

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 1. Теорія та моделювання

Наведено першу частину роботи, що складається з двох частин, в якій пропонується варіант реалізації активної термокомпенсації температурної складової похибки результатів вимірювання рХ без ускладнення конструкції первинного вимірювального перетворювача. Описано структуру вимірювального перетворювача, який реалізує пропоновану концепцію, та представлено результати чисельного моделювання відповідної електричної схеми. Розглянуто можливість застосування як датчиків температури іонселективних польових транзисторів, які є первинними вимірювальними перетворювачами у складі іонметричного пристрою.

Ключові слова: іонселективний польовий транзистор, іонетрія, компенсація температурної залежності, термодатчик, вимірювальний перетворювач.

Твердотільні датчики активності іонів (рХ) на основі структур «діелектрик — напівпровідник» як альтернатива скляним електродам з рідким електролітом відомі й застосовуються на практиці з середини 1970-х років [1]. Такі датчики мають ряд властивостей, що роблять їх привабливими у випадках, де застосування типових скляних електродів ускладнене, наприклад в медицині для визначення активності іонів *in vivo* [1], в промисловості для аналізу агресивних середовищ [2], в системах екологічного моніторингу [3]. Одним з перспективних напрямків використання твердотільних датчиків рХ є біосенсори [4, 5]. Однак разом з перевагами — швидкодією, мініатюрністю, хімічною інертністю, відносною механічною міцністю, можливістю масового виготовлення на наявних потужностях напівпровідникової промисловості — твердотільним датчикам рХ притаманні також певні характерні недоліки, зокрема власні шуми [6], дрейф та нестабільність характеристик [7—9], і паразитна чутливість до таких параметрів середовища, як хімічний склад, температура та освітленість [10]. Тому розробка схемотехнічних, технологічних та конструктивних методів покращення метрологічних та експлуатаційних характеристик як самих датчиків, так і вимірювальних перетворювачів (ВП) й вимірювальних пристроїв, побудованих з їх застосуванням, є актуальним напрямком дослідницької та інженерної діяльності.

Аналіз проблеми

Проблема термокомпенсації, тобто зменшення впливу коливань температури аналізованого розчину на вихідний сигнал іонметричного датчика, є невіддільною складовою процесу проєктування іонметричних приладів, оскільки температура залеж-

ність електричного потенціалу іонметричного електрода впливає безпосередньо з законів електрохімії.

Первинний ВП іонметричного аналізатора перетворює величину активності певного роду іонів в аналізованому розчині в електричний потенціал, що вимірюється відносно зануреного у той же розчин електрода порівняння (ЕП), потенціал якого вважається постійним. Ідеалізована функція перетворення іонметричного електрода визначається відомим рівнянням [11, пп. 3.6, 3.7]

$$E = E_0 - \alpha \frac{kT}{ze} \cdot \text{pX} \cdot \ln 10, \quad (1)$$

де E , E_0 — відповідно, потенціал електрода та стандартний потенціал реакції іонного обміну у вольтах;

α — безрозмірний коефіцієнт, $\alpha \leq 1$;

k — постійна Больцмана;

T — абсолютна температура розчину (i , відповідно, поверхні електрода) в кельвінах;

ze — заряд іонів, активність яких визначається в кулонах;

pX — вимірювана активність іонів у розчині.

Слід зазначити, що величина E_0 є постійною для певного матеріалу чутливого елемента датчика або іонселективної мембрани та для певного складу розчину, а коефіцієнт α враховує неідеальність буферних властивостей внутрішнього електроліту або чутливого елемента (ЧЕ) і також є постійною величиною для заданого типу (конструкції) електрода.

Рівняння (1) рівною мірою застосовне як до традиційних скляних заповнених рідиною електродів, так і до твердотільних потенціометричних, оскільки в основі принципу вимірювального перетворення в обох випадках лежать аналогічні по суті рівно-

важні реакції іонного обміну. В скляних електродах роль буфера іонів виконує розчин, який заповнює ємність електрода, а у твердотільному іонометричному датчику своєрідним буфером іонів виступає поверхня діелектрика [12]. Діелектрики з амфотерними властивостями (наприклад, оксид кремнію, нітрид кремнію, оксид алюмінію, оксид танталу та ін.) можуть бути безпосередньо застосовані як протонселективне, тобто для вимірювання рН розчинів, чутливе покриття [1, 13, 14]. Селективність твердотільних електродів до іонів інших типів досягається застосуванням мембран-іонофорів. Це в принципі дозволяє формувати іонометричні електроди з різною селективністю на основі однієї базової конструкції первинного ВП, хоча на практиці отримання надійних та довговічних мембран є непростою технічною задачею.

З рівняння (1) видно, що флуктуація температури розчину призводить до появи мультиплікативної похибки вимірювання, викликані варіацією іонної чутливості електрода. Якщо електродами є твердотільні напівпровідникові перетворювачі — іонселективні польові транзистори (ІСПТ), тоді виникають додаткові джерела похибки, основними з яких є температурні залежності порогової напруги та рухомості носіїв заряду в каналі ІСПТ [15]. Перша з них є адитивною, і за умови достатньої ідентичності характеристик ІСПТ робочого та референтного каналів її можна скомпенсувати застосуванням двоканальної диференційної вимірювальної схеми. Друга складова додає свій внесок, зумовлений зміною транспровідності ІСПТ зі зміною температури, до мультиплікативної похибки. Цей внесок можна легко зменшити до мізерної величини, включивши до кола витоку ІСПТ баластний резистор з порівняно низьким температурним коефіцієнтом опору. Присутність резистора створює від'ємний зворотний зв'язок за струмом витоку, і за умови $s \gg 1/R$ (тут s — транспровідність ІСПТ, R — баластний опір) крутість передавальної характеристики первинного ВП буде визначатися переважно величиною R . Таким чином не тільки компенсується температурна нестабільність провідності каналу ІСПТ, але й суттєво покращується лінійність датчика. Ці переваги, однак, супроводжуються зменшенням чутливості, але на практиці тут можна досягти прийняттого компромісу підбором оптимального значення R . Як свідчить досвід попередніх розробок і експлуатації ІСПТ-датчиків, зменшення транспровідності до рівня одиниць мілісіменс не тягне за собою ускладнення електровимірювальної частини іономіра, тобто перетворення вихідного сигналу такого датчика не потребує високопрецизійних компонентів або складних схемотехнічних рішень.

Залишкова похибка вимірювання, пов'язана з коливаннями температури аналізованого розчину, зумовлюється, головним чином, залежністю електрод-

ного потенціалу (1) від температури. Компенсація цієї складової похибки потребує додаткових заходів.

Вихідним інформативним параметром ІСПТ-датчика є зміна сили струму в каналі ІСПТ, викликана зміною затворного потенціалу, який своєю чергою залежить від активності іонів рХ в аналізованому розчині. В диференційній вимірювальній схемі використовуються два вимірювальні канали, що працюють синхронно, один з яких є робочим, й іончутлива поверхня датчика цього каналу контактує з аналізованим розчином, а другий — референтним, він є ідентичним робочому каналу в усіх аспектах, за винятком того, що іон-чутливу поверхню датчика референтного каналу ізольовано від детектованих іонів.

Вихідний сигнал I_{dif} визначається різницею електродних потенціалів робочого (E_w) і референтного (E_{ref}) датчиків: $I_{dif} \approx (1/R) \cdot E_{dif} = (E_w - E_{ref})/R$. Оскільки датчик референтного каналу не реагує на зміну рХ, з рівняння (1) випливає вираз для залежності E_{dif} від вимірюваної величини рХ_{dif}:

$$E_{dif} = -\alpha \frac{kT}{ze} \cdot \text{pX}_{dif} \cdot \ln 10, \quad (2)$$

який при зміні температури розчину на величину ΔT перетворюється на

$$E'_{dif} = -\alpha \frac{k(T + \Delta T)}{ze} \cdot \text{pX}_{dif} \cdot \ln 10 = E_{dif} \cdot \left(1 + \frac{\Delta T}{T}\right). \quad (3)$$

Як видно, величини E'_{dif} й E_{dif} не дорівнюють одна одній, і відрізняються на множник $(1 + \Delta T/T)$. Для компенсації цього відхилення необхідно відстежувати зміну температури розчину, тобто потрібен додатковий термометричний тракт у складі аналізатора.

Всі іонометричні прилади, що випускаються серійно, обладнуються термометричним вимірювальним каналом і засобами термокомпенсації. Як правило, термометричний канал влаштовано за допомогою окремого термодатчика (інколи конструктивно поєднаного з іонометричним електродом) і відповідного окремого тракту вимірювального перетворення. Таке рішення, однак, пов'язане з низькою технічних труднощів, які доводиться долати при проектуванні аналізатора, зокрема — для ефективної термокомпенсації вихідні сигнали термометричного та іонометричного датчиків мають бути синхронізованими у часі (тобто потрібне узгодження динамічних характеристик датчиків), і крім того, необхідно забезпечити взаємну просторову близькість чутливих елементів термометричного та іонометричного датчиків в аналізованій пробі або іншим чином врахувати можливу неоднорідність температури розчину [16].

Нами пропонується варіант реалізації активної термокомпенсації температурної складової похибки вимірювання рХ без ускладнення конструкції первинного вимірювального перетворювача — ІСПТ-датчика активності іонів, зокрема без необхідності включення до нього додаткового термочутливого

елемента, і з мінімальним ускладненням структури вторинного ВП. Загальну концепцію запропонованого способу було представлено раніше у [17], наразі ж розглянемо деталі реалізації відповідного вимірювального пристрою та наведемо деякі кількісні оцінки отриманого покращення метрологічних характеристик. В цій, першій частині статті, описано структуру вимірювального перетворювача, який реалізує пропоновану концепцію, та представлено результати чисельного моделювання відповідної електричної схеми. У другій, завершальній частині, будуть обговорюватися питання практичної реалізації електровимірювальної частини ВП з врахуванням експериментально отриманих оцінок температурних залежностей характеристик реального ІСПТ-датчика.

Активна термокомпенсація в іонометричному аналізаторі на основі ІСПТ

В літературі описано велику кількість різноманітних способів вирішення окресленої вище проблеми. При цьому, оскільки для виготовлення ІСПТ-датчиків застосовуються типові технологічні процеси мікроелектронної промисловості, зазвичай пропонується інтеграція термодатчика й інших елементів термометричного тракту на єдиному, спільному з ІСПТ, напівпровідниковому кристалі, нерідко — з виконанням на ньому ж інших компонентів схеми вторинного ВП (**ВВП**). Інтегрованим датчиком температури може бути окремо сформований на кристалі діод [18], спеціальний блок екстракції порогової напруги МОН-транзистора [19], класична схема Хілбібера [20] тощо. Після екстракції вихідного сигналу датчика температури корекція іонометричного сигналу може здійснюватися або в аналоговій частині ВВП, або чисельно після перетворення сигналів у цифровий вигляд.

Відомі також схемотехнічні, апаратні та програмно-апаратні способи термокомпенсації без прямого вимірювання температури, наприклад використання відомих температурних залежностей характеристик компонентів ВВП [15, 21, 22] або динамічна корекція струму зміщення ІСПТ для вибору оптимальної робочої точки, де температурні похибки від різних джерел взаємно компенсуються [23]. Можливі й комбіновані варіанти. Наприклад, у патенті японських авторів [24] описується пристрій, в якому напівпровідниковий діод, включений в коло витоку ІСПТ, забезпечує автоматичну компенсацію температурної залежності порогової напруги ІСПТ (усуваючи таким чином потребу в другому, референтному, транзисторі з пригніченою іонною чутливістю) і водночас використовується як термодатчик для подальшої компенсації інших складових похибки вимірювання, зумовлених впливом температури.

Для всіх згаданих способів термокомпенсації спільною є необхідність формування на одній під-

кладці разом з ІСПТ додаткових схемотехнічних елементів — самих термодатчиків, джерел стабільного струму (в тому числі керованих) для їх зміщення, операційних підсилювачів для перетворення сигналів термометричного й основного іонометричного трактів. Такий підхід хоча й дозволяє отримувати інтегральні вимірювальні перетворювачі з високими метрологічними показниками, але веде до ускладнення проектування і підготовки виробництва, бо потребує збільшення обсягу конструкторської та технологічної документації і кількості технологічних операцій, тому є практично доцільним при масовому виготовленні. У випадку ж простих дискретних ІСПТ-датчиків, які не містять інтегрованих мікроелектронних компонентів крім власне іончутливих транзисторів і не потребують застосування фотолітографії високої роздільної здатності при їх виробництві, є можливість організації термометричного каналу в складі іонометричного пристрою без залучення додаткових термодатчиків і без суттєвих змін загальної структури, що складає основу влаштування системи вимірювальних перетворювачів. Це можна здійснити, використовуючи для вимірювання температури технологічні елементи структури датчика. Зокрема, таким елементом може бути $p-n$ -перехід між стоком і підкладкою ІСПТ, до якого в штатному режимі роботи прикладена напруга зворотного зміщення.

Як і у звичайних дискретних МОН-транзисторах, вивід підкладки дискретного ІСПТ з'єднується з виводом витоку (або безпосередньо на шарі металізації в процесі виготовлення транзистора, або при його включенні в електричну схему іоніра) для усунення впливу потенціалу підкладки на провідність каналу. Така конфігурація дозволяє використовувати один і той же ІСПТ-датчик в складі іонометричного пристрою поперемінно як іонселективний електрод і як датчик температури.

Режим роботи датчика (іонометричний або термометричний) встановлюється за допомогою зміни величини й полярності напруги U_{ds} між стоком і витоком ІСПТ. Оскільки виводи підкладки й стоку ІСПТ є короткозамкненими, $p-n$ -перехід між стоком і підкладкою виявляється включеним паралельно каналу ІСПТ. Коли полярність напруги U_{ds} є такою, що вказаний $p-n$ -перехід зміщено у зворотному напрямку, ІСПТ працює як іонометричний датчик. Струм в його каналі визначається поверхневим потенціалом ЧЕ, який своєю чергою залежить від активності іонів в розчині, що контактує з поверхнею ЧЕ (і також залежить від температури розчину). Коли U_{ds} має протилежну полярність, $p-n$ -перехід між стоком і підкладкою зміщено в прямому напрямку. В такому випадку величина струму, що протікає через датчик, залежить від температури кристалу ІСПТ [25, п. 4.2] і, відповідно, температури розчину. При цьому вона

не залежить від потенціалу поверхні іонселективного ЧЕ, оскільки канал ІСПТ в цьому режимі роботи є запертим, тобто датчик виконує функцію термометра. Таким чином, один і той же вимірювальний тракт може використовуватись як для вимірювання активності іонів, так і для вимірювання температури з розділенням цих функцій у часі. При достатній швидкості перемикавання режимів, коли за період вимірювання реєстрована величина не встигає змінитися більш ніж на подвоєне значення заданого порогу роздільної здатності вимірювання, стає можливою безперервна квазісинхронна реєстрація коливань температури аналізованого розчину безпосередньо в процесі вимірювань основної визначуваної величини — активності іонів.

Відзначимо, що ідея використання технологічних $p-n$ -переходів в кристалі ІСПТ для вимірювання температури сама по собі не є новою — наприклад, у вже згадуваній роботі [20] описано термодатчик, побудований із застосуванням паразитних біполярних транзисторів, специфічних для КМОН-технології. Таке рішення, однак, потребує формування на кристалі датчика додаткових джерел струму і в цілому орієнтоване на застосування у вимірювальних перетворювачах високого ступеня інтеграції. Пропонований же в цій роботі спосіб термокомпенсації можна застосовувати практично для будь-яких ІСПТ-датчиків у дискретному виконанні, він не є прив'язаним до особливостей якогось конкретного технологічного процесу, що використовується для їх виготовлення, оскільки реалізується переважно завдяки схемотехніці вторинного вимірювального перетворювача, структурно відокремленого від ІСПТ-датчика.

Структура іонометричного аналізатора

Структурну схему пристрою, що реалізує пропонований спосіб термокомпенсації, представлено на **рис. 1**. Пристрій функціонує наступним чином.

Вимірювана величина (I) — зміна активності іонів у розчині — перетворюється чутливим елементом датчика робочого каналу Д1 (2) в поверхневий потенціал. Це призводить до зміни сили струму, який протікає в каналі датчика під дією електрорушійної сили (ЕРС), величина якої визначається вихідною напругою керованого джерела опорної напруги ДОН1 (3). Струмівий вихідний сигнал датчика перетворюється в напругу трансімпедансним підсилювачем П1 (4), після чого інтегрується інтегратором (фільтром нижніх частот) І1 (5) для придушення широкопasmового шуму. Далі він надходить на вхід аналого-цифрового перетворювача АЦП1 (6), який перетворює вхідну напругу в цифровий код, зчитуваний мікропроцесором МП (7).

Структура референтного вимірювального каналу є ідентичною структурі робочого каналу, і містить референтний датчик Д2 (8), трансімпедансний підсилювач П2 (9), інтегратор І2 (10) й аналого-цифровий перетворювач АЦП2 (11). Як було зазначено вище, відмінність референтного каналу від робочого полягає в тому, що чутливий елемент датчика Д2 є пасивованим, і його поверхневий потенціал не залежить від зміни активності іонів у розчині. Джерело опорної напруги ДОН2 (12) задає рівень умовного нуля для перетворювачів сигналу П1, П2, І1, І2, АЦП1 та АЦП2, що робить можливою реєстрацію струмових вихідних сигналів датчиків Д1 і Д2 за будь-якої їх полярності, тобто за будь-якого напрямку протікання струмів.

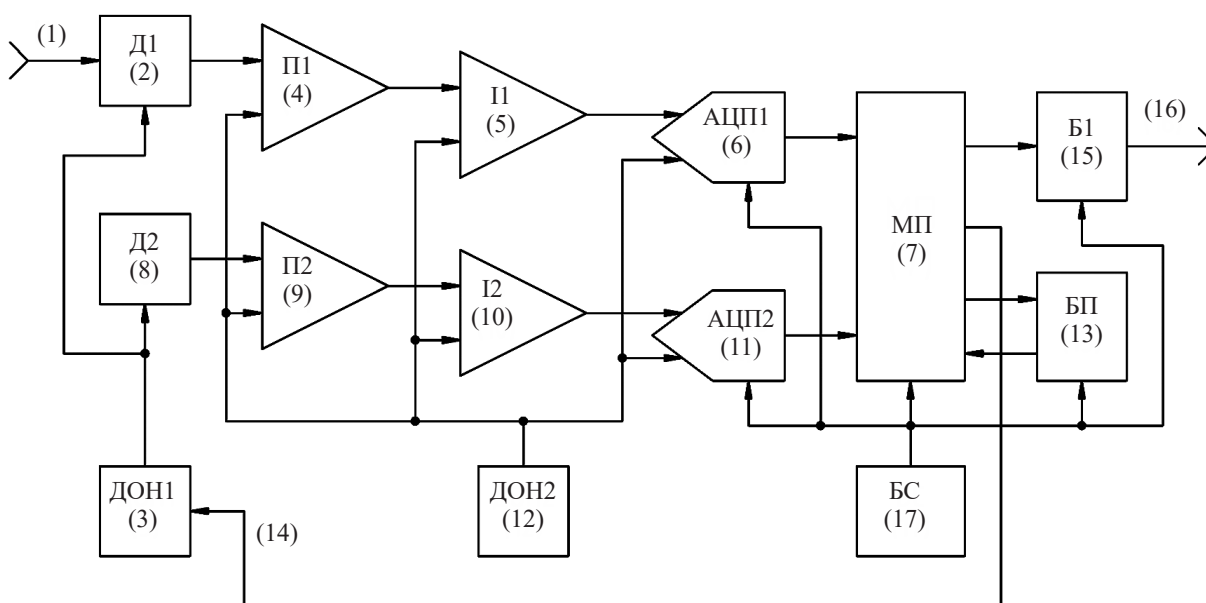


Рис. 1. Структурна схема іонометричного аналізатора з квазісинхронною термокомпенсацією

Мікропроцесор МП, керований програмою, код якої зчитується з блока пам'яті БП (13), періодично, із заданим програмою інтервалом, перемикає режим роботи датчиків Д1 і Д2 з іонометричного на термометричний і назад, формуючи сигнал керування (14) для ДОН1. Результати послідовних вимірювань активності іонів і температури зберігаються в комірках БП. Мікропроцесор корегує іонометричні дані, отримані з робочого та референтного датчиків, використовуючи одержані з цих же датчиків термометричні дані, згідно з виразом (3), обчислює різницю відкорегованих даних робочого й референтного каналів і через блок інтерфейсу БІ (15) передає оброблені дані вимірювань (16) на сполучений комп'ютер або інші пристрої (індикації, реєстрації, зберігання даних). Блок синхронізації БС (17) формує тактові імпульси для цифрових компонентів пристрою (АЦП1, АЦП2, МП, БП та БІ) та забезпечує синхронність вимірювальних перетворювань в робочому та референтному каналах.

Вплив власних шумів джерел ДОН1 і ДОН2 на результати вимірювань мінімізується завдяки тому, що напруги, які формуються цими джерелами, є спільними для робочого й референтного каналів, тобто внесений шум є синфазним і, відповідно, придушується в процесі обробки даних у мікропроцесорі.

Модельна реалізація

Приклад реалізації аналогової частини одного каналу вимірювального тракту іоніметра показано у вигляді принципової електричної схеми на **рис. 2**. Поведінка схеми моделювалась за допомогою програмного забезпечення Micro-Cap версії 10.2.0.0 (Spectrum Software [26]). ІСПТ-датчик моделюється елементами схеми X2, E1, R2, R6. Джерело ЕРС E1 формує потенціал затвора польового транзистора X2, який залежить від заданої величини активності

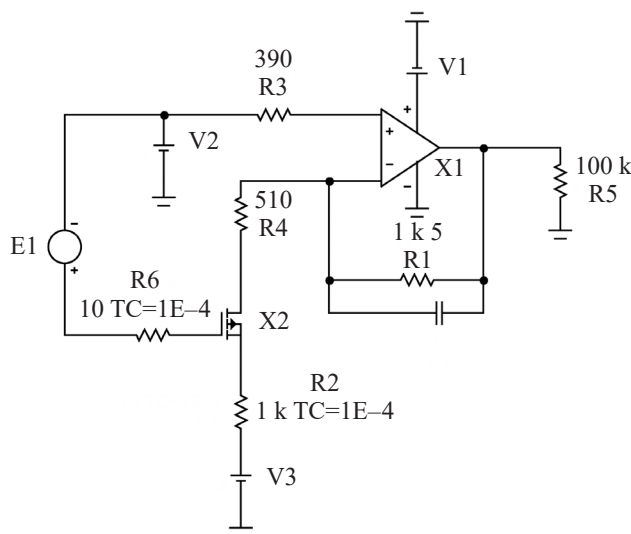


Рис. 2. Модельна реалізація аналогової частини електричної схеми іонометричного аналізатора

іонів і від температури згідно з виразом (1). ІСПТ X2 моделювався SPICE-моделлю *p*-канального польового транзистора BSS84 компанії Zetex (нині Diodes, Inc.). Резистори R6 та R2 моделюють внутрішні опори ІСПТ.

Параметри моделі датчика підбиралися таким чином, щоб його характеристики були якомога ближчими до характеристик реального ІСПТ, виготовленого за технологією, описану в [17].

Джерела опорних напруг ДОН1 і ДОН2 моделюються елементами V3 і V2 відповідно. Функції перетворювача струму в напругу (П1 або П2 на рис. 1) та фільтра нижніх частот (П1 або І2 на рис. 1) реалізовано операційним підсилювачем (ОП) X1 і елементами C1, R1, R3, R4. Резистор R5 моделює вхідний опір наступного каскаду вимірювального перетворювача (АЦП1 або АЦП2). Джерело напруги V1 формує напругу живлення ОП X1. Для моделювання ОП використовувалася параметрична модель ОП LM324A (National Semiconductor, нині Texas Instruments).

Інформаційним виходом показаного на рис. 2 аналогового каскаду є різниця напруги на виході ОП U_{out} і напруги джерела V2 V_{ref} (визначених відносно спільної точки схеми, позначеної на рис. 2 як «земля»). Напруга V_{ref} зміщує спільну точку перетворювача струму в напругу та аналого-цифрового перетворювача, що дозволяє здійснювати вимірювання сигналів різної полярності.

Для перевірки ефективності запропонованої структури вимірювального тракту й описаного вище способу компенсації впливу коливань температури моделювались усталені значення струму та напруги в схемі рис. 2 при зміні температури T в діапазоні від 15 до 35°C і активності іонів (модельованої зміною ЕРС джерела E1) в діапазоні від 4 до 10. Напруга V_{ref} при цьому дорівнювала 1,62 В, напруга джерела V3 (керуюча напруга датчика, V_s) складала 0,7 В при роботі датчика в термометричному режимі та 4,113 В в іонометричному. Величина V_s при роботі в іонометричному режимі підбиралась таким чином, щоб за температури 25°C і активності іонів 7,0 (тобто в середній точці іонометричної шкали) струм в каналі транзистора складав близько 500 мкА.

Моделльні температурні залежності струму датчика I_d і напруги U_{out} в термометричному режимі (при $V_s = 0,7$ В) наведено на **рис. 3**. При моделюванні вважалось, що роздільна здатність вимірювання напруги U_{out} складає 1 мВ. Показані на рис. 3 дані являють собою термометричну калібрувальну характеристику пристрою. Шляхом лінійної регресії цих даних отримується функція вимірювального перетворення в термометричному режимі, яка в цьому випадку має вигляд

$$T_m = -152,92 + 552,38 \cdot (U_{out} - V_{ref}), \quad (4)$$

де T_m — «виміряна» температура, визначена за значенням напруги на виході ОП U_{out} .

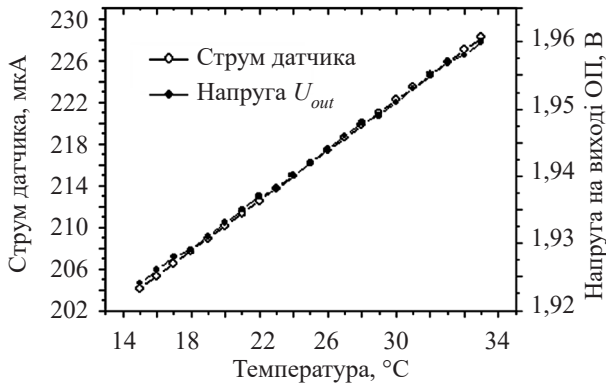


Рис. 3. Результати моделювання роботи ІСПТ-датчика в термометричному режимі

В табл. 1 наведено результати моделювання роботи схеми, представленої на рис. 2, в іонометричному режимі ($V_s = 4,113$ В) за температури 15, 25 та 35°C. Вимірювана величина pX_{dif} в іонометричному режимі визначається наступним чином: з використанням номінального значення коефіцієнта перетворення підсилювача (яке задається опором резистора R1

Таблиця 1

Результати моделювання роботи іоніміра за різних значень температури зразка

pX	I_d , мкА	U_{out_w} , В	$U_{out_w} - U_{out_r}$, В	pX_{dif}
$T = 15^\circ\text{C}$ (без термокомпенсації)				
4	-347,105	1,097	0,199	-2,88
5	-391,194	1,031	0,133	-1,93
6	-435,491	0,965	0,067	-0,97
7	-479,969	0,898	0	0
8	-524,604	0,831	-0,067	+0,97
9	-569,379	0,764	-0,134	+1,94
10	-614,277	0,696	-0,202	+2,93
$T = 25^\circ\text{C}$				
4	-362,696	1,074	0,206	-2,98
5	-408,258	1,006	0,138	-2,00
6	-454,035	0,937	0,069	-1,00
7	-499,997	0,868	0	0
8	-546,121	0,799	-0,069	+1,00
9	-592,389	0,729	-0,139	+2,01
10	-638,784	0,660	-0,208	+3,01
$T = 35^\circ\text{C}$ (без термокомпенсації)				
4	-378,327	1,050	0,212	-3,07
5	-425,360	0,980	0,142	-2,06
6	-472,612	0,909	0,071	-1,03
7	-520,055	0,838	0	0
8	-567,664	0,766	-0,072	+1,04
9	-615,421	0,695	-0,143	+2,07
10	-663,310	0,623	-0,215	+3,11
4	-378,327	1,050	0,212	-3,07

в схемі рис. 2) за зміною вихідної напруги ОП U_{out} розраховується величина зміни сили струму в каналі транзистора, множенням якої на коефіцієнт струмової чутливості датчика S_{pX} визначається pX_{dif} .

Коефіцієнт S_{pX} для реального датчика визначається з результатів незалежних калібрувальних вимірювань струму в каналі датчика, який занурюється в розчин з відомою активністю іонів pX. В процесі моделювання коефіцієнт S_{pX} обчислювався за даними двох перших стовпчиків табл. 1, отриманих при $T = 25^\circ\text{C}$, у припущенні, що калібрування датчика проводиться за цієї температури. У розглядуваній схемі $R1 = 1,5$ кОм, тобто коефіцієнт перетворення підсилювача дорівнює 1,5 В/мА (або 1,5 мВ/мкА); розрахункова величина коефіцієнта S_{pX} дорівнює $-46,022$ мкА/(од. pX).

При моделюванні диференційного режиму вимірювань вважаємо, що вихідна напруга ОП референтного каналу U_{out_r} відповідає величині U_{out} при $pX = 7,0$ і не змінюється зі зміною pX (але залежить від температури так само, як і вихідна напруга ОП робочого каналу U_{out_w}). Результати вимірювань без корекції впливу температури, таким чином, визначаються за наступною формулою:

$$pX_{dif} = (U_{out_w} - U_{out_r}) / (R \cdot 10^{-3} \cdot S_{pX}), \quad (5)$$

де U_{out_w} , U_{out_r} — вихідна напруга ОП, відповідно, робочого і референтного вимірювальних каналів у вольтах;

R — опір резистора в колі зворотного зв'язку ОП (R1 на схемі рис. 2) в кілоомах;

S_{pX} — коефіцієнт струмової чутливості датчика робочого каналу в мкА/(од. pX).

Отримані значення pX_{dif} наведено в останньому стовпчику табл. 1. Як видно, максимальний розбіг в результатах вимірювань, зумовлений впливом температури, складає 0,12 одиниць pX. Корекція цієї похибки здійснюється шляхом ділення правої частини виразу (5) на корегувальний коефіцієнт $(1 + \Delta T / T_0)$, де $\Delta T = (T_m - T_0)$; T_0 — температура калібрування датчика робочого каналу, T_m — температура при роботі датчика в термометричному режимі. Температура T_m може бути різною для робочого і референтного каналів, тоді U_{out_w} та U_{out_r} у формулі (5) корегуються незалежно.

Для розглядуваної модельної схеми температурам 15, 25 та 35°C відповідають «виміряні», тобто отримані з виразу (4), температури 15,005, 24,948 та 34,890°C, при цьому вважається $T_0 = 25^\circ\text{C}$.

Результати визначення pX_{dif} після корекції похибки наведено в табл. 2. З цих даних можна бачити, що завдяки корекції максимальна розбіжність в результатах вимірювань зменшується з 0,12 до 0,03 одиниць pX, тобто абсолютна похибка вимірювання завдяки термокомпенсації зменшується вчетверо. Залишкову

Таблиця 2

Результати моделювання роботи іонміра за різних значень температури зразка після термокомпенсації

pX	pX _{dif_corr} за температури:		
	15°C	25°C	35°C
4	-2,98	-2,98	-2,97
5	-1,99	-2,00	-1,99
6	-1,00	-1,00	-0,99
7	0	0	0
8	+1,00	+1,00	+1,01
9	+2,01	+2,01	+2,00
10	+3,03	+3,01	+3,01

похибку зумовлено, головним чином, межею точності вимірювання вихідної напруги ОП і відхиленням калібрувальної термометричної залежності від лінійної.

Висновки

Запропонований спосіб компенсації температурної залежності корисного сигналу в іонметричних пристроях, що використовують ІСПТ як іончутливі електроди, базується на структурному поєднанні іонметричного та термометричного вимірювальних трактив і дозволяє підвищити точність вимірювань без суттєвого ускладнення конструкції або електричної схеми вторинного вимірювального перетворювача. Об'єднання двох вимірювальних функцій в єдиний тракт стає можливим завдяки використанню технологічних особливостей первинних вимірювальних перетворювачів.

Застосування елементів інтегральних технологій мікроелектроніки для компенсації температурної залежності твердотільних іонметричних датчиків є відомим способом, але більшість описаних в літературі варіантів такої компенсації призначаються для вимірювальних перетворювачів високого ступеня інтеграції. Запропонована ж реалізація орієнтується на датчики в дискретному виконанні, і термокомпенсація здійснюється головним чином завдяки схемотехнічним й алгоритмічним компонентам вторинного вимірювального перетворювача, до якого під'єднано ІСПТ-датчик. Таке рішення в певному сенсі є більш універсальним, оскільки воно не прив'язане до специфіки конкретного технологічного процесу і не потребує тісної інтеграції елементів вторинного ВП з чутливим елементом датчика. Крім того, схема вторинного ВП дозволяє при відповідному виборі її параметрів застосовувати як *p*-канальні, так і *n*-канальні датчики в складі одного й того ж іонміра.

Отримані результати моделювання елементів вимірювального перетворювача підтверджують принципову придатність розглянутої методики та вказують на можливість зменшення абсолютної похибки визначення pX в декілька разів у порівнянні з нескон-

пенсованим ВП при відхиленні температури аналізованого розчину в межах 20°C від кімнатної.

Для втілення квазісинхронної термокомпенсації в реальному вимірювальному пристрої потрібне кероване малощумне джерело стабільної напруги із заданими динамічними характеристиками. Крім того, температурні залежності реального датчика (як в термометричному, так і в іонметричному режимах) можуть відхилятися від ідеалізованих лінійних функцій, що своєю чергою може потребувати деякого ускладнення алгоритмічної частини компенсатора. Цим аспектам реалізації вимірювальних перетворювачів буде присвячено другу частину роботи.

ВИКОРИСТАНІ ДЖЕРЕЛА

1. Bergveld P. Thirty years of ISFETOLOGY. *Sensors and Actuators B*, 2003, vol. 88, iss. 1, pp. 1–20. [https://doi.org/10.1016/S0925-4005\(02\)00301-5](https://doi.org/10.1016/S0925-4005(02)00301-5)
2. Sandifer J., Voycheck J. A review of biosensor and industrial applications of pH-ISFETs and an evaluation of honeywell's "DuraFET". *Mikrochimica Acta*, 1999, vol. 131, pp. 91–98. <https://doi.org/10.1007/PL00021393>
3. Jimenez-Jorquera C., Orozco J., Baldi A. ISFET Based Microsensors for environmental monitoring. *Sensors*, 2010, vol. 10, iss. 1, pp. 61–83. <https://doi.org/10.3390/s100100061>
4. Dzyadevych S., Soldatkin A., El'skaya A. et al. Enzyme biosensors based on ion-selective field-effect transistors. *Analytica Chimica Acta*, 2006, vol. 568, iss. 1-2, pp. 248–258. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2005.11.057>
5. Lee C.-S., Kim S. K., Kim M. Ion-sensitive field-effect transistor for biological sensing. *Sensors*, 2009, vol. 9, iss. 9, pp. 7111–7131. <https://doi.org/10.3390/s90907111>
6. Palan B., Santos F. V., Courtois B., Husak M. Fundamental noise limits of ISFET-based microsystems. *Proceedings of the 13th European Conference on Solid-State Transducers*, Hague, Netherlands, 1999, pp. 169–172
7. Chauvet F., Amari A., Martinez A. Stability of silicon nitride/silicon dioxide/silicon electrodes used in pH microelectronic sensors. *Sensors and Actuators*, 1984, vol. 6, iss. 4, pp. 255–267. [https://doi.org/10.1016/0250-6874\(84\)85021-0](https://doi.org/10.1016/0250-6874(84)85021-0)
8. Pavluchenko A. S., Kukla A. L., Goltvianskyi Yu. V. et al. Investigation of stability of the pH-sensitive field-effect transistor characteristics. *Sensor Letters*, 2011, vol. 9, no. 6, pp. 2392–2396. <https://doi.org/10.1166/sl.2011.1797>
9. Lozovoy S., Kukla A., Pavluchenko A. Investigation of metrological performance of the ISFET-based pH sensors. *Sensors & Transducers*, 2014, vol. 27, pp. 225–232.
10. Khanna V. K. Remedial and adaptive solutions of ISFET non-ideal behaviour. *Sensor Review*, 2013, vol. 33, no. 3, pp. 228–237.
11. Багоцкий С. В. *Основы электрохимии*. Москва, Химия, 1988, 400 с.
12. Van Hal R. E. G., Eijkel J. C. T., Bergveld P. A novel description of ISFET sensitivity with the buffer capacity and double-layer capacitance as key parameters. *Sensors and Actuators B*, 1995, vol. 24–25, pp. 201–205. [https://doi.org/10.1016/0925-4005\(95\)85043-0](https://doi.org/10.1016/0925-4005(95)85043-0)
13. 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, no. 3, pp. 135–146.
14. Manjakkal L., Szwagierczak D., Dahiya R. Metal oxides based electrochemical pH sensors: Current progress and future perspectives. *Progress in Materials Science*, 2020, vol. 109, 100635. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100635>

15. 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>
16. Muzamil Eltejani Mohammad Ali, Omer Abdel Razag Sharif. Temperature compensation in pH meter – A Survey. *SUST Journal of Engineering and Computer Science*, 2015, vol. 16, no. 2, pp. 6–14.
17. Павлюченко А. С., Кукла А. Л., Голтвянский Ю. В. Применение ионоселективных полевых транзисторов для ферментного анализа токсичных примесей в водных растворах. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*, 2010, № 3, с. 35–46.
18. Chin Y.-L., Chou J.-C., Sun T.-P. et al. A novel pH sensitive ISFET with on chip temperature sensing using CMOS standard process. *Sensors and Actuators B*, 2001, vol. 76, pp. 582–593.
19. Chung W.-Y., Lin Y.-T., Pijanowska D. G. et al. New ISFET interface circuit design with temperature compensation. *Microelectronics Journal*, 2006, vol. 37, no. 10, pp. 1105–1114. <https://doi.org/10.1016/j.mejo.2006.05.001>
20. Shalmany S. H., Merz M., Fekri A. et al. A 7 μ W offset- and temperature-compensated pH-to-digital converter. *Journal of Sensors*, 2017, 6158689. <https://doi.org/10.1155/2017/6158689>
21. Morgenshtein A., Sudakov-Boreysha L., Dinnar U. et al. Wheatstone-Bridge readout interface for ISFET/REFET applications. *Sensors and Actuators B*, 2004, vol. 98, iss. 1, pp. 18–27. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2003.07.017>
22. Chung W.-Y., Yang C.-H., Pijanowska D. G. et al. ISFET performance enhancement by using the improved circuit techniques. *Sensors and Actuators B*, 2006, vol. 113, iss. 1, pp. 555–562. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2005.06.018>
23. Chen D. Y., Chan P. K. An intelligent ISFET sensory system with temperature and drift compensation for long-term monitoring. *IEEE Sensors Journal*, 2008, vol. 8, iss. 12, pp. 1948–1959. <https://doi.org/10.1109/JSEN.2008.2006471>
24. Gion H., Kubota K., Nakamura M., Yano M. *Method and device for compensating temperature-dependent characteristic changes in ion-sensitive FET transducer*. Pat. EP 0129852 (A2), 1985.
25. Росадо Л. *Физическая электроника и микроэлектроника*. Москва, Высш. шк., 1991, 351 с.
26. <http://www.spectrum-soft.com/> (Дата обращения: 10.03.2021)

Дата надходження рукопису
до редакції 29.03 2021 р.

DOI: 10.15222/TKEA2021.3-4.36
UDC 544.076.327/.328:621.382.323:577.15+543.07.31

O. S. PAVLUCHENKO, O. L. KUKLA

Ukraine, Kyiv, V. E. Lashkaryov Institute
of Semiconductor Physics NAS of Ukraine
E-mail: pavluchenko@isp.kiev.ua

QUASI-SYNCHRONOUS THERMOCOMPENSATION FOR ISFET-BASED IONOMETRIC DEVICES.

Part 1: Theory and simulation

Solid-state ion selective transducers, as an alternative to the traditional liquid electrolyte-filled glass electrodes, are known for over four decades now, and find their use in various areas of industry and applied science, such as in vivo analysis of the ions activity in biological and medical research, monitoring of toxic and aggressive environments, and biosensors design. However, along with potential advantages — short response time, small size, chemical inertness and durability — solid-state devices also possess certain inherent drawbacks — namely intrinsic noise, drift and instability of sensing properties, and cross-sensitivity to various interfering environmental conditions — that inhibit their widespread acceptance. Further improvement of the fabrication technology and methodology of application of these devices is thus still an important practical task even today.

This paper is a first part of the two-part work dedicated to the problem of compensating the temperature dependence of a solid-state ion selective transducer output. Specifically, presented work considers the possibility of using ion-selective field-effect transistors (ISFET) that serve as primary transducers in an ionometric device, as temperature sensors. This allows compensating the temperature dependence of ionometric signal without substantial complication of the ionometer structure, and eliminates the need to include a separate thermometric channel as part of the instrument. Ionometric and thermometric channels are combined into a unified measuring path, with the sensor functions separated in time.

The ISFET operation modes are switched by changing polarity of the bias voltage, and thus direction of the current flowing through the sensor. The authors propose a corresponding secondary transducer structure and simplified schematic illustrating the implementation of its key components. The concept's applicability is supported by the circuit simulation results. Some aspects of the practical implementation of the proposed concept will be presented further in the upcoming second part of the paper.

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

REFERENCES

1. Bergveld P. Thirty years of ISFETOLOGY. *Sensors and Actuators B*, 2003, vol. 88, iss. 1, pp. 1–20. [https://doi.org/10.1016/S0925-4005\(02\)00301-5](https://doi.org/10.1016/S0925-4005(02)00301-5)
2. Sandifer J., Voycheck J. A review of biosensor and industrial applications of pH-ISFETs and an evaluation of honeywell's "DuraFET". *Mikrochimica Acta*, 1999, vol. 131, pp. 91–98. <https://doi.org/10.1007/PL00021393>
3. Jimenez-Jorquera C., Orozco J., Baldi A. ISFET Based Microsensors for environmental monitoring. *Sensors*, 2010, vol. 10, iss. 1, pp. 61–83. <https://doi.org/10.3390/s100100061>
4. Dzyadevych S., Soldatkin A., El'skaya A. et al. Enzyme biosensors based on ion-selective field-effect transistors. *Analytica Chimica Acta*, 2006, vol. 568, iss. 1-2, pp. 248–258. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2005.11.057>
5. Lee C.-S., Kim S. K., Kim M. Ion-sensitive field-effect transistor for biological sensing. *Sensors*, 2009, vol. 9, iss. 9, pp. 7111–7131. <https://doi.org/10.3390/s90907111>
6. Palan B., Santos F. V., Courtois B., Husak M. Fundamental noise limits of ISFET-based microsystems. *Proceedings of the 13th European Conference on Solid-State Transducers*, Hague, Netherlands, 1999, pp. 169–172.
7. Chauvet F., Amari A., Martinez A. Stability of silicon nitride/silicon dioxide/silicon electrodes used in pH microelectronic sensors. *Sensors and Actuators*, 1984, vol. 6, iss. 4, pp. 255–267. [https://doi.org/10.1016/0250-6874\(84\)85021-0](https://doi.org/10.1016/0250-6874(84)85021-0)
8. Pavluchenko A. S., Kukla A. L., Goltvianskiy Yu. V. et al. Investigation of stability of the pH-sensitive field-effect transistor characteristics. *Sensor Letters*, 2011, vol. 9, no. 6, pp. 2392–2396. <https://doi.org/10.1166/sl.2011.1797>
9. Lozovoy S., Kukla A., Pavluchenko A. Investigation of metrological performance of the ISFET-based pH sensors. *Sensors & Transducers*, 2014, vol. 27, pp. 225–232.
10. Khanna V. K. Remedial and adaptive solutions of ISFET non-ideal behaviour. *Sensor Review*, 2013, vol. 33, no. 3, pp. 228–237.
11. Bagotskiy S. V. *Osnovy elektrokhemii* [Fundamentals of Electrochemistry]. Moscow, Khimiya, 1988, 400 p. (Rus)
12. Van Hal R. E. G., Eijkel J. C. T., Bergveld P. A novel description of ISFET sensitivity with the buffer capacity and double-layer capacitance as key parameters. *Sensors and Actuators B*, 1995, vol. 24–25, pp. 201–205. [https://doi.org/10.1016/0925-4005\(95\)85043-0](https://doi.org/10.1016/0925-4005(95)85043-0)
13. 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, no. 3, pp. 135–146.
14. Manjakkal L., Szwagierczak D., Dahiya R. Metal oxides based electrochemical pH sensors: Current progress and future perspectives. *Progress in Materials Science*, 2020, vol. 109, 100635. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100635>
15. 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>
16. Muzamil Eltejani Mohammd Ali, Omer Abdel Razag Sharif. Temperature compensation in pH meter – A Survey. *SUST Journal of Engineering and Computer Science*, 2015, vol. 16, no. 2, pp. 6–14.
17. Pavluchenko A. S., Kukla A. L., Goltvianskiy Yu. V. Application of ion-selective field-effect transistors for enzyme assay of toxic admixtures in aqueous solutions. *Tekhnologiya i Konstruirovaniye v Elektronnoi Apparature*, 2010, no. 3, pp. 35–46. (Rus)
18. Chin Y.-L., Chou J.-C., Sun T.-P. et al. A novel pH sensitive ISFET with on chip temperature sensing using CMOS standard process. *Sensors and Actuators B*, 2001, vol. 76, pp. 582–593.
19. Chung W.-Y., Lin Y.-T., Pijanowska D. G. et al. New ISFET interface circuit design with temperature compensation. *Microelectronics Journal*, 2006, vol. 37, no. 10, pp. 1105–1114. <https://doi.org/10.1016/j.mejo.2006.05.001>
20. Shalmany S. H., Merz M., Fekri A. et al. A 7 μ W offset- and temperature-compensated pH-to-digital converter. *Journal of Sensors*, 2017, 6158689. <https://doi.org/10.1155/2017/6158689>
21. Morgenshtein A., Sudakov-Boreysha L., Dinnar U. et al. Wheatstone-Bridge readout interface for ISFET/REFET applications. *Sensors and Actuators B*, 2004, vol. 98, iss. 1, pp. 18–27. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2003.07.017>
22. Chung W.-Y., Yang C.-H., Pijanowska D. G. et al. ISFET performance enhancement by using the improved circuit techniques. *Sensors and Actuators B*, 2006, vol. 113, iss. 1, pp. 555–562. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2005.06.018>
23. Chen D. Y., Chan P. K. An intelligent ISFET sensory system with temperature and drift compensation for long-term monitoring. *IEEE Sensors Journal*, 2008, vol. 8, iss. 12, pp. 1948–1959. <https://doi.org/10.1109/JSEN.2008.2006471>
24. Gion H., Kubota K., Nakamura M., Yano M. *Method and Device for Compensating Temperature-Dependent Characteristic Changes in Ion-Sensitive FET Transducer*. Pat. EP0129852 (A2), 1985.
25. Rosado L. *Electrónica Física y Microelectrónica*. Madrid (España), Paraninfo, 1987, 502 p.
26. <http://www.spectrum-soft.com/> (Date of access: 10.03.2021)

Опис статті для цитування:

Павлюченко О. С., Кукла О. Л. Квазісинхронна термокомпенсація в іонометрії із застосуванням ІСПТ. Частина 1. Теорія та моделювання. *Технологія і конструювання в електронній апаратурі*, 2021, № 3–4, с. 36–44. <http://dx.doi.org/10.15222/TKEA2021.3-4.36>

Cite the article as:

Pavluchenko O. S., Kukla O. L. Quasi-synchronous thermocompensation for ISFET-based ionometric devices. Part 1. Theory and simulation. *Tekhnologiya i Konstruirovaniye v Elektronnoi Apparature*, 2021, no. 3–4, pp. 36–44. <http://dx.doi.org/10.15222/TKEA2021.3-4.36>