

Měření frekvenčního spektra vybraných piezoelektrických senzorů

Measurement of frequency spectrum on chosen piezoelectric
sensors

Bc. Pavel Polínek

Diplomová práce
2011



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta aplikované informatiky

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta aplikované informatiky
akademický rok: 2010/2011

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Pavel POLÍNEK**
Osobní číslo: **A08536**
Studijní program: **N 3902 Inženýrská informatika**
Studijní obor: **Bezpečnostní technologie, systémy a management**

Téma práce: **Měření frekvenčního spektra vybraných piezoelektrických senzorů**

Zásady pro vypracování:

1. Seznámení se s problematikou podle doporučených informačních zdrojů.
2. Navržení a realizace experimentální aparatury pro měření základních parametrů piezoelektrických prvků.
3. Provedení testování měřicí sestavy a vytvoření programu pro sběr a vyhodnocení dat.
4. Měření impedančních spekter vybraného piezoelektrického krystalu bez zátěže a zatíženého.
5. Analýza možností aplikace daného krystalu jako mikrováhového senzoru případně jiného.
6. Provedení základních měření ve vybrané aplikační oblasti.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. Fraden J.: *Handbook of Modern Sensors 2nd edition*, AIP Press Springer 1996
2. Hewlett-Packard *Fundamentals of quartz oscillators*, Application note 200-2
3. Marco M.P., Barcelo M.: *Environmental applications of analytical biosensors*, *Meas.Sci.Technol.*7 (1996),11, 1547-1562
4. Wilson L.W., Hopher M.J., Reilly D., Jones J.D.C.: *Development of a personal dust monitor with a piezoelectric quartz crystal sensor*, *Meas.Sci.Technol.*8 (1997),2, 128-137
5. Ferrari V., Marioli D., Taroni A.: *Thick-film resonant piezo-layers as new gravimetric sensors*, *Meas.Sci.Technol.*8 (1997),1, 42-48

Vedoucí diplomové práce: **doc. RNDr. Vojtěch Křesálek, CSc.**
Ústav elektroniky a měření

Datum zadání diplomové práce: **25. února 2011**

Termín odevzdání diplomové práce: **27. května 2011**

Ve Zlíně dne 25. února 2011

prof. Ing. Vladimír Vašek, CSc.
děkan



doc. RNDr. Vojtěch Křesálek, CSc.
ředitel ústavu

ABSTRAKT

Práce popisuje povahu piezoelektrického jevu a možnosti jeho aplikace. Dále se zabývá teoretickým popisem činnosti mikrováhového senzoru. Součástí práce je návrh a otestování měřící aparatury, která slouží k proměření impedanční charakteristiky daného piezoelektrického krystalu bez zátěže i zatíženého. Byl vytvořen program, který tuto aparaturu řídí a sbírá data k následnému zpracování. Na aparatuře bylo provedeno experimentální měření a výsledky byly zpracovány.

Klíčová slova:

Křemen, Sauerbreyova rovnice, QCM (Quartz Crystal Microbalance), rezonanční frekvence, impedance, piezoelektrický jev, hmotnost, křemenný monokrystal

ABSTRACT

The graduation theses describes characteristic of piezoelectric effect and options of its applications. Next, it describes theoretical principles of microbalance sensor. Part of the graduation theses is design and testing of measuring equipment, which is used to measure impedance characteristics of chosen piezoelectric crystal, with load an unloaded. The program which controls this equipment and collects data for later processing was created. Experimental measuring was realized using this equipment and results was processed.

Keywords:

Quartz, Sauerbrey equation, QCM (Quartz Crystal Microbalance), resonant frequency, impedance, piezoelectric effect, weight, single crystal quartz

Dovoluji si poděkovat doc. RNDr. Vojtěchu Křesálkovi, Csc. a Ing. Milanu Navrátilovi Ph.D. za jejich rady a věcné připomínky ohledně zpracování mé diplomové práce. Dále pak své rodině a přátelům, kteří mě po celou dobu studia morálně podporovali.

Motto:

„Přestože jsem právě prohlédl, jsem stále slepý.“

Takeshi Kitano, z filmu ZatoIchi (Samuraj)

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k prezenčnímu nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen v příruční knihovně Fakulty aplikované informatiky Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3;
- beru na vědomí, že podle § 60 odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Prohlašuji,

- že jsem na diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků budu uveden jako spoluautor.
- že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně

.....
podpis diplomanta

OBSAH

ÚVOD	9
I TEORETICKÁ ČÁST	10
1 PIEZOELEKTRICKÝ JEV	11
1.1 OBJEV PIEZOELEKTRICKÉHO JEVU	11
1.2 PRINCIP	12
1.2.1 Polarizace	12
1.2.2 Curieho teplota	13
1.2.3 Chování	15
1.2.3.1 Generátory	15
1.2.3.2 Aktuátory	15
1.3 APLIKACE	16
1.3.1 Snímače	17
1.3.2 Vysokonapěťové napájecí zdroje	17
1.3.3 Frekvenční standardy	18
1.3.4 Pohony (aktuátory)	18
1.3.5 Redukce vibrací a hluku	19
1.4 MATERIÁLY	19
1.4.1 Langasit [4]	20
1.4.1.1 Czochralského metoda [5]	20
1.4.1.2 Epitaxe z kapalně fáze (LPE) [6]	20
1.4.2 Lithium niobát a tantalát [4]	21
1.4.3 Oxid zinečnatý (ZnO) a nitrid hlinitý (AlN) [4]	21
1.4.4 Zirkoničitan-titaničitanu olova (PZT) [4]	22
1.4.5 Použité piezoelektrické konstanty	23
1.4.5.1 Elektromechanický spojovací faktor k (electromechanical coupling factor) [7]	23
1.4.5.2 Kvalitativní faktor Q_m	24
1.4.5.3 Piezoelektrická nabíjecí konstanta d (piezoelectric charge constant) [7]	24
1.4.5.4 Permittivita ϵ [7]	24
2 KŘEMENNÝ MONOKRYSTAL	26
2.1 AT ŘEZ KŘEMENNÝM KRYSTALEM	27
2.1.1 Teplotní charakteristika AT-řezu křemenným krystalem [8]	27
2.2 FAKTOR KVALITY Q	28
3 QCM (QUARTZ CRYSTAL MICROBALANCE)	30
3.1 QCM V KOSTCE	30
3.2 POPIS [4]	30
3.2.1 Čistě elastické zatížení	31
3.2.2 Čistě viskózní zatížení	32
3.2.3 Viskózně elastické zatížení v kapalinovém okolí	32

3.3	NÁHRADNÍ SCHÉMA [9]	33
3.4	SAUERBREYOVA ROVNICE	34
3.4.1	Odvození [10].....	35
II	PRAKTICKÁ ČÁST	38
4	MĚŘÍCÍ APARATURA	39
4.1	OSCILOSKOP AGILENT DSO 3202A	40
4.1.1	Seznámení s osciloskopem.....	40
4.1.2	Popis práce s osciloskopem.....	42
4.2	GENERÁTOR STRÍDAVÝCH SIGNÁLŮ AGILENT 33220A	44
4.2.1	Práce s generátorem.....	45
4.3	PIEZOKRYSTAL MIKROVÁHOVÉHO SENZORU QCM 200 STANFORD RESEARCH SYSTEMS	46
5	MĚŘÍCÍ PROGRAM.....	48
5.1	POPIS PROGRAMU	48
5.1.1	Blok 1 – ladění frekvence a měření amplitudy.....	48
5.1.2	Blok 2 – přepočítání amplitudy na impedanci	49
5.1.3	Blok 3 – pomocná proměnná	50
5.1.4	Blok 4 – porovnání předchozí a aktuální hodnoty amplitudy a nastavení měřítka osciloskopu	51
5.1.5	Blok 5 - zobrazení impedanční charakteristiky	53
5.1.6	Blok 6 – uložení naměřených dat do souboru	53
6	VÝSLEDKY MĚŘENÍ	55
6.1	NEZATÍŽENÝ KRYSTAL	55
6.1.1	Měření I.....	55
6.1.2	Měření II.....	56
6.1.3	Měření III.....	57
6.2	ZATÍŽENÝ KRYSTAL.....	57
6.2.1	Kapička vody uprostřed senzoru	58
6.2.2	Vlas položený na senzoru.....	59
6.2.3	Vrstvička vody na ploše senzoru.....	60
6.2.4	Zatížení dechem	61
6.3	SPOLEČNÝ GRAF	62
	ZÁVĚR	63
	CONCLUSION	65
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	66
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	68
	SEZNAM OBRÁZKŮ	69
	SEZNAM GRAFŮ	71
	SEZNAM PŘÍLOH.....	72

ÚVOD

Vytvoření křemenného mikrováhového senzoru, tak jak ho známe dnes pracujícího na principu piezoelektrického jevu, předcházelo několik významných historických vědeckých objevů. Tím nejzásadnějším bylo objevení piezoelektrického jevu bratry Curieovými v roce 1880. Po třiceti letech v roce 1910 přichází Woldemar Voigt se svou knihou *der Lehrbuch Kristallphysik* ve které popisuje látky, které vykazují piezoelektrické vlastnosti. První křemenný oscilátor byl vyroben roku 1921. Další přelom přichází v roce 1959, kdy G. Sauerbrey představuje svoji práci v níž definuje tzv. Sauerbreyovu rovnici. Na jejím základě popisuje možnost využití křemenného oscilátoru, jako senzoru schopného rozeznat velmi malou hmotnostní zátěž.

Ve své práci se zabývám shromážděním teoretických poznatků týkajících se piezoelektrického jevu a jeho využitím v sensorových aplikacích, hlavně tedy v mikrováhových senzorech. Cílem mé práce je proměřit impedanční charakteristiku piezoelektrického krystalu (nastíženého i zatíženého) mikrováhového senzoru QCM 200 od firmy Stanfor Research Systems, Inc. a analyzovat výsledky měření.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 PIEZOELEKTRICKÝ JEV

Tato kapitola pojednává o podstatě piezoelektrického a inverzního piezoelektrického jevu

1.1 Objev piezoelektrického jevu

Jacques a Pierre Curie v roce 1880 objevili u některých krystalických materiálů neobvyklou vlastnost. Zjistili, že když na tyto materiály působí mechanická síla, stávají se elektricky polarizované. A to takovým způsobem, že natahování nebo stlačení vyvolává napětí opačných polarit, které je v poměru s velikostí použité síly. Poté bylo pokusem zjištěno, že tento vztah funguje i naopak. Když tedy vystavíme tento materiál působení elektrického pole, tak se buď prodlouží nebo zkrátí v závislosti na polaritě elektrického pole a jeho síle. Tyto jevy byly nazvány piezoelektrický a inverzní piezoelektrický jev, podle řeckého slova *piezein* což znamená stlačit. [1]

Dalším krokem bylo prozkoumat a definovat krystalické struktury látek, které vykazují piezoelektrické vlastnosti. Vrcholem tohoto snažení bylo v roce 1910 vydání knihy Woldemara Voigta *der Lehrbuch Kristallphysik* v níž je popsáno 20 přírodních tříd krystalů schopných piezoelektricity a důsledně vymezuje piezoelektrické konstanty pomocí tenzorové analýzy. [2]

Vygenerované napětí a změna velikosti jsou však dosti malé a potřebují zesilovat. Například nárůst piezoelektrického krystalu se pohybuje v řádu mikrometrů.

Postupem času si piezoelektrické materiály našly uplatnění v široké škále aplikací. Využívají se hojně v měřicí technice, jako senzory pohybu, generátory zvukových a ultrazvukových signálů a také jako motorická zařízení z vysokou poziční přesností.

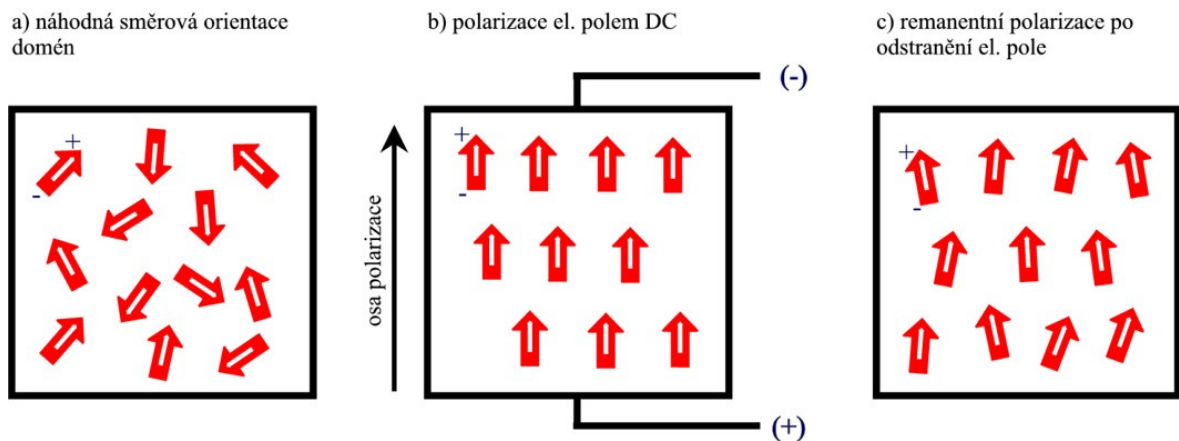
Technologie dvacátého století pomohly konstruktérům najít další využití pro piezoelektrický a inverzní piezoelektrický jev. Díky těmto technologiím lze vyrobit piezoelektrický element s vlastnosti (složení, tvar, rozměry) přímo šitými na míru požadované aplikace. [1]

1.2 Princip

1.2.1 Polarizace

Povaha piezoelektrického jevu úzce souvisí s výskytem elektrického dipólového momentu v pevných látkách. Dipóly sousedící vedle sebe mají tendence být zarovnaný do oblastí, které nazýváme domény. Směr polarizace sousedících domén je náhodný z čehož vyplývá, že piezoelektrický materiál není celkově polarizován. Je tedy nutné ho polarizovat (nastavit domény do stejného směru), což značně vylepší jeho piezoelektrické vlastnosti.

Pro dosažení celkové polarizace je nutné vystavit keramický element působení silného elektrického pole. Toto se děje při teplotě lehce menší než je Curieho bod. Během působení elektrického pole se keramický element prodlouží ve směru polarity elektrického pole a směrová orientace domén se srovná s polaritou elektrického pole. Po odstranění pole většina domén zůstává zarovnaná ve stejném směru. Element je nyní trvale polarizován (remanentní polarizace) a prodloužen.



obr. 1 Polarizace piezoelektrické keramiky

Rozhodujícím významem pro piezoelektrický jev je změna polarizace při použití mechanického namáhání. Piezoelektrina se pak může projevit změnou síly polarizace, jejím směrem nebo obojím současně.

Toto závisí na:

- 1) orientace polarizace uvnitř krystalu
- 2) symetrii krystalu

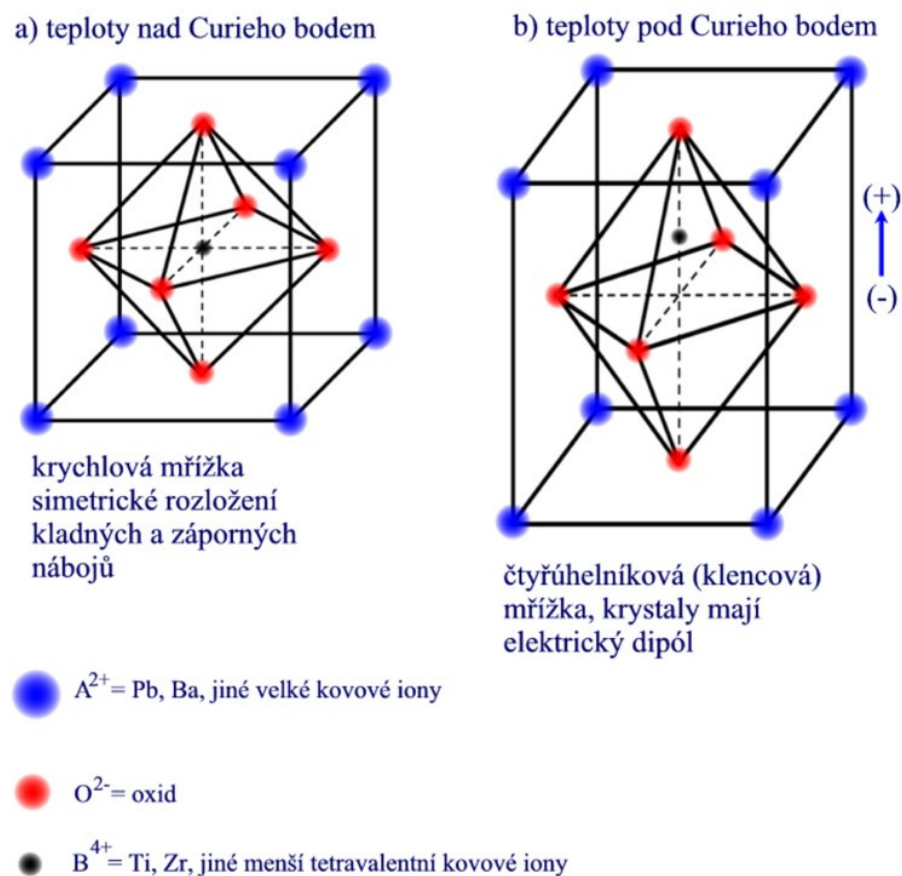
3) aplikovaném mechanickém namáhání

Změna polarizace se projeví změnou hustoty povrchového náboje na stěnách krystalu, tj. jako změna elektrického pole mezi stěnami krystalu, protože jednotky hustoty povrchového náboje a polarizace jsou stejné. [1]

1.2.2 Curieho teplota

Pokud je teplota piezoelektrické látky vyšší než tzv. Curieho bod, tak tato látka ztrácí svoji remanentní polarizaci a s tím i své piezoelektrické vlastnosti. Na iže uvedeném obrázku je vidět chování piezoelektrické keramiky při teplotě vyšší než Curieho bod a nižší než Curieho bod.

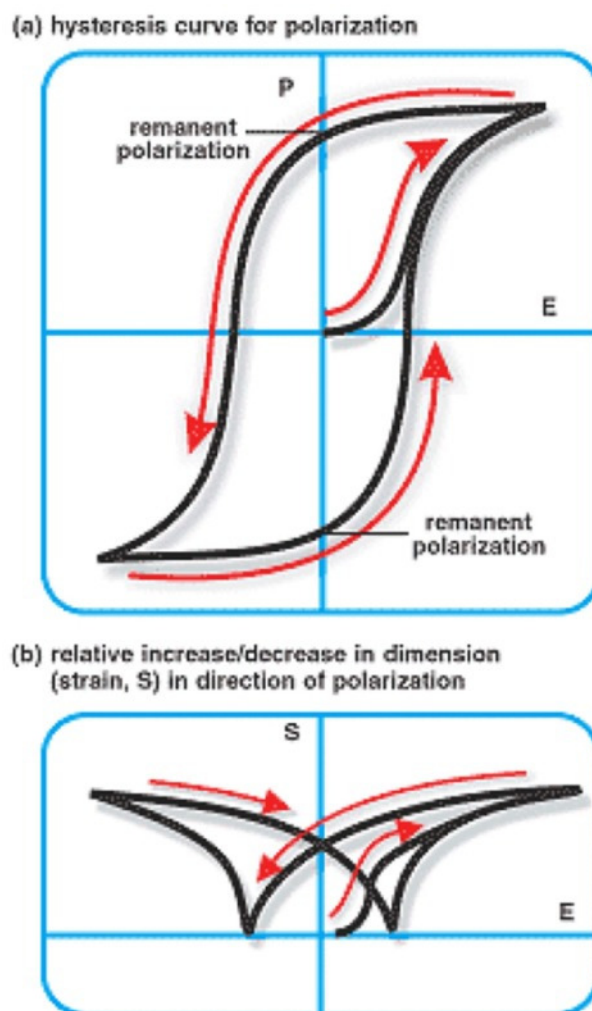
Pokud je teplota na Curieho bodem, mají všechny krystaly piezoelektrické keramiky krychlovou mřížku a nemají dipólový moment. Při teplotě menší než je Curieho bod se mřížka krystalů změní na tetragonální nebo klencovou a vzniká u nich dipólový moment.



obr. 2 Krystalická struktura typické piezoelektrické keramiky

Analogicky k odpovídajícím parametrům feromagnetických materiálů, také polarizované feroelektrické materiály projevují hysterezi. Na obrázku obr. 2 je znázorněna typická hysterezní křivka vytvořená působením elektrického pole na piezoelektrickou látku. Tím se dosáhne maximální polarizace P_s . Snížení elektrického pole na nulu má za následek remanentní polarizaci P_r . Obrácením elektrického pole se dosáhne negativní maximální polarizace a negativní remanentní polarizace. Znovu-obrácením elektrického pole se obnoví pozitivní remanentní polarizace. [1]

Zobrazení pod hysterezní křivkou znázorňuje relativní změnu peizoelektrického elementu podél směru polarizace odpovídající změnám v elektrickém poli.



obr. 3 a) Hysterezní křivka polarizace, b) relativní zvětšení / zmenšení rozměrů (namáhání S) ve směru polarizace; vliv elektrického pole (E), polarizace (P), odpovídající prodloužení / stažení piezoelementu [1]

1.2.3 Chování

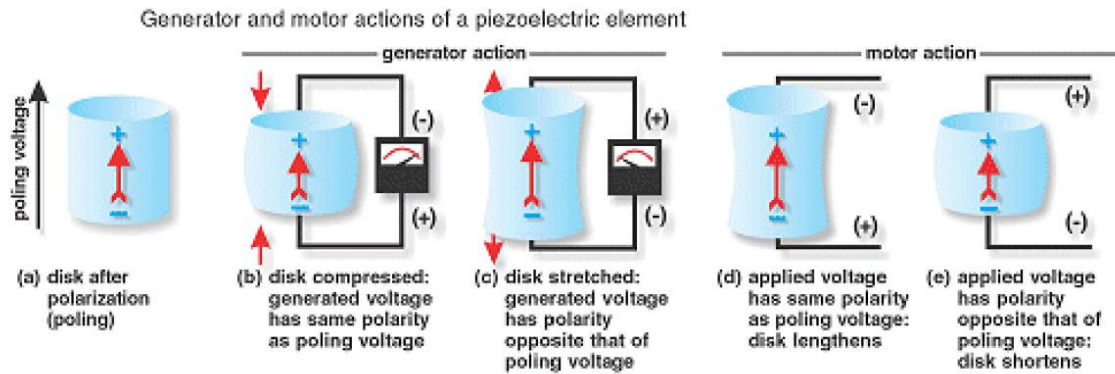
Díky svým vlastnostem mohou piezoelektrické látky pracovat ve dvou modech. A to jako generátory (zdroje) nebo aktuátory (pohony).

1.2.3.1 Generátory

Pokud remanentně polarizovaný piezoelektrický element stlačíme, vytvoří se na něm elektrické napětí jehož polarita je shodná s polaritou napětí použitého při remanentní polarizaci elementu. Pokud tento element natáhneme, vytvořené napětí bude mít opačnou polaritu než v předchozím případě. Při využití těchto vlastností pracuje piezoelektrický element ve funkci generátoru. Jedná se tedy o využití schopnosti převodu mechanické síly na elektrickou energii. Toho se hojně využívá v zážehových zařízeních, tuhých bateriích, silových snímačích a jiných produktech. [1]

1.2.3.2 Aktuátory

V případě, že ke keramickému elementu připojíme napětí se shodnou polaritou jako mělo napětí použité k remanentní polarizaci, element se prodlouží (a v případě že se jedná o válec zmenší se jeho průměr). Pokud použijeme napětí opačné polarity, element se zkrátí (a v případě válce se jeho průměr zvětší). Můžeme říct, že piezoelektrický element pracuje ve funkci aktuátoru. Když na element připojíme střídavé napětí, jeho délka se bude měnit podle frekvence použitého napětí. V tomto případě se využívá schopnost měnit elektrickou energii na mechanickou energii. Což je vhodné zejména pro piezoelektrické motory, generátory zvukových a ultrazvukových signálů a další zařízení. [1]



obr. 4 Chování piezoelementu jako zdroje a pohonu [1]

a) disk po polarizaci

Funkce generátoru:

b) stlačení disku: generováno napětí stejné polarity jako polarizující napětí

c) disk natažen: generováno napětí opačné polarity než polarizující napětí

Funkce aktuátoru:

d) aplikováno napětí stejné polarity jako polarizující napětí: prodloužení disku

e) aplikováno napětí opačné polarity než polarizující napětí: zkrácení disku

1.3 Aplikace

Nejrozšířenější možnosti využití piezoelektrických krystalů jsou:

- snímače
- vysokonapěťové napájecí zdroje
- frekvenční standardy
- pohony
- redukce vibrací a hluku

1.3.1 Snímače

Základní princip činnosti piezoelektrického snímače je takový, že fyzické rozměry převedené na sílu působí na obě protilehlé stěny piezoelektrického elementu. V závislosti na konstrukci senzoru rozlišujeme tři typy šíření sil: podélný, příčný a střížný.

Detekce kolísání tlaku při zvukových projevech je nejčastěji používanou aplikací. Princip je takový, že zvukové vlny rozkmitají krystal, na kterém se následně vytvoří elektrické napětí. Jedná se například o piezoelektrické mikrofony nebo snímače do elektroakustických kytar.

Velké uplatnění nacházejí tyto snímače také v medicíně (ultrazvukové snímače) nebo v průmyslovém nedestruktivním zkoušení. Ultrazvukové snímače mohou například vyslat do těla ultrazvukovou vlnu, přijmout odraženou vlnu a převést ji na elektrický signál určený k dalšímu zpracování. [3]

Další aplikace:

- mikrováhové senzory
- detekce a generace sonarových vln
- tenzometry
- akustické měření emisí
- systémy řízení motoru (automobily)

1.3.2 Vysokonapěťové napájecí zdroje

Nejnámějším příkladem je piezoelektrický zapalovač. Stisknutí tlačítka způsobí, že mechanismus zapalovače udeří do piezoelektrického krystalu, na kterém se vytvoří vysoké napětí, proud protékající jiskřištěm vytvoří jiskru, která zažehne plyn.

Piezoelektrický transformátor je druh násobiče střídavého napětí. Na rozdíl od tradičního transformátoru, který používá tradiční propojení mezi vstupem a výstupem, piezoelektrický transformátor používá akustickou spojku. Vstupní napětí působí napříč kratší délkou destička (lišta) piezokeramického materiálu a vlivem inverzního

piezoelektrického jevu ji rozvibruje. Frekvence vibrací je vybrána jako rezonanční frekvence, obvykle v rozsahu od 100 kHz do 1 MHz. Vyšší výstupní napětí je pak vygenerováno piezoelektrickým efektem v jiné části destičky. Byly prokázány step-up poměry vyšší než 1000:1. Další výhodou tohoto transformátoru je to, že může pracovat nad svou rezonanční frekvencí, kde se může projevit jako indukční zátěž, což je výhodné u obvodů které vyžadují měkký start. Piezotransformátory jsou jedny z nejkompaktnějších vysokonapěťových zdrojů. [2]

1.3.3 Frekvenční standardy

Slouží jako vysoce přesné generátory frekvencí. Piezoelektrické vlastnosti křemíku jsou vhodné pro tyto účely.

Křemíkové hodinky obsahují krystalový oscilátor, který využívá obou piezoelektrických jevů ke generování pravidelných elektrických impulsů sloužících k definování času (doba mezi kmity). Křemen má přesně definovanou vlastní přirozenou frekvenci (způsobenou tvarem a rozměry krystalu), na které kmitá, což se využívá ke stabilizaci frekvence střídavého napětí aplikovaného na krystal. Stejný princip se používá i v procesorech počítačů, kde vytváří taktovací impuls. [2]

1.3.4 Pohony (aktuátory)

Působením velmi vysokého elektrického pole vznikají pouze nepatrné změny šířky krystalu, tyto změny probíhají s přesností lepší než mikrometr, což činí z piezokrystalů nejdůležitější nástroj pro určování polohy objektů s extrémní přesností. Více vrstvé keramiky používají vrstvy tenčí než 100 mikrometrů, toto umožňuje použití vysokého elektrického pole s napětím menším než 150 V. Rozlišujeme dva typy: přímé piezoelektrické pohony a zesílené piezoelektrické pohony. Zatímco při pohony dosahují zdvihu nižšího než 100 mikrometrů, zesílené pohony mohou dosáhnout zdvihu až jednoho milimetru. [2]

1.3.5 Redukce vibrací a hluku

Když je materiál důsledkem vibrací ohnutý v jednom směru, systém redukce vibrací reaguje na ohyb tím, že vyšle elektrický signál do piezoelementu, který se ohne v opačném směru. Do budoucna se s touto aplikací počítá v automobilovém průmyslu a ve stavebnictví ke snížení hluku a vibrací. [2]

1.4 Materiály

Mnoho různých materiálů vykazuje piezoelektrické vlastnosti. Níže bude uveden stručný výpis materiálu a rozdělení do skupin. [2]

Piezoelektrické materiály dělíme do těchto skupin:

- přirozeně rostoucí krystaly
- člověkem vyrobené krystaly
- člověkem vyrobené keramiky
- bezolovnaté piezokeramiky
- polymery

Piezoelektrické materiály jsou dostupné pro senzorové aplikace v objemové formě i ve formě tenkých vrstev (thin film). Vlastnosti tenko-vrstvých piezoelektrických materiálů závisí na a) stechiometrii b) morfologii vrstvy c) hustotě vrstvy d) nečistotách a e) defektech. Za účelem získání velké odezvy na mechanické deformace musí být piezoelektrický povlak utvářen s texturovanou strukturou s vysokým stupněm zarovnání s piezoelektrickou (polarizující) osou.

Nejčastěji používanými materiály v senzorových aplikacích jsou: křemen (křemenu bude věnována celá kapitola), langasit, lithium niobát a tantalát, oxid zinečnatý a nitrid hlinitý, zirkoničitan-titaničitanu olova (PZT). [4]

1.4.1 Langasit [4]

Langasit ($\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$) spadá do skupiny člověkem vyrobených krystalů. Langasit má podobné teplotní koeficienty jako křemen, ale jeho kvalitativní faktor Q je pětkrát vyšší a má také třikrát vyšší spojovací koeficient k . Jako poměrně nový neferoelektrický piezoelektrický materiál musí být monokrystal langasitu pěstován pomocí Czochralského metody a monokrystalické tenké vrstvy musí být pěstovány pomocí epitaxe z kapalně fáze. Langasit nemá fázové přechody až k bodu tání a má nízké ztráty při šíření akustických vln.

1.4.1.1 Czochralského metoda [5]

Je to metoda využívaná při pěstování monokrystalů, pojmenovaná po polském chemikovi Janu Czochralskim, který ji objevil v roce 1916. Nejčastěji se používá při výrobě čistého křemíku.

Při této metodě je pevný krystal pomalu (5–150 mm za hodinu, s rotací 10–100 otáček za minutu) vytahován z kapalně taveniny na zárodku vysoce kvalitního materiálu, nejčastěji wolframu (materiál s vysokým bodem tání). Pro vypěstování kvalitních monokrystalů se užívá speciálních typů kelímků (v angličtině zvaných crucibles – doslova výheň) vyráběných z křemene, do kterých je na začátku umístěn roztavený materiál (při teplotě cca 1500 °C). Koncentrace se podél tahaného materiálu mění a nečistoty mají tendenci zůstat v kapalně fázi. Při růstu je nutno v peci udržovat stále podmínky, např. atmosféru tvoří některý z inertních plynů (např. argon), též velmi záleží např. na ovládní teploty a prostorové orientaci.

1.4.1.2 Epitaxe z kapalně fáze (LPE) [6]

Epitaxe z kapalně fáze (LPE - Liquid Phase Epitaxy) vytváří monokrystalickou vrstvu z kapalně fáze, typicky rychlostí 0.1 až 1 μm za minutu.

LPE je metoda růstu polovodičových krystalických vrstev z roztaveného materiálu na pevných substrátech. To se děje při teplotách hluboko pod bodem tání ukládaného polovodiče. Polovodič je rozpuštěn v tavenině jiného materiálu. Za podmínek, které jsou blízké rovnováze kapalněho materiálu a substrátu, se růst odehrává pomalu a stejnoměrně.

Rovnovážné podmínky velmi závisí na teplotě a koncentraci rozptýleného polovodiče v tavenině. Růst vrstvy z kapalně fáze lze ovládat pomocí nuceného chlazení roztavené směsi. Zanesení nečistot se dá velmi omezit. Dopování se provádí přidáním dopantů.

Tato metoda se používá zejména pro růst sloučeninových polovodičů. Je tak možné vyrobit velmi tenké, rovnoměrné a vysoce kvalitní vrstvy.

1.4.2 Lithium niobát a tantalát [4]

Lithium niobát (LiNbO_3) a lithium tantalát (LiTaO_3) řadíme do kategorie člověkem vyrobených keramik. Tyto látky jsou velmi známé feroelektrické krystaly objevené v roce 1949. Od roku 1965 se je úspěšně daří pěstovat ve jako monokrystaly pomocí Czochralského metody. Oba tyto materiály jsou důležité v SAW (surface acoustic wave – povrchové akustické vlny) zařízeních a v aplikacích s vysoko-frekvenčními filtry.

Jako křemen, musí být tyto materiály pěstovány v objemové formě a mají různé vlastnosti závislé na jejich řezech. Obvykle používanými řezy jsou Y-řez pro LiNbO_3 a X-řez pro LiTaO_3 .

1.4.3 Oxid zinečnatý (ZnO) a nitrid hlinitý (AlN) [4]

Ačkoliv mají tyto materiály téměř devětkrát nižší piezoelektrické koeficienty než PZT (zirkoničitan-titaničitanu olova), jsou jejich tenké vrstvy používány pro BAW (bulk acoustic wave – masová akustická vlna) aplikace. Na rozdíl od feromagnetik, nemůže být polární osa těchto materiálů orientována působením elektrického pole.

ZnO jako polovodič s pásmem ~ 3 eV inklinuje k tomu být ztrátový při poměrně malých poruchových napětích. Vysoce kvalitní vrstva AlN slouží jako dobrá náhrada místo ZnO vrstev. Nitrid hlinitý má mnohem větší pásmo 6,1 eV. Nízké ztrátové hodnoty $\tan(\delta) \sim 0,001$ a dobrý elektromechanický spojovací koeficient $\sim 0,25$ dosažených v podobě tenké vrstvy umožňují vytvořit z nitridu hlinitého BAW rezonátory s vysokým Q faktorem.

1.4.4 Zirkoničitan-titaničitanu olova (PZT) [4]

PZT spadá do skupiny člověkem vyrobených keramik. V podobě tenké vrstvy jsou vrstvy PZT nejrozšířenějším používaným feroelektrickým materiálem. Vyšší elektromechanický koeficient dělá z PZT velmi atraktivní materiál pro mikroaktuátorové a mikrosenzorové aplikace.

Na níže uvedeném obrázku je tabulka s hodnotami mechanických a elektromechanických vlastností křemene, langasitu, lithium niobátu a lithium tantalátu.

Table 2. Mechanical and electromechanical properties of piezoelectric quartz, langasite crystal, lithium niobate and lithium tantalate.

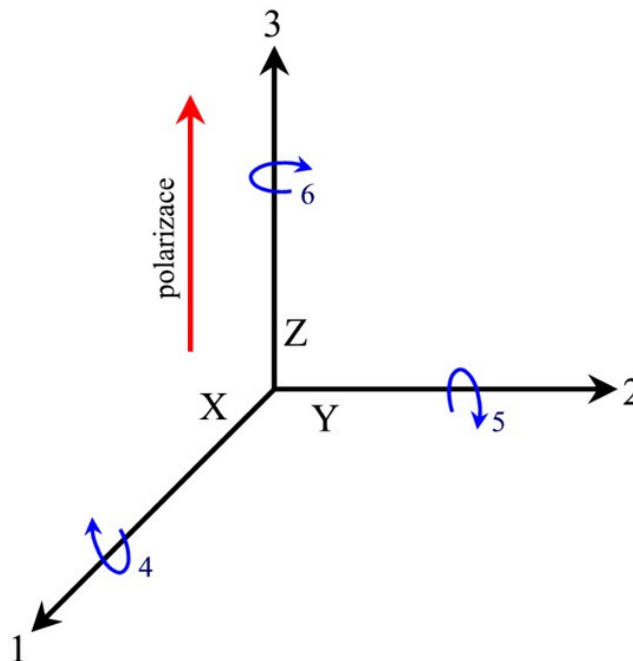
Property	Units	α -quartz (AT-cut)	$\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$	LiNbO_3 (Y-cut)	LiTaO_3 (X-cut)
Density	g cm^{-3}	2.65 [11]	5.754 [43]	–	–
k	%	$k_p^2 = 8.8\text{--}14$ [11]	$k_p^2 = 15$ [44]	$k_{15} = 68$ [9] $k_{31} = 17$ [9] $k_{33} = 3$ [9] $k_t = 16$ [9]	$k_{15} = 43$ [9] $k_{31} = 19$ [9] $k_{33} = 5$ [9] $k_t = 18$ [9]
Q_m		$10^4\text{--}10^6$ [17]	15 000 [44]	10^5 [11]	10^5 [11]
d	pC N^{-1}	$d_{11} = -4.6$ to 2.3 [11] $d_{14} = -0.67$ [20]	–	–	–
e	C m^{-2}	$e_{11} = 0.173$ [20] $e_{14} = 0.04$ [20]	$e_{11} = -0.45$ [43] $e_{14} = 0.077$ [44]	$e_{15} = 3.7$ [9] $e_{22} = 2.5$ [9] $e_{31} = 0.3$ [45] $e_{33} = 1.77$ [45]	$e_{15} = 2.6$ [9] $e_{22} = 1.86$ [45] $e_{31} = -0.22$ [45] $e_{33} = 1.9$ [9]
$\varepsilon_{11}^T/\varepsilon_0$		4.6 [11]	18.99 [46]	84 [9]	51 [9]
$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$		4.6 [11]	49.32 [46]	30 [9]	45 [9]
TCF ^a	$\text{ppm } ^\circ\text{C}^{-1}$	~ 0 [11]	1.6 [44]	69 [47]	-40 [48]
T_c	$^\circ\text{C}$	–	–	1210 [9]	660 [9]

^a TCF: temperature coefficient of frequency.

obr. 5 Mechanické a elektromechanické vlastnosti piezoelektrického křemene, langasitu, lithum niobátu a lithium tantalátu [4]

1.4.5 Použité piezoelektrické konstanty

Ke správnému pochopení následujících tvrzení je zapotřebí uvést obrázek znázorňující směry sil působících na piezoelektrický element.



obr. 6 Směry sil působících na piezoelektrický element

1.4.5.1 Elektromechanický spojovací faktor k (electromechanical coupling factor) [7]

Je to indikátor efektivity, se kterou piezoelektrický materiál převádí elektrickou energii na mechanickou energii a naopak. Udává se v procentech. Vyjádření k závisí na rozměrech piezoelektrického elementu.

- k_{33} elektrické pole ve směru 3 (paralelně ke směru ve kterém byl element polarizován) a podélné vibrace ve směru 3 (tvar válečku s délkou větší než desetinásobek průměru)
- k_t elektrické pole ve směru 3 a vibrace ve směru 3 (tvar: tenký disk, rozměr povrchu je větší vzhledem k tloušťce; $k_t < k_{33}$)
- k_{31} elektrické pole ve směru 3 (paralelně ke směru ve kterém byl element polarizován) a podélné vibrace ve směru 1 (kolmé na směr ve kterém byl element polarizován)

k_p elektrické pole ve směru 3 (paralelně ke směru ve kterém byl element polarizován) a radiální vibrace ve směru 1 a 2 (obě kolmé na směr ve kterém byl element polarizován) (tvar tenkého disku)

1.4.5.2 Kvalitativní faktor Q_m

Je to poměr frekvence a šířky pásma. Určuje kvalitu krystalu, platí že čím vyšší hodnota, tím kvalitnější krystal. Dosahuje hodnot až 10^6 .

1.4.5.3 Piezoelektrická nabíjecí konstanta d (piezoelectric charge constant) [7]

Udává indukovaný náboj na jednotku mechanického napětí působícího na piezoelektrický element. Nebo také mechanické napětí vytvořené piezoelektrickým elementem na jednotku působícího elektrického pole. Je to důležitý indikátor vhodnosti materiálu pro aktuátorové aplikace.

d_{11} indukovaný náboj ve směru 1 (kolmo na směr ve kterém byl element polarizován) na jednotku působícího mechanického napětí ve směru 1 (kolmo na směr ve kterém byl element polarizován)

d_{14} indukovaný náboj ve směru 1 (kolmo na směr ve kterém byl element polarizován) na jednotku působícího střihového mechanického napětí ve směru 1 (kolmo na směr ve kterém byl element polarizován)

1.4.5.4 Permittivita ε [7]

Permittivita nebo také dielektrická konstanta ε udává hodnotu dielektrického posunutí na jednotku elektrického pole. ε^T je permittivita při konstantním tlaku a ε^S je permittivita při konstantním napětí.

Relativní dielektrická konstanta K je poměr ε ku ε_0 , absolutní dielektrická konstanta ($\varepsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12}$ farad /metr).

ε_{11}^T permittivita pro dielektrické posunutí a elektrické pole ve směru 1 (kolmo na směr ve kterém byl element polarizován) při konstantním tlaku

ε_{33}^T permitivita pro dielektrické posunutí a elektrické pole ve směru 3 (paralelně ke směru ve kterém byl element polarizován) při konstantním tlaku

Na níže uvedeném obrázku je tabulka znázorňující srovnání mechanických a elektromechanických vlastností oxidu zinečnatého, nitridu hlinitého a PZT.

Table 3. Comparison of the mechanical and electromechanical properties of zinc oxide, aluminum nitride and PZT materials.

Property	Units	AlN	ZnO	PZT (thin film, 1–3 μm)
Density	g cm^{-3}	3.26 [11]	5.68 [11]	7.5–7.6 [11]
k_r^2	%	6.5 [43]	9 [43]	7–15 [49]
Q_m @ 2 GHz		2490 [43]	1770 [43]	
$k_r^2 Q_m$ @ 2 GHz		160 [38]	160 [38]	
e_{31f}	C m^{-2}	–1.05 [43]	–1.0 [43]	–8 to 12 [49]
d_{33f}	pm V^{-1}	3.9 [43]	5.9 [43]	60–130 [49]

obr. 7 Srovnání mechanických a elektromechanických vlastností ZnO, AlN a PZT. [4]

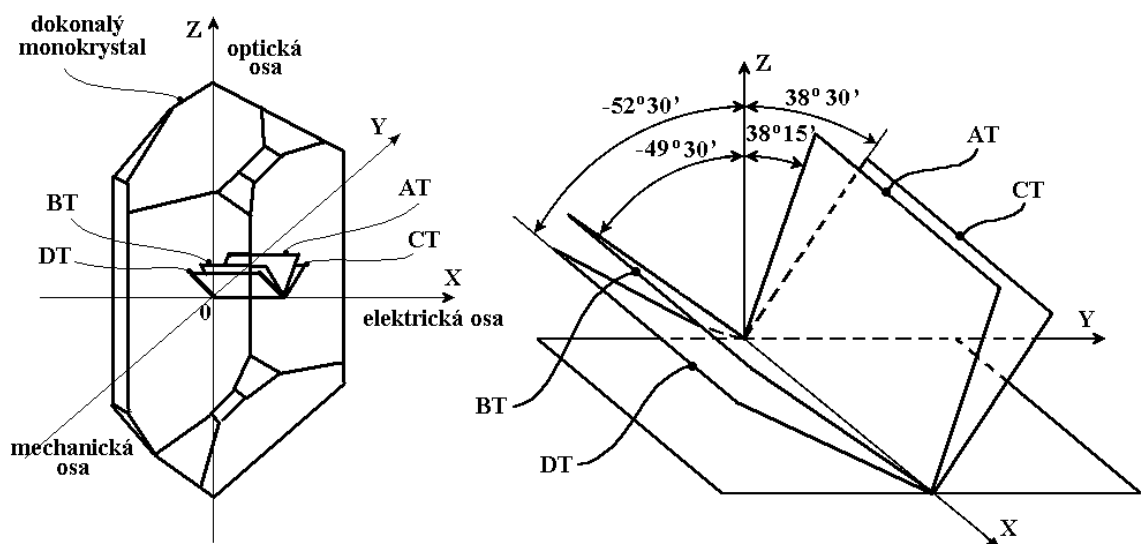
2 KŘEMENNÝ MONOKRYSTAL

Křemen (SiO_2) patří do skupiny krystalů, u kterého se objevuje piezoelektrický efekt. Když ho vystavíme vlivu střídavého proudu, začne oscilovat. Konečné vlastnosti oscilátoru pak závisejí na řezu křemenným krystalem. Pro svoje lepší vlastnosti se častěji používá monokrystalický křemen. Křemen má několik modifikací. Nejčastěji se používá modifikace α , krystalizující v trigonální soustavě. Pod Curieho teplotou $573\text{ }^\circ\text{C}$ má křemen trigonální strukturu, nad tou to teplotou se z něj stává β -křemen, který má hexagonální strukturu. [4]

Ačkoliv je AT-řez používán kvůli téměř nulovému teplotnímu koeficientu, ostatní druhy řezů jako Y-řez nebo SC-řez v duálním režimu s vysokou citlivostí rezonanční frekvence s ohledem na teplotu mohou být použity pro přesné teplotní měření.

Křemen se nejvíce používá ve formě monokrystalu. K dosažení vysokých rezonančních frekvencí, musí být tloušťka křemenného krystalu co nejmenší.

Následující obrázek ukazuje ideální tvar pravotočivého křemenného monokrystalu a orientaci jednotlivých řezů krystalem.



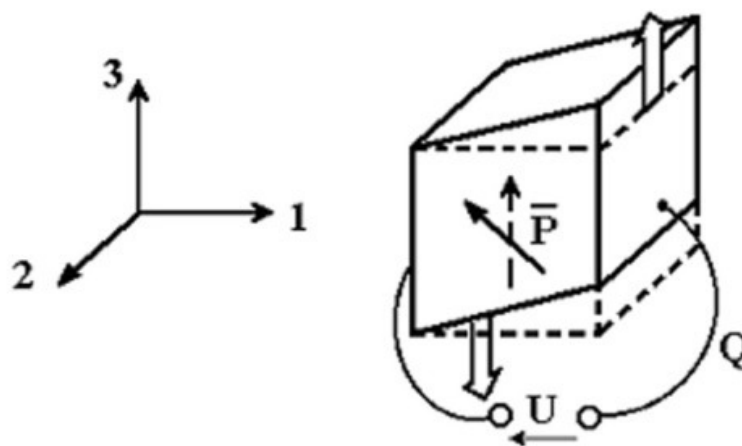
obr. 8 Ideální tvar pravotočivého monokrystalu (α modifikace křemene), roviny výbrusů

2.1 AT řez křemenným krystalem

AT řez křemenným krystalem je nejčastěji používaným QCM senzor kvůli svým výborným mechanickým a piezoelektrickým vlastnostem. A také proto že mohou být nařezány tak, že mají téměř nulové teplotní koeficienty při pokojových teplotách.

Vzhledem k piezoelektrickým vlastnostem a krystalové orientaci AT řezu, má za následek připojení elektrického napětí mezi elektrody krystalu vytvoření vnitřního mechanického napětí. Střídavé elektrické pole s vlastní frekvencí aplikované napříč krystalem vyvolává čisté střižné kmitání šířící se krystalem. Označení oscilace jako čistý střiž znamená, že pohyb povrchu disku je perfektně rovnoběžný se stěnou disku. [9]

Na obrázku je znázorněn střižný kmit piezoelektrického elementu.



obr. 9 Střižový piezoelektrický jev

2.1.1 Teplotní charakteristika AT-řezu křemenným krystalem [8]

Vzhledem ke svým fyzikálním vlastnostem, jsou AT-řezy krystalem používány převážně v oscilačních obvodech. Jejich hlavní výhodou je nižší teplotní citlivost v teplotním rozsahu od 10 °C do 40 °C. Křivky jsou reprezentovány jako kubické paraboly s průsečíkem teplot ležícím v rozmezí 25 °C až 35 °C, v závislosti na úhlu řezu krystalem a mechanické konstrukci. Následující rovnice popisuje vztah mezi změnou frekvence a teplotou, při které krystal osciluje v závislosti na referenční teplotě.

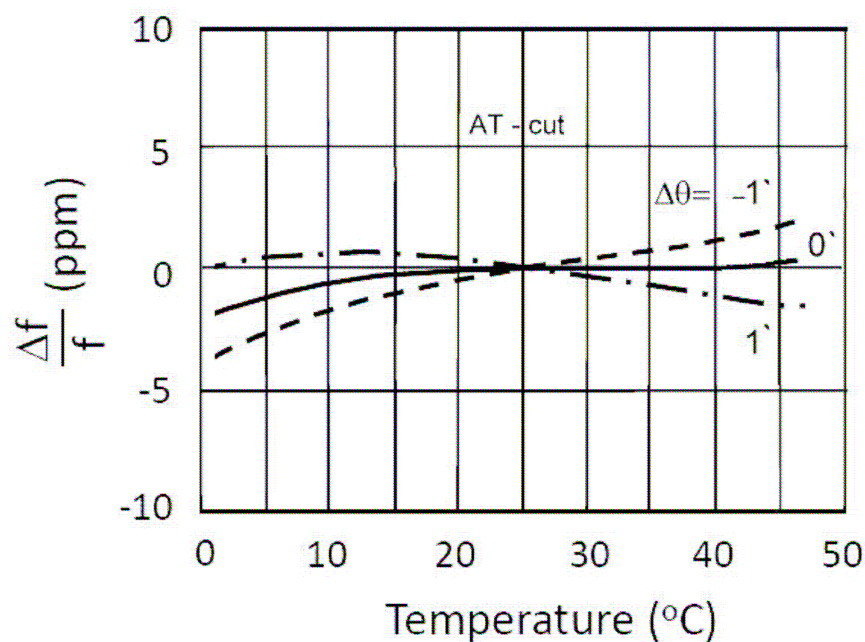
$$\frac{\Delta f}{f} = A_1 \cdot (T - T_{ref}) + A_2 \cdot (T - T_{ref})^2 + A_3 \cdot (T - T_{ref})^3$$

kde:

T teplota prostředí

T_{ref} referenční teplota

A₁ až A₃ koeficienty stanovené s ohledem na úhel řezu



obr. 10 Teplotní charakteristiky AT-řezu křemenným krystalem

Pro vyšší přesnost je nezbytné stanovit pět a více měřicích bodů (při měření frekvence).

2.2 Faktor kvality Q

Důležitou vlastností je tzv. Q faktor. Je to poměr frekvence a šířky pásma, může dosahovat hodnot až 10^6 . Platí že čím vyšší hodnota, tím kvalitnější je piezoelektrický krystal. To znamená že má úzké pásmo rezonance, což z něj činí vysoce stabilní oscilátor a napomáhá velice přesnému určení rezonanční frekvence. Běžná zařízení obsahující krystaly s rezonanční frekvencí mezi 4 až 6 MHz dosahují rozlišení okolo 1 Hz. Přesnost frekvence krystalu se dá ovlivnit technologií výroby, způsobem řezu a uchycením krystalu

k elektrodám. Oproti moderním materiálům jsou piezoelektrické vlastnosti křemenného krystalu méně závislé na vlivech teploty.

Mechanické a elektromechanické vlastnosti jsou uvedeny v tabulce na obrázku č. 5.

3 QCM (QUARTZ CRYSTAL MICROBALANCE)

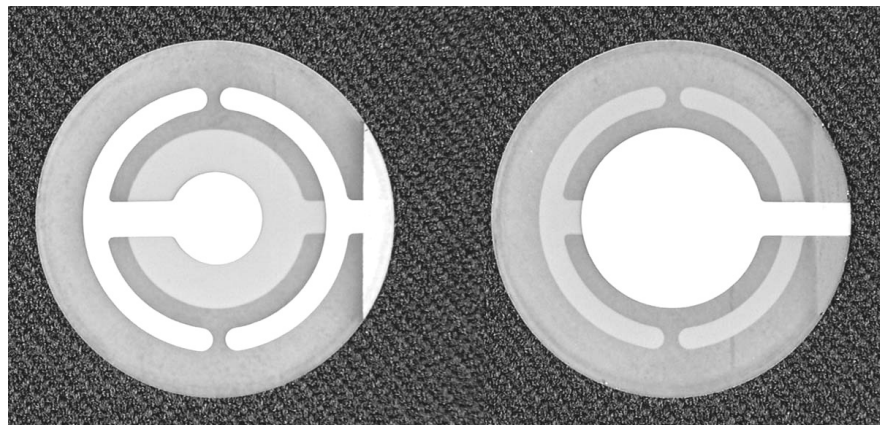
3.1 QCM v kostce

Mikrováhový senzor ke své činnosti využívá piezoelektrického jevu. Senzor obsahuje křemenný piezoelektrický krystal naladěný na určitou rezonanční frekvenci. Při zatížení krystalu (nanesením tenké vrstvy nějaké látky na povrch krystalu) se zvýší jeho hmotnost, což se projeví změnou rezonanční frekvence. Za použití Sauerbreyovy rovnice jsme pak schopní určit přesný přírůstek hmotnosti krystalu. Z toho vyplývá, že rezonanční frekvence krystalu je úměrná přírůstku jeho hmotnosti.

3.2 Popis [4]

Typický QCM se skládá z tenké destičky křemenného piezoelektrického monokrystalu s velmi velkými příčnými rozměry ve srovnání s jeho tloušťkou, která je sevřená mezi dvěma kovovými elektrodami. Tyto jsou vyrobeny z materiálů drahých kovů např. zlato, platina nebo stříbro.

Na vrchní elektrodě je nanесena aktivní vrstva většinou polymerická. Tyto senzory jsou lehké na výrobu, nejsou drahé, pracují v teplotách okolního prostředí a mají docela dobré rozlišení. Bohužel stability polymerové vrstvy je všeobecně nižší než u oxidů kovů, proto tyto senzory rychleji stárnou. Nejčastěji se používají v oscilačních obvodech.



obr. 11 Standardní jednopalcový QCM krystalový senzor. Vlevo: kontaktní povrch, vpravo: snímací povrch [9]

Aplikace sinusového elektrického pole pomocí elektrod způsobuje příčné vlny šířící se skrz tloušťku křemene a za ideálních podmínek kde není přítomná jiná zátěž; zařízení projevuje rezonanční chování, když je tloušťka křemenné destičky rovna polovině vlnové délky příčné akustické vlny. Základní rezonanční frekvence křemenného rezonátoru může být jednoduše definována pomocí následující rovnice.

$$f_0 = \frac{1}{2t_q} \sqrt{\frac{\mu_q}{\rho_q}}$$

kde:

μ_q – modul pružnosti ve smyku křemenného krystalu

ρ_q – hustota křemíku

t_q – tloušťka křemenného krystalu

Jeden z důvodů širokého použití křemenných rezonátorů v aplikacích řídicích frekvencí je mimořádně nízký fázový šum. Ten je kvantitativně určen pojmem Q-faktor (faktor kvality, popsán výše).

Rezonanční frekvence je významně ovlivněna jakýmkoliv zatížením umístěným na povrch křemenného krystalu a to včetně elektrod. Zatížení může být trojího typu:

- a) čistě elastické zatížení (pevné látky)
- b) čistě viskózní zatížení (kapaliny)
- c) viskózně-elastické zatížení (polymery)

3.2.1 Čistě elastické zatížení

Koncept měření hmotnosti pomocí křemenného rezonátoru poprvé prezentoval Sauerbrey. Pro rezonátor s rezonanční frekvencí $f_0(0)$ bez zatížení, frekvenční změnou Δf při zatížení tuhou hmotou tloušťky menší než je tloušťka křemenného rezonátoru a za podmínek, kdy tato hmota neklouže po povrchu rezonátoru, můžeme použít rovnici:

$$\Delta f = - \left(\frac{2f_0^2(0)}{A\sqrt{\rho_q\mu_q}} \right) \Delta m = - \left(\frac{1}{t_q^2 A(2\rho_q)} \sqrt{\frac{\mu_q}{\rho_q}} \right) \Delta m$$

kde:

μ_q – modul pružnosti ve smyku křemenného krystalu

ρ_q – hustota křemíku

t_q – tloušťka křemenného krystalu

A – piezoelektricky aktivní plocha krystalu

Znaménko mínus indikuje snížení rezonanční frekvence při hmotnostním zatížení.

Znaménko mínus indikuje snížení rezonanční frekvence při hmotnostním zatížení.

3.2.2 Čistě viskózní zatížení

Při použití v aplikacích jako biosnímání a elektrochemické studie, kdy je povrch rezonátoru v kontaktu s tekutým médiem, musí být vzaty v úvahu viskózní tahové projevy. Chování křemenných rezonátorů při čistě viskózním zatížení poprvé popsali Kanazawa Gordon v roce 1985. Při těchto podmínkách je základní QCM frekvenční posun stanoven vztahem:

$$\Delta f = - \frac{f_0^{3/2}}{\sqrt{\pi \rho_q \mu_q}} \sqrt{\rho_L \eta_L} .$$

Kde:

ρ_L hustota kapaliny

η_L viskozita kapaliny

3.2.3 Viskózně elastické zatížení v kapalinovém okolí

QCM frekvenční posun vyplývající z umístění viskoelastické vrstvy v kapalinovém okolí může být analyzován pomocí techniky kontinuálního přístupu. Uvažuje se, že povrch QCM je v těsném kontaktu s vrstvou souvislé viskoelastické destičky s nekonečně hustou Newtonovou kapalinou překrývající jeden z jejích povrchů. Za předpokladu, že tloušťka masy kapalně vrstvy je mnohem větší než rozklad délky akustické vlny v kapalině, se

frekvence a Q-faktor mění s ohledem na podmínky kapalného zatížení a mohou být popsány vztahy:

$$\Delta f \approx -\frac{1}{2\pi\rho_q t_q} \sum_{n=1,2,\dots} \left(t_n \rho_n \omega - 2t_n \left(\frac{\eta_L}{\delta_L} \right) \cdot \frac{\eta \omega^2}{\mu^2 + \omega^2 \eta_n^2} \right)$$

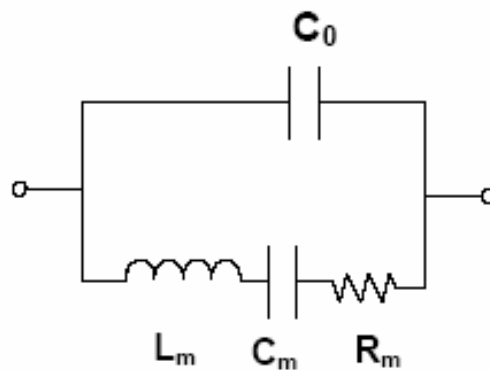
$$\Delta Q \approx -2\pi f_0 \rho_q t_q \frac{\sum_{n=1,2,\dots} \left(2t_n \frac{\mu_n \omega}{\mu_n^2 + \omega^2 + \eta_n^2} \right)}{1 + \sum_{n=1,2,\dots} \left(2t_n \left(\frac{\eta_L}{\delta_L} \right) \cdot \frac{\mu_n \omega}{\mu_n^2 + \omega^2 + \eta_n^2} \right)}$$

kde:

ρ_q	hustota křemene (998,21 kgm ⁻³)
t_q	tloušťka křemenného rezonátoru
μ_n	modul pružnosti
η_n	viskozita kapaliny
t_n	tloušťka n-té vrstvy nanesené na rezonátor
η_L a δ_L	viskozita hloubka průrazu akustické vlny v mase kapaliny

3.3 Náhradní schéma [9]

Butterworth van Dyke (BVD) navrhl elektrický model pro křemenný krystalový rezonátor, který je zobrazen je na obrázku 2 Tento model je často používán k zobrazení elektrického chování rezonátoru. Tento model je také užitečný k posouzení frekvenčního posunu a ztrát na AT výbrusu.



obr. 12 BVD model QCM

BVD model rezonátoru QCM se skládá ze dvou větví (částí). Dynamická větev – má v sérii tři komponenty modifikované hmotnou a viskózní zátěž krystalu: R_m rezistor odpovídá ztrátám oscilační energie způsobené montážní strukturou a substrátem na kontaktu. C_m – kapacitor – odpovídá akumulované energii v oscilátoru a souvisí s pružností křemene. L_m – induktor – odpovídá setrvačné části oscilátoru, která souvisí s posuny (hmoty) během vibrace.

3.4 Sauerbreyova rovnice

G. Sauerbrey jako první studoval vztahy mezi hmotností a frekvencí piezoelektrického rezonátoru. V roce 1959 pak vyvinul tzv. Sauerbreyovu rovnici, v níž popisuje hromadnou změnu na jednotku plochy QCM elektrody (jejího povrchu) a současnou změnu frekvence krystalu. Tato metoda je využívána při měřicích experimentech v QCM pro převod frekvence na hmotnost. [9]

Zjednodušený zápis:

$$\Delta f = -C_f \cdot \Delta_m [9]$$

kde:

Δ_f = změna sledované frekvence v Hz

Δ_m = změna v množství na jednotku plochy v g/cm²

C_f = faktor citlivosti krystalu – kalibrační koeficient

3.4.1 Odvození [10]

Při vystavení působení střídavého elektrického pole se krystal rozkmitá na konkrétní frekvenci $f_0(m)$. Tuto rezonanční frekvenci můžeme vyjádřit následující rovnicí:

$$f_0(m) = \frac{\sqrt{\mu_q}}{2x_q \sqrt{\rho_q}} \quad (3.1)$$

kde:

μ_q – modul pružnosti ve smyku křemenného krystalu (2,947 × 10¹¹ dyne/cm² pro AT řez)

ρ_q – hustota křemíku (2,648 g/cm³)

x_q – tloušťka křemenného krystalu

Sauerbreyova rovnice vztahuje pokles frekvence (Δf_0) ke změně přírůstku hmotnosti na povrchu. Poté použijeme následující vztahy.

$$M = \frac{m}{A} = x_q \cdot \rho_q \quad (3.2)$$

kde:

M – hmotnost krystalu na jednotku plochy

M – celková hmotnost krystalu

A – plocha krystalu

Provedem dosazení do rovnice 3.1

$$f_0(M) = \frac{\sqrt{\mu_q \cdot \rho_q}}{2M} \quad (3.3)$$

Přidání hmotnosti (na jednotku plochy) ΔM má za následek změno rezonanční frekvence Δf_0 .

$$f_0(M) + \Delta f_0 = \frac{\sqrt{\mu_q \cdot \rho_q}}{2 \cdot (M + \Delta M)} \quad (3.4)$$

Kombinace rovnic 3.3 a 3.4

$$\Delta f_0 = \frac{\sqrt{\mu_q \cdot \rho_q}}{2 \cdot (M + \Delta M)} - \frac{\sqrt{\mu_q \cdot \rho_q}}{2M} = \quad (3.5)$$

$$= \frac{-\sqrt{\mu_q \cdot \rho_q} \cdot \Delta M}{2 \cdot (M + \Delta M) \cdot M} =$$

$$= \frac{-\sqrt{\mu_q \cdot \rho_q} \cdot \Delta M}{2M^2 \cdot \left(1 + \frac{\Delta M}{M}\right)} \quad (3.6)$$

Kombinace rovnic 3.6 a 3.3

$$\Delta f_0 = \frac{-f_0(M) \cdot \Delta M}{M \cdot \left(1 + \frac{\Delta M}{M}\right)} \quad (3.7)$$

Pro tenký film kde $\Delta M \ll M$ platí rovnice 3.7 v tomto tvaru (v kombinaci s 3.2)

$$\Delta f_0 = \frac{-f_0(0) \cdot \Delta M}{M} = \frac{-f_0(0) \cdot \Delta m}{Ax_q \rho_q} \quad (3.8)$$

$f_0(0)$ – rezonanční frekvence (bez přírůstku hmotnosti)

Konečný tvar Sauerbreyovy rovnice

$$\Delta f_0 = - \left(\frac{-f_0(0)}{Ax_q \rho_q} \right) \cdot \Delta m = -S \Delta m \quad (3.9)$$

kde:

Δm – změna hmotnosti na povrchu

A – piezoelektricky aktivní plocha krystalu

S – Sauerbreyova konstanta

II. PRAKTICKÁ ČÁST

4 MĚŘÍCÍ APARATURA

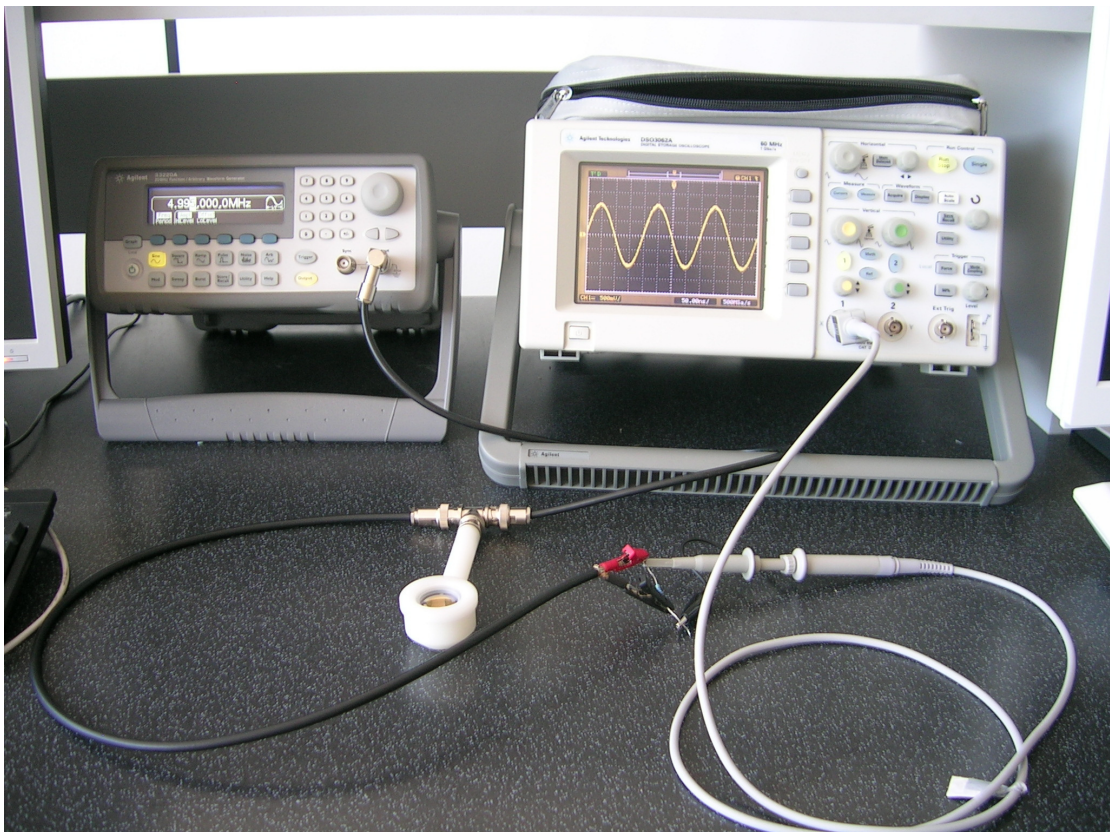
K proměření impedančního spektra piezokrystalu QCM 200 Stanford Research Systems, Inc. bylo zapotřebí sestavit experimentální měřicí aparaturu a vytvořit program, který tuto aparaturu ovládá a řídí celé měření. K tomuto účelu výborně posloužili produkty od firmy Agilent, kterými je vybavena laboratoř C 313. Impedančním spektrem rozumějme závislost impedance na frekvenci. K realizaci měření bylo tedy nutné použít generátor střídavých signálů, osciloskop, PC a v neposlední řadě piezokrystal.

Použité přístroje:

Osciloskop Agilent DSO 3202A

QCM 200 Stanford Research Systems, Inc. (pouze sonda)

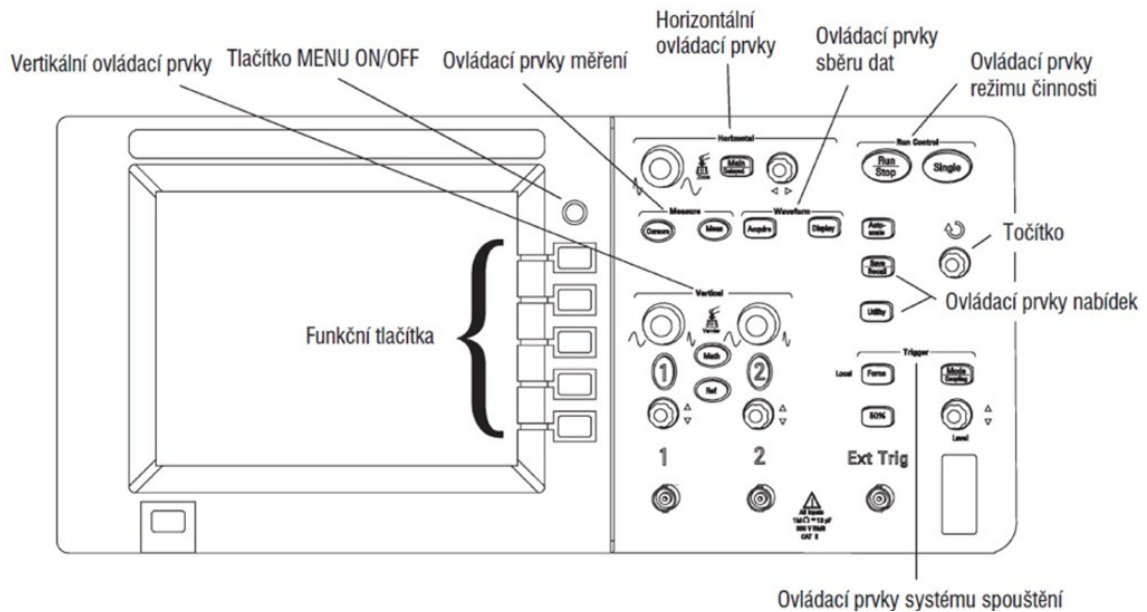
Funkční generátor Agilent 33202A



obr. 13 Fotka měřicí aparatury

4.1 Osciloskop Agilent DSO 3202A

4.1.1 Seznámení s osciloskopem



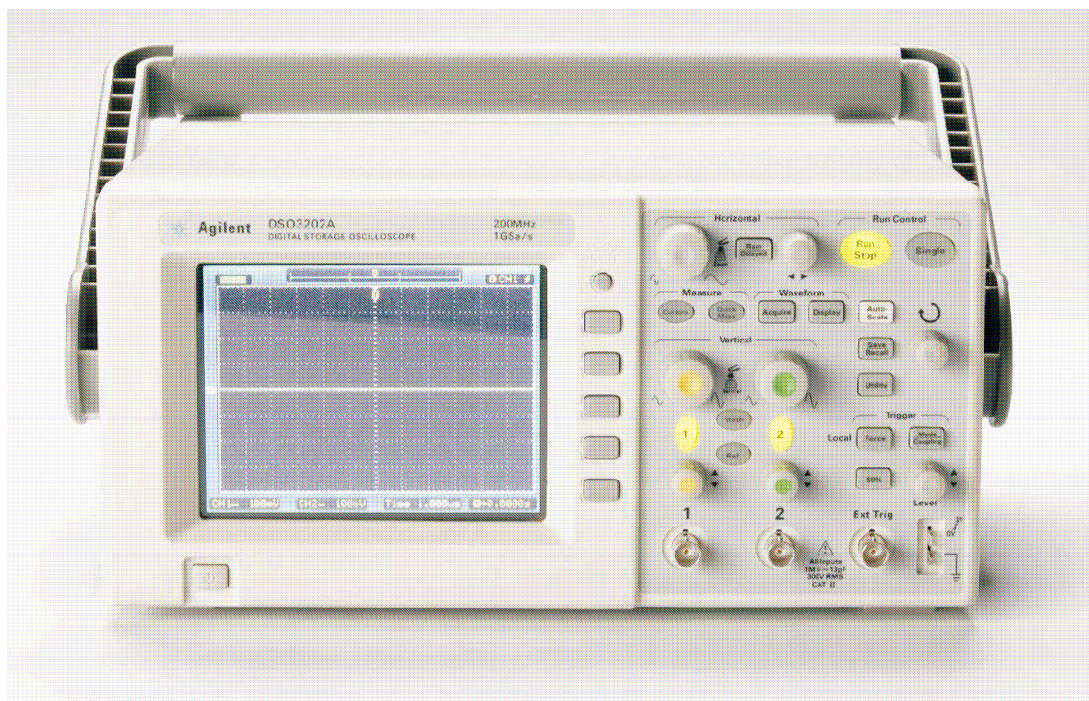
obr. 14 Přední panel osciloskopu Agilent DSO 3202A [11]

Přední panel [11]

Do jednotlivých skupin jsou zařazeny následující ovládací prvky:

Ovládací prvky měření	Meas a Cursors
Ovládací prvky sběru dat	Acquire a Display
Ovládací prvky nabídek	Save/Recall a Utility
Vertikální ovládací prvky	Prvek pro nastavení polohy průběhu ve vertikálním směru, prvky pro nastavení vertikálního měřítka, tlačítka 1, 2, Math a Ref
Horizontální ovládací prvky	Prvek pro nastavení polohy průběhu v horizontálním směru, prvek pro nastavení horizontálního měřítka, tlačítko Main/Delayed
Ovládací prvky spouštění	Prvek pro nastavení úrovně spouštění, tlačítka 50%, Mode/Coupling a Force

Ovládací prvky režimu činnosti	Tlačítka Run/Stop, Autoscale a Single
Tlačítko MENU ON/OFF	Tlačítkem se zobrazují nebo skrývají pole aktuální nabídky
Funkční tlačítka	Pět šedých tlačítek umístěných u pravého okraje displeje, kterými se volí přílehlá pole nebo položky aktuálně zobrazené nabídky. Pokud není žádná nabídka zobrazena, zobrazí se po stisknutí libovolného funkčního tlačítka naposledy používaná nabídka.
Točítko	Slouží pro zadávání hodnot pro některé ovládací prvky.



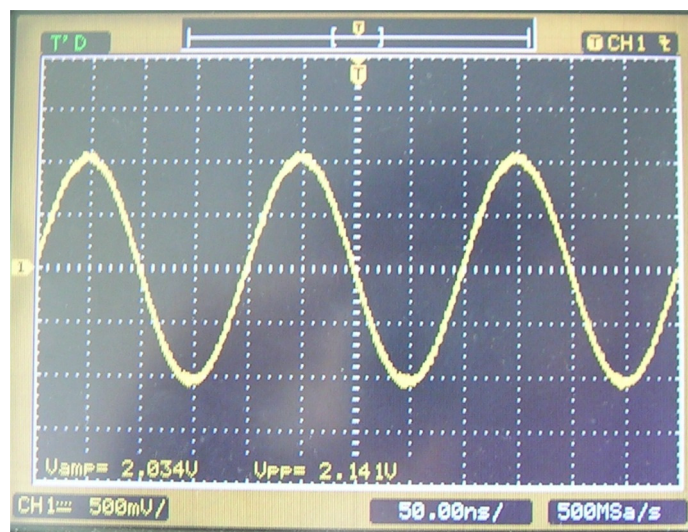
obr. 15 Osciloskop Agilent DSO 3202A, pohled zepředu [11]

4.1.2 Popis práce s osciloskopem

Osciloskop Agilent DSO 3202A disponuje dvěma napětovými vstupy. Při měření jsem použil kanál 1, který sloužil k odečítání aktuální amplitudy napětí na piezokrystalu. Do měřicí aparatury byl přidán rezistor 4k7, kvůli přepočtu napětí na proud a poté na impedanci, což se děje v řídicím programu.

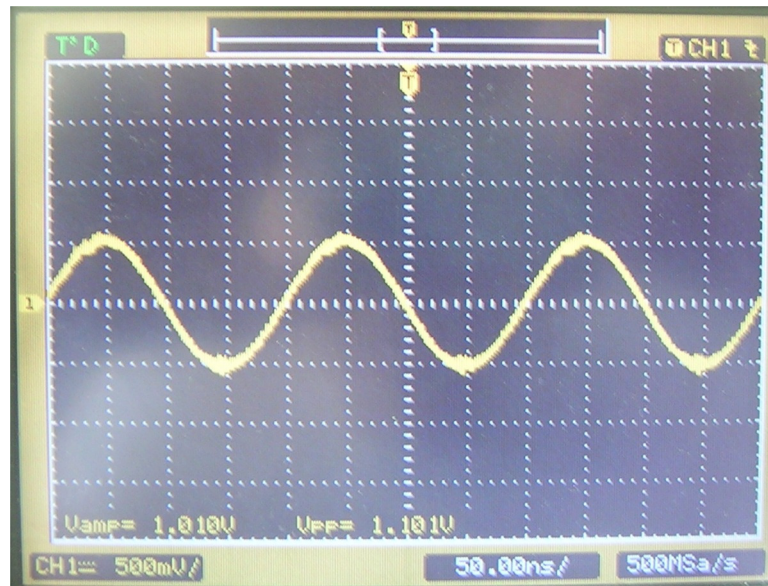
Když se přeladovaná frekvence blíží k rezonanční frekvenci krystalu, začne impedance stoupat. To se projeví poklesem amplitudy signálu, což můžeme sledovat na obrazovce osciloskopu.

Na níže uvedených obrázcích je vidět pokles amplitudy při stoupající frekvenci, blížící se k rezonanční frekvenci.



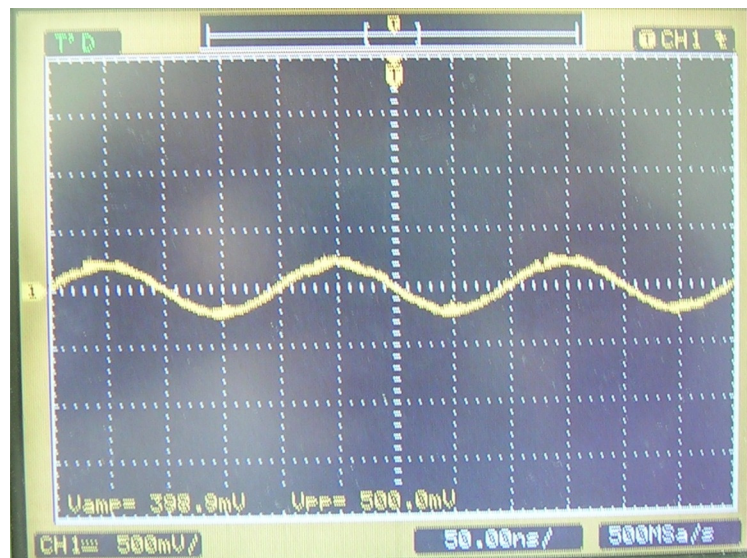
obr. 16 Průběh signálu při frekvenci mimo oblast rezonance

Na prvním obrázku je znázorněn průběh amplitudy střídavého napětí o frekvenci 4,8 MHz. Na generátoru střídavých kmitů byla nastavena velikost amplitudy 2 V_{pp}, která zůstává po celou dobu měření konstantní. Jak je vidět na obrázku, hodnota amplitudy zůstává nezměněna, protože frekvence signálu se nachází mimo oblast rezonance.



obr. 17 Průběh signálu v oblasti rezonance

Na druhém obrázku je hodnota přeladované frekvence 4,997520 MHz. Velikost amplitudy klesla na 1 V. Z toho plyne, že se nacházíme v pásmu rezonance, ale ne ještě přímo na rezonanční frekvenci krystalu.



obr. 18 Průběh signálu téměř v rezonanci

Na třetím obrázku se nacházíme téměř v rezonanci, hodnota přeladované frekvence je 4,997580 MHz a hodnota amplitudy je zhruba 400 mV. Oproti předchozímu obrázku jsme zvýšili frekvenci o 60 Hz, což odpovídá dvěma ladícím krokům. Při rezonanci je na osciloskopu zobrazena pouze rovná čára, což znamená že hodnota amplitudy klesla na neměřitelnou úroveň. To je pro naše měření nežádoucí a je proto nutné v průběhu měření upravovat měřítko osciloskopu tak, aby bylo možné odečítat aktuální hodnoty amplitudy.

4.2 Generátor střídavých signálů Agilent 33220A

Agilent Technologies 33220A je 20 MHz syntezovaný funkční generátor s vestavěným vaweformem a pulsními schopnostmi. [12]

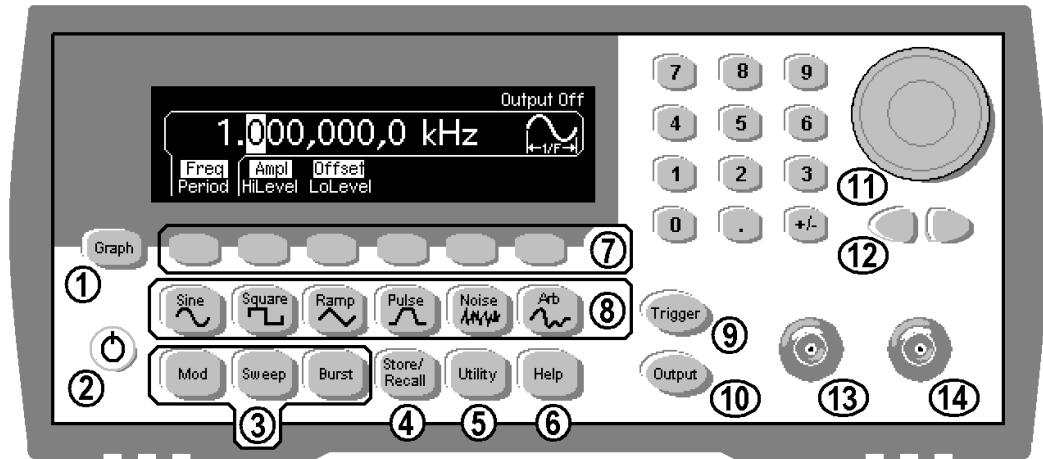
Pohodlné bench-top dunkce [12]

- 10 standardních tvarů vln
- Vestavěný 14 bit 50 Msa/s pro libovolný tvar vlny
- Precizní pulsní vlastnosti tvaru vlny s nastavitelnou nástupní hranou
- LCD displej umožňující číselné i grafické zobrazení
- Lehce použitelný knoflík a numerická klávesnice
- Úložiště stavu přístroje s názvy definovanými uživatelem
- Přenosné, robustní pouzdro s neklouzavou podložkou

Flexibilní systémové funkce

- 4 stahovatelné 64K-bodové paměti libovolných průběhů
- GPIB (IEEE-488), USB a LAN
- SCPI (Standard Commands for Programmable Instruments)

Popis předního panelu [12]



obr. 19 Znárodnění předního panelu Generátoru střídavých signálů Agilent 33220A

- 1 Graph Mode/Local Key
- 2 On/Off Switch
- 3 Modulation/Sweep/Burst Keys
- 4 State Storage Menu Key
- 5 Utility Menu Key
- 6 Help Menu Key
- 7 Menu Operation Softkeys
- 8 Waveform Selection Keys
- 9 Manual Trigger Key (*used for Sweep and Burst only*)
- 10 Output Enable/Disable Key
- 11 Knob
- 12 Cursor Keys
- 13 Sync Connector
- 14 Output Connector

4.2.1 Práce s generátorem

Pomocí generátoru střídavých signálu byl na piezokrystal přiváděn sinusový střídavý signál a velikosti amplitudy 2 Vpp (peak to peak; špička špička). Na obrázku je uvedeno 1 Vpp. To je ale způsobenou chybou anglického překladu software. Což znamená,

že zobrazené 1 Vpp je ve skutečnosti 1 V kladné půlvlny čili 2 Vpp. Po celou dobu měření zůstává hodnota amplitudy nezměněna. Nastavení a přeladování frekvence střídavého signálu je řízeno automaticky pomocí mnou vytvořeného měřicího programu.



obr. 20 Nastavení amplitudy střídavého signálu pomocí generátoru Agilent 33220A

4.3 Piezokrystal mikrováhového senzoru QCM 200 Stanford Research Systems

V přístrojích QCM 200 se standardně používá jako senzor tenký disk křemene modifikace α , AT řezu, kmitající na frekvenci 5MHz s napřenyými kulatými elektrodami na obou stranách.

Standardní průměr krystalu je 1 palec a jsou k dispozici s různými materiály elektrod, jak leštěnými tak neleštěnými.

Typické hodnoty pro krystal o průměru 1" , kmitajícím na frekvenci 5 MHz použitého v QCM200 Systém:

$$C_m = 33 \text{ fF}$$

$L_m = 30 \text{ mH}$

$R_m = 10 \ \Omega$ (pro suchý krystal)

$R_m = 400 \ \Omega$ (pro krystal s jednou stranou ponořený ve vodě)

$R_m = 3500 \ \Omega$ (pro krystal jednou stranou ponořený v 85% glycerolu) [9]



obr. 21 Sonda přístroje QCM 200 Stanford Research Systems [9]

5 MĚŘICÍ PROGRAM

K proměření impedanční charakteristiky piezoelektrického krystalu z přístroje QCM 200 Stanford Research Systems bylo zapotřebí vytvořit speciální program, který celém měření řídí a zaznamenává hodnoty měřených veličin. K vytvoření tohoto programu jsem použil vývojové prostředí Agilent VEE Pro 9.0. Program jsem nazval *impedance_new*. V příloze uvádím úplné schéma programu, rozděleného do jednotlivých bloků, jejichž funkce bude popsána níže. Vzhledem k velikosti programu jsem zvolil tuto variantu, protože podrobné schéma by se na jedno stránku nevešlo.

Celý program v podstatě funguje tak, že řídí přeladění frekvence vysílané generátorem střídavých signálů na piezokrystal a odečet hodnoty amplitudy střídavého signálu na piezokrystalu pomocí osciloskopu, při každém ladícím kroku. Amplituda se v programu převádí na impedanci podle Ohmova zákona. Hodnoty frekvence a impedance se zapisují do záznamu a po doběhnutí programu se uloží do datového souboru.

5.1 Popis programu

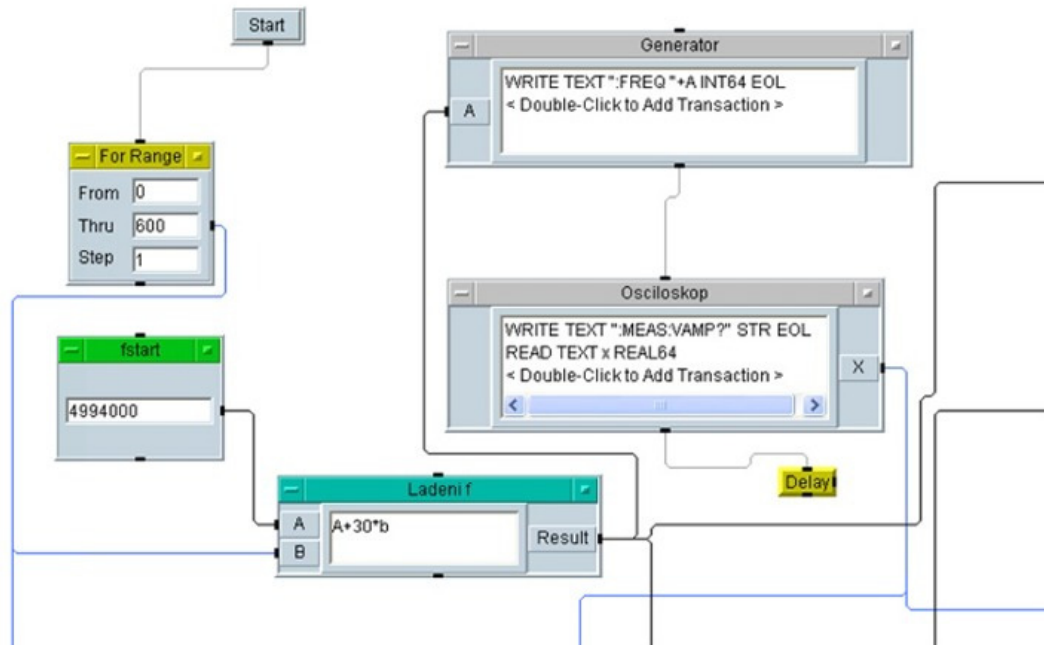
V příloze je uvedené úplné schéma programu, rozdělené do bloků. Každý blok programu má svoji funkci. V následujících kapitolách popíšu funkce jednotlivých bloků a tím vlastně i princip fungování celého programu.

5.1.1 Blok 1 – ladění frekvence a měření amplitudy

Tlačítko start spouští program. Cyklování programu je realizováno pomocí objektu *For Range*. K nastavení počáteční frekvence a kroku ladění slouží objekty *fstart* a *Ladeni f* (ve vztahu $A+30*b$ určuje číslo 30 ladící krok). Ladění frekvence generátoru střídavých signálů probíhá následujícím způsobem.

Po spuštění programu se spustí cyklus *For Range* a na vstup A objektu *Ladeni f* se přivede hodnota počáteční frekvence (*fstart*), na vstup B je přivedena hodnota kroku objektu *For Range* (v prvním kroku cyklu tedy 0). Zde dochází k nastavení frekvence v každém kroku cyklu. Výsledek se přivede na blok *Generator*, který programově řídí generátor střídavých kmitů. Poté se pomocí objektu *Osciloskop* (programově řídí funkci

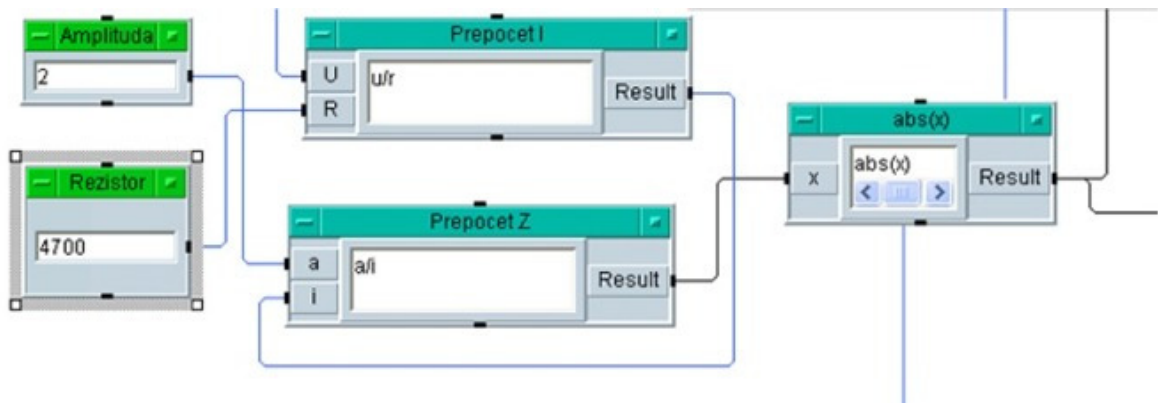
osciloskopu) odečte amplituda střídavého signálu na piezoelektrickém krystalu. Tato je později použita k přepočtu na impedanci.



obr. 22 Blok 1 – ladění frekvence a měření amplitudy

5.1.2 Blok 2 – přepočet amplitudy na impedanci

V této části programu dochází k přepočtu amplitudy na impedanci pomocí Ohmova zákona. V objektu *Amplituda* je zapsána hodnota amplitudy signálu přiváděného generátorem střídavých kmitů na piezoelektrický krystal. Na vstupy objektu *Prepocet I* přivádíme aktuální hodnotu amplitudy a hodnotu rezistoru, připojeného k piezoelektrickému krystalu. Na výstupu pak získáváme aktuální hodnotu proudu tekoucího piezokrystalem. Ten pak přivádíme společně s hodnotou amplitudy střídavého signálu dodávaného generátorem na vstupy objektu *Prepocet Z*, kde dochází k přepočtu na impedanci. Díky objektu *abs(x)* získáme absolutní hodnotu impedance, kterou pak přivádíme na *X vs Y Plot* (blok 5), kde dochází k jejímu zobrazení a na vstup objektu *Build Record* (blok 6).

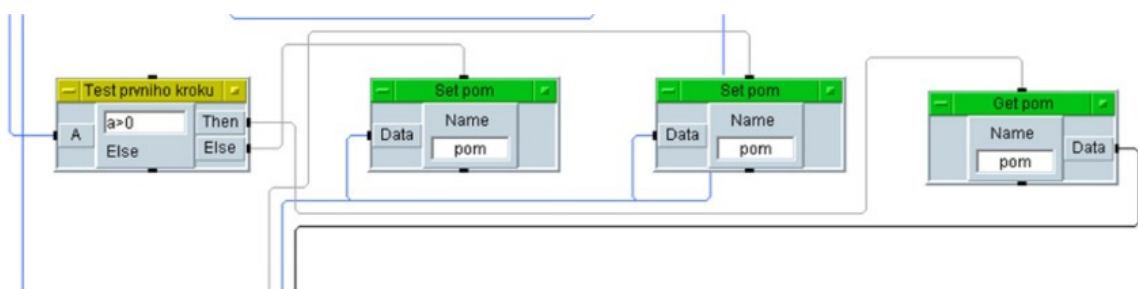


obr. 23 Blok 2 – přepočítání amplitudy na impedanci

5.1.3 Blok 3 – pomocná proměnná

Pro správný chod programu bylo nezbytné porovnávat aktuální a předchozí hodnotu amplitudy. K tomu bylo zapotřebí stanovit pomocnou proměnou do níž se ukládá předchozí hodnota amplitudy (o jeden krok zpožděná).

V objektu *Test prvního kroku* zjišťujeme, jestli se jedná o první krok cyklu. Je-li tomu tak uloží se aktuální hodnota amplitudy do pomocné proměnné *pom* a program pokračuje dál. Pokud se o první krok nejedná načte se předchozí hodnota amplitudy z pomocné proměnné *pom* a porovná se z aktuální hodnotou amplitudy (děje se tak v bloku 4). Po té se do pomocné proměnné *pom* nahraje aktuální hodnota amplitudy.



obr. 24 Blok 3 - nastavení pomocné proměnné pom

5.1.4 Blok 4 – porovnání předchozí a aktuální hodnoty amplitudy a nastavení měřítka osciloskopu

V rezonanci se hodnota amplitudy dostává na neměřitelnou úroveň. Tento problém bylo je způsobený tím, že signál na osciloskopu je tak malý, že ho osciloskop nedokáže změřit. Na druhou stranu se ale vyskytuje problém, kdy signál takzvaně vyleze z osciloskopu. V praxi to znamená, že měřítka osciloskopu je menší než hodnota měřené veličiny. Při měření amplitudy to znamená, že se nezobrazí celá vlna (špičky jsou mimo rozsah), tudíž nemůže dojít ke změření peak-to-peak. V takovéto situaci program vykazuje chybu a měření je zastaveno.

Tyto dva problémy jsem vyřešil porovnáním předchozí a aktuální hodnoty amplitudy. V závislosti na výsledku porovnání se mění měřítka osciloskopu, tak aby signál byl po celou dobu měřitelný.

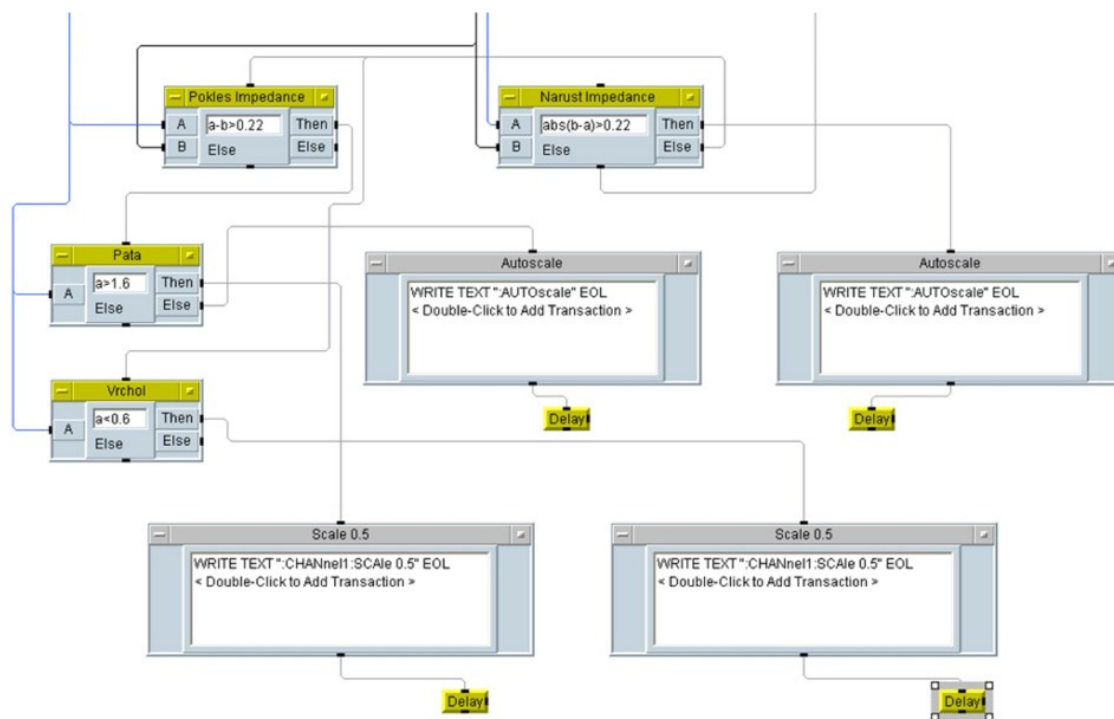
V objektu *Narust impedance* se testuje, jestli se impedance zvyšuje, respektive jestli se snižuje amplituda.

V objektu *Pokles impedance* se naopak testuje jestli impedance klesá, respektive stoupá amplituda.

V objektu *Pata* zjišťujeme zdali se nacházíme v patě křivky impedanční špičky. Hodnota 1,6 V uvedená v podmínce byla stanovena opakovaným pokusným měřením.

V objektu *Vrchol* zjišťujeme zdali se nacházíme poblíž vrcholu křivky impedanční špičky. Hodnota 0,6 V uvedená v podmínce byla stanovena opakovaným pokusným měřením.

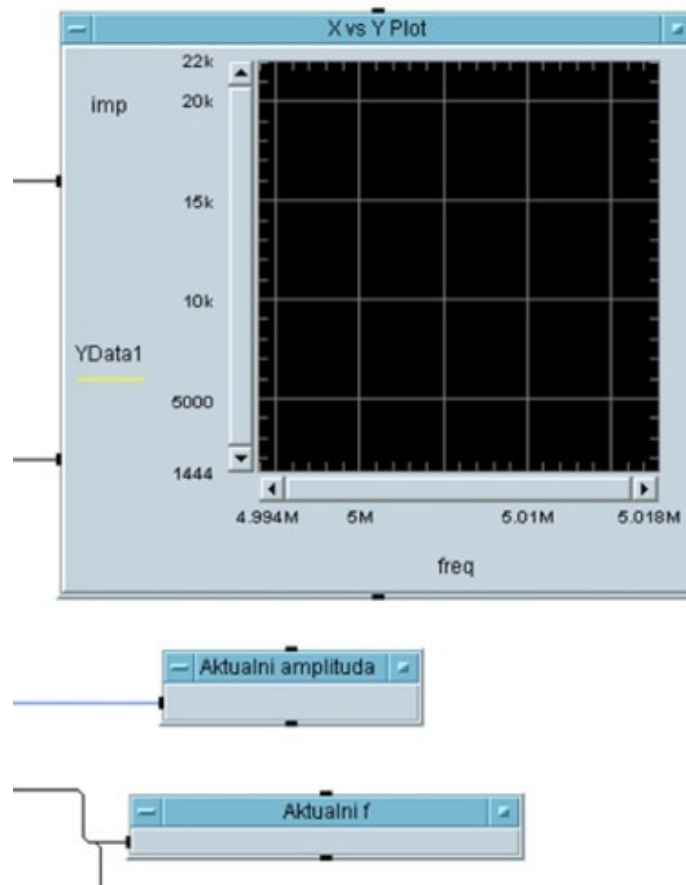
Na vstupy A objektů *Narust impedance*, *Pokles impedance*, *Pata* a *Vrchol* je přivedena aktuální hodnota amplitudy, na vstupy B je přivedena hodnota amplitudy v předešlém kroku, která je uložena v pomocné proměnné *pom*. Podle toho jestli jsou splněny podmínky jednotlivých objektů, se provádí instrukce *Autoscale* nebo *Scale 0,5* (měřítka 500mV/dílek).



obr. 25 Blok 4 – nastavení měřítka osciloskopu

5.1.5 Blok 5 - zobrazení impedanční charakteristiky

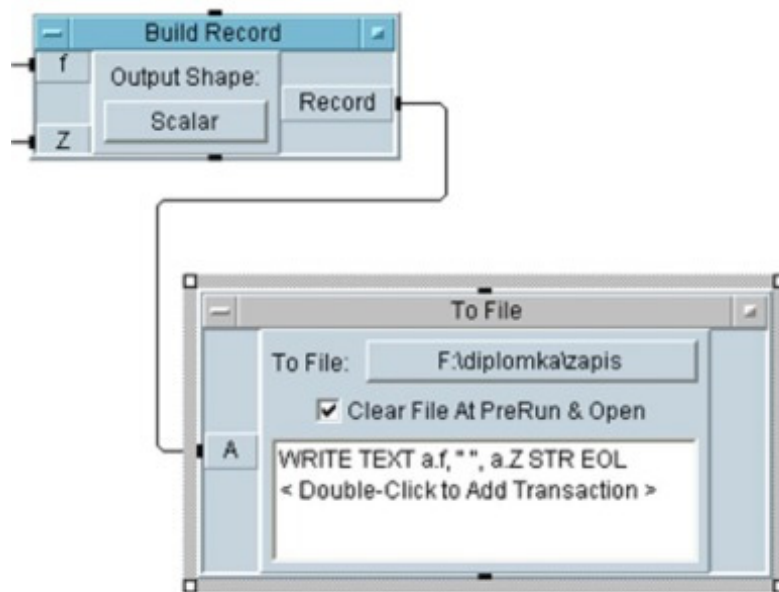
Blok 5 slouží ke zobrazení impedanční charakteristiky piezoelektrického krystalu. To se děje pomocí objektu *X vs Y Plot*. Objekty *Aktualni amplituda* a *Aktualni f* jsou pouze orientační.



obr. 26 Blok 5 – zobrazení impedanční charakteristiky

5.1.6 Blok 6 – uložení naměřených dat do souboru

Uložení dat do souboru je realizováno pomocí objektů *Build Record* a *To file*. Objekt *Build Record* přiřazuje ke každé frekvenci hodnotu odpovídající impedance a vytváří tak pole záznamů. Objekt *To file* potom tento záznam uloží do datového souboru, určeného k dalšímu zpracování.



obr. 27 Blok 6 – uložení naměřených dat do souboru

6 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

Pomocí programu `impedance_new` jsem proměřil impedanční charakteristiku piezokrystalu přístroje QCM 200 Stanford Research Systems. Měření jsem provedl nejprve na nezatíženém krystalu a poté s různými druhy zátěže.

Zatížení piezokrystalu:

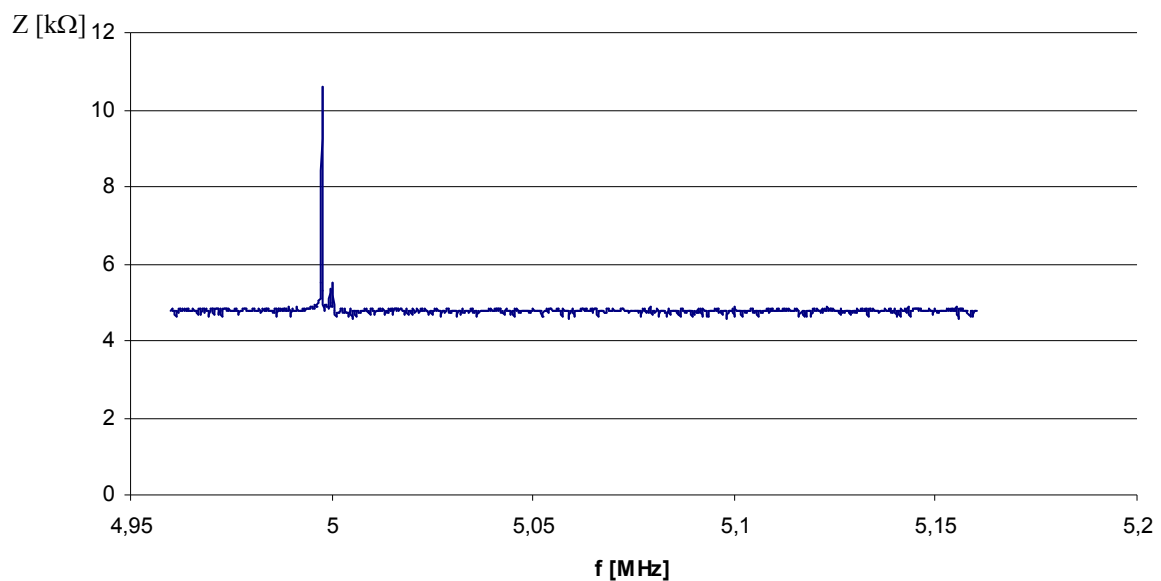
- kapička vody uprostřed senzoru
- vrstvička vody uprostřed senzoru
- položený vlas
- zatížení dechem

6.1 Nezatížený krystal

Jako první jsem proměřil piezokrystal bez zátěže. Provedl jsem tři odlišná měření. Na níže uvedených grafem jsou prezentovány výsledky těchto měření.

6.1.1 Měření I

$f_{\text{start}} = 4,96 \text{ MHz}$; $f_{\text{konec}} = 5,16 \text{ MHz}$; krok = 250 Hz ; počet kroků 800

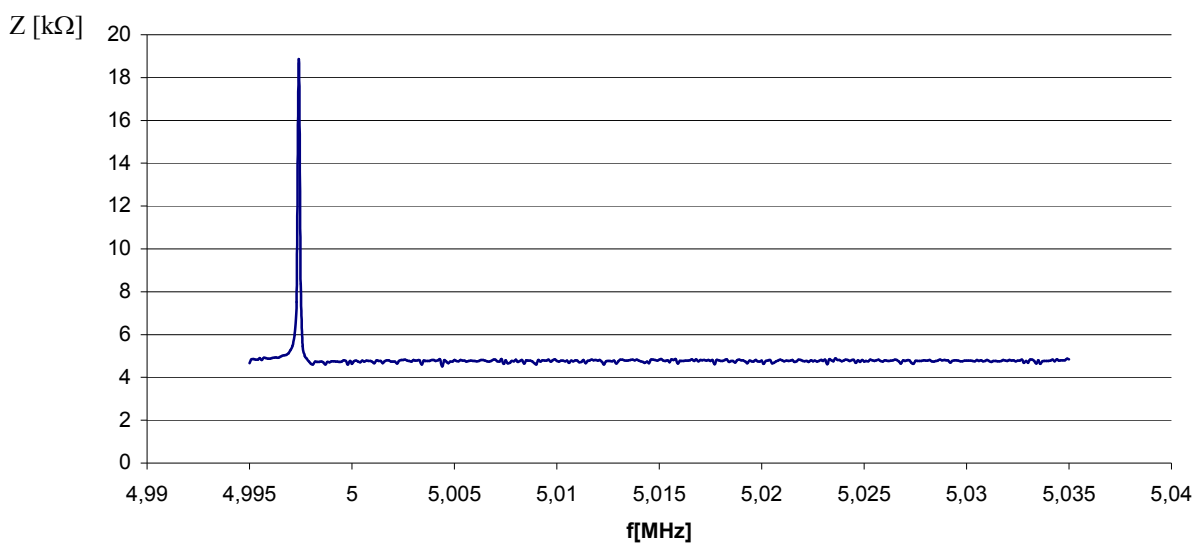


Graf 1: Impedanční charakteristika - nezatížený piezokrystal – Měření I

Při tomto pokusu jsem proměřil pásmo 200 kHz. V oblasti okolo 5 MHz je jasně vidět první impedanční špička (vrchol na frekvenci 4,9975 MHz) a náznaky dalších impedančních špiček. Na základě toho jsem provedl další měření s jemnějším ladícím krokem.

6.1.2 Měření II

$f_{\text{start}} = 4,995 \text{ MHz}$; $f_{\text{konec}} = 5,035 \text{ MHz}$; krok = 100 Hz ; počet kroků 400

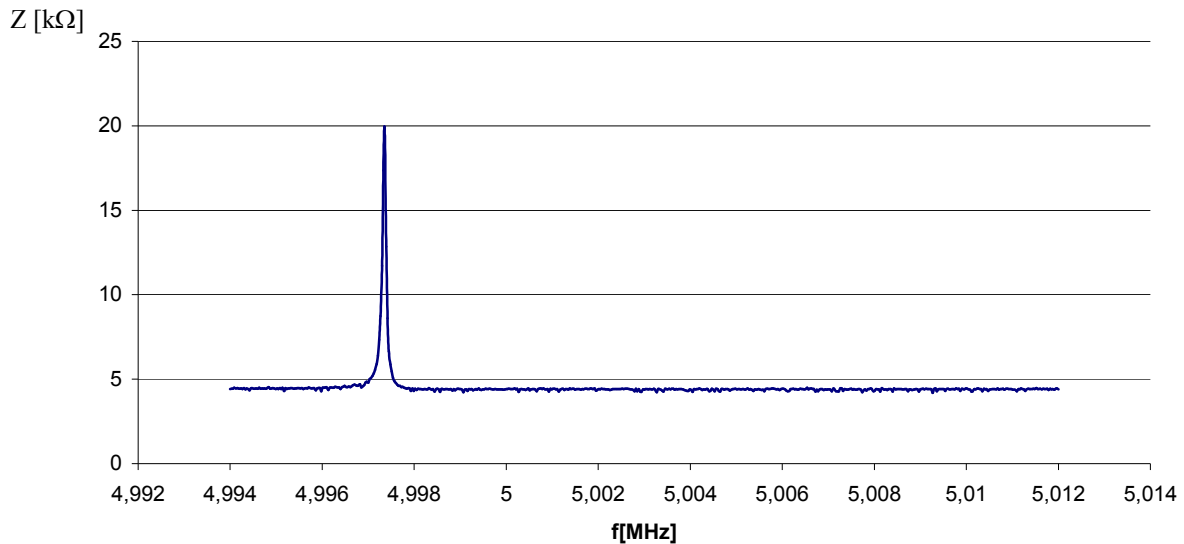


Graf 2: Impedanční charakteristika - nezatížený piezokrystal – Měření II

Při tomto pokusu jsem proměřil pásmo 40 kHz a oproti předchozímu pokusu jsem zvolil jemnější krok přeladění – 100 Hz. Ve frekvenční oblasti, kde se v předešlém měření nacházely náznaky dalších impedančních špiček, není zaznamenán žádný prudký nárůst impedance. Pro další měření jsem se tedy rozhodl pozměnit šířku pásma a ladící krok.

6.1.3 Měření III

$f_{\text{start}} = 4,994 \text{ MHz}$; $f_{\text{konec}} = 5,012 \text{ MHz}$; krok = 30 Hz ; počet kroků 600



Graf 3: Impedanční charakteristika - nezatížený piezokrystal – Měření III

Při tomto pokusu jsem proměřil pásmo 18 kHz a zvolil ladící krok 30 Hz, pomocí kterého by měly být zachyceny i velmi úzké výkyvy impedance. V grafu je detailně vykreslena jedna impedanční špička. Rozhodl jsem se tedy ponechat toto nastavení (šířka pásma, ladící krok, počet kroků) i pro měření se zátěží.

6.2 Zatížený krystal

Při pokusných měřeních jsem zvolil čtyři různé druhy zátěže: kapička vody uprostřed senzoru, vlas položený na senzoru, vrstvička vody na ploše senzoru, zatížení dechem.

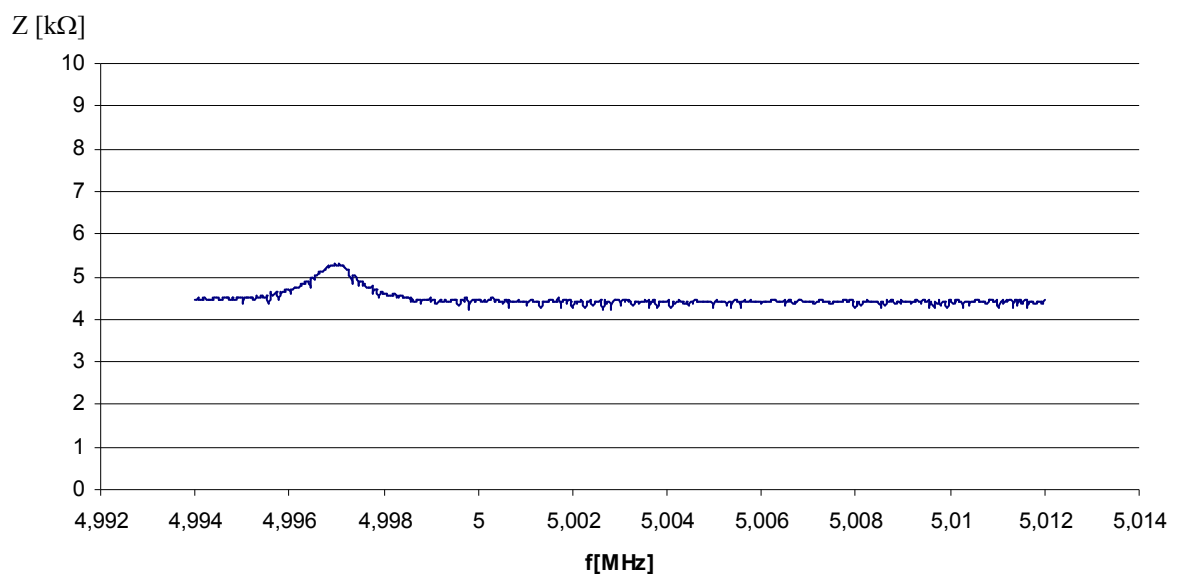
Nastavení šířky pásma, ladícího kroku a počtu kroků zůstalo stejné jako při měření III na nezatíženém krystalu. Tedy: $f_{\text{start}} = 4,994 \text{ MHz}$; $f_{\text{konec}} = 5,012 \text{ MHz}$; krok = 30 Hz ; počet kroků 600.

6.2.1 Kapička vody uprostřed senzoru

Při tomto pokusu jsem doprostřed plochy senzoru kápl malou kapičku vody a sledoval jsem, jak se změní impedanční charakteristika oproti měření bez zatížení.



obr. 28 Kapička vody uprostřed plochy senzoru

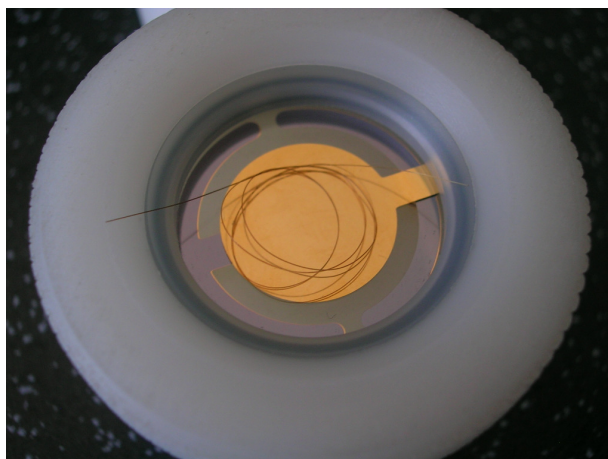


Graf 4: Impedanční charakteristika - zatížení piezokrystalu kapičkou vody

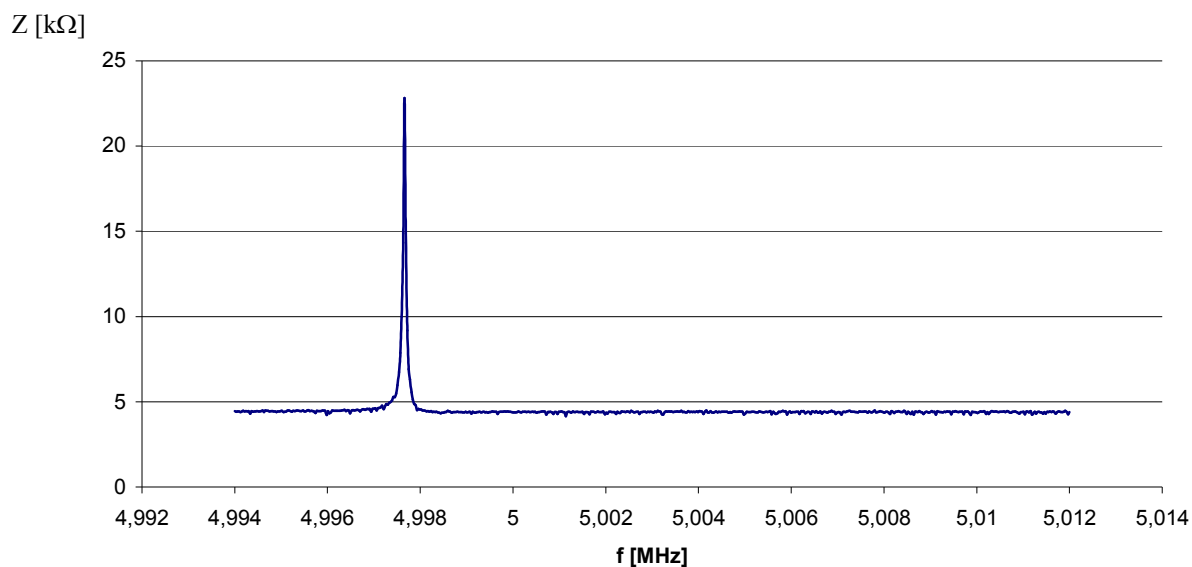
Při zatížení piezokrystalu kapičkou, nedochází v oblasti rezonance k prudkému nárůstu impedance. Průběh je tedy utlumený a hodnota impedance nedosahuje takových hodnot, jako při měření bez zátěže.

6.2.2 Vlas položený na senzoru

Při tomto pokusu jsem na povrch senzoru položil vlas a sledoval jsem změny v impedanční charakteristice oproti měření bez zatížení.



obr. 29 Vlas položený na ploše senzoru



Graf 5: Impedanční charakteristika - zatížení piezokrystalu položením vlasu na jeho plochu

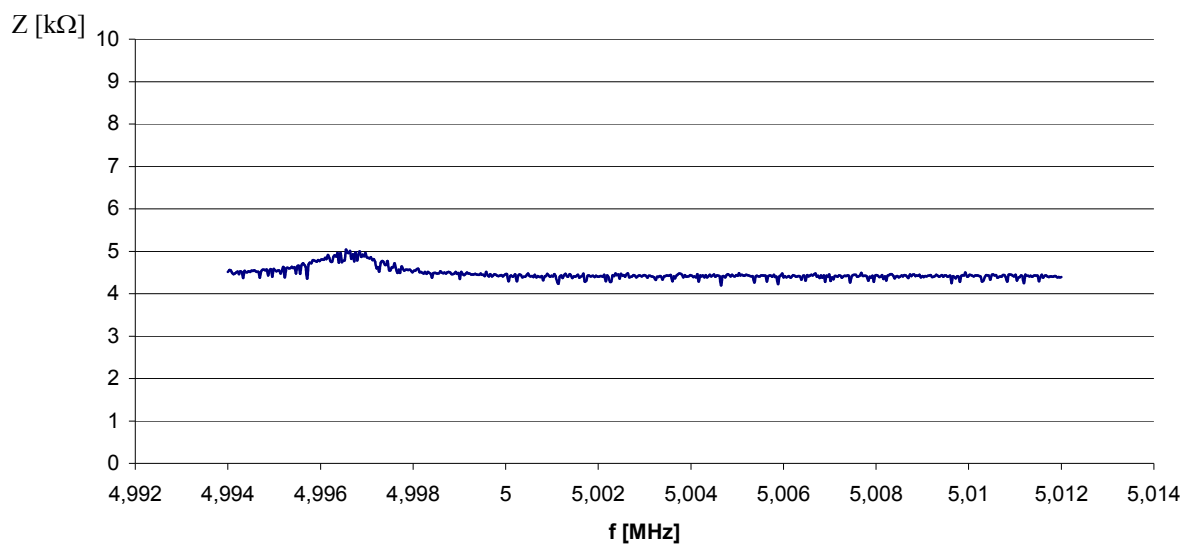
Jak je vidět z grafu, při zatížení piezokrystalu vlasem, je impedanční charakteristika téměř stejná, jako při měření bez zatížení. Maximální hodnota impedance je dokonce vyšší.

6.2.3 Vrstvička vody na ploše senzoru

Při tomto pokusu byla na povrch senzoru nanášena vrstvička vody o zhruba stejné hmotnosti, jakou měla dříve měřená kapička. Vrstvička vody však pokrývala větší plochu senzoru než kapička vody.



obr. 30 Vrstvička vody nanášená na ploše piezokrystalu

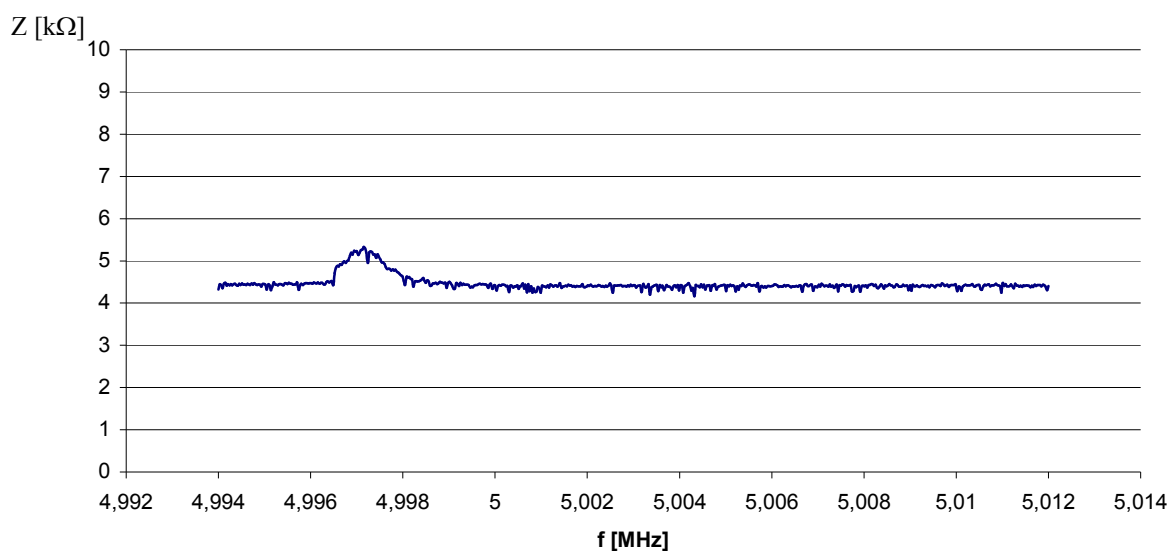


Graf 6: Impedanční charakteristika – vrstvička vody nanášená na ploše senzoru

V oblasti rezonance dochází pouze k mírnému zvlnění impedanční charakteristiky. Dá se tedy říci, že impedanční charakteristika je závislá také na velikosti zatížené plochy piezokrystalu.

6.2.4 Zatížení dechem

Při tomto pokusu jsem zatížil piezokrystal tím, že jsem na něj opakovaně dýchal. Vysrážená vodní pára se usadila na povrchu piezokrystalu a tím jej zatížila. Pára se však velmi rychle odpařovala, a proto bylo nutné na piezokrystal opakovaně pravidelně dýchat.

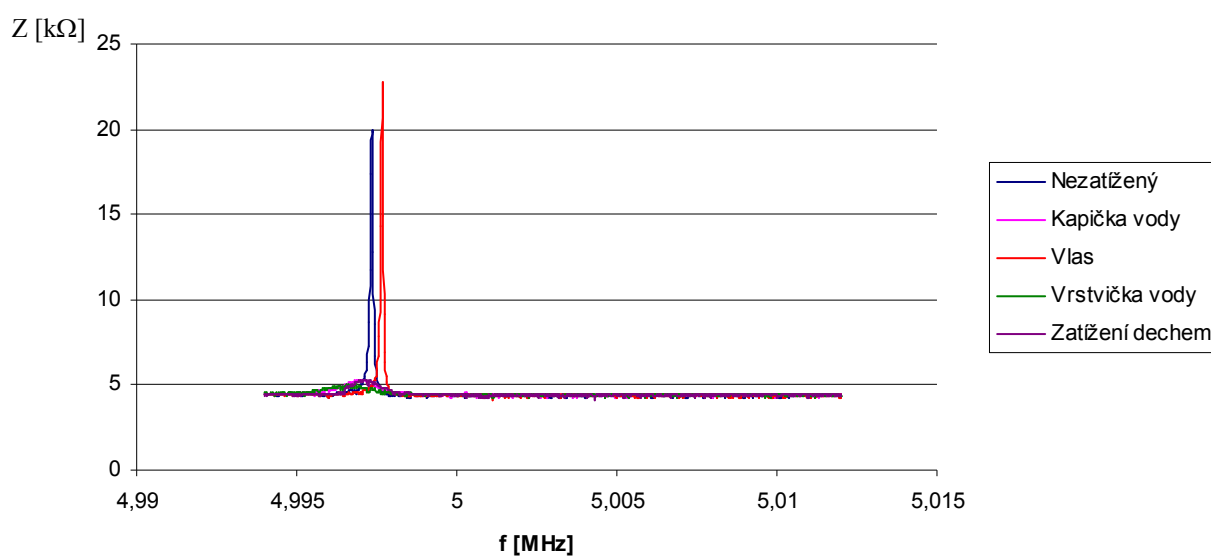


Graf 7: Impedanční charakteristika – zatížení dechem

Průběh charakteristiky je podobný jako při zatížení kapičkou vody. S tím rozdílem, že vysrážená vodní pára z dechu se rychle odpařovala, a proto nebylo docíleno konstantního zatížení. V důsledku toho je vrchol impedanční špičky poměrně zubatý. Zatížení dechem také působilo na celou plochu senzoru, na rozdíl od kapičky vody, která se nacházela ve středu plochy senzoru.

6.3 Společný graf

Na grafu lze vidět, jaký má vliv zatížení piezokrystalu na průběh impedanční charakteristiky. Při zatížení vlasem (pevnou látkou) se impedanční špička posunula směrem k vyšším frekvencím. Při zatížení kapičkou vody, vrstvičkou vody a dechem (kapalnou látkou) došlo ke zploštění impedanční špičky. V příloze II uvádím tento graf ve větší velikosti.



Graf 8: Impedanční charakteristika – společný graf

ZÁVĚR

Podářilo se mi sestavit měřicí aparaturu, pomocí které byla měřena impedanční charakteristika piezoelektrického krystalu přístroje QCM 200 Stanford Research Systems, Inc. Měření probíhalo na nezatíženém krystalu a při zatížení krystalu čtyřmi různými způsoby. Ve vývojovém prostředí Agilent VEE pro 9.0 jsem napsal program, který spolupracuje s měřicí aparaturou a řídí celé měření a zaznamenává naměřené hodnoty, které jsou určeny pro další zpracování.

Při zpracování výsledků měření jsem zjistil, že impedanční charakteristika piezoelektrického krystalu je závislá na jeho zatížení a charakteru tohoto zatížení. Objevil jsem ovšem problém, který jsem nebyl schopen vyřešit. Impedanční charakteristika piezoelektrického krystalu obsahuje několik impedančních špiček, mě se podařilo naměřit pouze jednu, což je patrné z uvedených grafů v kapitole 6 VÝSLEDKY MĚŘENÍ.

Měření bez zátěže proběhlo ve třech pokusech, lišících se mezi sebou velikostí šířky pásma frekvence, ladícího kroku frekvence a počtu kroků. Při každém pokusu vyšli rozdílné výsledky. Souhrnně se dá říci, že když se na piezoelektrickém krystalu nenachází žádná zátěž, dochází v oblasti rezonance k prudkému nárůstu impedance (vytvoření impedanční špičky).

Měření se zátěží proběhlo ve čtyřech pokusech. V každém z nich jsem zvolil jiný druh zátěže.

Při zatížení kapičkou vody, nedochází v oblasti rezonance k prudkému nárůstu impedance. Průběh je tedy utlumený a hodnota impedance nedosahuje takových hodnot, jako při měření bez zátěže.

Při zatížení položením vlasu na plochu senzoru, byl průběh impedanční charakteristiky téměř stejný jako při měření bez zátěže s tím rozdílem, že impedanční špička byla posunuta směrem k vyšším frekvencím.

Při zatížení nanesením vrstvičky vody na plochu senzoru dochází v oblasti rezonance pouze k mírnému zvlnění impedanční charakteristiky.

Při zatížení dechem je průběh charakteristiky podobný jako při zatížení kapičkou vody.

Provedeným měřením tedy bylo dokázáno, že charakter zatížení piezoelektrického krystalu má vliv na průběh jeho impedanční charakteristiky. Impedanční charakteristika piezoelektrického krystalu se při různých druzích zátěže liší.

CONCLUSION

I built the measuring equipment, which is used to measure impedance characteristics of piezoelectric crystal from QCM 200 Stanford Research Systems, Inc. I measured unloaded crystal and crystal with four different kind of loadings. In software Agilent VEE Pro 9.0 I made a program, which controls the measuring equipment and collecting data for later processing.

When I was processing collected data, I realized that the impedance characteristics of piezoelectric crystal depends on properties of its loadings. I also discovered problem, which I haven't been able to solve. Impedance characteristics of piezoelectric crystal includes several impedance peaks. In my case, I had only one. This can be seen in graphs in chapter 6 MEASURED RESULTS.

Measuring without loadings was realized in three different tries. Difference was: bandwidth, step and count of steps. Each try had different results. In sum, if there's no loading on surface of piezoelectric crystal, in area of resonance is steep increase of impedance.

Measuring with loadings was realized in four different tries. Each try had its own special loading.

Loading piezoelectric crystal by a little drop of water doesn't cause steep increase of impedance. Characteristics is muted.

Loading piezoelectric crystal by a hair cause steep increase of impedance but it is displaced to higher frequencies.

Loading piezoelectric crystal by thin film of water cause impedance characteristics in area of resonance little bit wavered.

Loading piezoelectric crystal by breath is similar like loading by a little drop of water.

By measurements was evaded that the properties of loadings placed on surface of piezoelectric crystal has effect to its impedance characteristics. Impedance characteristics is different for different kinds of loadings.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] *Piezoelectricity : Piezo Ceramic Crystals and PZT Powder* [online]. c2011 [cit. 2011-05-16]. Piezoelectricity. Dostupné z WWW: <http://www.americanpiezo.com/knowledge-center/piezo-theory/piezoelectricity.html>
- [2] Piezoelectricity. In *Wikipedia : the free encyclopedia* [online]. St. Petersburg (Florida) : Wikipedia Foundation, 27. prosince 2001, last modified on 12. května 2011 [cit. 2011-05-16]. Dostupné z WWW: <http://en.wikipedia.org/wiki/Piezoelectricity>
- [3] Piezoelectric sensor. In *Wikipedia : the free encyclopedia* [online]. St. Petersburg (Florida) : Wikipedia Foundation, 17. 12. 2005, last modified on 12. 5. 2011 [cit. 2011-05-16]. Dostupné z WWW: http://en.wikipedia.org/wiki/Piezoelectric_sensor
- [4] Piezoelectric MEMS sensors: state-of-the-art and perspectives. *Measurement Science and Technology*. 2009, 2009, 20, s. 1-25. Dostupný také z WWW: <http://iop.org/MST/20/092001>
- [5] Czochralského metoda. In *Wikipedia : the free encyclopedia* [online]. St. Petersburg (Florida) : Wikipedia Foundation, 18. 5. 2008, last modified on 7. 2. 2011 [cit. 2011-05-18]. Dostupné z WWW: http://cs.wikipedia.org/wiki/Czochralského_metoda
- [6] Epitaxe. In *Wikipedia : the free encyclopedia* [online]. St. Petersburg (Florida) : Wikipedia Foundation, 7. 6. 2008, last modified on 6. 4. 2011 [cit. 2011-05-15]. Dostupné z WWW: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Epitaxe>.
- [7] *Piezoelectric constants* [online]. c2011 [cit. 2011-05-18]. Piezoelectricity. Dostupné z WWW: <http://www.americanpiezo.com/knowledge-center/piezo-theory/piezoelectric-constants.html>.
- [8] MATKO, Vojko. Next Generation AT-Cut Quartz Crystal Sensing Devices. In [online]. 27. 4. 2011. [s.l.] : [s.n.], 27. 4. 2011 [cit. 2011-05-18]. Dostupné z WWW: <http://www.mdpi.com/1424-8220/11/5/4474/>. ISSN 1424-8220.

- [9] Stanford Research Systems, Inc. *Operation and Service Manual : QCM200 Quartz Crystal Microbalance Digital Controller QCM25 5 MHz Crystal Oscillator* [online]. Sunnyvale (California): [s.n.], 2004 [cit. 2011-05-18]. Dostupné z WWW: <<http://www.thinksrs.com/products/QCM200.htm>>.
- [10] SNOOK, Greame. Investigation of Solid-State Reactions by Electrochemical and Quartz Crystal Microbalance Measurements : Chapter 3. Calibration and Limitations of the Quartz Crystal Microbalance. In [online]. [s.l.] : [s.n.], 2000 [cit. 2011-05-18]. Dostupné z WWW: <<http://www.chem.monash.edu.au/electrochem/theses/snook/chapter3.pdf>>.
- [11] Agilent Technologies, Inc. *Návod k obsluze : Osciloskopy řady 3000*. [s.l.] : [s.n.], 2005. 90 s. Dostupné z WWW: <http://www.htest.cz/download/DSO3000_CZ.pdf>. D3000-97000.
- [12] Agilent Technologies, Inc. *Service Guide : Agilent 33220A 20 MHz Function / Arbitrary Waveform Generator*. [s.l.] : [s.n.], 2005. 185 s. Dostupné z WWW: <<http://www.home.agilent.com/agilent/techSupport.jsp?pid=127539&pageMode=MN&lc=eng&cc=CZ>>. 33220-90012.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

DC	Stejnoseměrné napětí
P_s	Maximální polarizace
P_r	Remanentní polarizace
S	Namáhání (strain)
E	Vliv elektrického pole
P	Polarizace
Q_m	Faktor kvality
ε	Permitivita
PZT	Zirkoničitan-titaničitanu olova
QCM	Quartz Crystal Microbalance
BVD	Butterworth van Dyke

SEZNAM OBRÁZKŮ

obr. 1 Polarizace piezoelektrické keramiky.....	12
obr. 2 Krystalická struktura typické piezoelektrické keramiky	13
obr. 3 a) Hysterezní křivka polarizace, b) relativní zvětšení / zmenšení rozměrů (namáhání S) ve směru polarizace; vliv elektrického pole (E), polarizace (P), odpovídající prodloužení / stažení piezoelementu [1]	14
obr. 4 Chování piezoelementu jako zdroje a pohonu [1].....	16
obr. 5 Mechanické a elektromechanické vlastnosti piezoelektrického křemene, langasitu, lithum niobátu a lithium tantalátu [4]	22
obr. 6 Směry sil působících na piezoelektrický element.....	23
obr. 7 Srovnání mechanických a elektromechanických vlastností ZnO, AlN a PZT. [4].....	25
obr. 8 Ideální tvar pravotočivého monokrystalu (α modifikace křemene), roviny výbrusů	26
obr. 9 Stříhový piezoelektrický jev.....	27
obr. 10 Teplotní charakteristiky AT-řezu křemenným krystalem.....	28
obr. 11 Standardní jednopalcový QCM krystalový senzor. Vlevo: kontaktní povrch, vpravo: snímací povrch [9]	30
obr. 12 BVD model QCM.....	34
obr. 13 Fotka měřící aparatury	39
obr. 14 Přední panel osciloskopu Agilent DSO 3202A [11].....	40
obr. 15 Osciloskop Agilent DSO 3202A, pohled zepředu [11]	41
obr. 16 Průběh signálu při frekvenci mimo oblast rezonance	42
obr. 17 Průběh signálu v oblasti rezonance.....	43
obr. 18 Průběh signálu téměř v rezonanci.....	43
obr. 19 Znázornění předního panelu Generátoru střídavých signálů Agilent 33220A	45
obr. 20 Nastavení amplitudy střídavého signálu pomocí generátoru Agilent 33220A	46
obr. 21 Sonda přístroje QCM 200 Stanford Research Systems [9].....	47
obr. 22 Blok 1 – ladění frekvence a měření amplitudy.....	49
obr. 23 Blok 2 – přepočet amplitudy na impedanci.....	50

obr. 24 Blok 3 - nastavení pomocné proměnné pom.....	50
obr. 25 Blok 4 – nastavení měřítka osciloskopu.....	52
obr. 26 Blok 5 – zobrazení impedanční charakteristiky.....	53
obr. 27 Blok 6 – uložení naměřených dat do souboru	54
obr. 28 Kapička vody uprostřed plochy senzoru	58
obr. 29 Vlas položený na ploše senzoru.....	59
obr. 30 Vrstvička vody nanesená na ploše piezokrystalu.....	60

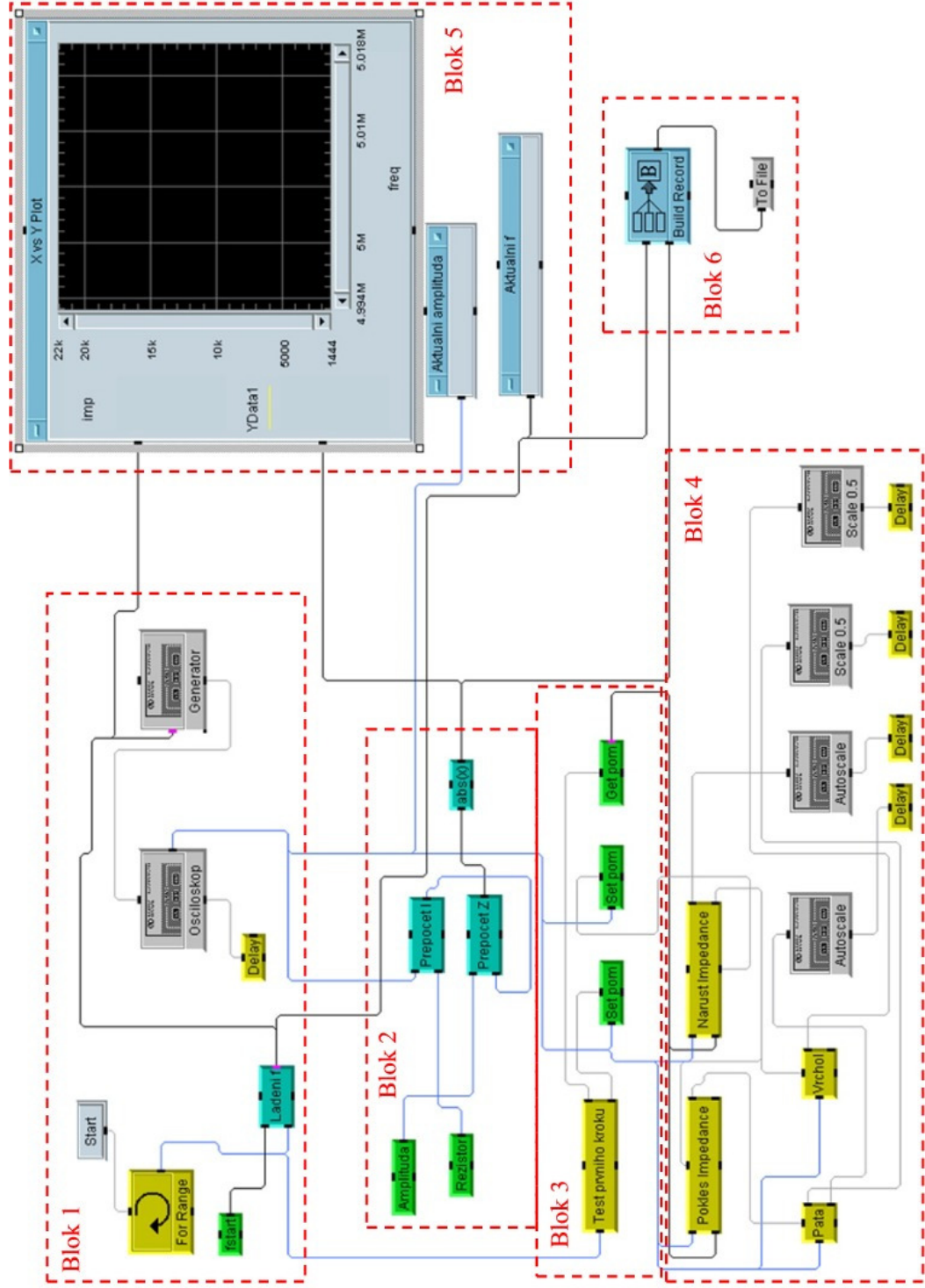
SEZNAM GRAFŮ

Graf 1: Impedanční charakteristika - nezatížený piezokrystal – Měření I	55
Graf 2: Impedanční charakteristika - nezatížený piezokrystal – Měření II.....	56
Graf 3: Impedanční charakteristika - nezatížený piezokrystal – Měření III	57
Graf 4: Impedanční charakteristika - zatížení piezokrystalu kapičkou vody.....	58
Graf 5: Impedanční charakteristika - zatížení piezokrystalu položením vlasu na jeho plochu	59
Graf 6: Impedanční charakteristika – vrstvička vody nanesená na ploše senzoru	60
Graf 7: Impedanční charakteristika – zatížení dechem	61
Graf 8: Impedanční charakteristika – společný graf	62

SEZNAM PŘÍLOH

- P I** Struktura programu impedance_new
- P II** Společný graf impedančních charakteristik bez zatížení a se zatížením

PŘÍLOHA P I: STRUKTURA PROGRAMU IMPEDANCE_NEW



PŘÍLOHA P II: SPOLEČNÝ GRAF IMPEDANČNÍCH CHARAKTERISTIK BEZ ZATÍŽENÍ A SE ZATÍŽENÍM

