264043-1

УДК 621.38

Одноразові носимі сенсори на основі наноцелюлози для біомедичних застосувань

Найдьонов^f А. О., ORCID <u>0000-0003-2410-1693</u> Душейко М. Г., ORCID <u>0000-0003-3476-4220</u> Коваль^s В. М., к.т.н. доц., ORCID <u>0000-0002-3898-9163</u> Кафедра мікроелектроніки, <u>me.kpi.ua</u> Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського» ROR <u>00syn5v21</u> Київ, Україна

Барбаш^s В. А., к.х.н. проф., ORCID <u>0000-0002-7933-6038</u> Кафедра екології та технології рослинних полімерів, <u>есо-рарег.kpi.ua</u> Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського» ROR <u>00syn5v21</u> Київ, Україна

Анотація—В роботі синтезовано і досліджено одноразові носимі сенсори вигину на основі плівок наноцелюлози із стебел міскантусу для моніторингу рухової та м'язової активності людини. Встановлено, що такі сенсори можна використовувати для тестування руху пальця і біцепсу руки протягом принаймні 10-30, а для руху ліктя – протягом 3 повних циклів згину-розгину. Відносна зміна опору сенсора в середньому становила 3%, а час відгуку 0,2-0,3 с. Продемонстровано біорозкладні властивості сенсорів вигину на основі наноцелюлози і встановлено, що втрата маси зразків сенсорів після поміщення їх в грунт на 9 тижнів становила 50%. Таким чином, запропонована технологія виготовлення сенсорів дає змогу отримувати дешеві, легкі, гнучкі одноразові носимі сенсори, що не потребують подальшої утилізація після завершення їх експлуатації.

Ключові слова — одноразові сенсори; наноцелюлоза; сенсори вигину; біорозкладність.

I. Вступ

Моніторинг рухової та м'язової активності людини використовується в багатьох сферах – від протезування під час реабілітації до моніторингу тренувань спортсменів [1], військових та людей з особливими потребами [2].

Метод моніторингу м'язової активності за допомогою тензодатчиків має назву force-міографія (Force Miography, FMG). FMG - це неінвазивна методика реєстрації положення або руху кінцівки чи окремих м'язових груп на основі змін у жорсткості відповідного м'язово-сухожилкового комплексу [3]. Зміни напруженого стану м'язово-сухожилкового комплексу контролюються шляхом розміщення у відповідному місці кінцівки тензодатчика, електричний сигнал якого дає інформацію про певний механічний рух. Наприклад, в дослідженнях FMG досить поширеним є датчик FSR402, який характеризується наступними характеристиками: діапазон чутливості до механічної сили 0,1–10Н, дрейф характеристик <5%, час відгуку <3 мкс [4]. За допомогою цього сенсора проводять вимірювання руху кінцівок та м'язів.

 \odot

(cc)

На сьогодні сенсори для даних задач виготовляються, як правило, з гнучких полімерів (поліімід, полівінилхлорид, полістирол [5]) та потребують переробки після закінчення терміну їх придатності. Враховуючи збільшення кількості пандемій в останні 20 років (свинячий грип [6], пташиний грип H5N1 [7], коронавірус COVID-19 SARS-CoV-2 [8]), актуальною залишається розробка одноразових біорозкладних сенсорів низької вартості, які не потребують дезінфекції та очищення, а також утилізації після їх використання.

Для такого типу сенсорів в якості біорозкладної основи досить перспективним є використання природного матеріалу біологічного походження — наноцелюлози. Наноцелюлоза (НЦ) належить до групи наноматеріалів, що складаються з нанорозмірних частинок целюлози кристалічної та аморфної структури [9]. НЦ демонструє унікальні властивості, такі як високий модуль пружності, висока питома поверхня, оптична прозорість, низький коефіцієнт теплового розширення, здатність до біодеградації та біосумісність, а також низька вага та вартість виробництва порівняно з синтетичними полімерами [10, 11]. Наноцелюлоза поділяється на три типи [12]: нанокристалічна целюлоза (CNC), нанофібрильована целюлоза (CNF) і бактеріальна наноцелюлоза (BNC). Серед них найбільш розповсюдженим і перспективним матеріалом для виготовлення механічних сенсорів є нанофібрильована целюлоза. CNF – це композитна нанорозмірна структура з целюлозних волокон (фібрил) з високим співвідношенням довжини до поперечного розміру нанофібрил: ширина фібрил зазвичай становить 5-20 нм, а довжина досягає кілька мікрометрів. Завдяки своїм унікальним механічним властивостям CNF стала популярним армуючим компонентом для виробництва багатьох видів полімерних нанокомпозитів [13].

На даний момент вже існують розробки сенсорів механічних полів на основі НЦ ([14] [15]), та інших матеріалів, які працюють на різних ефектах (тензорезистивність [16], оптичні ефекти [17], зміна ємності [18]). В основі роботи найпростіших датчиків покладено тензорезистивний ефект. Тензорезистор змінює свій опір залежно від прикладеного механічного поля [19]. Найпростіший сенсор складається з діелектричної гнучкої підкладки, на якій знаходиться тензорезистор з металевої фольги. Коли об'єкт деформується, фольга деформується разом з ним, в результаті чого змінюється її електричний опір.

Більшість розроблених на сьогодні механічних сенсорів на основі НЦ виготовляють за допомогою механічного нанесення (занурювання [20] або відливання [21]). Тому існуючі сенсори характеризуються нестабільністю характеристик в часі. В цій роботі пропонується синтезувати чутливий елемент вакуумними методами, що забезпечить стабільні характеристики тонким плівкам, а також протестувати його в режимі багаторазового згину-розгину, що критично для сенсорів, які мають працювати у циклічних режимах.

Метою даної роботи є розробка одноразових носимих біорозкладних сенсорів вигину на основі наноцелюлози за допомогою вакуумних методів синтезу і дослідження їх характеристик для аналізу м'язової активності пальця, біцепса руки та ліктя людини.

II. Експериментальна частина

А. Виготовлення сенсорів на основі наноцелюлози

 \odot

У якості підкладки сенсора використовувалась нанофібрильована целюлоза, екстрагована методом гідролізу невисушеної органосольвентної целюлози зі стебел міскантусу (*Miscanthus x giganteus*). Органосольвентну целюлозу отримали екологічно чистим способом з використанням суміші льодяної оцтової кислоти та пероксиду водню на першій стадії та лужної обробки на другій стадії за температури 98±2°С. В результаті проведення процесу гідролізу целюлози розчином сульфатної кислоти концентрацією 43% та ультразвукової обробки отримано прозору стабільну в часі наноцелюлозну суспензію [21]. Отриману наноцелюлозну суспензію розливали в чашки Петрі і сушили на повітрі за кімнатної температури для отримання наноцелюлозних плівок, які використовували для виготовлення датчиків вигину.

У якості тензочутливого елемента використовується плівка нікелю, осаджена на поверхню наноцелюлози крізь технологічну маску, що задає конфігурацію тензорезистора (прямокутні стріпи).

Для нанесення тонких плівок Ni було використано реактивне ВЧ магнетронне розпилення в середовищі аргону. У процесі напилення використовувалися такі технологічні умови: напруга 600 В, сила струму 1 А, тиск у камері 5×10-3 мм.рт.ст., температура осадження 50°С. Час осадження змінювався від 10 до 15 хв, що задає товщину тензорезистора, яка відповідно становила 0,25...0,375 нм. Для покращення адгезії між неорганічним матеріалом (Ni) та органічним матеріалом (НЦ) наносили тонкий буферний шар Ті або Cr товщиною 30 нм. Одержані тензочутливі елементи характеризуються достатньо великою гнучкістю, як це видно з рис.1, а. В якості виводів використано тонкі мідні дроти товщиною 0.15 мм. Виводи кріпляться до нікелевої плівки за допомогою срібного провідного лаку (рис.1, б). Для цього попередньо з нікелю і міді знімаються окисли за допомогою очисника контактів. Лак сушиться конвекційним методом за температури 78°С впродовж 2 год.



Рис.1. Ілюстрація гнучкості сенсора (а) та його структури (б)



Рис. 2. Принципова схема підключення моста Уітстона до АЦП НХ711

В. Вимірювальне обладнання та методика проведення вимірювань

Для вимірювання тензорезистивних характеристик розроблено вимірювальний стенд для визначення зміни опору внаслідок вигину датчика. Його механічна частина складається з пружної деформаційної пластини з високолегованої сталі, яку можна згинати за допомогою мікрометричного гвинта. Вигин вимірюється мікрометричною індикаторною головкою з роздільною здатністю 0,01 мм. Сенсор кріпиться до сталевої пластини за допомогою шиакринового клею. Зміна опору лінійно пов'язана з подовженням вимірюваного зразка. Для вимірювання зміни опору використано міст Уітстона та 24-Віт АЦП НХ711 (рис.2). Сигнал з АЦП зчитується за допомогою ATmega328p та передається в програмне забезпечення на ПК за допомогою конвертора USB-RS232 CH340G. Під час тестування сенсора на предмет можливості використання його для аналізу м'язової активності, сенсорний елемент кріпився на шкіру людини за допомогою медичного клею БФ-6 (рис. 3, а). Для фіксації виводів сенсора на шкірі використовувався розвантажувальний майданчик та липка медична стрічка, щоб зменшити механічний вплив на контакти (рис.3, б). Зміна опору сенсора призводить до розбалансування мосту і зміни напруги на його діагоналі.

Для одержаних сенсорів проводився тест на біорозкладність. Для оцінки здатності до біологічного розкладання сенсорів вигину на основі НЦ проведено їх випробування на деградацію в грунті. Грунт брали з клумби в НТУУ «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського». Зразки поміщали в землю на глибину 20-30 мм. Масу зразків наноцелюлози вимірювали за допомогою високоточних цифрових вагів EDIS 50 (50/0,001 г) з вбудованим рівнем. Вимірювання зміни ваги проводили один раз на тиждень. Температура навколишнього середовища була в межах 19-21°С. Зволоження проводили 1 раз в 3-4 дні обприскуванням водою. Для тесту на здатність до біологічного розкладу використовували декілька плівок з полііміду, чистої наноцелюлози та наноцелюлози з нанесеними плівками нікелю.

 (\cdot)





Рис. 3. Кріплення чутливого елементу на шкірі людини (а) та приєднання до його виводів вимірювального стенду (б)

III. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

А. Тензорезистивні характеристики сенсорів на основі наноцелюлози

В попередньому дослідженні [22] було вивчено тензорезистивні характеристики сенсорів в залежності від їх конструктивних параметрів (номіналу). Для всіх отриманих зразків спостерігався тензорезистивний ефект: із збільшенням лінійного видовження опір сенсорів зростає. На рис. 4 наведено залежність опору від відносного видовження під час згинання та розгинання.

Як було показано раніше [22], зі зростанням номіналу зростає чутливість сенсора, однак погіршується його реверсивність. Це пов'язано зі збільшенням площі поверхні плівки Ni, що призводить до збільшення чутливості, але при цьому має місце зменшення повторюваності характеристик, внаслідок більшого впливу неоднорідної структури нанофібрильованої целюлози.

Copyright (c) 2022 Найдьонов А. О., Душейко М. Г., Коваль В. М., Барбаш В. А.

ல

a)



Рис. 4. Ілюстрація тестування та відгук сенсора на згин: а) пальця, б) ліктя, в) біцепса руки

Тому в даній роботі було обрано номінал сенсорів такий, що забезпечує достатньо велике значення чутливості та прийнятне значення реверсивності, оскільки оцінка м'язової активності людини передбачає багаторазове згинання-розгинання сенсора. Оптимальне співвідношення значення чутливості і реверсивності спостерігається у проміжку номіналу опору нікелевої плівки від 10 до 100 Ом.

Крім того, для тестування були обрані сенсори з різним матеріалом буферного шару — Ті та Сг. Для сенсорів на основі титану максимальний коефіцієнт чутливості становить 0.312%, величина відхилення сигналу сенсора після одного циклу згин-розгин (реверсивність) є меншим 0,001%. Сенсорам на основі хрому властива значно більша чутливість (0.975%), однак гірша реверсивність (7.14 %).

В. Застосування сенсорів на основі наноцелюлози для аналізу рухової та м'язової активності людини

За допомогою одержаних сенсорів проводилися дослідження рухової та м'язової активності людини — згин-розгин пальця, ліктя та біцепсу. Сенсори розміщувалися на шкірі у місці максимальної деформації кінцівок (90 або 180°). Результати тестування наведені в табл.1.

Згин-розгин пальця. Сенсор був закріплений на суглобі великого пальця правої руки (рис. 4, а). Для оцінки руху великого пальця спочатку здійснювався повний згин-розгин з однаковою періодичністю. Сенсор на основі титанового буферного підшару продемонстрував достатньо відтворювані результати навіть після 10 циклів згину-розгину (рис.5). Тобто рух суглоба великого пальця перетворюється у відповідну циклічну зміну опору в реальному часі. Відносна зміна опору становила 2,99%, а час відгуку 0,2 с. Невеликі відхилення в точках максимальної амплітуди викликані тим, що тестування здійснюється на

Θ

людині, а тому важко забезпечити ідентичні рухи, що спричиняє незначні флуктуації опору.

Сенсори на основі буферного шару Сг показали погано відтворювані результати в циклічному режимі роботи, а саме: мають місце значні флуктуації амплітуди сигналу (до 50-60%) вже після другого циклу згину-розгину. Отже, не дивлячись на високу чутливість таких сенсорів, вони непридатні для аналізу рухової та м'язової активності людини. Тому надалі використовувались лише сенсори з буферним шаром Ti.

Nº	Опір, Ом	Місце кріп- лення	Кут згину, °	Кіль кість цик- лів	Відносна зміна опору, %	Час від гуку, с
1	75,1	Суг- лоб пальця	90	10	2,99	0,2
2	74,5	Суг- лоб	30	30	1,06	0,3
			60		1,98	
		пальця	90		2,86	
3	76,2	Лікоть	180	3	3,04	0,2
4	11,3	Біцепс	-	10	2,95	0,3

Таблиця 1 Робочі характеристики одержаних сенсорів

Далі було досліджено відгук сенсора на зміну амплітуди та частоти деформації, що задається кутом згину пальця (30, 60, 90°) та частотою згину відповідно (рис.6). Як показано у табл.1, даний сенсор розрізняє згин великого пальця на три різні кути з достатньою селективністю: відносна зміна опору за кута згину 30° становить 1,06%, в той час зміна опору під час згину пальця на кути 60 та 90° була майже вдвічі та втричі більша відповідно. Після завершення циклічного тестування на різні кути згину сенсор залишився неушкодженим і продовжував функціонувати. Сумарна кількість робочих циклів становить 30.

Згин-розгин ліктя. Сенсор кріпився на внутрішній частині ліктьового суглоба (рис. 4, б). Цикл згинурозгину - рух ліктьового суглоба з повністю розігнутого стану до крайнього зігнутого положення (зі зміною кута згину від 0 до 180°). Як видно з рис.7, сенсор продемонстрував достатньо відтворювані результати амплітуди та частоти електричного сигналу з відносною зміною опору 3,04% та часом відгуку 0,2 с.

Однак після 3 повних циклів згину-розгину сенсор зазнав розтріскування, що обумовлено, очевидно, недостатньо високою еластичністю чистої НЦ для аналізу деформацій великих амплітуд (згину/розгину ліктя, коліна тощо).

Згин-розгин біцепсу. Сенсор кріпився на біцепс у місці максимального його збільшення (рис. 4, в).

Один цикл згину-розгину – це максимальне і мінімальне напруження біцепса (від повністю розслабленого м'яза руки до максимально напруженого). Відносна сумарна зміна опору склала 2,95%, а час відгуку 0,3 с. Сенсор продемонстрував достатньо відтворювані результати частоти зміни механічного сигналу, однак по амплітуді мають місце флуктуації від 10 до 70% (рис.8), що може бути пов'язано з слабко контрольованою величиною сили напруження м'язу. Кількість циклів тестування сенсора становила 10, після яких прилад залишався працездатним.

С. Біорозкладність сенсорів на основі наноцелюлози в грунті

Здатність одержаних сенсорів вигину до біорозкладності вивчалась на основі візуального огляду зразків до та після 9 тижнів експерименту (рис.9, а). Як видно з наведених фото, зразки чистої наноцелюлози та наноцелюлози з плівкою нікелю зазнають значного руйнування під дією мікроорганізмів та вологи грунту. Слід зазначити, що зразок полііміду візуально не змінився після тестування за тих же ж умов протягом 9 тижнів.



Рис. 5. Циклічний згин-розгин сенсора на кут 90°, закріпленого на суглобі великого пальця руки

 (\cdot)

BY



Рис. 6. Вплив амплітуди деформації (кута згину пальця) на сигнал сенсора, закріпленого на суглобі великого пальця руки



Рис. 7. Циклічний згин-розгин сенсора, закріпленого на лікті



Рис. 8. Циклічний згин-розгин сенсора, закріпленого на біцепсі

Соругight (с) 2022 Найдьонов А. О., Душейко М. Г., Коваль В. М., Барбаш В. А.



Рис. 9. Результати тесту на біорозкладність: фото зразків полііміду, наноцелюлози і наноцелюлози з плівкою нікелю (згори донизу) до та після 9 тижнів експерименту (зліва направо) (а), графік залежності втрати маси зразків з часом (б)

Величина деградації зразків оцінювалась шляхом вимірювання втрати маси під час тестування (рис.9, б). Зокрема було встановлено, що зразок полііміду зазнав незначної зміни маси (до 10%), в той час, як втрата маси зразків на основі НЦ становила близько 50%. Нанесений шар нікелю на поверхні НЦ не погіршував біорозкладні властивості наноцелюлози.

Висновки

В роботі синтезовано одноразові носимі сенсори на підкладці з наноцелюлози для оцінки рухової та м'язової активності людини. Показано потенційну можливість використання даних сенсорів для аналізу руху пальцем руки, ліктем та біцепсом. Було встановлено, що такі сенсори можна використовувати для тестування руху пальця та біцепсу протягом принаймні 10-30 повних циклів згину-розгину. Однак для

Θ

використання сенсора на основі НЦ для аналізу рухів великої амплітуди (згин ліктя, коліна тощо), потрібно підвищити еластичність наноцелюлози. Для цього в подальшому планується синтезувати композитний матеріал на основі наноцелюлози та біоеластичного матеріалу (наприклад, полівінілового спирту).

Крім того, в роботі продемонстровано біорозкладність сенсорів вигину на основі наноцелюлози. Одержані результати дають змогу зробити висновок про те, що дані сенсори після завершення терміну їх експлуатації при потраплянні на землю розкладуться повністю за 4,5 місяці. Таким чином, запропонована технологія виготовлення сенсорів дає змогу отримувати дешеві, легкі, гнучкі одноразові носимі сенсори, що не потребують подальшої утилізація після завершення їх експлуатації.

ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

- [1] J. Tang, Y. Wu, S. Ma, T. Yan, and Z. Pan, "Flexible strain sensor based on CNT/TPU composite nanofiber yarn for smart sports bandage," *Compos. Part B Eng.*, vol. 232, p. 109605, Mar. 2022. DOI: <u>10.1016/j.compositesb.2021.109605</u>
- B. Shubankar, M. Chowdhary, and M. Priyaadharshini, "IoT Device for Disabled People," *Procedia Comput. Sci.*, vol. 165, pp. 189–195, Jan. 2019. DOI: <u>10.1016/j.procs.2020.01.092</u>
- [3] Alexander E. Hramov, Vladimir A. Maksimenko, Alexander N. Pisarchik, Physical principles of brain-computer interfaces and their applications for rehabilitation, robotics and control of human brain states, Physics Reports, Volume 918, 2021. DOI: 10.1016/j.physrep.2021.03.002
- Xiao ZG, Menon C. A Review of Force Myography Research and Development. Sensors (Basel). 2019 Oct 20;19(20):4557. DOI: 10.3390/s19204557
- [5] L. Han *et al.*, "Polydopamine/polystyrene nanocomposite double-layer strain sensor hydrogel with mechanical, self-healing, adhesive and conductive properties," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 109, p. 110567, Apr. 2020, DOI: <u>10.1016/j.msec.2019.110567</u>.
- [6] "Swine flu pandemic killed 15 times more than thought," New Sci., vol. 214, no. 2871, p. 4, Jun. 2012, DOI: <u>10.1016/S0262-4079(12)61647-9</u>.
- [7] D. MacKenzie, "Evolving H7N9 bird flu could close poultry markets," New Sci., vol. 218, no. 2919, p. 10, Jun. 2013, DOI: <u>10.1016/S0262-4079(13)61344-5</u>.

264043-7

- [8] L. Townsend *et al.*, "Severe COVID-19 is characterised by inflammation and immature myeloid cells early in disease progression," *Heliyon*, vol. 8, no. 4, p. e09230, Apr. 2022, DOI: <u>10.1016/J.HELIYON.2022.E09230</u>.
- [9] V. A. Barbash, O. V. Yashchenko, A. S. Gondovska, and I. M. Deykun, "Preparation and characterization of nanocellulose obtained by TEMPO-mediated oxidation of organosolv pulp from reed stalks," Appl. Nanosci., vol. 12, no. 4, pp. 835–848, 2022. DOI: <u>10.1007/s13204-021-01749-z</u>
- [10] Barbash, V. and Yashchenko, O. (2020). Preparation, Properties and Use of Nanocellulose from Non-Wood Plant Materials/ Chapter in the book "Novel Nanomaterials" edited by Dr. Karthikeyan Krishnamoorthy, IntechOpen, pp. 1-23, 2020. DOI: 10.5772/intechopen.94272
- [11] D. Klemm et al., "Nanocelluloses: A new family of nature-based materials," Angew. Chemie Int. Ed., vol. 50, no. 24, pp. 5438–5466, 2011. DOI: 10.1002/anie.201001273
- [12] X. Xu, F. Liu, L. Jiang, J. Y. Zhu, D. Haagenson, and D. P. Wiesenborn, "Cellulose nanocrystals vs. Cellulose nanofibrils: A comparative study on their microstructures and effects as polymer reinforcing agents," ACS Appl. Mater. Interfaces, vol. 5, no. 8, pp. 2999–3009, 2013. DOI: 10.1021/am302624t
- [13] X. Zhou, B. Li, Y. Xu, H. Essawy, Z. Wu, and G. Du, "Tannin-furanic resin foam reinforced with cellulose nanofibers (CNF)," Ind. Crops Prod., vol. 134, pp. 107–112, Aug. 2019. DOI: 10.1016/j.indcrop.2019.03.052
- [14] A. Horta-Velázquez and E. Morales-Narváez, "Nanocellulose in wearable sensors," Green Anal. Chem., vol. 1, p. 100009, Apr. 2022. DOI: 10.1016/j.greeac.2022.100009
- [15] J. Han *et al.*, "Nanocellulose-templated assembly of polyaniline in natural rubber-based hybrid elastomers toward flexible electronic conductors," *Ind. Crops Prod.*, vol. 128, pp. 94–107, Feb. 2019. DOI: <u>10.1016/j.indcrop.2018.11.004</u>
- [16] G. Gusev, I. Glot, V. Epin, R. Tsvetkov, I. Shardakov, and A. Shestakov, "Experience of using tensoresistive strain gauges in corrosive environments," *Procedia Struct. Integr.*, vol. 32, no. C, pp. 49–55, Jan. 2021. DOI: 10.1016/j.prostr.2021.09.008
- [17] K. Qi et al., "Highly sensitive strain sensor based on a sealed optical microfiber coupler," Opt. Fiber Technol., vol. 59, p. 102313, Oct. 2020. DOI: 10.1016/j.yofte.2020.102313
- [18] A. Qiu *et al.*, "Highly sensitive and flexible capacitive elastomeric sensors for compressive strain measurements," *Mater. Today Commun.*, vol. 26, p. 102023, Mar. 2021. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2021.102023
- [19] Z. Zhang, S. Lu, R. Cai, and W. Tan, "Rapid water-responsive shape memory films for smart resistive bending sensors," *Nano Today*, vol. 38, p. 101202, Jun. 2021. DOI: <u>10.1016/j.nantod.2021.101202</u>
- [20] N. P. Klochko *et al.*, "Use of biomass for a development of nanocellulose-based biodegradable flexible thin film thermoelectric material," Sol. Energy, vol. 201, no. January, pp. 21–27, 2020. DOI: <u>10.1016/j.solener.2020.02.091</u>
- [21] A. Horta-Velázquez and E. Morales-Narváez, "Nanocellulose in wearable sensors," Green Anal. Chem., vol. 1, p. 100009, Apr. 2022. DOI: 10.1016/j.greeac.2022.100009
- [22] Viktoriia Koval, Valerii Barbash, Mykhailo Dusheyko, Vladyslav Lapshuda, Olga Yashchenko, Arsenii Naidonov. Nickel-based Piezoresistive Sensors Obtained on Flexible Nanocellulose Substrate // IEEE International Conference on "Nanomaterials: Applications & Properties" (NAP-2021). Conference Proceedings, 5-11 September, 2021. – Odesa, Ukraine. – pp. 1-5. DOI: 10.1109/NAP51885.2021.9568610

Надійшла до редакції 06 вересня 2022 року Прийнята до друку 20 грудня 2022 року



264043-8

UDC 621.38

Disposable Wearable Sensors Based on Nanocellulose for Biomedical Applications

A. O. Naidonov^f, ORCID <u>0000-0003-2410-1693</u>

M. H. Dusheiko, ORCID 0000-0003-3476-4220

V. M. Koval^s, PhD Assoc.Prof., ORCID <u>0000-002-3898-9163</u>

Department of microelectronics, me.kpi.ua

National Technical University of Ukraine «Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute» ROR <u>00syn5v21</u> Kyiv, Ukraine

V. A. Barbash^s, PhD Prof., ORCID <u>0000-0002-7933-6038</u>

Department of Ecology and Technology of Plant Polymers, <u>eco-paper.kpi.ua</u> National Technical University of Ukraine «Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute» ROR <u>00syn5v21</u> Kyiv, Ukraine

Abstract—Monitoring of human motor and muscle activity is used in many areas, from prosthetics during rehabilitation to training monitoring of athletes. Sensors for these tasks are usually made of flexible polymers and require recycling after the expiration date. Nanocellulose (NC) can be used as a biodegradable base for this type of sensor. The development of low-cost disposable sensors that do not require disinfection and cleaning is relevant. NC is a composite nanoscale structure of cellulose fibers (fibrils) with a high aspect ratio. The paper aim is to develop disposable wearable biodegradable bend sensors based on nanocellulose using vacuum synthesis methods and the study of their characteristics.

Nanocellulose was synthesized by the TEMPO method. The sensors were created by means of magnetron sputtering of Ti/Ni or Cr/Ni thin films at the surface of nanocellulose. Measuring stand was developed to determine the change in resistance due to the bending of the sensor. It's mechanical part consists of an elastic deformation plate made of high-alloy steel, which can be bent using a micrometric screw. The change in resistance is linearly related to the elongation of the measured sample. A Wheatstone bridge and a 24-Bit ADC HX711 were used to measure the change in resistance. During testing of the sensor for analysis of muscle activity, the sensor element was attached to the human skin with the help of medical glue BF-6. The obtained sensors were tested for biodegradability. The samples were placed in the ground at a depth of 20-30 mm. The mass of nanocellulose samples was measured using a high-precision digital balance EDIS 50 (50/0.001 g) with a built-in level.

The optimal ratio of the value of sensitivity and reversibility is observed in the range of the nominal resistance of the nickel film from 10 to 100 Ohms. This is due to an increase in the surface area of the Ni film, which leads to an increase in sensitivity, but at the same time there is a decrease in the repeatability of the characteristics due to a greater influence of the heterogeneous structure of nanofibrillated cellulose. In addition, sensors with different buffer layer materials - Ti and Cr - were selected for testing. For titanium-based sensors, the maximum sensitivity coefficient is 0.312%, while the deviation of the sensor signal after one bending-unfolding cycle (reversibility) is less than 0.001%. Chromium-based sensors have significantly higher sensitivity ($0.975^{3}\%$), but worse reversibility (7.14%).

Sensors based on the Cr buffer layer showed poorly reproducible results in the cyclic mode of operation, namely: there are significant fluctuations in the signal amplitude (up to 50-60%) already after the second bending-unfolding cycle. Therefore, despite the high sensitivity of such sensors, they are unsuitable for analyzing human motor and muscle activity/ The sensors based on the Ti buffer layer showed good response (2.5-3%) and good repeatability and resistance to cyclic bending (30 times). It can be seen that the obtained dependencies are approximated by a linear law. Some deviation from linearity is obviously related to the inhomogeneity of the Ni thin film. Also, the sensors showed a good loss of mass (40% in 9 weeks) during the biodegradability test, which confirms their ability to decompose under the influence of atmospheric phenomena. So, in this work, disposable wearable sensors on a nanocellulose substrate were synthesized for the evaluation of motor and muscle activity of a person. It was found that such sensors can be used to test of finger and biceps movement during at least 10-30 full flexion-extension cycles. For test of elbow movement, it is planned to synthesize a high-elastic composite material based on nanocellulose and bioelastic material (for example, polyvinyl alcohol). Thus, the proposed sensor manufacturing technology makes it possible to obtain cheap, light, flexible disposable wearable sensors that do not require further disposal after the end of operation.

Keywords — disposable sensors; nanocellulose; bend sensors; biodegradability.

