



УКРАЇНА

(19) UA (11) 48939 (13) U
(51) МПК (2009)
G01N 27/26
G01N 27/27

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) ІОННО-СЕНСОРНИЙ ВИМІРЮВАЧ ПАРАМЕТРІВ РІДКИХ СЕРЕДОВИЩ

1

(21) u200910819

(22) 26.10.2009

(24) 12.04.2010

(46) 12.04.2010, Бюл.№ 7, 2010 р.

(72) КУКЛА ОЛЕКСАНДР ЛЕОНІДОВИЧ, ПАВЛЮЧЕНКО ОЛЕКСІЙ СЕРГІЙОВИЧ, БУШМА ОЛЕКСАНДР ВОЛОДИМИРОВИЧ, ГОЛТВЯНСЬКИЙ ЮРІЙ ВАСИЛЬОВИЧ, ДЗЯДЕВИЧ СЕРГІЙ ВІКТОРОВИЧ, СОЛДАТКІН ОЛЕКСІЙ ПЕТРОВИЧ

(73) ІНСТИТУТ ФІЗИКИ НАПІВПРОВІДНИКІВ ІМ. В.Є. ЛАШКАРЬОВА НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(57) Іонно-сенсорний вимірювач параметрів рідких середовищ, що містить датчик та опорний еле-

2

мент, перші електроди яких підключені відповідно через перший та другий перетворювачі струм-напруга до першого та другого входів блока віднімання, вихід якого є виходом пристрою, а також загальну шину та джерело опорної напруги, перший вивід якого підключений до другого електрода датчика, інформаційний вхід якого є інформаційним входом пристрою, який **відрізняється** тим, що другий електрод опорного елемента підключений до першого виводу джерела опорної напруги, другий вивід якого з'єднаний із загальною шиною пристрою, до якої також підключені треті електроди датчика та опорного елемента.

Технічне рішення належить до вимірювальної техніки й може бути використано при створенні приладів та систем для дослідження або аналізу матеріалів шляхом визначення їх електрохімічних параметрів.

Відомий іонний сенсор на основі іонночутливих польових транзисторів за міжнародною заявою WO 03/073088 від 04.09.2003р. (МПК G01N 27/00, пріоритет від 11.03.2002 р.), який містить польовий транзистор-сенсор, опорний польовий транзистор, чотири джерела опорної напруги, перший і другий масштабний перетворювачі та блок віднімання, вихід якого є виходом пристрою. Цей пристрій має відносно високу точність вимірювання параметрів матеріалів завдяки суттєвому зменшенню похибок, що з'являються через наявність зовнішніх впливів, внутрішніх дестабілізуючих факторів, завад та шумів. Похибки компенсуються завдяки використанню двох каналів, в яких формуються інформаційний та опорний сигнали з наступною їх різницевою обробкою. Налаштування такого пристрою складне, оскільки змінюються чотири параметри - значення напруг опорних джерел, а також виникає необхідність попарного узгодження сигналів в інформаційному та опорному каналах. Недоліками цього технічного рішення є складна конструкція на основі значної кількості функціональних елементів, недостатня точність

вимірювання через низький рівень відношення сигнал / шум, що пояснюється використанням різних джерел напруги в інформаційному та опорному каналах пристрою, які мають індивідуальні шумові параметри, і, відповідно, не дозволяють отримати повну компенсацію шумів та завад, а також складність налагоджування, тому що треба налаштувати та узгодити чотири напруги опорних джерел та коефіцієнти передачі двох масштабних перетворювачів.

Відомий електронний пристрій для іонного сенсора за патентом США №7368917 G01N 27/62 від 06.05.2008р., пріоритет від 21.10.2005р., що містить датчик, опорний елемент, два джерела опорної напруги, струмове дзеркало та блок віднімання, вихід якого є виходом пристрою. Струмове дзеркало, датчик та опорний елемент включені в мостову схему. Цей пристрій має відносно високу точність вимірювання параметрів матеріалів завдяки використанню двох каналів, в яких формуються інформаційний та опорний сигнали з наступною їх різницевою обробкою. Налаштування такого пристрою не складне, оскільки змінюються два параметри - значення напруг двох джерел. Недоліками цього технічного рішення є складна конструкція на основі значної кількості функціональних елементів, недостатня точність вимірювання через низький рівень відношення сигнал / шум,

(13) U

(11) 48939

(19) UA

що пояснюється обмеженими можливостями отримання високого коефіцієнта перетворення датчика завдяки оптимальному налаштуванню його режимів по постійному струму, відсутністю масштабного перетворення (підсилення) перед різницевою обробкою, наявністю похибок токового дзеркала, суттєвим рівнем електромагнітних завад на виході чутливих елементів через відсутність їх безпосереднього з'єднання із загальною шиною пристрою.

Відомий пристрій для вимірювання електрохімічних параметрів розчинів за патентом Японії 7-74793 від 09.08.1995р. (МПК G01N 27/414, пріоритет від 20.08.1991р.), обраний в якості прототипу, складається із датчика та опорного елемента, перші електроди яких підключені відповідно до входів першого та другого перетворювачів струм-напруга, виходи яких з'єднані відповідно з першим та другим входами блока віднімання, вихід якого є виходом пристрою. Перше джерело опорної напруги включене між другим електродом датчика та виходом першого перетворювача струм-напруга, а друге джерело опорної напруги - між другим електродом опорного елемента та виходом другого перетворювача струм-напруга. Треті електроди датчика та опорного елемента підключені до першого виводу третього джерела опорної напруги, другий вивід якого з'єднаний із загальною шиною пристрою. Інформаційним входом пристрою є інформаційний вхід датчика. Загальна шина слугує лінією нульового потенціалу системи живлення. В якості датчика та опорного елемента використаний польовий МОН-транзистор, причому першим електродом слугує сток, другим - виток, а третім - затвор. Технічне рішення дозволяє покращити шумові параметри пристрою та запобігти відмовам завдяки використанню двох каналів, в яких формуються інформаційний та опорний сигнали з наступною їх різницевою обробкою, в поєднанні з мінімізованою конструкцією на основі операційних підсилювачів із безпосередніми зв'язками по постійному струму.

Недоліками цього пристрою є складна конструкція на основі значної кількості функціональних елементів, недостатня точність вимірювання, а також складність налагоджування. Низька точність визначається тим, що в цьому технічному рішенні є ряд джерел неінформативних сигналів, які не компенсуються при відніманні, а саме, блоки без електричного зв'язку із загальною шиною пристрою та незалежні джерела напруги в двох каналах. При налагоджуванні пристрою треба відрегулювати та узгодити параметри п'яти блоків, що робить цю процедуру складною.

Задачею корисної моделі є спрощення конструкції завдяки зменшенню кількості функціональних елементів, що використовуються, підвищення точності вимірювання за рахунок зменшення рівня шумів та похибок на виході пристрою, а також спрощення налагоджування шляхом зменшення кількості параметрів, що регулюються та узгоджуються.

Поставлена задача в іонно-сенсорному вимірювачі параметрів рідких середовищ вирішується тим, що в пристрої, який містить датчик та опорний

елемент, перші електроди яких підключені відповідно через перший та другий перетворювачі струм-напруга до першого та другого входів блоку віднімання, вихід якого є виходом пристрою, загальну шину та джерело опорної напруги, перший вивід якого підключений до другого електрода датчика, інформаційний вхід якого є інформаційним входом пристрою, другий електрод опорного елемента підключений до першого виводу джерела опорної напруги, другий вивід якого з'єднаний зі загальною шиною пристрою, до якої також підключені треті електроди датчика та опорного елемента.

На кресленні подана блок-схема іонно-сенсорного вимірювача параметрів рідких середовищ. Пристрій містить датчик 1 та опорний елемент 2, перші електроди яких підключені відповідно до входів першого 3 та другого 4 перетворювачів струм-напруга. Другі електроди датчика 1 та елемента 2 з'єднані з першим виводом джерела 5 опорної напруги, другий вивід якого та треті електроди блоків 1 і 2 підключені до загальної шини 9 пристрою. Інформаційний вхід 8 пристрою з'єднаний із інформаційним входом датчика 1. Виходи першого 3 та другого 4 перетворювачів струм-напруга підключені відповідно до першого та другого входів блоку 6 віднімання, вихід якого підключений до виходу 7 пристрою.

Виключення зі складу пристрою двох джерел опорної напруги з одночасною зміною зв'язків між блоками дозволяє спростити конструкцію та підвищити точність вимірювання за рахунок зменшення рівня шумів та похибок на його виході, а також спростити його налагоджування. Це досягається використанням одного джерела опорної напруги в вимірювальному та опорному каналах та формуванням сигналів відносно загальної шини пристрою. Одночасно зменшується кількість параметрів, які підлягають зміні в процесі налагоджування пристрою, а також кількість взаємозалежних параметрів, які повинні бути відкориговані сумісно.

На Фіг.1 подана блок-схема іонно-сенсорного вимірювача параметрів рідких середовищ, де 1 - датчик; 2 - опорний елемент; 3, 4 - перший та другий перетворювачі струм-напруга, відповідно; 5 - джерело опорної напруги; 6 блок віднімання; 7 - вихід пристрою; 8 - інформаційний вхід пристрою; 9 - загальна шина.

Приклад. Технічна реалізація іонно-сенсорного вимірювача параметрів рідких середовищ була розрахована на визначення рН розчину та побудована на основі іонночутливого датчика 1 у вигляді польового МОН-транзистора з видаленим металевим затвором, а підзатворний діелектричний шар приведений в контакт з розчином (електролітом), через який до структури прикладається зовнішня напруга. Ця поверхня використана в якості інформаційного входу 8 пристрою. Для надання хімічної чутливості до аналізованої речовини на затворний діелектрик нанесена селективна мембрана (див., наприклад, *Enzyme biosensors based on ion-selective field-effect transistors* / S.V.Dzyadevych, A.P.Soldatkin, A.V.El'skaya, C.Martelet, N.Jaffrezic-Renault // *Analytica Chimica Acta*. - 2006. - 568. - P. 248-258).

Для отримання високої надійності та довготермінової стабільності сенсорних елементів була використана р-канальна МОН-технологія на кремнієвих підкладках KEF-4.5 <111> або <100> з формуванням підзатворного діелектричного шару з термічне окисленої плівки SiO_2 товщиною 50 нм та осадженої в реакторі зниженого тиску плівки Si_2N_4 товщиною 50...70 нм (див. Многоэлементные сенсорные массивы на основе интегральных кремниевых ионоселективных полевых транзисторов для систем химического мониторинга / А.Л. Кукла, А.С. Павлюченко, Ю.В. Голтвянский, Ю.М. Широшов // Оптоэлектроника и полупроводниковая техника. - 2007. - Вып. 42. - С. 72-79). Використана топологія передбачає розміщення двох ідентичних р-канальних транзисторів для реалізації датчика 1 та опорного елемента 2 на одному кристалі загальною площею $8 \times 8 \text{ мм}^2$. Для усунення можливості утворення паразитного каналу провідності між р⁺-областями двох транзисторів, чіп містить захисну роздільну п⁺-область шириною 50 мкм з контактом до підкладки. Зигзагоподібна геометрія затворної області транзистора має відношення довжини каналу до його ширини, яка дорівнює 100, що забезпечує достатній рівень крутизни перехідної характеристики. Для виготовлених польових транзисторів, на яких реалізовані елементи 1 та 2, отримані наступні параметри: пробивна напруга р-рпереходів - 50 В, гранична напруга (відкриття) для активних транзисторів - 2 В, струм витоку через затворний діелектрик - на рівні 10^{-12} А. Робочий діапазон струмів в каналах елементів 1 та 2 - 350...650 мкА.

При апаратурній реалізації блоків пристрою використовувались типові схемотехнічні рішення на основі операційних підсилювачів (див., наприклад, Хоровиц П., Хилл У. Искусство схемотехники. - Т. 1. - М.: Мир. - 1998). Перший 3 та другий 4 перетворювачі струм-напруга виконані по одній схемі на основі операційних підсилювачів мікросхеми TL084 (Texas Instruments), яка складається із чотирьох ідентичних підсилювачів. Джерело 5 опорної напруги $U_{\text{ref}}=5\text{В}$ реалізовано на основі мікросхеми LM336Z5 (Fairchild Semiconductor). Блок 6 віднімання реалізований на основі операційного підсилювача мікросхеми TL084, вихід якого є виходом 7 пристрою. Інформаційний вхід 8 пристрою створений за допомогою біоселективної мембрани, нанесеної на затворний діелектрик польового транзистора-датчика 1, у якого видалений металевий затвор. В якості загальної шини 9 пристрою використана шина нульового потенціалу.

Запропоноване технічне рішення працює в такий спосіб. Пристрій вимірює рН розчину в діапазоні значень 2...10. Рідина подається до чутливої поверхні 8 датчика 1. Ідентичні режими по постійному струму датчика 1 та опорного елемента 2 на їх других електродах задаються джерелом 5 постійної напруги, а на третіх електродах - підключенням до загальної шини 9. Ідентичні режими забезпечують формування елементами 1 та 2 однакових сигналів, які породжені зовнішніми неінформативними впливами на вимірювальну систему (температура, тиск, електромагнітні поля, завади по лініях живлення та таке інше), а також

внутрішніх шумів у цих елементах із практично тотожними параметрами. Режими датчика 1 та елемента 2, які формуються напругою джерела 5 U_{ref} , визначають нахил передавальної характеристики цих чутливих елементів і, відповідно, коефіцієнти перетворення інформаційного та неінформативного сигналу в струм. Зміна величини рН електроліту викликає відповідну зміну струму через канал польового транзистора датчика 1. Цей токовий сигнал I_{pH} перетворюється блоком 3 на сигнал у формі напруги - U_{pH} на першому вході блока 6 віднімання. Від'ємний знак вихідного потенціалу зумовлений реалізацією перетворювача 3 на основі операційного підсилювача з подачею інформаційного сигналу на його інверсний вхід. Неінформативні впливи на датчик 1 та його шуми створюють додатковий струм завад I_{n1} , який перетворюється на відповідну напругу $-U_{\text{n1}}$ на виході блока 3 у вигляді адитивної компоненти загального сигналу. В результаті на перший вхід блока 6 віднімання подається сигнал $U_3 = -U_{\text{pH}} - U_{\text{n1}}$ з виходу перетворювача 3. Опорний елемент 2, конструктивно тотожний датчику 1, окрім чутливої поверхні, яка в нього відсутня, генерує струм завад I_{n2} , що практично ідентичний I_{n1} . Цей струм перетворюється на відповідну напругу - U_{n2} на виході блока 4: $U_4 = -U_{\text{n2}}$, яка подається на другий вхід блока 6 віднімання. Від'ємний знак вихідного потенціалу зумовлений реалізацією перетворювача 4 по схемі, аналогічній тій, що використана для побудови блоку 3, тобто на основі операційного підсилювача з подачею інформаційного сигналу на його інверсний вхід. Після різницевої обробки на виході блока 6 і, відповідно, на виході 7 пристрою формується сигнал $U_7 = U_4 - U_3 = U_{\text{pH}} + U_{\text{n1}} - U_{\text{n2}} = \text{pH}$, завдяки тому, що $U_{\text{n1}} = U_{\text{n2}}$ через ідентичність неінформативних сигналів датчика 1 та опорного елемента 2, а також їх однакову обробку. Таким чином, вихідний сигнал пристрою $U_7 = U_{\text{pH}}$, тобто відповідає зміні величини рН розчину, що аналізується.

Налагоджування пристрою здійснюється регулюванням наступних параметрів:

- зміною значення напруги джерела 5, що дозволяє одночасно регулювати коефіцієнт перетворення і, відповідно, вихідний сигнал датчика 1 та елемента 2;

- зміною коефіцієнтів перетворення блоків 3 та 4, що дозволяє незалежно регулювати коефіцієнт передачі в вимірювальному та опорному каналах пристрою і, відповідно, вхідні сигнали блока 6 віднімання, при цьому головною метою налагоджування є отримання однакового значення коефіцієнтів передачі в обох каналах.

Таким чином, в пристрої, що заявляється, при налагоджуванні необхідно відрегулювати параметри трьох блоків: двох перетворювачів 3, 4 та джерела опорної напруги 5. При цьому сумісному коригуванню для досягнення ідентичних коефіцієнтів передачі каналів підлягають параметри двох блоків: перетворювачів 3 та 4. Натомість в прототипі для налагоджування треба регулювати параметри п'яти блоків (див. Фіг.2): двох перетворювачів 3, 4 та трьох джерел опорної напруги 5, 6, 7. При цьому сумісному коригуванню для досягнення ідентичних коефіцієнтів передачі каналів підлягають па-

раметри чотирьох блоків: двох перетворювачів 3, 4 та двох джерел опорної напруги 5, 6. Це свідчить про те, що налагоджування пристрою, що заявляється, простіше, ніж налагоджування прототипу.

При реалізації прототипу на аналогічній елементній базі та співставленні джерел виникнення похибок в цих двох пристроях слід відзначити, що в прототипі існують неінформативні сигнали, які відсутні в пристрої, що заявляється. До недоліків конструкції прототипу, які відсутні в запропонованому пристрої, відносяться:

- відсутність безпосереднього електричного зв'язку датчика та опорного елемента із загальною шиною пристрою;

- наявність двох джерел опорної напруги для формування режиму роботи датчика та опорного елемента;

- використання для формування режиму роботи датчика та опорного елемента джерела опорної напруги, яке не має безпосереднього зв'язку зі загальною шиною пристрою;

- використання двох різних джерел опорної напруги в опорному та вимірювальному каналах, сигнали в яких піддаються різницевої обробці.

Ці недоліки прототипу усунуті в пристрої, що заявляється. В результаті підвищена його точність завдяки тому, що за рахунок уведення додаткових блоків та нових зв'язків, в його конструкції реалізовано:

- з'єднання одного з електродів датчика та опорного елемента зі загальною шиною пристрою, що знижує рівень електромагнітних завад на виході чутливих елементів;

- формування режимів датчика та опорного елемента по постійному струму за допомогою одного (а не двох, як у прототипу) джерела опорної напруги, що зменшує кількість джерел шуму та завад у вимірювальному тракті;

- забезпечення режимів датчика та опорного елемента по постійному струму за допомогою джерела опорної напруги, яке включене між за-

льною шиною та відповідними їх електродами, що зменшує рівень електромагнітних завад на цих елементах завдяки безпосереднього зв'язку джерела зі загальною шиною пристрою;

- формування режимів по постійному струму за допомогою одного і того ж джерела напруги в опорному та вимірювальному каналах, що забезпечує практично повну компенсацію шумів та завад, породжених цим джерелом, при вихідній різницевої обробці сигналів.

Експериментальне порівняння точності вимірювання рН розчину за допомогою технічних реалізацій прототипу та пристрою, що заявляється, було виконано на трьох зразках кожного з цих приладів. Вони були побудовані на ідентичній елементній базі, що описана вище, та відповідно сконструйовані за однаковими принципами. В результаті проведених досліджень визначено, що максимальне значення відносної основної похибки вимірювання рН розчину в діапазоні 2...10 при температурі зовнішнього середовища $20 \pm 1^\circ\text{C}$, відносній вологості $65 \pm 2\%$ та атмосферному тиску 750 ± 30 мм рт. ст. дорівнювало: для зразків пристрою-прототипу - 1,6...2,4%, для зразків пристрою, що заявляється, - 1,12...1,5%. Таким чином, перелічені конструктивні зміни дозволяють в 1,5 рази підвищити точність вимірювання параметрів розчинів та спростити процес налагоджування пристрою.

Наведений приклад підтверджує можливість технічної реалізації пристрою, що заявляється, на існуючій елементній базі, а також показує, що в цьому технічному рішенні в порівнянні з прототипом простіша конструкція за рахунок зменшення кількості використаних функціональних елементів, більш висока точність вимірювання завдяки збільшенню відношення сигнал / шум (завада) та суттєво спрощене налагоджування через меншу кількість параметрів, що при цьому змінюються та узгоджуються, із збереженням усіх функцій прототипу.

