

Є.О. Антоненко, В.О. Кожешкурт, Д.О. Штода, В.О. Катрич

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

4, майдан Свободи, Харків, 61022, Україна

E-mail: antonenko@karazin.ua

Амплітудно-фазовий детектор для систем діелектричної спектроскопії

Предмет і мета роботи. Метою роботи є дослідження можливості застосування методу трьох амплітуд для вимірювання різниці фаз і амплітуд двох сигналів у системах діелектрометрії та імпедансної спектроскопії. Для розгляду обрано дві функціональні схеми, що реалізують метод трьох амплітуд, з додаванням і відніманням сигналів.

Методи і методологія роботи. У роботі представлено аналіз сучасного стану методу діелектричної спектроскопії як методу, що дозволяє проводити вимірювання відносного вмісту компонент у бінарних розчинах і суспензіях. Зазначено особливу роль методу в аналізі біохімічних властивостей рідин. Наведено співвідношення для обчислення модуля, дійсної і уявної частин імпедансу вимірювальної комірки, яка заміщена еквівалентною схемою. Еквівалентні параметри кола дозволяють обчислити провідність і діелектричну проникність досліджуваної рідини. Зазначено, що у формулах для розрахунку еквівалентної ємності та опору вимірювальної комірки не враховується ефект адсорбції молекул і частинок речовини біля поверхні електродів, що призводить до невірних обчислень провідності і діелектричної проникності.

Результати роботи. Виготовлено експериментальний зразок амплітудно-фазового детектора та перевірено його технічні характеристики. Запропоновано ввести буферні каскади на входах детекторів, які забезпечують розв'язку між вимірювальним і опорним каналами на рівні -70 дБ. Використано схему двоступеневого детектування на основі логарифмічного і пікового детекторів. Показано, що двоступеневе детектування дозволяє зменшити рівень пульсації вимірюваного сигналу на низьких частотах. Обґрунтування доцільності вибору схеми з відніманням сигналів для систем діелектрометрії.

Висновки. Запропоновано схему широкосмугового амплітудно-фазового детектора з частотним діапазоном від одиниць герців до 100 МГц для систем діелектричної спектроскопії. Проведено експериментальну оцінку точності вимірювання різниці фаз. Представлено метод калібрування детектора, який дозволяє зменшити абсолютну похибку вимірювання різниці фаз до $\pm 0,1^\circ$. Лл. 5. Бібліогр.: 29 назв.

Ключові слова: амплітудно-фазовий детектор, метод трьох амплітуд, різниця фаз, імпеданс, імпедансна спектроскопія, діелектрометрія.

Одним з методів дослідження й аналізу речовин різної фізичної природи є метод діелектричної спектроскопії, який є окремим випадком методу імпедансної спектроскопії. Вимірювання спектра діелектричної проникності передбачає вимірювання дійсної і уявної частин діелектричної проникності. Метод діелектричної (імпедансної) спектроскопії – це радіофізичний метод, що дозволяє в реальному масштабі часу проводити вимірювання відносної концентрації компонент у бінарних розчинах і суспензіях за їх електрофізичними пара-

метрами. У багатьох прикладних дослідженнях часто обмежуються аналізом значень дійсної та уявної частин імпедансу вимірювальної комірки, не переходячи до провідності і діелектричної проникності. На основі цього методу створюються нові способи для проведення експрес-аналізу біологічних проб [1, 2] і оптимізації технологічних процесів у харчовій промисловості [3, 4]. Іншим застосуванням методу є оптимізація процесу лазерної абляції. Зокрема, у роботі [5] показано можливість вимірювання концентрації наночастинок заліза і платини в

розчиннику за даними імпедансу вимірювальної комірки. Також досліджено характер зміни провідності суспензії в процесі агломерації наночастинок. Показано, що стану седиментаційної рівноваги суспензії відповідає певне значення її провідності. У публікації [6] метод відкритого коаксіального зонда використовується для вимірювання жирності коров'ячого молока. У роботі представлено частотні залежності діелектричної проникності та діелектричних втрат у діапазоні частот 20...4 500 МГц для різних температур у діапазоні 25...45 °С і концентрації жиру 0,06...4,04 %.

У публікації [7] метод діелектричної спектроскопії успішно застосований для вимірювання концентрації оксиду графену в деіонізованій воді. Результати вимірювань показують, що для цього розчину в діапазоні частот від 1 кГц до 1 МГц існує характерна ділянка, на якій має місце пряма залежність дійсної частини опору вимірювальної комірки від концентрації оксиду графену у воді.

Метод імпедансної спектроскопії також розвивається і впроваджується в області дослідження іонних рідин, які виступають у ролі електролітів у сучасних акумуляторах [8]. У цій роботі автори використовують у своїх дослідженнях векторний аналізатор електричних кіл *Agilent E8363B*, який має частотний діапазон від 10 МГц до 40 ГГц. Контроль електрофізичних властивостей при розробці нових твердих електролітів для акумуляторних батарей [9], дослідження дипольної динаміки іонних рідин також можуть бути здійснені шляхом імпедансної спектроскопії.

У роботі [10] метод діелектричної спектроскопії використаний як основний метод контролю при трансетерифікації масла. Виміри проводилися в діапазоні частот від 20 Гц до 20 кГц і в діапазоні температур 25...45 °С. Очищене масло піддавалося епоксидуванню в присутності кислотного каталізатора, а потім трансетерифікації. Встановлено, що отримані таким чином зразки масла мають низькі втрати в розглянутих діапазонах температур і частот та можуть використовуватись в якості природної складноєфірної ізолюючої рідини у високоевльтному обладнанні.

Група дослідників із Швейцарського федерального інституту технологій [11] розробила

високочастотний діелектричний спектрометр, який застосовується для кількісного аналізу молекулярних змін у полімерних зразках. Контроль молекулярних змін здійснюється шляхом вимірювання діелектричної проникності епоксидного полімеру після термічного і гіротермічного впливу, а також ультрафіолетового випромінювання. Показано, що зміни діелектричних спектрів можуть бути виміряні з відносною похибкою не гірше ніж $\pm 5 \cdot 10^{-5}$. Частотний діапазон вимірювань приладу складає від 0,01 Гц до 200 кГц.

Окремої уваги заслуговує вимірювач імпедансу німецько-бельгійської групи дослідників [12]. Їх пристрій використовується для медичної діагностики, аналізу безпеки харчових продуктів та виявлення забруднюючих речовин у воді, а також для кількісного аналізу живих клітин. Частотний діапазон приладу складає від 10 Гц до 100 кГц.

Наведений вище огляд дає загальне уявлення про перспективи і сфери використання діелектричної спектроскопії. На сучасному ринку широко представлені аналізатори імпедансу – такі моделі, як *4294A*, *E4990A*, *E4991B* (*Keysight Technologies*, США), *MFIA* (*Zurich Instruments AG*, Швейцарія), *6500B* (*Wayne Kerr Electronics*, Велика Британія), які є взірцями точності і є дослідницьким обладнанням. Проте використання їх в якості датчиків або експрес-аналізаторів у промисловості економічно необґрунтоване.

1. Метод дослідження. Наведені приклади показують, що метод імпедансної спектроскопії може бути покладено в основу розробки портативних приладів, які реалізують експрес-методи аналізу хімічного складу бінарних розчинів і суспензій, біологічних рідин.

З точки зору електродинаміки, всі речовини є нелінійними магнітодіелектриками з втратами, які описуються трьома параметрами – провідністю σ , діелектричною проникністю ϵ і магнітною проникністю μ . Основні види нелінійностей – енергетична (залежність σ, ϵ, μ від напруженості електричного і/або магнітного поля), яка властива для напівпровідників і сегнетоелектриків, і частотна нелінійність (дисперсія σ, ϵ, μ). Частотну залежність електрофізичних параметрів прийнято розглядати в області низькоінтенсивних полів, де ще не про-

являються такі ефекти, як ударна йонізація [13, 14] і тунелювання. Науковий інтерес також становить дослідження комбінованого впливу на речовину. Окремим науково-технічним завданням є дослідження впливу температури на дисперсію діелектричної проникності речовин різної фізичної природи.

На підставі досвіду застосування методу діелектричної спектроскопії, накопиченого в різних областях нанотехнологій, біотехнологій, електрохімії, важко сформулювати універсальні критерії до частотного діапазону, необхідного для проведення аналізу речовин. У більшості випадків, при дослідженні біологічних рідин, іонних рідин і суспензій, верхня частотна межа може обмежуватися метровим діапазоном довжин хвиль. У процесі оцінювання концентрацій складових бінарних розчинів з високою провідністю на частотах понад 100 МГц залежність провідності від концентрації не проявляється. Однак ефекти, що пов'язані з аномальною дисперсією та релаксаційними втратами, можуть мати місце і на більш високих частотах.

Особливі вимоги висуваються до чутливості амплітудно-фазових детекторів (АФД), які є головними вимірювальними елементами. Очевидно, що чутливість має складну і водночас нелінійну залежність як від частоти (проблема вимірювань на низьких частотах), так і від модуля опору вимірювальної комірки, заповненої досліджуваною речовиною. Наприклад, для схеми вимірювання речовини з $\varepsilon = 2$ і малими діелектричними втратами на проходження, ємність вимірювальної комірки становить одиниці пікофарад. У цьому випадку, при пороговій чутливості детектора 500 мкВ і амплітуді сигналу генератора 1 В, вимірювання можливе на частотах від 200 кГц і вище. Реактивна складова імпедансу вимірювальної комірки визначається зсувом фази. Вимірювання фази в необхідному діапазоні частот є складним технічним завданням, технічні підходи до вирішення якого можуть відрізнятися в різних діапазонах, що не дозволяє проводити вимірювання в широкій смузі частот одним типом фазового детектора. Для вимірювань на частотах до 10 МГц можливе застосування методу відстеження переходу порівнюваних сигналів через нуль з подальшою операцією виключної диз'юнкції [15]. Різниця фаз буде пропорційна тривалості сформо-

ваного імпульсу. Абсолютна похибка методу може становити $\pm 0,02^\circ$ і зростає зі збільшенням частоти сигналу. Для вимірювання різниці фаз на більш високих частотах використовуються балансні та гетеродинні схеми вимірювання з фазовим автопідстроюванням частоти, але їх похибка становить близько $\pm 2^\circ$ [16]. Недоліком таких схем є неможливість проведення вимірювань на низьких частотах. Крім того, точність балансних методів залежить від різниці амплітуд опорного і вимірюваного сигналів. Рівність амплітуд досягається введенням систем автоматичного регулювання підсилення, які самі по собі є джерелом фазових спотворень.

У дослідженнях біологічних рідин і клітинних суспензій більшість явищ, таких як діелектрофорез [17–19], α - і β -дисперсія [20, 21], стрибок імпедансу при фазовому переході в момент кристалізації речовини [22, 23], проявляються на частотах до 100 МГц. Метою цієї роботи є розроблення амплітудно-фазового детектора з частотним діапазоном від одиниць герців до 100 МГц і абсолютною похибкою вимірювання різниці фаз не більше $\pm 0,2^\circ$.

2. Метод трьох амплітуд. Практично всі методи вимірювання електрофізичних властивостей матеріалів засновані на вимірі різниці амплітуд та фаз між опорним і вимірювальним каналами. Оскільки амплітуди на входах детекторів можуть істотно відрізнятися, то особливою вимогою до АФД є мінімальна залежність точності вимірювання різниці фаз від амплітуди сигналу. Одним з таких методів є метод трьох амплітуд (МТА) [24–26], на основі якого розроблено технічне рішення АФД, що дозволяє вимірювати амплітуди і різницю фаз двох сигналів у діапазоні частот від постійного струму до 100 МГц. Метод трьох амплітуд заснований на вимірюванні амплітуд опорного і вимірювального каналів, а також амплітуди різницевого або сумарного сигналу. Функціональну схему детектора наведено на рис. 1. Вимірювання проводять таким чином. На ідентичні входи детектора подають гармонічні сигнали з частотою ω , початковими фазами φ_1 і φ_2 відносно опорного джерела коливань та амплітудами A_1 і A_2 : $S_1 = A_1 \sin(\omega t + \varphi_1)$, $S_2 = A_2 \sin(\omega t + \varphi_2)$.

Метод вимірювання різниці фаз МТА заснований на простих математичних співвідношен-

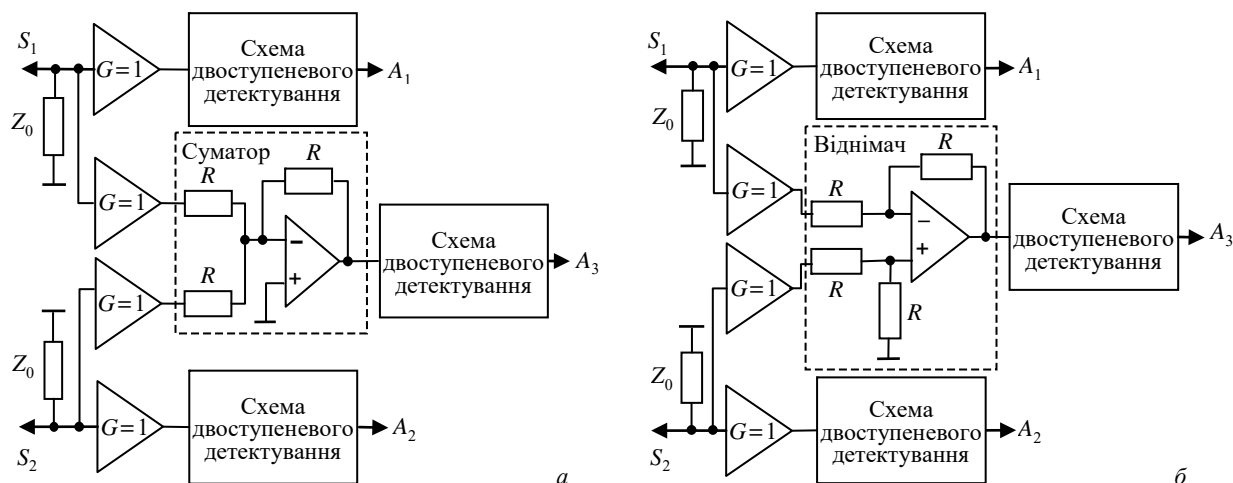


Рис. 1. Функціональна схема АФД, що реалізує метод трьох амплітуд, з додаванням (а) і відніманням (б) сигналів

нях [27–29]. Амплітуда сумарного (1) або різницевого (2) сигналу A_3 обчислюється як

$$A_3 = \sqrt{A_1^2 + A_2^2 + A_1 A_2 \cos \Delta\varphi}; \quad (1)$$

$$A_3 = \sqrt{A_1^2 + A_2^2 - A_1 A_2 \cos \Delta\varphi}, \quad (2)$$

де $\Delta\varphi = |\varphi_1 - \varphi_2|$ – різниця фаз між сигналами.

Після простих математичних перетворень отримаємо остаточні вирази для обчислення різниці фаз для схеми з додаванням (3) і відніманням (4) сигналів:

$$\Delta\varphi = \arccos\left(\frac{A_3^2 - A_1^2 - A_2^2}{2A_1 A_2}\right); \quad (3)$$

$$\Delta\varphi = \arccos\left(\frac{A_3^2 - A_1^2 - A_2^2}{-2A_1 A_2}\right). \quad (4)$$

Для забезпечення розв’язки між опорним та вимірювальним каналами і зручності узгодження вхідних імпедансів каналів детекторів введено додаткові буферні каскади з одиничним коефіцієнтом підсилення. У разі відсутності буферних каскадів, через суматор або віднімач (на функціональних схемах показані пунктиром) відбувається взаємне проникнення сигналів, що неминуче призводить до зростання похибки, яка пропорційна відношенню амплітуд на вході каналів детектора. У такому випадку розв’язка між каналами становить близько -20 дБ, а динамічний діапазон вимірювань обмежується рівнем сигналу, що проходить з опорного каналу у вимірювальний через схему додавання

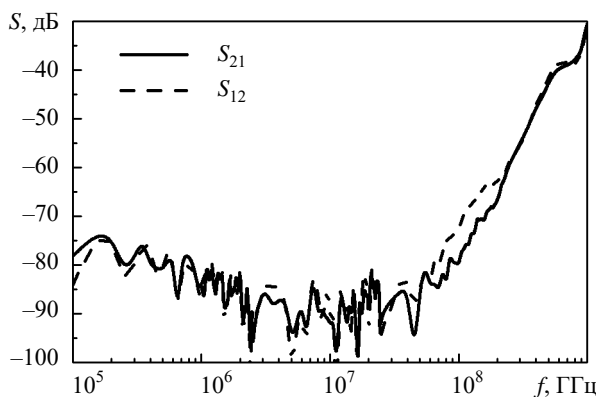


Рис. 2. Результати вимірювань рівня розв’язки між вхідними каналами детектора

або віднімання. Наведені нижче результати вимірювань показують, що за наявності буферних каскадів на входах суматора або віднімача забезпечується рівень розв’язки ($S_{1,2}, S_{2,1}$) між каналами не гірше -70 дБ у діапазоні частот до 100 МГц (рис. 2).

Зменшення рівня пульсацій, що особливо актуально для вимірювань на низьких частотах, досягається за допомогою схеми двоступеневого детектування. З виходу буферних каскадів і з виходу суматора (віднімача) сигнал подається на схему двоступеневого детектування, яку показано на рис. 3. З початку здійснюється амплітудне детектування, яке реалізовано за допомогою стандартного рішення від компанії *Analog Devices* на логарифмічному детекторі (ЛД) *AD8310* з динамічним діапазоном 92 дБ. З виходу логарифмічного детектора сигнал подається на відповідний піковий детектор, який побудований на високочастотному операційно-

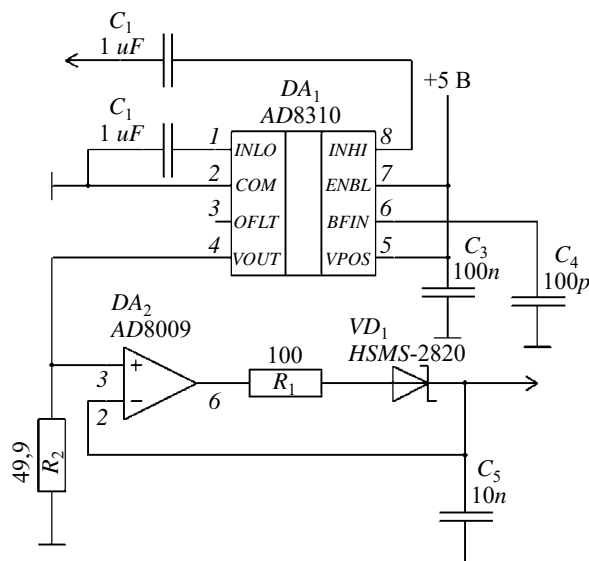


Рис. 3. Схема двоступеневого детектування

му підсилювачі (ОП) AD8009 і діоді з бар'єром Шоттки HSMS-2820 в колі зворотного зв'язку. Такий підхід дозволив зменшити рівень пульсацій до 10 мкВ на частоті вхідного сигналу 10 Гц. Вихід пікового детектора підключається до апаратно-програмного пристрою скидання. З виходу пікового детектора сигнал може бути оцифрований або поданий на масштабувальний підсилювач, який одночасно виконує функцію зсуву нуля. Зсув нуля на рівні 0,5 В з'являється внаслідок особливостей функціонування ЛД AD8310. Буферні каскади, суматор і віднімач сигналів виконані на високочастотних операційних підсилювачах AD8009.

Слід зазначити, що для забезпечення вимірювання фази з абсолютною похибкою $\pm 0,1^\circ$ абсолютна похибка вимірювання напруги на виходах детекторів повинна складати не більше 10 мкВ. Це, у свою чергу, вимагає застосування високоточних аналого-цифрових перетворювачів з розрядністю не менше 20 ефективних біт.

Для збільшення точності вимірювань на низьких частотах доцільно використовувати не випадкові усереднені значення результатів перетворення АЦП, а максимальні значення, усереднені за декількома періодами. Таким чином, у випадку необхідності проведення більш точних вимірювань амплітуди і різниці фаз на низьких частотах, час вимірювання t буде пропорційним добутку періоду сигналу T і кількості точок для усереднення n ($t = nT$).

3. Метод калібрування детектора. Основними джерелами похибки в процесі вимірювань з використанням МТА є напруга зсуву ОП, завал амплітудно-частотної характеристики ОП зі збільшенням частоти, розкид параметрів пасивних елементів схеми. Експериментально встановлено, що найбільшу похибку має амплітуда A_3 . Компенсувати похибку окремого детектора можливо введенням коригувальних коефіцієнтів. Для кожної з амплітуд A_1, A_2, A_3 вводиться відповідний коефіцієнт, який коригує похибку вимірювання амплітуди і постійного зсуву: a_1, a_2, a_3 – коефіцієнти, що коригують спотворення амплітуди; s_1, s_2, s_3 – коефіцієнти, що коригують постійне зміщення. Похибки вимірювання амплітуд носять систематичний характер і обумовлені розкидом значень пасивних елементів схеми, а також температурним дрейфом струмів і напруг зсуву ОП.

З формул (1), (2) випливають співвідношення (5), (6), які мають виконуватися для зсувів фаз $0^\circ, 90^\circ, 180^\circ$. Ці значення кутів зручні для калібрування: 0° отримуємо при подачі синфазного сигналу на обидва входи детектора, 90° отримуємо включенням високодобротного конденсатора послідовно входу одного з каналів, 180° отримуємо подачею інвертованого сигналу на один з входів детектора.

Співвідношення, які повинні виконуватися для схеми з додаванням сигналів, мають вигляд:

$$\begin{aligned} \Delta\varphi = 0^\circ (a_3A_3 + s_3)^2 &= (a_1A_1 + a_2A_2 + s_1 + s_2)^2, \\ \Delta\varphi = 90^\circ (a_3A_3 + s_3)^2 &= (a_1A_1 + s_1)^2 + (A_2 + s_2)^2, \\ \Delta\varphi = 180^\circ (a_3A_3 + s_3)^2 &= (a_1A_1 - a_2A_2 + s_1 - s_2)^2. \end{aligned} \tag{5}$$

Співвідношення, які повинні виконуватися для схеми з віднімачем сигналів, мають вигляд:

$$\begin{aligned} \Delta\varphi = 0^\circ (a_3A_3 + s_3)^2 &= (a_1A_1 - a_2A_2 + s_1 - s_2)^2, \\ \Delta\varphi = 90^\circ (a_3A_3 + s_3)^2 &= (a_1A_1 + s_1)^2 + (A_2 + s_2)^2, \\ \Delta\varphi = 180^\circ (a_3A_3 + s_3)^2 &= (a_1A_1 + a_2A_2 + s_1 + s_2)^2. \end{aligned} \tag{6}$$

Оскільки кількість калібрувальних коефіцієнтів більша за кількість співвідношень, то доцільно добирати коефіцієнти методом набли-

ження до заданої точності. Також у процесі програмного добору калібрувальних коефіцієнтів необхідно стежити за виконанням умови області визначення функції \arccos для формул (3), (4):

$$\left| \frac{(a_3 A_3 + s_3)^2 - (a_1 A_1 + s_1)^2 + (a_2 A_2 + s_2)^2}{2(a_1 A_1 + s_1)(a_2 A_2 + s_2)} \right| \leq 1.$$

Слід зазначити, що проведення калібрування для трьох значень зсуву фаз (0° , 90° , 180°) не є обов'язковим. Достатньо провести калібрування в області максимальної похибки. Далі буде показано, що для схеми з віднімачем сигналів максимальна похибка вимірювання різниці фаз буде в околі 180° , а для схеми з суматором сигналів – в околі 0° .

На рис. 4, а наведено залежність похибки вимірювання різниці фаз для схеми з віднімачем, а також значення похибки після процесу калібрування. На практиці, після калібрування, абсолютна похибка не перевищує $\pm 0,1^\circ$. Вимірювання були проведені на частоті 100 МГц, де похибка є максимальною внаслідок завалу амплітудно-частотної характеристики ОП. Однак для значень різниці фаз приблизно від 0° до 150° абсолютна похибка не перевищує $\pm 0,25^\circ$. Якщо цей діапазон вимірювань різниці фаз і похибка задовольняють вимогам, то калібрування можна не проводити.

На рис. 4, б наведено залежність похибки вимірювання різниці фаз для схеми з суматором. Як видно, у цьому випадку максимальна похибка виникає для різниці фаз в околі 0° .

Схематичне рішення з віднімачем сигналів є більш прийнятним для застосування АФД у системах діелектрометрії суспензій, біологічних рідин та інших рідин, оскільки в цьому випадку різниця фаз між опорним і вимірювальним каналами перебуватиме в діапазоні $0 \dots 90^\circ$. За таких умов похибка вимірювань мінімальна, а калібрування дозволить зменшити абсолютну похибку з $\pm 0,2^\circ$ до $\pm 0,1^\circ$.

Для проведення вимірювань досліджуване коло (вимірювальна комірка) підключається послідовно до одного з входів детектора, на другий вхід подається опорна напруга, як показано на рис. 5.

Модуль імпедансу $|\bar{Z}|$ для схеми на рис. 5 обчислюється за формулою, яка справедлива для

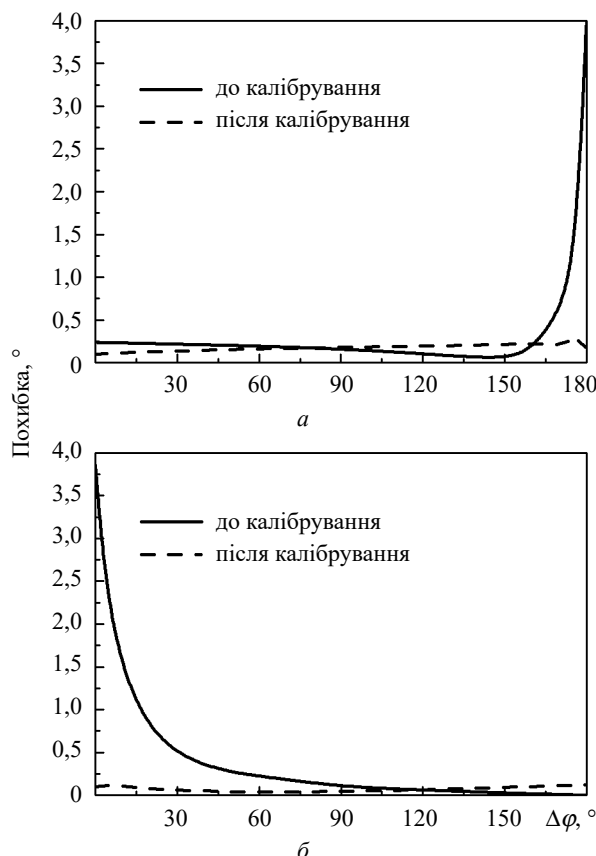


Рис. 4. Залежність похибки вимірювання різниці фаз для схеми з віднімачем (а) і суматором (б)

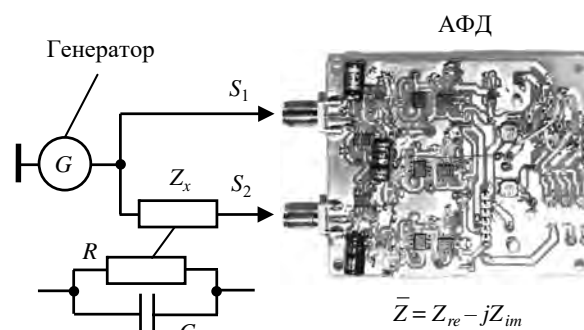


Рис. 5. Найпростіша схема для вимірювання імпедансу

обох схем АФД, що розглядаються в цій роботі:

$$|Z| = Z_0 \left(\frac{A_1}{A_2} - 1 \right),$$

де $Z_0 = 50 + j0$ Ом – вхідний імпеданс каналів детектора; A_1 – амплітуда опорного каналу; A_2 – амплітуда вимірювального каналу. Як видно, для вимірювання модуля імпедансу досить виміряти значення амплітуд A_1 і A_2 .

За виміряним значенням фази і модуля імпедансу обчислюємо дійсну Z_{Re} і комплексну Z_{Im} частини імпедансу:

$$Z_{Re} = \frac{|Z|}{\sqrt{1 + \operatorname{tg}^2(\Delta\varphi)}}, \quad Z_{Im} = \pm \frac{|Z|}{\sqrt{1 + \frac{1}{\operatorname{tg}^2(\Delta\varphi)}}}.$$

Слід зазначити, що обчислення комплексної частини здійснюється з точністю до знаку. Оскільки детектор розроблявся для систем імпедансної спектроскопії рідин, то комплексна частина береться зі знаком «мінус» внаслідок емнісного характеру вимірювальної комірки.

Для обчислення провідності та діелектричної проникності матеріалів, у тому числі біологічних рідин, можна здійснити перехід до еквівалентних параметрів замінного електричного кола. Якщо еквівалентна схема вимірювальної комірки являє собою паралельне з'єднання конденсатора і резистора, то еквівалентна ємність і еквівалентний опір кола можуть бути обчислені через дійсну і комплексну частини імпедансу за такими формулами:

$$C = -\frac{1}{\omega \left(\frac{Z_{Re}^2 + Z_{Im}^2}{Z_{Im}} \right)}, \quad R = Z_{Re} + \frac{Z_{Im}^2}{Z_{Re}}.$$

Значення діелектричної проникності і провідності обчислюються за формулами:

$$\varepsilon = k \frac{C}{\varepsilon_0}, \quad \sigma = k \frac{1}{R},$$

де k – стала вимірювальної комірки.

Важливо зазначити, що у формулах для розрахунку еквівалентної ємності та опору вимі-

рювальної комірки не враховуються ефекти поляризації електродів і виникнення подвійного електричного шару, адсорбції молекул і частинок речовини біля поверхні електродів, дисоціації. Ці ефекти наочніше проявляються у вимірюваннях на постійному струмі та низьких частотах.

Висновки. На основі методу трьох амплітуд розроблено АФД з частотним діапазоном від постійного струму до 100 МГц для систем діелектрометрії та імпедансної спектроскопії. У роботі розглянуто два типи детекторів: з віднімачем і суматором сигналів. Показано, що для систем діелектрометрії найкращий результат досягається у випадку використання схеми з віднімачем сигналів.

Для забезпечення розв'язки між вимірювальним і опорним каналами на рівні -70 дБ у схему доцільно ввести буферні каскади.

Розроблено метод калібрування детектора, заснований на компенсації напруг зсуву і нелінійності амплітудно-частотної характеристики ОП. Калібрування дозволяє зменшити абсолютну похибку вимірювання різниці фаз до $\pm 0,1^\circ$.

Наведено основні співвідношення для обчислення діелектричної проникності та провідності досліджуваних речовин.

До недоліків АФД можна віднести те, що комплексна частина імпедансу вимірюється з точністю до знака. Це відбувається через те, що різниця фаз також вимірюється з точністю до знака. Знак комплексної частини імпедансу визначається характером досліджуваного кола: емнісний характер відповідає від'ємному значенню комплексної частини імпедансу, індуктивний – її додатному значенню.

БІБЛІОГРАФІЧНИЙ СПИСОК

1. Cheng X., Liu Y.S., Irimia D., Demirci U., Yang L., Zamir L., Rodríguez W.R., Toner M. & Bashir R. Cell detection and counting through cell lysate impedance spectroscopy in microfluidic devices. *Lab Chip*. 2007. Vol. 7, Iss. 6. P. 746–755. DOI: 10.1039/B705082H.
2. Bao X., Ocket I., Bao J., Doijen J., Zheng J., Kil D., Liu Z., Puers B., Schreurs D., Nauwelaers B. Broadband dielectric spectroscopy of cell culture. *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.* 2018. Vol. 66, Iss. 12. P. 5750–5759. DOI: 10.1109/TMTT.2018.2873395.
3. Masot R., Alcañiz M., Fuentes A., Schmidt F.C., Barat J.M., Gil L., Baigts D., Martínez-Mañez R. & Soto J. Design of a low-cost non-destructive system for punctual measurements of salt levels in food products using impedance spectroscopy. *Sens. Actuators, A*. 2010. Vol. 158, Iss. 2. P. 217–223. DOI: 10.1016/j.sna.2010.01.010.
4. Yang S., Hallett I., Oh H.E., Woolf A.B. & Wong M. Application of electrical impedance spectroscopy and rheology to monitor changes in olive (*Olea europaea* L.) pulp during cold-pressed oil extraction. *J. Food Eng.* 2019. Vol. 245. P. 96–103. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2018.10.013.
5. Kozheshkurt V., Antonenko Y., Shtoda D., Slipchenko O. & Katrych V. Possibilities of Impedance Spectroscopy for the Study of Bioliquids. *2018 9th Int. Conf. Ultrawideband and Ultrashort Impulse Signals (UWBUSIS)*. (Odessa, Ukraine, 4–7 Sept. 2018). IEEE, 2018. P. 280–284. DOI: 10.1109/UWBUSIS.2018.8520236.

6. Zhu X., Guo W., Liang Z. Determination of the fat content in cow's milk based on dielectric properties. *Food Bioprocess Technol.* 2015. Vol. 8, Iss. 7. P. 1485–1494. DOI: 10.1007/s11947-015-1508-x.
7. Yoon Y., Jo J., Kim S., Lee I.G., Cho B.J., Shin M. & Hwang W.S. Impedance spectroscopy analysis and equivalent circuit modeling of graphene oxide solutions. *Nanomater.* 2017. Vol. 7, Iss. 12. P. 446. DOI: 10.3390/nano7120446.
8. Jablonskas D., Ivanov M., Banys J., Giffin G.A. & Passerini S. Dielectric spectroscopy of Pyr14TFSI and Pyr12O1TFSI ionic liquids. *Electrochim. Acta.* 2018. Vol. 274. P. 400–405. DOI: 10.1016/j.electacta.2018.04.104.
9. Steinhauer M., Risse S., Wagner N., Friedrich K.A. Investigation of the solid electrolyte interphase formation at graphite anodes in lithium-ion batteries with electrochemical impedance spectroscopy. *Electrochim. Acta.* 2017. Vol. 228. P. 652–658.
10. Umar S., Abdelmalik A., Sadiq U. Synthesis and characterization of a potential bio-based dielectric fluid from neem oil seed. *Ind. Crops Prod.* 2018. Vol. 117. P. 117–123. DOI: 10.1016/j.indcrop.2018.02.009.
11. Färber R., Franck C. Modular high-precision dielectric spectrometer for quantifying the aging dynamics in (Sub-) picofarad polymeric specimens. *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.* 2018. Vol. 25, Iss. 3. P. 1056–1063. DOI: 10.1109/TDEL.2018.006898.
12. Cornelis P., Wackers G., Thomas I., Brand M., Putzeys T., Gennaro A., Wübbenhorst M., Ingebrandt S., & Wagner P. A Novel Modular Device for Biological Impedance Measurements: The Differential Impedimetric Sensor Cell (DISC). *Phys. Status Solidi A.* 2018. Vol. 215, Iss. 15. P. 1701029. DOI: 10.1002/pssa.201701029.
13. Srinivasa D., Surendra U. Comparative study of Breakdown Phenomena and Viscosity in Liquid Dielectrics. *2019 Innovations in Power and Advanced Computing Technologies (i-PACT)*. (Vellore, India, 22–23 March 2019). Materials Sci. IEEE. 4 p.
14. Lesaint O. Prebreakdown phenomena in liquids: propagation 'modes' and basic physical properties. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2016. Vol. 49, Iss. 14. P. 144001. DOI: 10.1088/0022-3727/49/14/144001.
15. Dey S., Agarwala S. Development of a digital phase angle meter. *2016 Int. Conf. Control, Instrumentation, Communication and Computational Technologies (ICCICCT)*. (Kumaracoil, India, 16–17 Dec. 2016). Materials Sci. IEEE, 2016. P. 549–554. DOI: 10.1109/ICCICCT.2016.7988011.
16. Yang Z., Chen Y., Yang S., Mak P.I., & Martins R.P. A 10.6-mW 26.4-GHz Dual-Loop Type-II Phase-Locked Loop Using Dynamic Frequency Detector and Phase Detector. *IEEE Access.* 2019. Vol. 8. P. 2222–2232. DOI: 10.1109/ACCESS.2019.2962060.
17. Menachery A., Burt J., Chappell S., Errington R., Morris D., Smith P., Wiltshire M., Furon E., Pethig R. Dielectrophoretic characterization and separation of metastatic variants of small cell lung cancer cells. *Tech. Proc. 2008 NSTI Nanotechnology Conf. and Trade Show (NSTI Nanotech)*. (Boston, Massachusetts, USA, 1–5 June 2016). Vol. 3. Nanotechnology 2008: Microsystems, Photonics, Sensors, Fluidics, Modeling, and Simulation. URL: <https://pdfs.semanticscholar.org/2e0d/99017e184c742e09f6c737b840750410602b.pdf>
18. Adams T., Jiang A., Vyas P., Flanagan L. Separation of neural stem cells by whole cell membrane capacitance using dielectrophoresis. *Methods.* 2018. Vol. 133. P. 91–103. DOI: 10.1016/j.ymeth.2017.08.016.
19. Abd Rahman N., Ibrahim F., Yafouz B. Dielectrophoresis for biomedical sciences applications: A review. *Sensors.* 2017. Vol. 17, Iss. 3. P. 449 (27 p.). DOI: 10.3390/s17030449.
20. Narayanan L.K., Thompson T.L., Bhat A., Starly B., & Shirwaiker R.A. Investigating Dielectric Impedance Spectroscopy As a Non-Destructive Quality Assessment Tool for 3D Cellular Constructs. *ASME 2017 12th Int. Manufacturing Science and Engineering Conf. collocated with the JSME/ASME. 2017 6th Int. Conf. Materials and Proc.* (Los Angeles, California, USA, 4–8 June 2017). American Society of Mechanical Engineers Digital Collection. 2017. DOI: 10.1115/MSEC2017-2725.
21. Pasternak G., Pentoś K., Łuczyccka D., Kaźmierowska-Niemczuk M., & Lewandowicz-Uszyńska A. Dielectric Properties of Serum in Children with Suspected Immunodeficiency and Suffering from Recurrent Respiratory Infections. *Preprints.* 2019070155. 2019. DOI: 10.20944/preprints201907.0155.v1.
22. Ochandio Fernández A., Olguin Pinatti C., Masot Peris R., Laguarda-Miró N. Freeze-Damage Detection in Lemons Using Electrochemical Impedance Spectroscopy. *Sensors.* 2019. Vol. 19, Iss. 18. P. 4051. DOI: 10.3390/s19184051.
23. Fischer G., Handler M, Johnston P., Baumgarten D. Impedance and conductivity of bovine myocardium during freezing and thawing at slow rates-implications for cardiac cryo-ablation. *Med. Eng. Phys.* 2019. Vol. 74. P. 89–98. DOI: 10.1016/j.medengphy.2019.09.017.
24. Lasitter H. Power Line Impedance Determination Using the 3 Voltmeter Measurement Method. *IEEE Trans. Electromagn. Compat.* 1969. Vol. 11G. P. 128–136. DOI: 10.1109/TEMC.1969.4307192.
25. Marzetta L. An evaluation of the three-voltmeter method for AC power measurement. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 1972. Vol. 21, Iss. 4. P. 353–357. DOI: 10.1109/TIM.1972.4314042.
26. Zekry A., Ibrahim A., Atallah A., Abouelatta M., & Shaker, A. Four voltmeter vector impedance meter based on virtual instrumentation. *MAPAN.* 2016. Vol. 31, Iss. 3. P. 159–167. DOI: 10.1007/s12647-016-0172-6.
27. Yang J. Measurement of amplitude and phase differences between two RF signals by using signal power detection. *IEEE Microwave Wireless Compon. Lett.* 2014. Vol. 24, Iss. 3. P. 206–208. DOI: 10.1109/LMWC.2013.2293665.
28. Антоненко Е., Мустецов Н., Штода Д. Метод измерения комплексной диэлектрической проницаемости биологических жидкостей. *5-й Междунар. Радиоэлектронный Форум «Прикладная радиоэлектроника состояние и перспективы развития» (МРФ-2014)* (Харьков, Украина, 14–17 октября 2014): материалы конф. Харьков, 2014. Т. 3. С. 53–55.
29. Bertotti F., Hara M., Abatti P. A simple method to measure phase difference between sinusoidal signals. *Rev. Sci. Instrum.* 2010. Vol. 81, Iss. 11. P. 115106. DOI: 10.1063/1.3498897.

Стаття надійшла 06.04.2020

REFERENCES

1. Cheng, X., Liu, Y.S., Irimia, D., Demirci, U., Yang, L., Zamir, L., Rodríguez, W.R., Toner, M., & Bashir, R., 2007. Cell detection and counting through cell lysate impedance spectroscopy in microfluidic devices. *Lab. Chip*, **7**(6), pp. 746–755. DOI: 10.1039/B705082H.
2. Bao, X., Ocket, I., Bao, J., Doijen, J., Zheng, J., Kil, D., Liu, Z., Puers, B., Schreurs, D., Nauwelaers, B., 2018. Broadband dielectric spectroscopy of cell cultures. *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, **66**(12), pp. 5750–5759. DOI: 10.1109/TMTT.2018.2873395.
3. Masot, R., Alcañiz, M., Fuentes, A., Schmidt, F.C., Barat, J.M., Gil, L., Baigts, D., Martínez-Mañez R., & Soto, J., 2010. Design of a low-cost non-destructive system for punctual measurements of salt levels in food products using impedance spectroscopy. *Sens. Actuators, A*, **158**(2), pp. 217–223. DOI: 10.1016/j.sna.2010.01.010.
4. Yang, S., Hallett, I., Oh, H.E., Woolf, A.B., & Wong, M., 2019. Application of electrical impedance spectroscopy and rheology to monitor changes in olive (*Olea europaea* L.) pulp during cold-pressed oil extraction. *J. Food Eng.*, **245**, pp. 96–103. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2018.10.013.
5. Kozheshkurt, V., Antonenko, Y., Shtoda, D., Slipchenko, O., & Katrych, V., 2018. Possibilities of Impedance Spectroscopy for the Study of Bioliquids. In: *2018 9th Int. Conf. Ultrawideband and Ultrashort Impulse Signals (UWBUSIS)*. Odessa, Ukraine, 4–7 Sept. 2018. IEEE. DOI: 10.1109/UWBUSIS.2018.8520236.
6. Zhu, X., Guo, W. & Liang, Z., 2015. Determination of the fat content in cow's milk based on dielectric properties. *Food Bioprocess Technol.*, **8**(7), pp. 1485–1494. DOI: 10.1007/s11947-015-1508-x.
7. Yoon, Y., Jo, J., Kim, S., Lee, I.G., Cho, B.J., Shin, M. & Hwang, W.S., 2017. Impedance spectroscopy analysis and equivalent circuit modeling of graphene oxide solutions. *Nanomater.*, **7**(12), p. 446. DOI: 10.3390/nano7120446.
8. Jablonskas, D., Ivanov, M., Banys, J., Giffin, G.A., & Passerini, S., 2018. Dielectric spectroscopy of Pyr14TFSI and Pyr12O1TFSI ionic liquids. *Electrochim. Acta*, **274**, pp. 400–405. DOI: 10.1016/j.electacta.2018.04.104.
9. Steinhauer, M., Risse, S., Wagner, N., & Friedrich, K.A., 2017. Investigation of the solid electrolyte interphase formation at graphite anodes in lithium-ion batteries with electrochemical impedance spectroscopy. *Electrochim. Acta*, **228**, pp. 652–658. DOI: 10.1016/j.electacta.2017.01.128.
10. Umar, S., Abdelmalik, A.A., & Sadig, U., 2018. Synthesis and characterization of a potential bio-based dielectric fluid from neem oil seed. *Ind. Crops Prod.*, **115**, pp. 117–123. DOI: 10.1016/j.indcrop.2018.02.009.
11. Färber, R., & Franck, C.M., 2018. Modular high-precision dielectric spectrometer for quantifying the aging dynamics in (Sub-) picofarad polymeric specimens. *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **25**(3), pp. 1056–1063. DOI: 10.1109/TDEI.2018.006898.
12. Cornelis, P., Wackers, G., Thomas, I., Brand, M., Putzeys, T., Gennaro, A., Wübbenhorst, M., Ingebrandt, S., & Wagner, P., 2018. A Novel Modular Device for Biological Impedance Measurements: The Differential Impedimetric Sensor Cell (DISC). *Phys. Status Solidi A*, **215**(15), p. 1701029. DOI: 10.1002/pssa.201701029.
13. Srinivasa, D.M., & Surendra, U., 2019. Comparative study of Breakdown Phenomena and Viscosity in Liquid Dielectrics. In: *2019 Innovations in Power and Advanced Computing Technologies (i-PACT)*. Materials Sci. Vellore, India, 22–23 March 2019. IEEE. DOI: 10.1109/i-PACT44901.2019.8960134.
14. Lesaint, O., 2016). Prebreakdown phenomena in liquids: propagation ‘modes’ and basic physical properties. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **49**(14), pp. 144001. DOI: 10.1088/0022-3727/49/14/144001.
15. Dey, S., & Agarwala, S., 2016. Development of a digital phase angle meter. In: *2016 Int. Conf. Control, Instrumentation, Communication and Computational Technologies (ICCICCT)*. Kumaracoil, India, 16–17 Dec. 2016 (pp. 549–554). IEEE. DOI: 10.1109/ICCICCT.2016.7988011.
16. Yang, Z., Chen, Y., Yang, S., Mak, P.I., & Martins, R.P., 2019. A 10.6-mW 26.4-GHz Dual-Loop Type-II Phase-Locked Loop Using Dynamic Frequency Detector and Phase Detector. *IEEE Access*, **8**, pp. 2222–2232. DOI: 10.1109/ACCESS.2019.2962060.
17. Menachery, A., Burt, J., Chappell, S., Errington, R., Morris, D., Smith, P., Wiltshire, M., Furon, E., Pethig, R., 2016. Dielectrophoretic characterization and separation of metastatic variants of small cell lung cancer cells. [pdf] *Tech. Proc. 2008 NSTI Nanotechnology Conf. and Trade Show (NSTI Nanotech)*. Boston, Massachusetts, USA, 1–5 June 2016. Vol. 3. Nanotechnology 2008: Microsystems, Photonics, Sensors, Fluidics, Modeling, and Simulation. Available at: <https://pdfs.semanticscholar.org/2e0d/99017e184c742e09f6c737b840750410602b.pdf>
18. Adams, T.N., Jiang, A.Y., Vyas, P.D., & Flanagan, L.A., 2018. Separation of neural stem cells by whole cell membrane capacitance using dielectrophoresis. *Methods*, **133**, pp. 91–103. DOI: 10.1016/j.jymeth.2017.08.016.
19. Abd Rahman, N., Ibrahim, F., & Yafouz, B., 2017. Dielectrophoresis for biomedical sciences applications: A review. *Sensors*, **17**(3), pp. 449 (27 p.). DOI: 10.3390/s17030449.
20. Narayanan, L.K., Thompson, T.L., Bhat, A., Starly, B., & Shirwaiker, R.A., 2017. Investigating Dielectric Impedance Spectroscopy As a Non-Destructive Quality Assessment Tool for 3D Cellular Constructs. In: *ASME 2017 12th Int. Manufacturing Science and Engineering Conf. collocated with the JSME/ASME. 2017 6th Int. Conf. Materials and Proc.* Los Angeles, California, USA, 4–8 June 2017. American Society of Mechanical Engineers Digital Collection. DOI: 10.1115/MSEC2017-2725.
21. Pasternak, G., Pentoś, K., Łuczycka, D., Kaźmierowska-Niemczuk, M., & Lewandowicz-Uszyńska, A., 2019. Dielectric Properties of Serum in Children with Suspected Immunodeficiency and Suffering from Recurrent Respiratory Infections. *Preprints*. 2019070155. DOI: 10.20944/preprints201907.0155.v1.
22. Ochandio Fernández, A., Olguín Pinatti, C.A., Masot Peris, R., & Laguarda-Miró, N., 2019. Freeze-Damage Detection in Lemons Using Electrochemical Impedance Spectroscopy. *Sensors*, **19**(18), p. 4051. DOI: 10.3390/s19184051.

23. Fischer, G., Handler, M., Johnston, P.R., & Baumgarten, D., 2019. Impedance and conductivity of bovine myocardium during freezing and thawing at slow rates-implications for cardiac cryo-ablation. *Med. Eng. Phys.*, **74**, pp. 89–98. DOI: 10.1016/j.medengphy.2019.09.017.
24. Lasitter, H.A., 1969. Power Line Impedance Determination Using the 3 Voltmeter Measurement Method. *IEEE Trans. Electromagn. Compat.*, **11G**, pp. 128–136. DOI: 10.1109/TEMC.1969.4307192.
25. Marzetta, L.A., 1972. An evaluation of the three-voltmeter method for AC power measurement. *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, **21**(4), pp. 353–357. DOI: 10.1109/TIM.1972.4314042.
26. Zekry, A., Ibrahim, A., Atallah, A., Abouelatta, M., & Shaker, A., 2016. Four voltmeter vector impedance meter based on virtual instrumentation. *MAPAN*, **31**(3), pp. 159–167. DOI: 10.1007/s12647-016-0172-6.
27. Yang, J.R., 2014. Measurement of amplitude and phase differences between two RF signals by using signal power detection. *IEEE Microwave Wireless Compon. Lett.*, **24**(3), pp. 206–208. DOI: 10.1109/LMWC.2013.2293665.
28. Antonenko, E., Mustetsov, N., Shtoda, D., 2014. Method for measuring the complex dielectric constant of biological fluids. In: *5th Int. Radioelectronic Forum “Applied Radioelectronics State and Development Prospects” (MRF-2014)*. Kharkiv, Ukraine, 14–17 Oct. 2014. Vol. 3, pp. 53–55 (in Russian).
29. Bertotti, F.L., Hara, M.S., & Abatti, P.J., 2010. A simple method to measure phase difference between sinusoidal signals. *Rev. Sci. Instrum.*, **81**(11), p. 115106. DOI: 10.1063/1.3498897.

Received 06.04.2020

Ye. Antonenko, V. Kozheshkurt, D. Shtoda, V. Katrich

V.N. Karazin Kharkiv National University
4, Svobody Sq., 61022, Kharkiv, Ukraine

AN AMPLITUDE AND PHASE DETECTOR FOR DIELECTRIC SPECTROSCOPY SYSTEMS

Subject and Purpose. The objective of the work is to investigate a possibility for the three voltmeter method application to measuring the phase and amplitude difference between two signals in dielectrometry and impedance spectroscopy systems. For the three voltmeter method implementation, two functional schemes – with addition or subtraction of signals – are chosen to consider.

Methods and Methodology. The current state of dielectric spectroscopy as a method enabling measurements of the relative component content in binary solutions and suspensions is surveyed, with emphasis on special merits of this method in the analysis of biochemical properties of liquids. Calculation formulas of the modulus and the real and imaginary parts of the measuring cell impedance are presented for the procedure of measuring cell replacement by an equivalent circuit. The circuit equivalent parameters enable calculating the conductivity and permittivity of the investigated liquid. It is noted that the calculation formulas of the equivalent capacitance and impedance of the measuring cell do not incorporate effect of the adsorption of substance molecules and particles in proximity to the electrode surface, which can be responsible for conductivity and permittivity errors.

Results. A prototype of the amplitude and phase detector has been performed, its technical characteristics tested. Buffer cascades are added to the inputs of the detectors, which provides a –70 dB decoupling level between the measuring and reference channels. A two-stage detection scheme has been used, involving logarithmic and peak detectors. It has been shown that the two-stage detection reduces the ripple level of the measured signal at low frequencies. Good reasons for the signal subtraction scheme in dielectrometry systems have been presented.

Conclusion. A scheme of a broadband, 1 Hz to 100 MHz, amplitude and phase detector has been proposed for dielectric spectroscopy systems. The phase difference measurement accuracy has been experimentally assessed. A detector calibration method has been suggested, reducing an absolute error of phase difference measurements down to $\pm 0.1^\circ$.

Key words: amplitude and phase detector, three voltmeter method, phase difference, impedance, impedance spectroscopy, dielectrometry.