

Прецизионные резонаторные методы исследований диэлектриков и металлов в диапазоне частот 40ГГц - 500ГГц и в интервале температур 4К - 900К

Изложены прецизионные оригинальные методы измерений диэлектрической проницаемости и величины потерь ($\tan\delta$) диэлектриков, включая жидкие диэлектрики и тонкие плёнки, а также методы измерений отражательной способности (потерь на отражение) сверхчистых металлов и реальных сплавов. Методы измерений являются абсолютными и "самокалибрующимися" т.е. не требующими привлечения априорной информации.

Приведены результаты исследований современных супердиэлектриков, со сверхмалым поглощением, а также диэлектриков общего назначения включая диэлектрические плёнки и жидкости, в диапазоне температур и частот.

Приведены результаты исследований отражательной способности сверхчистых металлов и реальных сплавов для охлаждаемых до 4К отражателей современных радиотелескопов (проект космической обсерватории «Миллиметрон»), а также зеркал для мегаваттных линий передачи микроволновой энергии

Рассмотрен вопрос метрологического обеспечения измерений.

Ключевые слова: ММ и ТГц диапазоны, резонаторы Фабри-Перо, диэлектрики, металлы, атмосфера

Резонаторные (резонансные) методы исследований широко применяются для прецизионных измерений во всех частотных диапазонах и каждый диапазон диктует свои характерные особенности построения резонаторной техники. В ММ и ТГц диапазонах в основном применяются варианты классического открытого резонатора Фабри-Перо с добротностями (при разумных размерах) $\sim 10^6$. Измеряемыми величинами для расчёта показателя преломления (n) и $\text{tg}\delta$ или потерь на отражение (ПО) для металлов являются резонансные частоты и ширины резонансной кривой пустого и нагруженного резонатора. Частотные измерения являются наиболее точными, что вместе с огромной добротностью (т.е. большой эффективной длиной пути в резонаторе) определяет высокую чувствительность аппаратуры. Заметим, что только резонаторные методы позволяют с достаточной точностью измерить показатель преломления, например, тефлоновых плёнок толщиной 5-20 микрон и "обнаружить" поглощение в них. Однако во всех общепринятых методах измерений, для расчёта величин n и $\text{tg}\delta$ [1-6], требуется информации о толщине слоя диэлектрика и его точном позиционировании в резонаторе. В конечном итоге именно механически измеряемые длины и толщины ограничивают точность измерений. (Измерение толщины слоя жидкости или тонкой плёнки - это отдельная непростая задача).

Для расчёта ПО требуется величина связи резонатора с возбуждающим трактом или надо использовать эталонный отражатель, относительно которого определяются ПО [6].

Исследование атмосферного поглощения (при наличии водяных паров) осложнено абсорбцией воды на зеркалах резонатора, из-за которого появляется добавочное поглощение, которое невозможно отделить от поглощения, собственно, в исследуемом газе [7].

Авторами разработаны оригинальные методы исследований, позволяющие обойти обозначенные трудности. Методы абсолютные и "самокалибрующиеся" т.е. не требующие

привлечения априорной информации. Конкретные величины рассчитываются только из резонансных частот и ширин резонансной кривой пустого и нагруженного резонатора. Подробно резонаторная техника и методики измерений изложены в [7-16].

В настоящий момент параметры резонаторного спектрометра следующие:

Диапазон частот	36 ГГц ÷ 520 ГГц
Температурный диапазон для диэлектриков и металлов	4 К ÷ 900 К
Температурный диапазон при исследовании газов	- 40°C + 200°C
Чувствительность по поглощению в газе	~ 0.001 дБ/км
Диапазон измеряемых величин показателя преломления	1 – 10
Относительная точность измерения показателя преломления	до 10 ⁻⁴
Измеряемая величина толщин	0.002 – 30 мм
Относительная точность измерения толщины слоя диэлектрика до	10 ⁻⁴
Минимальный диаметр образца на 140 ГГц	~ 12 мм
Диапазон измеряемых величин (tgδ)	10 ⁻² ÷ 10 ⁻⁷
Относительная точность измерения	до 5%
Диапазон измеряемых величин потерь на отражение	10 ⁻¹ ÷ 10 ⁻⁴
Относительная точность измерения при уровне потерь на отражение ~ 10 ⁻³	~1%

Измерения диэлектрических параметров проводятся на резонансной частоте пластины диэлектрика или слоя жидкости, т.е. когда оптическая толщина кратна целому числу полуволн $t \cdot n = k \cdot \lambda / 2$. В этом случае независимо рассчитываются величины n и толщина диэлектрика (t) [8]. Появляется возможность **сравнить** механически измеренную толщину образца с рассчитанной из измерений его резонансной частоты и т. о. оценить точность измерений и метода расчёта. Такая работа была проведена, результаты сравнения приведены в Таблице 1. Как видно совпадение результатов измерений превосходное, что подтверждает указанную выше высокую точность метода измерения.

Таблица 1

Образец из кварцевого стекла марки «КИ». Механически измеренная толщина = 5.1733 ± 0.0001 мм.			
Частота, ГГц	n	Рассчитанная толщина, мм	$\tan \delta, 10^{-4}$
59	1.9507	5.1722	2.3
74	1.9504	5.1741	2.8
104	1.9506	5.1733	3.3
119	1.9504	5.1743	3.7
134	1.9507	5.1733	4.1
149	1.9507	5.1731	4.4
163	1.9506	5.1733	4.7
178	1.9506	5.1733	5.1
193	1.9508	5.1724	5.4
253	1.9506	5.1733	6.9
312	1.9505	5.1734	8.2
327	1.9508	5.1724	8.6
342	1.9504	5.1742	8.9
Среднее	1.9506	5.1733	

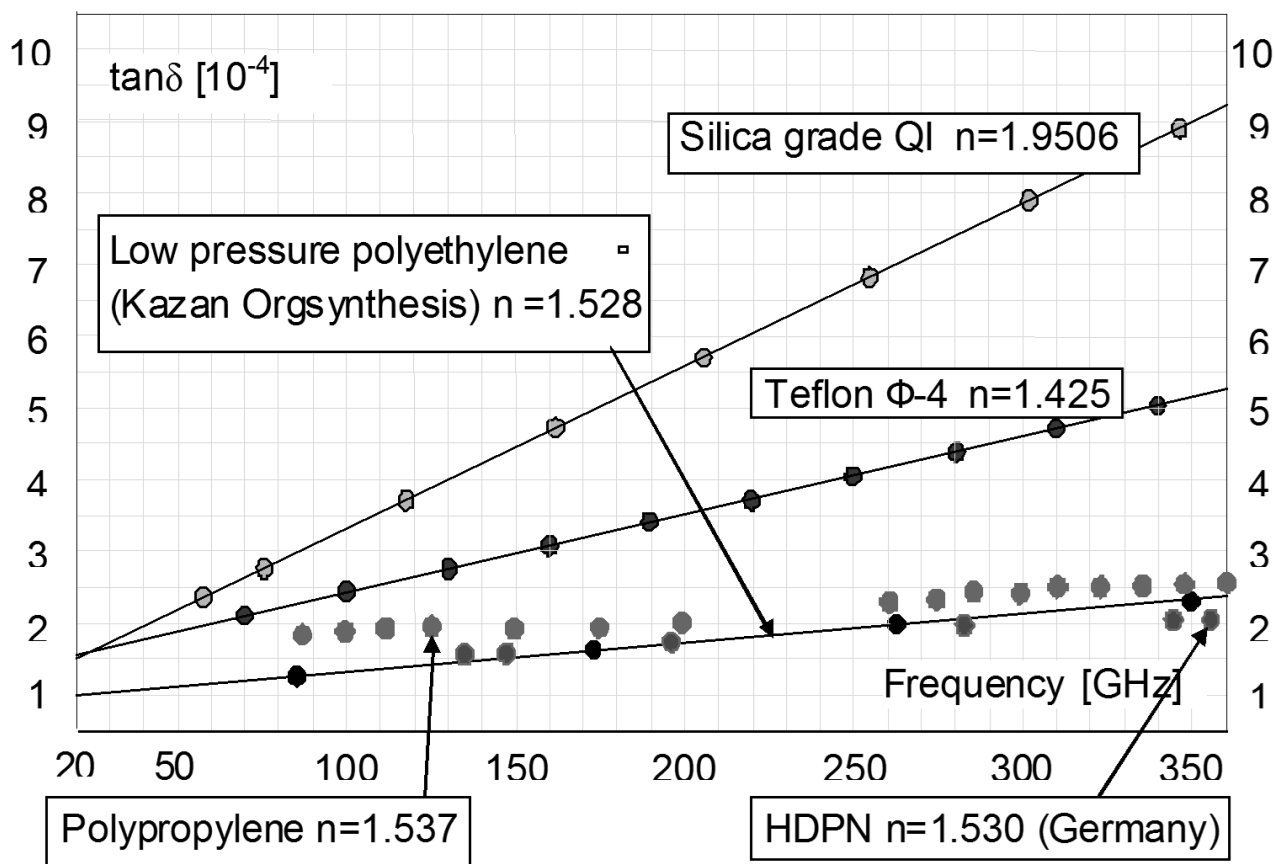


Рисунок 1

На рис.1. представлены частотные зависимости величин $\text{tg}\delta$ наименее поглощающих полимеров и кварцевого стекла. По-видимому, достигнутая величина $\text{tg}\delta$ это предел современной технологии для производства полиэтилена как высокой, так и низкой плотности как в Казани, так и в Германии.

На рис. 2. представлены частотные зависимости величин $\text{tg}\delta$ современных CVD-алмазных окон вывода энергии мегаваттных гиротронов. Толщина =1.8 мм; $n=2.380$. Образцы номинально выращены по одной технологии, но тем не менее заметно различаются по потерям. Некоторая «не гладкость» частотной характеристики объясняется влиянием нерегулярного рассеяния на одиночных дефектах внутренней структуры [15].

На рис. 3. представлены ПО при комнатной температуре реальных высококачественных зеркал из наиболее отражающих металлов. Медные и алюминиевые зеркала обработаны алмазным резцом, шероховатость $R_a \sim 0.15 \div 0.2$. Серебряное зеркало получено напылением в вакууме и золотое зеркало – это гальваническое покрытие по медному зеркалу. Отличие от расчётной величины ПО в пределах 10% - 20%, что вполне приемлемо для всех практических применений при комнатных температурах.

На рис. 4. приведены первые результаты исследований ПО зеркалам из высокочистых медного (0.99999) и бериллиевого зеркала (точки) для охлаждаемой антенны и антенного

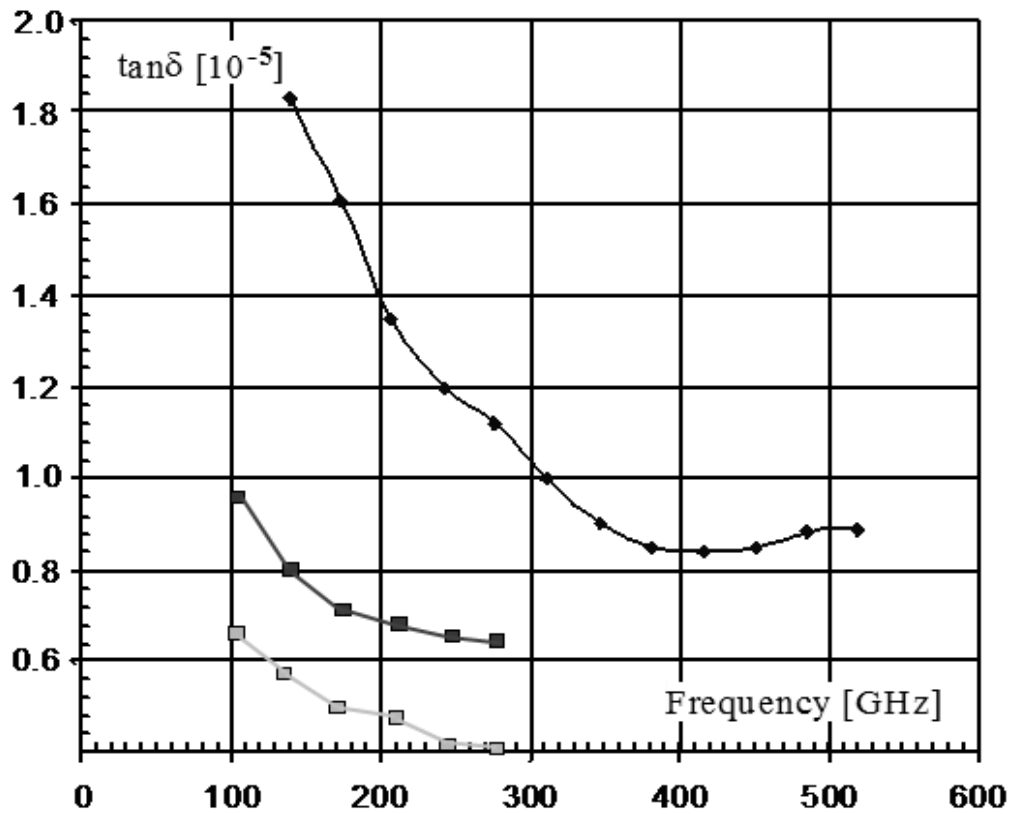


Рисунок 2

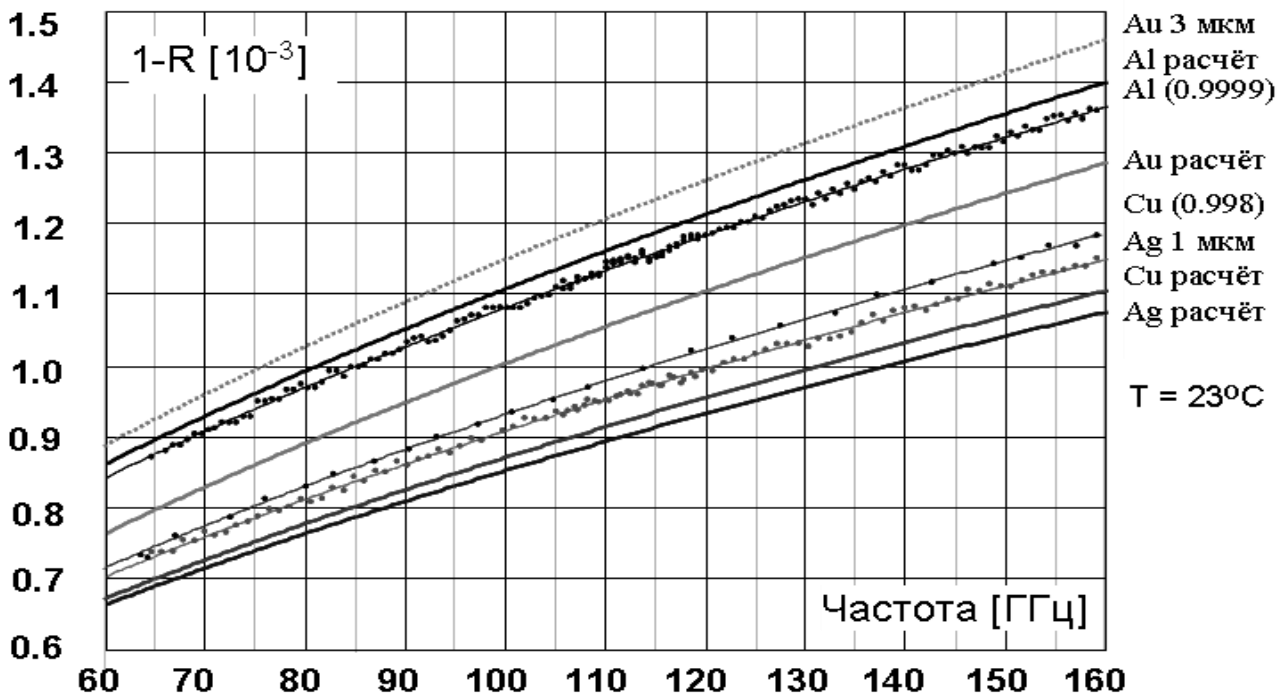


Рисунок 3

тракта космического радиотелескопа "Миллиметрон" в диапазоне температур 4 К - 300 К. Сплошные кривые расчёт соответственно для чистого бериллия и меди. Видно, что для высокочистой меди (верхние точки до отжига в водороде) ПО при гелиевых и комнатных температурах близки к расчётным, а для бериллиевого зеркала существенно выше как при комнатной и, особенно, при низких температурах. Результат вполне понятен т.к. использовался не чистый бериллий, а его сплав содержащий 97.8% Be. Подробнее результаты «холодных» исследований изложены в отдельном докладе этой конференции [Серов, Паршин, Бубнов].

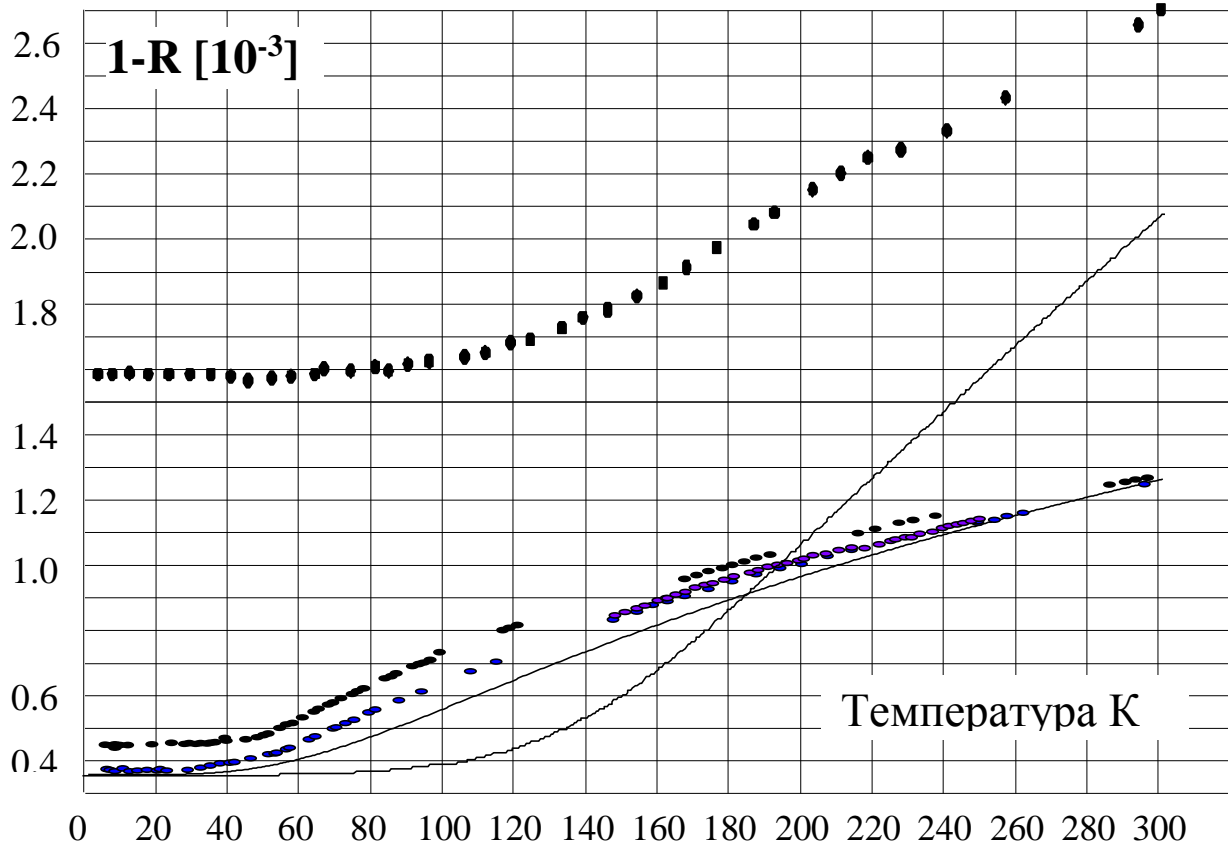


Рисунок 4

Таблица 2

	n 100 ГГц	n 400 ГГц	$\text{tg}\delta$ [10^{-3}] 100 ГГц	$\text{tg}\delta$ [10^{-3}] 400 ГГц
Трансформаторное масло	1.4688(24)	1.4688(24)	1.32 (2)	1.53(6)
СОФЭКСИЛ-ТЖС _м	1.5902(29)	1.5455(48)	48.3(10)	59.1(16)
ПМС-10	1.5725(38)	1.5278(60)	48.6(8)	55.7(13)

В Таблице 2. приведены величины n и $\text{tg}\delta$ современных охлаждающих жидкостей, взаимодействующих с электромагнитным полем [8,14]. Частотные зависимости

диэлектрических параметров в диапазоне частот от 100 ГГц до 400 ГГц практически линейные, поэтому в таблице приведены значения для крайних частот диапазона измерений.

Работа выполнена в рамках госзадания по соглашению № 007 – ГЗ/Ц3541/35.

Библиографический список

1. Breeden K.H. Fabry-Perot Cavity for Dielectric Measurements / K.H. Breeden, J.B. Langley // - *Review of Scientific Instruments*. - 1969. - Vol. 40, - № 9. - pp. 1162-1163.
3. Cullen A.L. The accurate measurement of permittivity by means of an open resonator / A.L. Cullen, P.K. Yu. // - *Proceeding of Royal Society. London*. -1971. -Vol. A325. -pp. 493-509.
4. Cullen A.L. Millimeter-Wave Open-Resonator Techniques / A.L. Cullen // - *International Journal of IR&MM Waves*. -1983. -Vol. 10. - pp. 233-281.
5. Schwab R. Experimental and theoretical studies of the surface resistance in open resonator mirror materials / R. Schwab, R.Heidinger. // - *Digest of 21st International Conference on IR&MM Waves*. Berlin, -1996.
6. Kasperek W. Measurement of ohmic losses of metallic reflectors at 140 GHz using a 3-mirror resonator technique / W. Kasperek // - *International Journal of IR&MMW*. -2001. Vol. 22. -№. 11. -pp. 1695-1707.
7. Tretyakov M.Yu. Resonator spectrometer for precise broadband investigations of atmospheric absorption in discrete lines and water vapor related continuum in millimeter wave range / M.Yu. Tretyakov, A.F. Krupnov, M.A. Koshelev, D. S. Makarov, E. A. Serov and V. V. Parshin. // - *Review of Scientific Instruments*. - 2009. - Vol.80. - №9. - pp. 093106-1 - 093106-10.
8. Dryagin Yu. A method to measure dielectric parameters in 5 ± 0.5 mm wavelength band / Yu.A. Dryagin, V.V. Parshin. // - *International Journal of IR&MM Waves*. -1992. -Vol. 3. -№7. - pp. 1023-1032.
9. Власов С.Н. Об измерении диэлектрической проницаемости резонансным методом / С.Н. Власов, Е.В. Копосова, А.Б. Мазур, В.В.Паршин // - *Изв. ВУЗов Радиофизика*. -1996. - Т. XXXIX. - № 5. - С. 615-623.
10. Parshin V.V. Antenna Reflectors Reflectivity at 100 - 350 GHz and 80K / V.V. Parshin, C.G.M. van't Klooster, E.A. Serov. // - 30th ESA Antenna Workshop on Antennas for Earth Observation, Science, Telecommunication and Navigation Space Missions. ESA/ESTEC, Noordwijk. – 2008. - pp. 353-357.
11. Parshin Vladimir. Resonator technique for reflectivity measurements. Results for measurements at high temperatures / Vladimir Parshin, Eugenie Serov, C.G.M. van 't Klooster, Paolo Noschese // -5th ESA Workshop on Millimetre Wave Technology and Applications & 31st ESA Antenna Workshop. ESTEC. - 2009. - pp. 593-600.
12. Паршин В.В. Аппаратурный комплекс и результаты прецизионных исследований распространения ММ и СубММ волн в конденсированных средах и атмосфере / В.В.Паршин, М.Ю.Третьяков, М.А. Кошелев, Е.А. Серов // *Радиофизика*. - 2009. - Т. LII. № 8. - С. 583-594.
13. Власов С.Н. Методы исследования тонких диэлектрических пленок в миллиметровом диапазоне / С.Н. Власов, В.В. Паршин, Е.А. Серов // - *ЖТФ*. -2010. - Т. 80. -№12 - С.73-79.
14. Паршин В.В. Резонансный метод исследования диэлектрических жидкостей в ММ и СубММ диапазонах длин волн / В.В. Паршин, Е.А. Серов // - *Радиофизика*. - Том LIV. - № 8-9. - С. 701-707. 2011.
15. Моченева О.С. Рассеяние на неоднородностях структуры в CVD-алмазах в диапазоне 100-1000 ГГц / О.С.Моченева, В.В.Паршин // - *Изв. ВУЗов, «Радиофизика»*. 2007. - Том L. - №12. - С. 1084-1057.
16. Паршин В.В. Криовакуумный резонаторный комплекс / В.В. Паршин, Е.А. Серов, Г.М. Бубнов, В.Ф. Вдовин, М.А. Кошелев, М.Ю. Третьяков // - *Изв. ВУЗов Радиофизика*. - 2013. - Том LVI. - № 8-9. - С. 614-621.
17. Серов Е.А. Отражательная способность металлов в ММ диапазоне длин волн при криогенных температурах / Е.А. Серов, В.В. Паршин, Г.М. Бубнов // *IV Всероссийская научно-техническая конференция «Электроника и микроэлектроника СВЧ»: сборник трудов (Санкт-Петербург 1-4 июня 2015 г.)*