

АКАДЕМИЯ НАУК УКРАИНСКОЙ ССР
Физико-технический институт низких температур

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ ПРОЦЕССЫ И СИСТЕМЫ
Сборник научных трудов

Киев Наукова думка 1987

УДК 621.317.374:537.312.62

И.Н.Бондаренко, А.С.Гнезъ

ИЗМЕРЕНИЕ ВЫСОКОЧАСТОТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИЭЛЕКТРИКОВ С ПОМОЩЬЮ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ РЕЗОНАТОРОВ

Одним из наиболее чувствительных методов измерения высокочастотных характеристик диэлектрических материалов является резонансный. Диэлектрический образец помещается внутрь резонансного контура и по изменению резонансной частоты и добротности определяются соответственно величины диэлектрической проницаемости ϵ и тангенса угла диэлектрических потерь $tg \delta$. При этом чем выше собственная добротность измерительного и резонансного контура и чем точнее измерены изменения добротности резонансной частоты, тем выше чувствительность измерений характеристик диэлектриков или их изменений при воздействии различных факторов. Методы измерения в диапазоне сверхвысоких частот, основанные на использовании объемных резонаторов, допускают измерение диэлектрической проницаемости в пределах от 1,01 до 100 и $tg \delta \sim 5 \cdot 10^{-5} - 5 \cdot 10^{-1}$.

В настоящее время не прекращаются исследования в области поиска и создания диэлектрических материалов с более низким значением $tg \delta$. Особое значение приобретает уменьшение этого параметра при разработке таких низкотемпературных устройств, как сверхпроводящие кабели, радиочастотные сверхпроводящие колебательные контуры, сверхпроводящие полосковые линии передачи, сверхпроводящие микрополосковые резонаторы и другие, которые невозможно создать без использования диэлектрических материалов. При этом, естественно, встает задача измерения чрезвычайно малых уровней диэлектрических потерь. Одним из путей ее решения является использование сверхпроводящих резонаторов (СПР). К настоящему времени в СВЧ диапазоне достигнута добротность СПР $\sim 10^{10} - 10^{11}$ Л, Дж. Такие резонаторы изготавливаются из свинца или ниобия и охлаждаются до температур 1,2-1,5 К. Имеются данные о создании СПР из

Nb_3Sn , которые имеют при 4,2 К добротность $\sim 10^9$ [3]. Наряду с высокой добротностью СПР обладают и высокой стабильностью резонансной частоты, обусловленной, во-первых, существенным уменьшением при глубоком охлаждении коэффициентов линейного расширения материалов, из которых изготавливается резонатор, и, следовательно, температурного коэффициента частоты; во-вторых, возможностью поддерживать достаточно стабильным значение температуры жидкого гелия. Теоретические и экспериментальные оценки показывают, что относительную нестабильность резонансной частоты СПР сравнительно простыми способами можно сделать меньше 10^{-10} [4]. Таким образом, при обеспечении достаточной точности и чувствительности измерения изменений собственной добротности Q_0 и резонансной частоты ω_0 , СПР дают возможность значительно повысить чувствительность резонансного метода измерения диэлектрических констант.

Если объем диэлектрического образца $V_{обп}$ мал по сравнению с объемом резонансной полости $V_{рез}$ и его размещение внутри резонатора не приводит к существенному искажению электрических и магнитных полей, то для нахождения соотношений, связывающих изменения параметров резонатора со значениями относительной диэлектрической проницаемости ϵ' и $tg \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$ ($\epsilon = \epsilon' - j\epsilon''$) образца, можно воспользоваться методом малых возмущений и получить следующие выражения [5, 6]:

$$\frac{\omega_1 - \omega_0}{\omega_1} = -(\epsilon' - 1) \frac{\int \epsilon_0 E_0^2 dV_{обп}}{\int (\epsilon_0 E_0^2 + \mu_0 H_0^2) dV_{рез}}, \quad (1)$$

$$tg \delta = \frac{1}{2\epsilon'} \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{\int (\epsilon_0 E_0^2 + \mu_0 H_0^2) dV_{рез}}{\int \epsilon_0 E_0^2 dV_{обп}}, \quad (2)$$

где индексы 0 и 1 относятся соответственно к резонатору без образца и с образцом; ϵ_0, μ_0 - диэлектрическая и магнитная проницаемости вакуума; E_0, H_0 - напряженности электрического и магнитного полей в невозмущенном резонаторе. Отношение интегралов характеризует количество энергии, запасенной в образце (фактор заполнения).

В случае, когда цилиндрический вакуумированный резонатор с высотой h возбуждается колебаниями вида H_{011} , а образец выполнен в виде тонкого диска толщиной d и диаметром, равным диаметру резонатора, размещаемого на одной из торцевых стенок резонатора, из (1) и (2) получают следующие соотношения [6]:

$$\frac{\omega_1 - \omega_0}{\omega_1} = \frac{\epsilon' - 1}{2} \left(\frac{d}{h} - \frac{1}{2\pi} \sin \frac{2\pi}{h} d \right), \quad (3)$$

$$tg \delta = \frac{2}{\epsilon'} \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{1}{d/h - 1/2\pi \sin \frac{2\pi}{h} d}. \quad (4)$$

Для получения более точных выражений, пригодных для любой степени заполнения резонатора исследуемым материалом, необходимо решить электродинамическую задачу, которая связана с интегрированием уравнений Максвелла для резонатора с образцом, возбуждаемого колебаниями конкретного вида. Эта задача сводится к решению волновых уравнений для областей резонатора, одна из которых заполнена исследуемым веществом, а другая - вакуумом. Для возбуждаемого колебаниями вида H_{011} цилиндрического резонатора, в котором размещается образец в форме диска с диаметром, равным диаметру резонатора, и толщиной, равной d , получаются следующие соотношения [7]:

$$\epsilon \approx \frac{\left(\frac{\alpha \omega_1}{c}\right)^2 + 10,6}{\left(\frac{\alpha \omega_0}{c}\right)^2 + 10,6}, \quad (5)$$

$$\operatorname{tg} \delta \approx \frac{\rho(2d-s) + \frac{1}{2} \epsilon [2(h-d) - q]}{\rho(2d-s)} \left(\frac{1}{a_1} - \frac{1}{a_2} \right), \quad (6)$$

где $\rho = \frac{\sin^2 \frac{\omega_0}{c} (h-d)}{\sin^2 \frac{\omega_1}{c} d}$; $q = \frac{\sin 2 \frac{\omega_0}{c} (h-d)}{\omega_0/c}$; $s = \frac{\sin 2 \frac{\omega_1}{c} d}{\omega_1/c}$; $a-h$ - радиус и высота резонатора соответственно; c - скорость света.

Оценки, полученные с помощью соотношений (3)-(6), показывают, что с использованием СПР можно исследовать диэлектрические потери при $\operatorname{tg} \delta \sim 10^{-9}$. В случае применения резонаторов с $d \sim 10^6 - 10^7$, частично заполненных диэлектриком, чувствительность измерения величины $\operatorname{tg} \delta \sim 10^{-6} - 10^{-7}$ [8].

Использовавшийся в наших измерениях СПР представляет собой цилиндрический объемный резонатор с $h = 2a = 42$ мм, выточенный из меди, рабочая поверхность которого покрывалась слоем свинца из борфтористоводородного электролита. Одна из торцевых крышек выполнена в виде диафрагмы с двумя отверстиями связи. Связь резонатора с внешними цепями осуществлялась с помощью коаксиальных линий, которые со стороны отверстий диафрагмы заканчивались петлями. Исследуемые образцы изготавливались в виде дисков толщиной 1 мм и диаметром, равным диаметру резонатора. Располагались образцы в резонаторе на торцевой крышке, противоположной диафрагме. Смена образцов производилась при комнатной температуре в атмосфере сухого азота. Резонатор перед охлаждением вакуумировался и заполнялся газообразным гелием до давления $\sim 13,3$ Па для улучшения теплообмена. Температура СПР измерялась полупроводниковым термометром типа ТСАД-2, откалиброванным до температуры $\sim 1,7$ К. Поскольку предполагалось, что добротность СПР при помещении в него исследуемого образца будет изменяться в широких пределах, то в конструкции ре-

зонатора предусмотрена возможность изменения связи с резонатором путем перемещения коаксиальных линий, для того чтобы измерения проводились при минимальных связях и значение добротности было максимально близким к собственному. С целью уменьшения влияния на погрешность измерений факторов, связанных со "старением" резонатора, СПР перед измерениями подвергался неоднократному термоциклированию от комнатных до гелиевых температур и развакуумированию при комнатной температуре. Указанные операции производились до тех пор, пока изменение добротности не стало меньше 2 %, а воспроизводимость частоты – около $1 \cdot 10^{-7}$. Добротность СПР составила при этом величину $\sim 1 \cdot 10^7$ при 4,2 К и $\sim 5 \cdot 10^7$ при 1,7 К. Резонансная частота СПР без образца составляла 9444 МГц. Соответствие указанным значениям добротности и частоты проверялось постоянным контролем характеристик СПР перед и после каждого измерения с образцом. Резонансная частота измерялась с помощью перестраиваемого СВЧ генератора, сигнал которого подавался на вход СПР и одновременно на электронно-счетный частотомер. Индикация настройки на резонанс осуществлялась с помощью стрелочного прибора, подключенного к детекторной секции, подсоединенной к выходу резонатора. Добротность определялась методом передачи с помощью высокостабильного перестраиваемого СВЧ генератора при поточечной регистрации резонансной кривой резонатора и вычислении Q как отношения $f/\Delta f$, где Δf – полоса пропускания резонатора. Такой способ позволяет, во-первых, одновременно измерять значения резонансной частоты и добротности, а во-вторых, – проводить измерения добротности в широком диапазоне значений, что чрезвычайно важно при исследовании диэлектриков, поскольку при больших величинах $tg \delta$ добротность измерительного СПР сильно уменьшается.

Значения ϵ и $tg \delta$ определялись соотношениями (3) и (4), поскольку предполагалось, что помещение образцов в резонатор не приводит к существенному искажению полей в нем ($d \ll h$, $tg \delta < < 10^{-4} \div 10^{-3}$). Погрешности определения величин ϵ и $tg \delta$ включают в себя погрешности, обусловленные применением метода малых возмущений, а также погрешности измерения величин $(\omega_0 - \omega_1)/\omega_1$ и Q_0, Q_1 .

Так как в качестве СВЧ генератора использовался отражательный клистрон, стабилизированный с помощью системы АПЧ с СПР, относительная нестабильность частоты которого была близка к 10^{-10} [4], а частота измерялась электронно-счетным частотомером ЧО-7, погрешности, вносимые в определение значений ϵ и $tg \delta$ схемой измерения частоты, меньше 10^{-2} %. Основной вклад в погрешности определения ϵ и $tg \delta$ при измерениях вносит схема индикации значения резонанса и уровней половинной мощности. Как показано в [4],

погрешность определения Q применяемым методом

$$\frac{\delta Q}{Q} \Big|_{k=0,5} = \frac{1}{3} \frac{\delta k}{k},$$

где $\delta k/k$ — относительная погрешность установки заданного уровня k . Уровень сигнала устанавливался по показаниям микровольтмикромперметра Ф116 с погрешностью $\pm 1,5\%$.

Таким образом, точность резонансного метода исследования диэлектрических констант при использовании СПР не ухудшается, а остается на уровне 1–2% для ϵ и 5–10% для $\operatorname{tg} \delta$ [6] и определяется, в основном, погрешностями приближений метода малых возмущений. Применение СПР и высокостабильного измерительного генератора дает возможность исследовать меньшие по объему образцы со значительно более низким уровнем диэлектрических потерь.

В качестве исследуемых материалов были выбраны фторопласт-4 (политетрафторэтилен), поликор (алюмооксидная керамика $\sim 99,8\% \text{ Al}_2\text{O}_3$) и лейкосапфир. Выбор этих диэлектриков обусловлен тем, что они имеют наименьшие значения $\operatorname{tg} \delta$ (обычно на частоте 10 ГГц, температуре 20 °С для фторопласта при $\epsilon = 1,9\text{--}2,2$ $\operatorname{tg} \delta \sim 2,5 \cdot 10^{-4}$; для поликора при $\epsilon = 9,6 \pm 0,2$ $\operatorname{tg} \delta \sim 1 \cdot 10^{-4}$ и лейкосапфира при $\epsilon \sim 9,4 \pm 10$ $\operatorname{tg} \delta \sim 1 \cdot 10^{-4}$). Для фторопластового образца были получены значения $\epsilon \sim 1,95$ и $\operatorname{tg} \delta \sim 3,56 \cdot 10^{-5}$ и $\sim 3,2 \cdot 10^{-5}$ при 4,2 и 1,7 К соответственно; для образца из поликора $\epsilon \sim 10,8$; $\operatorname{tg} \delta \sim 8,27 \cdot 10^{-5}$ и $\sim 5,72 \cdot 10^{-5}$ при 4,2 и 1,7 К соответственно.

Образец лейкосапфира представлял собой диск, вырезанный из кристалла в плоскости (1120). Нами были определены такие величины: $\epsilon \sim 9,5$ и $\operatorname{tg} \delta \sim 7 \cdot 10^{-6}$ и $\sim 3,5 \cdot 10^{-6}$ при 4,2 и 1,7 К соответственно. Значения ϵ и $\operatorname{tg} \delta$ можно рассматривать в данном случае как некоторые обобщенные параметры, поскольку конфигурация электромагнитных полей в резонаторе исключает взаимодействие только с одной составляющей тензора диэлектрических характеристик. Тензорные характеристики могут быть измерены, если использовать цилиндрический резонатор, возбуждаемый колебаниями вида ϵ_{010} и образцы в виде цилиндрических стержней, вырезанных в необходимом кристаллографическом направлении. Кроме того, исследовался образец, изготовленный из пластины ситалла марки СТЗ2-1. Отмечено аномальное поведение зависимости $\operatorname{tg} \delta$ от температуры. Тангенс угла диэлектрических потерь при понижении температуры до 100–70 К первоначально несколько уменьшался, оставаясь на уровне $\sim 10^{-4}$, а затем резко увеличивался, достигая величин $\sim 1,38 \cdot 10^{-2}$ и $\sim 3,71 \cdot 10^{-2}$ при 4,2 и 1,7 К соответственно.

Несмотря на возможность реализации высоких чувствительностей с помощью резонансного метода с использованием СПР, существуют

факторы, которые влияют на чувствительность и точность измерений. Некоторые из них присущи собственно резонансному методу, другие появляются в результате использования СПР и низких температур. Чувствительность метода главным образом зависит от коэффициента преобразования ϵ , t и d образца в изменении добротности и резонансной частоты сверхпроводящего резонатора с образцом, а также от точности измерения этих изменений. Коэффициент преобразования зависит от типа резонансной системы, вида колебаний в резонаторе, места расположения образца и его размеров. Например, если в цилиндрическом объемном резонаторе, возбуждаемом колебаниями вида H_{011} , исследовать образец, который имеет форму тонкого диска с диаметром, равным диаметру резонатора, то в зависимости от того, где располагается образец — на дне резонатора или параллельно дну на высоте $h/2$, коэффициент преобразования будет изменяться более чем в 500 раз. В коаксиальном $\lambda/4$ -резонаторе с укорачивающей емкостью наибольший коэффициент преобразования будет при размещении образца в емкостном зазоре, в спиральном резонаторе — при размещении образца внутри спирали. Приведенные примеры показывают, что в одном и том же высокочастотном резонаторе можно исследовать образцы со значительно отличающимися характеристиками, размещая их в различных местах полости резонатора.

Одним из факторов, влияющих на чувствительность и точность измерений, является воспроизводимость характеристик СПР. При этом если воспроизводимость резонансной частоты может быть обеспечена достаточно высокой ($\sim 10^{-7}$ – 10^{-8}), то воспроизводимость значения добротности будет существенно зависеть от качества сверхпроводящей поверхности. Поэтому смену образцов необходимо производить в нейтральной среде, например в инертном газе. Наиболее радикальным является введение образца в уже охлажденный СПР, однако в этом случае возникают сложности с учетом возмущений электромагнитных полей в полости резонатора, вызываемых элементами механизма настройки. Изменение размеров образца с понижением температуры, влияние на диэлектрические характеристики повышенных уровней электромагнитных СВЧ полей, которые устанавливаются в СПР при высоких добротностях, вносят в результаты измерений трудно учитываемые погрешности; возникает ряд осложнений, связанных с эффективным охлаждением образца, который располагается внутри резонатора.

Несмотря на указанные трудности, резонансный метод с использованием СПР позволяет реализовать высокочувствительные измерения характеристик диэлектрических материалов и может быть с успехом применен для исследования диэлектриков с малыми потерями при низких температурах.

1. Pierce J.M. Residual microwave surface resistance of super conducting lead // J. Appl. Phys. - 1973.-44,N3. - P.1342-1347.
2. Allen M.A., Parkas Z.D., Hogg H.A. e.a. Superconducting niobium cavity measurement at SLAC // IEEE Trans. Nucl. Sci. - 1981. - 18, N3. - P.168-172.
3. Pfister H. Superconducting cavities // Cryogenics. - 1976.- 16, N1. - P.17-24.
4. Менде Ф.Ф., Бондаренко И.Н., Трубицын А.В. Сверхпроводящие и охлаждаемые резонансные системы. - Киев : Наук. думка, 1976. - 271 с.
5. Альтман Дж. Устройства СВЧ. - М. : Мир, 1968. - 487 с.
6. Брандт А.А. Исследование диэлектриков на сверхвысоких частотах. - М. : Физматгиз, 1963. - 403 с.
7. Cook R.J. Microwave cavity methods // High frequency dielectric measurement. - Guildford, 1973. - P. 12-27.
8. Бондаренко И.Н., Менде Ф.Ф. Исследование свойств диэлектриков и полупроводников с помощью охлаждаемых и сверхпроводящих резонаторов. - Харьков, 1979. - 72 с. - Рукопись деп. в ВИНИТИ 31.01.80, № 1062-80 Деп.