



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00853**

(22) Data de depozit: **21/11/2012**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28/02/2020** BOPI nr. **2/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2014 BOPI nr. **5/2014**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA "BABEȘ-BOLYAI"**
DIN CLUJ-NAPOCA,
STR.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.1,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(72) Inventatori:
• **BURDA IOAN, STR. BUCEGI NR.2B,**
AP.25, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• **SILAGHI ANDREEA MARIA,**
CALEA DUMBRĂVII NR. 126, SIBIU, SB,
RO;

• **POPESCU OCTAVIAN,**
STR. ANATOLE FRANCE NR. 22, AP. 1,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• **TUNYAGI ARTHUR ROBERT,**
STR. GENERAL ION DRAGALINA NR.31,
TURDA, CJ, RO;
• **SIMON SIMION, STR. HOREA NR.4,**
AP.22, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 2011239759 (A1); KR 20070094049 (A);
CN 1584579 (A)

(54) **MULTIPLICATOR DE SENSIBILITATE PENTRU UN SENZOR REZONANT**



RO 129482 B1

1 Invenția se referă la o metodă de multiplicare a sensibilității unei microbalanțe cu senzor
rezonant (cristal de cuarț), fără a modifica frecvența de rezonanță a acestuia. Extinderea
3 aplicațiilor senzorului rezonant la măsurători în mediu lichid și, în special, pentru realizarea de
imunosenzori este esențială pentru lărgirea ariei de aplicații a microbalanței cu cristal de cuarț.
5 Diminuarea factorului de calitate al cristalului de cuarț prin imersia unui electrod al acestuia în
lichid reduce sensibilitatea senzorului rezonant și schimbă semnificativ dependența sensibilității
7 de frecvența de rezonanță a cristalului de cuarț. Creșterea sensibilității unui senzor rezonant,
odată cu creșterea frecvenței de rezonanță a acestuia, este limitată de fragilitatea mecanică a
9 cristalului de cuarț, de stabilitatea oscilatorului format cu senzorul rezonant, de circuitul elec-
tronic utilizat, și de mediul de măsurare. Stabilitatea oscilatorului cu cuarț depinde esențial de
11 factorul de calitate al rezonatorului, de termostatarea senzorului rezonant și/sau termostatarea
experimentului, precum și de caracteristicile circuitului electronic asociat.

13 Senzorul rezonant format dintr-un cristal de cuarț cu doi electrozi este folosit la măsu-
rarea unor mase extrem de mici, de ordinul nanogramelor. Microbalanța cu cristal de cuarț
15 (Quartz Crystal Microbalance, QCM) [1] este metoda cea mai răspândită de măsurare a unor
mase extrem de mici, și se bazează pe un senzor rezonant (cristal de cuarț). În metoda QCM,
17 de regulă, eșantionul este depus pe unul dintre electrozii cristalului de cuarț. În funcție de masa
depusă, apare o modificare a frecvenței de rezonanță (ecuația Sauerbrey, $\Delta f = - \text{const} \Delta m$),
19 respectiv, modificarea parametrilor electromecanici (modelul circuitului echivalent,
Butterworth-van-Dyke (BvD)). Cristalul de cuarț este un senzor rezonant complex [2], folosit
21 inițial pentru aplicații specifice depunerii de straturi subțiri, sau prin funcționalizarea electrozilor
pentru măsurarea prezenței unor substanțe volatile în aer sau lichid. În toate mediile de lucru
23 a fost pusă în evidență o dependență între deplasarea de frecvență și masa depusă. Depen-
dența sensibilității de frecvența de rezonanță a cristalului de cuarț este dată de ecuația
25 Sauerbrey pentru măsurători în aer, respectiv, de modelul Kanazawa [3] în cazul aplicațiilor în
mediu lichid. Diminuarea sensibilității metodei QCM în mediu lichid este asociată cu deterio-
27 rarea stabilității oscilatorului, ceea ce implică limitări în domeniul unor aplicații în aria bio-
senzorilor și/sau imunosenzorilor.

29 Au fost dezvoltate aplicații pentru măsurarea masei unor eșantioane depuse pe un
electrod în mediu lichid [4]. Dependența dintre masa depusă pe un electrod și deplasarea de
31 frecvență în mediul lichid este, de regulă, descrisă de modelul Kanazawa. Pentru un senzor
rezonant cu un electrod în contact cu un mediu lichid modificarea frecvenței serie de rezonanță
33 este dată de ecuația Martin [5], care combină efectul dat de masa depusă pe un electrod al
senzorului (efectul Sauerbrey) cu efectul dat de mediul lichid (efectul Kanazawa).

35 Un mare efort a fost depus [6, 7], pe baza rezultatelor lui Kanazawa [4], pentru
realizarea unor cristale de cuarț extrem de fragile mecanic, cu frecvență de rezonanță înaltă,
37 sau mai multor cristale de cuarț legate serie/paralel, cu scopul de a obține o sensibilitate
ridicată. Pe lângă fragilitatea senzorului obținut, stabilitatea oscilatorului este diminuată chiar
39 și pentru măsurători în aer confirmate de altfel prin măsurarea stabilității prin metoda „Allan
variance” [6]. De asemenea, tipurile de tăieturi AT sau SC determină în mod esențial
41 dependența de temperatură a frecvenței de rezonanță a cristalului de cuarț, particularizând
astfel senzorul rezonant pentru o aplicație dată.

43 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este multiplicarea sensibilității unui senzor
rezonant (cristal de cuarț) fără a modifica frecvența fundamentală a acestuia.

45 Multiplicatorul este constituit dintr-un oscilator QCM, al cărui semnal de ieșire este
aplicat unui multiplicator de frecvență, urmat de un mixer unde este aplicat și un semnal de la
47 un oscilator de referință, iar la ieșirea mixerului se află un filtru trece jos ce reface semnalul pe
frecvența de rezonanță a cristalului de cuarț.

RO 129482 B1

Prezența multiplicatorului de sensibilitate în raport cu metoda clasică de implementare a QCM este transparentă, fiind, de altfel, posibilă înserierea mai multor module multiplicatoare de sensibilitate. Numărul de module multiplicatoare de sensibilitate ce pot fi înseriate este limitat doar de stabilitatea oscilatorului QCM. Prin măsurarea frecvenței semnalului de la ieșirea multiplicatorului de sensibilitate cu un frecvențmetru digital, se implementează metoda clasică QCM de măsurare a unor mase extrem de mici, depuse pe un electrod al senzorului rezonant.

Invenția poate fi exploatată pentru realizarea unor aplicații specifice QCM în medii lichide, cu aplicații în medicină, biologie și industria de profil.

Multiplicatorul de sensibilitate pentru un senzor rezonant, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- asigură multiplicarea deplasării de frecvență fără a modifica frecvența de lucru a senzorului rezonant, independent de mediul de lucru ales;

- asigură multiplicarea de sensibilitate în mod transparent, pentru un echipament QCM care implementează metoda clasică de măsurare QCM prin intermediul unui frecvențmetru digital sau al unui instrument virtual cu funcții identice;

- permite cascada mai multor multiplicatoare de sensibilitate prin simpla înseriere a acestora într-o manieră transparentă pentru lanțul de măsură.

Se dă, în continuare, un exemplu de aplicare a invenției, și în acest sens fig. 1...3 reprezintă:

- fig. 1, schema bloc a multiplicatorului de sensibilitate pentru un senzor rezonant;

- fig. 2, schema bloc de implementare a metodei clasice QCM;

- fig. 3, schema bloc de implementare a metodei QCM cu multiplicator de sensibilitate.

Multiplicatorul de sensibilitate pentru un senzor rezonant, conform invenției (fig. 1), asigură pentru semnalul de la ieșirea unui oscilator QCM (1) multiplicarea frecvenței 2 de N ori, urmată de mixarea semnalului cu frecvența multiplicată prin intermediul mixerului 3, cu un semnal 4 cu frecvența de N-1 ori frecvența oscilatorului QCM care provine de la un oscilator/etalon cu rol de referință de frecvență 5, iar un filtru trece jos 6, de la ieșirea mixerului, asigură refacerea semnalului pe frecvența de rezonanță 7 a oscilatorului QCM, cu o deviație de frecvență multiplicată de N ori.

Multiplicatorul de sensibilitate pentru un senzor rezonant mai conține niște senzori rezonanță 8, 12, cuplați la alte oscilatoare QCM (9, 13), urmate de unul sau mai multe module de multiplicare a sensibilității 14 înseriate într-un sistem de măsură clasic QCM, care utilizează pentru măsurarea frecvenței de rezonanță niște frecvențmetre digitale 10, 15 cuplate prin câte un canal de comunicație, la câte un sistem de achiziție de date 11, 16.

Bibliografie

1. Sauerbrey, G. "Use of quartz vibrator for weighting thin films on amicrobalance", Z. Phys. 1959, 155, 206-212.

2. Arnau, ed. (2004). "Piezoelectric Transducers and Applications", Heidelberg: Springer.

3. Kanazawa, K. K.; Gordon, J. G. "The oscillation frequency of a quartz resonator in contact with liquid", Anal. Chim. Acta 1985, 175, 99-105.

4. C. Lu, A. W. Czanderna, ed (1984), "Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances", Amsterdam: Elsevier.

5. Martin S. J., Granstaff V. E. and Frye G. C., "Characterization of quartzcrystal microbalance with simultaneous mass and liquid loading", Anal. Chem. 63 2272-81, 1991.

RO 129482 B1

1 6. Gonzalo Garcia-Martinez, Enrique Alonso Bustabad, Hubert Perrot, Claude Gabrielli,
Bogdan Bucur, Mathieu Lazerges, Daniel Rose, Loreto Rodriguez-Pardo, Jose Farifia, Chantal
3 Compere and Antonio Arnau Vives, *“Development of a Mass Sensitive Quartz Crystal
Microbalance (QCM)-Based DNA Biosensor Using a 50 MHz Electronic Oscillator Circuit”*,
5 Sensors 2011, 11, 7656-7664.

7 7. Vojko Matko, *“A Comparison of Frequency Pullability in Oscillators Using a Single
AT-Cut Quartz Crystal and Those Using Two Single A T- Cut Crystals Connected in Parallel
with a Series Load Capacitance or Series Load Inductance”*, Sensors 2006, 6(7), 746-755.

RO 129482 B1

Revendicări

1. Multiplicator de sensibilitate pentru un senzor rezonant, **caracterizat prin aceea că** este alcătuit dintr-un oscilator (1) QCM, al cărui semnal de ieșire este aplicat unui multiplicator de frecvență (2), urmat de un mixer (3) unde este aplicat și un semnal (4) de la un oscilator (5) de referință, la ieșirea mixerului (3) se află un filtru (6) trece jos ce reface semnalul (7) pe frecvența de rezonanță a cristalului de cuarț. 3 5 7
2. Multiplicator de sensibilitate pentru un senzor rezonant, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** mai conține niște senzori de rezonanță (8, 12), cuplați la alte oscilatoare QCM (9, 13), urmate de unul sau mai multe module de multiplicare a sensibilității (14), înseriate într-un sistem de măsură clasic QCM, care utilizează pentru măsurarea frecvenței de rezonanță niște frecvențmetre digitale (10, 15) cuplate prin câte un canal de comunicație la câte un sistem de achiziție de date (11, 16). 9 11 13

(51) Int.Cl.

G01N 5/02 (2006.01);

G01N 27/00 (2006.01);

G01G 3/13 (2006.01);

G01G 3/16 (2006.01)

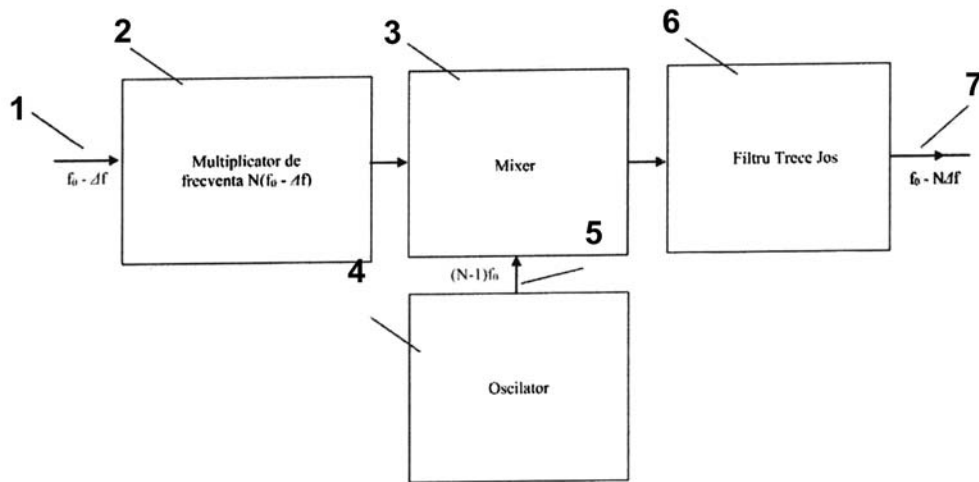


Fig. 1

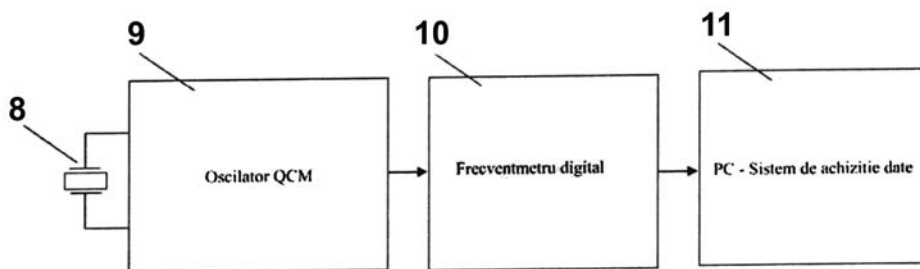


Fig. 2

(51) Int.Cl.

G01N 5/02 (2006.01);

G01N 27/00 (2006.01);

G01G 3/13 (2006.01);

G01G 3/16 (2006.01)

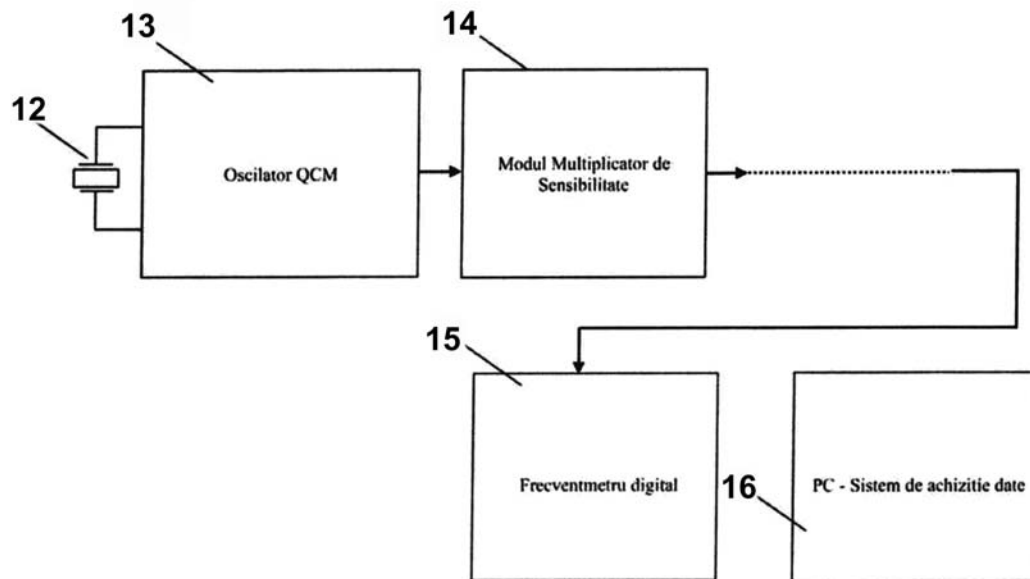


Fig. 3

