

CZUJNIK LEPKOŚCI CIECZY Z AKUSTYCZNYM MODEM PŁYTOWYM NA NIOBIANIE LITU O ORIENTACJI YZ

Tadeusz Wróbel, Judyta Hechner

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa,
e-mail: wrobel-t@itme.edu.pl

W artykule przedstawiono wyniki badań wpływu lepkości akustycznej cieczy na własności wybranego akustycznego modu płytowego w niobianie litu o orientacji YZ, oraz konstrukcję i parametry czujnika lepkości cieczy.

Słowa kluczowe: czujnik lepkości, powierzchniowa fala akustyczna, LiNbO_3 ,

ACOUSTIC PLATE MODE VISCOSITY SENSOR ON LiNbO_3 YZ

Experimental results of the influence of liquid viscosity on the characteristics of acoustic plate mode (APM) on LiNbO_3 YZ have been presented. The structure and parameters of an acoustic plate mode (APM) sensor for liquid viscosity measurement have been reported.

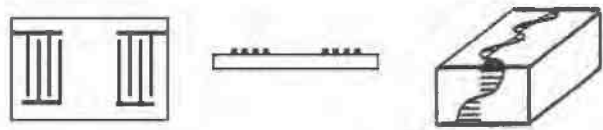
Key words: viscosity sensor, SAW, LiNbO_3

1. WSTĘP

W mikroczujnikach piezoelektrycznych wykorzystywane są różne rodzaje fal akustycznych [1 - 4]. Fale te mogą rozchodzić się wzdłuż powierzchni podłoża piezoelektrycznego - fale powierzchniowe, jak również w objętości ośrodka - fale objętościowe.

Akustyczne mody płytowe (AMP) należą do rodziny fal objętościowych, rozchodzą się one w objętości ośrodka pomiędzy równoległymi powierzchniami płytki. Wygenerować je można przy użyciu przetworników międzypalczastych na płytkach o grubości rzędu $3 \div 10$ długości fali (Rys. 1). Zaletą podzespołów z AMP jest to, że struktura przetwornikowa i analit są osadzone na przeciwnych powierzchniach płytki podłożowej, w ten sposób eliminowany jest bezpośredni kontakt elektrod z mieszaniną reakcyjną. Mody te mogą mieć przemieszczenia zarówno poprzeczne do kierunku propagacji (ściągające horyzontalne i ściągające prostopadłe) jak i równoległe do kierunku propagacji (podłużne). Najczęściej stosowane podłoża piezoelektryczne to kwarc ST oraz niobian litu (LiNbO_3) o orientacji ZX

i YZ. Przemieszczenia podłużne dominują w LiNbO_3 YZ, a poprzeczne w niobianie o orientacji ZX.



Rys. 1. Schemat podzespołu z akustycznymi modami płytowymi (AMP).

Fig. 1. Schematic diagram of an acoustic plate mode (APM) device.

Każde zaburzenie na górnej lub dolnej granicy płytki piezoelektrycznej modyfikuje spektrum AMP i każdy indywidualny mod w tym spektrum, a więc rejestracja tych zmian może być wykorzystana do celów analitycznych. Przeprowadzone przez autorów badania wykazały, że podłużne mody płytowe są mało czule na obciążenia czysto masowe, reagują natomiast na oddziaływania lepkościowe. W związku z powyższym w niniejszym artykule przedstawiono wyniki badań dotyczące możliwości wykorzystania podzespołu z AMP na niobianie litu o orientacji YZ do oznaczania lepkości cieczy.

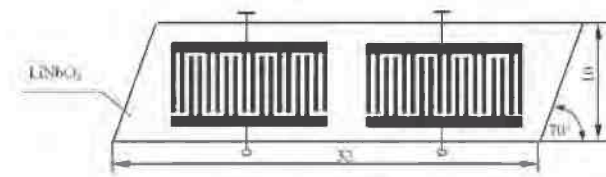
2. PODZESPÓŁ CZUJNIKOWY Z AMP

2.1. Struktura przetwornikowa

Podstawowym elementem przetwornikowym w omawianym podzespole była linia opóźniająca odwzorowana na LiNbO_3 YZ (podłożo o grubości $h = 0,5$ mm). Konstrukcję linii przedstawiono na Rys. 2.

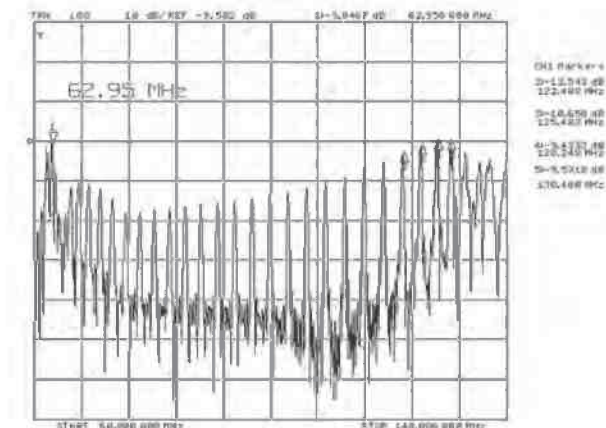
W celu wyeliminowania odbić fal akustycznych od przetworników międzypalczastych zastosowano

w prezentowanej linii opóźniającej dzielone elektrody oraz podłoże w kształcie równoległoboku [5].



Rys. 2. Struktura linii opóźniającej.
Fig. 2. Structure of a delay line.

Spektrum akustycznych modów wzbudzonych w LiNbO_3 YZ pokazano na Rys. 3. Mod oznaczony „markerem” 1 odpowiada akustycznej fali powierzchniowej typu Rayleigh’a o częstotliwości środkowej $f = 62,95$ MHz. Dominujące „w widmie” akustyczne mody płytkowe oznaczone są markerami 2 do 5 (są to mody o najniższej tłumienności wtrąceniowej).

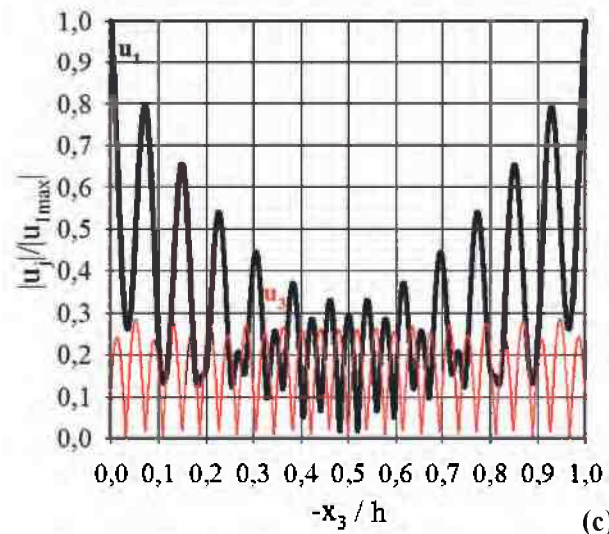
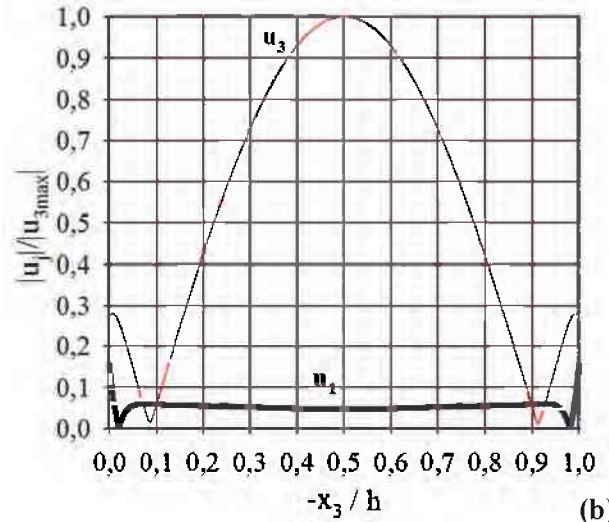
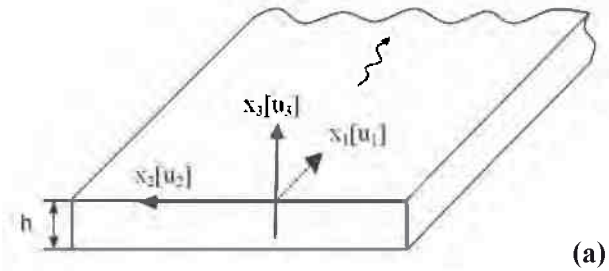


Rys. 3. Eksperymentalne spektrum akustycznych modów w LiNbO_3 YZ.
Fig. 3. Experimental spectrum of acoustic modes on LiNbO_3 YZ.

Przykładowy rozkład składowych przemieszczeń mechanicznych u_1 , u_2 i u_3 dla jednego z modów znajdującego się tuż za falą Rayleigh’a i modu 5 zilustrowano na Rys. 4.

W przypadku zilustrowanym na Rys. 4b, dominującą składową przemieszczeń mechanicznych jest składowa prostopadła u_3 . Rozkład ten jest typowy dla fali objętościowej. Dla modów 2 - 5 (Rys. 4c) dominującą jest składowa u_1 równoległa do kierunku propagacji fali, przy czym koncentracja energii fali jest największa przy granicznych powierzchniach płytki. Fale te to podłużne mody płytkowe. Do badań efektywności oznaczania własności lepkościowych cieczy wybrano mod o najniższej tłumienności wtrąceniowej oznaczony markerem 5.

4

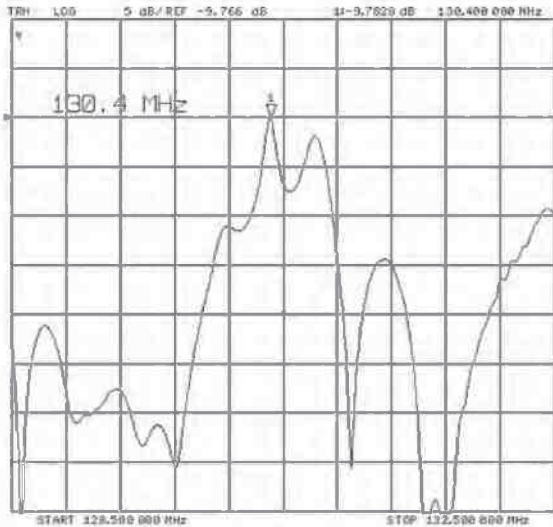


Rys. 4. Obliczony rozkład składowych wektora przemieszczeń mechanicznych dla dwóch przykładowych modów w LiNbO_3 YZ: a) składowe wektora przemieszczeń mechanicznych fali akustycznej; b) rozkład składowych dla jednego z modów w pobliżu SAW; c) rozkład składowych dla modu 5.

Fig. 4. Calculated distribution of mechanical displacement vector components for two exemplary modes on LiNbO_3 YZ: a) mechanical displacement vector components of the acoustic wave; b) distribution of components for a mode in the proximity of SAW; c) distribution of components for mode 5.

Charakterystyka amplitudowo-częstotliwościowa wybranego modu przedstawiona jest na Rys. 5. Tlu-

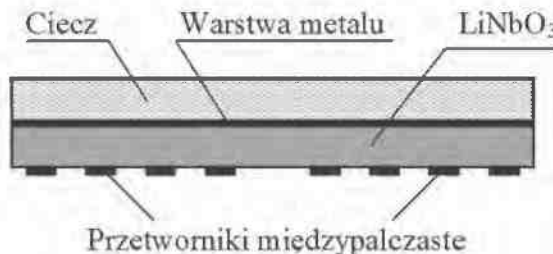
mienność wtrącenia jest rzędu 10 dB, a częstotliwość robocza wynosi ~ 130 MHz.



Rys. 5. Zmierzona charakterystyka amplitudowa AMP wybranego do badań.
Fig. 5. Measured amplitude response of APM selected for research purposes.

2.2. Konstrukcja podzespołu czujnikowego

Podzespół czujnikowy w wersji przeznaczony do monitorowania właściwości lepkosprężystych cieczy przedstawiony jest na Rys. 6.



Rys. 6. Struktura podzespołu czujnikowego.
Fig. 6. Structure of a sensor assembly.

Na jednej z powierzchni, dwustronnie wypolerowanej płytki z LiNbO_3 YZ odwzorowana jest struktura przetwornikowa (Rys. 7). W celu eliminacji oddziaływań akusto - elektrycznych powierzchnia płytki, na której osadzana będzie analizowana ciecz pokryta jest warstwą metaliczną - Cr/Au (w przypadku zwartej elektrycznie powierzchni piezoelektryka potencjał piezoelektryczny ϕ na tej powierzchni jest zerowy).

Strukturę czujnikową umieszczono w odpowiednio skonstruowanej obudowie, w której dnem komory pomiarowej była metalizowana powierzchnia płytki (Rys. 7).

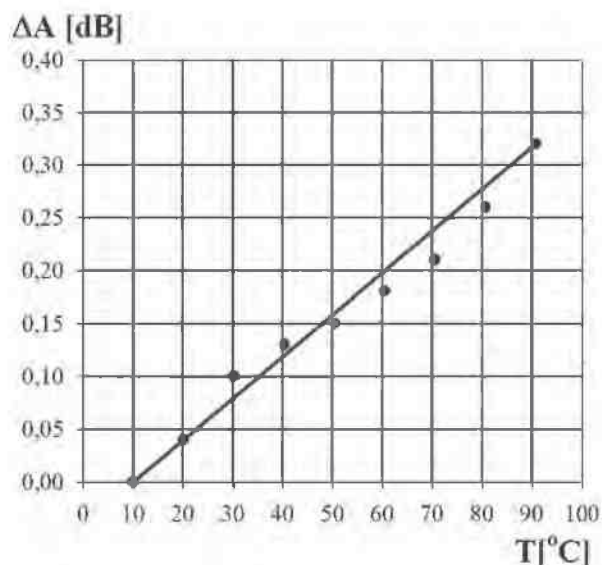


Rys. 7. Czujnik w postaci użytkowej.
Fig. 7. Sensor in a usable form.

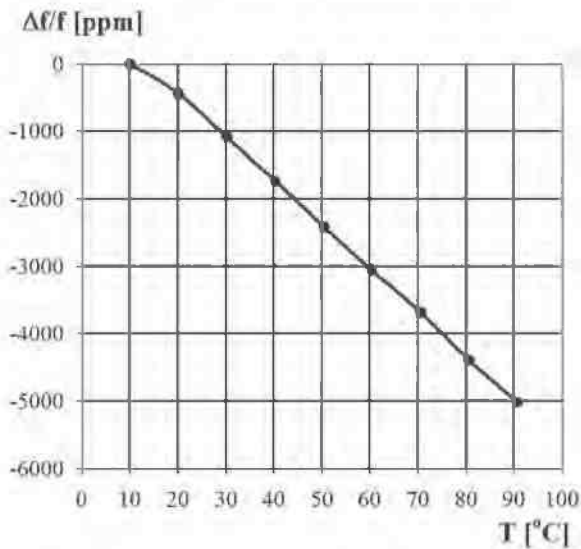
Pomiary prowadzono analizatorem sieci f-mj Agilent typ 8753 ET przy obciążeniu linii opóźniającej od strony wejścia i wyjścia impedancją 50Ω .

2.3. Charakterystyka temperaturowa czujnika z AMP

Określono zależność tłumienności wtrąceniowej i częstotliwości pracy czujnika z AMP od temperatury w zakresie $10 \div 90^\circ\text{C}$ (Rys. 8 i 9). Zmiana tłumienności wtrąceniowej w badanym zakresie temperaturowym jest rzędu $4 \cdot 10^{-3} \text{ dB}/^\circ\text{C}$, a częstotliwości $\sim 8150 \text{ Hz}/^\circ\text{C}$, współczynnik temperaturowy częstotliwości wynosi $\sim 64 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$.



Rys. 8. Zmiana tłumienności wtrąceniowej AMP w funkcji temperatury.
Fig. 8. Change of insertion loss of APM as a function of temperature.



Rys. 9. Zmiana częstotliwości pracy AMP w funkcji temperatury.

Fig. 9. Change of frequency of APM as a function of temperature.

3. OZNACZANIE LEPKOŚCI CIECZY

Wyprowadzone z teorii zakłóceń [6] i przytoczone przez S. Shiokawa [7] równania czułości cieczowego czujnika z falą akustyczną opisane są wyrażeniami (1) i (2). Równania te dotyczą tylko cieczy newtonowskich.

Odpowiedź wynikająca ze sprzężenia akusto-masowego wyrażona jest wzorami (1a i 1b):

$$\frac{\Delta V}{V} = -\frac{V v_2^2}{4P} \left(d' \cdot \frac{\mu'}{V^2} \right) \quad (1a)$$

$$\frac{\Delta \alpha}{k} = 0 \quad (1b)$$

Odpowiedź wynikająca ze sprzężenia akusto-lepkościowego wyrażona jest wzorami (2a i 2b):

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{V v_2^2}{4\omega P} \sqrt{\frac{\omega \eta' d'}{2}} \quad (2a)$$

$$\frac{\Delta \alpha}{k} = \frac{V v_2^2}{4\omega P} \sqrt{\frac{\omega \eta' d'}{2}} \quad (2b)$$

gdzie:

ΔV - zmiana prędkości wywołana oddziaływaniem masowym lub lepkościowym cieczy, $\Delta \alpha$ - zmiany tłumienia wywołane oddziaływaniem masowym lub lepkościowym, v_2 - prędkość cząstek w kierunku dominującej składowej wektora przemieszczeń mechanicznych, μ' - stała Lamé'a związana ze ścisłości-

ścią cieczy, V - prędkość fazowa, P - gęstość mocy akustycznej, ω - prędkość kątowna, d' - gęstość badanej cieczy, η' - lepkość, k - liczba falowa, h - grubość filmu.

Stosowany w literaturze przedmiotu termin - „lepkość akustyczna” definiowany jest jako pierwiastek z iloczynu lepkości dynamicznej [cP] i gęstości cieczy newtonowskich [g/cm³].

Parametrem mierzonym w odpowiedzi czujnika na oddziaływanie cieczy może być przesunięcie fazowe, zmiana częstotliwości generacji, lub też zmiana tłumienia. Zgodnie z wyżej przytoczonymi wyrażeniami zmiana częstotliwości jest wynikiem zarówno sprzężenia akusto-lepkościowego, jak i akusto - masowego, natomiast tłumienność wtrącenia prawie się nie zmienia wskutek oddziaływań czysto masowych. W prowadzonych przez autorów badaniach rejestrowanym parametrem była zmiana tłumienności wtrąceniowej, która ponadto w znikomym stopniu zależna jest od temperatury (pkt. 2.3).

Zdolność omawianego podzespołu czujnikowego do oznaczania lepkości cieczy oceniano rejestrując wartość tłumienności wtrąceniowej linii przed i po obciążeniu cieczą o znanej lepkości i gęstości.

Ilość analitu powinna być nie mniejsza niż trzykrotna głębokość wnikania fali akustycznej. Efektywną, minimalną grubość filmu cieczy, która zapewnia odpowiednie sprzężenie z falą akustyczną można zdefiniować wzorem [8]:

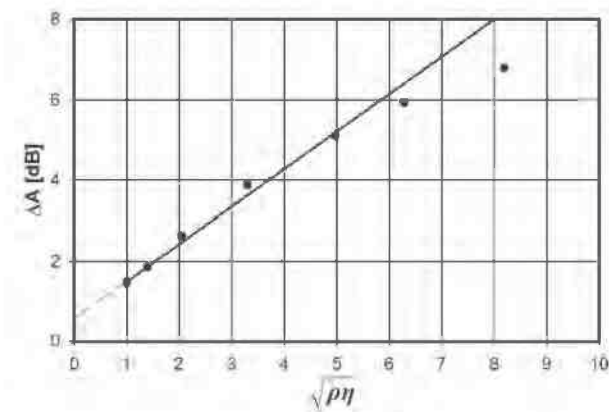
$$\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\rho\omega}} \quad (3)$$

gdzie: δ - grubość filmu cieczy; η - lepkość cieczy; ρ - gęstość cieczy; ω - prędkość kątowna

Przykładowo dla częstotliwości ~ 100 MHz grubość filmu w przypadku wody wynosi $\delta \equiv 63$ nm, a dla gliceryny $\delta \equiv 2$ μ m. Powyżej tych wartości zmiana tłumienności nie zależy od grubości cieczy, górna granica aplikowanej cieczy jest więc limitowana tylko objętością komory pomiarowej.

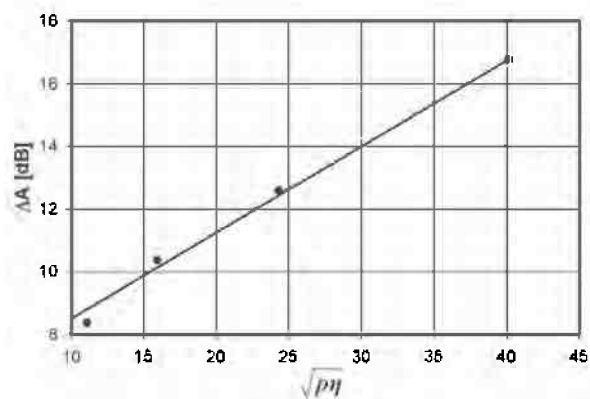
Wodne roztwory gliceryny (C₃H₈O₃) o różnym stężeniu wykorzystywano jako próbki kalibracyjne. Lepkość dynamiczną roztworów wzorcowych mierzono wiskozymetrem Brookfielda. Układ pomiarowy był termostatowany, pomiary prowadzono w zakresie temperatur od 15°C do 30°C, co jeden stopień. Oznaczając lepkość dynamiczną badanych roztworów w podanym zakresie temperatur, autorzy dążyli do wyznaczenia współczynnika przeliczeniowego, umożliwiającego prowadzenie pomiarów podzespołem z AMP w warunkach pokojowych, eliminując konieczność dodatkowego termostatowania próbki.

Odpowiedź czujnika z AMP na działanie cieczy o różnej lepkości jest zilustrowana na Rys. 10 - 11.



Rys. 10. Zmiany tłumienności wtrącenia w funkcji lepkości akustycznej.

Fig. 10. Change of insertion loss versus acoustic viscosity.



Rys. 11. Zmiany tłumienności wtrącenia w funkcji lepkości akustycznej.

Fig. 11. Change of insertion loss versus acoustic viscosity.

Punkty pomiarowe wskazują na liniową zależność w dwóch zakresach wartości zmian tłumienności wtrąceniowej od lepkości akustycznej.

Czułość definiowana na podstawie charakterystyki przetwarzania określona jest wyrażeniem (4) i wynosi:

$$S = \frac{dY}{dX} \quad (4)$$

≈ 1 dB na jednostkę lepkości akustycznej w pierwszym zakresie pomiarowym (Rys. 10),

≈ 0,2 dB na jednostkę lepkości akustycznej w drugim zakresie pomiarowym (Rys. 11).

Zdolność rozdzielcza definiowana jako najmniejsza różnica wartości wielkości oznaczanej powodująca rozróżnialną zmianę wskazań przyrządu wynosi:

≈ 0,1 jednostek lepkości akustycznej na 0,1 dB w pierwszym zakresie pomiarowym,

≈ 0,5 jednostek lepkości akustycznej na 0,1 dB w drugim zakresie pomiarowym.

4. PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badania pozwoliły na określenie efektywności oznaczania własności lepkościowych cieczy akustycznym modem płytowym, generowanym w niobianie litu o orientacji YZ. Podstawową zaletą prezentowanego podzespołu czujnikowego jest możliwość pomiarów w bardzo szerokim zakresie lepkości cieczy.

Uzyskane parametry czujnika lepkości są następujące:

- zakres pomiaru lepkości cieczy 1 ÷ 1200 mPa·s,
- dokładność pomiaru ≤ ± 5%,
- wielkość próbek cieczy ~ 1 ml,
- zakres temperatur pracy 10 ÷ 50°C,
- częstotliwość pracy ~ 130 MHz,
- tłumienność wtrąceniowa (bez cieczy) ~ 10 dB,
- impedancja wejściowa i wyjściowa 50 Ω.

LITERATURA

- [1] McHale G., Newton M. I., Martin F.: Theoretical mass sensitivity of Love wave and layer guided acoustic plate mode sensors, *J. Appl. Phys.*, 91, 12, 9701-9709, (2002)
- [2] Aizawa H., Gokita Y., Jong-Won Park, Yoshimi Y., Kurosawa S.: Antibody immobilization on functional monolayers using a quartz crystal microbalance, *IEEE Sensors Journal*, 6, 5, 1052 – 1056 (2002)
- [3] Nomura T., Saitoh A., Horikoshi Y.: Measurement of acoustic properties of liquid using liquid flow SH-SAW sensor system, *Sensors and Actuators B*, 76, 69-73 (2001)
- [4] Kondoh J.: Development of surface acoustic wave liquid sensing system and application for Japanese tea measurements. *IEEE International Frequency Control Symposium and PDA Exhibition*, 497 - 501 (2001)
- [5] Soluch W., Łysakowska M.: Właściwości akustycznych modów płytowych w niobianie litu o orientacji YZ, *Elektronika*, 7 - 8, 41 - 42 (2008)
- [6] Shiokawa J.S., Kondoh J.: Surface acoustic wave sensor for liquid-phase application, *IEEE Ultrasonics Symposium*, 445-452 (1999)
- [7] Campbell J., Jones W.R.: *IEEE Trans. Sonics. and Ultrasonic*, S.U-17, 71-76 (1970)
- [8] Francis L.A., Friedt J.M., De Palma R., Zhou Ch., Bartic C., Campitelli A., Bertrand P.: Techniques to evaluate the mass sensitivity of love mode surface acoustic wave biosensors. *Proceedings of the 2004 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition*