

1.3 GHz 超导腔的掺氮实验*

董 超^{1,2,3}, 沙 鹏^{1,2,3}, 刘佰奇^{1,2}, 李中泉^{1,2,3}, 杨际森^{1,2,3,4}, 王洪磊^{1,2,3,4}

(1. 中国科学院高能物理研究所, 北京 100049; 2. 中国科学院粒子加速器物理与技术重点实验室, 北京 100049;
3. 中国科学院高能物理研究所 射频超导与低温研究中心, 北京 100049; 4. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘 要: 为了大幅度提高纯铌超导腔的品质因数, 从而降低其使用功耗, 选择对超导腔进行高温氮掺杂处理。立足国内外大型加速器的需求, 中国科学院高能物理研究所首先开展了 1.3 GHz 1-cell 超导腔的研究, 包括常规处理以及氮掺杂实验, 并且对掺杂前后的结果进行了分析、对比。结果表明, 通过掺氮, 两只 1.3 GHz 1-cell 细晶粒纯铌超导腔的品质因数均获得了显著提升, 同时在超导腔低温垂直测试中观察到了比较明显的反常的品质因数随加速梯度变化的曲线, 即“anti- Q -slope”现象。

关键词: 射频超导; 掺氮; 垂直测试; 品质因数; 加速梯度

中图分类号: TL594

文献标志码: A doi: 10.11884/HPLPB202032.190141

Nitrogen doping experiment of 1.3 GHz superconducting cavity

Dong Chao^{1,2,3}, Sha Peng^{1,2,3}, Liu Baiqi^{1,2}, Li Zhongquan^{1,2,3}, Yang Jisen^{1,2,3,4}, Wang Honglei^{1,2,3,4}

(1. Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

2. Key Laboratory of Particle Acceleration Physics and Technology, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

3. Center for Superconducting RF and Cryogenics, Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

4. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: In order to greatly improve the quality factor (Q) of a Nb superconducting cavity and reduce its power loss, we performed high-temperature nitrogen doping (N-doping) on the superconducting cavity, which is the most widely used method in the world. Based on the needs of large-scale accelerators at home and abroad, the Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, carried out researches on 1.3 GHz 1-cell superconducting cavities, including standard post-processing and N-doping. After data analysis and comparison, it can be found that the Q values of two 1.3 GHz 1-cell fine-grain superconducting cavities have been significantly improved. At the same time, the abnormal behavior of Q value depending on acceleration gradient (E_{acc}) was observed in low-temperature vertical test, which is called the "anti- Q -slope" phenomenon.

Key words: superconducting radio frequency; nitrogen doping; vertical test; quality factor; accelerating gradient

近几十年来, 射频超导技术发展迅速, 世界各大加速器装置已普遍使用超导腔来加速各种带电粒子(电子、质子、重离子)。衡量超导腔性能优劣的指标主要有两个: 加速梯度 (E_{acc}) 和品质因数 (Q)。加速梯度的大小代表腔内的加速电场强度, 品质因数则与腔体的损耗成反比, 因此, 加速梯度和品质因数越高, 超导腔性能越好。

2012 年, 美国费米实验室首先发现纯铌超导腔掺氮后^[1], Q 值明显提高。之后的几年, 世界上各大加速器实验室纷纷开展超导腔掺氮研究, 研究水平不断提高: 以 1.3 GHz 超导腔为例, 掺氮后的 Q 值在温度 2 K 下已经达到了 $3 \times 10^{10} \sim 4 \times 10^{10}$, 比掺氮前提高了约 2 倍^[2-3]。因此, 美国在建的直线加速器相干光源二期 (LCLS-II) 和国内的上海硬 X 射线自由电子激光 (SHINE) 都决定将超导腔掺氮技术应用于实际工程中, 同时未来的国际直线对撞机 (ILC) 和环形正负电子对撞机 (CEPC) 也计划采用掺氮超导腔^[4-5]。因为上述加速器项目都将大量使用 1.3 GHz 9-cell 超导腔, 所以中国科学院高能物理研究所决定和日本高能加速器研究机构 (KEK) 合作, 开展 1.3 GHz 超导腔的掺

* 收稿日期: 2019-08-16; 修订日期: 2019-12-26

基金项目: 科技部重点研发计划项目 (2016YFA0400400); 国家自然科学基金项目 (11505197); 中国科学院前沿科学重点研究计划项目 (QYZDJ-SSW-SLH001)

作者简介: 董 超 (1990—), 女, 博士, 从事超导射频技术研究; dongchao@ihep.ac.cn。

通信作者: 沙 鹏 (1982—), 男, 博士, 从事加速器超导高频技术研究; shapeng@ihep.ac.cn。

氮研究和其他相关的实验工作,以期获得国际水平的研究结果,为未来大批量超导腔成功进行氮掺杂打下基础。

1 超导腔的表面处理

两只 1.3 GHz 1-cell 超导腔(编号分别为 1300S3 和 1300S4)的表面处理流程如图 1 所示。合作内容主要包括:首先用内窥镜对两只 1.3 GHz 1-cell 超导腔进行内表面检查,之后进行缺陷打磨、电抛光(EP)、高温退火、高压纯水冲洗(HPR)、低温烘烤等表面处理和第一次垂直测试,获得 Q 值曲线;然后,再对这两只超导腔进行掺氮、EP、HPR 和第二次垂直测试,并将氮掺杂前后的测试结果进行对比分析。

1300S3 和 1300S4 两只超导腔的表面处理流程基本一致,唯一的区别是:1300S3 采用的退火温度是 950 °C,而 1300S4 则是 900 °C。因为退火温度能够影响超导腔磁通排出的效果^[6],所以两只腔采用了不同的退火温度。首先,利用内窥镜对两只腔的内表面——主要是赤道及其左右 3 cm 范围内,进行了详细的检查,并针对赤道处的焊缝进行了手动抛光,抛光前、后的效果如图 2 所示。经过手动抛光,赤道焊缝明显更加平滑、清晰,同时一些缺陷明显变浅或者消失。

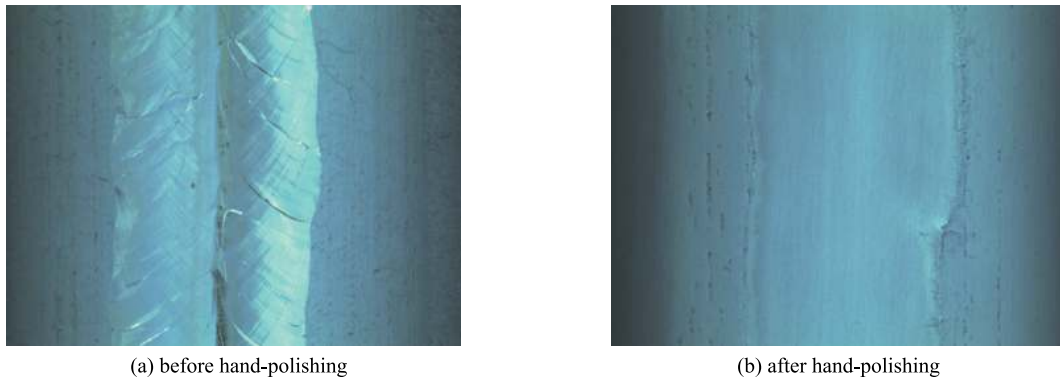


Fig. 2 Weld seam on equator of #1300S3 cavity

图 2 1300S3 号腔的赤道焊缝

两只腔的重度电抛光(Bulk EP)都是在厚度上去除 120 μm ,随后进行超声清洗和 HPR,晾干后,再送入真空炉进行退火。退火完成后,对腔的内表面进行二次光学检查和手动抛光,以尽量消除明显的缺陷,例如猫眼等。之后,再次对腔进行轻度电抛光,厚度去除 30 μm 。接下来, HPR 并转入洁净间晾干,进行洁净组装、真空检漏和低温烘烤(120 °C/48 h)。烘烤结束后,将腔装上垂直测吊架,并依次装上温度、辐射剂量、磁通门等监测探头和退磁线圈等(图 3),准备垂直测试^[7]。

2 掺氮前的垂直测试

将超导腔吊入杜瓦后,对杜瓦真空进行 3 遍氮气置换,即开始降温,从室温降到 9.2 K,耗时约 1.5 h。在开始超导腔的 Q - E_{acc} (E_{acc} 为加速梯度)测试之前,首先进行了超导腔的磁通排出实验。为了研究束孔和赤道处的温差对磁通排出效率的影响,我们在超导腔的一端束管绑上加热带,通过改变加热带的电压来调控温差,如图 4 所示,可以看到,温差相同时 1300S3 号腔的磁通排出效果明显优于 1300S4 号腔,主要原因是 1300S3 号腔采用了更高的退火温度 950 °C,而 1300S4 号腔则是 900 °C。

两只超导腔垂直测试的 Q - E_{acc} 曲线如图 5 所示。在温度为 2 K 时,1300S3 和 1300S4 号两个腔的 Q 值在加速梯度 16 MV/m 处都可以达到 1.6×10^{10} ,1300S3 号腔在加速梯度 24.1 MV/m 处失超,1300S4 号腔则在加速梯度 26.0 MV/m

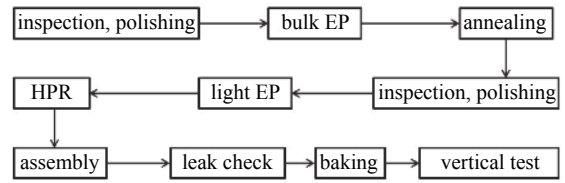


Fig. 1 Procedures of surface processing

图 1 表面处理流程

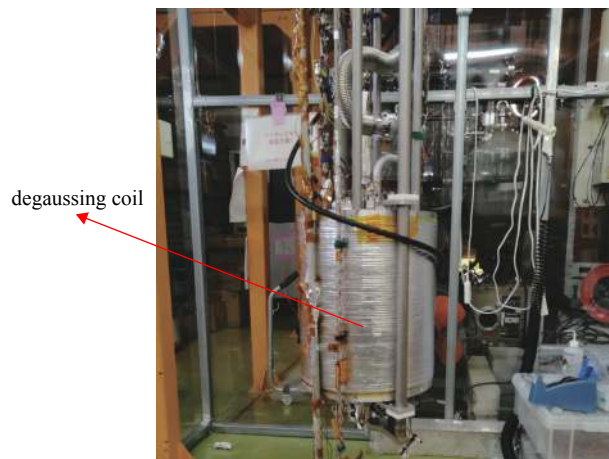


Fig. 3 Assembly of degaussing coil

图 3 安装退磁线圈

处失超。同时，超导腔温度监测系统显示，发生失超现象时，1300S3 号腔靠近一端束孔处、1300S4 号腔的赤道某处有温升现象。因此，基本可以判断两只腔失超的原因都是局部过热。

3 超导腔的掺氮

完成了两只超导腔的第一次垂直测试后，分别对它们进行了掺氮实验。目前，国际上的掺氮方法主要有两种：高温氮掺杂(N-doping)^[8]和低温氮掺杂(N-infusion)^[9]。其中，N-doping 掺入的氮原子更多一些，超导腔的 Q 值提高更加明显，但磁通敏感度增加导致加速梯度有所下降；N-infusion 掺入的氮原子较少，超导腔的 Q 值提高没有 N-doping 显著，但加速梯度不会下降。由于 CEPC 和 SHINE 都要求超导腔必须高 Q (加速梯度要求相对不太高)，所以本文采用了 N-doping。掺氮过程在真空炉内完成(图 6 所示)，主要步骤如下：首先，将真空炉的温度升到 800 °C，保温 3 h；然后，将高纯氮气通过流量控制器注入真空炉，炉内压力在约 3.3 Pa，800 °C 下保持 2 min；之后，将氮气抽走，800 °C 保温 6 min；最后，自然冷却到室温开炉。掺氮完成后，为了去除超导腔表面的氮化铌等化合物污染，对两只腔进行了轻微电抛光，分别是：1300S3 号腔去除 5 μm ，1300S4 号腔去除 7 μm 。这里，电抛光去除不同厚度是为了研究掺氮之后抛光厚度对最终结果的影响。

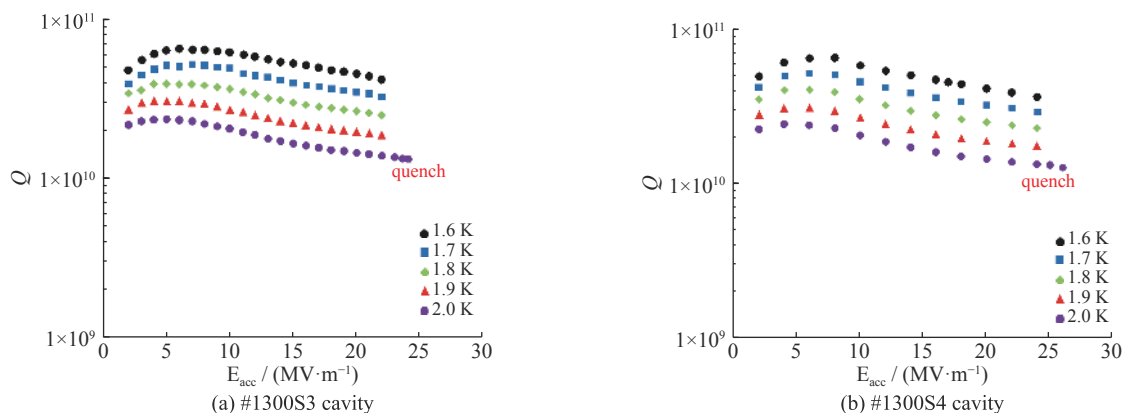


Fig. 5 Vertical test results of two 1.3 GHz cavities

图 5 两只 1.3 GHz 超导腔垂直测试结果

4 掺氮后的垂直测试

掺氮完成后，分别对 1300S3 号腔和 1300S4 号腔进行了第二次垂直测试，两次的测试结果比较分别如图 7 所示。在不同温度 (1.6 K~2.0 K) 下，两只腔的 Q 值均比掺氮之前有明显提高，并且都能观察到明显的“anti- Q -slope”现象，同时，加速梯度都有所减小，这些都是超导腔掺氮成功后的典型特征。其中，2.0 K 下：1300S3 号腔的 Q 值在加速梯度 18.0 MV/m 时达到 3.3×10^{10} ，超过了 LCLS-II 的设计指标 (2.7×10^{10} @16.0 MV/m)，并在此处失超；1300S4 号腔的 Q 值在加速梯度 12.0 MV/m 时达到 2.8×10^{10} ，之后在加速梯度 14.0 MV/m 处失超。

超导腔温度监测系统显示，两只腔的失超原因均为局部温度升高导致的过热。两只腔的整个后处理过程，有两点不同：退火温度和掺氮之后的抛光厚度。其中，磁通排出实验已经证明了 950 °C 退火之后的磁通排出效率高于 900 °C 退火。磁通排出效率越高，超导腔的加速梯度越高，这点也与最终结果相吻合，即 1300S4 号腔的失超梯度低于 1300S3 号腔。但是，最终结果有没有受到掺氮之后抛光厚度影响，如果有的话，影响有多少，这里没有办法给出结论。不过，我们会在以后的实验中，通过控制抛光厚度为唯一变量来研究抛光厚度的影响。

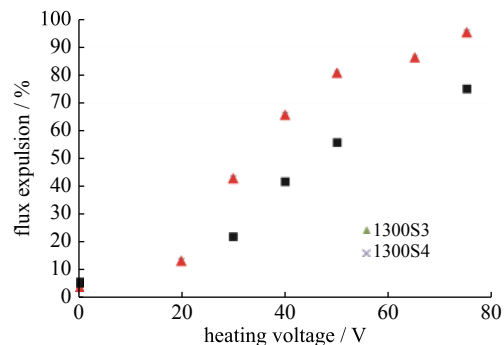


Fig. 4 Magnetic flux expulsion experiments of two 1.3 GHz cavities

图 4 两只 1.3 GHz 超导腔的磁通排出实验



Fig. 6 N-doping of 1.3 GHz cavity

图 6 1.3 GHz 超导腔的掺氮

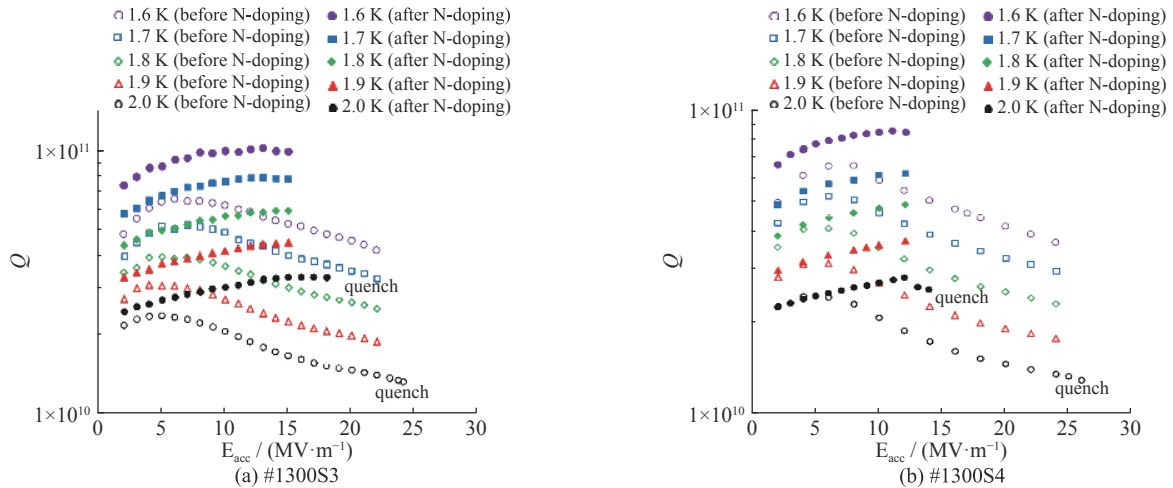


Fig. 7 Comparison of vertical test results of #1300S3 and #1300S4 cavity before and after N-doping

图 7 1300S3 号超导腔掺氮前后垂直测试结果比较

5 结 论

本文针对 1.3 GHz 1-cell 纯铌超导腔开展了掺氮实验, 主要包括: 首先用内窥镜对两只 1.3 GHz 1-cell 超导腔进行内表面检查, 之后进行缺陷打磨、电抛光、高温退火、高压纯水冲洗、低温烘烤等表面处理和第一次垂直测试, 获得 Q 值曲线; 然后, 再对这两只超导腔进行掺氮、EP、HPR 和第二次垂直测试, 并将氮掺杂前后的测试结果作对比分析。结果表明, 两只细晶粒超导腔经过掺氮后, 品质因数均有大幅提高, 并且观察到了明显的“anti- Q -slope”现象, 这说明两只腔的掺氮取得了初步成功。接下来, 我们将重点提高掺氮超导腔的加速梯度, 并逐步开展 1.3 GHz 9-cell, 650 MHz 和 3.9 GHz 等多种超导腔的掺氮研究^[10]。

致 谢 感谢日本高能加速器研究机构 (KEK) 给予的指导和帮助。

参考文献:

- [1] Grassellino A, Romanenko A, Posen S, et al. N doping: progress in development and understanding[C]//The 17th International Conference on RF Superconductivity. 2015: 48-54.
- [2] Merio M, Checchin M, Crawford A, et al. Furnace N_2 doping treatments at Fermilab[C]//The 17th International Conference on RF Superconductivity. 2015: 423-427.
- [3] Ge Mingqi, Eichhorn R, Elmore B, et al. Performance of nitrogen-doped 9-cell SRF cavities in vertical tests at Cornell University[C]//The 17th International Conference on RF Superconductivity. 2015: 328-332.
- [4] Konomi T, Dohmae T, Hori Y, et al. Trial of nitrogen infusion and nitrogen doping by using J-PARC furnace[C]//The 18th International Conference on RF Superconductivity. 2017: 775-778.
- [5] Sha Peng, Liu Baiqi, Zhang Xinying, et al. R&D of CEPC cavity[C]//The 18th International Conference on RF Superconductivity. 2017: 463-465.
- [6] Palczewski A D, Marhauser F. Material qualification of LCLS-II production niobium material including RF and flux expulsion measurements on single cell cavities[C]//Proc of The 28th Linear Accelerator Conference. 2016: 199-202.
- [7] Melnychuk O S, Grassellino A, Lewis F, et al. Vertical cavity test facility at Fermilab[C]//The 17th International Conference on RF Superconductivity. 2015: 534-538.
- [8] Martinello M, Grassellino A, Checchin M, et al. Effect of interstitial impurities on the field dependent microwave surface resistance of niobium[J]. *Applied Physics Letters*, 2016, 109: 062601.
- [9] Checchin M, Martinello M, Melnychuk O S, et al. New insight on nitrogen infusion revealed by successive nanometric material removal[C]//The 9th International Particle Accelerator Conference. 2018: 2665-2667.
- [10] Martinello M, Aderhold S, Chandrasekaran S K, et al. Anti- Q -slope enhancement in high-frequency niobium cavities[C]//The 9th International Particle Accelerator Conference. 2018: 2707-2709.