

УДК 537.86

РЕЗОНАНСНЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ В МИЛЛИМЕТРОВОМ И СУБМИЛЛИМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНАХ ДЛИН ВОЛН

В. В. Паршин, Е. А. Серов

Институт прикладной физики РАН, г. Нижний Новгород, Россия

Рассматривается модификация резонаторного «безкуветного» метода измерения показателя преломления и поглощения жидких диэлектриков, при которой не требуется привлечения априорной информации о толщине слоя жидкости. Приведены результаты прецизионных измерений величин показателя преломления и тангенса угла потерь современных жидких диэлектриков в миллиметровом и субмиллиметровом диапазонах. Данные материалы предполагается использовать как для охлаждения элементов мощных гиротронов (с выходной мощностью порядка мегаватта в непрерывном режиме), в которых эти жидкости непосредственно взаимодействуют с электромагнитным излучением, так и для поглощения микроволновой энергии в различного рода калориметрических измерительных нагрузках и оконечных нагрузках, поглощающих всю излучённую мощность.

ВВЕДЕНИЕ

Резонаторные (резонансные) методы исследований широко применяются для прецизионных измерений во всех частотных диапазонах, при этом каждый диапазон имеет свои характерные особенности построения резонансных устройств. В миллиметровом и субмиллиметровом диапазонах для исследования газов и конденсированных сред в основном применяются варианты классического открытого резонатора Фабри–Перо с добротностью порядка 10^6 (при разумных размерах). Измеряемыми величинами для расчёта показателя преломления n и тангенса угла потерь $\operatorname{tg} \delta$ являются резонансные частоты и ширины резонансной кривой пустого и нагруженного резонатора. Частотные измерения являются наиболее точными, что вместе с высокой добротностью (т. е. большой эффективной длиной пути в резонаторе) определяет высокую чувствительность аппаратуры. Однако в общепринятых методах измерений для расчёта величин показателя преломления и поглощения в диэлектрике [1–4] требуется информация о толщине слоя диэлектрика и его точном местоположении в резонаторе. В конечном итоге именно механически измеряемые длины и толщины ограничивают точность измерений.

Исследование диэлектрических жидкостей осложняется необходимостью использования замкнутых кювет, что приводит к дополнительным ошибкам в расчётах: для решения задачи требуется информация о толщинах слоёв. Если налить жидкость на плоское нижнее зеркало, то опять возникает проблема с точным измерением толщины слоя [5–12].

В настоящей работе рассматривается модификация метода измерения показателя преломления и поглощения жидких диэлектриков, при которой не требуется привлечение априорной информации о толщине слоя жидкости.

Приведены результаты измерений величин n и $\operatorname{tg} \delta$ для современных жидких диэлектриков в миллиметровом и субмиллиметровом диапазонах. Исследуемые жидкости предполагается использовать как для охлаждения элементов мощных гиротронов (с выходной мощностью порядка мегаватта в непрерывном режиме), так и для поглощения микроволновой энергии в различного рода калориметрических измерительных нагрузках и оконечных нагрузках, поглощающих всю излучённую энергию. Для расчёта режима «не отражения» от таких устройств прежде всего

необходимо знать значение показателя преломления, а для расчёта теплового режима — значение тангенса угла потерь.

1. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ЖИДКИХ ДИЭЛЕКТРИКОВ

Предложенная модификация метода исследования [13, 14] на любой заданной частоте не требует измерения толщины слоя жидкости. Жидкость наливается на плоское зеркало резонатора, которое предварительно выставляется строго горизонтально. Для каждой конкретной частоты путём изменения уровня жидкости и длины резонатора подбирается резонансная толщина слоя t : $tn = m\lambda/2$ (оптическая толщина tn кратна целому числу полуволин m) [13, 14]. Подбор конфигурации резонатора со слоем жидкости иллюстрирован на рис. 1 (для $m = 1$). Момент резонанса чётко фиксируется по максимуму сигнала (рис. 1б). Далее по стандартной процедуре [14, 15] определяется ширина резонансной кривой.

Длина пустого резонатора L на частоте конкретного измерения заранее рассчитывается из калибровочных измерений, а смещение зеркала резонатора ΔL , необходимое для достижения структуры поля, изображённой на рис. 1, фиксируется индикатором перемещения (цена деления 0,0001 мм). Можно не ориентироваться на показания индикатора перемещения, а после удаления жидкости провести дополнительную калибровку и рассчитать текущую длину резонатора из частотных измерений. Таким образом, единственными величинами, используемыми для расчёта показателя преломления жидкости, являются резонансные частоты, которые определяются с наименьшей, по сравнению с любыми механическими измерениями, относительной погрешностью. Информация о величине $\text{tg } \delta$ извлекается из разности ширин резонансных кривых пустого и нагруженного резонатора.

Если потери в жидкости невелики, то можно поднять уровень жидкости до двух полуволин ($m = 2$) и выше и повторить процедуру измерения величин n и $\text{tg } \delta$. Результаты расчёта должны совпадать для разных толщин жидкости, что и было экспериментально подтверждено. Таким образом, предложен метод создания набора образцов разной толщины строго из одного материала для проверки методик измерений.

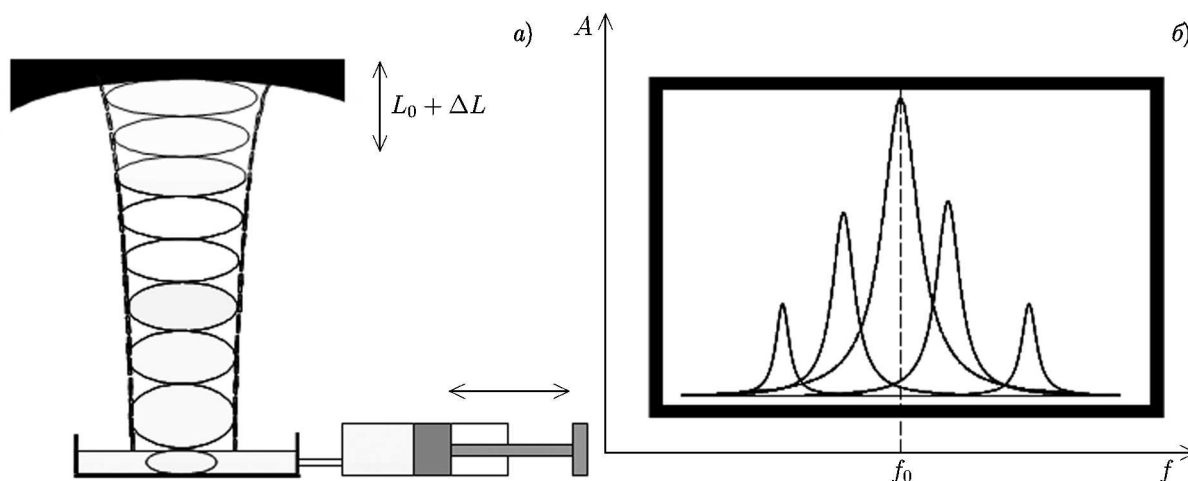


Рис. 1. Конфигурация резонатора для исследования жидкостей. (а) — структура поля в резонаторе, когда оптическая толщина слоя жидкости равна одной полуволне. (б) — изменение картины резонанса при изменении толщины слоя жидкости вблизи резонанса (A — амплитуда отклика резонатора)

Проведённые измерения параметров ряда диэлектрических жидкостей при разных количествах полуволн в слое выявили, что результаты совпадают с точностью до ошибки измерений, что подтверждает правильность измерений и расчётов.

2. МЕТОД РАСЧЁТА ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ И ТАНГЕНСА УГЛА ПОТЕРЬ

В начале любой серии измерений проводится калибровка резонатора, в результате которой определяется его длина при некотором фиксированном положении верхнего подвижного зеркала (рис. 1). Для этого измеряется разность между собственными частотами, отвечающими разному количеству полуволн в резонаторе (межмодовое расстояние f_M):

$$f_M = (f_q - f_{q+p})/p, \quad (1)$$

где q и p — целые числа. Собственные частоты квазиоптического резонатора рассматриваемой конфигурации выражаются следующим образом:

$$f_q = \frac{qc}{2L_0} + \frac{c}{4\pi L_0} \arccos\left(1 - \frac{2L_0}{R_0}\right), \quad (2)$$

где q — продольный индекс (количество полуволн в резонаторе), c — скорость света в воздухе, L_0 — длина резонатора, R_0 — радиус кривизны сферического зеркала. Длина резонатора определяется через межмодовое расстояние f_M :

$$L_0 = \frac{c}{2f_M}. \quad (3)$$

Для уточнения значения L_0 используется соотношение (2) с учётом того факта, что индекс q является целым числом.

После проведения калибровки на нижнее зеркало наливается слой жидкости, толщина которого подбирается кратной целому числу полуволн (сначала одной полуволне) на выбранной частоте f_q (рис. 1а). Длина резонатора при этом изменяется на некоторую величину ΔL , которая фиксируется датчиком перемещения, установленным на подвижное зеркало. В работе [3] приведены трансцендентные уравнения, из которых определяются собственные частоты симметричного резонатора Фабри–Перо с плоскопараллельным диэлектрическим слоем, расположенным точно в его центре:

$$\frac{1}{n} \operatorname{ctg}\left(nk \frac{t}{2} - \Phi_t\right) = \operatorname{tg}(kd - \Phi_d); \quad (4)$$

$$\frac{1}{n} \operatorname{tg}\left(nk \frac{t}{2} - \Phi_t\right) = -\operatorname{tg}(kd - \Phi_d). \quad (5)$$

Уравнение (4) справедливо для симметричных по распределению электрического поля мод, а уравнение (5) — для антисимметричных. В формулах (4) и (5) использованы следующие обозначения: $k = 2\pi f/c$ — волновое число, t — толщина диэлектрика, помещённого в резонатор, $d = L/2 - t$,

$$\Phi_t = \operatorname{arctg} \frac{t/2}{n \sqrt{[d + t/(2n^2)][R_0 - d - t/(2n^2)]}},$$

$$\Phi_d = \arctg \left[\frac{d + t/(2n^2)}{\sqrt{\left(d + \frac{t}{2n^2}\right) \left(R_0 - d - \frac{t}{2n^2}\right)}} \right] - \arctg \left[\frac{t/2}{n^2 \sqrt{\left(d + \frac{t}{2n^2}\right) \left(R_0 - d - \frac{t}{2n^2}\right)}} \right].$$

Очевидно, что резонансные частоты резонатора «половинной» конфигурации с одним плоским зеркалом, которое непосредственно соприкасается со слоем диэлектрика, описываются уравнением, отвечающим антисимметричным модам полного резонатора. При этом в уравнении вместо $t/2$ будет стоять полная толщина диэлектрика t , а вместо $L/2 - L$ [4]. Можно также показать, что для конфигурации, изображённой на рис. 1 будет выполняться условие

$$\operatorname{tg}(nkt - \Phi_t) = 0. \quad (6)$$

В случае плоской волны это условие имело бы вид $\operatorname{tg}(nkt) = 0$ или $t = m\lambda/(2n)$, где m — целое число (фаза Φ_t в (6) обусловлена отличием собственной моды резонатора от плоской волны). Используя (5) и (6), получаем систему двух уравнений для определения показателя преломления n и толщины слоя t жидкости:

$$\operatorname{tg}(nkt - \Phi_t) = 0; \quad \operatorname{tg}[k(L - t) - \Phi_d] = 0. \quad (7)$$

Входящая сюда резонансная частота f задаётся заранее, а длина $L = L_0 + \Delta L$ определяется как сумма калибровочной длины и изменения показания датчика перемещения подвижного зеркала. Для полного исключения механически измеряемых величин из процедуры расчёта показателя преломления можно, не изменяя длину резонатора, удалить жидкость и повторно провести калибровку. Тогда, в отличие от методики [13, 14] вся процедура определения n сводится к измерению только резонансных частот.

Следует дополнительно отметить, что для рассматриваемой конфигурации в случае выполнения условия (6) поправка к собственной частоте резонатора, связанная с несовпадением фазового фронта пучка резонатора и плоской границы диэлектрик–воздух равна нулю [4].

Для расчёта величины $\operatorname{tg} \delta$ проводится измерение ширины резонансной кривой на заданной частоте в отсутствие жидкости (Δf_0), а затем для конфигурации, когда на плоское зеркало налит слой жидкости, в котором укладывается целое число полуволин (Δf). Упрощённая формула для определения $\operatorname{tg} \delta$ выглядит следующим образом [14]:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{L}{t} \frac{\Delta f - \Delta f_0}{f}.$$

3. АНАЛИЗ ПОГРЕШНОСТЕЙ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗМЕРЯЕМЫХ ВЕЛИЧИН

Единственными величинами, которые принципиально необходимы для расчёта n и $\operatorname{tg} \delta$ диэлектрических жидкостей, являются собственные частоты резонатора Фабри–Перо и ширины резонансных кривых. Относительная погрешность определения этих величин в процессе записи резонансной кривой крайне мала (характерная погрешность определения полуширины резонансной кривой и центральной частоты составляет менее 100 Гц при значении полуширины порядка 100 кГц, см. [15]). Реальный разброс значений определяемых величин определяется другими факторами. Среди них можно выделить два основных:

1) Нестабильность длины резонатора во времени, связанная с температурным дрейфом. Для нашего резонатора (корпус из инвара с дополнительной термокомпенсацией) изменение длины,

вызванное изменением температуры, составляет $\delta L \approx 0,2$ мкм/К, что соответствует неопределённости в величине показателя преломления менее 10^{-3} .

2) Погрешность определения максимума отклика резонатора.

Второй фактор в некоторой степени связан с первым: для более точного определения максимума отклика требуется большее время (при каждом изменении уровня жидкости необходимо дожидаться её равномерного растекания по зеркалу), что приводит к большему температурному дрейфу. Очевидно, что время равномерного растекания жидкости пропорционально её вязкости, поэтому погрешности определения диэлектрических параметров больше для более вязких жидкостей. Эти погрешности достаточно трудно оценить численно, но на основе проведённых экспериментов был получен следующий критерий: погрешность определения резонансной частоты, отвечающей максимуму отклика, составляет величину порядка $1/10$ ширины резонансного контура (конкретное значение зависит от вязкости жидкости).

На рис. 2 приведена зависимость показателя преломления трансформаторного масла на частоте 300 ГГц от количества полуволн, укладываемых в слое жидкости. Для каждой точки приведена погрешность согласно вышеупомянутому критерию. Из этого графика следует, что отсутствует систематическая зависимость определяемой величины показателя преломления от количества полуволн в слое жидкости, а характерный разброс приблизительно соответствует величине погрешности определения резонансной частоты по максимуму отклика резонатора, что подтверждает адекватность методики расчёта показателя преломления. Аналогичные выводы можно сделать из анализа результатов определения $\text{tg } \delta$.

Для контроля горизонтальности положения зеркала используется прецизионный уровень с ценой деления $1'$. Расчёт влияния отклонения положения слоя жидкости от горизонтального на точность определения диэлектрических свойств достаточно сложен и в данной работе не проводился. Экспериментально проверено, что отклонение уровня на одно деление ($1'$) не приводит к видимому смещению резонансной частоты.

4. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Исследовались кремний-органические жидкие диэлектрики разной вязкости — СОФЭКСИЛ-ТЖСм и ПМС-10, а также минеральное трансформаторное масло селективной очистки. Все измерения проведены при температуре 23°C .

Частотные зависимости диэлектрических параметров для ТЖСм и ПМС-10 в микроволновом диапазоне частот исследованы впервые. Эти зависимости практически линейные, что соответствует представлениям о природе поглощения в кремний-органических жидкостях, также как и отсутствие дисперсии (в пределах ошибки измерений) показателя преломления для минерального масла [9]. В табл. 1. приведены выражения для усреднённых по всем измерениям коэффициентов линейной зависимости величин n и $\text{tg } \delta$ от частоты и их среднеквадратичные отклонения. Кон-

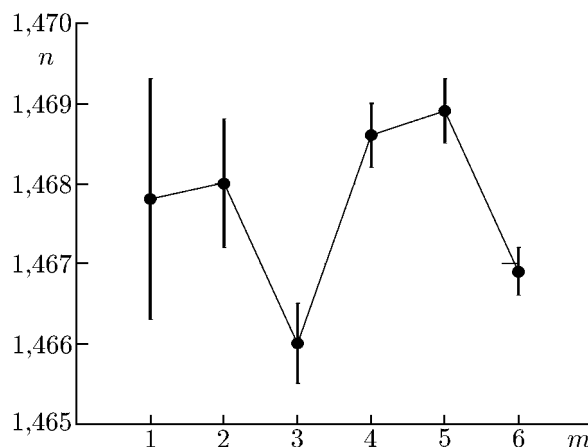


Рис. 2. Зависимость экспериментально определённого показателя преломления трансформаторного масла на частоте 300 ГГц от количества полуволн в слое жидкости

Таблица 1

Диэлектрик	Показатель преломления	$\text{tg } \delta$
Трансформаторное масло	1,4688(24)	$(1,250(5) + 0,70(16) \cdot 10^{-3} f[\text{ГГц}]) \cdot 10^{-3}$
СОФЭКСИЛ-ТЖСм	$1,6051(27) - 1,49(10) \cdot 10^{-4} f[\text{ГГц}]$	$(44,7(9) + 3,59(32) \cdot 10^{-2} f[\text{ГГц}]) \cdot 10^{-3}$
ПМС-10	$1,5874(36) - 1,49(12) \cdot 10^{-4} f[\text{ГГц}]$	$(46,2(8) + 2,37(27) \cdot 10^{-2} f[\text{ГГц}]) \cdot 10^{-3}$

Таблица 2

Диэлектрик	$n(f = 100 \text{ ГГц})$	$n(f = 400 \text{ ГГц})$	$\text{tg } \delta$ ($f = 100 \text{ ГГц}$)	$\text{tg } \delta$ ($f = 400 \text{ ГГц}$)
Трансформаторное масло	1,4688(24)	1,4688(24)	$1,32(2) \cdot 10^{-3}$	$1,53(6) \cdot 10^{-3}$
СОФЭКСИЛ-ТЖСм	1,5902(29)	1,5455(48)	$48,3(10) \cdot 10^{-3}$	$59,1(16) \cdot 10^{-3}$
ПМС-10	1,5725(38)	1,5278(60)	$48,6(8) \cdot 10^{-3}$	$55,7(13) \cdot 10^{-3}$

клетные значения для крайних частот диапазона измерений 100 и 400 ГГц приведены в табл. 2.

Следует отметить, что исследовались вязкие жидкости, поэтому время установления равновесного уровня для них довольно велико. При этом основную ошибку в измерения вносит уже механическая нестабильность установки во времени. Жидкости, исследованные в более ранней работе [16], имеют существенно меньшую вязкость, поэтому время установления уровня жидкости почти мгновенное, соответственно время измерения более чем на порядок меньше, а точность измерений значительно выше.

5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана модификация метода измерения диэлектрических параметров жидких диэлектриков, при которой не требуется привлечение информации о толщине слоя и использования кювет. Один из вариантов метода полностью основан на измерениях частот и не требует никаких механических измерений.

Проведённые исследования ряда образцов при разных толщинах слоя жидкости показали, что результаты совпадают с точностью до ошибки измерения, что подтверждает адекватность метода определения диэлектрических параметров.

Работа частично поддержана РФФИ (проекты 09–05–00586а, 09–02–00053а) и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы (госконтракты П1110, П2318, 02.740.11.0732, 14.740.11.0348 и 14.740.11.1208).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Breeden K. H., Langley J. B. // Rev. Sci. Instr. 1969. V 40, No. 9. P. 1 162.
2. Дрягин Ю. А., Чухвичев А. Н. // Изв. вузов. Радиофизика. 1969. Т. 12, № 8. С. 1 245.
3. Cullen A. L., Yu P. K. // Proc. Roy. Soc. London. A. 1971. V. 325. P. 493.
4. Cook R. J., Jones R. G. // Electr. Lett. 1976. V. 12, No. 1. P. 1.
5. Afsar M. N., Button K. J. // Int. J. Infrared Millimeter Waves. 1982. V. 3, No. 6. P. 929.
6. Bingsheng Q., Ruman Q. // Int. J. Infrared Millimeter Waves. 1994. V. 15, No. 12. P. 2 069.
7. Afsar M. N., Button K. J. // Proc. IEEE. 1985. V. 73. P. 131.

8. Бертий А. А., Деркач В. Н., Иванченко И. В., Шестопапов В. П. // Приборы и техника эксперимента. 1984. № 1. С. 204.
9. Brazis R., Namjunas A., Gaidelis V., et al. // Int. J. Infrared Millimeter Waves. 1994. V. 15, No. 3. P. 519.
10. Wilk R., Vieweg N., Kopschinski O., et al. // J. Infrared Millimeter Terahertz Waves. 2009. V. 30, No. 11 P. 1139.
11. Meriakri V. V., Nikitin I. P., Pan C.-L., et al. // Liquid Crystals. 2010. V. 37, No. 11. P. 1453.
12. Cherpak N. T., Lavrinovich A. A., Shaforost E. N. // Int. J. Infrared Millimeter Waves. 2006, V. 27, No. 1. P. 115.
13. А. с. № 1539681 СССР. Способ определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла потерь / Дрягин Ю. А., Паршин В. В. Опубл. 30.01.1990. Бюл. № 4.
14. Dryagin Yu. A., Parshin V. V. // Int. J. Infrared Millimeter Waves. 1992. V. 3, No. 7. P. 1023.
15. Krupnov A. F., Tretyakov M. Yu., Parshin V. V., et al. // J. Mol. Spectr. 2000. V. 202, No. 1. P. 107.
16. Parshin V. V. // Int. J. Infrared Millimeter Waves. 1994. V. 15, No. 2. P. 339.

Поступила в редакцию 31 мая 2011 г.; принята в печать 14 сентября 2011 г.

RESONANCE METHOD FOR STUDYING DIELECTRIC LIQUIDS IN MILLIMETER AND SUBMILLIMETER RANGES OF WAVELENGTHS

V. V. Parshin and E. A. Serov

We consider modification of the resonance “non-cuvette” method for measuring refraction and absorption indices of liquid dielectrics, which does not require *a priori* information on the liquid-layer thickness. The results of precision measurements of the values of the refraction index and the loss tangent of modern liquid dielectrics in millimeter and submillimeter ranges are shown. These materials are supposed to be used for both cooling the elements of high-power gyrotrons (with an output of the order of a megawatt in continuous mode), in which these liquids directly interact with electromagnetic radiation, and microwave-energy absorption in various kinds of calorimetric measuring loads and end loads which absorb the entire radiated power.