

Lectura sin contacto de resonadores de cristal de cuarzo para aplicaciones de microbalanzas multicanal

L. Steinfeld*, M. Ferrari¹, V. Ferrari¹, A. Arnau Vives², H. Perrort³

Instituto de Ingeniería. Eléctrica, Universidad de la República, Montevideo, Uruguay.

¹Dip. di Elettronica per l'Automazione and INFM, Università di Brescia, Italia.

²Departamento de Ingeniería Electrónica, Universidad Politécnica de Valencia, España.

³Laboratoire de Physique des Liquides et Electrochimie, CNRS, Université P. et M. Curie, París, Francia.

*Corresponding author: Leonardo Steinfeld Volpe, +598 27110974 ext. 105, leo@fing.edu.uy

Abstract

A configuration and method for contactless readout of the resonance response of a multichannel quartz crystal microbalance (MQCM) is presented. The configuration uses a crystal with a large common electrode on the front face, and small electrodes on the back face, leading to localized sensing regions. Each back electrode is capacitively coupled to a separated tip electrode, consisting of a small disc and a active guard ring. A model composed of a Butterworth-Van Dyke (BVD) circuit and a coupling capacity in series and expressions showing the influence of the coupling on the measured parameters and frequencies of the resonators are presented. Experimental results show that a mass load added on the front electrode can be consistently detected and measured.

Keywords: QCM, multichannel sensor, contactless readout, sensor array.

Introducción

Para la fabricación de microbalanzas multicanal de cristal de cuarzo (MQCM, Multichannel Quartz Crystal Microbalance), con aplicación en el campo de las narices o lenguas electrónicas entre otros, es necesario integrar múltiples microbalanzas (QCM, Quartz Crystal Microbalance) en un mismo cristal monolítico. En este sentido se ha avanzado considerablemente, habiéndose presentado hasta el momento MQCM de hasta 36 canales [1] e incorporándose esta tecnología con éxito al desarrollo de biosensores [2]. El punto clave en estos sistemas es lograr un adecuado desacoplamiento entre las diferentes QCM minimizando las interferencias intercanal.

Algunos años atrás otros investigadores iniciaron una línea de investigación realizando la exploración bidimensional de la superficie de un cristal de cuarzo. Para ello utilizan un cuarzo con un electrodo común grande y sobre la otra cara se realiza la exploración de su superficie con una punta sin contacto [3]. Si se lograra una buena discriminación espacial en la detección de cargas acústicas, se podría utilizar una única pieza de cristal de cuarzo para obtener múltiples microbalanzas. Pese a que una carga acústica sobre el cristal ha podido ser detectada por medio de una punta de exploración, la selectividad espacial obtenida ha sido muy pobre, frustrando de momento los objetivos perseguidos [4]. Esto se debe a la falta de confinamiento de la energía

en la zona de lectura, esparciéndose la onda acústica bajo el único electrodo presente.

Para lograr el objetivo de obtener decenas de microbalanzas en un mismo cristal es imprescindible disminuir aun más el tamaño de cada elemento y el espesor del resonador. Surge entonces el problema del encaminamiento de las conexiones de los diferentes elementos de la matriz a través de la superficie del cristal hacia fuera del mismo. Esta dificultad, además de la inherente a la integración de decenas de elementos en mismo cristal, puede limitar la cantidad efectiva de elementos a disponer con éxito.

El presente trabajo propone una configuración que utiliza un cristal de cuarzo con un electrodo común grande y dos o más electrodos pequeños en lado opuesto. Cada electrodo pequeño es acoplado capacitivamente a una punta de lectura con un anillo de guarda excitado activamente. La configuración propuesta puede ser considerada como una modificación del sistema de exploración con punta sin contacto, en cuyo cristal se han depositado pequeños electrodos para provocar la concentración del campo acústico, o bien como un sistema multicanal donde se realiza la lectura sin contacto, en lugar de trazar pistas sobre el cristal para ello.

Esta configuración soluciona el problema del encaminamiento y al mismo tiempo minimiza la

influencia de las contribuciones parásitas externas al cristal.

El método propuesto puede contribuir al desarrollo de MQCM mediante la lectura sin contacto de los diferentes canales.

Configuración del sensor

Para evaluar el desempeño y las posibilidades de la lectura sin contacto de resonadores de una microbalanza multicanal, se propone una configuración sencilla consistente en un cristal de cuarzo con un electrodo común grande y dos o más electrodos pequeños en el lado opuesto. Cada electrodo pequeño es acoplado capacitivamente a una punta y la respuesta frecuencial es leída entre ésta y el electrodo común. La carga acústica a ser detectada es depositada sobre el electrodo común en correspondencia espacial con el electrodo pequeño. En este caso que los electrodos no son de igual tamaño, el perfil de distribución de energía en el cristal está determinado por los electrodos de menor área [5].

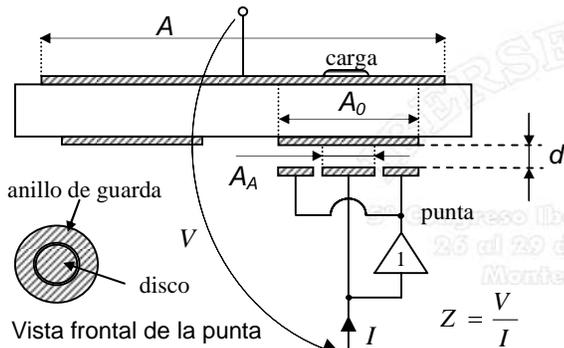


Figura 1 – Representación esquemática del cristal de cuarzo y la punta posicionada bajo uno de los electrodos inferiores.

En la Figura 1 se muestra un esquema de esta configuración con dos electrodos inferiores y los detalles de la punta. Se puede observar que la punta está formada por el electrodo isla, disco pequeño, y un anillo de guarda que es excitado activamente. Esto provee el efecto fundamental de confinamiento del campo eléctrico hacia el área del electrodo, con la ventaja adicional que hace que la medida no sea afectada por capacidades parásitas paralelas. Los parámetros relevantes mostrados en la figura son: d distancia de separación entre la punta y el electrodo, A_A área del electrodo isla, A_0 área del electrodo pequeño correspondiente al área del resonador, A área del electrodo común.

Modelo

En la configuración de la Figura 1 el modo del confinamiento de la energía está definido por el electrodo pequeño, ya que la amplitud de oscilación

está determinada por la distribución de masa, típicamente dada por el tamaño y espesor de los electrodos, y no por la distribución del campo eléctrico [6]. Se espera que la oscilación esté limitada a regiones en el entorno de los electrodos inferiores, pudiéndose entonces realizar en ellas medidas independientes, como si fueran resonadores separados.

En el caso más sencillo, en el cual los resonadores están desacoplados, cada uno de ellos puede ser modelado independientemente como un circuito Butterworth-Van Dyke (BVD) en el entorno de su frecuencia de resonancia [7]. Si ahora tenemos en cuenta el efecto de la punta, la combinación de cada resonador más la punta puede ser modelado como una extensión del circuito BVD. Un modelo similar a éste ya fue propuesto para un cristal piezoeléctrico con un electrodo separado (PCSE, Piezoelectric Crystal with a Separated Electrode) para análisis electroquímicos [7]. La Figura 2 (a) muestra el modelo BVD extendido, donde la capacidad de acoplamiento C_A modela la capacidad entre el electrodo inferior y el electrodo isla de la punta.

Los parámetros del resonador de la rama dinámica, R , L , C y la capacidad estática C_0 dependen de las propiedades de la región específica del cristal definida por el resonador, o sea del área A_0 del electrodo inferior. Más aún, estos parámetros no dependen de la distancia de separación, d . La capacidad C_A es el único parámetro del modelo que depende de d .

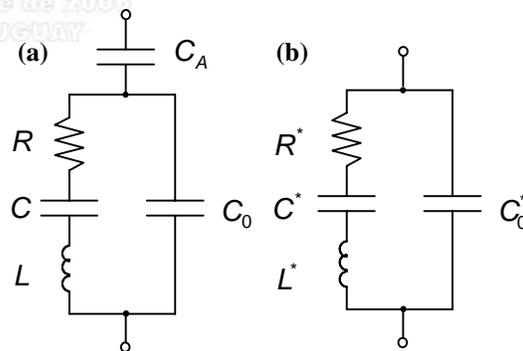


Figura 2 – Modelos del sistema resonador-punta: (a) Circuito BVD extendido, donde se agrega la capacidad C_A en serie para simular el acoplamiento capacitivo entre el electrodo isla de la punta y el electrodo inferior, (b) Circuito BVD.

Las líneas del campo eléctrico, que parten del electrodo isla, se mantienen paralelas dentro de un área constante A_A gracias al anillo de guarda y vale la expresión del condensador plano ideal: $C_A = \epsilon_{aire} A_A / d$.

Una ventaja adicional dada por el anillo de guarda es que el resonador queda apantallado contra capacidades parásitas paralelas, por lo que el modelo mostrado en la Figura 2 (a) es completo y preciso.

Parámetros del resonador

El sistema formado por el conjunto resonador-punta puede modelarse como dos circuitos diferentes y equivalentes. En la Figura 2 (a) se muestra el primer modelo, donde aparece por separado el resonador y el acoplamiento capacitivo C_A . En la Figura 2 (b) se muestra el segundo modelo, un circuito BVD sencillo, cuyos parámetros dependen de C_A .

Si se coloca una carga acústica sobre el electrodo superior, en correspondencia a un electrodo inferior dado, se espera que cambien los parámetros dinámicos del modelo de la Figura 2 (a), correspondiente al resonador formado por dicho electrodo.

Los parámetros de un modelo BVD, como el mostrado en la Figura 2 (b), pueden ser hallados mediante el ajuste de su respuesta frecuencial a la curva de impedancia medida. En el caso que se mide la respuesta frecuencial entre el electrodo superior y el electrodo isla, únicos terminales disponibles, se obtienen estos últimos parámetros, y no directamente los parámetros equivalentes del resonador. Entonces es de interés hallar la dependencia de estos parámetros con la capacidad de acoplamiento y observar cómo esta última influye en los resultados obtenidos.

Se escriben las expresiones de la impedancia de los modelos de la Figura 2 (a) y (b) y por identidad de polinomios se establece un sistema de ecuaciones para luego despejar los parámetros del conjunto en función de los parámetros del resonador y de C_A . De esa manera se explicita cómo afecta el hecho de usar una punta sin contacto para la lectura del sensor.

Si definimos:

$$k_A = \frac{C_A}{C_0 + C_A} = \frac{1}{\frac{C_0}{\varepsilon_{aire} A} d + 1} \quad (1)$$

La solución del sistema de ecuaciones queda:

$$R^* = R/k_A^2 \quad (i)$$

$$L^* = L/k_A^2 \quad (ii)$$

$$C^* = C \cdot \frac{k_A^2}{1 + \frac{C}{C_0}(1 - k_A)} \quad (iii) \quad (2)$$

$$C_0^* = k_A C_0 \quad (iv)$$

Al acercarse la punta al electrodo, o sea para d tendiendo a cero, k_A tiende a 1 y los valores de los parámetros medidos tienden a los valores de los parámetros del resonador. Si en la expresión de C^* se despreja el segundo término del denominador (valiéndonos de: $C_0 \gg C$) entonces se tiene que todos los parámetros dependen solo del parámetro

correspondiente del resonador y de k_A . R^* , L^* dependen de manera inversamente proporcional al cuadrado de k_A , C_0^* es afectado directamente por k_A , mientras que C por el cuadrado de k_A .

Frecuencias de resonancia

El objetivo de una microbalanza es medir la carga depositada a partir de alguna variable observable, teniéndose en cuenta la relación entre esta última y la variable de interés. En el caso de un sensor operando en régimen micro-gravimétrico, esta relación está dada por la ecuación de Sauerbrey, donde la variable monitoreada es la frecuencia de resonancia serie.

A continuación se presentan las expresiones de las frecuencias de resonancias del conjunto resonador-punta, en función de los parámetros relativos al resonador y de la capacidad C_A .

Definimos f_s^* , la frecuencia de resonancia serie del conjunto resonador-punta, como la frecuencia a la cual la parte real de la admitancia $Y(f)$ es máxima. Esta definición se corresponde a la dada para un resonador convencional [9].

A partir de la definición y realizando cálculos, se obtiene la siguiente relación:

$$f_s^* = f_s \sqrt{\frac{C + C_0 + C_A}{C_0 + C_A}} \quad (3)$$

donde $f_s = 1/2\pi\sqrt{LC}$ es la frecuencia de resonancia serie del resonador aislado.

Como f_s^* depende de $C_A = \varepsilon_{aire} A_A/d$, ésta varía con la distancia de separación. Si se quisiera que el sistema tolerara variaciones de la distancia entre la punta y el electrodo, f_s^* no sería una elección óptima como frecuencia de referencia.

Si evaluamos la admitancia a la frecuencia serie, obtenemos la máxima conductividad, G_{max}^* . Si la expresamos en función de la conductividad máxima del resonador se tiene:

$$G_{max}^* = G_{max} \left(\frac{C_A}{C_0 + C_A} \right)^2 \quad (4)$$

donde $G_{max} = 1/R$.

De manera análoga definimos la frecuencia de resonancia paralelo del conjunto, f_p^* , como la frecuencia a la cual la parte real de la impedancia $Z(f)$ es máxima. Simplemente observando el circuito del modelo puede deducirse que la frecuencia paralelo no cambia, ya que solo estamos agregando una admitancia pura en serie. Por lo que no depende de la capacidad en serie C_A .

Se tiene entonces:

$$f_p^* = f_p \quad (5)$$

El razonamiento anterior puede ser usado para deducir que el máximo de la resistividad no cambia. O sea se tiene que:

$$R_{max}^* = R_{max} \quad (6)$$

Para bajas pérdidas, es decir si se cumple que: $R^2 \ll 2L(C+C_0)/(CC_0)$, se tiene que la frecuencia paralelo puede ser aproximada de la siguiente manera:

$$f_p = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{C+C_0}{LCC_0} - \frac{1}{2} \frac{R^2}{L^2}} \approx \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{C+C_0}{LCC_0}} \quad (7)$$

Se puede observar que f_p^* depende solo de los parámetros del resonador. Por lo que f_p^* puede ser ventajosamente adoptado como una frecuencia de referencia que no depende de la distancia de separación [10].

Consideremos ahora usar la frecuencia serie para determinar la carga depositada, para una distancia fija. Bajo la hipótesis de régimen gravimétrico el factor que afecta a la frecuencia serie no cambia (ya que C permanece constante). En la expresión correspondiente al cambio de la frecuencia serie del conjunto se puede sacar como factor común dicha constante, escribiendo entonces:

$$\Delta f_s^* = \Delta f_s \sqrt{\frac{C+C_0+C_A}{C_0+C_A}} \quad (8)$$

Por lo que se tiene que la variación de la frecuencia de resonancia medida está afectada por el mismo factor que la frecuencia misma.

Factor de calidad

Es interesante ver cómo se ve afectado el factor de calidad. Puesto que los circuitos (a) y (b) de la Figura 2 son equivalentes se puede calcular el factor de calidad, Q , usando los parámetros del segundo modelo. Se obtiene entonces:

$$Q^* = \frac{1}{R^*} \sqrt{\frac{L^*}{C^*}} = Q \cdot \sqrt{\frac{C+C_0+C_A}{C_0+C_A}} \quad (9)$$

El factor de calidad se ve afectado por el mismo factor dependiente de C_A que actúa sobre la frecuencia serie.

Sección Experimental

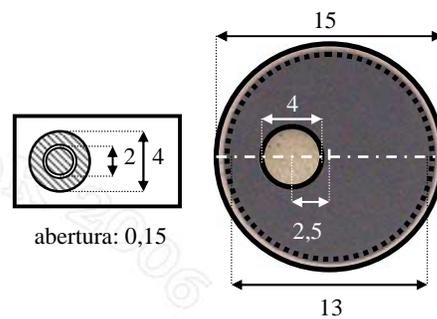
Material

Para los experimentos se utilizó un cristal de cuarzo corte AT de 6 MHz, 15 mm de diámetro, con un electrodo superior de 13 mm de diámetro y un electrodo inferior descentrado en la cara opuesta de 4 mm de diámetro. La punta fue fabricada en placa de

circuito impreso con un electrodo isla de 2 mm de diámetro y el anillo de guarda de diámetro externo de 4 mm con una abertura de 0,15 mm. En la Figura 3 se muestra un dibujo de la punta con sus dimensiones y una fotografía del cuarzo donde se ha superpuesto un esquema para indicar las dimensiones y medidas correspondientes.

Instrumentación

La punta se mantiene fija y con un posicionador de dos grados de libertad (Newport, Linear Stages UMR 5.16) se mueve el cristal alineando la punta con el electrodo inferior del cuarzo y a su vez pudiendo realizar los movimientos en profundidad variando la distancia entre la punta y el electrodo inferior. Las medidas de la impedancia, $Z(f)$, y admitancia, $Y(f)$, fueron realizadas usando el Analizador de Impedancias (HP 4194A, Hewlett-Packard), de forma semiautomática utilizando un PC obteniendo



una resolución inferior a 1Hz.

Figura 3 – Fotografía del cuarzo y superpuesto un esquema indicando dimensiones y medidas (en mm).

La excitación del anillo de guarda se realiza utilizando el analizador de impedancia conectándola a la tierra del instrumento (terminal GND), según se muestra en la Figura 4. De esta manera queda al mismo potencial que el electrodo isla, conectado a tierra virtual (terminal L_p-L_c), pero midiendo solo la corriente que fluye a través de este último.

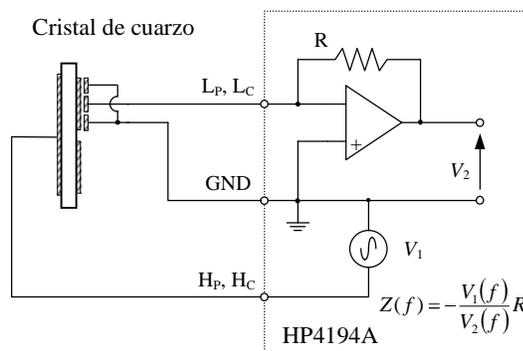


Figura 4 – Esquema de conexión del cuarzo y la punta con anillo de guarda.

Resultados Experimentales

La Figura 5 muestra la respuesta típica, módulo y fase, de la impedancia del cristal de cuarzo mostrado en la Figura 3 con la punta a una distancia de 10 μm .

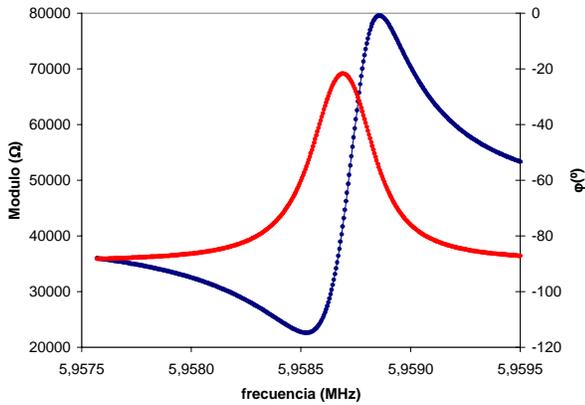


Figura 5 – Impedancia medida para el cristal de cuarzo a una distancia de 10 μm .

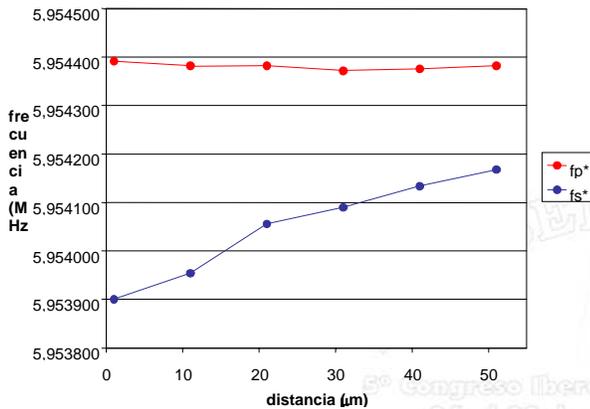


Figura 6 – Frecuencias de resonancia paralelo y serie en función de la distancia.

En la Figura 6 se muestran las frecuencias de resonancia serie y paralelo, f_s^* y f_p^* , tal cual fueran definidas anteriormente, medidas en función de la distancia. Puede observarse como f_s^* varía al variar la distancia, mientras que f_p^* permanece constante. Este resultado está en correspondencia con lo predicho en las ecuaciones (3) y (5).

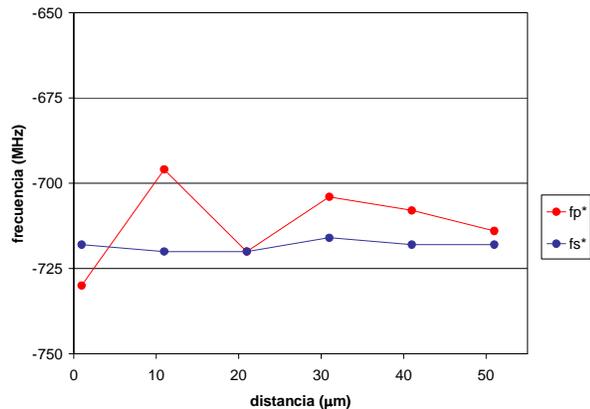


Figura 7 – Corrimiento de la frecuencias de resonancia paralelo y serie en función de la distancia.

Luego, se agrega una masa en el electrodo superior en correspondencia espacial con el centro del

electrodo inferior y se repiten las medidas de las frecuencias en función de la distancia.

En la Figura 7 se muestra el cómputo del corrimiento de las frecuencias, Δf_p^* y Δf_s^* , respecto a la condición sin carga. Se constata que no existen diferencias sustanciales entre ambas. Por lo tanto, existe evidencia que f_p^* podría ser utilizado para detectar cargas independientemente de la distancia.

Para la misma carga agregada fuera de la región correspondiente al electrodo inferior, no se midieron cambios significativos. Esto demostraría que la energía es atrapada bajo el electrodo inferior de manera suficiente como para definir zonas de sensibilidad delimitadas, a pesar de la presencia del electrodo superior más grande.

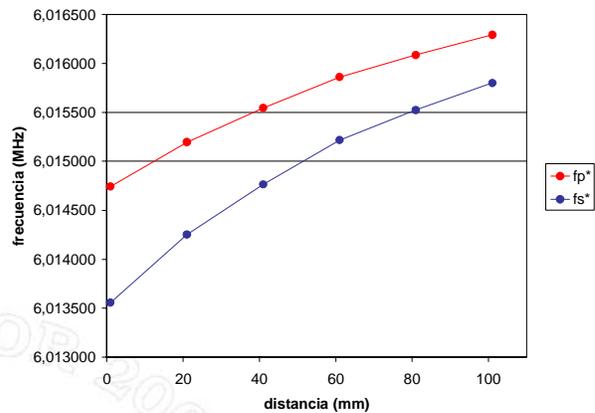


Figura 8 – Corrimiento de las frecuencias de resonancia paralelo y serie en función de la distancia, utilizando un cuarzo sin electrodo inferior.

A modo de comprobación se realizaron medidas utilizando un cristal con solo el electrodo superior de gran tamaño, es decir sin electrodos inferiores, midiendo las frecuencias de resonancia al realizar un barrido en profundidad en el centro del cristal. En este caso todos los parámetros del modelo de la Figura 2 (a) se espera que dependan de la distancia d , ya que los campos eléctrico y acústico varían al variar la distancia. Los resultados están de acuerdo con lo esperado, verificándose en la Figura 8 que tanto f_s^* como f_p^* , varían con la distancia. Esto demuestra que sin la presencia del electrodo inferior el modelo propuesto no es válido.

Conclusiones

Se propuso una configuración para evaluar la lectura de resonadores de una microbalanza multicanal a través de una punta sin contacto. La misma utiliza un cristal de cuarzo con un electrodo común grande y un electrodo pequeño en el lado opuesto, acoplado capacitivamente a la punta. La punta está formada por un electrodo isla con un anillo de guarda excitado activamente usando el analizador de impedancia. La respuesta frecuencial es leída entre el electrodo común y la punta. La carga acústica a ser

detectada es depositada sobre el electrodo común en correspondencia espacial con el electrodo pequeño.

Para la configuración propuesta se ha presentado un modelo, extensión del circuito BVD, para tener en cuenta el acoplamiento capacitivo. Se verificó que el modelo es válido sólo si se utiliza un electrodo inferior. La presencia del mismo tiene un doble efecto. Primero, provee el efecto fundamental de confinamiento de la energía, sin el cual la misma se esparciría bajo el electrodo grande. Segundo, en el modelo el nodo correspondiente a la conexión entre el condensador del acople capacitivo y el resonador no estaría definido, ya que sin el electrodo inferior (material conductor) no existiría un equipotencial sobre la superficie. La existencia de este equipotencial, más el uso del anillo de guarda (que hace que el área del condensador permanezca constante al variar la distancia), permite realizar un modelo sencillo y preciso del sistema.

Las expresiones que relacionan los parámetros del circuito BVD medido con los parámetros del resonador, muestran la influencia de la capacidad de acoplamiento sobre los mismos. Se llega a la conclusión evidente de que, cuanto menor es la distancia y mayor el área de acoplamiento, y por ende mayor la capacidad de acoplamiento, menor es la influencia sobre los parámetros.

Los resultados experimentales son consistentes con la teoría, habiéndose verificado que la frecuencia de resonancia paralelo no se modifica al variar la distancia de la punta al cristal, mientras que la serie sí. Si se desea desarrollar un sistema que tolere variaciones de la distancia entre la punta y el electrodo puede utilizarse f_p^* como frecuencia de referencia. En cambio, si la distancia puede ser controlada de manera que permanezca fija al realizar las deposiciones, f_s^* puede ser utilizada. El modelo sugiere la variación de la misma al variar la distancia. No obstante, por más que se tenga en cuenta este factor de corrección, la distancia no puede incrementarse de manera arbitraria, ya que la misma tiene repercusión sobre el factor de calidad, con la consecuente degradación de la estabilidad de la oscilación.

La configuración propuesta solucionaría el problema del encaminamiento de las conexiones en configuraciones con varias decenas de canales, ya que traslada esta tarea fuera de la superficie del cristal, donde puede hacerse sin dificultad. También simplificaría el manejo y operación de sistemas de experimentación en ambientes industriales de uso intensivo. Al situar una nueva unidad de medición, i.e. oblea de cuarzo con diferentes películas sensibles, no es necesario realizar conexiones eléctricas por contacto físico. Esta última característica es un interesante atributo del sistema

propuesto, independientemente del problema del encaminamiento.

Agradecimientos

Este trabajo fue parcialmente financiado por el Proyecto Alfa de la Comunidad Europea: "PiezoElectric TRansducers and Applications" PETrA.

Referencias

- [1] J. Rabe, S. Büttgenbach, J. Schröder, and P. Hauptmann, "Monolithic Miniaturized Quartz Microbalance Array and Its Application to Chemical Sensor Systems for Liquids", IEEE Sensors Journal, Vol. 3, NO. 4 (2003) 361-368.
- [2] G. Huang, M. Wang and M. Hong, "A versatile QCM matrix system for online and high-throughput bio-sensing", Analyst 131 (2006) 382-387.
- [3] M. Moulat, C. Gabrielli and H. Perrot, 202nd meeting ECS, 2002, Salt Lake City, USA.
- [4] T. Tatsuma et al., "Scanning Electrode Quartz Crystal Analysis. Application to metal coatings", Faraday Discuss (1997) 107, 53-60.
- [5] F. Josse, Y. Lee, S. J. Martin and R. W. Cernosek, "Analysis of the Radial Dependence of Mass Sensitivity for Modified-Electrode Quartz Crystal Resonators", Anal. Chem. 70 (1998) 237-247.
- [6] P. J. Cumpson and M. P. Seah; "The quartz crystal microbalance: radial-polar dependence of mass sensitivity both on and off the electrodes"; Meas. Sci. Technol. 1 (1990) 544-555.
- [7] A. Arnau Vives Ed., "Piezoelectric Transducers and Applications", Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, (2004) 2-28.
- [8] S. Dazhong, N. Lihua and Y. Shouzhao, "A new type of piezoelectric detector in liquid. Part 2: Computation of the equivalent circuit parameters of a piezoelectric crystal with a separated electrode and of series piezoelectric sensors in a non-electrolyte solution", J. Electroanal. Chem., 360 (1993) 71-87.
- [9] IEEE Standard on Piezoelectricity, ANSI/IEEE Std 176 (1987).
- [10] L. Steinfeld, M. Ferrari, V. Ferrari, A. Arnau and H. Perrot, "Contactless Confined Readout of Quartz Crystal Resonator Sensors", Proceedings of the 4th IEEE Conference on Sensors, (2005) 457-460.