

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ».

Физический факультет

Кафедра общей физики

Петякин Николай Вячеславович

КУРСОВАЯ РАБОТА

**Измерение характеристик нагруженного и ненагруженного сенсора на
основе кварцевого резонатора**

Электромагнитный практикум, 2 курс, группа №18309

Научный руководитель:

аспирант Некрасов Д. В.

Оценка научного руководителя

«_____» _____ декабря 2019г.

Преподаватель практикума

доцент Костюрина А. Г.

Оценка преподавателя практикума

«_____» _____ декабря 2019г.

Куратор практикума:

к. т. н., доцент Астрелин В. Т.

Итоговая оценка

«_____» _____ декабря 2019г.

Новосибирск 2019 г.

Аннотация

Целью работы является измерение добротности и резонансной частоты сенсора на основе кварцевого резонатора и изучение зависимости этих характеристик от нагрузки в виде капли воды на поверхности сенсора. Для этого было проведено сравнение измеренного методом кварцевого микровзвешивания отклонения резонансной частоты сенсора при нахождении на его поверхности капли, с рассчитанным при помощи уравнения Сауэрбрея значением. Для получения амплитудно-частотных характеристик, их обработки и проведения расчетов были разработаны программы. Получен график зависимости отклонения резонансной частоты от объема капли. С помощью разработанных программ были рассчитаны добротность, резонансная частота и ее отклонение для капель воды разных размеров. Также из полученных зависимостей была оценена масса δ -слоя воды для использовавшегося сенсора. Полученные данные хорошо согласуются с теоретическими, рассчитанными с помощью уравнения Сауэрбрея.

Ключевые слова: уравнение Сауэрбрея, амплитудно-частотная характеристика, метод кварцевого микровзвешивания, δ -слой.

Оглавление

1. Введение.....	4
2. Экспериментальная установка.....	7
3. Методика измерений.....	8
4. Описание программ.....	10
5. Обработка экспериментальных данных.....	11
6. Результаты.....	14
7. Приложение 1.....	14
8. Приложение 2.....	15
9. Список литературы.....	16

1. Введение

Сенсоры на основе кварцевых резонаторов широко используются в электронных устройствах, а также в различных исследованиях. С помощью кварцевых резонаторов можно измерить маленькую массу (метод кварцевого микро-взвешивания) [1]. На их основе разрабатывают разнообразные датчики. Кварцевые резонаторы имеют большое значение в медицине: они позволяют проводить измерения с молекулой ДНК [2-3], с их помощью можно обнаружить вирусы [4]. С помощью такого сенсора можно измерить силу разрыва связей между частицами [5]. Исследования показали, что на основе кварцевого резонатора можно изготовить систему обнаружения запахов [6]. Кварцевый резонатор представляет собой пластинку, тонкий цилиндр, кольцо или брусок, вырезанные из кристалла кварца с определённой ориентацией относительно кристаллографических осей монокристалла и с нанесёнными на него двумя или более электродами.

Принцип работы кварцевого резонатора основан на пьезоэлектрическом эффекте (пьезоэффекте), он наблюдается в анизотропных диэлектриках, преимущественно в кристаллах некоторых веществ, обладающих определенной, достаточно низкой симметрией. Также им могут обладать кристаллы, не имеющие центра симметрии, некоторые поликристаллические диэлектрики с упорядоченной структурой, например керамические материалы и полимеры. Диэлектрики, обладающие пьезоэффектом, называют пьезоэлектриками.

Внешние механические силы, воздействуя в определенных направлениях на пьезоэлектрический кристалл, вызывают в нем помимо механических напряжений и деформаций электрическую поляризацию и, следовательно, появление на его поверхностях связанных электрических зарядов разных знаков. При изменении направления механических сил на противоположное становятся противоположными направление поляризации и знаки зарядов. Это явление называют прямым пьезоэффектом. При воздействии на пьезоэлектрик, например кристалл, электрического поля соответствующего направления в нем возникают механические напряжения и деформации. При изменении направления элект-

трического поля на противоположное соответственно изменяются на противоположное направления напряжений и деформаций. Это явление получило название обратного пьезоэффекта.

Большинство кварцевых резонаторов изготавливают из кристаллов кварца АТ-среза. Этим названием обозначается пластина, вырезанная из кристалла па-

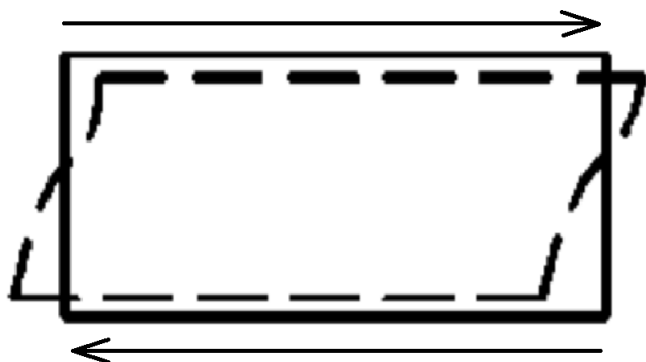


Рис. 1. Сдвиговая деформация по толщине

раллельно оси X и углом между первоначальной осью Z и плоскостью пластины равным 35° . Такой срез обладает высокой температурной стабильностью, например для диапазона температур $-20...+70^\circ\text{C}$ оптимальным

будет угол среза $35^\circ 2'$. Для него отклонение частоты в данном диапазоне не превышает $\pm 3 \cdot 10^{-6}$ Гц. В кварцевом резонаторе с кристаллом АТ-среза будут происходить колебания по сдвигу (рис. 1).

Разберем принцип действия кварцевого резонатора на примере схемы (рис. 2). При подаче напряжения на электроды 1 кварцевого резонатора, благодаря обратному пьезоэлектрическому эффекту, происходит изгиб, сжатие или сдвиг в зависимости от того, каким образом вырезан кристалл кварца 2 относительно кристаллографических осей, конфигурации возбуждающих электродов и расположения точек крепления 3. Собственные колебания кристалла в результате пьезоэлектрического эффекта наводят на выводах 4 дополнительную ЭДС.

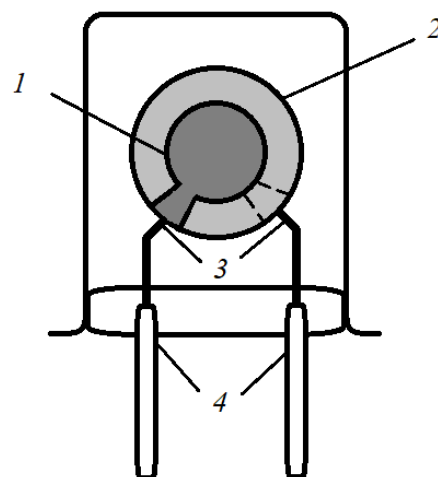


Рис. 2. Схема кварцевого резонатора: 1 - электроды; 2 - кристалл кварца; 3 - точки крепления; 4 - выводы

Колебательная система характеризуется резонансной частотой и добротностью. Добротность определяет ширину резонанса и то, во сколько раз запасы энергии в системе больше, чем потери энергии за время изменения фазы на 1 радиан. Для измерения этих зависимостей будем использовать амплитудно-

частотную характеристику (АЧХ) сенсора на частотах, близких к резонансным, и ее изменение от времени при изменении внешних условий. Добротность кварцевых резонаторов может достигать значений $10^4 - 10^6$, в то время как для обычного колебательного контура эти значения обычно не превышают 100.

Кварцевый резонатор позволяет измерить маленькую массу, помещенную на его поверхность с помощью метода кварцевого микровзвешивания, принцип работы которого основан на зависимости частоты колебаний кварцевого резонатора от массы нагрузки (массы, нанесенной на поверхность кварцевого резонатора). В качестве нагрузки будет использована капля воды, а также рассмотрен процесс её высыхания.

В данной работе будет проведено измерение добротности и резонансной частоты сенсора на основе кварцевого резонатора, а также рассмотрены зависимости этих характеристик от нагрузки на сенсоре в виде капли воды объемом от 0,4 до 10 мкл. На основе полученных экспериментальных данных будет проведено сравнение измеренного и расчетного отклонения резонансной частоты при попадании на резонатор нагрузки.

Для достижения цели необходимо решить следующие задачи:

1. Изучить принципы работы кварцевых резонаторов.
2. Ознакомиться с эквивалентными электрическими схемами нагруженных и ненагруженных кварцевых резонаторов.
3. Разработать программу для регистрации АЧХ кварцевого резонатора.
4. Зарегистрировать АЧХ нагруженного и ненагруженного кварцевого резонатора.
5. Разработать программу для расчета изменения добротности и резонансной частоты кварцевого резонатора.
6. Изучить зависимости резонансной частоты и добротности от нагрузки на кварцевом резонаторе.
7. Сравнить измеренное изменение частоты кварцевого резонатора из-за нагрузки с рассчитанным при помощи уравнения Сауэрбрея.

2. Экспериментальная установка

В данной работе используется кварцевый резонатор с кварцевой пластиной АТ-среза и золотыми электродами. На рис. 3 представлена схема экспериментальной установки. С помощью управляющей программы, написанной на языке Matlab, с компьютера 1 подается команда о начале эксперимента. Анализатор спектра 2 подает с выхода трекинг-генератора (внутреннего высокочастотного генератора анализатора спектра) 3 переменное напряжение и снимает на входе 4 АЧХ резонатора 5 в диапазоне частот, содержащем резонанс (14,25...14,31 МГц).

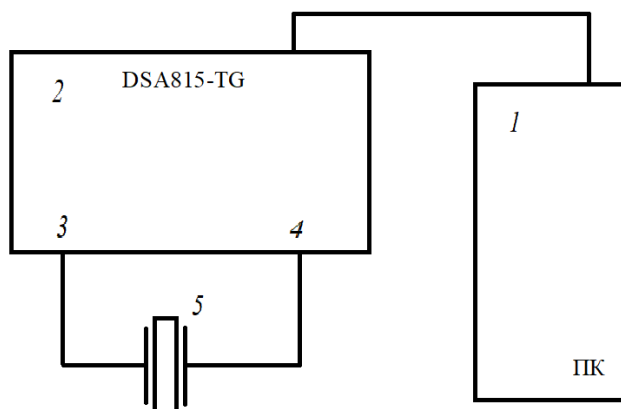


Рис. 3. Схема установки: 1 - компьютер; 2 - анализатор спектра RIGOL DSA815-TG; 3 - выход трекинг-генератора; 4 - вход анализатора спектра; 5 - кварцевый резонатор

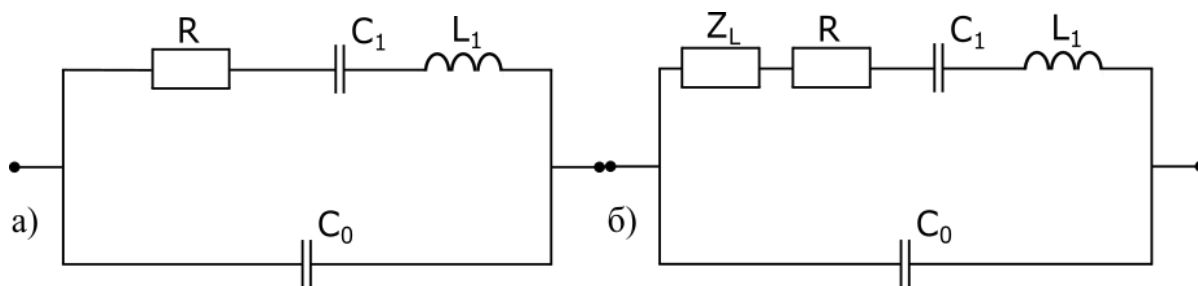


Рис. 4. Эквивалентные электрические схемы: а) ненагруженного кварцевого резонатора; б) нагруженного кварцевого резонатора

Из-за того, что колебания кристалла кварца в результате пьезоэлектрического эффекта наводят на выводах резонатора дополнительную ЭДС, кварцевый резонатор электрически ведёт себя подобно резонансной цепи — колебательному контуру, составленному из конденсаторов, индуктивности и резистора. Эквивалентные электрические схемы ненагруженного и нагруженного кварцевого резонатора представлены на рис. 4. Электрическая цепь, эквивалентная ненагруженному резонатору будет иметь 2 резонанса: параллельный и последовательный, а ее АЧХ выглядит аналогично представленной на рис. 5.

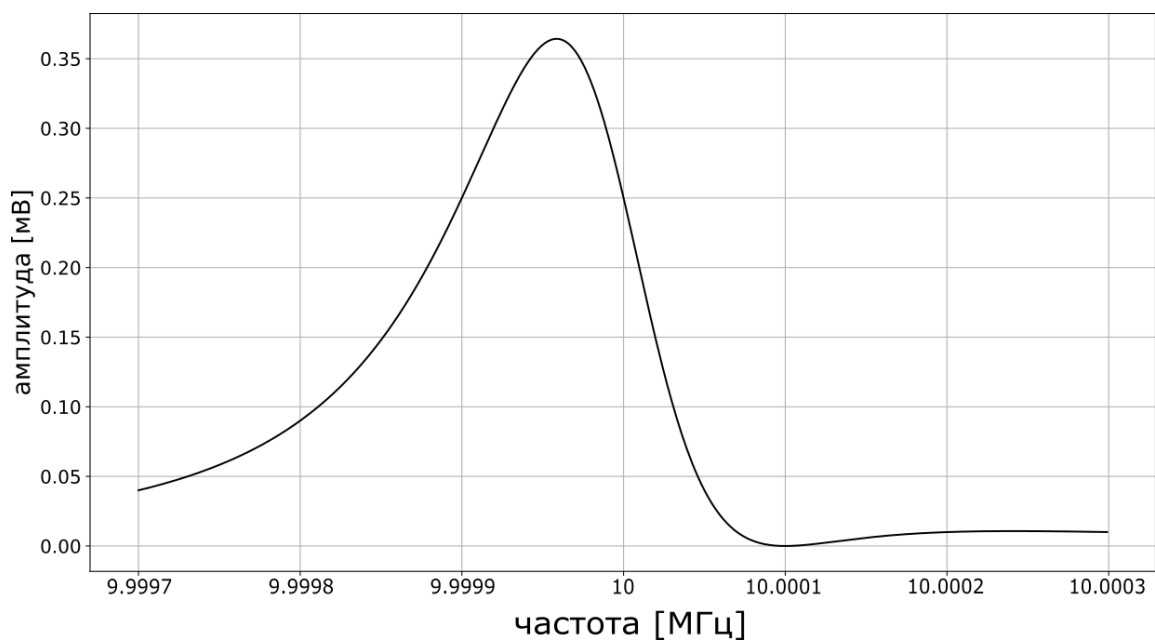


Рис. 5. АЧХ эквивалентной схемы ненагруженного кварцевого резонатора

3.Методика измерений

Метод кварцевого микровзвешивания используется в основном для измерения небольшой массы, нанесенной равномерно на поверхность кварцевого резонатора. Любая масса, нанесенная на поверхность кварцевого резонатора, вызывает определенный сдвиг резонансной частоты, который может быть зарегистрирован измерительным прибором. Для сенсоров с типичной резонансной частотой 10 - 15 МГц, чувствительность взвешивания может достигать $\sim 1 \text{ нг} / \text{см}^2$, что соответствует монослою адсорбированного вещества [7].

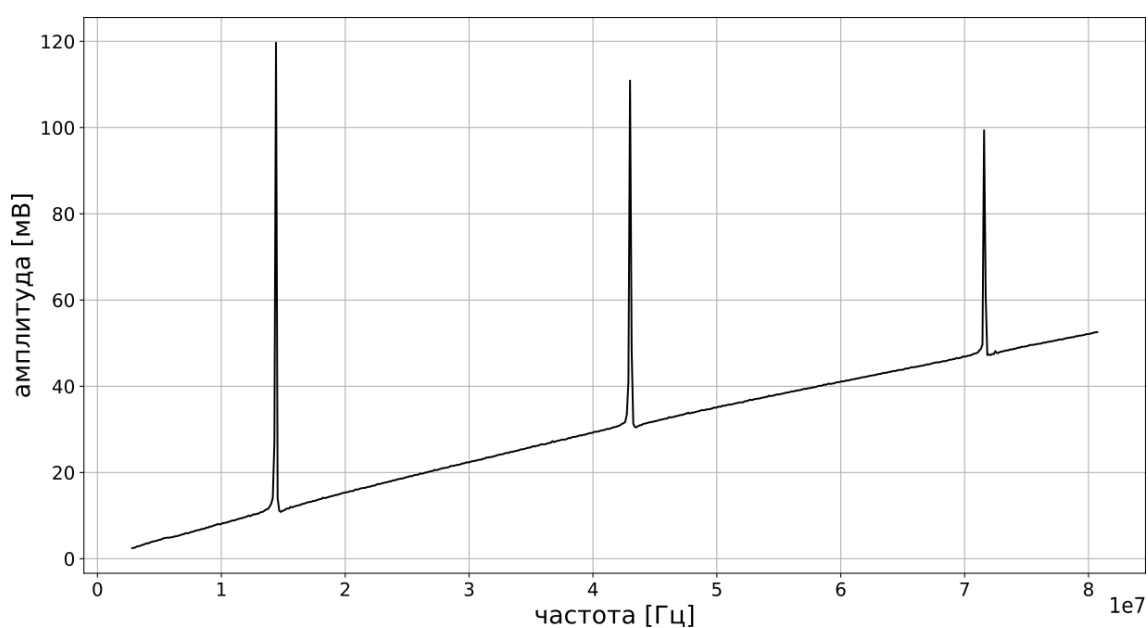


Рис. 6. АЧХ кварцевого резонатора в широком диапазоне частот

Кварцевый резонатор имеет много гармоник, а соответственно и резонансных частот (рис. 6), но для выполнения данной работы потребуется только первая (рис. 7), имеющая наибольшую амплитуду и наименьшую частоту резонанса.

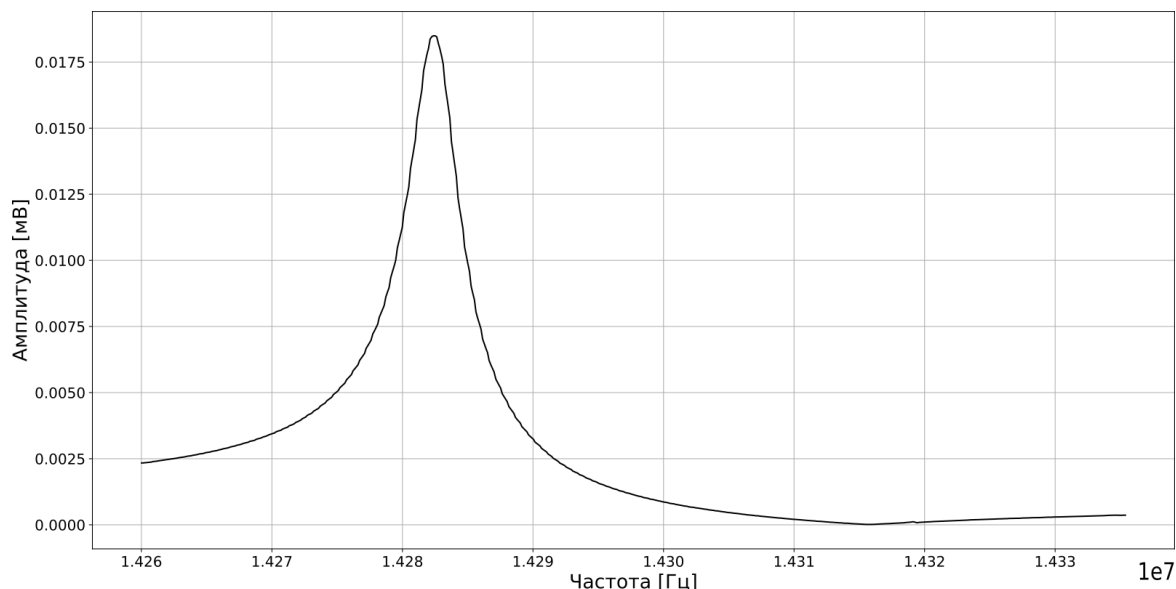


Рис. 7. АЧХ кварцевого резонатора в области первой гармоники

Уравнение Сауэрбрея – это метод корреляции изменений частоты колебаний пьезоэлектрического кристалла с осажденной на нем массой. Этот метод продолжает использоваться в качестве основного инструмента в экспериментах по микровзвешиванию кристаллов кварца для преобразования частоты в массу и применим во многих областях. Уравнение Сауэрбрея для определения нормализованного изменения частоты Δf при изменении массы кварцевого резонатора, за счет осаждения на его поверхности жесткой массы, на величину Δm имеет вид:

$$\Delta f = - \frac{2f_0^2}{A\sqrt{\mu_q\rho_q}} \Delta m, \quad (1)$$

где f_0 – резонансная частота основной моды, A – площадь пьезоэлектрически активного кристалла, ρ_q – плотность кварца ($\rho_q = 2.648 \text{ г / см}^3$), а μ_q – модуль сдвига кварца для АТ-среза кристалла. Это уравнение применимо только к системам, в которых выполняется условие $\frac{\Delta f}{f} < 0,05$.

В нашем случае, осажденная на сенсоре масса является жидкостью, при этом наблюдается уменьшение резонансной частоты, связанное с вязкостью и будет справедлива формула:

$$\Delta f = -f_0^{3/2} \left(\frac{\sigma_l \rho_l}{\pi \rho_q \mu_q n} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (2)$$

где ρ_l – это плотность жидкости, σ_l – вязкость жидкости, а n – номер режима.

Добротность определялась по формуле:

$$Q = \frac{f_0}{f_2 - f_1}, \quad (3)$$

где f_2 – частота, соответствующая амплитуде $\frac{U_{max}}{\sqrt{2}}$ в области частот, больше частоты резонанса f_0 , а f_1 – частота, соответствующая амплитуде $\frac{U_{max}}{\sqrt{2}}$ в области частот, меньших частоты резонанса f_0 .

4. Описание программ

Для выполнения работы были написаны 2 программы. Первая из них (приложение 1) написана на языке Matlab. Она снимает АЧХ сенсора на основе кварцевого резонатора и время измерения относительно начала эксперимента с интервалом в несколько секунд и записывает эти данные, а также данные о начальной и конечной частоте в файл “ $m_nmkl.txt$ ”, где m – это номер эксперимента, а n – это объем капли в микролитрах. Вторая программа (приложение 2) написана на языке Python и предназначена для обработки данных, полученных в результате выполнения первой программы. В качестве входных данных используется файл “ $m_nmkl.txt$ ”.

Программа реализует следующие функции:

1. Получение вектора-строки времени, каждая точка n которого соответствует времени начала n -го измерения.
2. Сглаживание данных АЧХ, полученных первой программой методом фильтрации Савицкого-Голая.

3. Приближение данных АЧХ в области резонанса полиномом для более точного определения резонансной частоты.
4. Расчет добротности, резонансной частоты и амплитуды сенсора для каждого измерения.
5. Построение графиков зависимости добротности, резонансной частоты и амплитуды сенсора от времени измерения.

5. Обработка экспериментальных данных

Для проведения расчетов были зарегистрированы АЧХ сенсора на основе кварцевого резонатора для различных объемов капли воды (0,3...10 мкл), помещенной на его поверхность. На рис. 8 представлен график изменения добротности для процесса высыхания капли воды объемом 0,4 мкл.

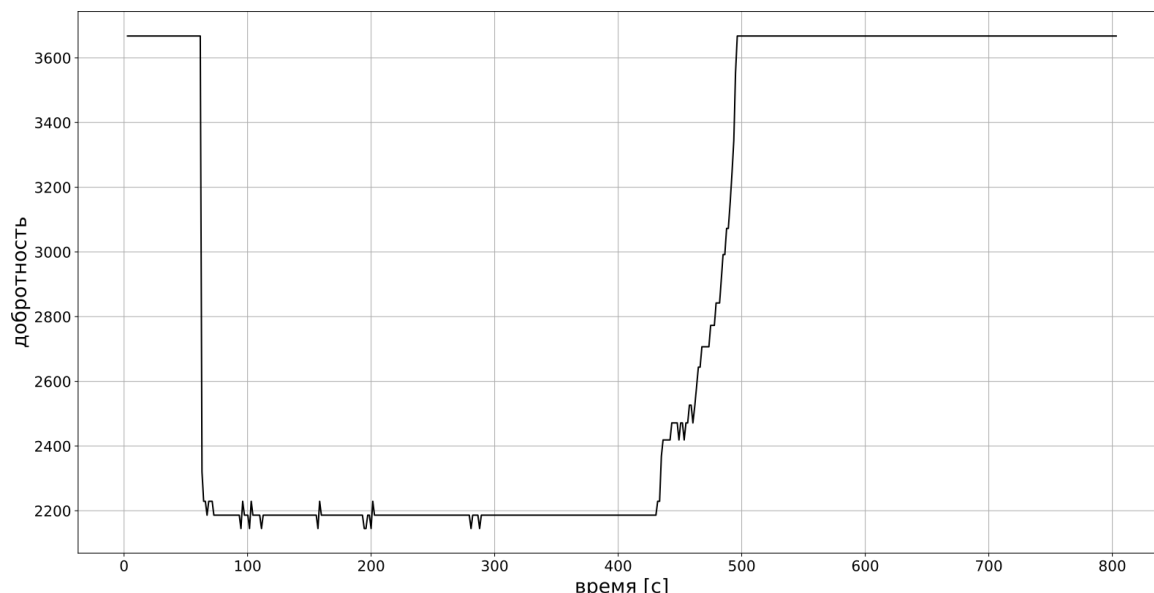


Рис. 8. Изменение добротности в процессе испарения капли объемом 0,4 мкл

По измеренным данным с помощью разработанной программы были вычислены добротность и резонансная частота сенсора, а также обнаружено, что обе эти характеристики зависят от нагрузки на нем (на рис. 9 представлена зависимость амплитуды и смещения резонансной частоты в процессе высыхания капли объемом 0,4 мкл).

При попадании на сенсор нагрузки добротность сенсора уменьшалась в 1,1...3,1 раз, а резонансная частота — на 0,25...4,3 кГц. С ростом объема, а соответственно

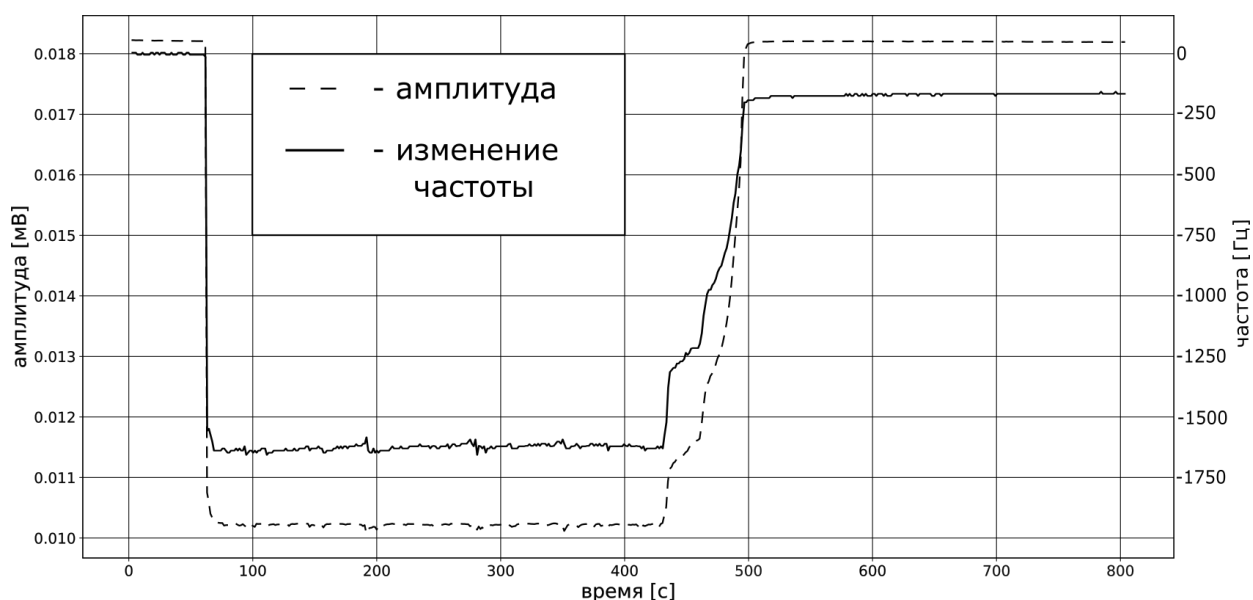


Рис. 9. Изменение амплитуды и смещения резонансной частоты в процессе высыхания капли объемом 0,4 мкл

и массы капли воды, до определенного момента происходило увеличение отклонения резонансной частоты. При дальнейшем увеличении объема капли отклонение резонансной частоты перестало расти. Это объясняется вязкостью

жидкости (рис. 10): ближайшие к колеблющейся поверхности слои молекул жидкости имеют амплитуду A_0 , равную амплитуде колебаний поверхности, тогда как каждый последующий имеет все меньшую от слоя к слою, при этом фаза колебаний слоев будет сдвигаться и в каком-то слое колебания воды будут

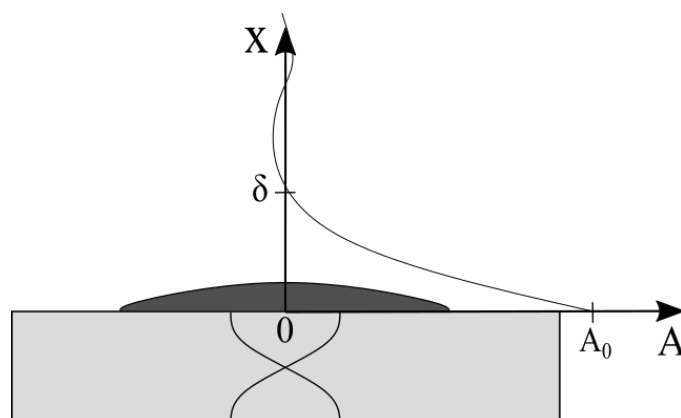


Рис. 10. Зависимость амплитуды колебаний слоя жидкости от расстояния этого слоя до поверхности кварцевого резонатора

происходить в противофазе к колебаниям поверхности. Амплитуда колебаний слоя жидкости, расположенного на расстоянии δ от поверхности резонатора будет в e раз меньше максимальной. Этот слой, высотой δ вносит основной вклад в энергию колебаний и называется δ -слоем.

На рис. 11 представлена зависимость смещения резонансной частоты сенсора от объема капли воды, выполняющей роль нагрузки. Область, в которой функция быстро возрастает соответствует тому, что капля имеет высоту меньшую по

сравнению с толщиной δ -слоя; в области, где функция практически перестает расти – высота капли превосходит толщину δ -слоя и добавляющаяся масса жидкости уже практически не участвует в колебаниях.

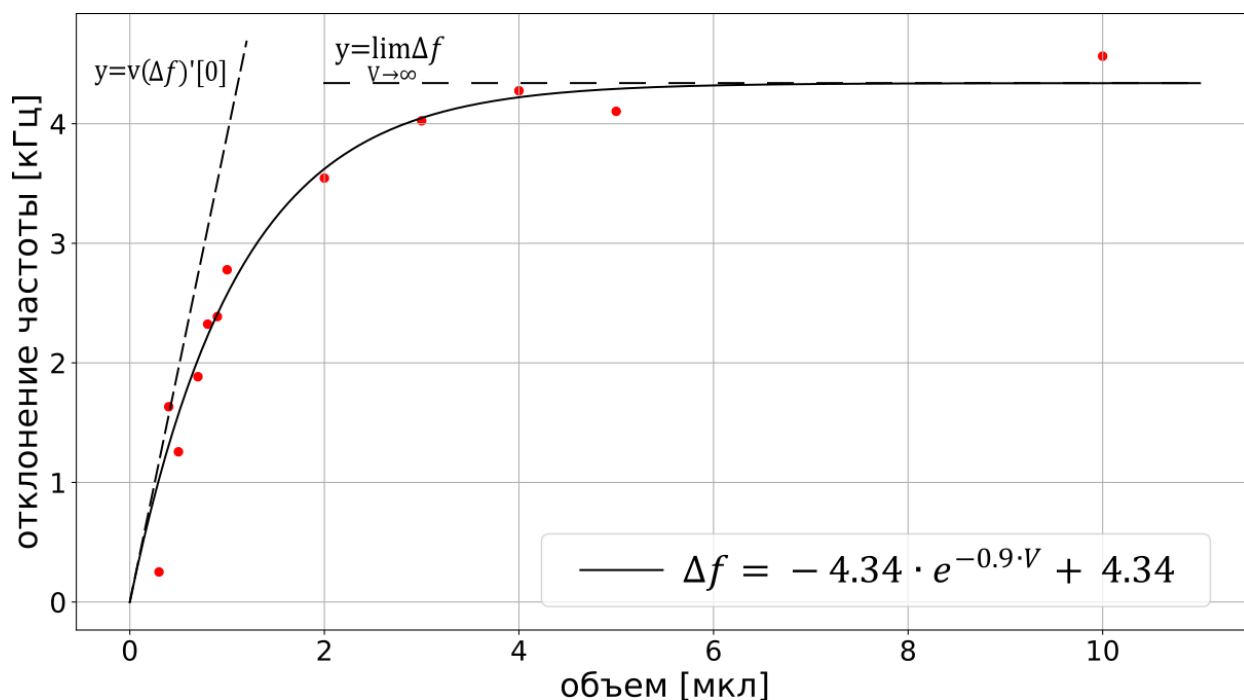


Рис. 11. Зависимость отклонения резонансной частоты от объема воды, использующейся в качестве нагрузки

Полученные экспериментальные данные были приближены функцией $\Delta f = -a \cdot e^{-k \cdot V} + b$, где Δf и V смещение резонансной частоты и объем капли соответственно, a , b и k – константы (приближения), подобранные программой. Получив такое приближение, можем определить смещение частоты резонатора, при полном погружении одного из электродов в воду. Оно равняется $\lim_{V \rightarrow \infty} (-a \cdot e^{-k \cdot V} + b) = b$, в нашем случае этот предел оказался равным 4,34 кГц, в то время как расчетное значение отклонения частоты для воды, вычисленное при помощи уравнения Сауэрбрея для жидкой нагрузки $\approx 3,46$ кГц. Определив производную функции Δf в точке 0, можем построить график функции $[(\Delta f)'(0)](x) = (-a \cdot e^{-k \cdot V} + b)'(0) \cdot x = a \cdot k$ и, используя этот график, оценить массу δ -слоя воды. Воспользовавшись формулой (1), получаем примерное значение массы δ -слоя воды, равное 7,4 мкг.

6. Результаты

В процессе выполнения работы я ознакомился с основными принципами работы кварцевых резонаторов. С использованием созданных программ были зарегистрированы и обработаны АЧХ нагруженного и ненагруженного кварцевого резонатора, получены зависимости добротности, резонансной частоты и амплитуды от нагрузки на кварцевом резонаторе. Из этих зависимостей было обнаружено, что кварцевые резонаторы имеют добротность на несколько порядков больше обычных колебательных контуров даже при попадании на поверхность кварцевого резонатора посторонних веществ и даже при полном погружении сенсора в воду. Также для изучаемого резонатора была оценена масса δ-слоя воды. Экспериментальные данные хорошо согласуются с рассчитанными при помощи уравнения Сауэрбрея.

7. Приложение 1

Фрагмент кода программы, выполняющей измерения

```
function QCM
global my
output_filename = 'data4.txt';
dbstop if error

Settings();
dt = 0.2;
F.scanTime = .8;

%% Get parameters from RIGOL DSA 815
f0 = str2num(DSaread(my, ':SENSe:FREQuency:CENTer?'));
span = str2num(DSaread(my, ':SENSe:FREQuency:SPAN?'));
F.start = f0 - span/2;
F.stop = f0 + span/2;
DSAcmd2(my, [' :SENSe:SWEep:TIME ' num2str(F.scanTime )]);

%% Measurements
t_start = tic();
current_time = 0;
k = 1;

fid = fopen(output_filename, 'w', 'n', 'utf-8');
fprintf(fid, '%s\n', ['Fstart ' num2str(F.start)]);
fprintf(fid, '%s\n', ['Fstop ' num2str(F.stop)]);
fprintf(fid, '%s\n', ['ScanTime ' num2str(F.scanTime )]);
fprintf(fid, '%s\n', '');
fclose(fid);

while(1)
```

```

% Get data
DSAcmd2(my,[':INITiate:CONTinuous ' num2str(0)]);
pause(F.scanTime + dt)
data(:,k) = str2num(DSAget(my)); disp('GetData...');
current_time = toc(t_start);

% Save Results
dlmwrite(output_filename,current_time,'-append')
dlmwrite(output_filename,data(:,k) ',' '-append')
if( mod(k,10) == 0 )
    save 'result';
end
k = k + 1;
end
end

function Settings()
global my
my = DSAinit();
DSAprint(my,[':TRACe:AVERAge:COUNT ' num2str(1)]);
DSAprint(my,[':OUTPut:STATe ' num2str(1)]);
DSAprint(my,[':SOURce:POWEr:LEVel:IMMediate:AMPLitude ' num2str(0)]);
end

```

8. Приложение 2

Фрагмент кода программы, выполняющей расчет

```

import math
import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt
from scipy.signal import savgol_filter

def find_idx(left_border,right_border):
    m = np.argmin(np.abs(data_smoothed[left_border:right_border:1]
- current_ampl / math.sqrt(2)))
    return m

time_vector = []
f0 = []
ampl = []
qual = []

# reading data from file
with open('droplet.txt') as f:
    F_start = float((f.readline()).split()[1])
    F_stop = float((f.readline()).split()[1])
    d = f.readlines()
for n in range(5, len(d), 2):
    time_vector.append(float(d[n-1]))
    d[n] = (d[n]).split(',')
    d[n] = [float(e) for e in d[n]]
    # treatments
    data_smoothed = savgol_filter(d[n], 51, 4)

```

```

i = np.unravel_index(data_smoothed.argmax(), data_smoothed.shape)
current_ampl = max(data_smoothed)
ampl.append(current_ampl)
freq = np.linspace(F_start, F_stop, len(d[n]))
f0.append(freq[i])

j = i[0]
left_idx = find_idx(1, j)
f_left = freq[left_idx]
right_idx = find_idx(j, None)
f_right = freq[j + right_idx]
q = f0 / (f_right - f_left)
qual.append(float(q[0]))

```

9. Список литературы

1. Günter Hans Sauerbrey. Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung. Zeitschrift fuer Physik t55, (1959) 206-222
2. F. N. Dultsev, V. P. Ostanin, D. Klenerman. “Hearing” Bond Breakage. Measurement of Bond Rupture Forces Using a Quartz Crystal Microbalance. Langmuir 2000, 16, 5036-5040
3. Fedor N. Dultsev, Eugeny A. Kolosovsky, Ivan A. Mik, Alexander A. Lomzov, Dmitrii V. Pyshnyi. QCM-Based Measurement of Bond Rupture Forces in DNA Double Helices for Complementarity Sensing. Langmuir 2014, 30, 13, 3795-3801
4. Dultsev, F.N., Kolosovsky, E.A., Lomzov, A.A. et al. QCM-based rupture force measurement as a tool to study DNA dehybridization and duplex stability. Anal Bioanal Chem (2017) 409: 891.
5. Cooper MA1, Dultsev FN, Minson T, Ostanin VP, Abell C, Klenerman D. Direct and sensitive detection of a human virus by rupture event scanning. Nat Biotechnol. 2001 Sep;19(9):833-7.
6. T. Nakamoto, Y. Suzuki, T. Moriizumi. Study of VHF-band QCM gas sensor. Volume 84, Issues 2–3, 15 May 2002, Pages 98-105
7. Fedor N. Dultsev, Eugeny A. Kolosovsky, and Ivan A. Mik. New Procedure to Record the Rupture of Bonds between Macromolecules and the Surface of the Quartz Crystal Microbalance (QCM). Langmuir 2012 28 (39), 13793-13797