

О. С. ПАВЛЮЧЕНКО, д. ф.-м. н. О. Л. КУКЛА

Україна, м. Київ, Інститут фізики напівпровідників ім. В. Є. Лашкарьова НАН України

E-mail: pavluchenko@isp.kiev.ua

## КВАЗИСИНХРОННА ТЕРМОКОМПЕНСАЦІЯ В ІОНОМЕТРІЇ ІЗ ЗАСТОСУВАННЯМ ІСПТ.

### Частина 2: Практична реалізація

*Наведено другу частину роботи, де представлено варіант реалізації вторинного вимірювального перетворювача (ВВП) для іонометричних датчиків на основі іон-селективних польових транзисторів (ІСПТ). Особливістю запропонованого ВВП є можливість програмного керування напругою зміщення ІСПТ, завдяки чому ІСПТ можна використовувати як датчик температури. Послідовне переключення між іонометричним й термометричним режимами роботи датчика з подальшою алгоритмічною обробкою отриманих даних мікропроцесором, який входить до складу ВВП, дозволяє компенсувати температурну залежність електродного потенціалу ІСПТ. Наведено принципові електричні схеми основних вузлів ВВП та експериментальні оцінки термометричної характеристики ІСПТ-датчика й ефективності термокомпенсації.*

*Ключові слова: іон-селективний польовий транзистор, іонометрія, компенсація температурної залежності, термодатчик, вимірювальний перетворювач.*

Ця публікація є продовженням роботи [1], де були викладені загальні принципи побудови іонометричного перетворювача з твердотільними іончутливими електродами, що водночас виконують роль термодатчиків, і продемонстрована можливість застосування такого перетворювача для реалізації іономіра з функцією компенсації температурної залежності електродного потенціалу без використання додаткового термометричного тракту. Суміщення двох функцій (іонометричної та термометричної) в одному датчику досягається при цьому завдяки структурі вимірювального перетворювача, воно не пов'язане з будь-якими специфічними особливостями самих датчиків, за винятком звичайних технологічних елементів, спільних для всіх польових транзисторів, в тому числі іон-селективних (ІСПТ).

Ключовими компонентами запропонованого в [1] вимірювального перетворювача (ВВП) є керуване мікропроцесором джерело напруги зміщення ІСПТ і трансїмпедансний підсилювач (перетворювач «струм — напруга»), здатний перетворювати вхідні сигнали будь-якої полярності. В першій частині роботи була розглянута принципова схема аналогової частини ВВП в загальному вигляді з представленням деяких її елементів моделями ідеальних джерел напруги, побудована без врахування низки вимог, що висуваються до реального вимірювального приладу і які потрібно враховувати під час проектування. Для симуляції роботи схеми використовувались ідеалізовані моделі пасивних і активних компонентів з комплектної бібліотеки моделей програмного забезпечення MicroCap [2], при цьому ІСПТ-датчик заміщувався еквівалентною схемою на основі моде-

лі серійного  $p$ -канального польового транзистора з вертикальним каналом, який виготовляється методом подвійної дифузії. Реальні ІСПТ відрізняються від використаної моделі щонайменш у відношенні геометрії та розмірів областей легування, що може позначатися на температурних залежностях їхніх характеристик.

В цій частині роботи більш детально розглядається конкретний варіант реалізації запропонованої структури вимірювального перетворювача, призначеного для використання з датчиком, виготовленим відповідно до описаних нами раніше конструкції та технології [3].

#### Приклад реалізації електричних схем основних компонентів ВВП

Обговорюваний в цій роботі вимірювальний перетворювач був практично реалізований в розробленому зараз в Інституті фізики напівпровідників НАНУ прототипі сигналізатора загальної токсичності (СЗТ) водних розчинів. Прилад призначається для токсикометричного аналізу рідких зразків за допомогою набору біосенсорів, в основі яких лежать розроблені раніше в ІФН НАНУ здвоєні ІСПТ-перетворювачі [3, 4]. Електрична схема СЗТ містить вісім ідентичних вимірювальних каналів, що обслуговують чотири диференційні пари датчиків. Цифрова частина вимірювальної схеми, до якої входять аналого-цифрові перетворювачі (АЦП), мікропроцесор, оперативна та напівпостійна пам'ять і підсистема формування синхросигналів, реалізується мікропроцесорним ядром та вбудованими периферійними модулями центрального мікроконтролера прила-

ду (використовувалась мікросхема ATSAM20G16, Atmel Corp., нині Microchip Inc.). Вхідні аналогові кола вторинного вимірювального перетворювача (ВВП) в основному відповідають модельній схемі, наведеній в [1], але містять низку допоміжних фільтрувальних та захисних елементів — зокрема, супресорів для захисту від розрядів статичної електрики, оскільки ІСПТ-датчики підключаються до зовнішнього роз'єму на корпусі приладу. Принципову схему аналогової частини одного каналу ВП показано на **рис. 1**.

Основу аналогової частини вимірювального каналу ВВП складає перетворювач «струм — напруга» із зміщеною спільною точкою, придатний до перетворення струмів, що протікають через ІСПТ-датчик в обидвох напрямках — тобто через канал транзистора та через *p-n*-перехід «стік — підкладка» при прикладанні до виток/підкладки напруги зворотної полярності. Цей вузол реалізується за допомогою операційного підсилювача (ОП) DA1.

Коефіцієнт перетворення «струм — напруга» визначається опором резистора R5 і в розглядуваному варіанті ВП складає 1,5 В/мА (R5 = 1,5 кОм). Опір R3 визначає крутизну (чутливість) перетворення напруги «стік — підкладка» у вимірюваний струм в режимі вимірювання температури при  $V_s < V_{ref}$ . За номінальної величини R3 = 510 Ом чутливість складає 1,96 мкА/мВ.

Резистор R4 = 390 Ом  $\approx$  R3 || R5 компенсує розбаланс напруг на входах ОП, викликаний струмами зміщення вхідних каскадів останнього.

Для забезпечення сили струму, що потрапляє приблизно в середину діапазону вимірюваних струмів

(від -1 до +1 мА), в режимі вимірювання температури напруга зміщення датчика встановлюється рівною  $V_s [B] \approx V_{ref} - 0,6 - R3 [Om] \cdot 5 \cdot 10^{-4} \approx 0,765$  В.

Ємність C1 = 0,22 мкФ служить для фільтрації імпульсних завад на лінії живлення ОП. Ємності C2 = 1 мкФ та C3 = 0,22 мкФ призначаються для попередньої фільтрації власних шумів ІСПТ-датчика й шумів джерела опорної напруги  $V_{ref}$  відповідно. Номінальні значення цих ємностей обираються, головним чином, виходячи з вимог конструкції (геометрії й габаритів друкованої плати) та з міркувань скорочення номенклатури елементів схеми, і за потреби можуть бути збільшені.

АЦП тактується синхросигналом з номінальною частотою  $f_{CLK\_ADC} = 93750$  Гц. Вибірка й перетворення одного значення потребують семи тактів синхросигналу, при цьому послідовно опитуються вісім вимірювальних каналів. Ефективна частота вибірки в одному каналі таким чином дорівнює  $f_{sample} = 93750/7/8 \approx 1674$  Гц.

Постійна часу R5·C2 має задовольняти умові  $R5 \cdot C2 > \kappa / (\pi \cdot f_{sample})$ . (1)

Якщо коефіцієнт запасу  $\kappa = 1$ , права частина тут дорівнює приблизно 190 мкс. Необхідне значення  $\kappa$  визначається реальними динамічними характеристиками (спектральним складом) оцифрованого сигналу та рівнем присутніх у сигналі шумів. За вказаних вище номіналів R5 і C2 нерівність (1) виконується при коефіцієнті  $\kappa = 7,89$ .

Елементи R6, VD3 служать для захисту входів АЦП у тих випадках, коли напруга на виході операційного підсилювача перевищує гранично допустимі

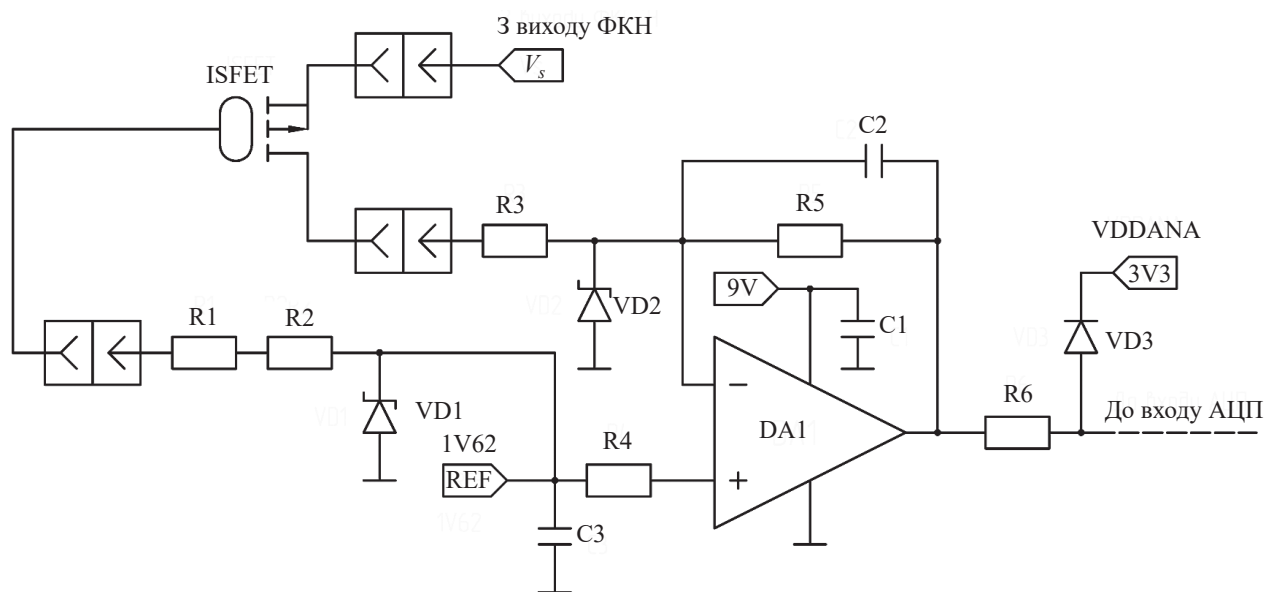


Рис. 1. Принципова схема вхідної аналогової частини іонметричного ВП:

ФКН — формувач керуючої напруги (напруги зміщення) датчика;  $V_s$  — напруга зміщення ІСПТ; REF (1V62) — напруга умовного нуля ( $V_{ref}$ ); 9V — напруга живлення операційного підсилювача DA1; VDDANA (3V3) — напруга живлення аналогових компонентів мікроконтролера

ме значення ( $V_{DDANA} + 0,6 \text{ В} = 3,9 \text{ В}$ ). Опір  $R_6$  має бути достатньо великим для обмеження струму діода  $VD_3$  в найгіршій можливій ситуації (напруга на виході ОП біля  $9 \text{ В}$ ), але при цьому не має погіршувати динамічні характеристики входу АЦП. Згідно з паспортними даними мікроконтролера, для виконання останньої вимоги має виконуватись нерівність  $1/(2f_{ADC\_CLK}) > 9,02 \cdot (R_4 + R_{SH}) \cdot C_{SH}$  (2)

де  $R_{SH}$ ,  $C_{SH}$  — послідовний вхідний опір та ємність вибірки й зберігання АЦП. Паспортні значення  $R_{SH}$  та  $C_{SH}$  складають, відповідно,  $3,5 \text{ кОм}$  та  $3,5 \text{ пФ}$ . Таким чином, опір  $R_6$  має задовольняти умові

$$R_6 < 1/(9,02 \cdot 2f_{ADC\_CLK} \cdot C_{SH}) - R_{SH} \approx 165 \text{ кОм.} \quad (3)$$

За обраного номіналу  $R_6 = 2 \text{ кОм}$  ця вимога виконується із значним запасом.

Захисним діодом  $VD_3$  може бути діод Шоткі з малою величиною падіння напруги в прямозміщеному стані, наприклад  $BAT54$ .

Елементи схеми  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $VD_1$ ,  $VD_2$  служать для захисту кіл, що виводяться на зовнішній роз'єм на корпусі приладу, від розрядів статичної електрики. Для захисту інвертуючого входу ОП струмовимірювального каналу використовується супресор  $VD_2$ , який встановлюється безпосередньо біля виводу мікросхеми ОП. Роль баластного опору при цьому виконує резистор  $R_3$ . Оскільки струм протікання супресора за такого його включення безпосередньо віднімається від вимірюваного струму датчика, в ролі  $VD_2$  необхідно використовувати супресори з низьким струмом протікання, наприклад діоди серії  $MMBZxAL$  виробництва  $NXP$  Semiconductors (нині Nexperia). Пробійну напругу супресорів доцільно обирати близькою до напруги живлення ОП, тобто використовувати діоди  $MMBZ12VAL$  (робоча напруга  $8,5 \text{ В}$ ) або  $MMBZ15VAL$  (робоча напруга  $12 \text{ В}$ ).

Неінвертуючий вхід ОП струмовимірювального каналу з'єднується (через резистор  $R_4$ ) зі спільним джерелом опорної напруги  $V_{ref}$ , відповідно, з виво-

дом зовнішнього роз'єму. Для цієї лінії використовується колективний (спільний для всіх восьми каналів перетворення) захист у вигляді супресора  $VD_1$  і низькоомних баластних резисторів  $R_1 = R_2 = 5R_1$ . Два послідовно з'єднаних резистори використовуються в цілях уніфікації номенклатури елементів схеми й водночас для збільшення ефективної пробійної напруги баластного опору. З парної сторони зовнішнього роз'єму до джерела  $V_{ref}$  підключається високоімпедансне навантаження (електрод порівняння), тому присутність додаткових баластних резисторів не перешкоджає нормальній роботі схеми. В ролі  $VD_1$  можна використовувати супресор з меншою ніж у  $VD_2$  пробійною напругою (наприклад  $MMBZ6V8AL$ , з робочою напругою  $4,5 \text{ В}$ ). Паразитна ємність і струм протікання  $VD_1$  не мають суттєвого значення з точки зору функціональної придатності схеми.

Напруга зміщення спільної точки  $V_{ref}$ , що визначає рівень умовного нуля для ІСПТ-датчика, перетворювача «струм — напруга» та АЦП, задається за допомогою мікросхеми шунтуючого регулятора  $LM4041$  (Texas Instruments). Величина  $V_{ref}$  є фіксованою для обраного варіанта реалізації схеми, а її номінальне значення ( $1,62 \text{ В}$ ) відповідає приблизно середині діапазону напруг перетворюваних АЦП (тобто половині опорної напруги АЦП, яка в нашому випадку дорівнює  $3,3 \text{ В}$ ).

Напруга керування датчиком  $V_s$  формується за допомогою фільтрації цифрового сигналу, який надходить з виходу широтно-імпульсного модулятора (ШІМ), керованого вбудованим таймером мікроконтролера. Це дозволяє задавати величину  $V_s$  програмно і змінювати її в процесі роботи приладу, завдяки чому й здійснюється перемикання між термометричним та іонометричним режимами роботи. Частота модуляції ШІМ складає  $5,86 \text{ кГц}$ , роздільна здатність модулятора — до  $12$  двійкових розрядів. Принципову схему аналогової частини формувача керуючої напруги (ФКН) наведено на **рис. 2**.

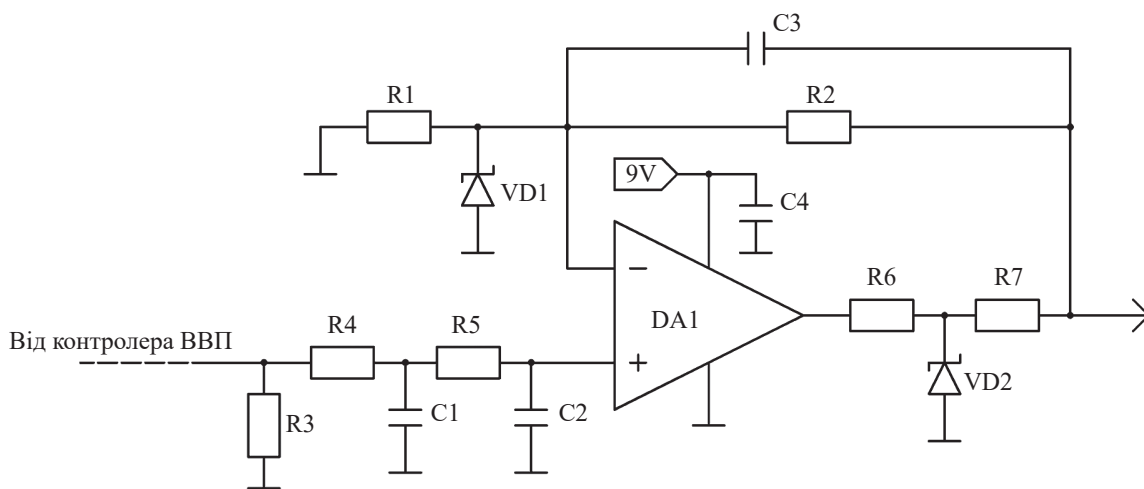


Рис. 2. Принципова схема аналогової частини (крайового каскаду) формувача керуючої напруги датчиків

Фільтр низьких частот ФКН утворюється елементами схеми  $R_1, R_2, R_4, R_5, C_1, C_2, C_3$ . Номінали елементів  $R_1 = R_1, R_2 = R_2, R_4 = R_5 = R, C_1 = C_2 = C_3 = C$  фільтра обираються таким чином, щоб він забезпечував підсилення постійної складової з коефіцієнтом  $\approx 2,5$  і придушення на частоті модуляції ШІМ не менше 80 дБ. При цьому опір  $R$  має бути достатньо великим, щоб фільтр не створював надмірного навантаження на цифровий порт контролера. В схемі прототипу СЗТ використовуються елементи з номінальними значеннями  $R = 20$  кОм,  $R_1 = 2$  кОм,  $R_2 = 3$  кОм та  $C = 0,22$  мкФ. За таких значень параметрів фільтра розрахункова величина придушення на частоті 5,86 кГц складає 88,3 дБ.

Вхід фільтра ФКН безпосередньо з'єднано з виходом широтно-імпульсного модулятора контролера ВВП. На початковому етапі роботи пристрою, до завершення процедури встановлення конфігурації портів вводу/виводу, виходи контролера перебувають у високоімпедансному стані і не мають визначеного потенціалу. Це може призводити до виникнення викидів напруги на виході фільтра в момент вмикання живлення, що є небажаним, якщо під час вмикання до приладу приєднаний датчик. Для запобігання такій ситуації до схеми ФКН включено резистор  $R_3 = 120$  кОм, який фіксує потенціал входу фільтра на рівні спільної точки схеми при відключеному виході ШІМ.

Для захисту мікросхеми ОП ФКН використовується пара супресорів  $VD_1, VD_2$  з напругою пробою близькою до напруги живлення ОП (MMBZ12VAL або MMBZ15VAL, як і в колах захисту схеми рис. 1). Величина струму протікання супресорів в нормальному режимі роботи (за допробійних значень напруги) на функціональні характеристики ФКН істотно не впливає. Два супресора необхідні, оскільки інвертуючий вхід ОП фільтра ФКН з'єднується з виводом зовнішнього роз'єму через коло зворотного зв'язку ( $C_3 \parallel R_2$ ). Коло  $R_6, VD_2, R_7$  має Т-подібну топологію для ізоляції виходу ОП від паразитної ємності супресора та запобігання самозбудження підсилювача. Резистори  $R_6 = R_7$  з номінальним опором 5,1 Ом виконують струмообмежувальну функцію. Слід зазначити, що в процесі розробки конструкції приладу необхідно приділяти увагу вибору типорозмірів компонентів захисних кіл. Хоча в штатному режимі роботи іономера резистори в захисних колах ( $R_2, R_6, R_7$ ) не розсіюють велику потужність і не зазнають впливу високих напруг, під час спрацьовування захисту навантаження на ці елементи може зростати багаторазово, тому в цих частинах схеми рекомендується використовувати резистори збільшених габаритів.

Величина напруги на виході фільтра ФКН залежить як від скважності сигналу, який надходить з виходу ШІМ-контролера, так і від його амплітуди. Остання визначається напругою живлення та деталя-

ми реалізації цифрового порту контролера і може варіюватися від екземпляра до екземпляра мікросхеми. Крім цього, в околах нульового й максимального значень коефіцієнту заповнення ШІМ функція перетворення ФКН очікувано відхиляється від лінійної. Ці ускладнення долаються шляхом належної стабілізації та фільтрації напруги живлення мікроконтролера, обраного із запасом коефіцієнта підсилення аналогового фільтра ФКН, та цифрової корекції функції перетворення ФКН в програмі, виконуваний контролером. Для корекції проводяться калібрувальні вимірювання, за результатами яких визначаються параметри фактичної лінійної залежності між значеннями коефіцієнта заповнення ШІМ та вихідної напруги ФКН.

Реалізація ФКН у прототипі СЗТ після калібрування дозволяє формувати напругу в діапазоні 0,5—7,5 В відносно спільної точки схеми ВВП (що відповідає діапазону від -1,12 до 5,88 В відносно умовного нуля датчиків) з роздільною здатністю не гірше 3 мВ з урахуванням всіх систематичних похибок перетворення.

Запропоновані варіанти ВП (рис. 1) і формувача напруги (рис. 2) дозволяють організувати багатоканальний вимірювальний тракт (чотири диференціальних вимірювальних канали й чотири канали ФКН), використовуючи всього три мікросхеми чотирьоканальних ОП LM342A і порівняно невелику кількість дискретних пасивних компонентів. В результаті сконструйований прототип СЗТ є достатньо компактним — всі елементи електричної схеми приладу, як цифрової, так і аналогової її частини, розміщуються на одній двосторонній друкованій платі з габаритами 142×75 мм.

Оскільки запропонований алгоритм термокомпенсації передбачає динамічне переключення режимів роботи датчика, динамічні характеристики вимірювального тракту мають чимале значення. Вимоги до цих характеристик визначаються цільовим призначенням приладу, тобто конкретною вимірювальною задачею і зумовленим нею протоколом проведення вимірювань. Динамічні характеристики тракту, в свою чергу, визначаються характеристиками окремих його частин: швидкістю відгуку первинного вимірювального перетворювача (ПВП), частотною характеристикою вторинного перетворювача вихідного сигналу датчика та часом усталення вихідної напруги ФКН.

Як видно зі схеми на рис. 1, постійна часу перетворювача «струм — напруга» в аналоговій частині ВВП дорівнює  $R_5 \cdot C_2 = 1,5$  мс. Насправді, однак, в реалізованому прототипі приладу значна частина фільтрації реєстрованого корисного сигналу здійснюється в цифровій частині тракту, після аналого-цифрового перетворення. Програма обробки даних, що виконується центральним контролером СЗТ, містить рекурсивний фільтр низьких частот другого порядку та виконує усереднення з децимацією за 256 відліками.

В результаті гранична частота реєстрації відліків даних складає  $\approx 6 \text{ с}^{-1}$ .

Розрахунковий час усталення вихідної величини напруги аналогового фільтра ФКН (рис. 2) по рівню 99% від номінального усталеного значення дорівнює  $\approx 55 \text{ мс}$ , що відповідає граничній частоті зміни напруги  $V_s \approx 18 \text{ с}^{-1}$ . Беручи до уваги граничну частоту реєстрації відліків вихідного сигналу датчика, можна говорити про частоту переключення режимів роботи датчика в межах  $1—4 \text{ с}^{-1}$ .

Як видно з наведених оцінок, розглядуваний прилад проектується в розрахунку на відносно повільну динаміку зміни вимірюваних величин. У поточній реалізації прототипу СЗТ розподіл часу між циклами вимірювання активності іонів і вимірювання температури несиметричний — на 16 відліків іонометричного сигналу припадає один відлік термометричного. Таке співвідношення було обране на підставі досвіду попередніх розробок біосенсорних пристроїв, де використовувались аналогічні ІСПТ-датчики. Під час проведення біосенсорного аналізу токсичності виміри активності іонів є по суті статичними — через специфіку протоколу, що передбачає визначення стаціонарних значень зміни активності ферментів в аналізованому розчині відносно контрольного. У випадку використання пропонованих схемних рішень в приладах іншого цільового призначення, із більш жорсткими вимогами до динамічних характеристик ВВП, може знадобитися ревізія елементної бази, а можливо, й більш істотна структурна та схематична модифікація проектуваного іономера.

Що стосується самого датчика, час усталення первинного відгуку ІСПТ на стрибкоподібну зміну рН становить приблизно 100 мс, але в подальшому, як правило, має місце повільний дрейф електродного потенціалу, характерні значення постійних часу якого можуть складати і одиниці, і десятки годин [5, 6].

Ще одним фактором, про який варто згадати, є вплив складу аналізованого розчину на динаміку відгуку датчика. Пропонований тут спосіб суміщення іонометричної та термометричної функцій є придатним за умови, що при перемиканні в термометричний режим поверхневий потенціал чутливого елемента ІСПТ-датчика залишається незмінним. Це є справедливим для розчинів з високою електропровідністю, де електричне поле в об'ємі розчину практично відсутнє. У високоімпедансних розчинах можуть виникати поляризаційні та дифузійні ефекти, що призводять до затримки відновлення рівня корисного сигналу датчика при перемиканні з термометричного режиму на іонометричний. Докладний розгляд причин і характеру низькочастотних флуктуацій електродного потенціалу ІСПТ виходить за рамки цієї роботи, але хочемо зазначити, що при проектуванні іонометричних пристроїв, орієнтованих на динамічні виміри,

та при характеризації меж похибки вимірювання активності іонів ці явища можуть відігравати значну роль.

На практиці оптимальну для квазісинхронної термокомпенсації частоту перемикавання режимів роботи датчика бажано підбирати експериментально, виходячи з реальних умов застосування іономера.

### Експериментальна перевірка ефективності термокомпенсації

Синхронне вимірювання температури зразка та електродного потенціалу дозволяє коригувати температурну залежність корисного сигналу при цифровій обробці отриманих даних вбудованим в іонометричний прилад мікропроцесором. Для ефективної термокомпенсації, однак, необхідно мати адекватну модель термальності чутливості датчика при його роботі в іонометричному режимі, яка б з достатньою точністю відбивала реальну температурну залежність. На практиці на ідеалізовані залежності, наведені в [7] і у вступі до [1], можуть накладатися технологічні й конструктивні фактори, що призводять до відхилення від теоретичних передбачень. Становить інтерес експериментальна оцінка як характеристик реального датчика, так і придатності для компенсації температурної похибки простої лінійної корекції, яка не потребує складних обчислювальних та калібрувальних процедур.

З цієї метою були проведені вимірювання реальних температурних залежностей за допомогою екземпляра ІСПТ-датчика, виготовленого за описаною в [3] технологією. Для вимірювань датчик встановлювався в кювету, заповнену калібрувальним буферним розчином (водний розчин гідрофосфатів натрію та калію) з номінальною величиною рН 7,00. Кювета розміщувалась на платформі магнітної мішалки, вбудований нагрівач якої використовувався для варіювання температури. Для реєстрації температури використовувалась хромель-алюмелева термопара, яка занурювалась безпосередньо у розчин. Для запобігання взаємодії металів термопари з розчином використовувалась поліетиленова ізоляція. Для вимірювання і реєстрації струму датчик підключався до вимірювального перетворювача, побудованого за схемою рис. 1. Величина напруги  $V_s$  встановлювалась такою, щоб і в транзисторному (іонометричному), і в діодному (термометричному) режимах роботи датчика початкова величина сили струму в каналі ІСПТ складала близько 500 мкА. Згідно зі знятими з термопари показаннями температура змінювалась в діапазоні  $34,9—58,8^\circ\text{C}$  при роботі датчика в діодному режимі та  $29,3—43,8^\circ\text{C}$  в транзисторному.

Оскільки сила струму й температура розчину реєструвались окремо, для отримання залежності струму від температури співставлялись записи залежностей цих величин від часу  $t$ . При цьому, оскільки інерцій-

ність термопарі значно вища, ніж напівпровідникового датчика, при суміщенні записів вводився компенсаційний зсув по осі часу.

Для визначення потрібної величини зсуву знаходили постійну часу  $\tau$  термопарі. Це відбувалося наступним чином. Спочатку фіксувалися значення температури  $T$ , вимірювані термопарою після стрибкоподібної зміни температури середовища за різного часу охолодження  $t$ . Для цього термопару виймали з нагрітого до  $54,8^\circ\text{C}$  розчину і протягом деякого часу витримували на повітрі з температурою  $22,1^\circ\text{C}$ , при цьому періодично (з інтервалом 1 с) фіксувалися значення температури термопарі  $T(t)$ . Отримані дані використовували для пошуку величини  $\tau$ , що проводився з застосуванням функції, загальний вигляд якої впливає з відомих законів теплообміну [8, п. 20.2]:

$$T(t) = 54,8 - (54,8 - 22,1) \cdot (1 - \exp(-t/\tau)). \quad (4)$$

Знайдене значення  $\tau$  склало 13,7 с.

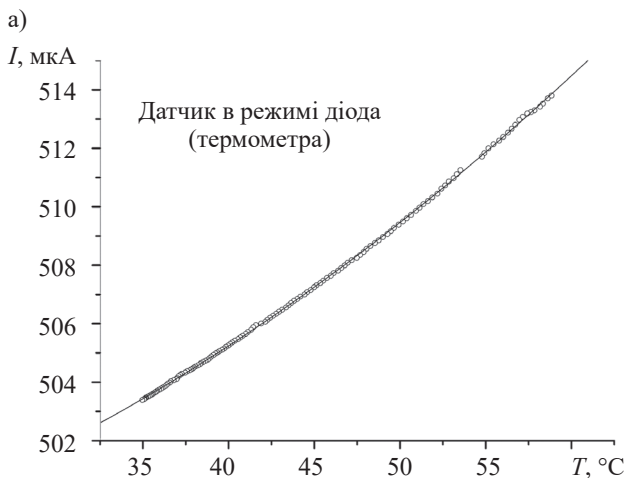
Для суміщення записів часових залежностей струму й температури використовувався відносний зсув на 30 с (що відповідає  $\approx 2,2\tau$ ) з подальшим усередненням значень температури та сили струму на 15-секундних інтервалах. Отримані таким чином залежності  $I(T)$  показані в графічному вигляді на рис. 3. Перша з них, на рис. 3, а, може використовуватись як калібрувальна, що дозволяє надалі вимірювати температуру за допомогою ІСПТ-датчика без додаткового термометра. З рисунка видно, що термометрична функція перетворення реального датчика відхиляється від лінійної, тому для її характеристики використовувалась квадратична регресія. Для розглядуваного прикладу отримані функції прямої залежності і, відповідно, оберненої мають вигляд

$$I(T) = 496,37 + 0,004 \cdot T^2 + 0,06187 \cdot T; \quad (5)$$

$$T(I) = 125 \cdot \sqrt{0,003828 - 0,016 \cdot (496,37 - I)} - 7,7337, \quad (6)$$

де  $I$  — струм датчика в мкА;

$T$  — температура в градусах Цельсія.



Середньоквадратичне відхилення (СКВ) експериментальних даних від залежності (4) складає 0,0356 мкА. На підставі цієї величини можна оцінити межі похибки визначення температури за формулою (5), підставляючи до неї значення  $I$  з додаванням подвоєного СКВ (що відповідає довірчому інтервалу з імовірністю 0,95). Отримана таким чином оцінка граничної похибки для діапазону температури  $29,3\text{—}43,8^\circ\text{C}$ , в якому проводились тестові вимірювання в транзисторному режимі, не перевищує  $\pm 0,25^\circ\text{C}$ .

На рис. 3, б крива 2 — залежність струму датчика (в режимі транзистора), відкоригована шляхом ділення на коригувальний коефіцієнт  $1 + (T - 25)/298$  (тут  $T$  — виміряна температура в градусах Цельсія, 25 та 298 — опорна температура в градусах Цельсія та в Кельвінах відповідно). Суцільними лініями показані межі, що відповідають наведеним вище межах похибки вимірювання температури. Розкид вимірних значень сили струму без компенсації впливу температури складає 24,84 мкА, розкид після компенсації (з урахуванням внеску похибки вимірювання температури) — 2,15 мкА. Таким чином, результати експерименту підтверджують можливість ефективного зменшення абсолютної похибки вимірювань за допомогою простої лінійної корекції.

Як видно з рис. 3, б, нахил некомпенсованої температурної залежності датчика в іонметричному режимі становить приблизно 1,5 мкА/К. При типовій струмовій чутливості датчика 30—40 мкА/pH [9, 10] це відповідає величині похибки 0,04—0,05 pH/К. Якщо вважати таку величину похибки вимірювання pH припустимою, то навіть термокомпенсація з помилкою вимірювання температури порядку  $\pm 1$  К даватиме позитивний ефект, тобто на практиці, принаймні в деяких випадках, можна використовувати лінійну апроксимацію функції перетворення датчика в термометричному режимі (рис. 3, а) і, відповід-

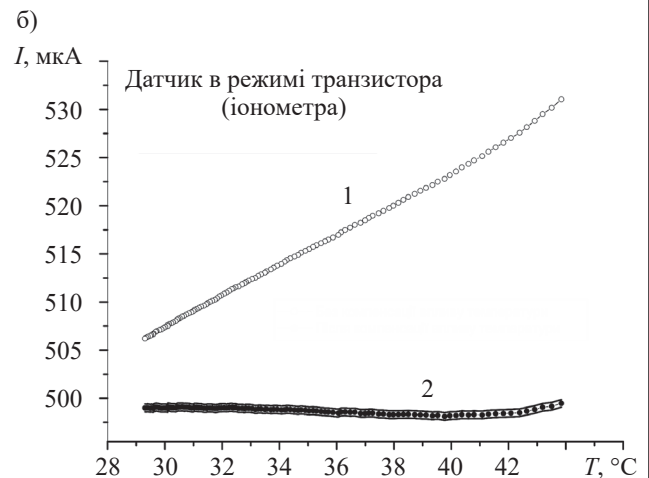


Рис. 3. Залежність струму ІСПТ-датчика від температури в термометричному (а) та іонметричному (б) режимах роботи, отримані без компенсації (1) та після компенсації (2) впливу температури

но, простішу, з обчислювальної точки зору, процедуру корекції впливу температури.

Спостережуване в експерименті збільшення сили струму в каналі ІСПТ зі зростанням температури при роботі датчика в іонометричному режимі та близькість значення коефіцієнта нахилу температурної залежності до величини  $1 + \Delta T/T_0$  свідчать про те, що головну роль у температурній залежності відіграє зміна поверхневого електродного потенціалу, але за відносно високих температур, вочевидь, починає проявлятися вплив й інших факторів (тобто температурозалежних процесів, що протікають і в аналізованому розчині, і в напівпровідникових та діелектричних матеріалах чутливого елемента датчика). Проте застосування простої мультиплікативної корекції достатньо для зменшення коливань вимірних значень струму до величини, що відповідає залишковій похибці 0,05—0,07 рН (за вказаних вище типових значень струмової чутливості датчика) в усьому діапазоні задіяних в експерименті температур.

### Висновки

Викладені результати макетування елементів вторинного вимірювального перетворювача й експериментальної оцінки характеристик ІСПТ погоджуються з результатами моделювання, представленими в першій частині роботи, і підтверджують перспективність практичної застосовності запропонованих в [1, 3] архітектури перетворювача і способу компенсації впливу температури на функцію перетворення датчиків.

Серед можливих напрямків подальших досліджень, націлених на оптимізацію та вдосконалення запропонованої методики термокомпенсації, слід відзначити такі: більш ретельний аналіз динамічних характеристик вимірювального тракту та визначення меж частоти перемикання режимів функціонування датчика, за якої зберігається ефективна синхронність термометричного й іонометричного сигналів — для розширення сфери застосування методики поза рамки статичних вимірів, а також дослідження стабільності термометричних характеристик датчиків для уточнення протоколів калібрування й покращення алгоритмів використання термометричних даних

в програмі, виконуваний мікроконтролером іономіра. Цим питанням буде приділена увага в ході завершення розробки сигналізатора загальної токсичності.

Автори сподіваються, що застосування запропонованих структурних і схемотехнічних рішень сприятиме подальшому вдосконаленню сучасних іонометричних пристроїв і більш широкому впровадженню твердотільних іонометричних датчиків в лабораторну та виробничу практику.

### ВИКОРИСТАНІ ДЖЕРЕЛА

1. Павлюченко О. С., Кукла О. Л. Квазісинхронна термокомпенсація в іонометрії з застосуванням ІСПТ. Частина 1: Теорія та моделювання. *Технологія і конструювання в електронній апаратурі*, №3–4, 2021, с. 36–44. <https://doi.org/10.15222/TKEA2021.3-4.36>
2. <http://www.spectrum-soft.com/> (Дата обращения 10.03.2021)
3. Павлюченко А. С., Кукла А. Л., Голтвянский Ю. В. Применение ионоселективных полевых транзисторов для ферментного анализа токсичных примесей в водных растворах. *Технологія і конструювання в електронній апаратурі*, 2010, № 3, с. 35–46.
4. Кукла О. Л., Павлюченко О. С., Голтвянский Ю. В. та ін. Сенсорні масиви на основі диференціальних ІСПТ-елементів для моніторингу токсичних речовин природного та штучного походження. *Сенсорна електроніка і мікросистемні технології*, № 2, 2008, с. 58–68.
5. Jung-Lung Chiang, Jung-Chuan Chou, Ying-Chung Chen. Study of the pH-ISFET and EnFET for Biosensor Applications. *Journal of Medical and Biological Engineering*, 2001, vol. 21, iss. 3, p. 135–146
6. Bousse L., Hafeman D., Tran N. Time-dependence of the chemical response of silicon nitride surfaces. *Sensors and Actuators B*, 1990, vol. 1, iss. 1–6, p. 361–367. [https://doi.org/10.1016/0925-4005\(90\)80231-N](https://doi.org/10.1016/0925-4005(90)80231-N)
7. Gaddour A., Dghais W., Hamdi B., Ben Ali M. Temperature compensation circuit for ISFET sensor. *Journal of Low Power Electronics and Applications*, 2020, vol. 10, iss. 1, 2. <https://doi.org/10.3390/jlpea10010002>
8. Кузьмичев В. Е. *Законы и формулы физики*. Киев, Наукова думка, 1989, 864 с.
9. Кукла А. Л., Лозовой С. В., Павлюченко А. С., Нагибин С. Н. Исследование метрологических параметров датчиков на основе рН-чувствительных полевых транзисторов. *Технологія і конструювання в електронній апаратурі*, №2–3, 2013, с. 61–68.
10. Lozovoy S., Kukla A., Pavluchenko A. Investigation of metrological performance of the ISFET-based pH sensors. *Sensors & Transducers (MADICA '12)*, vol. 27, special iss., 2014, p. 225–232.

Дата надходження рукопису  
до редакції 29.03 2021 р.

QUASI-SYNCHRONOUS THERMOCOMPENSATION  
FOR ISFET-BASED IONOMETRIC DEVICES.

## Part 2: Implementation

*This paper is a continuation of the previously published work by the same authors, where general principles of the ionometric transducer design utilizing solid-state ion-sensitive electrodes (ion-sensitive field effect transistors, ISFETs) that can simultaneously serve as temperature sensors were laid out. In that part of the work, a possibility of using such transducer as a basis for ionometric device that performs automatic compensation of the temperature dependence of electrode potential without the need for a dedicated thermometric measuring path in the device structure was demonstrated with the circuit simulation results. Combination of the two functions (ionometric and thermometric) in a single sensor is achieved by separating the sensor operation modes in time, and dynamically switching between them by controlling the ISFET bias voltage.*

*In the present part, a practical implementation of the secondary transducer for ionometric sensors based on ISFET is considered and described. The proposed transducer provides the possibility of programmatic control of the ISFET bias voltage magnitude and polarity, thus allowing to use the ISFET as a temperature sensor. Consecutive switching between ionometric and thermometric modes of sensor operation, along with subsequent algorithmic processing of the obtained data by a microprocessor incorporated into the transducer structure, allows to compensate the temperature dependence of the ISFET electrode potential. Circuit diagrams for the main components of transducer — namely, the programmable voltage source for ISFET biasing and the transimpedance amplifier for the sensor output readout — are presented, as well as the experimental estimation of the ISFET sensor thermometric properties and the efficiency of thermocompensation.*

*Keywords: ion-selective field-effect transistor (ISFET), ionometry, compensation of temperature dependence, temperature sensor, measuring transducer.*

## REFERENCES

1. Pavluchenko A. S., Kukla A. L. Quasi-synchronous thermocompensation for ISFET-based ionometric devices. Part 1: Theory and simulation, *Tekhnologiya i Konstruirovannye v Elektronnoi Apparature*, 2021, no. 3–4, pp. 36–44. <https://doi.org/10.15222/TKEA2021.3-4.36> (Ukr)
2. <http://www.spectrum-soft.com/> (Date of access: 10.03.2021)
3. Pavluchenko A. S., Kukla A. L., Goltvjanskyi Yu. V. Application of ion-selective field-effect transistors for enzyme assay of toxic admixtures in aqueous solutions. *Tekhnologiya i Konstruirovannye v Elektronnoi Apparature*, 2010, no. 3, pp. 35–46. (Rus)
4. Kukla A. L., Pavluchenko A. S., Goltvjanskyi Yu. V. et al. Sensor arrays based on the differential isfet elements for monitoring of toxic substances of natural and artificial origin. *Sensor Electronics and Microsystem Technologies*, 2008, no. 2, pp. 58–68.
5. Jung-Lung Chiang, Jung-Chuan Chou, Ying-Chung Chen. Study of the pH-ISFET and EnFET for Biosensor Applications. *Journal of Medical and Biological Engineering*, 2001, vol. 21, iss. 3, pp. 135–146.
6. Bousse L., Hafeman D., Tran N. Time-dependence of the chemical response of silicon nitride surfaces. *Sensors and Actuators B*, 1990, vol. 1, iss. 1–6, pp. 361–367. [https://doi.org/10.1016/0925-4005\(90\)80231-N](https://doi.org/10.1016/0925-4005(90)80231-N)
7. Gaddour A., Dghais W., Hamdi B., Ben Ali M. Temperature compensation circuit for ISFET sensor. *Journal of Low Power Electronics and Applications*, 2020, vol. 10, iss. 1, 2. <https://doi.org/10.3390/jlpea10010002>
8. Kuz'michev V. Ye. *Zakony i formuly fiziki* [Physics laws and formulae]. Kyiv, Naukova dumka, 1989, 864 p.
9. Pavluchenko A. S., Kukla A. L., Nagibin S. M. Investigation of metrological parameters of sensors based on the pH-sensitive field effect transistors. *Tekhnologiya i Konstruirovannye v Elektronnoi Apparature*, 2013, no. 2–3, pp. 61–68. (Rus)
10. Lozovoy S., Kukla A., Pavluchenko A. Investigation of metrological performance of the ISFET-based pH sensors. *Sensors & Transducers (MADICA '12)*, vol. 27, special iss., 2014, pp. 225–232.

## Опис статті для цитування:

Павлuchenко О. С., Кукула О. Л. Квазісинхронна термокомпенсація в іонометрії із застосуванням ІСПТ. Частина 2: Практична реалізація. *Технологія і конструювання в електронній апаратурі*, 2021, № 5–6, с. 3–10. <http://dx.doi.org/10.15222/TKEA2021.5-6.03>

## Cite the article as:

Pavluchenko A. S., Kukla A. L. Quasi-synchronous thermocompensation for ISFET-based ionometric devices. Part 2: Implementation. *Tekhnologiya i Konstruirovannye v Elektronnoi Apparature*, 2021, no. 5–6, pp. 3–10. <http://dx.doi.org/10.15222/TKEA2021.5-6.03>