinerung Spezifikationen für einen durchstimmbaren Gitterfilter	01.2020	100%		abgeschlossen
AP5-M13	Fertiges Optik- und Mechanikdesign für durchstimmbaren Gitterfilter	11.2020	100%		Nach Plan fertiggestellt
AP5-M14	Getesteter durchstimmbarer Gitterfilter mit 3 nm Bandbreite für Wellenlängen zwischen 400 nm und 600 nm	06.2021	100%		abgeschlossen
AP5-M15	Labordemonstrator: spektrometerloses Resonanz-Raman-System für Tests unter realen Bedingungen	12.2021	100%		abgeschlossen



#### 7. Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises, Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die Projektausgaben des FBH umfassten im wesentlichen Personalausgaben (ca. 83%), den Rest machen, da kein Invest beantragt wurde, die Sachkosten aus, die etwa je zur Hälfte auf die Gemeinkosten sowie Verbrauchsmaterial entfallen. Die Reisekosten waren dem gegenüber bereits im Ansatz gering und wurden auch durch die pandemiebedingten Beschränkungen nur gering ausgelastet (keine Auslandsreise).

Die Ausgaben waren für die Erfüllung der Projektziele notwendig und angemessen, wie auch aus der Beschreibung der erzielten Ergebnisse in Abschnitt 6 hervorgeht.

# 8. Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit des Ergebnisses

Die Verwertung der Ergebnisse in den beiden Arbeitspaketen ist im Erfolgskontrollbericht sowie dem Verwertungsplan detailliert beschrieben. Zusammenfassend ergibt sich folgendes Bild:

- Für die in AP 1 erzielten Ergebnisse zu Kalibrationsalgorithmen und verbesserten Detektoren sind noch weitergehende Untersuchungen notwendig, um das Verwertungspotential zu klären. Für die Detektoren sind diese Arbeiten bereits im Folge-Vorhaben iCampµs2 eingearbeitet, die Kalibrationsalgorithmen können mit vorhandenen 24 GHz-Radar-Systemen eingesetzt werden. Dies soll nach Projektende mit einem externen Partner weiterverfolgt werden. Welche Perspektiven sich daraus ergeben, ist allerdings momentan noch unklar.
- Im AP 5 wurde das bereits bei Projektbeginn vorhandene und patentierte Konzept für den Fall der Resonanz-Raman-Spektroskopie in einem feldtauglichen Messsystem umgesetzt. Damit sind Möglichkeiten der einfachen Demonstration dieses Messsystems in verschiedensten Anwendungen möglich und werden auch bereits von wissenschaftlichen Institutionen, insbesondere aus den Lebenswissenschaften wie Medizin und Agrarwissenschaften, angefragt. Die Ergebnisse des Vorhabens zeigt aber auch Optionen einer weiteren Größen- und Gewichtsreduktion eines derartigen Systems auf. Dies würde eine kommerzielle Nutzung sowohl von Seiten etablierter Firmen, aber auch von potenziellen Spin-Offs vielversprechend machen. Dazu wäre allerdings ein geeignetes Folgeprojekt notwendia.

# 9. Während der Durchführung bekannt gewordener Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Die für das Teilvorhaben des FBH relevanten Publikationen sind im Schlussbericht des Koordinators im Abschnitt II.5 unter AP1 und AP5a aufgeführt



# 10. Erfolgte und geplante/eingereichte Veröffentlichungen

<u>AP 1:</u>

- [1] S. Krause, F. Michler, A.Koelpin, M. Rudolph, and W. Heinrich, "A Digital Correction Method for Increased Dynamic Range in Interferometric Six-Port Radars", IEEE Microwave and Wireless Components Letters, vol. 31, no. 8, pp. 997-1000, Aug. 2021
- [2] S. Krause, F. Michler, M. Rudolph, A. Koelpin, and W. Heinrich, "Characterization and Correction of Component Imbalances in Interferometric Six-Port Radars", IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, submitted Apr. 2022 (im Review)

<u>AP 5:</u>

[3] B. Sumpf, A. Müller, M. Braune, J. Gleim, N. Ruhnke, M. Vastag, and M. Maiwald, "Diode laser based light sources for shifted excitation resonance Raman difference spectroscopy in the spectral range between 450 nm and 532 nm", Proc. SPIE 11978, Plasmonics in Biology and Medicine XIX, 1197802 (3 March 2022); <u>https://doi.org/10.1117/12.2607741</u>