

J-PARC 真空炉を用いた窒素ドーピング超伝導空洞の評価 EVALUATION OF SUPERCONDUCTING CAVITY PERFORMANCE BY NITROGEN DOPING IN A VACUUM FURNACE AT J-PARC

岡田貴文^{*A)}、江木昌史^{B)}、梅森健成^{B)}、加古永治^{B)}、許斐太郎^{B)}、佐伯学行^{B)}、
阪井寛志^{B)}、道前武^{B)}、堀洋一郎^{B)}、山本康史^{B)}、
神谷潤一郎^{C)}、黒澤俊太^{C)}、武石健一^{C)}、
Takafumi Okada^{*A)}、Masato Egi^{B)}、Kensei Umemori^{B)}、Eiji Kako^{B)}、Taro Konomi^{B)}、Takayuki Saeki^{B)}、
Hiroshi Sakai^{B)}、Takeshi Dohmae^{B)}、Yoichiro Hori^{B)}、Yasuchika Yamamoto^{B)}、
Junichiro Kamiya^{C)}、Shunta Kurosawa^{C)}、Kenichi Takeishi^{C)}
^{A)}SOKENDAI, ^{B)}KEK, ^{C)}JAEA

Abstract

High-Q study for superconducting RF cavities has been conducted at KEK. One of important surface treatment technique, called as Nitrogen doping, was carried out using J-PARC vacuum furnace. J-PARC furnace uses a cryopump and has an oil-free vacuum pumping system. It can reach to vacuum pressure of 10^{-6} Pa. Two different recipes of Nitrogen doping were applied to two cavities. As a result, improvement of Q-values was observed and decrease of BCS resistance was confirmed, for both cavities. Nitrogen doping using J-PARC furnace was successful. Further optimization of Nitrogen doping procedure and understanding of background mechanism is anticipated.

1. はじめに

空洞の Q 値は Geometrical Factor (G) と表面抵抗 R_s を用いて、 $Q = G/R_s$ のような関係式で表される。超伝導空洞は表面抵抗が小さいため、内部蓄積されたエネルギーを高効率に利用できる。空洞はヘリウム冷凍機により超伝導状態に保たれるが、高周波損失により発生したジュール熱の冷却は冷凍機に対して大きな電力負荷となる。したがって、高い Q 値をもつ超伝導空洞の開発は、冷凍機負荷を減らし、安定した低コストな運用へとつながる。このことは、Continuous wave (CW) での運転を行うような加速器に対して特に有効である。

2012 年に Nb 超伝導空洞に対して、窒素ドーピングと呼ばれる、低圧での窒素雰囲気中の短時間アニールを施すことにより Q 値を改善する手法が報告されており [1]、KEK においても窒素ドーピングに関する研究を進めてきた [2]。今回、J-PARC の真空炉を用いた窒素ドーピングにより Q 値の改善が観測されたため、本稿では、空洞に施した窒素ドーピング処理方法と測定結果について報告する。

2. KEK での窒素ドーピング研究背景

KEK では、Fermilab [1] と Jlab [3]、Cornell [4] の手法を参考として、KEK 機械工作センター内の大型真空炉および小型真空炉を用いて窒素ドーピングの研究を行ってきた。しかし、いずれの結果も Q 値が劣化した結果が得られていた [2]。この結果を Fig. 1 に示す。この結果は、当時の KEK の縦測定装置で測定した結果であり、環境磁場が大きかった。現在は、ジグの非磁性物質への交換などを行い、環境磁場が少ない測定系を使用している。超伝導空洞の高周波抵

抗 R_s は温度に依存する BCS 抵抗 R_{BCS} と残留抵抗 R_{res} に分けられ、

$$R_s = R_{BCS} + R_{res} \quad (1)$$

と表される。このとき R_{res} は超伝導体内で捕らえられた磁束の大きさに依存する。したがって、環境磁場が大きい測定系では、 R_{res} の値が大きくなる。窒素ドーピングは、トラップした磁束密度に対し、通常の処理を施した空洞より残留抵抗に対する寄与が大きい。そこで、測定系の環境磁場が小さい FNAL での測定を行ったが、改善は見られず、窒素ドーピングそのものが成功していないことが示唆された [2]。その際、考えられる原因は、真空炉のシステムであり、成功している研究所ではクライオポンプを使用し、オイルフリーの真空排気系であるのに対し、KEK の小型・大型真空炉では、いずれも油拡散ポンプをしようしているとの違いがあった。

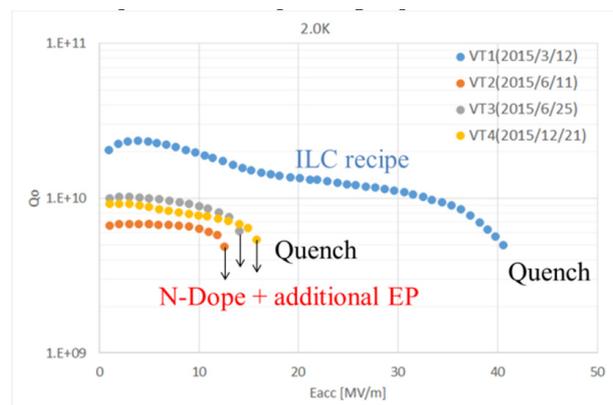


Figure 1: Q-E curve of Nitrogen doped cavity treated in the KEK large furnace [5].

* okadat@post.kek.jp

3. J-PARC 真空炉を用いた窒素ドーピング研究

J-PARC 内には、真空炉のベーク処理に使用されている真空炉がある。この真空炉はクライオポンプを使用し、オイルフリーの真空排気系である。この真空炉を利用し、2つの Nb 製 fine Grain 空洞に対して、異なるレシピの窒素ドーピングを行った。大まかな窒素ドーピングの流れを Fig. 2 に示す。窒素ドーピング



Figure 2: Standard process of nitrogen doping Nb cavity.

は標準的な表面処理工程における 800 °C アニール中に数分から数十分の窒素を導入する。その後、窒素を Nb 中に拡散させるため、温度を 800 °C のまま、窒素を排気し、アニールを行う。その後、窒素ドーピングにより形成された超伝導高周波特性の悪い最表面を EP で除去し、窒素処理された表面を得る。標準的な処理工程では、HPR 後に 120 °C のベークを行い、High field Q-slope の除去を行うが、窒素ドーピングレシピでは、窒素処理された表面を失わないために、120 °C ベークを行わない。東京電解製の fine grain の Nb 板からミラプロにより製作されたシングルセル空洞と、CBMM の Low RRR, High-Ta の Nb 板を 2 回溶解し、RRR が 300 以下の fine grain の Nb 板から製作された 3 セル空洞の、2 つの空洞に対して Table 1 のようなレシピで窒素ドーピングを行った。シングルセル

Table 1: Nitrogen Doping Recipe

| | 800 deg, 3 h + 2.7 Pa, 20 min, w/ Nitrogen + 800 deg, 30 min + EP 15 μm |
|-------------|---|
| Single cell | |
| Three cell | 800 deg, 3 h + 3 Pa, 2 min, w/ Nitrogen + 800 deg, 6 min + EP 5 μm |

ルに対するレシピは Heavy dope と呼ばれる、表面深くまで窒素を導入する。一方、3 セル空洞に施したものは、Light dope と呼ばれ、表面に窒素を導入するが、EP が 5 μm と少なくすることが出来る [3,4]。真空炉内セットアップの様子を Fig. 3 に示す。KEK から J-PARC 真空炉に空洞を輸送する際は、事前に High pressure rinsing (HPR) を行い、クラス 1000 のクリーンルームでパッキングを行った。真空炉内に空洞を設置する際には、それぞれフランジを Nb 製のキャップと Nb ホイルを用いて覆ってある。また、ビームパイプ部を Nb 製の台に乗せてある。温度は、Nb 製台とステージの間に熱電対温度計をはさみ込み、測定した。

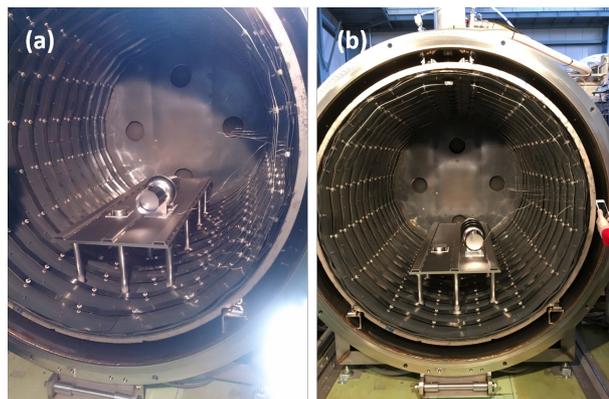


Figure 3: These pictures are a setup of cavity treated Ni-trogen doping in J-PARC furnace; (a)Single cell cavity in furnace and (b) Three cell cavity in furnace.

このとき、1 セル空洞と 3 セル空洞に対しての窒素ドーピング時における真空炉内の温度と圧力の測定値を Fig. 4 に示す。

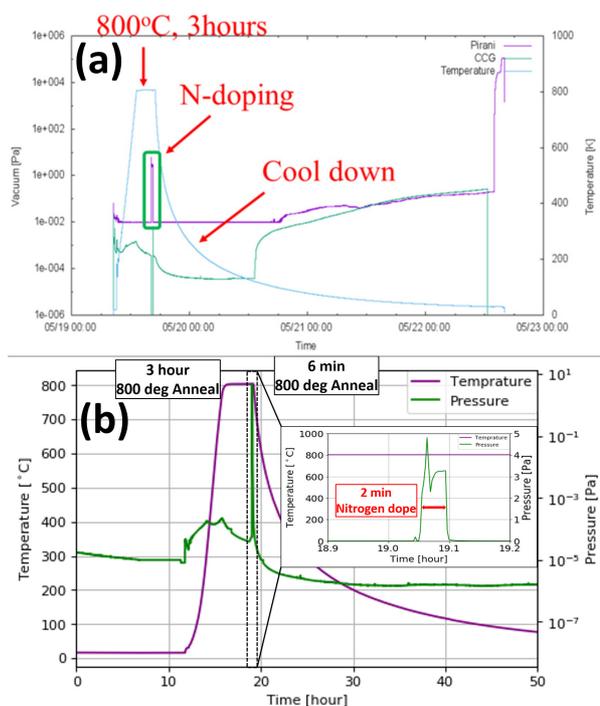


Figure 4: Temperature and pressure during Nitrogen doping in J-PARC furnace; (a)For single cell cavity [5]. (b)For three cell cavity.

3 セル空洞においては、窒素導入時に、一時的に圧力が 4.8 Pa まで上がったが、約 3 Pa になるようフィードバックシステムにより制御した。空洞は窒素ドーピング処理後に、自然冷却され、プラスチックバッグによりパッキングし J-PARC から KEK まで輸送した。パッキングは J-PARC 真空炉前に設置されたブースの中で行われ、ダストの混入が少なくなるように行った。以上のように J-PARC 真空炉を用いた窒素

ドープ処理は、KEK 真空炉使用時と比較し、クリーンな環境を用いて、不純物の混入をなくすため細心の注意を払い行った。

4. 空洞の Q 値測定

次に、窒素ドープ空洞の Q 値測定 (縦測定) の結果を示す。シングルセル測定時には、Fig. 5 に示すようにソレノイドコイルで空洞を覆い、環境磁場を 1 mG 以下になるようにし、測定を行った。また、超伝導転移の際に空洞に空間的温度勾配をつけ冷却を行うと、トラップされる磁束が減り、残留抵抗が減少するとの報告がある [6]。そのため、ビームパイプ上部にヒーターを取り付け、温度勾配のつく冷却を行った。3 セル空洞では、ジグの制約によりソレノイドコイルを用いず、ヒーターも用いず測定を行った。また、測定に用いたクライオスタットは低温でも、磁気シールド特性のよいクライオスタットを使用し、6 mG ほどの環境で測定した。

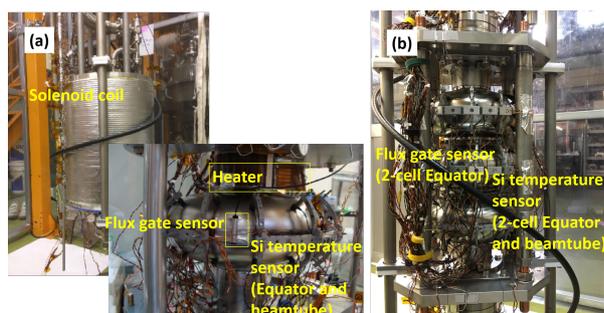


Figure 5: Vertical test setup for Nitrogen doped cavities; (a)Single cell cavity. (b)Three cell cavity.

まず、Heavy dope を行ったシングルセル空洞の結果を示す。表面抵抗 R_s と空洞の温度依存性の測定結果を Fig. 6 に示す。測定は十分な分解能を得られ、かつ空洞の温度が十分一定とみなせる加速電場 3.5 MV/m として測定を行った。温度は、空洞のセルに取り付けた Si 温度計の値とした。

次に、Q 値測定の結果を Fig. 7 に示す。Q 値の誤差は 10% とした。2K での Q 値の向上が観測され、また、5 MV/m 付近からの Q-slope がなくなっている。ほかの温度での測定においても Q 値は向上した。また、窒素ドープはクエンチが起こる最大加速電場が下がるが、この結果でも、クエンチが起こる最大加速電場が下がり、2K で 40 MV/m であったが 14 MV/m まで下がった。

Figure 8 に Light dope を行った 3 セル空洞の表面抵抗の温度依存性測定の結果を示す。測定は π モードで行った。残留抵抗は、9.9 n Ω から 9.3 n Ω まで減少した。Figure 9 に Q 値と加速電場の関係の測定結果を示す。標準的な表面処理では、Q 値は 10 MV/m 付近から減少していたが、窒素ドープ後は減少していない。4.2K での Q 値はほとんど変わらない値となった。

次に、それぞれの空洞の温度の異なる測定値を用いて、表面抵抗を Equation (1) から BCS 抵抗と残留

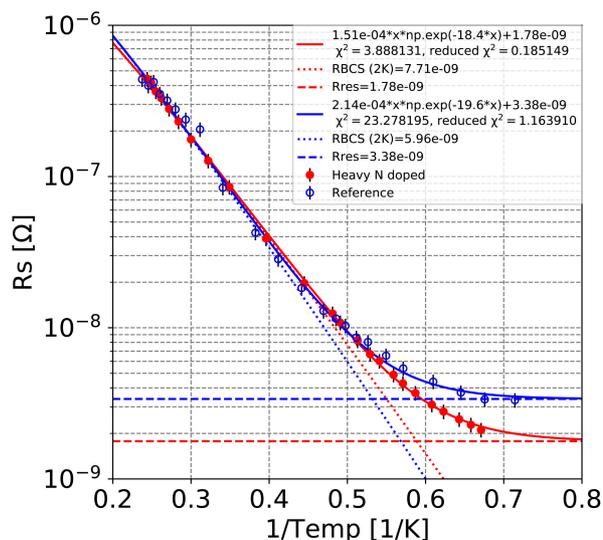


Figure 6: Result of temperature dependence of surface resistance for Heavy Nitrogen doped single cell cavity. Residual resistance is reduced 3.4 (± 0.20) n Ω to 1.8 (± 0.062) n Ω .

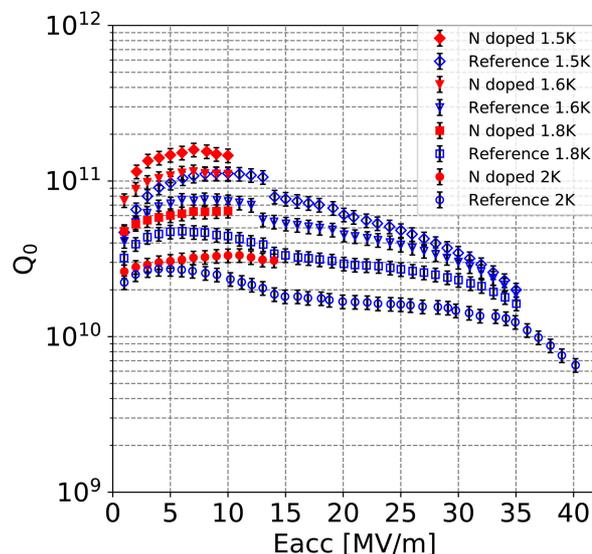


Figure 7: Result of vertical test for Heavy Nitrogen doped single cell cavity. Quench field is 14 MV/m. Measurement stopped for 10 MV/m at 1.5K, 1.6K, 1.8K.

抵抗を最小 2 乗法によって求めた。BCS 抵抗は温度 T に対して、

$$R_{\text{BCS}}(T) = \frac{A\omega^2}{T} \exp\left(-\frac{\Delta(0)}{k_B T}\right) \quad (2)$$

と表せる。ここで、 A, B は任意のパラメータであり、 ω と $\Delta(0)$ は、それぞれ角周波数と超伝導ギャップエネルギーである。また、残留抵抗は温度に依存しない定数項として定義した。これより、BCS 抵抗と残留抵抗の加速電場依存性を求めた。結果を Fig. 10, 11 に示す。温度別の測定が 10 MV/m まで測定した

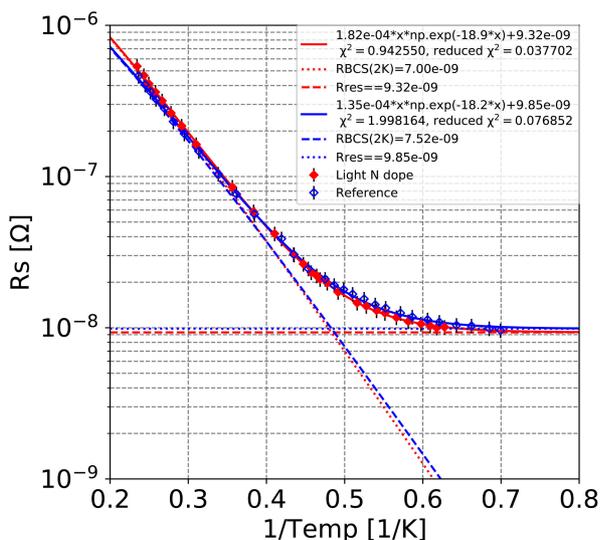


Figure 8: Temperature dependence of surface resistance for Light doped three cell cavity. Residual resistance is reduced $9.9 (\pm 0.12) \text{ n}\Omega$ to $9.3 (\pm 0.093) \text{ n}\Omega$.

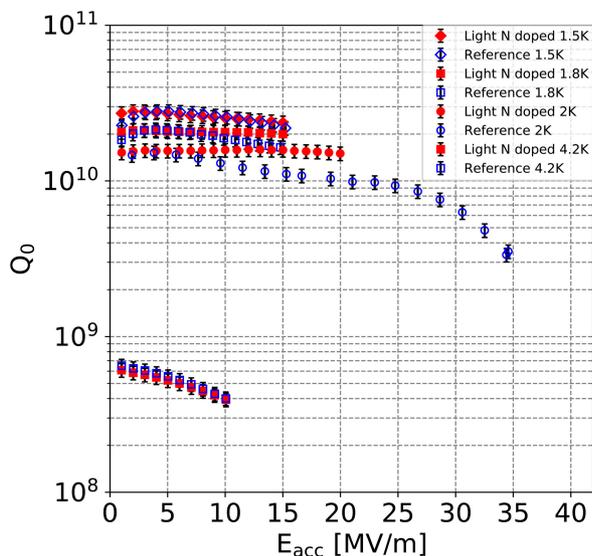


Figure 9: Result of vertical test for three cell cavity. Quench field is 20 MV/m. Measurement stopped for 10 MV/m and 15 MV/m at 4.2K and 1.5K, 1.8K.

め、BCS 抵抗と残留抵抗の値は、シングルセル空洞の標準的処理の 35 MV/m をのぞいて、10 MV/m まで計算が得られた。

この結果より、BCS 抵抗が加速電場に対して減少していることが得られた。これは、窒素ドーピングの特徴である Anti Q-slope を意味している。シングルセル空洞は残留抵抗の値も減少している。3 セル空洞の残留抵抗は、ほとんど変わらない値となった。

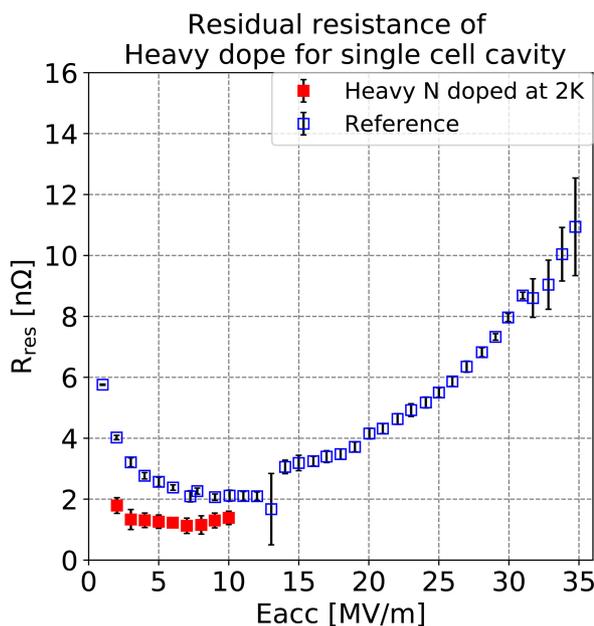
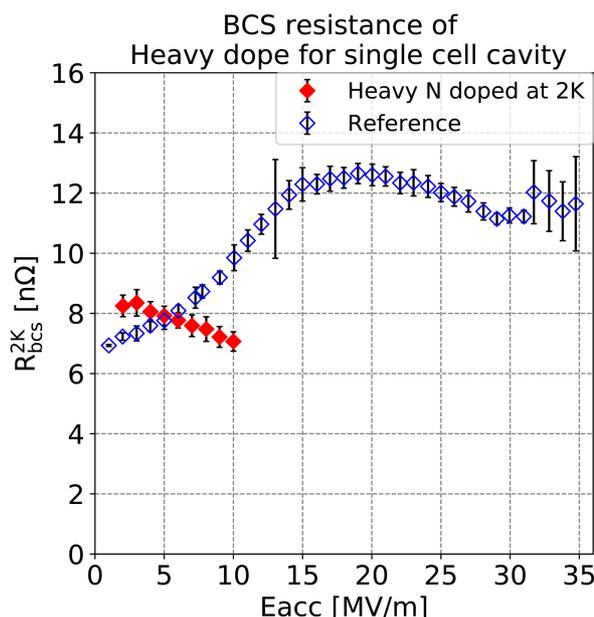


Figure 10: Analysis of BCS resistance and residual resistance for Heavy doped single cell cavity. Upper figure shows BCS resistance for each gradient at 2K. Lower figure shows residual resistance for each gradient. Red point is the result of Nitrogen doped cavities. Blue point is standard treatment cavities.

5. まとめと考察

KEK では、超伝導加速空洞運用の際の、冷凍機の熱負荷を下げるため、High-Q 超伝導空洞の開発を行っている。今回、新しく J-PARC のクライオポンプを使用した真空炉を用いて、窒素ドーピング処理を 2 つの空洞に対して、別々のレシピを用いて行った。その結果、両空洞に対して、Q 値の向上が得られた。ま

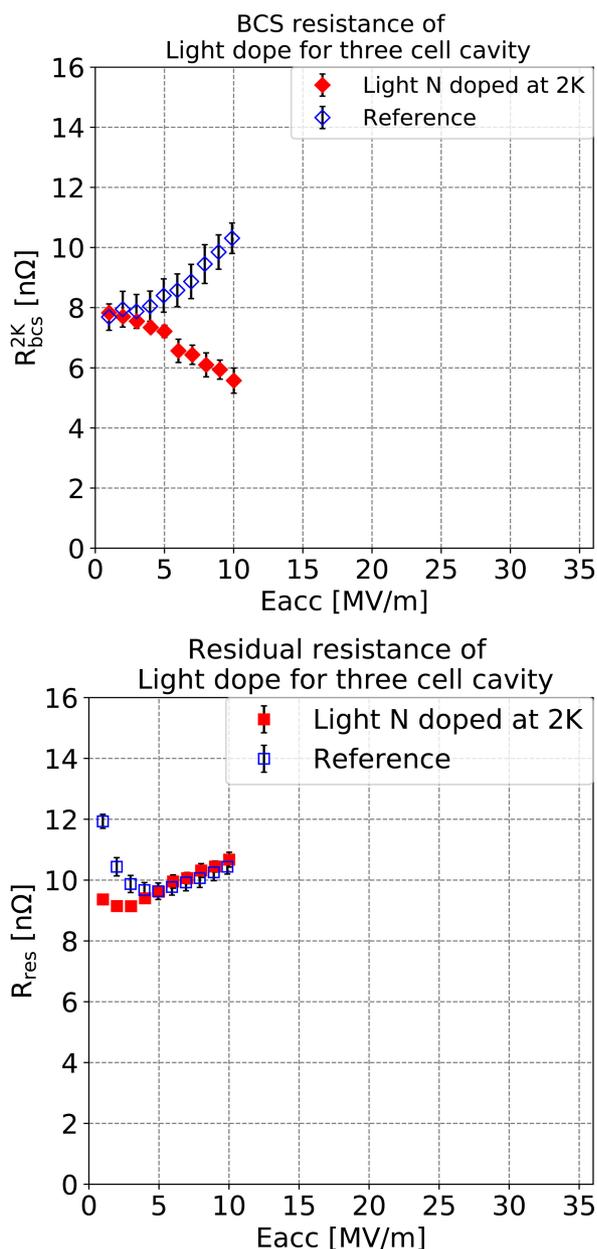


Figure 11: Analysis of BCS resistance and residual resistance for Light doped three cell cavity. Upper figure shows BCS resistance for each gradient at 2K. Lower figure shows residual resistance for each gradient. Red point is the result of Nitrogen doped cavities. Blue point is standart treatment cavities.

た、加速電場に対しての表面抵抗の分析の結果、窒素ドーピングの特徴である加速電場に対する BCS 抵抗の低下が確認された。したがって、J-PARC の真空炉を用いた窒素ドーピングは成功した。窒素ドーピングと標準的な表面処理とでは、BCS 抵抗の振る舞いが明確に異なり、加速電場のに対して BCS 抵抗が減少する結果が得られ、Anti Q-slope の傾向を確認した。5 MV/m まで窒素ドーピングを行った空洞の BCS 抵抗が高い結

果が得られているが、これが Heavy dope の特徴であるかどうかは窒素ドーピング空洞の実験結果が少ないため、分からない。また、Q 値を向上させるためには、残留抵抗の減少が必要であるが、空洞材料である Nb 材の特性と、環境磁場に依存し、その両面からの研究が必要である。また、他研究所では数倍の Q 値の向上 [1] を得られている。今回の結果は、KEK で窒素ドーピングが成功し、さらなる研究が必要であると結論付ける。

参考文献

- [1] A. Grassellino *et al.*, Supercond. Sci. Technol. 26 (2013) 102001 (6pp).
- [2] K. Umemori *et al.*, Proc. of PASJ2016, WEOM08, pp.259-262.
- [3] A. Palczewski *et al.*, LINAC2014, Geneva, Switzerland, p736 (2014).
- [4] M. Ge *et al.*, MOPB084, SRF2015, Whistler, Canada (2015).
- [5] T. Konomi *et al.*, Proc. of SRF2017, THPB021, pp.775-778.
- [6] A. Romanenko *et al.*, J. Appl. Phys. 115, 184903 (2014).