

УДК 537.86

КРИОВАКУУМНЫЙ РЕЗОНАТОРНЫЙ КОМПЛЕКС

*В. В. Паршин^{1,2}, Е. А. Серов^{1,2}, Г. М. Бубнов^{1,2}, В. Ф. Вдовин^{1,2},
М. А. Кошелев¹, М. Ю. Третьяков¹*

¹ Институт прикладной физики РАН;

² Нижегородский государственный технический университет им. Р. Е. Алексеева,
г. Нижний Новгород, Россия

В работе описана уникальная лабораторная установка нового поколения для исследования диэлектрических параметров газов и конденсированных сред, а также отражающей способности поверхностей (потерь при отражении) в диапазоне частот 100÷500 ГГц и интервале давлений от 10^{-3} торр до атмосферного при температурах 4÷370 К. Измерительными элементами установки являются резонаторы Фабри—Перо с добротностью порядка 10^6 , в которых размещается исследуемый газ, диэлектрик или отражатель. Источником излучения является лампы обратной волны, стабилизированная широкополосной системой фазовой автоподстройки частоты. На установке выполнены эксперименты, позволившие, в частности, подтвердить наличие димеров воды в атмосфере и исследовать ряд материалов для отражателей космической обсерватории «Миллиметрон».

ВВЕДЕНИЕ

Резонаторные (резонансные) методы исследований широко применяются для прецизионных измерений во всех частотных диапазонах электромагнитных волн, при этом каждый диапазон имеет свои 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 (при разумных геометрических размерах) до 10^6 . Измеряемыми величинами для расчёта показателя преломления n и тангенса угла потерь $\operatorname{tg} \delta$ твёрдых и жидких диэлектриков, потерь при отражении от металла или коэффициента поглощения в газе являются резонансные частоты и ширины резонансных кривых пустого резонатора и резонатора с образцом. Частотные измерения характеризуются наибольшей точностью среди всех видов измерений, а предельная для резонаторов с неохлаждаемыми зеркалами добротность (т. е. большая эффективная длина пути) обуславливает высокую чувствительность аппаратуры. Созданная резонаторная установка предназначена для получения прецизионных зависимостей параметров исследуемых материалов от частоты и температуры. Полученная информация может использоваться для решения следующих задач:

1) Для исследования отражательной способности антенн (в том числе охлаждаемых до криогенных температур) и экранов радиотелескопов наземного и космического базирования с высокочувствительными сверхпроводниковыми приёмниками.

2) Для исследования отражательной способности и определения потерь при отражении от высококачественных зеркал линий передачи энергии с предельной плотностью мощности на зеркалах, изготовленных из чистых металлов с высокой отражающей способностью (серебро, медь, золото и алюминий), а также исследование отражающей способности металлов с примесями, сплавов и различного рода покрытий.

3) Для исследования поглощения в газах с целью создания прецизионных моделей распространения электромагнитных волн в атмосфере Земли и других планет.

4) Для исследования поглощения в газовых смесях как в окнах прозрачности атмосферы, так и в линиях и полосах поглощения кислорода и водяного пара для целей навигации, радиолокации и связи, для восстановления вертикального профиля температуры и влажности атмосферы и т. д.

1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Установка создана на базе резонаторного спектрометра, разработанного в ИПФ РАН [1–4]. Структурная схема установки представлена на рис. 1. Потери излучения в исследуемом веществе обуславливают добротность двух квазиоптических резонаторов Фабри–Перо, расположенных в вакуумной камере [5, 6]. Длина резонаторов различается вдвое; длинный резонатор (симметричный) образован двумя одинаковыми сферическими зеркалами, короткий резонатор (несимметричный) — одним сферическим и одним плоским зеркалами. Системы возбуждения, регистрации и обработки сигнала резонатора подробно описаны в [4–7]. К настоящему времени рабочий диапазон частот резонаторного спектрометра расширен до 520 ГГц. Для работы в диапазоне 350÷520 ГГц используется блок [8, 9], включающий в себя лампу обратной волны (ЛОВ), квазиоптический и волноводный тракты. Тракты построены по такому же принципу и с теми же посадочными размерами, что и блоки, перекрывающие диапазон 36÷360 ГГц. Смена блоков занимает несколько минут.

В варианте установки для исследования газов все четыре зеркала резонаторов (три идентичных сферических, одно плоское) выполнены по единой технологии. Необходимость использования двух резонаторов с различной длиной для измерения поглощения в газах с водяным паром обусловлена эффектом адсорбции молекул воды на зеркалах и элементах связи резонаторов [6]. Принцип измерения и результаты исследований подробно изложены в работах [6, 9–12]. Для выравнивания температуры внутри камеры резонаторы помещены в медный кожух с толщиной стенок 5 мм. На кожухе закреплены медные трубки, через которые пропускается хладагент, задающий рабочую температуру. Используется термостатирующая установка «Julabo FR 50», поддерживающая температуру хладагента во внешнем контуре со стабильностью $\pm 0,01^\circ\text{C}$ в интервале температур от -50°C до $+200^\circ\text{C}$. Камера снабжена системой контроля давления и температуры и теплоизолирована от внешней среды. Вакуумная система обеспечивает дозированную инъекцию и откачку газов.

Результаты исследований спектра поглощения водяного пара на данной экспериментальной установке включают в себя наблюдаемые впервые разрешённые вращательные линии димеров воды при комнатной температуре и опубликованы в работе [13].

В варианте установки для низкотемпературных исследований отражающей способности зеркал симметричный резонатор используется как эталонный, а на плоском медном или алюминиевом зеркале несимметричного резонатора крепится исследуемый образец отражателя. Для тепловой развязки от корпуса резонатора зеркало с образцом закреплено на стеклотекстолитовых стойках и гибким хладопроводом связано со второй ступенью охладителя. Медный кожух связан с первой ступенью охладителя и также изолирован от стенок камеры. Отклонение температуры на длине кожуха не превышает двух градусов при 70 К. Полость камеры перед охлаждением откачивается до давления 10^{-3} торр турбомолекулярным насосом «Pfeiffer Vacuum HiCube».

В качестве криогенной основы установки используется доработанная криовакуумная камера [14] с криорефрижератором замкнутого цикла «RDK-415D» производства компании «Sumitomo Heavy Industries, Ltd.» с термодинамическим циклом Джиффорда—МакМагона гелиевого уровня температуры. Данный рефрижератор способен обеспечить охлаждение без нагрузки до температуры ниже 3 К на второй ступени и до 60 К на первой ступени. С реальной нагрузкой такой производительности достаточно для того, чтобы за двухсуточный цикл работы достичь равновесной температуры около 4 К на образце и порядка 70 К на медном кожухе.

Температура зеркал, кожуха и образцов контролируется 8-канальной автоматизированной системой («LakeShore Temperature Monitor», модель 218) с диодными термодатчиками «Lake Shore DT-670B-CU» с паспортной точностью $\pm 0,5$ К в диапазоне 2÷305 К.

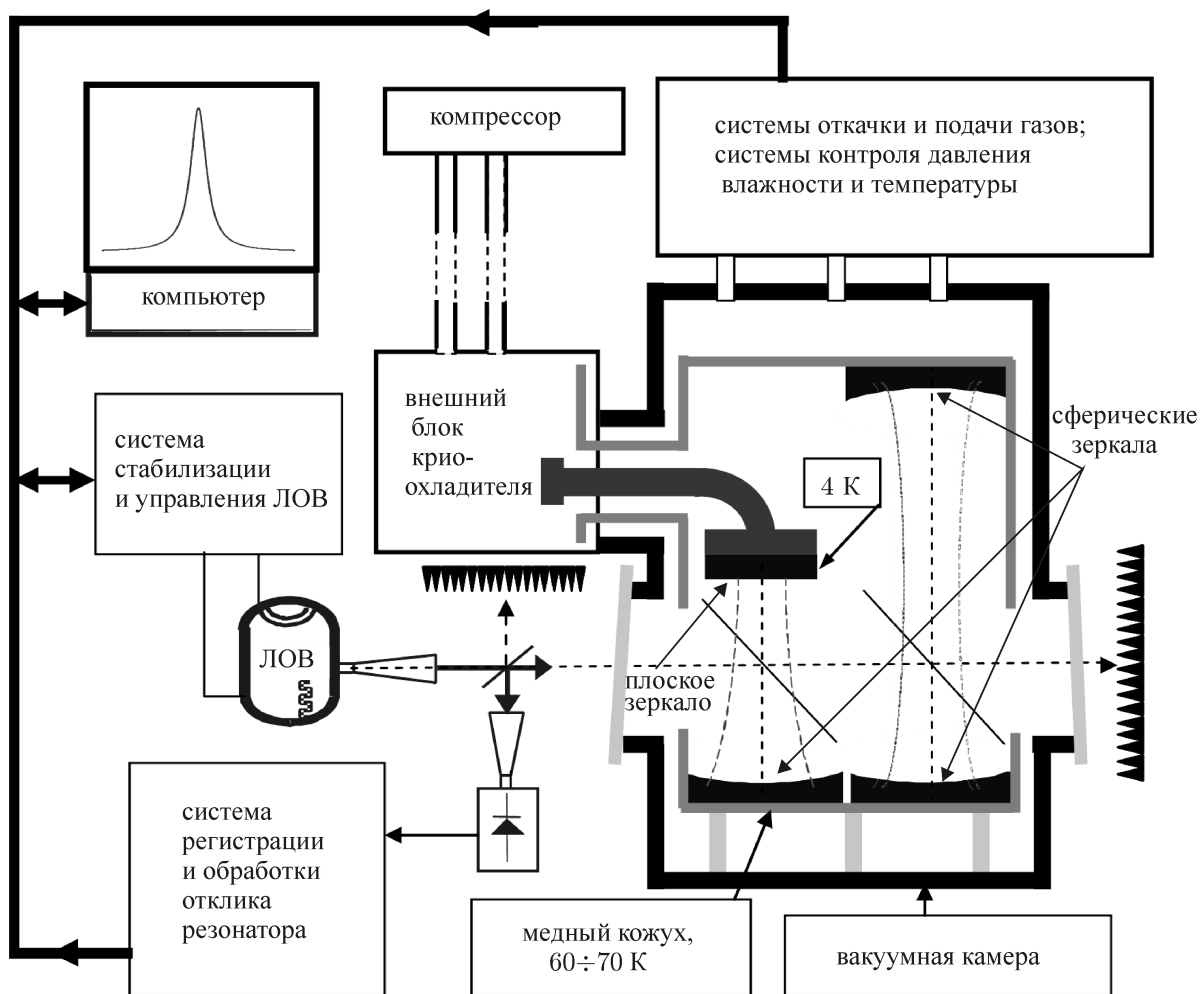


Рис. 1. Структурная схема установки

Окна ввода/вывода возбуждающего резонатор излучения выполнены из полиэтилена высокого давления. Этот материал обладает малыми потерями в миллиметровом и субмиллиметровом диапазонах и обеспечивает эффективную фильтрацию инфракрасного излучения. Окна установлены под углом около 10° к выходящему лучу (см. рис. 1) для исключения попадания отражённого излучения в приёмный тракт.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОТЕРЬ ПРИ ОТРАЖЕНИИ ПРИ КРИОГЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

В диапазоне $100\div 200$ ГГц исследовались плоские зеркала из бескислородной меди (содержание меди 99,28 % по массе), из алюминия (содержание алюминия 99,99 % по массе) и из высокочистой алюминиевой фольги (содержание алюминия превышает 99,99 % по массе). Отражающие поверхности зеркал обработаны алмазным резцом. Шероховатость поверхности составляет $10\div 20$ нм.

Исследовалась также серия алюминиевых плёночных отражателей для радиотепловых экранов космической обсерватории «Миллиметрон» [15]. Алюминиевое покрытие нанесено на полиимидную плёнку с толщиной 20 мкм методом магнетронного распыления. Толщина алюминиевого

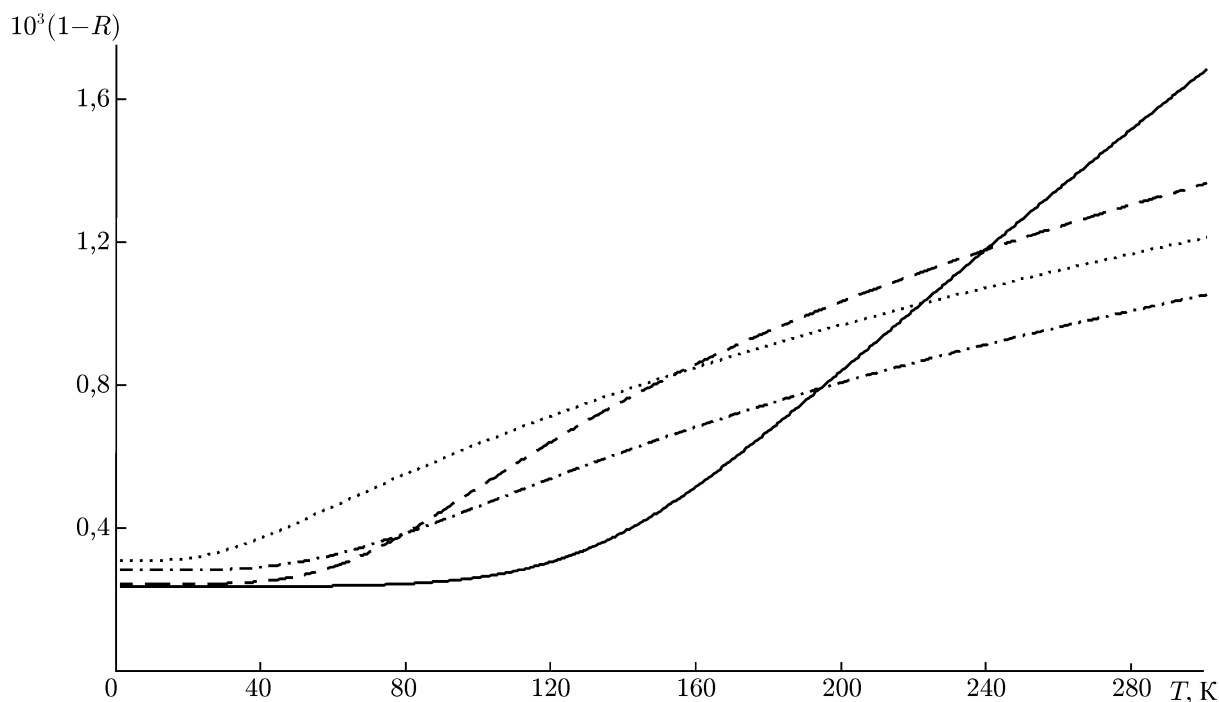


Рис. 2. Расчётные температурные зависимости потерь при отражении (R — коэффициент отражения) от наиболее отражающих металлов на частоте 150 ГГц. Сплошная линия соответствует бериллию, штриховая — алюминию, пунктирная — золоту, штрих-пунктирная — меди

слоя варьировалась в пределах 100÷260 нм.

Потери энергии при отражении от металлических образцов при нормальном падении определялись на основе результатов измерений ширины отклика резонаторов, метод расчёта подробно изложен в [16–18].

Поскольку при работающем компрессоре криоохладителя измерения невозможны из-за вибрации образца и соответственно искажения резонансного отклика, образец сначала охлаждался до минимальной температуры (была достигнута температура около 4 К), компрессор выключался и при включённом турбомолекулярном насосе проводилась запись ширины резонансных кривых опорного и измерительного резонаторов при естественном нагреве.

На рис. 2 приведены результаты расчёта потерь при отражении для четырёх металлов с наибольшей отражающей способностью для температур от комнатной до 4 К на частоте 150 ГГц. Серебро, обладающее наивысшей отражающей способностью, не рассматривалось ввиду его малой коррозионной стойкости. Расчёты приведены с учётом аномального скин-эффекта в приближении сферической поверхности Ферми [19, 20]. Стоит заметить, что при температуре ниже 200 К вплоть до гелиевых температур бериллий (который имеет аномально высокую температуру Дебая 1481 К) является наиболее отражающим металлом (см. также [21]). Эти расчётные зависимости можно рассматривать как предельные температурные зависимости потерь при отражении для металлов с температурами вплоть до гелиевых.

В качестве «эталоны» измерялись потери при отражении от медного зеркала, изготовленного из бескислородной меди (содержание меди 99,28 % по массе). Зависимость потерь от температуры приведена на рис. 3. Там же приведён результат расчёта потерь для чистой меди с учётом аномального скин-эффекта. Видно, что потери превышают расчётные примерно на 20 % при комнатной температуре и на 100 % при температуре ниже 40 К. Результат вполне ожидаем, т. к.

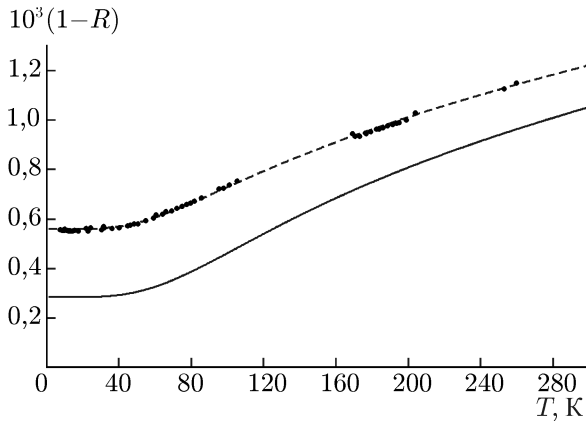


Рис. 3. Температурная зависимость потерь при отражении для медного зеркала (точки) и её аппроксимация (пунктирная линия) на частоте 150 ГГц. Сплошная кривая соответствует результату расчёта потерь при отражении для чистой меди с учётом аномального скин-эффекта

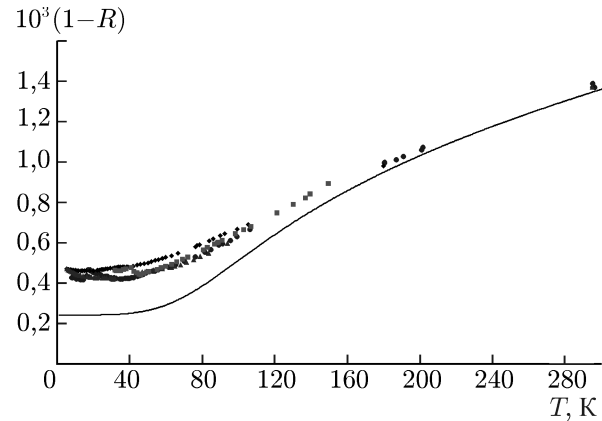


Рис. 4. Температурные зависимости потерь при отражении для алюминиевых образцов на частоте 150 ГГц. Сплошная кривая соответствует результату расчёта потерь для чистого алюминия с учётом аномального скин-эффекта

используемая медь содержит примеси, которые и определяют в основном уровень потерь при гелиевых температурах.

На рис. 4 приведены температурные зависимости потерь при отражении для алюминиевых образцов. Там же приведён результат расчёта потерь для чистого алюминия с учётом аномального скин-эффекта. Исследовались два аналогичных медному алюминиевых зеркала (содержание алюминия 99,99 % по массе) производства компании «РусАл» и два из высокочистой алюминиевой фольги (содержание алюминия превышает 99,99 % по массе). Видно, что при комнатных температурах потери близки к расчётным, но при криогенных температурах различаются для разных образцов на 10÷15 % и превышают расчётные примерно на 80 %. Для высокочистого алюминия, особенно для высокочистой фольги, такое превышение потерь не вполне понятно. Тем не менее результаты измерений при температурах выше 80 К совпадают с полученными ранее [17] на другой резонаторной установке с другими высокочистыми образцами, где также отмечено увеличение потерь относительно расчётных при температуре ниже 100 К.

На рис. 5 приведены температурные зависимости потерь при отражении для плёночных отражателей космической обсерватории «Миллиметрон». Исследовались три плёночных образца. Образец 1 представлял собой полиимидную плёнку типа ПМ-1ЭУ с толщиной 20 мкм, покрытую с одной стороны слоем алюминия (содержание алюминия 99,99 % по массе) с толщиной порядка 0,15÷0,19 мкм с защитным слоем из оксида кремния с толщиной около 10÷20 нм.

Образцы 2 и 3 представляли собой ту же полиимидную плёнку с односторонним алюминиевым покрытием (содержание алюминия 99,99 % по массе) с номинальной толщиной порядка 0,26 мкм, но образцы вырезаны из разных мест большого листа. Визуально образец 3 практически непрозрачен, в то время как образец 2 заметно пропускает видимый свет. Для образца 2 были проведены три цикла измерений при охлаждении его до 4 К. Как и следовало ожидать, у образцов с большей толщиной алюминия потери меньше. Однако даже для образцов 2 и 3 с толщиной, примерно равной скин-слою, потери значительно выше, чем у «толстой» алюминиевой плёнки.

В диапазоне от 60 К до комнатной температуры зависимости потерь от температуры гладкие и результаты измерений совпадают от цикла к циклу. Однако ниже 60 К наблюдается некоторая аномалия в потерях при отражении, и результат не стабилен от цикла к циклу даже для од-

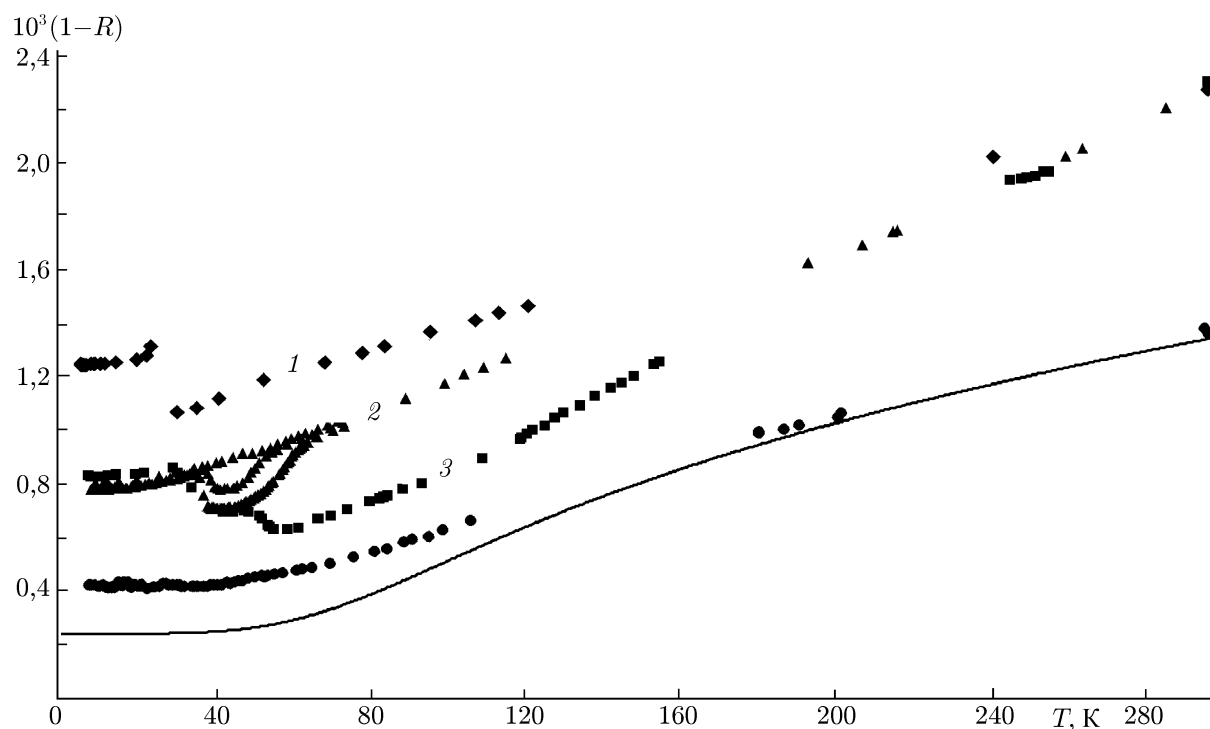


Рис. 5. Температурные зависимости потерь при отражении от плёночных отражателей космической обсерватории «Миллиметрон» (цифры обозначают номера образцов, см. текст). Кружками обозначены потери при отражении от зеркала из «толстого» высокочистого алюминия. Сплошная кривая соответствует расчётной зависимости потерь при отражении от алюминия с учётом аномального скин-эффекта. Расчёт и измерения выполнены на частоте 150 ГГц

ного образца. Поскольку потери в образцах после цикла охлаждения—нагревание возвращаются к своему исходному значению при температуре 300 К, а характерный локальный экстремум в потерях наступает примерно при одной и той же температуре, можно предположить, что эти явления связаны с изменением механических свойств плёнок алюминия, приводящим к искажению отражающей поверхности. (Заметим, что толщина алюминия много меньше толщины полиимида и никак не влияет на механические свойства отражателя.) Возможно также, что в области 30÷60 К происходит некоторая перестройка внутренней структуры алюминиевого слоя. Полученные данные не позволяют сделать однозначных выводов. Заметим, что для толстых медного и алюминиевого зеркал локальные экстремумы в зависимости потерь от температуры не наблюдались.

Проведённые измерения показали, что для всех плёнок в диапазоне частот от 100 до 200 ГГц при комнатной температуре величина потерь при отражении в пределах ошибки измерений постоянна и составляет $2,3(2) \cdot 10^{-3}$. Это говорит о том, что реальная толщина слоя алюминия меньше толщины скин-слоя [22]. Такое несоответствие эффективной толщины алюминиевого покрытия, отвечающей экспериментальным результатам, возможно, объясняется гранулированностью алюминиевой плёнки, получаемой с помощью вакуумного напыления. Однако эти несоответствия не слишком велики. Поэтому выполненные измерения позволили сформулировать рекомендации разработчикам радиационных экранов космической обсерватории «Миллиметрон» по оптимизации толщины экранов, работающих при различных температурах, а также толщины и технологий изготовления покрытий криогенного экрана и главного зеркала обсерватории.

3. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Создан уникальный инструментальный комплекс, позволяющий проводить исследования диэлектрических характеристик газов и конденсированных сред, а также отражающей способности поверхностей (потерь при отражении) в диапазоне частот $100 \div 500$ ГГц и интервале давлений от 10^{-3} торр до атмосферного давления при температурах $4 \div 370$ К.

Представленные в статье результаты демонстрируют возможности применения комплекса как для фундаментальных исследований, так и для практических научных приложений.

Из результатов исследований видно, что охлаждение зеркал ниже 60 К не приводит к какому-либо значимому уменьшению потерь при отражении. Однако шумовая температура отражателя определяется произведением потерь при отражении и физической температуры отражателя, поэтому для уменьшения шумовой температуры приёмного тракта вполне оправдано глубокое охлаждение всех приёмных рефлекторов.

Потери при отражении от плёночных покрытий, даже с номинальной толщиной немного больше скин-слоя, в разы превышают расчётные.

Работа частично поддержана Минобрнауки РФ (грант по постановлению Правительства РФ № 220 (договор 11 G34.31.0029)) и РФФИ (проекты 12–05–31170–мол_а, 12–05–00189, 12–05–00309).

Авторы выражают признательность сотрудникам ИПФ РАН А. И. Елисееву, А. Е. Заргарову, Д. В. Коротаеву, В. Г. Перминову за ценные рекомендации и непосредственное участие в проектировании и изготовлении элементов стенда, а также А. Г. Литваку за поддержку работ по созданию комплекса.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Dryagin Yu. A., Parshin V. V. // Int. J. Infrared Millimeter Waves. 1992. V. 13, No. 7. P. 1 023.
2. Krupnov A. F. // Изв. вузов. Радиофизика. 1998. Т. 41. С. 1 361.
3. Krupnov A. F. // Spectrochimica Acta. A. 1996. V. 52. P. 967.
4. Krupnov A. F., Tretyakov M. Yu., Parshin V. V., et al. // J. Mol. Spectrosc. 2000. V. 202, No. 1. P. 107.
5. Паршин В. В., Третьяков М. Ю., Шанин В. Н., Шкаев А. П. // 22-я Всероссийская конф. по распространению радиоволн (РРВ-22), Ростов на Дону—п. Лоо, 18–22 сентября 2008 г. С. 258.
6. Tretyakov M. Yu., Krupnov A. F., Koshelev M. A., et al. // Rev. Sci. Instrum. 2009. V. 80, No. 9. Art. no. 093106.
7. Шанин В. Н., Доровских В. В., Третьяков М. Ю., Паршин В. В., Шкаев А. П. // Приборы техн. экспер. 2003. № 6. С. 79.
8. Parshin V. V., Tretyakov M. Yu., Koshelev M. A., Serov E. A. // IEEE Sensors J. 2013. V. 13, No. 1. P. 18.
9. Tretyakov M. Yu., Koshelev M. A., Vilkov I. N., et al. // J. Quant. Spectrosc. Radiat. Trans. 2013. V. 114. P. 109.
10. Koshelev M. A., Serov E. A., Parshin V. V., Tretyakov M. Yu. // J. Quant. Spectrosc. Radiat. Trans. 2011. V. 112. P. 2 704.
11. Tretyakov M. Yu., Parshin V. V., Koshelev M. A., et al. // J. Mol. Spectrosc. 2003. V. 218. P. 239.
12. Makarov D. S., Tretyakov M. Yu., Rosenkranz P. W. // J. Quant. Spectrosc. Radiat. Trans. 2011. V. 112. P. 1 420.

13. Tretyakov M. Yu., Serov E. A., Koshelev M. A., et al. // Phys. Rev. Lett. 2013. V. 110. Art. no. 093001.
14. Вдовин В. Ф. // Изв. вузов. Радиофизика. 2005. Т. 48, № 10–11. С. 876.
15. Wild W., Kardashev N. S., Likchachev S. F., et. al. // Exp. Astron. 2008. V. 10. DOI 10.1007/s1-686-008-9097-6.
16. Parshin V. V. // 6th Int. Conf. on Antenna Theory and Techniques (ICATT'07), Sevastopol, Ukraine, 2007. P. 71.
17. Parshin V. V., van't Klooster C. G. M., Serov E. A. // Proc. 30th ESA Antenna Workshop on Antennas for Earth Observation, Science, Telecommunication and Navigation Space Missions, Noordwijk, the Netherlands, May 27–30, 2008. P. 353.
18. Parshin V. V., Serov E. A., van't Klooster C. G. M., Noschese P. // Proc. 5th ESA Workshop on Millimetre Wave Technology and Applications and 31st ESA Antenna Workshop, the Netherlands, 2009. P. 593.
19. Dingle R. B. // Physica. 1953. V. 19. P. 311.
20. Абрикосов А. А. Основы теории металлов. М.: Наука, 1987. 520 с.
21. Prentslau N. N. // Low Temperature Physics. 1999. V. 25, No. 10. P. 782.
22. Каплан А. Е. // Радиотехника и электроника. 1964. Т. 9, № 10. С. 1781.

Поступила в редакцию 30 мая 2013 г.; принята в печать 30 сентября 2013 г.

CRYOGENIC RESONATOR COMPLEX

V. V. Parshin, E. A. Serov, G. M. Bubnov, V. F. Vdovin, M. A. Koshelev, and M. Yu. Tretyakov

A new-generation unique laboratory facility for studying dielectric parameters of gases and condensed media and reflectivity of surfaces (reflection losses) in the frequency range 100–500 GHz and the pressure interval from 10^{-3} Torr to the atmospheric pressure at the temperatures 4–370 K is described. The Fabry-Perot resonators with Q of the order of 10^6 in which the studied gas, dielectric, or reflector are located are the measuring elements of the facility. The backward-wave tube stabilized by the broadband phased-lock loop system is the radiation source. Using this facility, we performed experiments allowing one, in particular, to confirm the presence of the water dimers in the atmosphere and study some materials for the reflectors of the “Millimetron” Space Observatory.