ISSN 2500-316X (Online)

https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-1-18-28

CC BY

УДК 537.5

НАУЧНАЯ СТАТЬЯ

Радиоволновая технология резонансной газосенсорной СВЧ-телеметрии

М.С. Костин@,
А.Д. Ярлыков

МИРЭА – Российский технологический университет, Москва 119454, Россия
@Автор для переписки, e-mail: kostin_m@mirea.ru

Исследована возможность применения микрополосковых СВЧ-резонаторов отражающего типа в решении задач резонансной газосенсорной телеметрии на слоистых диэлектрических подложках с газочувствительным напылением. Отмечено, что применение химически активных напылений, например, на основе цеолитов, имеющих высокую селективную газоадсорбентную кинетику по быстродействию, позволяет создавать радиосенсорные материалы, способные изменять диэлектрическую проницаемость в процессе поглощения газовых веществ, а также сублимированных паров твердых и жидких фаз различных соединений. В качестве альтернативного подхода в области дозиметрического газомониторинга предлагается модификация радиосенсорных приложений на основе микроволновых датчиков, позволяющих при помощи микроволновых решений на базе микрополосковых СВЧ-резонаторов с активным газочувствительным сорбционным цеолитным напылением на диэлектрическую подложку проводить газоанализ в режиме реального времени. Сформулирован радиоволновой принцип действия микрополоскового газосенсорного анализатора. Разработана его электродинамическая модель в среде Altair Feko. Спланирован эксперимент и проведены испытания метода газосенсорной телеметрии паров нитрида водорода, растворенных в воде. Установлено, что количество сорбированной воды и нитрида водорода в цеолите однозначно соответствует, как абсолютному значению коэффициента отражения в микрополосковом газосенсорном анализаторе в режиме резонанса, так и самой резонансной частоте анализатора.

На примере регистрации паров нитрида водорода показано, что зависящие от концентрации адсорбированного газа коэффициент отражения и сдвиг частоты в резонаторе соответствуют характеристикам насыщения газосенсорного датчика и позволяют многократно измерять небольшие концентрации газа, поглощенного цеолитом, при температуре, соответствующей условию быстрого испарения контролируемого газа с активного слоя диэлектрика, что гарантирует десорбцию датчика. Установлено, что в целях повышения быстродействия газосенсорного отклика целесообразно создавать микрополосковый резонатор для резо-

нансной области 8–10 ГГц и использовать материал подложки микрополоскового датчика с высокой диэлектрической проницаемостью. Переход в область верхних частот СВЧ позволит сократить размеры топологии микрополоскового резонатора и уменьшить эффективную площадь цеолитового напыления, а, следовательно, повысить скорость адсорбции газочувствительного слоя активного диэлектрика.

Ключевые слова: газо-сенсорная телеметрия, микрополосковый резонатор, диэлектрическая проницаемость, резонансная частота, коэффициент отражения, сорбция, газоактивный материал, цеолитное напыление

Для цитирования: Костин М.С., Ярлыков А.Д. Радиоволновая технология резонансной газосенсорной СВЧ-телеметрии. *Российский технологический журнал.* 2021;9(1):18–28. https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-1-18-28

RESEARCH ARTICLE

Radiowave technology of resonant gas-sensor microwave telemetry

Mikhail S. Kostin@,
Alexey D. Yarlykov

MIREA – Russian Technological University, Moscow 119454, Russia
@Corresponding author, e-mail: kostin_m@mirea.ru

The possibility of using microstrip reflector microwave resonators in solving problems of resonant gas-sensor telemetry on layered dielectric substrates with gas-sensitive sputtering was investigated. It is noted that the use of chemically active sputtering, for example, on the basis of zeolites having a high selective gas adsorbent kinetics in terms of speed, makes it possible to create radiosensor materials capable of changing the dielectric constant in the process of absorbing gases, as well as of sublimated vapors of solid and liquid phases of various compounds. As an alternative approach in the field of dosimetric gas monitoring, a modification of radiosensor applications based on microwave sensors is proposed, which allows using microwave solutions based on microstrip microwave resonators with active gas-sensitive sorption zeolite sputtering on a dielectric substrate to conduct gas analysis in real time. The radio-wave principle of the microstrip gas sensor analyzer was formulated. An electrodynamic model of a microstrip gas sensor analyzer in the Altair Feko environment was developed. An experiment was planned, and gas-sensor telemetry tests of ammonia vapors dissolved in water were carried out. It was established that the amount of sorbed water and ammonia in the zeolite unambiguously conforms both to the absolute value of the reflection coefficient at resonance and to the resonant frequency itself.

Using the example of recording hydrogen nitride vapors it was shown that the reflection coefficient and frequency shift in the resonator, which depend on the concentration of the adsorbed gas, correspond to the saturation characteristics of the gas sensor and make it possible to repeatedly measure small concentrations of a gas that can be absorbed by zeolite at a temperature corresponding to the condition of rapid evaporation of controlled gas from the active dielectric layer, which guarantees desorption of the sensor. It was established that in order to increase the speed of the gas sensor response it is advisable to create a microstrip resonator for the resonance region of 8...10 GHz and to use a microstrip sensor substrate material with a high dielectric constant. This is due to the fact that the transition to the upper microwave frequencies will allow reducing the size of the topology of the microstrip resonator and reducing the effective area of the zeolite deposition, and, consequently, increasing the adsorption rate of the gas-sensitive layer of the active dielectric.

Keywords: gas-sensor telemetry, microstrip resonator, dielectric constant, resonant frequency, reflection coefficient, sorption, gas-active material, zeolite spraying

For citation: Kostin M.S., Yarlykov A.D. Radiowave technology of resonant gas-sensor microwave telemetry. *Rossiiskii tekhnologicheskii zhurnal = Russian Technological Journal.* 2021;9(1):18–28 (in Russ.). https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-1-18-28

Введение

Датчики газосенсорной телеметрии подразделяются на оптические (лазерные), принцип действия которых основан на эффекте спектрального газопоглощения, металлоксидные или химорезистивные, использующие динамику омического эффекта, каталитические, базирующиеся на поглощении и термических реакциях, термографические, биохимические и т.д. [1]. Отдельно также классифицируют группу сенсорных устройств радиоэлектронной газорегистрации, основанных на емкостных, вольтамперометрических или потенциометрических эффектах селективного преобразования концентрации и идентификации химического состава различных газообразных соединений в параметры радиотехнических сигналов [2]. Так, применение химически активных напылений, например, на основе цеолитов, имеющих высокую селективную газоадсорбентную кинетику по быстродействию, позволяет создавать радиосенсорные материалы, способные изменять диэлектрическую проницаемость в процессе поглощения газов, а также сублимированных паров твердых и жидких фаз различных соединений. В качестве альтернативного подхода в области газоанализа возрастает научно-практический интерес к созданию устройств на основе микроволновых датчиков, позволяющих при помощи радиоволновых решений на базе микрополосковых СВЧ-резонаторов в диапазоне 1–18 ГГц, на топологию которых нанесено соответствующее активное сорбционное напыление, обеспечивать газосенсорную телеметрию в режиме реального времени.

Практическое применение микроволновых радиосенсорных датчиков, безусловно, представляет интерес при регистрации атмосферной влажности, а также различных паров и газов при химических или биомедицинских исследованиях, в том числе промышленного назначения. В последние несколько лет были предложены плоские микроволновые датчики для обнаружения нитрида водорода, толуола, углекислого газа или метана на основе высокочувствительного резонансного метода [1]. Их результативность заключается в использовании в конструкции микрополоскового СВЧ-резонатора активной петли обратной связи для усиления радиосенсорного эффекта, что обеспечивает более высокую разрешающую способность селективного обнаружения газообразных фаз [2]. По чувствительности металлоорганические или цеолитные материалы подложек СВЧ-резонаторов являются предпочтительными для микроволновых газовых датчиков, поскольку в таком случае происходит поглощение большого количества полярных газовых частиц наряду с соответствующим изменением комплексной диэлектрической проницаемости [3].

Научно-практические разработки в области газосенсорной телеметрии демонстрируют способность датчиков на основе микроволнового излучения контролировать концентрацию газа в чувствительном слое активного напыления. Тем не менее, исследования по созданию и применению микроволновых преобразователей для обнаружения газа находятся только на начальном этапе и требуют дальнейшей для разработки интегрированных радиосенсорных устройств. Кроме того, относительно большая площадь напыления активного вещества на датчик препятствует широкому применению микроволновых газосенсоров из-за резкого ухудшения быстродействия в нормальных климатических условиях эксплуатации и требует перехода в более высокочастотную область СВЧ-диапазона с целью минимизации размеров датчика и площади напыления, соответственно. Поэтому в данной работе исследуется кольцевой микрополосковый резонатор достаточно малых размеров, рассчитанный на среднюю частоту 9.0 ГГц, используемый для обнаружения паров нитробензольных соединений. В качестве чувствительного материала выступает смесь оксида железа и цеолита, которая способна поглощать нитрид водорода и пары воды даже при малых концентрациях. Ожидается, что предлагаемый микроволновый преобразователь откроет новые возможности для определения характеристик материалов и газосенсорной телеметрии на базе микроволновых датчиков.

1. Радиоволновой принцип действия микрополоскового газосенсорного анализатора

Вследствие процесса сорбции газочувствительный материал изменяет свою комплексную диэлектрическую проницаемость $\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$ и магнитную проницаемость $\mu = \mu' - j\mu''$. Это приводит к изменению показателя рефракции материала напыления и, как следствие, к изменению длины волны в материальной среде (перестройке частоты микрополоскового резонатора) [4]. Как правило, для передачи

электромагнитных волн в нужном направлении их ограничивают в одной или в двух плоскостях. Широко используемой линией передачи является плоская микрополосковая линия (рис. 1).

Микрополосковые линии состоят из полоскового проводника и слоя заземления, разделенных диэлектрической подложкой, и, вследствие чего, поддерживающих только поперечную электромагнитную волну (ТЕМ-волну). ТЕМ-волна образуется, когда два проводника находятся в одной среде, поэтому на самом деле электромагнитная волна в микрополосковой линии не является однозначно ТЕМ-волной, поскольку волны распространяются не только в подложке, но и в среде над линией проводника. Это вызывает различные фазовые скорости и, как следствие, изменяет продольную составляющую электромагнитного поля. Однако, поскольку ее величина очень мала, то ей часто пренебрегают, и тогда распространяющаяся электромагнитная волна называется квази-ТЕМ-волной. Кроме того, двумерная структура микрополосков делает их хорошо подходящими для миниатюризации и интеграции с другими компонентами твердотельных модулей СВЧ, и они могут быть изготовлены с использованием различных пленочных технологий [5]. Среди микроволновых методов определения характеристик материалов микрополосковых линий применимы нерезонансные или резонансные методы. Резонансные методы являются более предпочтительными вследствие их более высокой чувствительности и точности. В этом отношении хорошо известен метод резонансных возмущений, основанный на изменении резонансной частоты при определении параметров исследуемого материала [6].

Типичными плоскими резонансными структурами с микрополосками являются ленточные, дисковые и кольцевые резонаторы [7, 10]. Вследствие их особой геометрии в резонаторе образуются стоячие волны, удовлетворяющие граничным условиям микрополосковой топологии. При этом микрополосковые резонаторы должны быть соединены с одной или двумя питающими линиями для их радиоволнового возбуждения. В результате для оценки концентрации поглощения газа можно получить два параметра: коэффициент отражения S_{11} для которого требуется только одна линия питания, и коэффициент передачи. Двухпроводная питающая линия используется, если необходимо помимо коэффициента отражения S_{11} получить коэффициент передачи S_{21} [8, 10].

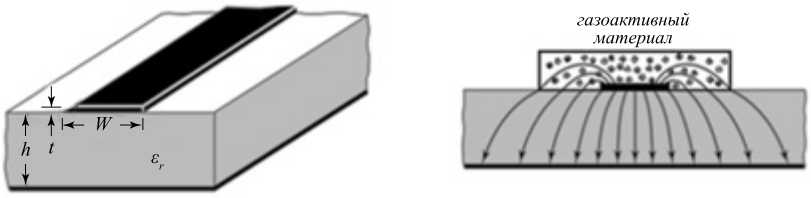
Как известно, стоячие волны в резонаторе возбуждаются при выполнении резонансного условия в исследуемом материале. Для газочувствительных слоев условие резонанса зависит не только от диэлектрической проницаемости конструктивной подложки резонатора, но и от активных слоев газочувствительного напыления. В этом случае эффективная диэлектрическая проницаемость $\varepsilon_{эфф}$ является аддитивным параметром и представляет собой сумму диэлектрических проницаемостей подложки и газочувствительного напыления. Отсюда можно определить резонансную частоту $f_{рез}$, как

$$f_{рез} = \frac{c}{L_x\sqrt{\varepsilon_{эфф}}}, \qquad (1)$$

где c – скорость света в свободном пространстве, L_x – характеристическая резонансная длина, которая зависит только от используемой геометрии топологии микрополоскового резонатора. Для кольцевого резонатора ее можно определить как $L_x = 2\pi R$ (рис. 2). Помимо резонансной частоты, еще одним характерным параметром микроволновых резонаторов является ширина полосы пропускания $П_{3Дб}$ по уровню – 3 дБ, зная которую, можно определить добротность системы Q, которая является мерой точности положения волнового резонанса:

$$Q = \frac{f_{рез}}{П_{3дБ}}. \qquad (2)$$

В целом принцип работы микрополоскового газосенсорного анализатора состоит в следующем. При наличии газовой фазы, которая поглощается



а б

Рис. 1. Микрополосковая линия:
а – поперечное сечение с заземлением и полосковым проводником;
б – режим распределение электромагнитного поля при помещении в исследуемую (газоактивную) материальную среду.

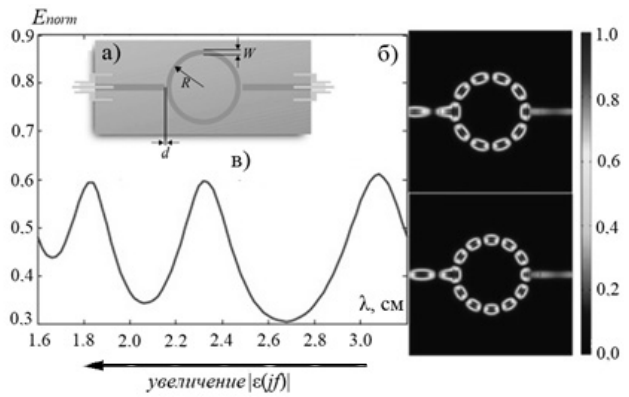


Рис. 2. Микрополосковый кольцевой резонатор на поликоровой подложке (газоактивное напыление не показано):
а – РСВ-модель с двумя емкостно-связанными питающими фидерами;
б – нормированная номограмма распределения ближнего поля в резонаторе в диапазоне изменения диэлектрической проницаемости подложки;
в – длина волны в резонаторе в зависимости от величины диэлектрической проницаемости подложки.

чувствительным слоем, изменяется общая комплексная эффективная диэлектрическая проницаемость слоистой подложки резонатора (газоативного напыления) и, как следствие, происходит сдвиг резонансной частоты и изменение добротности датчика. Так, при напылении газочувствительного слоя диэлектрика на топологию, открытый микрополосковый резонатор (рис. 1) вырождается в систему закрытого типа, т.е. за счет изменения диэлектрической проницаемости активного напыления в сторону абсолютного увеличения (при поглощении газа) в СВЧ-резонаторе происходит возбуждение более высших мод или сдвиг частоты относительно основной форманты, задаваемой диэлектрической проницаемостью поликоровой подложки. При этом накопленная статистика численных значений регистрируемых частот и добротностей позволяет судить о концентрации, а реактивность сорбционной кинетики активного вещества позволяет судить о качественных показателях – идентифицировать тип газообразного соединения.

2. Разработка и моделирование микрополоскового газосенсорного анализатора в среде Altair Feko

При проведении исследований авторами использовался кольцевой резонатор с газочувствительным цеолитовым напылением (рис. 2). Отсутствие открытых концов уменьшает потери излучения и, следовательно, увеличивает добротность по сравнению с резонаторами с открытым концом. Основными параметрами устройства являются величина зазора d между кольцевым резонатором и линиями питания, толщина микрополоскового кольца W (обе величины необходимы для определения волнового импеданса) и средний радиус кольца R, который определяет базовую резонансную частоту. Все эти параметры влияют на формирование волнового режима на резонансной частоте и, следовательно, на чувствительность, а также на разрешение наблюдаемого резонансного пика. С целью оценки влияния конструктивных параметров топологии резонатора на его радиофизические характеристики в среде Altair Feko проведено электродинамическое моделирование резонатора.

Общая структура модели резонатора включает в себя SMA-разъемы (50 Ом), две линии МПЛ 50 Ом и кольцевой резонатор с микрополосковыми фидерами (рис. 2а). В качестве материала подложки взят прототип СВЧ-диэлектрика серии RO4003C со следующими параметрами: толщина подложки $h = 0.813$ мм, диэлектрическая проницаемость $\varepsilon' = 3.38$, тангенс угла потерь $\mathrm{tg}(\delta) = \varepsilon'/\varepsilon'' = 0.00027$.

Для оценки влияния величины зазора на характеристики радиосенсора расстояние d между кольцевым резонатором и линиями питания микрополоскового кольцевого резонатора постепенно увеличивалось. Как известно, больший зазор улучшает передаваемый сигнал, поскольку для малых зазоров возрастает величина возмущений электрического поля в зазоре, обусловленная краевыми эффектами. Кроме того, величина зазора влияет на резонансную частоту и разрешение резонансного пика и, как следствие, на добротность радиосенсора. Иначе говоря, слабая связь между резонатором и питающими линиями обеспечивает высокую добротность и, следовательно, точность определения резонансной частоты, в то время как высокий уровень связи необходим для передачи мощности [9]. Однако определить требуемый уровень связи достаточно сложно, поэтому моделирование работы устройства при различных значениях зазора позволяет определить его влияние и оценить необходимый уровень микрополосковой связи. Моделирование проводилось при резонансной частоте $f_{рез} = 4.4$ ГГц, ширине микрополоска $W = 1.87$ мм и сопротивлении 50 Ом. Наименьший зазор был равен $d = 0.025$ мм и увеличивался с шагом 0.025 мм до предельного значения $d = 0.300$ мм.

Зависимость S-параметров от резонансной частоты при различных значениях величины зазора представлена на рис. 3. Исследуя коэффициент передачи S_{21}, можно видеть, что добротность, как и резонансная частота, для слабосвязанных резонаторов возрастает. Однако, исследуя коэффициент отражения S_{11} удалось заметить, что уменьшение связи между резонатором и линиями питания расширяет полосу. Таким образом, резонансная частота не может быть точно определена. Это явление необходимо учитывать, если в качестве характеристики сигнала выступает коэффициент отражения, тогда зазор d следует выбирать различным.

Как было отмечено ранее, чем меньше будет устройство, тем на более высокой частоте будет работать микрополосковый резонатор и тем меньше будет площадь активного газочувствительного напыления, и, как следствие, увеличится быстродействие устройства. Это объясняется тем, что переход в область верхних частот СВЧ позволит сократить размеры топологии микрополоскового резонатора и уменьшить эффективную площадь цеолитового напыления, а, следовательно, повысить скорость адсорбции газочувствительного слоя активного диэлектрика.

Однако при этом также возрастают потери энергии, а добротность уменьшается. Кроме того, небольшое отношение *W/R* является критическим из-за краевых волновых эффектов, которые влияют на характеристики резонатора. Последствиями малых соотношений *W/R* могут быть паразитные резонансы, а также более высокие потери. Чтобы учесть этот эффект, было проведено исследование параметров для различных резонансных частот в диапазоне 1–10 ГГц. Характеристическое сопротивление поддерживалось равным 50 Ом, ширина кольца была установлена $W = 1.87$ мм, а величина зазора $d = 0.16$ мм. Радиус кольца *R* изменялся в пределах от 2.87 мм до 29.3 мм таким образом, чтобы возникали резонансные частоты в заданном диапазоне. В таблице приведены точные значения радиуса кольца и соответствующие резонансные частоты.

На рис. 4 представлены результаты исследования размеров кольцевого резонатора. На более высоких резонансных частотах резонансные пики расширяются за счет снижения добротности, а также увеличивается значение коэффициента передачи. Кроме того, радиотехнические решения в области миниатюризации СВЧ-резонатора показывают важность выбора других параметров, обеспечивающих надлежащий режим работы радиосенсора, как, например, диэлектрической проницаемости подложки, увеличение которой позволяет достичь заданного коэффициента укорочения резонатора.

Действительно, выбор подложки играет ключевую роль в конструировании микрополосковых устройств. В данном случае используется поликор на базе оксида алюминия, обеспечивающий предельно низкие релаксационные потери. В качестве слоя металлизации используется палладий. С другой стороны, согласно теории распределения поля, в микрополосках высокая диэлектрическая проницаемость отрицательно влияет на чувствительность, поскольку поле концентрируется в подложке с более высокой диэлектрической проницаемостью. Тем не менее, более высокая диэлектрическая проницаемость позволяет использовать устройства меньшего размера [7].

Важно отметить, что микроволновый датчик проходного типа (двухпортовый) позволяет получить больше информации, чем оконечный (однопортовый) СВЧ-резонатор отражательного типа [9]. Были смоделированы различия между этими устройствами по чувствительности, которая в данном случае определяется как отношение изменения резонансной частоты к изменению эффективной диэлектрической проницаемости газочувствительного напыления резонатора

$$S_{\varepsilon}^{f_{\text{рез}}} = \frac{\Delta f_{\text{рез}}}{\Delta \varepsilon_{\text{эфф}}}. \quad (3)$$

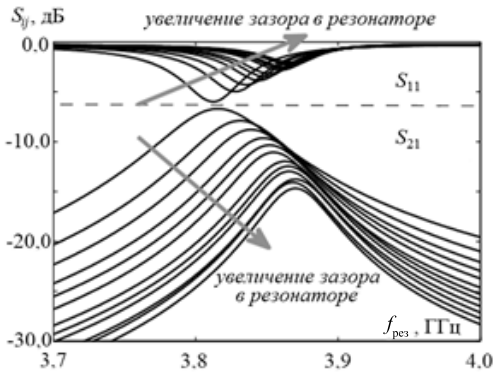


Рис. 3. Зависимость *S*-параметров от частоты для различных значений величины зазора в топологии газосенсорного телеметрического датчика: S_{11} – коэффициент отражения, S_{21} – коэффициент прямой передачи.

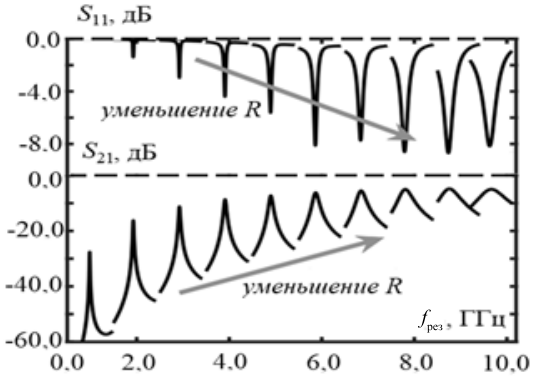


Рис. 4. Зависимость *S*-параметров от резонансной частоты при различных значениях радиуса резонатора *R* газосенсорного телеметрического датчика: S_{11}– коэффициент отражения, S_{21} – коэффициент прямой передачи.

Значения радиуса *R* для различных значений частоты

R, мм	29.31	14.57	9.84	7.31	5.79	4.86	4.19	3.71	3.18	2.79
$f_{\text{рез}}$, ГГц	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0

При моделировании средний радиус кольца был установлен равным $R = 2.08$ мм, толщина цеолитного напыления – 100 мкм, зазоры – $d = 0.16$ мм, а высота подложки из поликора ($\varepsilon = 10.1$) была выбрана равной 0.637 мм.

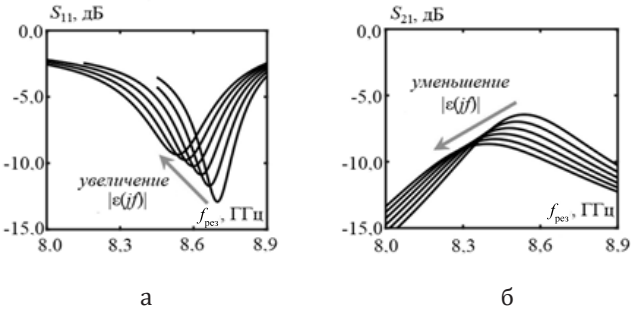
Модель и прототип газосенсорного анализатора, разработанного в среде Altair Feko, показаны на рис. 5. В рамках моделирования изменялись действительная и мнимая части комплексной диэлектрической проницаемости цеолита для учета изменения поляризации и изменения собственных потерь с увеличением поглощенных паров нитрида водорода или воды:

$$\varepsilon = \mathrm{var}\left[3.1:0.1:4.1\right] + j\,\mathrm{var}\left[0.0:0.06:0.6\right]. \qquad (4)$$

В комплексном векторе (4) предельные значения вещественной и мнимой части диэлектрической проницаемости в диапазоне из 11 дискретных значений заданы, исходя из действующего диапазона фактического изменения проницаемости цеолита [4].

Из рис. 6 видно, что для приведенных значений чувствительность оконечного резонатора выше, а резонансный пик менее широкий, чем для резонатора проходного типа. Следовательно, в последующих измерениях рекомендуется использовать резонатор отражательного типа.

В результате, на основе проведенного моделирования были выбраны величина зазора, ширина микрополоска и частота резонанса. Для миниатюризации микроволнового преобразователя резонансная частота кольцевого резонатора была установлена в диапазоне 8.3–9.5 ГГц, что соответствует среднему радиусу кольца резонатора $R = 2.08$ мм. Однако результаты моделирования в среде Altair Feko показали, что это ведет к меньшей точности нахождения положения резонансного пика. Чтобы не допустить этого, была установлена очень малая ширина кольцевой полосы $W = 0.22$ мм, что повышает точность нахождения резонансной частоты, а также чувствительность из-за более высокой напряженности поля над подложкой при меньшей ширине микрополоска.



а б

Рис. 6. Зависимость S-параметров от резонансной частоты при изменении комплексной диэлектрической проницаемости для газосенсорного телеметрического датчика:
а – отражательного типа; б – проходного типа.

Значение $d = 0.15$ мм было выбрано опытным путем из условия баланса мощностей на основе предварительно созданных прототипов кольцевых резонаторов на базе многофункциональной установки структурирования печатных модулей СВЧ ProtoMat S63 (рис. 7а).

На опытный образец разработанного микроволнового кольцевого газосенсорного анализатора было нанесено цеолитное напыление. Однако вследствие того, что газочувствительное напыление не является строго плоскопараллельным, это приводит к образованию нелинейных эффектов в работе резонатора в процессе сорбции. Предполагается, что неравномерность его толщины может составлять 100–200 мкм.

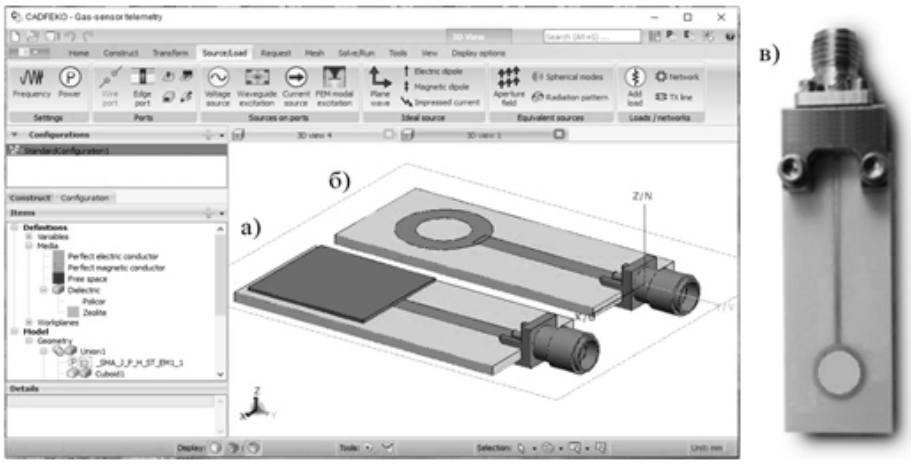


Рис. 5. Построенные в программной электродинамической среде Altair Feko трехмерные модели датчика отражательного типа:
а – модель газосенсорного анализатора с газоактивным напылением;
б – модель газосенсорного анализатора без напыления;
в – экспериментальный прототип радиосенсорного датчика.

а б

Рис. 7. Технологическое оборудование:
а – многофункциональная установка структурирования печатных модулей СВЧ ProtoMat S63;
б – установка инфракрасного экспонирования на базе инфракрасной паяльной станции ACHI IR 6500.

3. Описание эксперимента и испытания газосенсорного телеметрического анализатора

Основные результаты стендовых испытаний микрополоскового газосенсорного телеметрического анализатора получены на базе измерительного и технологического оборудования специализированной лаборатории радиоинжиниринга Института радиотехнических и телекоммуникационных систем ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет».

Экспериментальная установка (рис. 8) включает в себя стеклянную камеру для образцов, содержащую микроволновый преобразователь, векторный сетевой анализатор FSL18 компании R&S, систему сбора данных и блок подачи газа, подключенный к камере для образцов. Последний состоит из трех регуляторов для управления потоками азота, нитрида водорода и насыщенного водой азота. Общий расход газа был установлен равным 0.5 мл/мин.

В качестве характеристики работы датчика выступает коэффициент отражения S_{11}, который измерялся в диапазоне частот 8.0–10.0 ГГц с интервалом 5 мин. Важно отметить, что до начала испытаний были определены резонансная частота и абсолютное значение коэффициента отражения. Также был отфильтрован радиочастотный спектр вблизи рабочей резонансной частоты для удаления шума и паразитных отражений [11]. После каждого измерения уровня поглощенного газа цеолит должен подвергаться термической регенерации при помощи инфракрасного экспонирования на базе инфракрасной паяльной станции ACHI IR 6500 при температуре 120 °C (рис. 7б).

Перед началом измерений были проведены начальные испытания для исследования кинетики поглощения газов цеолитом, нанесенным на микроволновый резонатор при нормальных климатических условиях [12]. Для этого микроволновый датчик был подключен к анализатору спектра и помещен в заданные атмосферные условия. В качестве инициатора газовой фазы использовался стеклянный сосуд, частично заполненный раствором нитрида водорода и воды в соотношении 25×10^{-5}% NH_3/H_2O (рис. 8).

Количество нитрида водорода, перешедшего из жидкого состояния в газообразное, устанавливало парциальное давление нитрида водорода в свобод-

Рис. 8. Экспериментальная установка испытания газосенсорного телеметрического датчика на базе векторного спектроанализатора FSL18.

ном пространстве жидкости внутри стекла. В этом эксперименте были выделены четыре разных случая: датчик размещен вне стеклянной емкости, т.е. на открытом воздухе, без использования цеолитного напыления; датчик размещен внутри стеклянной емкости, т.е. в среде аммиак-атмосферный воздух (ААВ), без использования цеолитного напыления; датчик размещен вне стеклянной емкости, т.е. на открытом воздухе, с использованием цеолитного напыления; датчик размещен внутри стеклянной емкости, т.е. в среде ААВ, с использованием цеолитного напыления.

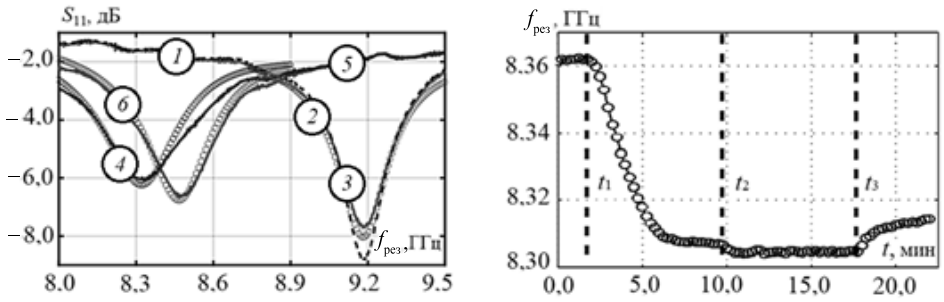
Если датчик расположен внутри стеклянной емкости (в свободном пространстве над жидкостью), газообразный нитрид водорода и вода должны поглощаться цеолитом и сдвигать резонансную частоту датчика в сторону более низких частот, поскольку эффективная диэлектрическая проницаемость увеличивается. Для справочных целей эксперимент также повторялся без цеолитного напыления.

На рис. 9а показаны измеренные коэффициенты отражения для четырех случаев. Как можно заметить, все резонансные пики по частоте и величине отличаются друг от друга. Резонансные частоты без цеолитного напыления в атмосферном воздухе и в среде ААВ одинаковы (кривые 1, 2 и 3), что было ожидаемо, поскольку при отсутствии цеолита регистрируемый газ почти не вносит вклад в резонансную частоту датчика из-за низкой диэлектрической проницаемости. Как только микрополосковое кольцо покрывается цеолитным напылением, это заставляет основную резонансную частоту сдвигаться к более низким частотам (рис. 9а, кривые 4, 5 и 6, соответственно). Кроме того, поместив датчик, покрытый цеолитом, в среду ААВ, можно наблюдать дальнейшее снижение резонансной частоты до более низких частот, что можно объяснить увеличением диэлектрической проницаемости, когда нитрид водорода и вода поглощаются в цеолите.

Далее для сублимации сорбента цеолиты регенерировались под инфракрасным экспонированием и эксперимент повторялся двукратно. При этом для каждого нового эксперимента регистрировались и сравнивались резонансные частоты.

Поскольку влажность воздуха влияет на резонансную частоту, во время испарения воды наблюдались флуктуации коэффициента отражения радиосенсора. При этом величины как $f_{рез}$, так S_{11} и подвержены влиянию попадания воды в цеолит при размещении датчика в воздухе. Поскольку вода увеличивает диэлектрическую проницаемость цеолитов, резонансная частота увеличивается после ее испарения. Результаты также показали, что через 10 минут большая часть воды уже испаряется даже при комнатной температуре. С другой стороны, перед каждым измерением датчик необходимо подвергать инфракрасному экспонированию в течение нескольких минут, чтобы получить воспроизводимые результаты.

При последующих испытаниях определялась концентрация нитрида водорода (рис. 9б). Датчик подвергался влиянию паров нитрида водорода ступенчато изменяющейся молярной концентрации от 0.1 до 450 млн$^{-1}$ (момент времени t_1) и от 450 до 900 млн$^{-1}$ (момент времени t_2) без промежуточной регенерации цеолита. Представленные на рис. 9б результаты демонстрируют различные сдвиги резонансной частоты во время адсорбции нитрида водорода на цеолите в 450 млн$^{-1}$ и 800 млн$^{-1}$. На первом интервале между t_1 и t_2 при загрузке нитридом водорода в 450 млн$^{-1}$ видно, что датчик насыщается до тех пор, пока не будет достигнуто полное насыщение нитридом водорода. Кроме того, увеличение концентрации нитрида водорода до 800 млн$^{-1}$ также приводит к заметному, но меньшему сдвигу резонансной частоты. Затем подача нитрида водорода с концентрацией 800 млн$^{-1}$ прекращается, и испытательная камера датчика газа продувается чистым азотом (момент времени t_3). Следовательно, резонансный сдвиг частоты уменьшается, но не до исходного значения, как, вероятно, ожидается при испарении воды. Данный эксперимент позволяет оценить предельные



а б

Рис. 9. Экспериментальные кривые:
а – зависимость коэффициента отражения от резонансной частоты при наличии/отсутствии цеолитного покрытия;
б – влияние различной степени концентрации нитрида водорода и азота на дрейф резонансной частоты газосенсорного телеметрического датчика.

возможности изменения диэлектрической проницаемости цеолита (перестройки резонансной частоты газосенсорного датчика) при достижении его адсорбционного насыщения парами нитридом водорода.

Важно отметить, что сильно связанный с активным диэлектриком радиосенсорного датчика нитрид водорода остается на цеолите даже в атмосфере чистого азота при низкой температуре, что уже не позволяет использовать газочувствительный слой многократно. Отсюда можно сделать вывод о том, что для эффективной эксплуатации микроволновых газочувствительных датчиков требуется такая температура среды, при которой обратное испарение контролируемого газа происходит достаточно быстро, чтобы гарантировать обратимость (десорбцию) датчика. Поэтому на подложке датчика необходимо устанавливать слой нагревателя, что будет следующим шагом к модификации радиосенсора.

Заключение

В работе были исследованы радиофизические параметры микрополоскового кольцевого резонатора с цеолитом в качестве газочувствительного диэлектрического напыления. На основе результатов моделирования в среде Altair Feko была разработана микрополосковая кольцевая резонаторная структура на поликоровой подложке с сорбционным газочувствительным цеолитным напылением. Газосенсорный телеметрический датчик прошел стендовые испытания на частоте 8.3–9.0 ГГц в нормальных климатических условиях. Установлено, что количество сорбированной воды и нитрида водорода в цеолите однозначно соответствует, как абсолютному значению коэффициента отражения в точке резонанса, так и самой резонансной частоте газосенсорного датчика. При этом резонансная частота является подходящей параметрической мерой для регистрации и измерения концентрации газообразных веществ с помощью микроволновой радиосенсорной технологии газоанализа. Зависящие от концентрации адсорбированного газа коэффициент отражения и сдвиг частоты в резонаторе соответствуют характеристикам насыщения газосенсорного датчика и позволяют многократно измерять небольшие концентрации газа, способного поглощаться цеолитом. В целях обеспечения повышения быстродействия газосенсорного отклика целесообразно создавать газосенсорный датчик для резонансной области 8–10 ГГц и использовать материал подложки с высокой диэлектрической проницаемостью, поскольку переход в область верхних частот СВЧ позволяет сократить размеры топологии резонатора, уменьшить эффективную площадь цеолитового напыления и повысить скорость адсорбции газочувствительного слоя активного диэлектрика.

В дальнейшем планируется исследовать кинетические зависимости диэлектрической проницаемости (резонансной частоты и коэффициента отражения) от сорбционной скорости поглощения для различных газочувствительных материалов, а также исследовать селективные возможности качественного контроля паров и газов других соединений на основе различных газоактивных напылений.

Вклад авторов

Все авторы в равной степени внесли свой вклад в исследовательскую работу.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Authors' contribution

All authors equally contributed to the research work.

The authors declare no conflicts of interest.

Литература/References

1. Beulertz G., Votsmeier M., Moos R. In operando Detection of Three-Way Catalyst Aging by a Microwave-Based Method: Initial Studies. *Appl. Sci.* 2015;5(3):174–186. https://doi.org/10.3390/app5030174

2. Dietrich M., Hagen, G., Reitmeier W., Burger K., Hien M., Grass P., Kubinski D., Visser J., Moos R. Radio-Frequency-Based NH_3-Selective Catalytic Reduction Catalyst Control: Studies on Temperature Dependency and Humidity Influences. *Sensors.* 2017;17(7):1615. https://doi.org/10.3390/s17071615

3. Dietrich M., Steiner C., Hagen G., Moos R. Radio-Frequency-Based Urea Dosing Control for Diesel Engines with Ammonia SCR Catalysts. *SAE Int. J. Engines.* 2017;10(4):1638–1645. https://doi.org/10.4271/2017-01-0945

4. Dietrich M., Jahn C., Lanzerath P., Moos R. Microwave based Oxidation State and Soot Loading Determination on Gasoline Particulate Filters with Three-Way Catalyst Coating for Homogenously Operated Gasoline Engines. *Sensors.* 2015;15(9):21971–21988. https://doi.org/10.3390/s150921971

5. Nanjundaswamy H., Nagaraju V., Wu Y., Koehler E., Sappok A., Ragaller P., Bromberg L. Advanced RF Particulate Filter Sensing and Controls for Efficient Aftertreatment Management and Reduced Fuel Consumption. SAE Technical Paper. Warrendale, PA, USA; 2015. 12 p. https://doi.org/10.4271/2015-01-0996

6. Rauch D., Albrecht G., Kubinski D., Moos R. A microwave-based method to monitor the ammonia loading of a vanadia-based SCR catalyst. *Appl. Catal. B.* 2015;165:36–42. https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2014.09.059

7. Sappok A., Bromberg L., Parks J.E., Prikhodko V. Loading and Regeneration Analysis of a Diesel Particulate Filter with a Radio Frequency-Based Sensor. SAE Technical Paper. Warrendale, PA, USA; 2010.
https://doi.org/10.4271/2010-01-2126

8. Kostin M.S., Vikulov V.M., Paramonov A.A. Transient Electromagnetic Pulse Emanation in Digital Systems in the Mode of Pulsed Excitation of the Printed Connector Elements. *J. Commun. Technol. Electron.* 2019;64(2):107–110.
https://doi.org/10.1134/S1064226919020116

9. Stuart G.C. Gas microstrip detectors on thin plastic substrate, Dissertation, Degree: Ph.D., DegreeYear: 1995, Institute: Carleton University (Canada), Adviser: John Armitage.

10. Peskov V., Oliveira R., Martinengo P., Fonte P., Nappi E., Pietroraolo F., Picchi P. Resistive microstrip and microdot detectors: a novel approach in developing spark protected micropattern detectors. In: Proceedings of Science. XI Workshop on Resistive Plate Chambers and Related Detectors (RPC 2012). Italy; 2012. 7 p.
https://doi.org/10.22323/1.159.0070

11. Fahmy S., Schmidt M., Cordero F., Roques J.P. Integral spectrometer: highlights of five years of operations. In: Proceedings of SpaceOps 2008 conference, Heidelberg, Germany, 2008. 21 p.
https://arc.aiaa.org/doi/pdf/10.2514/6.2008-3279

12. Di Fino L., Zaconte V., Ciccotelli A., Larosa M., Narici L. Fast probabilistic particle identification algorithm using silicon strip detectors. *Advances in space research.* 2012;50(3):408–414.
https://doi.org/10.1016/j.asr.2012.04.015

Об авторах:

Костин Михаил Сергеевич, кандидат технических наук, доцент кафедры конструирования и производства радиоэлектронных средств Института радиотехнических и телекоммуникационных систем ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119454, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 78). E-mail: kostin_m@mirea.ru.

Ярлыков Алексей Дмитриевич, ассистент кафедры радиоволновых процессов и технологий Института радиотехнических и телекоммуникационных систем ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119454, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 78).

About the authors:

Mikhail S. Kostin, Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Department of Design and Production of Radio-Electronic Means, Institute of Radio Engineering and Telecommunication Systems, MIREA – Russian Technological University (78, Vernadskogo pr., Moscow 119454, Russia). E-mail: kostin_m@mirea.ru.

Alexey D. Yarlykov, Assistant, Department of Radio Wave Processes and Technologies, Institute of Radio Engineering and Telecommunication Systems, MIREA – Russian Technological University (78, Vernadskogo pr., Moscow 119454, Russia).

Поступила: 25.05.2020; получена после рецензирования: 31.07.2020; принята к опубликованию: 06.09.2020.