

ДИСКОВЫЙ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ РЕЗОНАТОР ДЛЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ МАГНИТОРЕЗОНАНСНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В МИЛЛИМЕТРОВОМ И СУБМИЛЛИМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНАХ ДЛИН ВОЛН

В. Н. Деркач, Т. В. Багмут, Р. В. Головащенко, В. Г. Корж, С. В. Недух, С. И. Тарапов

Институт радиофизики и электроники им. А. Я. Усикова НАН Украины,

12, ул. Ак. Проскуры, Харьков, 61085, Украина

E-mail: derkach@ire.kharkov.ua

Приведено описание экспериментов по исследованию эффекта электронного спинового резонанса (ЭСР) в миллиметровом диапазоне длин волн с резонансной ячейкой в виде высокодобротного дискового диэлектрического резонатора (ДДР) на модах шепчущей галереи. В области рабочих температур $T = 4,2$ К достигнуто значение добротности ДДР $Q = 30000\text{--}38000$ с реперной ЭСР меткой. Ил. 3. Табл. 1. Библиогр.: 9 назв.

Ключевые слова: ЭСР спектроскопия, миллиметровый диапазон длин волн, дисковый диэлектрический резонатор.

Одним из возможных путей повышения чувствительности метода электронного спинового резонанса (ЭСР) является увеличение рабочей частоты. Это, в свою очередь, требует постоянной модификации резонаторных экспериментальных ячеек, содержащих исследуемый образец. Еще около 30 лет назад началось интенсивное расширение диапазона рабочих частот в область крайне высоких частот до 100–150 ГГц и более. Успеху освоения этого диапазона во многом способствовали разработка и применение двухзеркальных открытых резонаторных структур сначала при температурах He^4 ($T = 4,2$ К [1]), а потом и при температурах жидкого He^3 , вплоть до $T = 0,3$ К [2]. Это позволило получить ряд важных результатов в области магнитной спектроскопии [3], которые были достигнуты благодаря таким достоинствам двухзеркального открытого резонатора (ОР) (и его модификаций), как: высокая добротность, достигающая в реализованных конструкциях $5\text{--}7 \times 10^3$; разреженный (по сравнению с традиционными резонаторами) спектр; возможность регулировки коэффициентов заполнения резонатора образцом в ходе эксперимента; хорошие термодинамические качества ячейки при температурах $T < 1$ К; возможность использовать образцы размером много больше длины волны (что особо важно в области длин волн менее 2 мм).

Однако препятствием к развитию таких методов и средств квазиоптической магнитной радиоспектроскопии оставались два серьезных недостатка двухзеркального резонатора:

- невозможность достижения высоких значений добротности (более 10^4);
- невысокий коэффициент заполнения, который, как правило, на порядок меньше, чем в объемном резонаторе.

Одним из способов решения возникшей проблемы является применение дискового диэлектрического резонатора (ДДР) в качестве резонатора для эксперимента по исследованию эф-

фекта ЭСР. ДДР впервые успешно были применены в спектроскопии двойного электронно-ядерного резонанса [4], при этом добротность резонаторов достигала больших величин. Однако введение образца в такой резонатор приводило, как правило, к заметному возмущению резонансного поля, резкому падению добротности рабочей моды вблизи центра линии ЭСР и, как следствие, – к возможному срыву колебаний рабочей моды резонатора. Поэтому для обеспечения корректности эксперимента по исследованию эффекта ЭСР возникает потребность введения в резонатор реперного образца, т. е. образца с заранее заданными и хорошо известными значениями резонансной частоты и резонансного магнитного поля, по которым можно проводить калибровку эксперимента по исследованию эффекта ЭСР.

Настоящая работа представляет собой следующий шаг в развитии методики эксперимента по исследованию эффекта ЭСР миллиметрового и субмиллиметрового диапазонов в области низких и сверхнизких температур. Нами представлены результаты исследований, позволивших создать резонаторную экспериментальную ячейку открытого типа, сочетающую основные достоинства ОР (высокое значение добротности) и объемного (высокое значение коэффициента заполнения). Ячейка изготовлена из рубина в форме ДДР, в котором эффективно возбуждаются моды шепчущей галереи (МШГ), обеспечивающие значения добротности, на порядок превышающие значения добротности двухзеркального ОР [5].

Кроме того, данный резонатор обладает важным положительным качеством. Поскольку материал резонатора является хорошо изученным парамагнетиком, то в спектре ЭСР самого резонатора присутствует реперный сигнал (ЭСР метка), который позволяет определить резонансное магнитное поле с высокой точностью (не хуже 0,01 мТ). Это свойство выгодно отличает рубино-

вый ДДР от других дисковых резонаторов [4], применявшихся ранее в спектроскопии.

1. Электродинамические характеристики дискового резонатора. В качестве резонансной ячейки радиоспектрометра использовался дисковый диэлектрический резонатор, работающий на модах шепчущей галереи. Эксперименты были проведены с двумя ДДР, изготовленными из монокристаллического рубина с разной концентрацией Cr^{3+} . Фото резонансной ячейки приведено на рис. 1.

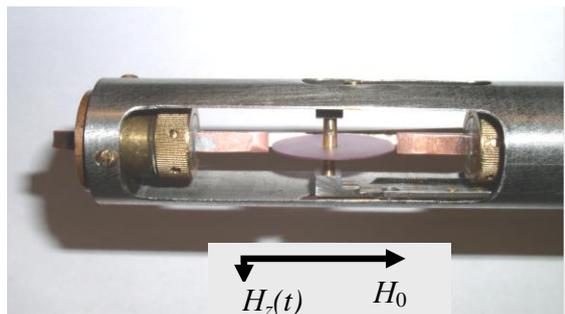


Рис. 1. Резонансная ячейка с рубиновым дисковым диэлектрическим резонатором для исследований эффекта ЭСР в области частот 60-78 ГГц

Главная кристаллографическая ось расположена в плоскости диска. Поверхности резонаторов (цилиндрическая и торцевые) изготовлены с оптической точностью. Шероховатость поверхности не превышала 10 нм. Размеры ДДР#1 следующие: диаметр $d = 26,60$ мм; толщина $h = 0,52$ мм; ДДР#2: $d = 17,04$ мм; $h = 0,74$ мм.

Спектральные и энергетические характеристики обоих резонаторов предварительно исследованы на измерительном стенде с использованием аппаратно-программного комплекса [5,6], а также с помощью трехкоординатного сканирующего устройства [7] при комнатной температуре. Спектр мод резонатора регистрировался в частотном диапазоне 60–78 ГГц. В качестве рабочих мод выбраны наиболее добротные моды с малым значением радиального индекса ($n=1$). На рис. 2 приведены фрагменты спектров ДДР для обоих резонаторов ДДР#1 (рис. 2,а,б) и ДДР#2 (рис. 2,в,г). Рабочие моды $EH_{m,n,\delta}$ ($m = 36, 41, 30, n = 1$) отмечены стрелками. Видно, что при понижении температуры в указанном интервале наблюдается смещение рабочих мод в высокочастотную область на величину $\Delta f \approx 700 - 800$ МГц. Это смещение вызвано, с одной стороны, уменьшением линейных размеров резонатора и, с другой – уменьшением диэлектрической проницаемости ϵ' рубина при понижении температуры. Одновременно уменьшение значения мнимой части диэлектрической проницаемости ϵ'' при-

водит к росту добротности ДДР более чем в три раза при достижении гелиевых температур (таблица).

Электродинамические характеристики ДДР

ДДР	d , мм	m	$T = 300\text{ K}$		$T = 4,2\text{ K}$	
			f_{res} , ГГц	Q	f_{res} , ГГц	Q
#1	26,60	36	66,60	9000	67,33	25000
#1	26,60	41	72,46	10000	73,21	28000
#2	17,04	30	73,19	10500	74,03	35000

2. Демонстрационный эксперимент по исследованию эффекта ЭСР. Исследованные рубиновые ДДР применены в качестве резонансных ячеек низкотемпературного радиоспектрометра «БУРАН» [3]. Перед проведением низкотемпературного эксперимента поверхности резонаторов тщательно очищались от загрязнений по методике очистки поверхностей оптических деталей с применением ультразвуковой ванны. В эксперименте ДДР располагали в нижней части электродинамического модуля, погружаемого в жидкий гелий (рис. 1). Крепление резонатора осуществлялось посредством подпружиненных металлических стержней, расположенных в центре диска. При работе резонатора на модах шепчущей галереи влияние стержней на резонансные свойства ДДР минимально, при этом энергия резонансного колебания сосредоточена вблизи цилиндрической поверхности ДДР. Резонатор работал в режиме «на проход». В качестве возбуждающего и приемного волноводов использовались полые металлические волноводы с сужением по узкой стенке и расположенные с противоположных сторон диска. Резонатор настраивался в резонанс при нулевом значении магнитного поля H_0 . В ДДР возбуждались $EH_{m,n,\delta}$ моды, у которых вектор напряженности магнитной компоненты H_z резонансного поля ориентирован параллельно аксиальной оси ДДР и в соответствии с условием эксперимента по исследованию эффекта ЭСР – перпендикулярно вектору напряженности H_0 статического магнитного поля. Внешнее магнитное поле H_0 ориентировано перпендикулярно аксиальной оси резонатора. В рабочем режиме резонансная ячейка находилась непосредственно в жидком гелии He^4 при температуре $T = 4,2\text{ K}$.

На рис. 3 приведены кривые изменения резонансного коэффициента передачи (РКП) самой резонансной ячейки в области линий поглощения ЭСР в четырехмиллиметровом диапазоне длин волн в жидком гелии (при $T = 4,2\text{ K}$). Резонансные пики соответствуют точкам перехода кривой дисперсии через нулевое значение и с высокой точностью обозначают резонансное значение магнитного поля $H_{0\text{рез}}$.

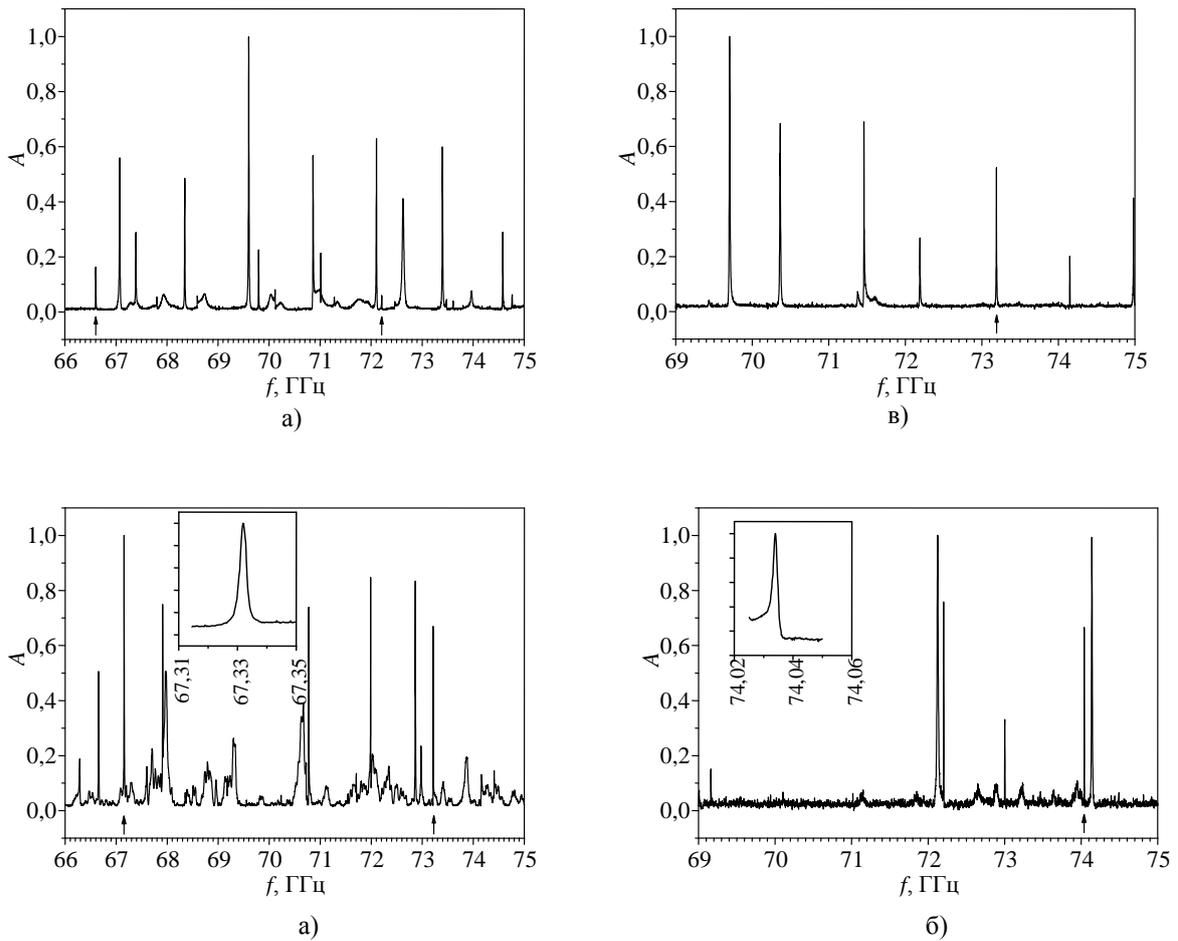


Рис. 2. Спектры ДДР при $T = 300\text{ K}$ (а, в) и $T = 4,2\text{ K}$ (б, г) для обоих резонаторов ДДР#1 (а, б) и ДДР#2 (в, г)

На рис. 3,а приведены кривые РКП резонатора ДДР#1 для случая, когда внешнее магнитное поле направлено ортогонально основной кристаллографической оси резонатора $\vec{H}_0 \perp \vec{c}$. При этом оба вектора лежат в плос-

кости резонатора ДДР#1. Зарегистрированные пики совпадают с основными разрешенными резонансными переходами, рассчитанными для данной ориентации магнитных полей (см. напр. [8, 9]).

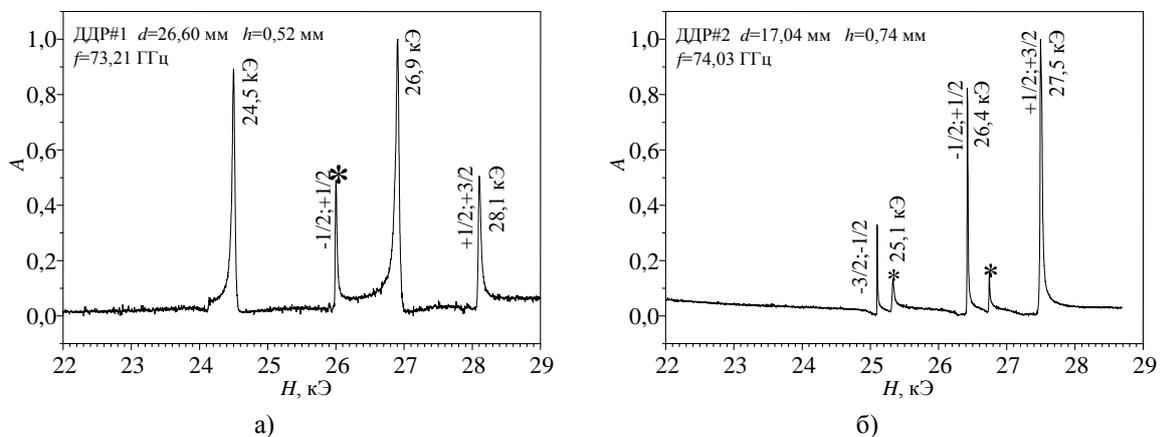


Рис. 3. Собственные спектры ЭСР дисконий рубиновых резонаторов

Кроме того, в спектре присутствуют линии сверхтонкого расщепления. Эти линии имеют обычно существенно меньшую интенсивность, и регистрация требует большей чувствительности, чем регистрация основных пиков. Один из этих пиков расположен в диапазоне статических магнитных полей, приведенном на рис. 3,а и обозначен значком (*).

На рис. 3,б приведены кривые РКП резонатора ДДР#2 для случая, когда угол между статическим полем и осью кристалла составляет приблизительно 45° . На спектрах также хорошо видны как линии тонкой структуры, так и линии сверхтонкой структуры.

Поскольку положения линий тонкой структуры легко могут быть рассчитаны на основе известных методик с учетом констант внутрикристаллического взаимодействия, то очевидно, они могут быть успешно использованы как реперные. Тем самым, такие линии могут служить «ЭСР метками», позволяющими определять величину резонансного поля с точностью до табличных значений констант внутрикристаллического взаимодействия. Отметим, что ценным положительным эффектом с точки зрения развития методики эксперимента по исследованию эффекта ЭСР является то, что, поворачивая ДДР вокруг своей оси на заданный угол, метку можно установить в заранее заданную точку на шкале магнитного поля.

Выводы. Таким образом, в ходе первых экспериментов показана целесообразность применения ДДР в магнитной радио-спектроскопии миллиметрового диапазона волн. Основные результаты могут быть сформулированы в следующем виде.

Предложено использовать кристаллический диэлектрик (монокристалл лейкосапфира), легированный парамагнитными ионами Cr^{3+} , в качестве резонансной ячейки спектрометра ЭСР со встроенной реперной магниторезонансной меткой.

В области рабочих температур ($T = 4,2\text{ K}$) достигнуто значение добротности ДДР с реперной меткой ЭСР $Q = 30000\text{--}38000$.

Зарегистрированы резонансные пики (как реперные метки), соответствующие точкам перегиба кривой дисперсии через нулевое значение, и показана возможность управления резонансным полем магниторезонансных линий (реперных меток).

Большая крутизна кривой дисперсии в области ЭСР позволяет с высокой точностью измерять значение резонансного магнитного поля.

Необходимо отметить, что для полноценного использования ДДР в спектроскопии ЭСР предстоит решить ряд проблем. Среди них:

осуществление необходимой точности регулировки связи ДДР с волноводным трактом и образцом; корректный учет дисперсионных процессов на добротностях более 10000; минимизация паразитной связи поля ДДР с элементами конструкции рефрижератора и др. Однако эти исследования не являются предметом данной публикации и находятся в стадии разрешения.

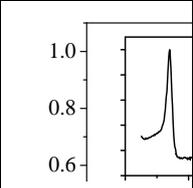
1. Androsov V. P., Vertiy A. A., Popkov Yu. P., Shestopalov V. P. Application of 150GHz quasi-optical EPR and ENDOR systems to examination of materials for polarized nuclear targets // International Journal of Infrared and Millimeter Waves. - 1982. - 3, N5. - P.597-605.
2. А.с. 1255908 СССР. Ячейка спектрометра двойного электронно-ядерного резонанса / А. А. Вертий, Н. А. Попенко, Ю. Ф. Киселев, С. И. Тарапов и др. // Открытия. Изобретения. - 1986. - №53 - С.3-4.
3. Vertiy A.A., Ivanchenko I.V., Popenko N.A. et al. A millimeter waveband radiospectrometer for material analysis below $T=1\text{K}$ // International Journal of Infrared and Millimeter Waves. - 1989. - 10, N 3. - P.395-404.
4. Colligiani A., Longo I., Martinelli M., Pardi L. ESR and ENDOR experiments using a disc-shaped resonator working in the whispering-gallery mode (WGM) // Applied Magnetic Resonance. - 1994. - 6, N1-2. - P.217-235.
5. Derkach V. N., Golovashchenko R. V., Nedukh S. V. et al. Measurement of loss tangent of dielectric and semiconductor materials at millimeter waves and temperatures 0.9-300 K / Digest of the 2005 Joint 30th Intern. Conf. on Infrared and Millimeter Waves and 13th Intern. Conf. on Terahertz Electronics, IRMMW-THz 2005, Williamsburg, Virginia, USA (September 19-23, 2005). - P.192-193.
6. Головащенко Р. В., Горошко Е. В., Варавин А. В., Плевако А. С., Деркач В. Н. Аппаратно-программный комплекс для спектроскопических исследований в миллиметровом диапазоне длин волн / 16-я Международный Крымская конференция "СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии" (КрыМиКо'2006) (11-15 сентября 2006 г.): Материалы конф. - Севастополь: Вебер, 2006. - С.817-818.
7. Деркач В. Н., Голик А. В., Вертий А. А. и др. Резонаторы на модах шепчущей галереи для микроволновой радио-спектроскопии / 11-я Международный Крымская конференция "СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии" (КрыМиКо'2001) (10-14 сентября 2001г.): Материалы конф. - Севастополь: Вебер, 2001. - С.453-455.
8. Штейншлейгер В. Б., Мисежников Г. С., Лифанов П. С. Квантовые усилители СВЧ (Мазеры). - М.: Сов. радио, 1971. - 431 с.
9. Сигмен А. Мазеры / Пер. с англ. под ред. Т. А. Шамова. - М.: Мир, 1966. - 520 с.

DISK DIELECTRIC RESONATOR FOR THE LOW-TEMPERATURE MAGNETORESONANCE INVESTIGATION IN MILLIMETER AND SUBMILLIMETER BANDS OF WAVELENGTHS

V. N. Derkach, T. V. Bagmut,
P. V. Golovashchenko, V. G. Korzh, S. V. Nedukh,
S. I. Tarapov

The description of electron spin resonance experiments in millimeter wave range by using the resonant cell as a high quality disk dielectric resonator on whispering gallery modes is resulted. The value of quality factor $Q=30000\text{--}38000$ is achieved with ESR mark in the field of working temperatures about $T=4,2\text{ K}$.

Key words: ESR spectroscopy, millimeter wave range, disk dielectric resonator.



**ДИСКОВИЙ ДІЕЛЕКТРИЧНИЙ РЕЗОНАТОР
ДЛЯ НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНИХ
МАГНІТОРЕЗОНАНСНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ У
МІЛІМЕТРОВОМУ ТА СУБМІЛІМЕТРОВОМУ
ДІАПАЗОНАХ ДОВЖИН ХВИЛЬ**

В. М. Деркач, Т. В. Багмут, Р. В. Головащенко,
В. Г. Корж, С. В. Недух, С. І. Тарапов

Наведено опис експериментів (з) дослідження ефекту електронного спінового резонансу (ЕСР) у міліметровому

діапазоні довжин хвиль з резонансною коміркою у вигляді дискового діелектричного резонатора (ДДР) на модах шепочучої галереї. В діапазоні робочих температур досягнуто значення добротності ДДР $Q = 30000-38000$ з реперною ЕСР меткою.

Ключові слова: ЕСР спектроскопія, міліметровий діапазон довжин хвиль, дисковий діелектричний резонатор.

Рукопись поступила 9 февраля 2007 г.