

Jacek Kapica, Piotr Makarski
Katedra Podstaw Techniki
Akademia Rolnicza w Lublinie

UKŁAD ELEKTRONICZNY DO POMIARU pH ZA POMOCĄ CZUJNIKA TYPU ISFET

Streszczenie

Czujnik typu ISFET (Ion Sensitive Field Effect Transistor) w wykonaniu podstawowym – bez naniesionych membran jonoselektywnych czy enzymatycznych na obszar bramki – jest czuły na stężenie jonów wodorowych w roztworze. Do jego zasilania potrzebny jest odpowiedni układ elektroniczny utrzymujący odpowiednie parametry pracy: prąd drenu, napięcie źródło-dren, napięcie odniesienia elektrody referencyjnej. Artykuł przedstawia zastosowany układ elektroniczny, jak również wyniki pomiarów sprawdzających poprawność i dokładność działania całego systemu.

Słowa kluczowe: biosensor, bioczujnik, ISFET, pomiar pH, pomiar zawartości pestycydów

Wykaz oznaczeń

- I_D – prąd drenu czujnika ISFET,
- U_{DS} – napięcie źródło - dren czujnika ISFET,
- U_{WY} – napięcie wyjściowe układu pomiarowego,
- U_Z – napięcie zasilające układ pomiarowy,
- V – objętość.

Wstęp

Czujnik ISFET (Ion Sensitive Field Effect Transistor) w wykonaniu podstawowym może być wykorzystany do pomiaru pH. Po modyfikacji polegającej na nałożeniu membrany jonoselektywnej lub enzymatycznej może służyć do pomiaru stężenia wielu jonów jak np. sodowy Na^+ , potasowy K^+ , wapniowy Ca^{2+} , azotanowy NO_3^- , chlorkowy Cl^- , jonów metali ciężkich oraz związków chemicznych, np. pestycydów [Torbic i in. 1997].

Z punktu widzenia zastosowania w przemyśle spożywczym, szczególnie interesująca jest możliwość wykrywania zawartości (stwierdzenia czy został przekroczony określony poziom) pestycydów oraz jonów metali ciężkich w produktach roślinnych, ponieważ dotychczas stosowane metody, jak chromatografia, nie nadają się do szybkiej kontroli produktów np. w punkcie skupu. Właściwości czujnika zbudowanego w oparciu o ISFET sprawiają, że może on znaleźć szerokie zastosowanie w przemyśle spożywczym [Kapica 2005; Jaffrezic-Renault 2001; Bergveld 2003].

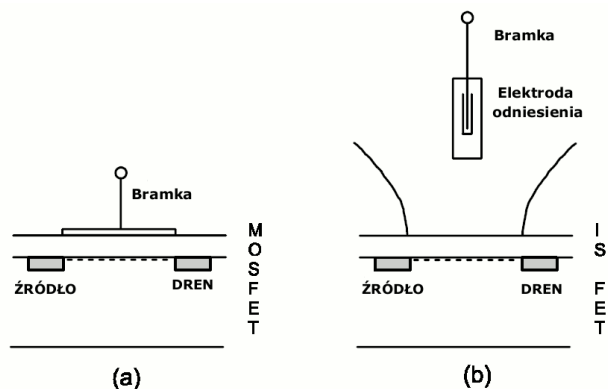
Celem niniejszej pracy jest zbudowanie układu sterującego pracą ISFETa oraz sprawdzenie poprawności jego działania. Ze tego względu zdecydowano się na stosunkowo prosty eksperyment polegający na pomiarze zmienianego w szerokim zakresie pH roztworu i wyznaczeniu charakterystyki napięcia wyjściowego czujnika w funkcji pH dla różnych parametrów pracy. Próby te umożliwią obserwację pracy układu i wyciągnięcia wniosków co do ewentualnej potrzeby dokonania zmian. Pozytywne wyniki prowadzonych prób otworzą drogę do dalszych prac zmierzających do opracowania procedury oraz zbudowania urządzenia umożliwiającego stwierdzenie zawartości pestycydów oraz jonów metali ciężkich w owocach oraz warzywach.

Czujnik typu ISFET - budowa i właściwości

Pracę czujnika typu ISFET można opisać porównując go z jego odpowiednikiem, tranzystorem typu MOSFET (Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor). Metalowa bramka MOSFETa jest zastąpiona elektrodą odniesienia oraz roztworem, w którym zanurzono elektrodę i czujnik. W przypadku tranzystora MOSFET cała struktura jest zamknięta w obudowie, natomiast obszar bramkowy ISFETa musi być odsłonięty, tak aby miał kontakt z roztworem, natomiast cała reszta struktury powinna być szczelnie zamknięta. [Bergveld 2003]

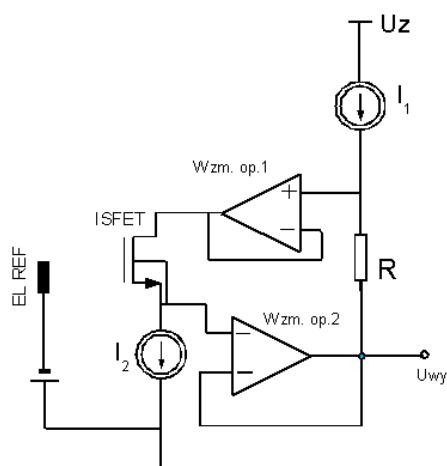
Układ elektroniczny współpracujący z ISFETem

W celu zapewnienia odpowiednich warunków pracy oraz uzyskania sygnału pomiarowego zależnego od pH, ISFET musi być podłączony do odpowiedniego układu elektronicznego - interfejsu. Rys. 2. przedstawia ogólny schemat układu zapewniającego stały potencjał bramki (elektrody odniesienia) oraz prąd drenu. Napięcie potencjał drenu względem masy jest miarą pH roztworu. [Tukkiniemi 2002].



Rys. 1. Ilustracja analogii pomiędzy czujnikiem ISFET a tranzystorem polowym MOS. a) MOSFET, b) ISFET [Bergveld, 2003]

Fig. 1. Illustration of the analogy between ISFET sensor and MOS field-effect transistor a) MOSFET, b) ISFET [Bergveld, 2003]



Rys. 2. Schemat funkcjonalny interfejsu elektronicznego [Tukkiniemi, 2002]

Fig. 2. Functional diagram of the electronic interface

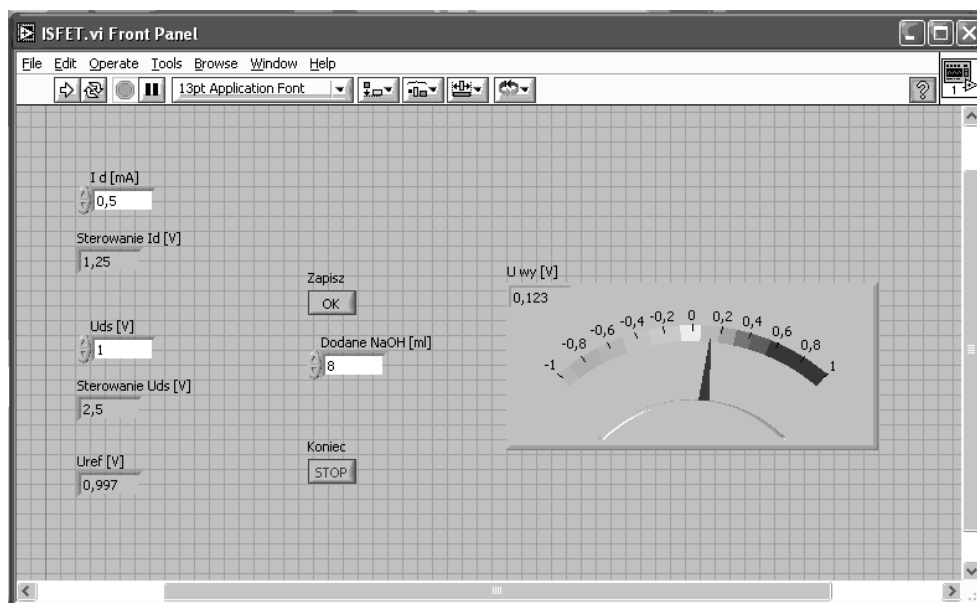
Na bazie przedstawionego schematu został zaprojektowany oraz wykonany układ elektroniczny, który został wykorzystany w pomiarach prezentowanych w niniejszej publikacji. Głównymi jego elementami są precyzyjne wzmacniacze operacyjne służące do stworzenia źródeł prądowych I_1 i I_2 , jak również elementów zapewniających stałość napięcia U_{DS} oraz wytwarzających sygnał pomiarowy U_{wy} .

Funkcje instrumentu wirtualnego do pomiaru pH

W celu przeprowadzenia pomiarów sprawdzających poprawność działania czujnika oraz układu zasilającego zbudowano instrument wirtualny realizujący następujące funkcje:

- zadawanie prądu drenu czujnika ISFET,
- zadawanie napięcia źródło-dren,
- pomiar napięcia wyjściowego układu (miara pH),
- wstępna obróbka sygnału - napięcia wyjściowego oraz archiwizacja wyników pomiarów.

Aplikacja została przygotowana w środowisku pomiarowym LabView (National Instruments), w pomiarach wykorzystano kartę przetworników C/A (zadawanie parametrów pracy czujnika) oraz A/C (pomiar napięcia wyjściowego). Rys. 3. przedstawia panel czołowy zaprojektowanego instrumentu.

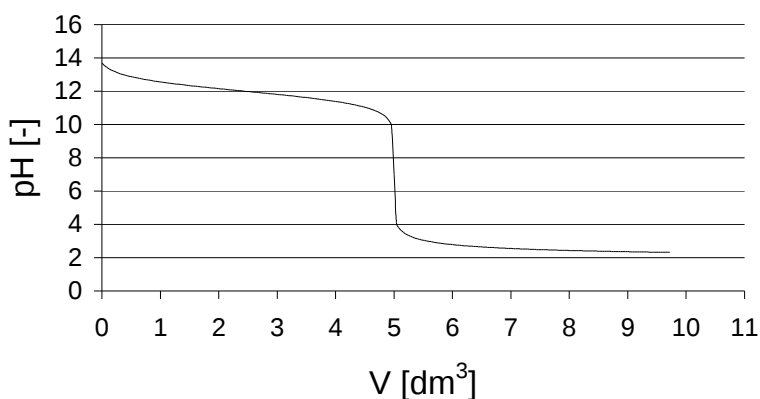


Rys. 3. Panel czołowy aplikacji sterującej pomiarem i archiwizującej dane
Fig. 3. Front panel of the application for measurement and data backup control

Pomiary laboratoryjne

W celu sprawdzenia poprawności działania zaprojektowanego układu oraz wyznaczenia charakterystyki $U_{wy}=f(pH)$ czujnika przeprowadzono pomiary laboratoryjne. Zmiany pH uzyskano poprzez stopniowe dodawanie roztworu mianowanego HCl (0,5 M oraz 0,1 M) do roztworu mianowanego NaOH (0,5 M). W ten sposób uzyskano zmianę pH w zakresie 0,3 - 13,7 pH z tym, że najniższe wartości pH uzyskano w roztworze 0,5 M HCl do którego dodawano roztwór 0,1 M NaOH.

Zależność pH od objętości dodanego roztworu HCl (przeliczono na stężenie 0,1 M) jest przedstawiona na rys. 4. Wynika z niej, że w przypadku roztworów o pH zbliżonym do neutralnego niewielkie objętości dodawanego roztworu HCl powodują znaczne zmiany pH, co wynika z logarytmicznego charakteru tego współczynnika.



Rys. 4. Zależność współczynnika pH od objętości roztworu HCl (przeliczone na objętość roztworu 0,1 M) dodanego do 0,1 l 0,5 M roztworu NaOH

Fig. 4. Dependence of pH value on HCl solution volume (converted to solution volume of 0,1 M) added to 0,1 l 0,5 M of NaOH solution.

W pomiarach wykorzystano:

- czujnik typu ISFET, produkcji D+T Microelectronica,
- układ elektroniczny - interfejs zaprojektowany w oparciu o schemat przedstawiony na rys. 2.
- elektrodę odniesienia Ag/AgCl,
- komputer PC z zainstalowanym środowiskiem programowym LabView,

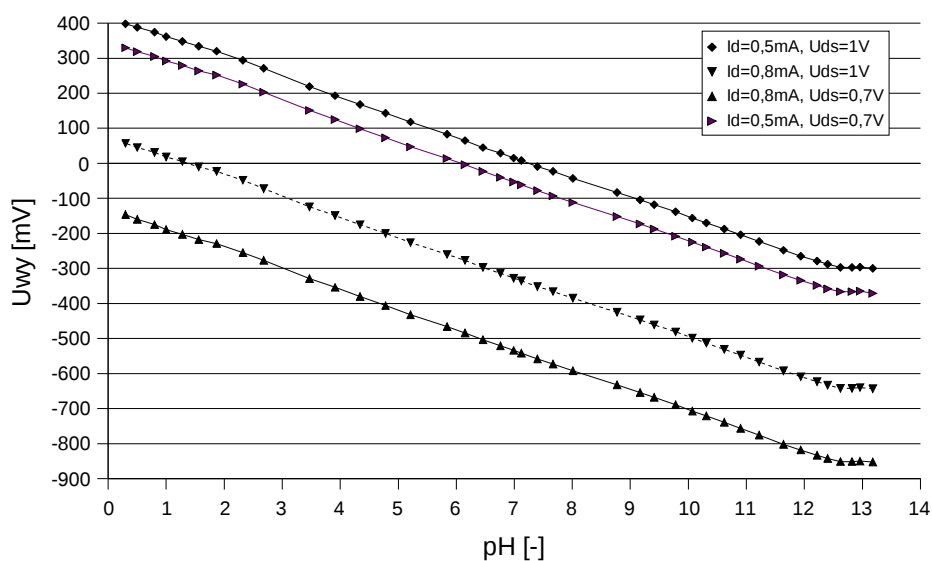
- kartę pomiarową z przetwornikiem A/C i C/A,
- pH-metr CP-401 o dokładności 0,01 pH + jedna działka elementarna.

Przed przystąpieniem do pomiarów pH-metr został skalibrowany za pomocą 2 roztworów o znanym pH, pomiary były prowadzone z funkcją kompensacji wpływu temperatury na pracę sondy pomiarowej.

Charakterystyka $U_{wy}=f(pH)$ została zdjęta dla następujących parametrów czujnika ISFET:

- $I_D=0,5\text{ mA}$, $U_{DS}=1\text{ V}$,
- $I_D=0,8\text{ mA}$, $U_{DS}=1\text{ V}$,
- $I_D=0,8\text{ mA}$, $U_{DS}=0,7\text{ V}$,
- $I_D=0,5\text{ mA}$, $U_{DS}=0,7\text{ V}$.

Otrzymane charakterystyki przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. Charakterystyka $U_{wy}=f(pH)$ wykreślona na podstawie przeprowadzonych pomiarów

Fig. 5. Characteristics of $U_{wy}=f(pH)$ plotted based on the performed measurements

Wnioski

Zgodnie z danymi podawanymi przez producenta ISFETa, jego charakterystyka $U_{wy}=f(pH)$ jest liniowa w szerokim zakresie zmian pH. Jedynie dla wartości pH powyżej 12,6 przebieg ztraca liniowy charakter.

Na podstawie zebranych punktów pomiarowych można wyznaczyć równania prostych $U_{wy}=f(pH)$ oraz równań $pH=f(U_{wy})$ - te ostatnie są przydatne do wyznaczania pH na podstawie pomiaru U_{wy} . W tabeli 1 przedstawiono wyniki obliczeń dla części liniowej wykresu.

Tabela 1. Wyniki obliczeń dla części liniowej wykresu

Table 1. Calculation results for the linear part of the chart

Parametry ISFETa	$U_{wy}=a \cdot pH+b$		$pH=c \cdot U_{wy}+d$	
	a^* [mV]	b [mV]	c^{**} [1/mV]	d [-]
$I_D=0,5$ mA, $U_{DS}=1$ V	-57,3	419,2	-0,01745	7,32
$I_D=0,8$ mA, $U_{DS}=1$ V	-57,4	76,7	-0,01742	1,34
$I_D=0,8$ mA, $U_{DS}=0,7$ V	-57,7	-128,3	-0,01733	-2,22
$I_D=0,5$ mA, $U_{DS}=0,7$ V	-57,3	350,6	-0,01745	6,12

* - w literaturze spotyka się też jednostkę mV/pH

** - analogicznie, spotyka się też zapis pH/mV

Z powyższych obliczeń wynika, że czułość zastosowanego czujnika wynosi średnio 57,4 mV/pH, co jest zgodne z danymi podawanymi przez producenta. Przeprowadzone pomiary wskazują na przydatność zbudowanego układu elektronicznego do zadawania parametrów pracy ISFETa oraz odczytu jego odpowiedzi. Parametry pracy (I_D , U_{DS}) były zadawane z wystarczającą dokładnością i stabilnością a napięcie wyjściowe było generowane poprawnie. Czujnik może być z powodzeniem stosowany do pomiaru pH po kalibracji w 2 roztworach o znanym pH, z tym, że zarówno pomiary jak i kalibracja powinny być przeprowadzone dla tych samych wartości I_D oraz U_{DS} . Przygotowany system pomiarowy może znaleźć zastosowanie nie tylko do pomiaru pH roztworów, ale także w innych pomiarach, w których wykorzystuje się czujniki wykonane na bazie ISFETa - z zastosowaną membraną jonoselektywną (CHEMFET) lub enzymatyczną (EnFET).

Wyniki eksperymentu umożliwiają podjęcie pracy w dwóch kierunkach:

- zbudowanie niedrogiego urządzenia przenośnego z własnym zasilaniem, w którym funkcje realizowane na etapie dotychczasowych badań przez komputer byłyby wykonywane przez komputer jednoukładowy (mikrokontroler) z wbudowanymi przetwornikami AC i CA. Urządzenie to może współpracować z zestawem czujników ISFET wrażliwych na stężenie określonych substancji.

- Opracowanie prostych procedur wykrywania obecności pestycydów oraz jonów metali ciężkich, możliwych do zastosowania w punktach skupu owoców i warzyw.

Bibliografia

Bergveld E., ISFET, Theory and Practice, IEEE Sensor Conference Toronto, October 2003.

Jaffrezic-Renault N., New Trends in Biosensors for Organophosphorous Pesticides, Sensors 2001.

Kapica J., Ocena możliwości zastosowania czujników typu ISFET w przemyśle spożywczym, Inżynieria Rolnicza 8(68)/2005.

Torbicz W., Starodub M., Pijanowska D., Dawgul M., Kaniuk M., Bioczujniki enzymatyczne pestycydów i jonów metali ciężkich. X Krajowa Konf. Naukowa – Biocybernetyka i Inżynieria Biomedyczna, Warszawa 4-6 grudnia 1997.

Tukkiniemi K., Study of CHEMFET Interface Electronics, MIXDES 2002

ELECTRONIC SYSTEM FOR PH MEASURING USING ISFET TYPE SENSOR

Summary

The Ion Sensitive Field Effect Transistor (ISFET) provides the possibility for ion concentration measurements in water solutions. The raw device is sensitive to the hydrogen ions concentration (pH). To function properly the device must be powered from a specialised electronic circuit which keeps proper operational parameters: drain current, drain-current voltage and reference electrode voltage. The article describes the employed electronic circuit and the results of the measurements testing the proper performance of the device.

Key words: biosensor, ISFET, pH measurement, pesticide content measurement