

Der Atmosphärendruck-Plasmajet zur Herstellung piezoelektrischer Sensoren



JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH

Alexander M. Schwan, Jürgen M. Lackner,

Juni 2018

www.joanneum.at/materials

THE INNOVATION COMPANY



- 1. Zustandsüberwachung & Sensorik
- 2. Piezoelektrische Sensoren
- 3. Erzeugung piezoelektrischer ZnO-Nanowires im Plasma-Jet
- 4. Neuartiger Sensoraufbau basierend auf ZnO-Nanowires
- 5. Zusammenfassung & Ausblick



1. Teil: Zustandsüberwachung & Sensorik



THE INNOVATION COMPANY



Zustandsüberwachung

Meint

4

- Zustandsüberwachung von Maschinen & Werkzeugen (Condition Monitoring) sowie von statischen Strukturen (Structural Health Monitoring)
- durch die Bestimmung relevanter physikalischer Größen

Ermöglicht

- das Abschätzen von Verschleiß und Materialermüdung
- die (Früh-)Erkennung von Schädigung

Steigert

Sicherheit und Maschineneffizienz



Zustandsüberwachung

In 3 Schritten

- Signalaufnahme
- Signalverarbeitung und Analyse: beinhaltet Signalvorbehandlung und Nachbearbeitung
- **Zustandsbericht** über die Maschine, das Werkzeug, das Gebäude





Sensorik für die Zustandsüberwachung

Sensoren für

- akustische Emission
- Kraftmessung
- Maschinelles Sehen
- Temperaturmessung
- Beschleunigungsmessung
- Antriebsstrommessung
- Stress-, Belastungsmessung
- Kombination von Sensoren
 - Schwingungsmessung



Sensorik für die Zustandsüberwachung

Warum?

- Zur Erkennung von kleinflächigen, örtlich begrenzten Schäden, Unwuchten, Ausrichtefehlern, Anstreifvorgängen etc.
- Aufzeichnung von Lastprofilen
- Optimierung von Wartungszyklen, Schadens(früh)erkennung

Wofür?

- für Condition Monitoring an Maschinen, Windrädern, Turbinen, Getrieben, Roboterarmen etc.
- für Structural Health Monitoring an Gebäuden, Gondeln etc.



Messprinzipien für Schwingungsmessung

Elektromagnetische Effekte

- Induktion von elektr./magnet. Feldern
- Anderung von elektr./magnet. Leitfähigkeit
- Wirbelstromprinzip

8

→ Magnetfeldsensoren, Magnetoelastische Sensoren, Induktive Sensoren, Ferraris-Sensoren (Relativbeschleunigungssensor)

Abhängigkeit des ohmschen Widerstands von Länge und Querschnitt

→ Dehnungsmesstreifen

Piezoelektrischer Effekt

→ Piezoelektrische Sensoren



2. Teil: Der piezoelektrische Effekt



THE INNOVATION COMPANY



- Entdeckt 1880 von Jacque und Pierre Curie an Turmalinkristallen
- Gerichtete Verformung erzeugt mikroskopische Dipole (Ladungsverschiebung) → elektrisches Feld

```
altgr. piezein = drücken
altgr. elektron = Bernstein
```





Piezoelektrische Materialien = Dielektrische Kristalle

- natürliche Materialen (Knochen, Seide)
- unsymmetrische Einkristalle (Quarz)
- polarisierte Vielkristalle
- Polymere (Polyvinylidenfluorid)
- Keramiken (PZT, ZnO)



patentierte **PYZOFLEX**[®]-Technologie von Joanneum Research



- Elektrische Spannung = proportional zur Last
- Längseffekt: Polarisation parallel zur Kraft \rightarrow Spannung in Kraftrichtung
- Quereffekt: Polarisation transversal zur Kraft → Spannung quer zur Kraftrichtung
- Schereffekt: Spannung diagonal zu den Ebenen der Scherung

Umkehrung: Spannung erzeugt über eine Volumenänderung eine Kraft





Anwendungen

- **Elektrische Bauelemente** (z.B. Schwingquarze, Transformatoren)
- Aktoren: Umwandlung von elektrischen Signalen in Verformung (z.B. Lautsprecher)
- Sensoren: Umwandlung von Kraft, Druck, Beschleunigung in elektrische Signale



Der piezoelektrische Effekt in Sensoren

Seit den 1940ern

- Hohe Empfindlichkeit
- Hohe Resonanzfrequenzen (> 10 MHz)
- Hoher dynamischer Bereich
- Vorteile gegenüber Dehnungsmessstreifen: hitzebeständiger, da keine Kunststoffträgerfolien nötig, größere Kriech- und Verschleißbeständigkeit
- Nachteile: schlechte Ortsauflösung



Piezo Goes Nano

Piezoelektrische Nanostrukturen sind

Iokal applizierbar

15

sensitiv gegenüber Verformung, wenn eingebettet in Lacke oder Polymere

→ Smarte Oberflächen mit guter Ortsauflösung



ZnO-Nanowires (ZnO-NWs) als zukunftsweisendes piezoelektrisches Sensormaterial

- Drahtartige Strukturen zur gerichteten Nutzung des Piezoeffekts: 30-100 nm Durchmesser, ≥ 1 µm Länge
- Relativ günstiges Ausgangsmaterial: Zink-Pulver (5 µm): 533,- €/kg
- Halbleitend

- Pyroelektrisch
- Piezoelektrisch
- Schmelzpunkt = 1974 °C
- Hexagonale Struktur (Wurtzit)
- Relative einfach zu synthetisieren





State-of-the-Art ZnO-Nanopartikelsynthese

- Kalzinierung
- Fällung (mit/ohne Tenside)
- Sol-Gele

- Solvothermale, hydrothermale und Mikrowellen-Prozesse
- (Mikro-)Emulsionen
- Thermische Zersetzung
- Ultraschallbestrahlung
- Dampf-Synthese
- Plasmaprozesse
- → Meist hohe Temperaturen und lange Laufzeiten (eine halbe bis mehrere Stunden)
 → Plasma-Flight-thru-Prozesse ermöglichen schnelle ZnO-NW-Synthese



3. Teil: Erzeugung piezoelektrischer ZnO-Nanowires im Plasma-Jet





Was ist mit Plasmen laut Literatur möglich?

Plasma-Flight-thru-Prozess zur ZnO-Nanopartikelsynthese:

- **Ko et al. (2006):** Produktionsrate 1,2 kg/h (Pulverförderrate? Form? Ausbeute?)
- Petzold et al. (2012): Pulverförderrate 1 g/min; Aufarbeitung des Pulvers in Wasser → Ausbeute der Aufarbeitung 70 %

Ausbeute des Plasmaprozesses und Gesamtausbeute für ZnO-NWs nicht bekannt!



Der Atmosphärendruck-Plasmajet

- Plasma = Gas mit freien elektrisch geladenen Teilchen
- Elektrische Entladung \rightarrow Lichtbogen
- Hohe Temperaturen (~ 10 000 °C) → heißer als die Sonnenoberfläche



Der Atmosphärendruck-Plasmajet von Projektpartner INOCON



Beschichtungsdüse von Projektpartner INOCON

Erzeugung des Plasmajets:





Beschichtungsdüse von Projektpartner INOCON

- Interne Einspeisung: von Metallpulvern (z.B. Cu, Zn) → hoher Energieeintrag
- Externe Einspeisung: von Präkursordampf (z.B. HMDSO) oder Aerosolen → 30° oder 90° zum Plasmajet







Das Schweizer Messer unter den Beschichtungssystemen!!



23

THE INNOVATION COMPANY



Einsatzmöglichkeiten

- Oberflächenaktivierung
- Keramische oder metallische Schichtabscheidung
- Komplexe Schichtsysteme durch Materialkombinationen
- Plasmanachbehandlung und Schichtaushärtung

Nanopartikelsynthese





ZnO-NW-Reaktor: Schema





Plasma-Düse

Silikat-Gewebe

ZnO-NW-Reaktor: Prototyp

- Zink schmilzt, verdampft, wächst im Gasstrom zu Nanostrukturen
- Variation von Pulvergröße, Stromstärke,
 Fördermenge, Gasflüssen, Reaktorgeometrie, etc.





ZnO-Nanostrukturen: 30 µm Zink



THE INNOVATION COMPANY



ZnO-Nanostrukturen: 5 µm Zink



THE INNOVATION COMPANY



Aktuelle Ergebnisse der ZnO-NW-Synthese

- Nano-Geflechte erhalten
- In und O im Verhältnis 1:1 → atmosphärischer Sauerstoff
- Bessere Prozesskontrolle nötig, um gewünschte ZnO-NWs zu ernten









Ausblick



 \rightarrow geschlossener und gekühlter Reaktor



THE INNOVATION COMPANY



4. Teil: Neuartiger Sensoraufbau basierend auf ZnO-Nanowires



THE INNOVATION COMPANY



Zielsetzung des Projekts

Entwicklung neuer piezoelektrischer Sensormaterialien mit ZnO-Nanowires:

- Verschleißfester Sensoraufbau dank Silikat-Silikon-Matrix
- Hergestellt im Atmosphärendruck-Plasma-Jet
- Aufgetragen im Aerosol-Jet-Verfahren



Schrittweiser Aufbau der Sensorarchitektur



THE INNOVATION COMPANY



Schrittweiser Aufbau der Sensorarchitektur



35

THE INNOVATION COMPANY



Sensorik über ZnO-NWs

- Arbeitsbelastung \rightarrow piezoelektrische Spannung in den ZnO-Nanowires
- Spannung aufgezeichnet über AI- und Ni-Elektroden → Lebensdauer, Wartungszyklen, Schäden
- Belastungsspitzen → Sofortalarm

Transversale Last – Longitudinale Last – Torsion





ZnO-NWs-Einbettung über Aersol-Jet-Druck

- Zerstäubung aus Reservoir (Linienbreite ~150 μm, Schichtdicke ~1 μm)
- Aushärtung am Substrat (z.B. UV)







Testdruck von kommerziellen ZnO-NWs (90 nm Durchmesser, 1 µm Länge)



Agglomeration beim Trocknen (wie Kaffeefleck)

THE INNOVATION COMPANY



ZnO-NWs im Aerosol-Jet

- ZnO-Nanowires druckbar
- Partikelagglomeration \rightarrow Tintenformulierung
- Ausrichtung → Elektromagnetisches Feld?



5. Teil: Zusammenfassung & Ausblick





Zusammenfassung

- Piezoelektrische Sensoren geeignet f
 ür Schwingungs- und Arbeitslastmessung
- Smarte Oberflächen mit ZnO-NWs herstellbar
 - Schnellen und kostengünstigen Plasma-Jet-Synthese möglich
 - Einfacher Aerosol-Jet-Druckprozess in Entwicklung
- Ziel: Sensorfunktionsmustern für Maschinenzustandsüberwachung



Ausblick

Warum einschränken auf Zustandsüberwachung?

- Piezosensitive Oberflächen für Tastsensorik (Maschinen, Roboter)
- Nanogeneratoren zur Energiegewinnung (f
 ür Nanomaschinen)





Beispiel: Flexibler Einzeldraht-Generator

- ZnO-NW auf flexiblem Kapton
- Oszillierende Beugung erzeugt einen
 Wechselstrom mit bis zu ~50 mV pro ZnO-NW



THE INNOVATION COMPANY

Quelle: Yang (2009)



Beispiel: Integrierter Vertikaler Nanowire-Array Nanogenerator

ZnO-NWs auf Elektrode mit Polymer gepackt



Quelle: Zhu et al. (2010)



Beispiel: Tastsensorik

ZnO-NWs auf mit Gold beschichtetem Kunststoff (PEN)



THE INNOVATION COMPANY







Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH MATERIALS – Institut für Oberflächentechnologien und Photonik Laser- und Plasma-Technologien

Leobner Straße 94, 8712 Niklasdorf

www.joanneum.at/materials

www.joanneum.at/materials

THE INNOVATION COMPANY















Quellen

Abbildungen:

47

- **Stethoskop:** http://www.freeclipart.pw/clipart_images/stethoscope-clipart-black-and-white-20098.
- **Roboterarm:** https://www.joanneum.at/fileadmin/user_upload/imported/ROBOTICS/ROBOTICS_Infrastruktur/panda_03_hell.jpg
- **Turmalinkristall:** https://de.wikipedia.org/wiki/Turmalingruppe#/media/File:Tourmaline-Quartz-83180.jpg
- Darstellung des piezoelektrischen Effekts: https://de.wikipedia.org/wiki/Piezoelektrizit%C3%A4t
- **Zinkoxid-Kristallstruktur:** https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/8/8e/Wurtzite_polyhedra.png
- Plasmadüsen: INOCON Technologie GmbH
- Schweizer Messer: http://clipart.coolclips.com/480/vectors/tf05153/CoolClips_vc006376.png.
- **Roboterhand:** https://www.joanneum.at/fileadmin/user_upload/imported/ROBOTICS/ROBOTICS_Infrastruktur/Adaptive_Roboterhand_Robotiq_3-Finger-Greifer.jpg

Literatur:

- Ko et al. (2006): T. S. Ko, S. Yang, H. C. Hsu, C. P. Chu, H. F. Lin, S. C. Liao, T. C. Lu, H. C. Kuo, W. F. Hsieh, S. C. Wang, ZnO nanopowders fabricated by dc thermal plasma synthesis, Materials Science and Engineering B 134 (2006) 54-58.
- Petzold et al. (2012): F. G. Petzold, J. Jasinski, E. L. Clark, J. H. Kim, J. Absher, H. Toufar, M. K. Sunkara, Nickel supported on zinc oxide nanowires as advanced hydrodesulfurization catalysts, Catalysis Today 198 (2012) 219-227.
- **Yang et al. (2009):** R.S. Yang, Y. Qin, L.M. Dai, Z.L. Wang, Power generation with laterally packaged piezoelectric fine wires, Nature Nanotechnology 4 (2009) 34-39.
- **Zhu et al. (2010):** G. Zhu, R. Yang, S. Wang, Z. L. Wang, Flexible highoutput nanogenerator based on lateral ZnO nanowire array, Nano Letters 10 (2010) 3151-3155.
- Jeong et al. (2015): Y. Jeong, M. Sim, J. H. Shin, J.-W. Choi, J. I. Sohn, S. N. Cha, H. Choi, C. Moon, J. E. Jang, Psychological tactile sensor structure based on piezoelectric nanowire cell arrays, RSC Advances 5 (2015) 40363-40368.