

А. В. Дзюба^{1,2}, **А. В. Аржанников**^{1,3}

¹ Новосибирский государственный университет
ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, Россия

² Национальная ускорительная лаборатория им. Энрико Ферми
Батавия, США

³ Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН
пр. Акад. Лаврентьева, 11, Новосибирск, 630090, Россия

a.v.arzhannikov@inp.nsk.su

СВЕРХПРОВОДЯЩИЕ РЕЗОНАТОРЫ: ПОТЕРЯ ДОБРОТНОСТИ ПРИ ВЫСОКОЙ НАПРЯЖЕННОСТИ УСКОРЯЮЩЕГО ПОЛЯ*

Представлен обзор результатов различных групп по исследованию потерь энергии в сверхпроводящих ниобиевых резонаторах. Рассмотрены особенности потерь при высокой напряженности электромагнитного поля и методы по их устранению. Обсуждаются ключевые данные по тестовым испытаниям резонаторов и основные эксперименты на ниобиевых образцах, которые проведены с использованием физико-химических методов исследования. Дается представление о роли различных дефектов структуры материала в рассматриваемых потерях. В заключение обобщена информация о возможных механизмах потерь и сделан прогноз по альтернативным технологическим шагам, способным понизить время, стоимость технологического процесса и повысить его экологическую безопасность.

Ключевые слова: сверхпроводимость, резонатор, ниобий, добротность, физика поверхности.

Введение

За последние сорок лет применение сверхпроводящих материалов в ускорительной технике прошло большой путь, который берет начало от исходной экзотической идеи и достигает в настоящее время инженерных разработок для современных ускорительных комплексов. Наряду с широким использованием сверхпроводящих обмоток в магнитах, устанавливаемых в этих комплексах, уже осуществлен переход к сверхпроводящим материалам при изготовлении радиочастотных (РЧ) резонаторов, составляющих ускорительные структуры.

Сверхпроводящие ячейки представляют собой металлические «коробки» сферической или, чаще, эллиптической формы. Технологическая процедура изготовления включает в себя штамповку листового ниобия толщиной 3 мм и последующую вакуумную сварку. Продольные размеры ячейки обычно определяются половиной длины волны, что обеспечивает максимальную передачу энергии заряженной частице. В резонатор подается мощность и создается распределение электромагнитного поля. В ячейке с названной геометрией электрическое поле максимально на продольной оси, и его значение линейно связано с текущим значени-

* Авторы выражают благодарность доктору Лэнсу Кули за ценные замечания, высказанные им в процессе обсуждения представленных результатов.

ем пикового поверхностного магнитного поля через уравнения Максвелла (рис. 1, а). Таким образом, в предельном случае максимальное ускоряющее напряжение в резонаторе определяется вторым критическим полем сверхпроводника, когда весь материал переходит в нормально проводящее состояние. Однако на практике такие значения обычно не достигаются. Базовым материалом для большинства проектов является ниобий. Выбор обусловлен тем, что данный материал обладает самым высоким критическим полем и самой высокой критической температурой среди элементарных сверхпроводников. Такие параметры материала обеспечивают наименьшее поверхностное сопротивление при максимальном ускоряющем напряжении в ячейке.

На сегодняшний день ускорительные структуры, сформированные из сверхпроводящих резонаторов, находят широкое применение в различных проектах. Среди них – накопительные кольца, лазеры на свободных электронах, ускорители тяжелых ионов, источники нейтронов и др. В частности, один из крупнейших ускорительных проектов ближайшего времени – Международный линейный коллайдер (International Linear Collider, ILC) должен состоять из таких структур с общей длиной около 30 км¹. Резонатор, который будет использоваться в этом проекте, схематично изображен на рис. 1, б и представляет собой 9-ячеечную структуру для частоты 1,3 ГГц. Указанная выше широкая область применения ускорительных структур, составленных из сверхпроводящих резонаторов, объясняется их более высокой эффективностью по финансовым расходам в сравнении с нормально проводящими структурами. Действительно, затраты на сооружение и эксплуатацию сверхпроводящей структуры, даже с учетом затрат на поддержание в ней температуры жидкого гелия, оказываются более низкими по сравнению с нормально проводящими структурами из-за низкого уровня энергетических потерь в сверхпроводящем материале. Это проявляется в высокой добротности сверхпроводящих резонаторов (порядка 10^{10}) по сравнению нормально проводящими устройствами ($\sim 10^4$). В то же время на сего-

дняшний день не удается достичь теоретических пределов по градиенту ускоряющего электрического поля и добротности из-за ряда диссипативных процессов в стенках резонатора, изготовленного из реально используемого сверхпроводника. Более того, даже в случаях, когда известны технологические решения по изготовлению сверхпроводника с улучшенными характеристиками, не раскрыт фундаментальный механизм явления, в рамках которого достигнуто это улучшение. К одним из самых важных и в то же время наименее понятных явлений можно отнести эффект резкого снижения добротности сверхпроводящего резонатора в условиях высокой амплитуды ускоряющего высокочастотного поля (High Field Q Slope – HFQS). Анализ этого явления и посвящен, главным образом, данный обзор.

Потери добротности при высокой напряженности ускоряющего поля

Основным показателем эффективности работы резонатора является зависимость добротности от напряженности ускоряющего электрического поля, так называемая за-

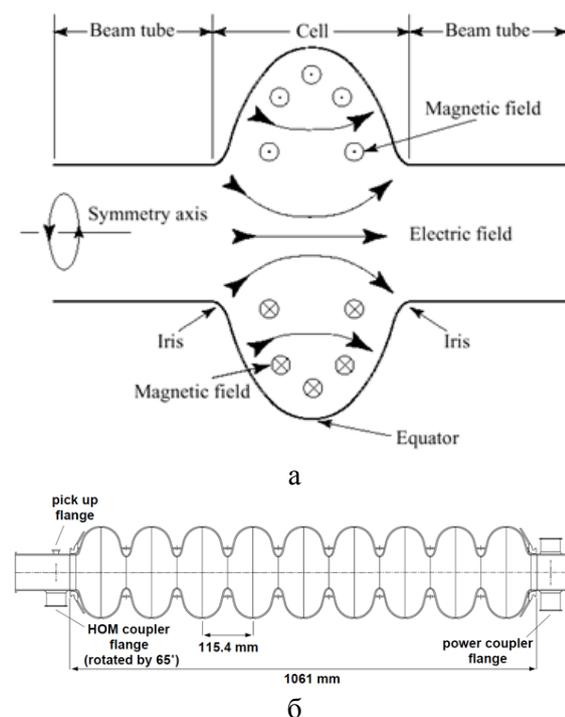


Рис. 1. Направление электромагнитных полей в ячейке резонатора (а); схема девятиячеечного резонатора марки Тесла (частота 1,3 ГГц) (б)

¹ ILC Reference Design Report. 2007. № 3. URL: <http://www.linearcollider.org/ILC/Publications/Reference-Design-Report>

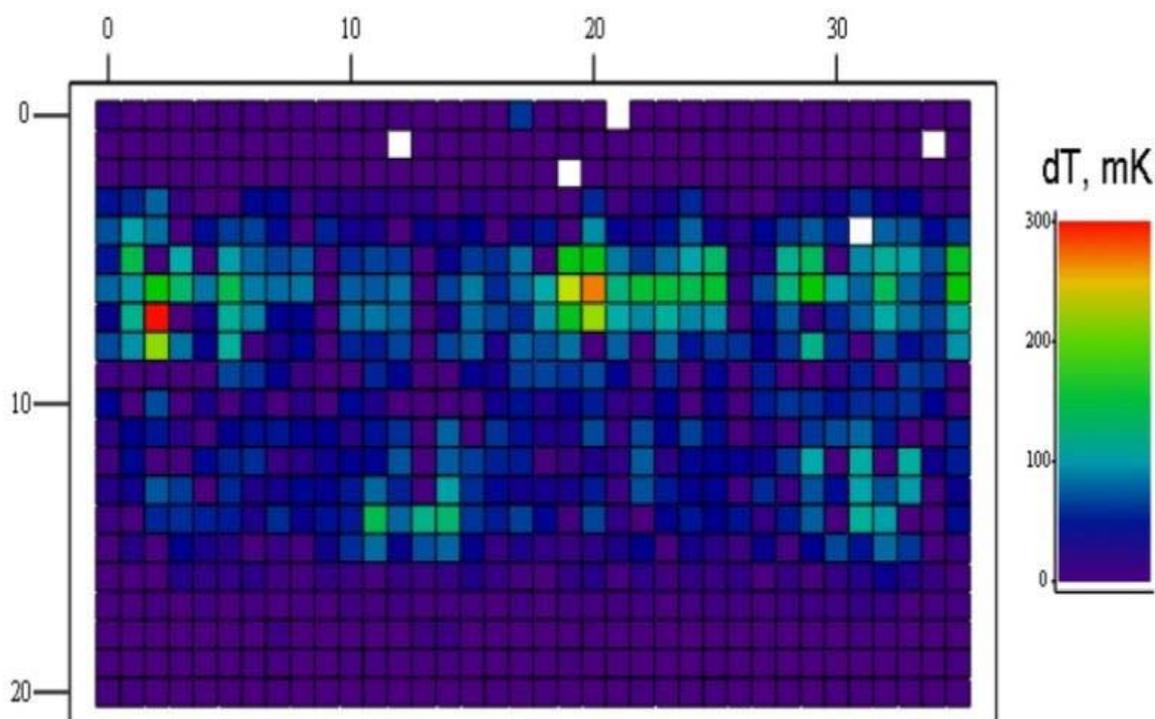


Рис. 2. Температурная карта для резонатора в режиме HFQS [1]
Пространственные размеры по обеим координатам указаны в количестве регистрирующих ячеек

зависимость « Q vs E_{acc} » (или « Q vs B_p »), связь электрического и магнитного полей была обсуждена ранее. В идеальном случае эта зависимость должна представлять собой прямую линию. Добротность резонатора в этих условиях ограничена БКШ (теория Бардина – Купера – Шриффера) сопротивлением (сопротивление куперовских пар) и равна $\sim 10^{12}$ [2; 3], а градиент ускоряющего электрического поля ограничен значением индукции магнитного поля на поверхности сверхпроводника, т. е. вторым критическим полем сверхпроводника. В случае геометрии резонатора Тесла этот предел соответствует напряженности ускоряющего поля ~ 50 МВ/м (если принять значение второго критического поля равным 210 мТл). В действительности же для резонатора Тесла наблюдается резкое падение добротности – HFQS примерно с напряженности электрического поля волны 20–25 МВ/м, что соответствует индукции магнитного поля около 80–120 мТл [4]. Наряду с измерениями электромагнитного поля в резонаторе в большинстве лабораторий производится также контроль температуры внешней стороны стенки резонатора для локальных количественных измерений

потерь энергии электромагнитной волны в стенке резонатора. Результатом таких измерений являются двумерные картины пространственного распределения температуры по поверхности резонатора, которые принято называть температурными картами (рис. 2). В случае HFQS доказано, что распределение потерь неоднородно по поверхности резонатора (см. рис. 2), и значительное энерговыделение сосредоточено только на тех участках поверхности, где имеется высокая амплитуда индукции магнитного поля волны [1]. Области с более сильным нагревом получили название «горячие точки», а со слабым – «холодные точки».

Интересно, что нагрев холодных и горячих точек начинается с одного и того же значения амплитуды магнитного поля – поля отстройки; различие проявляется лишь в интенсивности нагрева.

Характерные особенности потерь энергии волной. Помимо пространственного распределения интенсивности нагрева еще один экспериментальный факт указывает на магнитную природу HFQS. Измерения зависимости « Q vs B_p » в резонаторе с рабочей модой TE_{010} (обычно используют другую

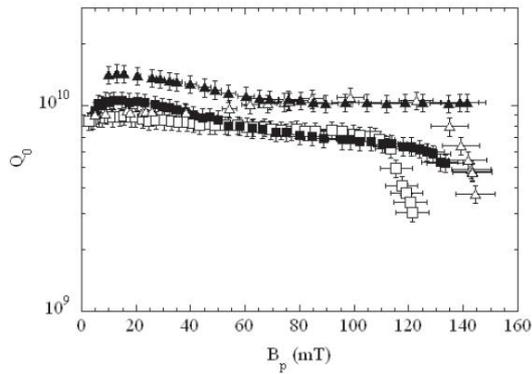


Рис. 3. Зависимость добротности от пикового значения амплитуды магнитного поля « Q vs B_p » в резонаторе с TE_{010} модой [5]

моду, а именно TM_{010}) показали, что в этом случае также наблюдаются потери (рис. 3) [5]. Поскольку TE мода не имеет поверхностного электрического поля на поверхности сверхпроводника в резонаторе, то потери в стенках могут быть связаны только с магнитной компонентой.

Второй важной особенностью резкого падения добротности (HFQS) является ее зависимость от геометрии поверхности сверхпроводника на микромасштабном уровне (рис. 4). Так, резонаторы с микрошероховатостью менее 0,5 мкм (поверхность подвергалась электрополировке, electropolishing, EP) имеют большее поле отстройки, чем резонаторы с микрошероховатостью > 2 мкм

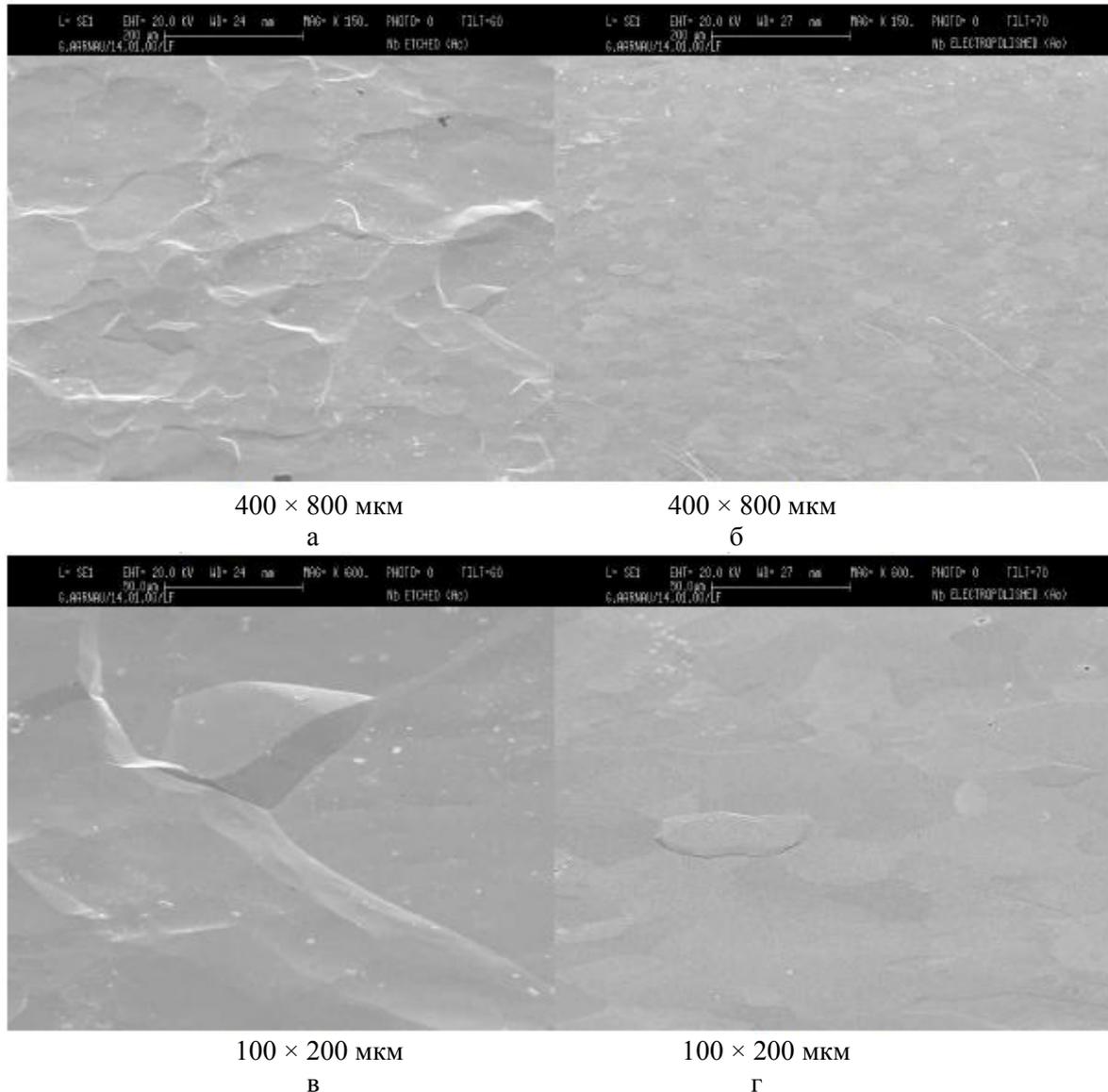


Рис. 4. Поверхность ниобия, обработанная методами EP (а, б) и ВСП (в, з) [6]
Изображения получены методом сканирующей электронной микроскопии

(обработанные методом химического травления, buffered chemical polishing, BCP) [6]. В то же время резонаторы, структура поверхности которых имеет большой размер зерен, также имеют повышенное (~ 20 %) значение поля отстройки по сравнению с мелкозернистой структурой.

Следует отметить, что указанные различия могут быть обусловлены и некоторыми изменениями именно в микроструктуре ниобия после полировок. Так, разные концентрации комплексов вакансия-водород [7; 8] и разная степень загрязненности границ зерен [9] могут служить объяснением для отличий рабочих характеристик резонаторов, обработанных методами электронной полировки и химического травления.

Прокалка. Несмотря на отсутствие понимания сущности энергетических потерь по механизму HFQS, для подавления этих потерь успешно применяется процесс прокалики в сверхвысоком вакууме при температуре 120 °C в течение 48 часов (рис. 5) [10]. Положительное влияние такой обработки на добротность резонатора при высокой напряженности ускоряющего поля было открыто случайно в КЕК (Япония), когда проводилась сушка сверхпроводящих резонаторов после

их промывки водой при высоком давлении. Результаты экспериментов в этой лаборатории демонстрировали отсутствие заметного понижения добротности при высокой напряженности ускоряющего поля, т. е. по механизму HFQS. Следует сказать, что производимые в то же время в DESY (Германия) резонаторы не подвергались процедуре прокалики и характеризовались пониженным значением добротности при высокой напряженности ускоряющего поля, что и ограничивало достижимый темп ускорения в сверхпроводящей радиочастотной структуре. Механизм влияния прокалики на свойства поверхности сверхпроводника и механизм снижения добротности при повышении ускоряющего поля HFQS остались до сих пор не выясненными, и по этой причине они являются объектом активных исследований в наши дни.

Данные по тестовым испытаниям резонаторов. Один из ключевых фактов, установленных в ходе тестовых испытаний прокаленных резонаторов, связан с геометрией поверхности сверхпроводника в микромасштабе. У резонаторов, прошедших электрополировку с последующим прокаливанием при температуре 120 °C в течение 48 часов,

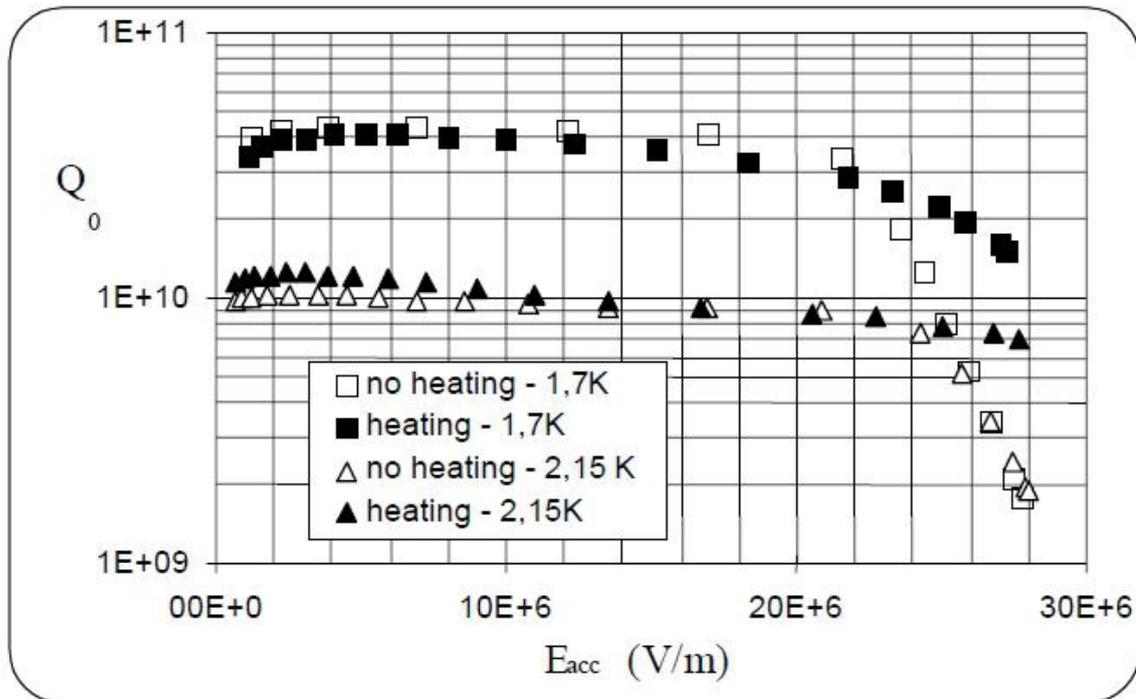


Рис. 5. Зависимость « Q vs E_{acc} » до и после прокалики при разных температурах гелиевого резервуара [10]

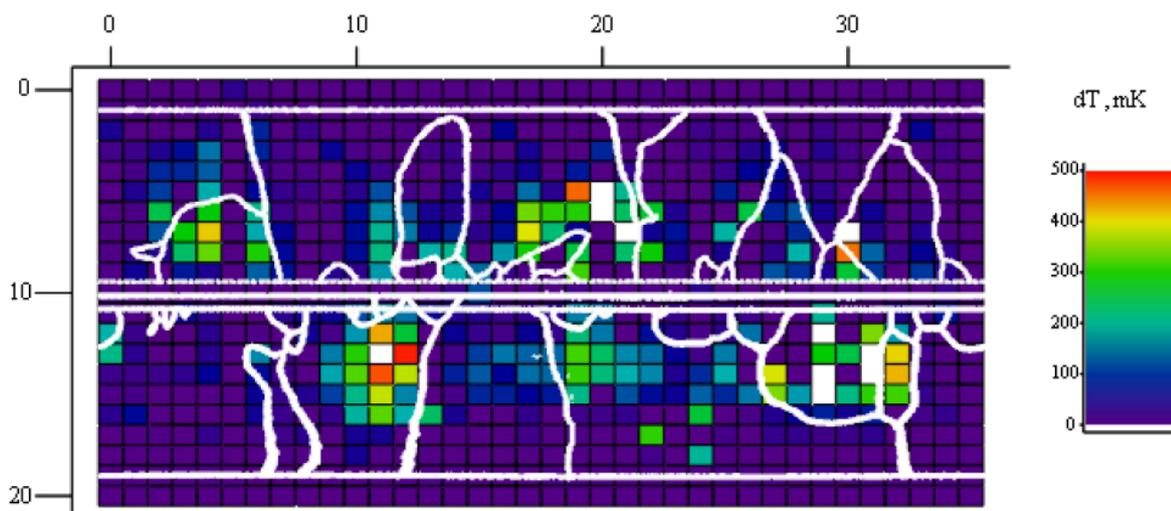


Рис. 6. Температурная карта поликристаллического резонатора с обозначением границ зерен. Показано отсутствие корреляции потерь с границами зерен [11]

практически отсутствует HFQS независимо от размера зерен, в то время как в случае использования метода химического травления убрать энергетические потери удастся только для резонаторов, поверхность которых имеет крупнозернистую структуру [6].

Резонатор, при обработке которого достигнуто практически полное отсутствие потерь по HFQS, оказался устойчив к целому ряду воздействий и обработок. В частности, потеря по HFQS не происходит у этих резонаторов даже в том случае, когда их выносят на атмосферный воздух и промывают водой их рабочую поверхность при высоком давлении [4].

В настоящее время уже известно, что для процедуры прокали рабочей температурой является не только значение $120\text{ }^{\circ}\text{C}$, но и целый интервал температур – от 100 до $145\text{ }^{\circ}\text{C}$. Причем время, необходимое для прокали, уменьшается с увеличением температуры. В качестве примера можно назвать следующие значения: $110\text{ }^{\circ}\text{C} / 60\text{ ч}$, $120\text{ }^{\circ}\text{C} / 48\text{ ч}$, $145\text{ }^{\circ}\text{C} / 3\text{ ч}$.

Основываясь на влиянии размера зерен на эффективность прокали для высокочастотных сверхпроводящих резонаторов, были проведены дополнительные исследования для уточнения роли этих дефектов в HFQS. В эксперименте [11] было показано, что потери энергии волны режиме HFQS происходят таким образом, что пространственное положение нагретой области не коррелирует с положением границ зерен на поверхности

сверхпроводника (рис. 6). А в тестах с резонатором, произведенным из монокристалла ниобия, показано [12], что механизм потерь HFQS реализуется даже в том случае, когда в сверхпроводнике не содержится границ зерен. Эти эксперименты показали, что границы зерен не являются причиной HFQS, а могут только участвовать в снижении потерь по итогам прокали.

Структура ниобия на лондонской глубине проникновения до прокали. Изучение структуры поверхности резонатора – крайне дорогостоящий процесс, требующий от исследователя высокой тщательности. Внутренняя поверхность резонатора в условиях, когда в нем присутствует электромагнитная волна с высокой амплитудой колебаний, оказывается недоступной для традиционных методов исследования поверхности твердого тела. В рабочем состоянии резонатора эту поверхность можно анализировать только простыми оптическими методиками [13]. В этих условиях состояние поверхности ниобия может быть изучено либо путем вырезания кусочков стенок резонатора (cut-outs) с последующим анализом их структуры и свойств, либо путем изучения контрольных образцов из этого же материала, прошедших технологическую обработку, аналогичную резонаторам. Первый путь очень дорогостоящий, поскольку цена типичного 9-ячеечного резонатора составляет порядка $80\,000$ долларов. Второй путь оставляет сомнения в применимости данных,

полученных на контрольных образцах, для оценки количественных характеристик рабочей поверхности сверхпроводящего резонатора. Тем не менее большинство исследований проводится именно на контрольных образцах. Еще одна сложность в понимании природы потерь в стенках и эффекта прокаливания при 120 °С связана с малой эффективной глубиной, ответственной за потери. Лондоновская глубина проникновения при рассмотрении в «чистом» случае (когда длина свободного пробега много больше длины когерентности) составляет ~40 нм, следовательно, потери (как и эффект прокаливания) должны быть отнесены к тонкому поверхностному слою. Но число методов для исследования поверхности твердотельных образцов, способных давать детальную информацию о материале в таком тонком слое, сильно ограничено. Однако уже проведен ряд экспериментов, целью которых было определить структуру поверхностного слоя ниобия. К примеру, постепенное формирование оксидного слоя на поверхности ниобия было изучено методом РФЭС (рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия) после нагрева ниобиевого образца до температуры 1 950 °С в сверхвысоком вакууме и последующего вынесения его в воздушную атмосферу [14; 15]. После образования нового оксидного слоя в его структуре были зарегистрированы 4-е химических состояния ниобия: Nb, NbO, NbO₂ и Nb₂O₅, что находится в согласии с фазовой диаграммой Nb–O [16]. РФЭС с угловым разрешением показал, что металлический Nb сначала покрыт слоем NbO, за которым располагаются NbO₂ и Nb₂O₅. Поверх оксидов находят-

ся адсорбаты углерода с межатомными связями C=O и C–O–H с одним-двумя монослоями соединения Nb–OH. Эти результаты также подтверждены методом РФЭС с варьируемой энергией [17]. Спектры были получены при использовании мягких рентгеновских квантов с энергиями 352, 520 и 1 000 эВ, что обеспечивало получение информации с глубины поверхностного слоя около 7 нм. Спектры показали наличие доминирующего пика Nb₂O₅, а также наличие пиков от субоксидов ниобия и собственно металлического ниобия.

В работе [18] получены распределения элементов O, Nb, H, C по глубине материала (рис. 7). Внимательное рассмотрение этого результата измерений помогает выявить несколько интересных закономерностей в структуре поверхностного слоя. В первых нескольких нанометрах регистрируется пониженная концентрация ниобия и виден пик кислорода, что объясняется наличием сформировавшегося оксидного слоя. Также видны пики, соответствующие значительным концентрациям C и H, что свидетельствует о присутствии гидрокарбонатов на поверхности образца. Кроме того, для водорода наблюдается еще один пик – в области материала, расплавленной непосредственно под оксидным слоем. Наличие водорода в этом месте получило подтверждение в работах [19; 20] при проведении исследований методом спектроскопии ядер отдачи.

Таким образом, поверхность ниобия до прокаливания состоит из следующих слоев: 5 нм – пентоксид, затем 2 нм – субоксиды. Более глубокие слои характеризуются наличием в спектре рассеянных рентгеновских квантов пика водорода и отсутствием в нем пика кислорода.

Структура ниобия на лондоновской глубине проникновения после прокаливания. Чтобы ответить на вопрос, что же происходит со структурой во время прокаливания, которая оказалась очень устойчивой по отношению к промывке фторводородной кислотой, анодированию и вынесению образцов на воздух с промывкой в воде, был проведен ряд экспериментов с использованием различных температур (вплоть до 400 °С). При нагреве образцов до 100 °С наблюдались лишь минимальные изменения в структуре материала. При более высоких температурах фаза Nb₂O₅ постепенно диссоциировала на NbO₂ и NbO. Рис. 8 показывает структуру поверх-

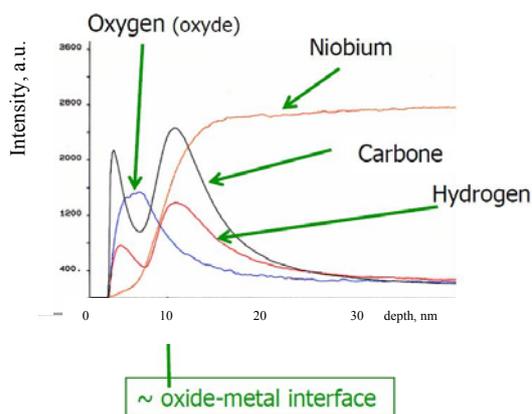


Рис. 7. Распределение O, H, Nb и C по глубине [18]

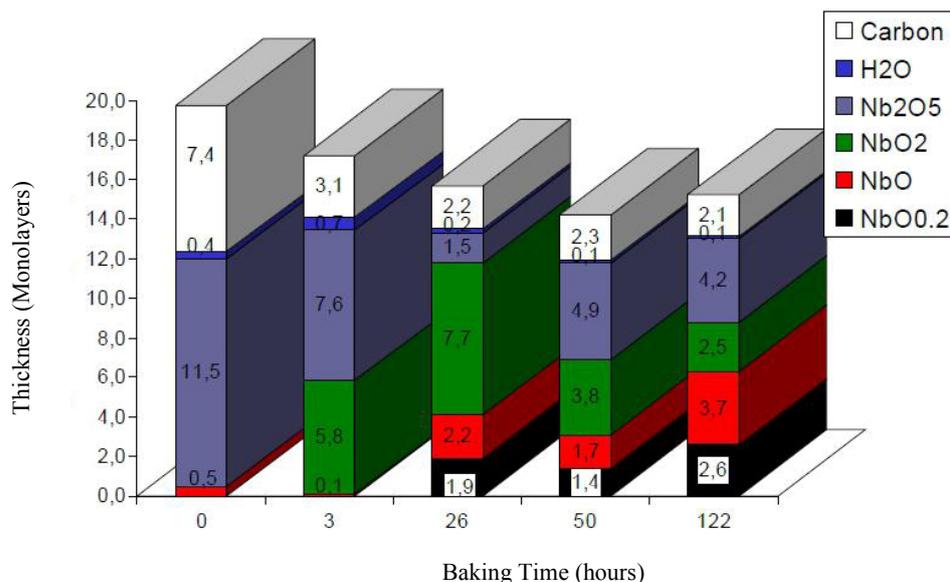


Рис. 8. Структура поверхности ниобиевого образца в ходе прокалики при 145 °С в течение 122 часов [14]

ности после прокалики при температуре 150 °С в течение 122 часов [14].

При нагреве до 180 °С формировалась фаза NbC, и окончательная структура имела вид слоя из NbO и NbC с толщиной значительно меньшей, чем первоначальный оксидный слой [21].

В [22; 23] показано, что при 325 °С происходит реорганизация оксида, и кислород уходит в объем.

В свою очередь, в работе [24] продемонстрировано, что при 160 °С происходит реорганизация оксида, при 280 °С остается только слой Nb₂O, и наблюдается диффузия кислорода. Также интересно, что авторы наблюдали изменение шероховатости поверхности после прокалики. Этот результат не был подтвержден ни одним из последующих исследований.

Чтобы воссоздать изменения поверхности именно в ходе прокалики 120 °С / 48 ч, были получены РФЭС спектры для образца перед и после прокалики [25]. После 120 °С / 48 ч интенсивность дублета, относящегося к Nb⁵⁺, уменьшается, а интенсивность спутанных пиков, относящихся к субоксидам, увеличивается (рис. 9, а). Такой результат означает, что пентоксид частично переходит в субоксиды, а оксидный слой становится меньше. Однако после вынесения на воздух изменения в оксидном слое полностью исчезают (рис. 9, б).

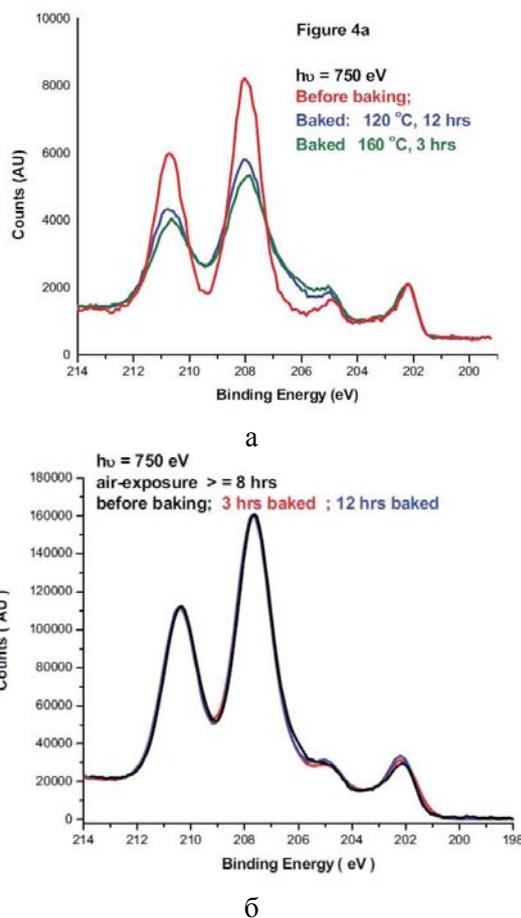


Рис. 9. Спектры РФЭС показывают распад пентоксида на субоксиды в ходе прокалики (а); однако вынесение на воздух возвращает структуру к первоначальной (б) [25]

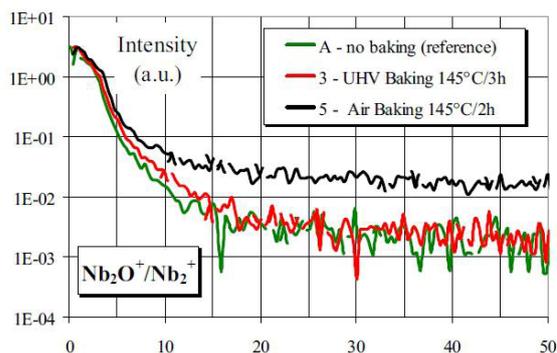


Рис. 10. МСВИ данные для распределения отношения Nb_2O^+ к Nb_2^+ по глубине [4]

Результат, полученный методом масс-спектрокопии вторичных ионов (МСВИ), показывает профиль отношения концентрации Nb_2O^+ к концентрации Nb_2^+ после прокалики $145^\circ\text{C} / 3$ ч в вакууме и в воздухе [4]. Прокалка в вакууме не меняет концентрацию кислорода в лондоновской глубине проникновения. Однако прокалка на воздухе увеличивает среднее количество кислорода на поверхности (напоминаем, что вынесение образцов в воздушную атмосферу не возвращает HFQS).

Возможные факторы, влияющие на потери, и сопутствующие механизмы

Кислород. В течение долгого времени именно кислород считался химическим элементом, ответственным за HFQS [26]. Во-первых, известно влияние кислорода на критические параметры ниобия: даже небольшая концентрация примесных атомов значительно понижает критическую температуру и, соответственно, критическое поле [27]. Во-вторых, диффузионная длина кислорода при прокалке в условиях $120^\circ\text{C} / 48$ ч составляет примерно 20 нм, соответствующая лондоновской глубине проникновения в ниобии. Эти два факта послужили основанием к созданию так называемой «модели с загрязненным кислородом слоем». Утверждается, что на границе металл-оксид присутствует высокая концентрация примесного кислорода. В ходе прокалики эти атомы диффундируют в объем, при этом диссоциация оксидного слоя предоставляет дополнительные атомы кислорода. Поскольку коэффициент диффузии увеличивается с

ростом температуры, то модель предсказывает оптимальную температуру и время прокалики $\sim 140^\circ\text{C} / 48$ ч [28; 29]. В качестве же вариантов механизма потерь было предложено проникновение и диссипация вихрей Абрикосова, либо присутствие большого количества нормально проводящих областей.

Ряд экспериментов с резонаторами подтверждает предложенную модель. В [11] показано, что после прокалики при 150°C поле отстройки уменьшается, и наблюдается более сильный HFQS. Последующий отжиг в условиях $880^\circ\text{C} / 2$ ч почти восстанавливает исходный HFQS [30]. Это можно объяснить насыщением приповерхностного слоя кислородом (150°C) и диффузией излишнего кислорода в объем (880°C). Также известно, что прокалка $100^\circ\text{C} / 3$ ч дает худшие результаты, чем $100^\circ\text{C} / 60$ ч [31], что может быть объяснено недостаточной диффузией. Кроме того, как уже говорилось, более высокая температура прокалики приводит к более короткому времени, необходимому для избавления от HFQS, что также может быть объяснено диффузионными процессами.

Однако предложенная модель не в состоянии объяснить довольно широкий круг результатов. Так, стандартная прокалка при 120°C не уменьшает потери, увеличенные прокалкой при 150°C [11]. Также не удалось уменьшить потери прокалкой при $400^\circ\text{C} / 2$ ч *in situ*, когда кислород должен был продиффундировать в объем [11]. В другом эксперименте резонатор без эффекта HFQS был прокален в атмосфере кислорода (давление 1 атм.), что должно было привести к более высокой концентрации кислорода у поверхности. Однако эффект HFQS после такой обработки не появился [11]. Некоторые эксперименты с анализом образцов ниобия также выявили противоречия с предложенной моделью. РФЭС холодных и горячих точек [32; 33] не показал значительного различия в присутствии кислорода в них. А поверхностный анализ монокристаллического ниобия методом рассеяния рентгеновских лучей продемонстрировал очень ограниченную диффузию кислорода после прокалики при $145^\circ\text{C} / 5$ ч [34].

Водород является очень подвижным элементом, у которого высокий коэффициент диффузии сохраняется даже при низких температурах [18]. В экспериментах по измерению электросопротивления показано,

что в процессе химических полировок водород попадает в объем сверхпроводника [35–38]. После химических полировок была также обнаружена повышенная концентрация водорода у поверхности [19; 20; 28]. В эксперименте по детектированию атомов отдачи (Elastic recoil detection) показано, что прокалка при 120 °С не убирает пик водорода полностью, что ставило под сомнение роль этого химического элемента в HFQS. С другой стороны, известно, что при понижении температуры водород образует нормально проводящие гидриды [39]. Такие объекты могут приводить к РЧ потерям. В частности, общепризнанно, что Q-disease (падение добротности при низкой амплитуде поля, обусловленное длительным охлаждением резонатора) вызывается именно образованием таких гидридов.

Основываясь на взаимодействии нормально проводящих включений с матрицей, была предложена модель, когда гидриды разных размеров, последовательно «включаясь», приводят к потерям [8]. В статье утверждается, что гидриды ниобия, находясь в ниобиевой матрице, по эффекту близости будут иметь ненулевой параметр порядка вплоть до некоторого критического магнитного поля, при котором эффект Мейснера исчезает. Так как в эффекте близости важна длина когерентности нормально проводящего включения, то авторы предполагают, что по мере увеличения амплитуды поверхностного магнитного поля все меньшие по размерам гидриды будут давать вклад в потери, постепенно увеличивая диссипацию. В качестве механизма прокалки предложена диссоциация комплексов вакансия-водород, которые, по предположению, являются местами зарождения гидридов. Стоит заметить, что модель неспособна объяснить различие в поведении резонаторов, обработанных методами BCP и EP, а также роль границ зерен в HFQS и прокалке. Позднее было высказано предположение, что большие гидриды приводят к Q-disease, а маленькие – к HFQS [38]. Так, в работе [40] было продемонстрировано, что в ходе охлаждения могут образовываться гидриды разных размеров.

В альтернативной модели [41] предполагается, что гидриды повышают параметр Гинзбурга – Ландау и уменьшают критическое поле, тем самым приводя (наряду с дислокациями и наноискривлениями поверхности) к преждевременному проникно-

вению и диссипации вихрей Абрикосова. Утверждается, что вихри проникают в ниобий в виде полупетель [42] в течение одного РЧ периода. В зависимости от соотношения между амплитудой РЧ тока и количеством дефектов вихри могут либо свободно входить и выходить из ниобия, либо закрепляться на дефектах решетки и колебаться вокруг таких устойчивых положений равновесия. Диссипация в общем случае обусловлена как тем, что сердцевинки вихрей нормально проводящие, так и тем, что магнитный поток перемещается под действием внешнего РЧ поля [43].

Вихри Абрикосова. Ниобий является сверхпроводником II рода, а это означает, что при достижении поля H_{c1} происходит проникновение вихрей Абрикосова. Как уже обсуждалось, магнитные вихри, проникая в сверхпроводник, приводят к диссипации вихрей под влиянием РЧ полей. С учетом того факта, что тесты резонаторов указывают на магнитную природу потерь, проникновение и диссипация вихрей Абрикосова являются логичным подходом для объяснения HFQS. Например, в уже упомянутой выше «модели с загрязненным кислородом слоем» диссипация вихрей предлагалась как один из механизмов потерь.

В то же время первое критическое поле для ниобия составляет порядка 180 мТ, а из тестов резонаторов известно, что HFQS начинается в интервале 80–100 мТ. Это означает, что уровень H_{c1} должен быть понижен из-за присутствия различных дефектов у поверхности. Какой именно тип дефектов приводит к понижению уровня H_{c1} , можно установить как из экспериментальных, так и из теоретических исследований. В статье [41] понижение первого критического поля объясняется как дуальный эффект особенностей микроструктуры поверхности и наличия субмикронных искривлений. Показано, что до прокалки в местах проникновения вихрей должен быть высокий параметр Гинзбурга – Ландау (из-за наличия дислокаций и примесных атомов) и пониженное значение критического поля (из-за преципитации гидридов или примесного кислорода на дислокациях). Различие в температурах горячих и холодных точек обосновывается разным количеством проникших вихрей, поле отстройки (поле проникновения первого вихря) в то же время одинаково. В [44] показано, что проникновение вихрей проис-

ходит на очень маленькой площади. Для самой горячей точки область проникновения вихрей занимает не более 1% от площади 1 см^2 , на которой локализована регистрация температуры (пространственное разрешение термометрии).

Связь HFQS с проникновением в ниобий магнитного потока была обнаружена и в статье [45]. В этой работе методом мюонной спиновой релаксации было показано, что магнитный поток проникает в образцы, вырезанные из стенок резонатора, при амплитуде внешнего поля порядка 100 мТл. Прокатка приводит к увеличению поля отстройки, что также полностью согласуется с данными по тестам резонаторов. К сожалению, эксперимент проводился в условиях, когда индукция магнитного поля была направлена перпендикулярно поверхности сверхпроводника, а в реально используемых СРЧ резонаторах индукция магнитного поля колебаний направлена параллельно его поверхности.

Дислокации. Интерес к дислокациям возник после работы [46], в которой на образцах, вырезанных из стенок резонатора, было показано, что средняя плотность дислокаций в горячих точках больше, чем в холодных. После прокатки оказывалось, что плотность дислокаций уменьшается и ее распределение становится более однородным. Позднее, в экспериментах на контрольных образцах [9] эффект уменьшения плотности дислокаций был подтвержден.

Оказалось, что с дислокациями связаны и некоторые другие явления. В [38] было показано, что дислокации являются своего рода «транспортующим механизмом», который усиливает абсорбцию и транспорт водорода во время химической полировки. В той же работе было показано, что существует корреляция между плотностью дислокаций и количеством образующихся маленьких гидридов. В работе [44] показано, что даже после отжига при $800 \text{ }^\circ\text{C}$ в ниобии остаются кластеры дислокаций, а их неоднородная структура коррелирует с неоднородными температурными картами. Важным является и тот факт, что дислокации являются потенциальными ямами и могут захватывать точечные дефекты. Поэтому именно комбинация дислокаций и атомов кислорода / водорода рассматривается как комплексная причина возникновения радиочастотных потерь.

Заметим: несмотря на известный факт, что прокатка листового ниобия приводит к появлению поверхностных дислокаций,

коррелирующих с направлением прокатки, на образцах, вырезанных из стенок резонаторов, не было обнаружено такого соответствия. В то же время, как описано выше, была найдена кластерная структура остаточной деформации. Такое распределение дислокаций может являться следствием штамповки – технологического шага, в ходе которого из листового ниобия изготавливаются полуячейки для дальнейшей их сварки.

Границы зерен. Как следует из тестов резонаторов, РЧ потери не могут быть отнесены к границам зерен. Однако, основываясь на различиях между резонаторами, прошедшими травление и электрополировку, можно предположить, что границы зерен все же имеют отношение к HFQS и эффекту прокатки. Так, известно, что в процессе прокатки диффузия может легче проходить через границы зерен. А в экспериментах по намагничиванию показано, что первое критическое поле понижается в окрестности границ зерен.

В эксперименте по измерению динамической магнитной восприимчивости [9] была зарегистрирована разница в чистоте границ зерен после обработок ВСП и ЕР. Оказалось, что при травлении в границы зерен помимо водорода попадают некоторые продукты полировки (мы предполагаем, что это либо комплексы вакансия-водород, либо кислород). В ходе прокатки границы зерен остаются загрязненными. В случае ЕР эти продукты попадают в сами зерна (из-за специфики процесса электрополировки, которая однородна по поверхности, в отличие от травления, которое преимущественно идет по границам зерен). В процессе прокатки эти неизвестные продукты полировки взаимодействуют с водородом или кислородом (по аналогии с работой [8]), что и предложено в качестве объяснения эффекта прокатки.

Возможные пути развития технологических шагов по подготовке сверхпроводящих резонаторов

Таким образом, на сегодняшний день стало понятно, что потеря добротности при высоком значении амплитуды ускоряющего поля, как и эффект прокатки, связана с присутствием в поверхностном слое сверхпроводника следующих дефектов его кристаллической решетки: водород (возможно, комплексы вакансия-водород), кислород, дислокации и границы зерен.

Можно утверждать, что предложены две модели, адекватно объясняющие потери: потери по эффекту близости (последовательный переход в нормально проводящее состояние областей с гидридами разных размеров) и потери из-за проникновения вихрей Абрикосова на дислокациях, с закрепленными на них атомами кислорода или водорода. Первая модель предполагает захват водорода вакансиями. Вторая, в этой же парадигме, объясняет роль границ зерен в этом процессе.

На основе полученных результатов, может быть предложено два альтернативных метода обработки для эффективной замены прокалки. Первый – контрольное насыщение поверхности резонатора атомами азота или аргона. Примесные атомы способны захватить водород и тем самым предотвратить образование гидридов. Сложность метода состоит в необходимости получить атомарный азот и аргон, что может потребовать высокой температуры. Такой отжиг сам по себе может изменить свойства поверхности и проинтерферировать с эффектом от захвата водорода. Второй метод – обработка резонатора ультразвуком. Энергии ультразвука может оказаться достаточно, чтобы освободить дефекты из потенциальных ям границ зерен и сделать их доступными для захвата атомов водорода и кислорода. Первый и второй методы могут значительно сократить время, необходимое для проведения процедур, направленных на повышение добротности сверхпроводящих резонаторов.

Кроме того, становится понятно, что химические полировки не только являются экологически неблагоприятными из-за использования в технологическом цикле плавиковой кислоты, но и приводят к адсорбции водорода и, как следствие, к снижению добротности. Поэтому крайне важной является задача поиска метода обработки резонаторов без использования вредных химических веществ, способного уменьшить рЧ потери не только при высоком значении амплитуды ускоряющего поля, но также и в области низких и средних ее значений.

Список литературы

1. *Eremeev G., Padamsee H.* High Field Q-slope's Studies Using Thermometry // Proc. of the 12th International Workshop on RF Superconductivity. Ithaca (USA), 2005. P. 189–192. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF2005/papers/tua08.pdf>
2. *Mattis D. C., Bardeen J.* Theory of the Anomalous Skin Effect in Normal and Superconducting Metals // Phys. Rev. 1958. No. 111. P. 412.
3. *Turneaure J. P. et al.* The Surface Impedance of Superconductors and Normal Conductors: The Mattis-Bardeen Theory // J. Superconductivity. 1991. No. 4. P. 341.
4. *Visentin B.* Review on Q-Drop Mechanism // Int. Workshop on Thin Films. Padua, 2006. URL: <http://www.lnl.infn.it/~master/thinfilms/index.php?cont=agenda10>
5. *Ciovati G., Kneisel P.* Measurement of the High-Field Q Drop in the TM₀₁₀ and TE₀₁₁ Modes in a Niobium Cavity // Phys. Rev. STAB. 2006. No. 9. P. 042001.
6. *Lilje L.* Experimental Investigations on Superconducting Niobium Cavities at Highest Radiofrequency Fields: PhD Thesis. Hamburg, 2001. URL: <http://lss.fnal.gov/archive/other/thesis/desy-thesis-2001-034.pdf>
7. *Romanenko A. et al.* The Effect of Vacancies on the Microwave Surface Resistance of Niobium Revealed by Positron Annihilation Spectroscopy // Appl. Phys. Lett. 2013. No. 102. P. 232601.
8. *Romanenko A. et al.* Proximity Breakdown of Hydrides in Superconducting Niobium Cavities // Super. Sci. Tech. 2013. No. 26. P. 035003.
9. *Sung Z. H. et al.* Surface and Bulk Superconductivity in Deformed Niobium Wires // Submitted Super. Sci. Tech. 2014.
10. *Visentin B. et al.* Cavity Baking: A Cure for the High Accelerator Field Q₀ Drop // Proc. of the Workshop on RF Superconductivity. Santa Fe (USA), 1999. P. 198–202. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF99/papers/tup015.pdf>
11. *Eremeev G.* Study of High Field Q Slope Using Thermometry: PhD Thesis. Cornell (USA), 2008. URL: http://www.lns.cornell.edu/Research/AP/SRF/rsrc/LEPP/Research/AP/SRF/GrigoryEremeev/Grigory_Eremeev_PhD.pdf
12. *Kneisel P.* Progress on Large Grain Niobium – Ingots and Sheet and Review of Progress on Large Grain and Single Grain Niobium Cavities // Proc. of SRF. Beijing (China), 2007. P. 728–733. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/srf2007/PAPERS/TH102.pdf>
13. *Toropov E., Sergatskov D.* Optical Inspection of SRF Cavities at Fermilab // Proc. of SRF. Chicago (USA), 2011. P. 515–518. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF2011/papers/tupo053.pdf>

14. *Dacca A.* Surface Composition of Niobium for SRF Cavities: PhD Thesis. Genova (Italy), 2000.
15. *Ballantini R. et al.* Improvement of the Maximum Field of Accelerating Cavities by dry Oxidation // Proc. of the Workshop on RF Superconductivity. Santa Fe (USA), 1999. P. 211–217. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF99/papers/tup018.pdf>
16. *Massalski T. B. et al.* Binary Alloy Phase Diagrams // ASM International, Materials Park (USA). 1990. URL: <http://online-library.wiley.com/doi/10.1002/adma.19910031215/abstract>
17. *Tian H.* Surface Studies on Niobium for Superconductivity Radio Frequency (SRF) Accelerator: PhD Thesis. Norfolk (USA), 2008. URL: <http://www.wm.edu/as/appliedscience/documents/HuiTian.pdf>
18. *Antoine C. Z.* Overview of Surface Measurements: What Do Surface Studies Tell Us About Q-Slope? // Workshop on Pushing the Limits of RF Superconductivity. Argonne (USA), 2004. URL: <http://www.aps.anl.gov/News/Conferences/2004/RFSC-Limits/Presentations.html>
19. *Romanenko A., Goncharova L. V.* Elastic Recoil Detection Studies of Near-Surface Hydrogen in Cavity-Grade Niobium // Super. Sci. Tech. 2011. No. 24. P. 105017.
20. *Tajima T. et al.* Q-Disease: Insights from 350 MHz Spoke Cavities Tests and ERD Analysis of Hydrogen in Niobium // Proc. of the 11th Workshop on RF Superconductivity. Lubeck (Germany), 2003. P. 655–657. URL: <https://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF2003/papers/thp19.pdf>
21. *Kowalski K. et al.* In situ XPS Investigation of the Baking Effect on the Surface Oxide Structure Formed on Niobium Sheets Used for Superconducting RF Cavity Production // Proc. of the 11th Workshop on RF Superconductivity. Lubeck (Germany), 2003. P. 610–613. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/srf2003/papers/thp09.pdf>
22. *Palmer F. L.* Influence of Oxide Layers on the Microwave Surface Resistance of Niobium // IEEE Trans. Magn. 1997. Vol. 23 (2). P. 1617–1619.
23. *Palmer F. L.* Influence of Oxide Layers on the Microwave Surface Resistance of Superconducting Niobium: PhD Thesis. Cornell (USA), 1988. URL: http://www.lepp.cornell.edu/Research/AP/SRF/rsrc/LEPP/Research/AP/SRF/FredPalmer/Fred_Palmer_PhD.pdf
24. *Ma Q.* Thermal Effect on the Oxides on Nb (100) Studied by Synchrotron-Radiation X-Ray Photoelectron Spectroscopy // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 96 (12). P. 7675–7680.
25. *Tian H.* Surface Oxide on Solid Niobium for Superconducting RF Accelerators Using Variable Photon Energy XPS // SRF Materials Workshop. Fermilab (USA), 2007. URL: http://tdserver1.fnal.gov/project/workshops/RF_Materials/talks/Hui%20Tian_Fermitalk_52307.pdf
26. *Ciovati G.* Improved Oxygen Diffusion Model to Explain the Effect of Low Temperature Baking on High Field Losses in Niobium Superconducting Cavities // Appl. Phys. Lett. 2006. No. 89. P. 022507.
27. *Koch C. C. et al.* Effects of Interstitial Oxygen on the Superconductivity of Niobium // Phys. Rev. B. 1974. Vol. 9 (3).
28. *Ciovati G.* Investigation of the Superconducting Properties of Niobium Radio-Frequency Cavities: PhD Thesis. Norfolk (USA), 2005. URL: <http://adsabs.harvard.edu/abs/2005PhDT...170C>
29. *Ciovati G.* Review of Frontier Workshop and Q-Slope Results // Proc. of the 12th International Workshop on RF Superconductivity. Cornell (USA), 2005. P. 167–174.
30. *Knobloch J. et al.* High Field Q Slope in Superconducting Cavities due to magnetic Field Enhancement at Grain Boundaries // Proc. of the 1999 Workshop on RF Superconductivity. Santa Fe (USA), 1999. P. 77–91. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF99/papers/tua004.pdf>
31. *Visentin B.* Low, Medium and High Field Q-Slopes Change With Surface Treatments // Workshop on Pushing the Limits of RF Superconductivity. Argonne (USA), 2004. URL: <http://www.aps.anl.gov/News/Conferences/2004/RFSC-Limits/Presentations.html>
32. *Horz G. et al.* Physics Data: Gases and Carbon in Metals. Part VII: Nb. 1981.
33. *Romanenko A.* Review of High Field Q-Slope, Surface Measurements // Proc. of SRF 2007. Beijing (China), 2007. P. 75–81. URL: <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF2007/PAPERS/TU103.pdf>
34. *Delheusy M.* X-Ray Investigation of Nb/O Interfaces: PhD Thesis. Paris (France), 2008. URL: http://elib.uni-stuttgart.de/opus/volltexte/2009/4232/pdf/PhDthesis_DelheusyM.pdf
35. *Higuchi T., Saito K.* Hydrogen Absorption in Electropolishing of Niobium // AIP Conf. Proc. 2003. No. 671 P. 203. URL: <http://adsabs.harvard.edu/abs/2003AIPC..671..203H>

36. *Ricker R. E., Myneni G. R.* Evaluation of the Propensity of Niobium to Absorb Hydrogen during Fabrication of Superconducting Radio Frequency Cavities for Particle Accelerators // *J. Res. Nat Inst. Stand. Technol.* 2010. No. 115. P. 353.
37. *Isagawa S.* Hydrogen Absorption and Its Effect on Low Temperature Electric Properties of Niobium // *J. Appl. Phys.* 1980. No. 51. P. 4460.
38. *Dzyuba A., Cooley L. D.* Combined Effects of Cold Work and Chemical Polishing on the Absorption and Release of Hydrogen from SRF Cavities Inferred from Resistance Measurements of Cavity-Grade Niobium Bars // *Super. Sci. Tech.* 2014. No. 27. P. 035001.
39. *Manchester F. D., Pitre J. M.* Phase Diagrams of Binary Hydrogen Alloys // *ASM International Publications, Metals Park (USA).* 2000.
40. *Barkov F. et al.* Precipitation of Hydrides in High Purity Niobium after Different Treatments // *J. Appl. Phys.* 2013. No. 114. P. 164904.
41. *Dzyuba A. et al.* Model for Initiation of Quality Factor Degradation at High Accelerating Fields in Superconducting Radio Frequency Cavities // *Super. Sci. Tech.* 2010. No. 23. P. 125011.
42. *Gurevich A., Ciovati G.* Dynamics of Vortex Penetration, Jumpwise Instabilities, and Nonlinear Surface Resistance of Type II Superconductors in Strong RF Fields // *Phys. Rev. B.* 2008. No. 77. P. 104501.
43. *Rabinowitz M.* Analysis of Critical Power Loss in Superconductor // *J. Appl. Phys.* 1971. No. 42. P. 88.
44. *Dzyuba A., Cooley L. D.* Genesis of HFQS Losses in SRF Cavities. Combined Role of Local Impurity Clusters and Geometrical Inclinations // *Submitted Super. Sci. Tech.* 2014.
45. *Grasselino A. et al.* Muon Spin Rotation Studies of Niobium for Superconducting RF Applications // *Phys. Rev. STAB.* 2013. No. 16. P. 062002.
46. *Romanenko A., Padamsee H.* The Role of Near Surface Dislocations in the High Magnetic Field Performance of Superconducting Niobium Cavities // *Super. Sci. Tech.* 2010. No. 23. P. 045008.

Материал поступил в редколлегию 01.03.2014

A. V. Dzyuba, A. V. Arzhannikov

¹ *Novosibirsk State University
2 Pirogov Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation*

² *Fermi National Accelerator Laboratory
PO Box 500, Batavia IL 60510-5011, USA*

³ *Institute of Nuclear Physics of SB RAS
11 Lavrentiev Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation*

a.v.arzhannikov@inp.nsk.su

SUPERCONDUCTING RESONATORS: DECREASE OF Q-FACTOR AT HIGH ACCELERATING FIELD

Results combining efforts of different groups on investigation of losses in superconducting radio frequency cavities made of niobium are presented. Peculiarities of such losses and of their remedies are considered for dissipation at high accelerating voltages. The main results of RF tests as well as main experiments conducted via physico-chemical research methods on samples are discussed. The role of different type of defects on losses is presented. The candidate mechanisms for dissipation are considered based on exhibited results. As a conclusion the prediction is made on possible alternative processing steps for improvement of cost, time and safety efficiency of current technological procedures.

Keywords: superconductivity, cavity, niobium, quality factor, surface science.