

Establishment and Stability of the Platform for Detecting Oscillation Frequency of QCM*

XU Jing, LUO Ying*

(Faculty of Science, Jiangsu University, Zhenjiang Jiangsu 212013, China)

Abstract: The stability of piezoelectric quartz crystal oscillator resonance frequency is to structures the pre-requisite of measuring the platform of the crystal microbalance, the environment temperature is the main factor causing the frequency of the high steady quartz crystal oscillator of degree to drift about. Through theoretical analysis, technology structures the special vibration circuit to select the suitable chip for use, adopt difference frequently, caused by environment temperature of the platform and drifted about, thus improved the stability of the microbalance, has made the performance of the sensor obviously improved.

Key words: quartz crystal microbalance; oscillation frequency; stability; difference frequency

EEACC: 7230L

QCM 振荡频率检测平台的建立及其稳定性探讨*

徐晶, 骆英*

(江苏大学理学院, 江苏 镇江 212013)

摘要: 压电石英晶体振荡器谐振频率的稳定性是构建晶体微天平检测平台的前提, 环境温度是导致稳定的石英晶体振荡器的频率漂移的主要因素。本文通过理论分析, 选用合适晶片、采用差频技术构建特殊的振荡电路, 消除了检验检测平台由于环境温度引起的频率漂移, 从而提高了微天平的稳定性, 使传感器的性能得到明显提高。

关键词: 石英晶体微天平; 振荡频率; 稳定性; 差频

中图分类号: TH206.1

文献标识码: A

文章编号: 1004-1699(2008)05-0791-04

压电石英晶体谐振测量技术对石英晶体电极表面质量负载和晶体所处体系的性状如溶液的密度、电导率、介电常数等的变化非常敏感, 具有很高的质量灵敏度, 因此被用于制作压电石英晶体微天平(QCM, quartz crystal microbalance), 在化学、生物、环保和医学等领域有着广泛应用^[1]。传统的 QCM 多基于单通道且局限于气相检测, 在液相检测时容易停振或不能真正反映石英晶片的实时中心频率, 受环境变化的影响大, 使其输出稳定性和测量的精度降低^[2]。本文通过构建双通道的 QCM 振荡频率检测平台实现了气、液相共振, 同时提出在减小 AT 切型石英晶体谐振器滞后和频率不确定性方法的基础上^[3], 设计晶体谐振器的振荡电路, 实现了抑

止高次泛音频率的功能, 从而提高谐振器频率的稳定性; 运用差频电路提取差频信号, 消除了环境温度等引起的测量误差, 进一步提高 QCM 检测平台的稳定性和精确性, 为高精度、高分辨率 QCM 的研制打下了坚实的基础。

1 QCM 传感器的设计

QCM 的基本部件是一个具有压电效应的石英晶体谐振器。它由一很薄的石英晶体片和喷镀于石英晶片两面的金属电极组成, 石英晶体压电效应的固有频率不仅取决于其几何尺寸、切割类型, 而且还取决于晶体的厚度, 当晶片上镀了某种膜层, 晶片厚度增大, 则晶片的固有频率会相应地发生变化。石

基金项目: 国家自然科学基金项目资助(10672068)。“结构损伤检测中的应力波叠加偏移成像理论”资助; 江苏省博士点基金项目(2006299001)。“工程结构主动健康监测相关技术的研究”资助; 江苏省科技高技术项目资助(BG2006026); 基于高性能压电纤维的正交异性传感/驱动技术

收稿日期: 2007-07-27 修改日期: 2007-11-08

石英晶体的这个效应就是质量负荷效应。QCM 正是利用石英晶体的压电效应,以 AT 切型的石英晶体作为核心元件实现能量转换和传感。

本文中的 QCM 检测系统包括:石英晶体振荡片、晶体振荡电路和差频检测电路,其中振荡电路包括工作振荡电路和参比振荡电路。其结构示意图如图 1 所示。

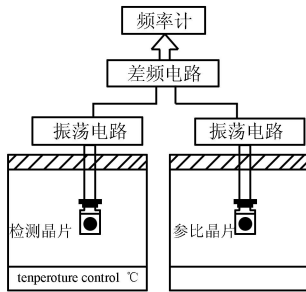


图 1 QCM 结构示意图

1.1 石英晶体振荡片的选择

晶振元件具备着组成极高稳定性频率产生电路的能力,而晶体切型的设计,其频率-温度特性^[4](振动频率随温度而变化的性质)是一个关键因素。在理想状态下,各阶频率温度系数只与切角偏移($\theta - \theta_0$)有关^[5]。对于制作好的石英晶体谐振器, ($\theta - \theta_0$) 为定值, $T_f^{(n)}$ 为常量。但实际情况并非如此,研究表明,频率温度系数 $T_f^{(n)}$ 除跟切角偏移($\theta - \theta_0$) 有关,还与谐振器的环境温度及边界条件等有关^[6]。因此,要得到高稳定度的石英晶体谐振器,应该尽量消除温度对频率的影响。

AT 切型的石英晶片是人们发现的第一种零温度系数切割,理想状态及最佳切角在 $\theta = 35.25^\circ$ 附近,频率范围为 1~20 MHz。本文选用 AT 切型的石英晶体作为基本元件,方形晶片的边长为 8.5 mm,厚度为 0.16 mm, Au 膜气相沉积在晶片两面的中心区域(直径 250~300 nm)形成 Au 电极,制作成石英晶振。为保证石英晶体振荡稳定性,将电极引线用导电胶粘接在晶片边缘倒角处,石英晶片要求粘接面尽可能远离中心电极区,电极引线应尽可能细,以减少引线对晶片产生的应力。

1.2 QCM 传感器电路的设计

1.2.1 振荡电路

晶体振荡电路的频率稳定性主要由电路的相频特性决定,振荡电路的优劣直接关系到 QCM 传感器的测量精度。气相中晶体振荡电路的频率稳定性主要取决于石英晶体的谐振频率稳定性,液相中由于液体阻尼的影响,晶片的动态阻抗增大,品质因数 Q 值下降,使得晶体谐振器的相位特性变缓,不能维持振荡电路的稳定谐振,所以必须为 QCM 设计一

种合适的振荡电路。研究表明,振荡电路的调节带宽与电路的有载品质因数成反比关系^[7],且当系统振荡频率达到石英晶片固有频率时,在晶片的基频被激励的同时泛音频率也被激励。因此,为获得可靠的基频振荡,防止泛音频率被激励,除选用基频等效电阻较小的晶体外,必须调整振荡电路的带宽,降低电路的上限截止频率同时使电路的下限截止频率有所提高,以防止远离基频的低频振荡。为此,专门设计如图 2 所示的结构简单、稳定性好、驱动能力强的振荡电路。该电路中有源器件少,因此相位噪声低,频率稳定度好,可通过 C_1 电容降低电路的上限截止频率 $f_{s1} = 1/2 R_1 C_1$,使电路的上限截止频率等于或略高于晶体的基频频率;通过电容来提高电路的下限截止频率同时对电路进行相位补偿 $f_{s2} = 1/2 \sqrt{L_1 C_2}$,避免过大的相位滞后使之停振和其他低频振荡的可能性。由于门电路的延时,使两级门电路的总相位有较大滞后,所以加入了相位补偿,通过电容 C_3 来调整频率。此外,该电路中加入了串联选频网络,其他不需要的频率被抑制,在降低电路的相位噪声的同时还抑止高次泛音频率,保障了电路的稳定性。因此,该振荡电路可以实现测量的高精度。

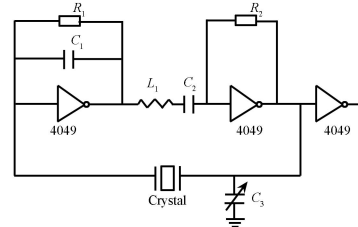


图 2 晶振振荡电路原理图

1.2.2 差频电路

理想的振荡器输出的信号为正弦曲线,实际的振荡器输出的信号由于噪声(等效串联电阻和持续电路中的其他元件引起)的影响是偏移的正弦曲线。如果将振荡电路的输出频率直接接入频率计,由于基频很大,很难反映测量过程中频率随时间变化的动态特性。且输出的信号频率随温度的漂移比较严重。采用混频电路实现差频就能很好的解决以上问题。为此,采用 D 触发器设计出混频电路,具体电路如图 3 所示。参比振荡电路的输出信号 f_{in} 送入通道 1,由于参比晶体不受外界质量的作用,它的输出信号 f_{in} 只与温度 T 有关,即: $f_{in} = X(T)$,变频信号 f_{ck} 送入通道 2,变频信号可以看成是质量 m 和温度 T 的函数,且 m 和 T 的相关性很小,可认为是能进行变量分离,即: $f_{ck} = Z(m, T) = Z(m) + Z(T)$,两路频率信号用元件 6N137 实现隔离电压冲击及噪声串入信号的干扰,经过数字混频电路,输出的信号即为差频信号 $f_{out} = f_{in} - f_{ck}$;在理想

情况下,参考晶体和检测晶体的温度特性完相同,即: $X(T) = Z(T)$,而 f_{in} 是固定不变的,因此, f_{out} 只随 f_{ck} 改变而改变。差频信号最终经触发器 74LS14 整形后由 Y 端输出基本为一稳定的频率信号,由于环境温度造成的频率漂移作为的共模信号将被抵消,而随质量、密度等因素导致的谐振频率的变化 f 作为差模信号并没有受其影响,如此就能够提高 QCM 测量的灵敏度。由此可见,采用差频方法的本质在于对被测量信号的放大,并且这种放大是对信号域时间周期的放大。因此,实现差频是一种很好的频率处理方法,能够有效地提高 QCM 的分辨率。

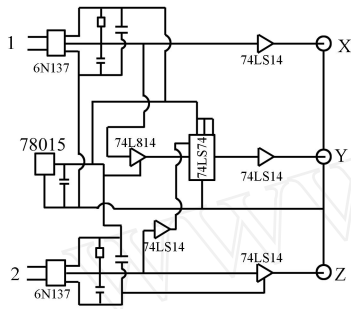


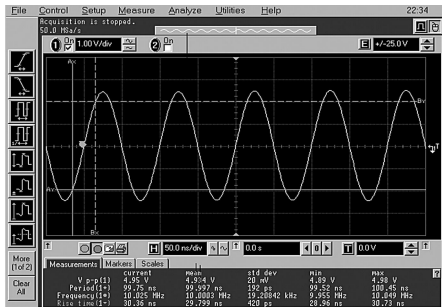
图 3 差频电路原理图

2 QCM 的性能测试

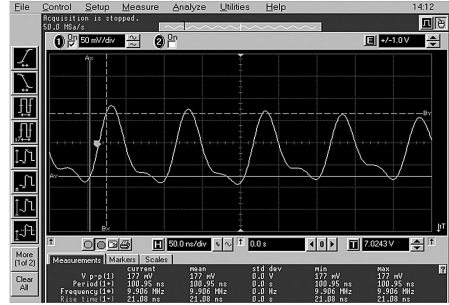
将研制的石英晶振、专门设计的振荡电路与差频电路共同构建形成石英晶体微天平。为验证 QCM 能作为一个很好的检测平台,必须对 QCM 系统的稳定性进行测试。

实验仪器和试剂:54820A 示波器(安捷伦公司生产)、直流稳压电源、恒温器(两恒温容器的温度可以通过调节电流对容器进行加热进行温度控制,确保两晶振处于相同温度的环境下)、温度计、蒸馏水、丙酮溶液。

实验一:在常温下对检测平台在气相、液相中进行稳定性测试;将石英晶振片分别置于密封的空气恒温检验池和装有丙酮溶液的恒温检验池中,打开电源预热 20 min,之后开始记录气相和液相稳定性数据,实验结果频率相应如图 4 所示。



气态(空气、常温)响应曲线 谐振频率 10.025 MHz



液态(丙酮、常温)响应曲线 谐振频率 9.906 MHz

图 4 频率响应曲线

从响应曲线可以看出,石英晶振在气相和液相下都能良好的起振。液相时石英晶振的谐振频率变化较气相大,这是由于液体溶液的粘度、密度和电导率等对谐振器的频率产生了影响^[8]。记录实验数据,根据实验记录的数据描绘出 QCM 在气相、液相中的频率稳定性曲线如图 5 所示。由图中可知,晶片在气相中谐振频率的稳定性达到 ± 2 Hz/min,液相中谐振频率达到 ± 4 Hz/min 左右。长时间的观察发现:QCM 的频率漂移为 ± 12 Hz/h,说明 QCM 系统的稳定性较好,本文所研制的 QCM 的实际分辨率为 1 mg 的质量改变所产生的 $f_{ck} = 2.174$ kHz,由此可见,在 mg 量级的检测平台上,QCM 温度频飘对测试造成的误差约为 0.552%。从图中还可以看出晶片探头从空气至于丙酮液体中时,要经过很长一段时间才能达到稳定值(测试平台的预热时间)。这是由于石英晶片的导热率低,所以当存在温度差时,石英晶片中的温度要经过一段较长的过程才能达到均匀,由于温度梯度的影响,晶片内会产生一定的热应力,因此影响了晶体的振荡频率 f 。

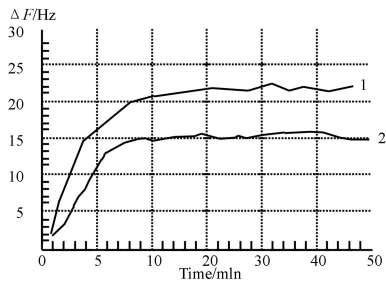


图 5 1 谐振器在液相中频率稳定情况 2 谐振器在气相中频率稳定情况

实验二:将 QCM 的两个晶片分别探头置于装有蒸馏水的加热恒温器中,通过调节加热电流使得两容器的温度在 5 ~ 60 范围内变化,确保两晶振处于相同温度,测试频率随温度的变化。在温度为常温的蒸馏水中,检测石英晶片的谐振频率为: $f_{ck} = 9.9055$ MHz,参比晶片的谐振频率为: $f_{in} = 9.9045$ MHz。

将蒸馏水从 5 缓慢升高至 60 每隔一分钟记录一次实验数据,并根据实验数据描绘出其振荡频率随温度变化曲线如图 6 所示,a 是检测晶体的振荡频率(z 端输出)随温度变化的曲线图,b 是参考晶体的振荡频率(x 端输出)随温度变化的曲线图;由 a、b 曲线看出,随着温度的升高,石英晶片振荡频率呈下降趋势,工作谐振频率和温度之间的变化呈非线性变化。所以,温度对频率的影响比较敏感,当温度变化时,频率产生了漂移,从而导致频率温度系数不为零,影响了石英晶体谐振器输出频率的稳定性。曲线 c 为差频(Y 端输出)相对变化量随温度变化的曲线,从 10 往后近似趋于直线,可见差频信号基本不随温度的变化而变化,其频率温度特性得到了较大的改善。由图中比较 a、b、c 得出,用带有参比振荡的工作电路实现差频,可以消除温度因素产生的频率漂移,从而减小因温度变化造成的测量误差。因此,使用双通道的 QCM 进行差动补偿测量可减小环境因素对 QCM 输出的影响。

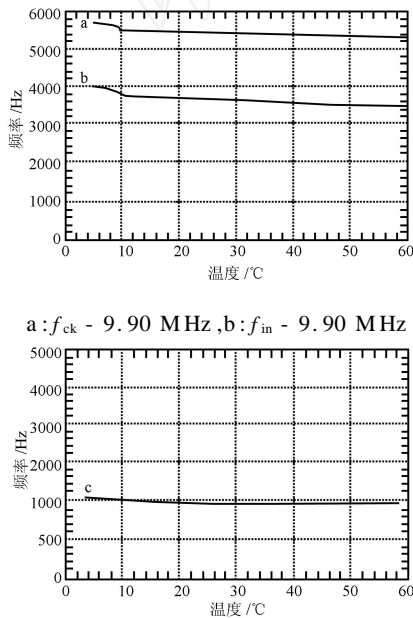


图 6 QCM 的频率随温度变化的趋势图

3 结论

基于石英晶体的特性,对实验材料参数进行合理的选择制作成 AT 切型的石英晶振片;设计合适的振荡电路和差频电路完成了石英晶体微天平的初步搭建,并且在气相和液相都能良好的起振。

基于石英晶体的频率-温度响应特征,设计实验,探讨了温度的变化(5~60)在检测过程中的影响,得出温度是影响传感器输出的一个重要方面,必须对谐振器进行温度补偿;从而优化 QCM 的检测稳定性及灵敏度。

实验表明,适当的电路设计能提高 QCM 振荡频率的稳定性。利用差频电路实现差频可以大幅度减小温度动态过程中传感器的测量误差以及电路自身参数发生变化带来的误差,消除频率温度系数造成的温漂,使传感器具有较高的频率稳定性和较好的响应特性。对检测体系的进一步优化,将使 QCM 作为一种新型的检测手段在现代分析测量仪器中发挥越来越大的作用。

参考文献:

- [1] O'Sullivan C K, Guilbault G G. Commercial Quartz Crystal Microbalances-Theory and Applications [J]. Biosensors and Bioelectronics, 1999, 14(8):663-670.
- [2] 应智花,蒋亚东等.基于 PVDF 膜的 QCM 对 DMMP 的气敏特性研究[J]. 传感技术学报,2006, 19(5):2081-2083.
- [3] Filler R L, Vig J R. Resonators for the Microcomputer Compensated Crystal Oscillator[C]// Proceedings of the 43rd Annual Symposium on Frequency Control, 1989:8-15.
- [4] Nanjundaswamy R, Lepper K, Mckeever SW. Thermal Quenching of Thermoluminescence in Natural Quartz [J]. Radiat Prot Dosimetry, 2002, 31(10):100-105.
- [5] 马波夫 BB, 翁善臣译. 压电谐振传感器[M]. 北京:国防工业出版社,1984,47-77.
- [6] 田文杰. AT 切石英谐振器频率温度系数的研究[J]. 电子元件与材料,2002, 21(9):1-3.
- [7] 刘春宁. 905MHz 低相噪声表面波振荡器的设计[J]. 微波学报,2002, 18(4):57-60.
- [8] Minoru Yoshimoto, Yasuhiro Maruyama. Dependence on the Electric Power of the Immersion-Angle Dependence of the Resonant-Frequency Shift of a Quartz Crystal Microbalance in a Liquid. [J]. Analytica Chimica Acta, 2007, 589(1):39-43.



徐晶(1981-),男,江苏大学理学院硕士研究生,主要从事传感器、智能材料结构分析研究。xujing_jsdx@163.com



骆英(1960-),男,江苏大学理学院教授,博士生导师,江苏大学固体力学学科及博士点带头人,测试计量技术及仪器学科方向带头人,江苏省“青蓝工程”优秀学术带头人;主要从事智能材料结构,传感器机理以及结构无损检测技术的研究。luoying@ujs.edu.cn