# 薄膜超伝導体の高周波臨界磁場評価のための二オブ製 マッシュルーム型空洞の設計研究

#### DESIGN STUDY OF NIOBIUM MUSHROOM-SHAPED CAVITY FOR EVALUATING RF CRITICAL MAGNETIC FIELD OF THIN-FILM SUPERCONDUCTOR

及川大基<sup>#, A)</sup>, 東口武史 <sup>A)</sup>, 岩下芳久 <sup>B)</sup>, 日野正裕 <sup>B)</sup>, 加藤茂樹 <sup>C)</sup>, 久保毅幸 <sup>C)</sup>, 佐伯学行 <sup>C)</sup>, 早野仁司 <sup>C)</sup> Hiroki Oikawa <sup>#, A)</sup>, Takeshi Higashiguchi<sup>A)</sup>, Yoshihisa Iwashita<sup>B)</sup>, Masahiro Hino<sup>B)</sup> Shigeki Kato<sup>C)</sup> Takayuki Kubo<sup>C)</sup> Takayuki Saeki<sup>C)</sup> Hitoshi Hayano<sup>C)</sup>

A) Utsunomiya University
B) Kyoto University

<sup>C)</sup> High Energy Accelerator Research Organization (KEK)

#### Abstract

According to the Technical Design Report (TDR) of International Linear Collider (ILC), the higher gradient of 45 MV/m is required in the second stage of ILC. One of such methods is coating multi-layer thin-film superconductor on the inner surface of RF superconducting cavity. The thin film improves the RF critical magnetic field on the inner surface of the cavity. To establish the RF performance of thin-film structure on a small coupon sample, we designed the RF mushroom-shaped cavity which could measure the RF critical magnetic field on a thin-film coupon sample set on the inner surface of the cavity. If the RF cavity is cooled down below the critical temperature of thin-film superconductor with supplying RF power, the heat dissipation might be measured on the coupon sample in the cavity. The shape of the cavity is necessary to produce a strong RF magnetic field parallel to the sample surface efficiently. The design, manufacturing and RF property of the mushroom-shaped cavity are described in this presentation.

#### 1. はじめに

国際リニアコライダー:International Linear Collider (ILC)は、TESLA 型超伝導加速空洞を使用する重心系衝突エネルギー500GeV の電子陽電子コライダーである。そこでは電界試験において 35MV/m+/-20%以上の性能の空洞をクライオモジュールに装着し、平均31.5MV/m+/-20%の加速勾配で運転する計画である。使用する空洞数は、主リニアックだけで15000 台近くとなる。

ILC の第二期計画である重心系衝突エネルギー1 TeV へのアップグレードは、500GeV (250GeV 電子リニアック + 250GeV 陽電子リニアック)の両外側へリニアックを追加延長して行う計画である。その時にはそれまでのリニアックはそのまま使用し、新たな追加するリニアックにおいて、より高い加速勾配の空洞が要求されており、現在、それに向けた開発が行われている。

超伝導薄膜を応用した高電界化は 2006 年にグレビッチにより提案された [1]。 その超伝導薄膜の研究は現在 Saclay、SLAC、ANL、Cornell 大学、JLAB、FNAL などで行われている。日本では先行研究として光延らによる銅空洞への MgB2 の成膜がある[2]。我々の研究グループでは、高い加速勾配を実現するために高い臨界磁場をもつ Nb<sub>3</sub>Sn、NbN、MgB2 などの超伝導薄膜をNb 単板サンプル上に成膜されたものを測定・評価する計画である。成膜方法はどのような曲面でも一様に nm オーダーで厚みを制御して成膜できる ALD (原子層堆積法)を用いる。その後、多層薄膜サンプルを極低温ま

グレビッチにより、適切な膜厚の超伝導薄膜・インシュレータ層をバルクの超伝導体に多層に成膜することで、全体としての見かけの RF 臨界磁場 (super heating 磁場)を上げることができるという理論が示されている[1](図1). 薄膜の利点は、空洞に応用することで空洞内部の見かけ上の臨界磁場を上げることができる点である。それにより入力パワーを増やす事ができ、結果高加速勾配が達成できると考えられる。

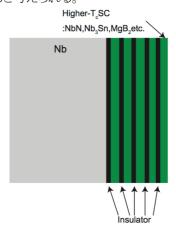


Figure 1: Concept of multi-layer thin-film superconductor on Nb cavity.

で冷却し小型コイルによる数 kHz の周波数における下部臨界磁場、RF 空洞を用いた RF 周波数域の super heating 臨界磁場を測定し、薄膜の製造方法や性能評価を行っていく。

<sup>#</sup> oikawah@post.kek.jp

成膜する材質は Nb に比べ転移温度が高く、RF 臨界磁場が大きい素材を選ぶ必要がある。現時点での候補の材料は Nb<sub>3</sub>Sn、NbN、MgB<sub>2</sub> であり、Nb より転移温度が高く、上部臨界磁場が高い。厳密には上部臨界磁場が Field limit を与えるわけではなく、あくまで super heating field が臨界磁場、つまり加速勾配限界を与える、と考えられている。また、成膜する膜厚にも最適な膜厚があることを高エネ研の久保らが示した[3]。 それによれば Nb<sub>3</sub>Sn を薄膜材料とした場合,超伝導薄膜を 100nm、絶縁膜を 10~100nm が最適と計算している。

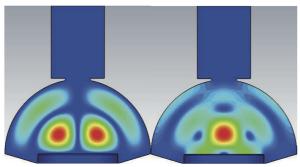
超伝導薄膜の製造方法として ALD (Atomic Layer Deposition 原子層堆積法)を用いる事を計画している。 CVD(Chemical Vapor Deposition 化学気相法)の一種である。プロセスを活性ガス、不活性ガスを交互に秒単位レベルでフロー制御することで基盤上への成膜を均一かつサブナノメートルの制御された成膜を行う方法である。

本文は、超伝導加速空洞用に開発する薄膜超伝導体の性能評価を行うために、RF 臨界磁場を測定する空洞の設計・製作及び薄膜超伝導体サンプルの残留抵抗比測定装置の構築について報告する。

## AI 製マッシュルーム型空洞の設計及び製作

#### 2.1 空洞内部電磁場計算

最終段階である Nb でマッシュルーム型空洞を作る際, できるだけコンパクトで強い磁場を発生するために空洞 の共振周波数を3.9 GHz とした。これは、ILC の超伝 導加速空洞の共振周波数 1.3 GHz の 3 倍高調波の周 波数に相当する. この周波数帯では, 数十ワット出力の RF アンプが容易に入手できる。形状は、先行研究であ る SLAC のマッシュルーム型空洞をベースとした[4]。入 カパワーは空洞内の Nb の熱的超伝導破壊によって制 限されるので、できるだけ強い磁場がサンプル面に励振 されるよう、内壁面の磁場に対しサンプル面の磁場が2 倍以上の値を取るよう設計方針を立てた。また、電場に ついては,空洞内壁に電場が印加されないよう設計した。 これは,高い電場が空洞内壁に励起されたときに電界放 出が起き,空洞内表面から電子が放出し,それを繰り返 すことにより、局所的に熱が発生するため、熱的超伝導 破壊が生じるためである。図2にCST MW STUDIOを 用いた内部電磁場計算結果を示す。



Electric Field Magnetic Field

Figure 2: Electric and Magnetic field in mushroom-shaped Al cavity.

計算から、サンプル部最大磁場は 51460 A/m 、その他の内壁では半球部で最大磁場 20409 A/m が励起され、結果として比が 2:52 となり、内壁半球部に対してサンプル部に 2 倍を超える磁場が励起されるように設計できた。この形状を高周波臨界磁場測定空洞の内空間とすることとした。

#### 2.2 モデル空洞製作及び評価

電気的に設計した空洞が実際に計算された電磁場をもつかどうかを調べるために、臨界磁場測定用空洞の試験器を製作することとした。また、試験器の内部の電磁場分布形状はビーズ摂動法を用いて測定することとした。試験空洞の設計図を図3に示す。試験空洞は7つの部品に分かれており、それぞれをボルト止で組み立ててある。接触部は電気的接続を良くするために2mm程度の凸状段差をつけてある。また、ビーズ測定のために、直径7mmの13対の貫通穴が開けてある。材質のアルミニウムは5000番台または6000番台のものを用いた。完成したモデル空洞の写真を図4に示す。

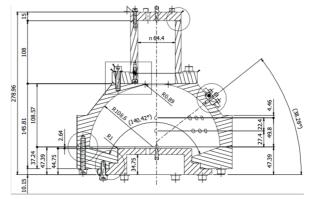


Figure 3: Cross-sectional drawing of mushroom-shaped Al cavity.



Figure 4: Picture of mushroom-shaped Al cavity.

モード形状の測定は、ビーズ測定により行われた。そのとき使用されたビーズ測定装置の構成図を図 5 に示す。ビーズ測定は、直径 5 mm のアルミ球ビーズを十分細いナイロン糸に取り付けて、空洞の中を通し、高精度にビーズの位置を変化させ、そのときの共振点周波数の移動を測定することで行った。

#### **PASJ2016 MOP021**

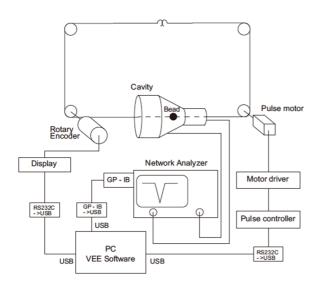


Figure 5:Set-up of bead-pull measurement.

目的の共振モードを探すために計算値と実測値を対応させる必要がある。最低次のモードである TM<sub>010</sub> モードの周波数が、測定では 1.1516GHz であるのに対し、計算では 1.1381GHz と製作モデルのほうが 13.5MHz 高かった。また、励振したいモードの周波数が 3.919GHz と計算されたため、これも周波数が高い方にずれるとして 3.927GHz、または 3.941GHz の共振点が励振したいモードであると考えた。この2つの共振点において、ビーズ測定により得られた周波数変移(赤プロット)と、CST MW STUDIO から得られたビーズ軌道上での電磁場から求めた周波数変移(青プロット)を図 6 及び図 7 に示す。

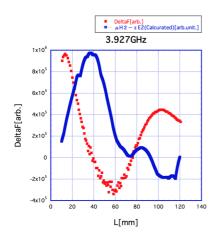


Figure 6: Comparison ofbead-pull frequency shift between bead-pull measurement and CST calculation, at 3.927GHz mode. (Red plot is measurement, blue plot is calculation.)

目的のモードにおいては空洞の底板に相当するサン プル部では強く磁場が印加されるため、まず青プロットの ように最初に強い正の周波数変移が見られるはずである。

3.927GHz モードでは底板付近では強い磁場であるが、 半球空洞内部で電場が優勢となっている。また、 3.941GHz モードでは半球空洞内部に強い磁場を持つ が、底板には磁場がかからないかもしくは電場と拮抗し キャンセルしている。そのためこれらのモードは励振した いモードとは異なる可能性がある。だが 3.4GHz から 4GHz までを周波数掃引して見つかった各モードでビー ズ測定したが、そのようなモード分布は検出できなかった。 これらからアンテナ形状に問題があり、目標のモードが 励振できていないとも考えられ、アンテナ改良の必要性 がある可能性がある。また、ビーズ測定において電場と 磁場とを分離して測定する必要がある。また、測定した 3.941GHz モードにおいてはモードが近接しており、もし これが目的のモードであるとするとモード分離のための 摂動を空洞設計の中にさらに組み込む必要がある事も わかった。

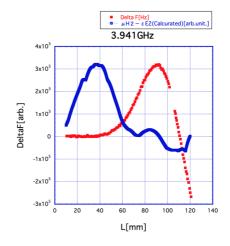


Figure 7: Comparison of Bead-pull Frequency shift between bead-pull measurement and CST calculation, at 3.941GHz mode. (Red plot is measurement, blue plot is calculation.)

#### 3. Nb 製マッシュルーム型空洞の設計

Nb 製マッシュルーム型空洞の設計案を図 8 に示す。空洞は全体が超伝導状態に転移する必要があるため、本体を Nb、フランジを NbTi で作成する。本体の基本的な厚みは加速空洞と同じ 2.8mm を考えている。底板サンプルの固定方法は Nb 製のヘキサゴンシールでの固定を考えている。一部の固定面は Nb 同士での締め付けになるため、シール・フランジ面に凹みができる。そのため測定ごとに空洞下部の部品交換で対応する。入力アンテナは空洞の半球部壁面から励振し、ピックアップアンテナは排気ポートのある上部のフランジに取り付ける予定である。

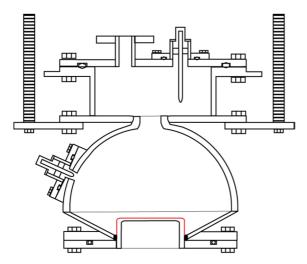


Figure 8: Cross-sectional drawing of mushroom-shaped Nb cavity.

#### 4. 残留抵抗比測定装置の構築と測定

#### 4.1 残留抵抗比 (Residual Resistance Ratio: RRR)

多層薄膜超伝導体の純度を推定することは、多層薄膜超伝導体の生成評価のため非常に重要である。材料の純度は熱伝導率で置き換えることができる。不純物が少ないとき熱伝導率は物質固有の熱伝導率に近づく。しかしながら、超伝導状態の熱伝導率を測定することは極低温のため測定が非常に難しい。一方、極低温での熱伝導率と電気伝導度は極めて似た値をとる。また、電気伝導率は極低温でも測定が比較的容易である。これらから、電気伝導率、すなわち極低温での抵抗率と室温時の抵抗率との比 RRR を測定し、不純物の割合を RRRで推定することができる。

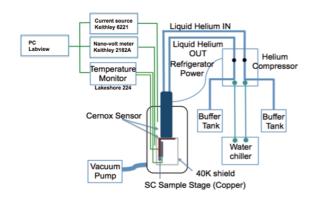


Figure 9: Set-up of RRR measurement.

装置の概要図を図9に示す。真空槽は高さ660 mm, 内径345.6 mm の円筒状であり, 材質はSUS304 が用いられている。真空槽の側面には, KF40 の真空ポートが2つついており, 排気やフィードスルー用のポートに使用している。また, 上部には同じくSUS304 の蓋がつき, この蓋には冷凍機をマウントする穴が開いており, この他にフィードスルー用のKF40の真空ポートが2つ付いている。冷凍機はアルバッククライオUR4K1060T冷凍機

ユニット及びヘリウムコンプレッサーユニットを用いている。 冷凍機は GM 冷凍機であり、冷凍機とコンプレッサーユ ニットはフレキホースで接続され、コンプレッサーの冷却 にチラーを用いる。冷凍機は真空槽の上部蓋に取り付け てあり、下を向いて取り付けてある。冷凍機には 2 段の 冷却ヘッドがあり、1 段目が結線等のサーマルアンカー 用コールドステージで、40 K まで冷却され、冷却能力は、 下向きに設置し2段目にも熱負荷同時に与えた場合に 40 W となる。40K ステージにアルミ製箱型サーマル シールドを4 K ステージを囲むように取り付けてある。ま た,この箱型アンカーに計測用の結線を貼り付け, フィードスルーからの熱流入に対してサーマルアンカー をとっている。下段は 2 段目のステージの 4 K 冷却 ヘッドがある。この 4 K ステージは 1 段目と同様に、1 段目と2 段目に同時に熱負荷を与えた状態で60分で 4.2 K まで到達する。到達温度は無負荷時に3 K であ る。このヘッドにサンプル冷却の L 字型銅板ステージが 固定される。測定は測定用結線やフィードスルーの接触 抵抗が測定に影響しないようにするために、4 端子計測 法を用いている。4 端子計測の概念図を図 10 に示す。 4 端子計測は,端子が 4 本直線上に並んでおり,外側 の 2 本が測定電流を流す端子で, 内側の 2 本が端子 間電圧をピックアップしている。この方法によって被測定 物のみの電圧を測定することができる。

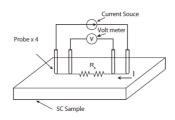


Figure 10: 4-probe measurement.

構築した RRR 測定装置を用いて、まず基準となる Nb 薄膜の転移温度や低温での抵抗値を測定した。測定は, まず, 室温から超伝導状態になるまで冷却し, 超伝導状 態であることを抵抗値測定で確認した後、冷凍機を停止 し測定電流によるジュール熱を利用して, 昇温しながら 転移温度付近の温度と抵抗値のデータを取得した。測 定電流の値を1uA, 5 uA, 10 uA, 20uA, 50uA, 100uA として測定した。Nb 薄膜は、京都大学で製作されたもの を用いた。測定電流を 20 uA 流した際の温度と抵抗値 の関係を図 11 に示す。この時の転移温度は 4.43 K で あり,抵抗値は 2.54 x 10<sup>-6</sup>[ohm]であった。このサンプル の転移温度直上の抵抗率 3.57 x 10-8[ohm / cm]であり、 300K に外挿した抵抗率が 5.61 x 10<sup>-8</sup>[ohm / cm]であっ た。そのためこのサンプルの RRR が 1.57 と測定できた。 この値は空洞に使われるバルクの Nb の RRR の基準値 であある 250~300 より小さいが、一般に薄膜サンプルに おいては RRR が 1~10 程度になるため,この値は妥当 である. 測定から薄膜サンプルが超伝導転移し, 転移温 度を測定できる事を確認した。典型的な Nb の転移温度 が 9.2K であるのに対して低く測定されたのは薄膜の製 膜精度や不純物の存在が原因と考えられる。このように

#### **PASJ2016 MOP021**

して完成が確認された RRR 測定装置を多層薄膜サンプルに応用した。

次に、仏・Saclay 研究所で製作された NbN 薄膜の転移温度測定を行った。電流値は Nb 薄膜と同様に 1uA, 5uA, 10uA, 20uA, 50uA, 100uA として測定した。測定電流を 20uA 流した際の温度と抵抗値の関係を図 12 に示す。この時の転移温度は 13.29~K であり,抵抗値は  $1.50~x~10^{-1}$ [ohm]であった。室化ニオブの転移温度は 15.72K であるため,比較的良い精度の製膜だと考えられる。

次に、米・フェルミ国立加速器研究所で製作された  $Nb_3Sn$  薄膜の転移温度測定を行った。電流値は 1uA, 5uA, 10uA, 100uA として測定した。測定電流を 100uA 流した際の温度と抵抗値の関係を図 13 に示す。この時の転移温度は 14.52 K であり、抵抗値は 4.30 x  $10^4$  [ohm]であった。 $Nb_3Sn$  の転移温度は 18K とされており、このサンプルに関しても  $Nb_3Sn$  が製膜されていて、比較的良い精度であると考えられる。

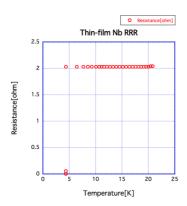


Figure 11: Resistance measurement of thin-film Nb sample with temperature increment. (Current is 20uA. Tc = 4.43 K is seen.)

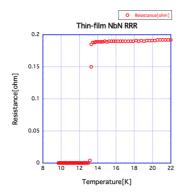


Figure 12: Resistance measurement of thin-film NbN sample with temperature increment. (Current is 20uA. Tc = 13.29 K is seen.)

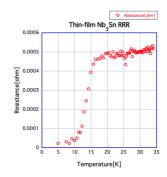


Figure 13: Resistance measurement of thin-film  $Nb_3Sn$  sample with temperature increment. (Current is 100uA. Tc = 14.52 K is seen.)

#### 5. まとめ

薄膜超伝導体の RF 臨界磁場を測定するニオブ製空洞の設計・製作のため、まず、アルミモデル空洞の設計・製作を行った。共振周波数 3.9 GHz における空洞内空間の電磁場分布を電磁場シミュレーションコード CST MW STUDIO で計算しながら、サンプル部に高い高周波磁場が励起されるように設計した。また機械的な設計も同時に行い、アルミニウム製のプロトタイプモデルを機械的かつ電気的に設計・製作した。実際に完成した試験空洞の電磁場分布を測定し、電磁場シミュレーションコードにより計算された値と比較検討した。現在計算モデルのモードを再現する実測モードの同定を行っている最中である。

更に, 薄膜超伝導体の純度評価及び転移温度測定のための残留抵抗比測定装置を製作した. また, 残留抵抗比測定装置では, 基準となる Nb 薄膜, NbN 及びNb<sub>3</sub>Sn 薄膜で試運転及び薄膜の性能確認を行った.

#### 謝辞

本研究は、光・量子融合連携研究開発プログラムのサポートにより行われております。プロジェクトリーダーの照 沼教授ほか、関係各位に感謝致します。

また、株式会社ケーバックの飯竹氏、関東情報サービス株式会社の寺嶋氏には残留抵抗比測定装置の立ち上げに協力、尽力くださり感謝いたします。

### 参考文献

- [1] A. Gurevich, "Enhancement of rf breakdown field of superconductors by multilayer coating" Appl. Phys. Lett. 88, 012511 (2006).
- [2] S. Mitsunobu et al., "MgB2 THIN FILMS ON COPPER, TITANIUM, AND NIOBIUM BY PULSED LASER DEPOSITION IN KEK" Proceedings of SRF2009, Berlin, Germany.
- [3] T. Kubo *et al.*, "Radio-frequency electromagnetic field and vortex penetration in multi-layered superconductors", Appl. Phys. Lett 104, 032603 (2014).
- [4] J. Guo, S. Tantawi, D. Martin, C. Yoneda, "CRYOGENIC RF MATERIAL TESTING AT SLAC" Proceedings of 2011 Particle Accelerator Conference, New York, NY, USA.