Разработка физических принципов построения и реализации спектрометра диапазона 500—700 GHz со сверхпроводниковым интегральным приемником

© В.Л. Вакс¹, В.Ю. Балакирев¹, А.Н. Панин¹, С.И. Приползин¹, В.П. Кошелец², О.С. Киселев²

¹ Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия ² Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия E-mail: elena@ipm.spi-nnov.ru

Разработан спектрометр, работающий на эффекте свободно затухающей поляризации, в диапазоне частот 500–700 GHz. Источником излучения являются гармоники умножителя частоты на квантовых полупроводниковых сверхрешетках. Приемная система спектрометра построена с использованием интегрального сверхпроводникового приемника на основе смесителя на структуре сверхпроводник—изолятор—сверхпроводник и генератора бегущих вихрей в качестве гетеродина. Спектрометр был использован для измерений линий поглощения NH₃ в выдыхаемом воздухе (572 GHz).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 09-02-97039-р_поволжье_а, 09-02-00246, 09-02-12172-офи-м) и программы Президиума РАН "Основы фундаментальных исследований нанотехнологий и наноматериалов", проект "Квантовые когерентные наноструктуры для приема и генерации электромагнитного излучения терагерцевого диапазона".

Терагерцевый (THz) и субтерагерцевый (sub-THz) диапазоны частот являются привлекательными для многих спектроскопических и в первую очередь прецизионных аналитических исследований, поскольку именно в этих диапазонах лежат наиболее высокоинтенсивные линии поглощения многих важных веществ. Поэтому реализация высокочувствительного спектрометра, пригодного для контроля высокотехнологичных процессов, медицинской диагностики, создания систем обеспечения безопасности, представляется весьма актуальной задачей.

На сегодняшний день существует лишь один серийный спектрометр такого класса. Компания Microtech Instrument (США) разработала спектрометр sub-THz-диапазона на основе эффекта умножения частоты лампы обратной волны, который перекрывает диапазон 100-1500 GHz. В качестве приемной системы в таком приборе используется стандартный пироэлектрический детектор. Спектрометр реализует спектральное разрешение 1-10 MHz и чувствительность на уровне $5 \cdot 10^{-7}$. Такие характеристики являются достаточными для ряда спектроскопических задач, но существуют приложения, где требуются более высокие частотное разрешение и чувствительность анализа. Речь идет в первую очередь о проблемах анализа многокомпонентных газовых смесей, где концентрация отдельных составляющих может быть на уровне ppb и даже ppt. В качестве примера таких задач укажем обнаружение примесей в высокочистых веществах, выявление токсичных газов в окружающем воздухе, мониторинг процессов в химических реакторах и т.д.

Среди существующих методов газоанализа наилучшее приближение к теоретическому пределу чувствительности, а также хорошее частотное разрешение, ограниченное лишь Доплер-эффектом, обеспечивает нестационарная микроволновая спектроскопия на основе эффекта когерентного спонтанного излучения [1-3]. Продвижение этих методов в sub-THz-частотный диапазон стало возможным благодаря использованию смесителей и умножителей на квантовых полупроводниковых сверхрешетках (КРСР) [4]. Показано, что такие структуры являются более эффективными для преобразования частоты [4], так как в данном случае по сравнению с диодами Шоттки инертность пролета электронов активной области и паразитные емкости становятся меньше, что позволяет увеличить граничную частоту работы диода. Кроме того, КПСР обладают вольт-амперной характеристикой с отрицательной дифференциальной проводимостью, которая сохраняется вплоть до частот выше 1 THz. С использованием смесителей на КПСР было создано семейство синтезаторов частоты в диапазонах 667-857, 789-968 и 882-1100 GHz [5], а также твердотельный генератор гармоник на основе генератора Ганна, работающий до 8.1 THz. По сравнению с существующими источниками sub-THz, производимыми компанией Microtech Instruments, генераторы гармоник являются компактными, простыми в использовании и обладают большим сроком эксплуатации.

Среди существующих приемных систем sub-THz-диапазона наиболее подходящим вариантом для создания высокочувствительного спектрометра является использование приемника на основе смесителя на структуре сверхпроводник-изолятор-сверхпроводник (СИС) и генератора бегущих вихрей ФФО (Flux-Flow Oscillator) в качестве гетеродина [6–9]. Чувствительность такого приемника, близкая к квантовому пределу, на несколько порядков превосходит чувствительность существующих премников (пьезоэлектрические детекторы, термопары,



Рис. 1. Блок-схема спектрометра терагерцевого частотного диапазона с интегральным приемником.

детекторы на диодах Шоттки). К достоинствам сверхпроводникового интегрального приемника (СИП) относятся также компактность, широкий диапазон перестройки ФФО и малое энергопотребление [10,11].

В настоящее время частоный диапазон большинства гетеродинных приемников ограничен перестройкой диапазона гетеродина, типичные значения — 10–15% для цепи твердотельных умножителей [12]. В СПИ ширина полосы определяется перестраивающей структурой СИС-смесителя схемой согласования между СИС и ФФО. Ширина полосы до 30–40% может быть достигнута путем конструкционного объединения пары СИС-смесителей. Другим потенциальным достоинством является использование решетки каналов СИП внутри одного криостата, которые могут работать на одной и той же или на различных частотах гетеродина.

В работе представлен спектрометр с фазовой манипуляцией воздействующего излучения, работающий в диапазоне частот 500–700 GHz и использующий СИП в качестве приемника. Физический принцип работы спектрометра заключается в следующем: в результате взаимодействия частотно-модулированного излучения с резонансно-поглощающими молекулами происходит периодический процесс наведения и распада макрокопической поляризации молекул [1]. Сигнал, переизлучаемый молекулами, отстает по фазе от сигнала излучения, и этот эффект используется для приема полезного сигнала.

Упрощенная блок-схема спектрометра представлена на рис. 1. Сигнал опорного генератора умножается с помощью твердотельных устройств — квантовых полупроводниковых сверхрешеток. В предложенной схеме молекулы газа взаимодействуют с резонансной THz-гармоникой. Высокодобротная ячейка может быть использована для того, чтобы увеличить мощность резонансной моды и подавить другие.

Источником ТН*z*-излучения являются гармоники (вплоть до 54-й вблизи 8100 GHz), получаемые умножением частоты синтезатора на генераторе Ганна, работающего в режиме частотной модуляции в диапазоне частот 100–120 GHz, с применением умножителя на КПСР.

Блок-схема твердотельного синтезатора частоты с частотной модуляцией излучения представлена на рис. 2. Гармоника опорного синтезатора крупной сетки частот, работающего в диапазоне частот 9-10.5 GHz, смешивается на гармоническом смесителе с частью ответвленной мощности выходного сигнала генератора Ганна. Сигнал промежуточной частоты (ПЧ) в диапазоне 400-440 MHz усиливается и подается на частотно-фазовый детектор (ЧФД) в системе фазовой автоподстройки частоты (ФАПЧ). Опорным синтезатором для ЧФД является синтезатор мелкой сетки частоты, работающий в диапазоне 400-440 MHz с минимальным шагом по частоте 10 kHz. Сигнал с выхода ЧФД проходит через петлевой фильтр и подается на вход управления частотой генератора Ганна, тем самым замыкая петлю ФАПЧ.

Частотный модулятор устанавливает частоту и девиацию опорного генератора ПЧ, которые потом переносятся в выходной сигнал генератора Ганна. Полоса



Рис. 2. Блок-схема твердотельного синтезатора частоты.



Рис. 3. Блок-схема интегрального приемника на микросхеме СИП (SIR (superconducting integral receiver) chip), находящейся в сосуде Дьюара (выделен пунктиром), при температуре 4 К. *I* — оптический вход 500–700 GHz, *2* — СИС-смеситель, *3* — гармонический смеситель (ГС), *4* — ФФО как гетеродин 500–700 GHz, *5* — НЕМТ-усилители, *6* — усилитель, *7* — ПЧ-процессор и АЦП, *8* — система управления и обработки данных, *9* — система управления ФФО, СИС, ГС.

ФАПЧ выбрана такой, чтобы перенести без искажений частотную модуляцию из канала ПЧ в выходной сигнал. Все параметры твердотельного синтезатора, а именно частота излучения и параметры модуляции, устанавливаются от компьютера через микроконтроллер.

Приемная система спектрометра разработана с использованием сверхпроводникового интегрального приемника на основе СИС-смесителя и ФФО в качестве гетеродина. Блок-схема разработанной в ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН микросхемы СИП (размеры $4 \times 4 \times 0.5 \,\text{mm}$) представлена на рис. 3. Частотное разрешение приемника (наряду с шумовой температурой и диаграмой направленности) является одним из основных параметров спектрометра. Для того чтобы получить требуемое частотное разрешение, сверхпроводниковый генератор гетеродина интегрального приемника должен быть синхронизирован к опорному синтезатору. Для реализации этих требований разработана концепция интегрального приемника с системой ФАПЧ криогенного генератора гетеродина [13]. Согласно этой концепции, сигнал сверхпроводникового генератора распределяется между двумя СИС-смесителями, один из которых используется как приемный квазичастичный элемент, в то время как второй работает в режиме гармонического смесителя в системе ФАПЧ.

Для интегрального приемника реализован частотный диапазон 500–700 GHz, шумовая температура менее 200 К, полоса ПЧ 4–8 GHz, диаграмма направлености с боковыми лепестками < –17 dB, спектральное разрешение 1 МНz. По сравнению с разработанными к настоящему времени системами с близкими параметрами предлагаемый спектрометр имеет значительно больший диапазон входных частот, меньшие габариты и энергопотребление.

На рис. 4 представлена блок-схема ПЧ-процессора и системы накопления данных. В нее включен смеситель, на котором выходной сигнал в диапазоне 4–8 GHz смешивается с опорным сигналом 3.6 GHz. Сигнал ПЧ проходит через полосовой фильтр 0.4–0.8 GHz на детектор, использующий диоды с барьером Шоттки.

Выделенный сигнал модуляции усиливается видеоусилителем и поступает на вход синхронно-фазового детектора. В качестве опорного сигнала для этого детектора используется регулируемый по фазе сигнал частотного модулятора.

Регулировка фазы позволяет выделить наибольшую амплитуду полезного сигнала и уменьшить сигналы помехи, связанной с интерференцией в THz-тракте и неравномерностями в ПЧ-трактах.

После фильтра низких частот полезный сигнал оцифровывается шестнадцатибитным аналогово-цифровым преобразователем (АЦП), где происходит предварительное накопление. Дальнейшее накопление производится с помощью программного обеспечения в компьютере.

С использованием спектрометра были проведены тестовые измерения спектров поглощения ряда молекул. В частности, проводились измерения в образцах выдыхаемого воздуха, представляющего с точки зрения спектроскопии многокомпонентную газовую смесь, на



Рис. 4. Блок-схема ПЧ-процессора и системы накопления данных.



Рис. 5. Запись линии поглощения NH₃ на частоте 572 GHz в образце выдыхаемого воздуха.

частоте линии поглощения аммиака (572 GHz). Ячейка представляла собой стеклянную трубу диаметром 10 ст и длиной 60 cm с плоскими оптически прозрачными окнами в торцах. Большой диаметр ячейки позволял значительно уменьшить влияние молекул газа, осажденных на стенках ячейки, на общий результат измерений. Диаметр пучка излучения, проходящего через центральную ось ячейки, не превышал 3 ст. Продукты газообмена со стенками ячейки не попадали в этот пучок. Измерения проводились в режиме непрерывной прокачки исследуемого газа при установившемся давлении в ячейке $\sim 3 \cdot 10^{-2}$ Тогг. Для калибровки использовался 1% раствор аммиака, разбавленный дополнительно в пропорции 1/100. Таким образом, концентрация газа в калибровочном образце составляла 10⁻⁴ молярных долей. Для более точной калибровки необходимо изготавливать прецизионные калибровочные смеси, проверяя их с помощью других методов. Запись линии поглощения HN₃ в выдыхаемом воздухе приведена на рис. 5. Согласно проведенной калибровке, можно с определенной точностью измерять концентрацию NH₃ в выдохе человека с целью последующей медицинской диагностики. Таким образом, проведеные тестовые измерения вращательных спектров ряда основных молекул подтвердили высокую чувствительность прибора (не хуже 1 ppb) при спектральном разрешении, ограниченном лишь эффектом Доплера.

В заключение отметим, что в настоящей работе впервые продемонстрирована возможность создания лабораторного спектрометра sub-THz-диапазона на основе генератора гармоник и сверхпроводящего интегрального приемника с квантовой чувствительностью. Характеристики такого спектрометра удовлетворяют требованиям прецизионного газового анализа.

Список литературы

- V.L. Vaks, V.V. Khodos, E.V. Spivak. Rev. Sci. Instrum. 70, 8, 3447 (1999).
- [2] V.L. Vaks, A.B. Brailovsky, V.V. Khodos. Infrared Millimeter Waves 20, 5, 883 (1999).

- [3] V.V. Khodos, D.A. Ryndyk, V.L. Vaks. Eur. Phys. J. Appl. Phys. 25, 203 (2004).
- [4] В.Л. Вакс, Ю.И. Кошуринов, Д.Г. Павельев, А.Н. Панин. Изв. вузов. Радиофизика 48, 10–11, 933 (2005).
- [5] V.L. Vaks, A. Illiyuk, A. Panin, S. Pripolsin, S. Basov, D. Paveliev. Proc. of the Int. Conf. "European Microwave Week". Munich, Germany (2007).
- [6] V.P. Koshelets, S.V. Shitov, L.V. Filippenko, A.M. Baryshev, H. Golstein, T. de Graauw, W. Luinge, H. Schaeffer, H. van de Stadt. Appl. Phys. Lett. 68, 1273 (1996).
- [7] V.P. Koshelets, S.V. Shitov. Supercond. Sci. Technol. 13, R 53 (2000).
- [8] P. Yagoubov, R. Hoogeveen, M. Torgashin, A. Khudchenko, V. Koshelets, N. Suttiwong, G. Wagner, M. Birk. Proc. ISSTT (2006). P. 338.
- [9] V.P. Koshelets, A.B. Ermakov, L.V. Filippenko, A. Khudchenko, O.S. Kiselev, A.S. Sobolev, M.Yu. Torgashin, P.A. Yagoubov, R.W.M. Hoogeveen, W. Wild. IEEE Trans. Appl. Supercond. 17, 336 (2007).
- [10] T. Nagatsuma, K. Enpuku, K. Sueoka, K. Yoshida, F. Irie. J. Appl. Phys. 58, 441 (1985).
- [11] V.P. Koshelets, P.N. Dmitriev, A.B. Ermakov, A.S. Sobolev, M.Yu. Torgashin, V.V. Kurin, A.L. Pankratov, J. Mygind. IEEE Trans. Appl. Supercond. 15, 964 (2005).
- [12] I. Mehdi. Proc. SPIE 5498, 103 (2004).
- [13] S.V. Shitov, V.P. Koshelets, A.B. Ermakov, P.N. Dmitriev, L.V. Filippenko, V.V. Khodos, V.L. Vaks, P.A. Yagoubov, W.J. Vreeling, P.R. Wesselius. IEEE Trans. Appl. Supercond. 13, 684 (2003).