

**ИЗСЛЕДВАНЕ НА ВЛИЯНИЕТО НА ТЕМПЕРАТУРАТА ВЪРХУ  
ХАРАКТЕРИСТИКИТЕ НА СЕНЗОРНИ ЕЛЕМЕНТИ ЗА ВЛАЖНОСТ  
НА ОСНОВАТА НА Ti-Si-O-Ce-Zn-Cu ТЪНКИ СЛОЕВЕ****Недю Недев<sup>1</sup>, Звездица Ненова<sup>1</sup>, Стефан Кожухаров<sup>2</sup>, Тошко Ненов<sup>1</sup>**<sup>1</sup>Технически университет - Габрово<sup>2</sup>Химикотехнологичен и металургичен университета**INVESTIGATION OF THE TEMPERATURE INFLUENCE ON THE  
CHARACTERISTICS OF HUMIDITY SENSOR ELEMENTS BASED ON  
Ti-Si-O-Ce-Zn-Cu THIN FILMS****Nedyu Nedev<sup>1</sup>, Zvezditzza Nenova<sup>1</sup>, Stephan Kozhukharov<sup>2</sup>, Toshko Nenov<sup>1</sup>**<sup>1</sup> Technical University of Gabrovo<sup>2</sup> University of Chemical Technology and Metallurgy**Abstract**

The ambient temperature is a major factor affecting a number of processes. In the present paper, the temperature influence on the electrical characteristics of thin-film humidity sensor elements based on the Ti-Si-O-Ce-Zn-Cu system, prepared via a sol-gel method and sintered at temperatures of 400°C and 800°C, was investigated. The study was carried out in a temperature range of 10°C to 50°C, with a change in relative humidity in the range of 20% to 92%. Temperature coefficients of resistance, impedance, capacitance and phase angle were determined.

**Keywords:** humidity sensor elements; sol-gel method; temperature influence; temperature coefficients.

**ВЪВЕДЕНИЕ**

Температурата на околната среда е важен фактор, оказващ влияние върху голям брой процеси, протичащи в природата, а също и такива, свързани с човешката дейност. Нейното изменение оказва влияние върху индустриални процеси, при производството на земеделска продукция и други [1, 2].

От своя страна влажността е друг фактор, подлежащ на постоянен мониторинг и контрол. За целта се разработват нови сензори с подобрени характеристики. За разработването им се използват различни базови материали като TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub> и други [3-10]. За получаване на тънкослойни образци широко се използва зол-гел метод [11-14].

Въпреки подобряването на характеристиките на разработваните сензорни елементи, промяната на температурата на сре-

дата, в която функционират, води до промяна на техните параметри.

На тази основа в настоящата работа се изследва влиянието на изменението на температурата на околната среда върху характеристиките на сензорни елементи за влажност, изготвени по зол-гел метод на основата на TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>, легирани с Ce, Zn и Cu.

**ОПИСАНИЕ НА СЕНЗОРНИТЕ  
ЕЛЕМЕНТИ**

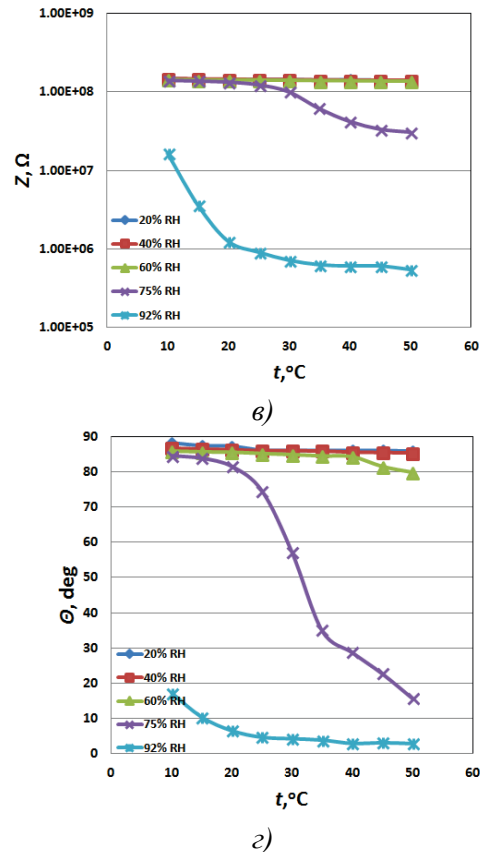
Като източници на Ti и Si в основната TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> зол-гел система са използвани Titanium (IV) n-butoxide и Polydimethylsiloxane. За внасяне на легиращите елементи Ce, Zn и Cu са използвани Diammonium hexanitratocerate, Zinc nitrate hexahydrate и Copper (II) Nitrate Trihydrate. След отлагане на слоевете върху подложки от Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с предварително нанесени сребърно-паладиеви електроди и по-

следващо синтероване при температури 400°C и 800°C [14], са получени образци, означени съответно с TSD\_400 и TSD\_800.

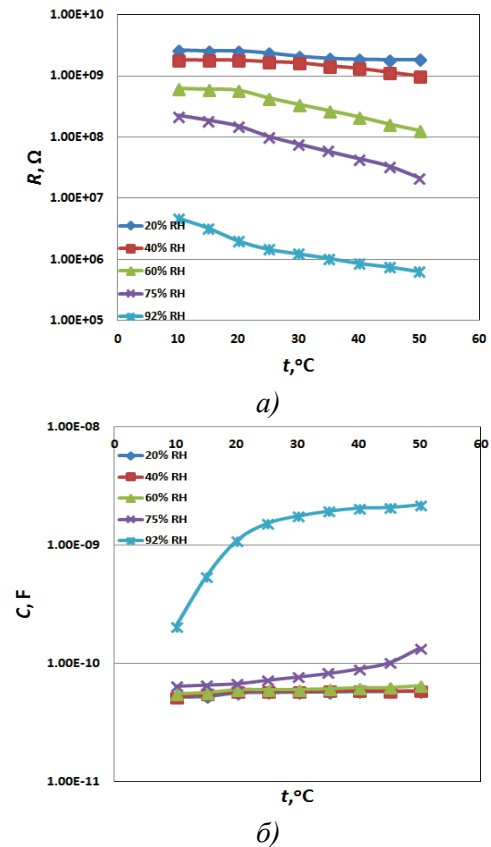
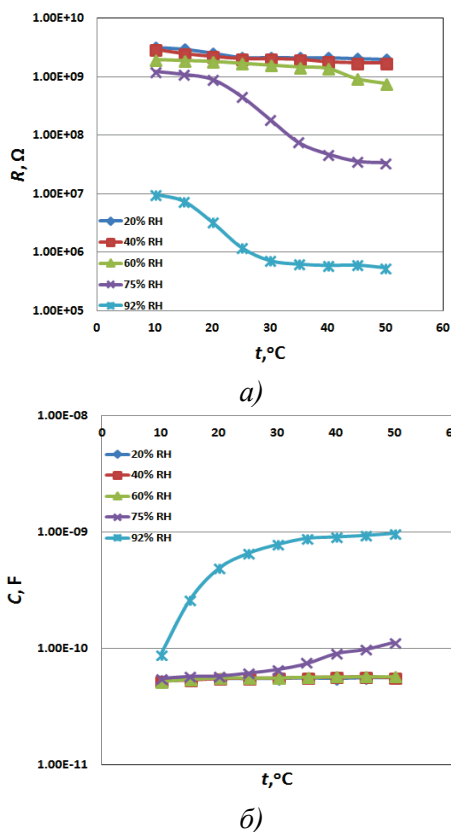
## ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ИЗСЛЕДВАНИЯ

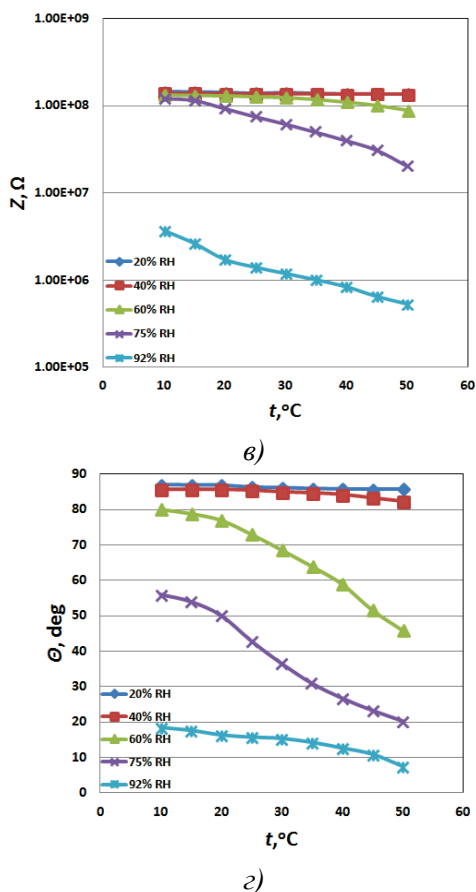
Изменението на електрическите параметри - активно съпротивление  $R$ , капацитет  $C$ , импеданс  $Z$  и фазов ъгъл  $\theta$  е извършено с Impedance Analyzer Precision LCR Meter MIFA на Zurich Instruments AG, даващ възможност за измерване с точност до 0.05%. Измерванията са направени при амплитуда на тестовия сигнал от 500 mV и честота 20 Hz. Образците са поставяни в камерата на калибратор за влажност и температура HygroGen2-XL на Rotronic Instruments Ltd., осигуряващ контролирана влажност в диапазона от 5% до 95% относителна влажност (RH) с точност 0.1% RH и температура в диапазона от 0°C до 60°C с максимално отклонение 0.01°C.

Характеристиките  $R = f(t^\circ)$ ,  $C = f(t^\circ)$ ,  $Z = f(t^\circ)$  и  $\theta = f(t^\circ)$  на образците TSD\_400 и TSD\_800 при изменение на температурата  $t^\circ$  в диапазона от 10°C до 50°C и фиксирани стойности на относителната влажност в диапазона от 20% RH до 92% RH са представени на фиг. 1 и фиг. 2.



Фиг.1. Влияние на температурата върху характеристиките: а)  $R = f(t^\circ)$ , б)  $C = f(t^\circ)$ , в)  $Z = f(t^\circ)$  и г)  $\theta = f(t^\circ)$  на образец TSD\_400 при различни нива на относителната влажност RH





**Фиг.2.** Влияние на температурата върху характеристиките: а)  $R = f(t^\circ)$ , б)  $C = f(t^\circ)$ , в)  $Z = f(t^\circ)$  и г)  $\theta = f(t^\circ)$  на образец TSD\_800 при различни нива на относителната влажност RH

При двата типа образци се наблюдава намаляване на активното съпротивление  $R$ , импеданса  $Z$  и фазата  $\theta$  и нарастване на капацитета  $C$  с нарастване на температурата.

За изследване на влиянието на температурата върху отделните величини  $X$ , съответно  $R$ ,  $C$ ,  $Z$  и  $\theta$ , са определени температурните им коефициенти при зададена стойност на относителната влажност RH

$$\alpha_X = \frac{1}{X} \cdot \frac{\Delta X}{\Delta t^\circ} \quad (1)$$

където  $\Delta X$  е изменението на  $X$  при изменение  $\Delta t^\circ$  на температурата;  $X$  – стойността на величината при началната температура на разглежданото температурно изменение  $\Delta t^\circ$ .

Стойностите на температурните коефициенти  $\alpha_X$  за отделните величини при температура  $30^\circ\text{C}$ , явяваща се средна точка за диапазона на изследване  $10^\circ\text{C} \dots 50^\circ\text{C}$ , за образци TSD\_400 и TSD\_800 при  $\Delta t^\circ = 5^\circ\text{C}$  и различни стойности на относителната

влажност RH са представени съответно в табл. 1 и табл. 2.

**Таблица 1.** Температурни коефициенти  $\alpha_X$  при температура  $30^\circ\text{C}$  и  $\Delta t^\circ = 5^\circ\text{C}$  при изменение на относителната влажност от 20% RH до 92% RH за образец TSD\_400

$\alpha_X$	Относителна влажност				
	20% RH	40% RH	60% RH	75% RH	92% RH
$\alpha_R, 1/^\circ\text{C}$	-0.0009	-0.0029	-0.0127	-0.1192	-0.0251
$\alpha_C, 1/^\circ\text{C}$	0.0018	0.0029	0.0032	0.0243	0.0252
$\alpha_Z, 1/^\circ\text{C}$	-0.0024	-0.0028	-0.0033	-0.0781	-0.0248
$\alpha_\theta, 1/^\circ\text{C}$	-0.0046	-0.0002	-0.0009	-0.0780	-0.0188

**Таблица 2.** Температурни коефициенти  $\alpha_X$  при температура  $30^\circ\text{C}$  и  $\Delta t^\circ = 5^\circ\text{C}$  при изменение на относителната влажност от 20% RH до 92% RH за образец TSD\_800

$\alpha_X$	Относителна влажност				
	20% RH	40% RH	60% RH	75% RH	92% RH
$\alpha_R, 1/^\circ\text{C}$	-0.0151	-0.0224	-0.0416	-0.0486	-0.0322
$\alpha_C, 1/^\circ\text{C}$	0.0007	0.0023	0.0027	0.0138	0.0192
$\alpha_Z, 1/^\circ\text{C}$	-0.0028	-0.0029	-0.0096	-0.0380	-0.0302
$\alpha_\theta, 1/^\circ\text{C}$	-0.0005	-0.0006	-0.0135	-0.0306	-0.0142

От получените резултати при температура  $30^\circ\text{C}$  се наблюдава, че и при двата образца температурните коефициенти  $\alpha_R$ ,  $\alpha_Z$  и  $\alpha_\theta$  са отрицателни. Те нарастват по големина с увеличаване на относителната влажност RH до около 75%, след което има определен спад при по-нататъшно нарастване на RH. Температурният коефициент  $\alpha_C$  е положителен, като нараства с нарастване на RH при същата температура.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изследвано е влиянието на изменението на околната температура върху електрическите параметри на сензорни елементи за влажност на основата на Ti-Si-O повърхностни слоеве, легирани с Ce, Zn и Cu, изготвени по зол-гел метод и синтеровани при температури  $400^\circ\text{C}$  и  $800^\circ\text{C}$ .

Получените характеристики  $R = f(t^\circ)$ ,  $C = f(t^\circ)$ ,  $Z = f(t^\circ)$  и  $\theta = f(t^\circ)$  и температурните коефициенти  $\alpha_R$ ,  $\alpha_Z$ ,  $\alpha_C$  и  $\alpha_\theta$  показват

зависимостта им както от температурата на околната среда, така и от нивата на относителната влажност при нелинейност на тези зависимости. Това поставя необходимостта от провеждането на температурна компенсация с използването на подходящи методи при включване на сензорните елементи в измервателни схеми, за да се осигури необходимата точност на провежданите измервания.

## REFERENCE

- [1] R.E. Davis, G.R. McGregor, K.B. Enfield. Humidity: a review and primer on atmospheric moisture and human health, *Environ. Res.* 144 (2016), pp.106–116.
- [2] Z. Duan, Y. Jiang, H. Tai. Recent advances in humidity sensors for human body related humidity detection, *J. Mater. Chem. C*, 9 (42) (2021), pp.14963–14980.
- [3] C. Yang, H. Zhan, W. Gu, C. Chen. Preparation and mechanism investigation of highly sensitive humidity sensor based on Ag/TiO<sub>2</sub>. *Current Applied Physics*, 43 (2022), pp.57–65.
- [4] M. M. Ikram, F. Ahmed, S.J.A. Rizvi. Design and fabrication of humidity sensor. *Materials Today: Proceedings*, 48 (2022), pp.650–654.
- [5] S. Kozhukharov, Z. Nenova, T.Nenov, N. Nedev, M. Machkova. Humidity sensing elements based on cerium doped titania-silica thin films prepared via a sol–gel method. *Sensors and Actuators B: Chemical*, Sensors and Actuators B, 210 (2015), pp.676–684.
- [6] Z. Li, A.A. Haidry, B. Dong, L. Sun, Q. Fatima, L. Xie, Z. Yao. Facile synthesis of nitrogen doped ordered mesoporous TiO<sub>2</sub> with improved humidity sensing properties, *J. Alloys Compd.*, 742 (2018), pp.814–821.
- [7] T.Y. Li, R.J. Si, J. Sun, S.T. Wang, J. Wang, R. Ahmed, G.B. Zhu, C.C. Wang. Giant and controllable humidity sensitivity achieved in (Na+Nb) co-doped rutile TiO<sub>2</sub>. *Sensors & Actuators: B. Chemical*, 293 (2019), pp.151–158.
- [8] D. Nunes, A. Pimentel, A. Gonçalves, S. Pereira, R. Branquinho, P. Barquinha, E. Fortunato, R. Martins. Metal oxide nanostructures for sensor applications, *Semicond. Sci. Technol.*, 34 (2019), 043001.
- [9] M. U. Khan, G. Hassan, M. Awais, J. Bae. All printed full range humidity sensor based on Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Sensors and Actuators A*, 311 (2020), 112072.
- [10] X. Zhao, X. Chen, X. Yu, X. Ding, X. L. Yu, X. P. Chen. Fast response humidity sensor based on graphene oxide films supported by TiO<sub>2</sub> nanorods. *Diamond & Related Materials*, 109 (2020), 1080316.
- [11] H. Farahani, R. Wagiran, M.N. Hamidon. Humidity sensors principle, mechanism, and fabrication technologies: a comprehensive review, *Sensors*, 14 (2014), pp.7881–7939.
- [12] Z. Nenova, S. Kozhukharov, T. Nenov, N. Nedev, M. Machkova. Combined influence of titania and silica precursors on the properties of thin film humidity sensing elements prepared via a sol-gel method. *Sensors and Actuators B*, 224 (2016), pp.143-150.
- [13] Z. Nenova, T. Nenov, S. Kozhukharov, N. Nedev. Humidity sensing elements based on Si-Bi-O surface layers prepared via a sol-gel method. *IEEE Sensors Journal*, 2018, Vol. 18, No 17, pp.6946-6953.
- [14] Z. Nenova, N. Nedev, S. Kozhukharov, T. Nenov. Humidity Sensors Based on Doped Titania-Silica Surface Layers. 20<sup>th</sup> International Symposium on Electrical Apparatus and Technologies (SIELA), June 3-6, 2018, Bourgas, 2018, pp.1-4, IEEE Xplore.