

УДК 621.7+621.791.722

*И. Л. ПОБОЛЬ, С. В. ЮРЕВИЧ*

## СОЗДАНИЕ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ НИОБИЕВЫХ РЕЗОНАТОРОВ ДЛЯ УСКОРИТЕЛЕЙ ЧАСТИЦ

*Физико-технический институт НАН Беларуси*

*(Поступила в редакцию 05.03.2015)*

**Введение.** Решения научных сообществ по строительству современных ускорителей частиц (E-XFEL [1], ILC [2], также ряд менее масштабных проектов [3, 4]) создают спрос на ускоряющие элементы – сверхпроводящие высокочастотные (СВЧ) ниобиевые резонаторы. Процесс изготовления современного СВЧ-резонатора – сложная задача, требующая высокотехнологичного узкоспециализированного оборудования и участия специалистов из самых различных областей науки. Из-за этого лишь небольшое число предприятий в настоящее время могут заниматься созданием таких изделий.

**Современная и перспективная ускорительная техника.** Первым наиболее крупным проектом с использованием сверхпроводящих ниобиевых резонаторов стал электронный рециркулятор CEBAF (Continuous Electron Beam Accelerator Facility) в лаборатории им. Джефферсона (Thomas Jefferson National Accelerator Facility, США) [5]. Данный ускорительный комплекс создан с использованием 320 ниобиевых 1,5 ГГц 5-ячеечных резонаторов, изготовленных фирмой Siemens [6]. В настоящее время осуществляется модернизация комплекса, которая предусматривает установку дополнительных ускоряющих секций. Там же на базе ускорителя-рекуператора (160 МэВ) функционирует мощнейший в мире лазер на свободных электронах. В США также ведутся работы в области исследований и создания СВЧ-ниобиевых резонаторов Национальной ускорительной лабораторией им. Энрико Ферми (Fermi National Accelerator Laboratory), Аргоннской национальной лабораторией (Argonne National Laboratory), Корнелльским университетом (Cornell University).

Исследованием и созданием СВЧ-ускоряющих элементов в Китае, а также строительством ряда национальных проектов ускорителей занимаются Институт физики высоких энергий Китайской академии наук (Institute of High Energy Physics) [11] и Пекинский университет (Peking university) [12].

В настоящее время самой масштабной строящейся установкой с использованием сверхпроводящих ускоряющих элементов является лазер на свободных электронах E-XFEL (European X-ray Free-Electron Laser) (Германия) суммарной стоимостью порядка 1 млрд €. Для него должно быть изготовлено свыше восьмисот девятыячеечных ниобиевых 1,3 ГГц СВЧ-резонаторов конструкции TESLA, разработанной в научно-исследовательском центре DESY (Deutsches Elektronen Synchrotron, Германия) [7]. Резонаторы для E-XFEL планомерно выпускаются промышленными предприятиями Ettore Zanon (Италия) [8] и Research Instruments (Германия) [9] при технической поддержке центром DESY.

Еще одним научным инструментом ориентировочной стоимостью 8 млрд € (возможно, больше) должен стать Международный линейный коллайдер (ILC или МЛК), одной из задач которого будет изучение свойств бозона Хиггса, существование которого подтверждено на Large Hadron Collider. После многолетнего обсуждения различных вариантов размещения (в США,

Германии, России и других странах) местом строительства МЛК определена территория Японии. Немаловажным основанием для этого стала высокая активность Организации по изучению высокоэнергетических ускорителей КЕК (Япония) в области технологий создания сверхпроводящих резонаторов [10]. К работам по данной тематике привлечены такие крупные промышленные концерны, как Mitsubishi Heavy Industries, Hitachi и Toshiba.

Существуют и обсуждаются и другие интересные проекты. Например, для выработки электроэнергии предлагается создание подкритических ториевых реакторов, управляемых ускорителями. При их работе устраняется угроза ядерных аварий и радиоактивного заражения населения и окружающей среды.

Однако ввиду предельно высокой сложности процесса изготовления девятичечных резонаторов конструкции TESLA максимально достигнутая производительность изготовления СВЧ-резонаторов в настоящее время не превышает 200 шт. в год для одного производителя. Таким образом, для реализации проекта МЛК в данный момент в мире нет свободных производственных мощностей (для строительства требуется 16 900 резонаторов), что создает высокий спрос на новых создателей СВЧ-резонаторов. Осложняющим фактором является вовлеченность существующих изготовителей СВЧ-резонаторов в менее масштабные национальные проекты по созданию ускоряющих комплексов.

В рамках работ Объединенного института ядерных исследований (ОИЯИ, г. Дубна, Россия) по проекту МЛК сформирован национальный консорциум в составе ряда научных организаций Республики Беларусь с целью создания экспериментальных образцов одночечных сверхпроводящих 1,3 ГГц ниобиевых резонаторов в соответствии с требованиями проекта МЛК [13–15]. Цикл работ по исследованию возможности изготовления образцов ниобиевых СВЧ-резонаторов научными центрами г. Минска включает в себя математическое моделирование геометрии полуячеек (БГУИР); гидроударную штамповку полуячеек согласно расчетному профилю, обработку торцев полуячеек, электронно-лучевую сварку и обработку поверхности резонаторов (Физико-технический институт НАН Беларуси); «теплые» (Институт ядерных проблем БГУ) и «холодные» (Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению) ВЧ-испытания рабочих характеристик резонаторов.

**Метод создания СВЧ-ниобиевых резонаторов.** В настоящей работе изучена последовательность этапов, отвечающая современной концепции создания СВЧ-резонаторов и включающая штамповку заготовок из листового материала, соединение между собой отдельных компонентов резонаторов (фланцев, труб и полуячеек) и финишную обработку их рабочей поверхности. Каждый этап создания резонаторов содержит ряд операций контроля качества и очистки поверхности для поддержания высокой чистоты материала.

Использован материал в виде листов, габариты которых определяются размерами создаваемого резонатора. К материалу предъявляются предельно высокие для современного уровня развития металлургии особочистых и тугоплавких металлов требования по химическому составу. Это является причиной малого числа производителей листового ниобия высокой чистоты, достигаемой путем многократного электронно-лучевого переплава в высоком вакууме. В табл. 1 представлены требования по содержанию примесей в материале, который может использоваться для изготовления резонаторов по проекту будущего МЛК [2].

Ниобий – тугоплавкий ( $T_{пл} = 2477$  °С) достаточно дорогостоящий металл. Ниобий высокой чистоты обладает важными для создания ускоряющих элементов сверхпроводящими свойствами: высокими температурой перехода в сверхпроводящее состояние (9,2 К) и критическим магнитным полем (240 мТл) [16].

Контролировать качество материала наиболее удобно с помощью обобщающего показателя – относительного остаточного сопротивления (RRR – Residual Resistance Ratio), которое определяется как отношение активного сопротивления проводника при комнатной температуре  $R_{300\text{ К}}$  к сопротивлению при 4,2 К в нормальном проводящем состоянии  $R_{4,2\text{ К}}$  [17]. Ниобий, содержание примесей в котором соответствует табл. 1, имеет RRR не менее 300.

Таблица 1. Содержание примесей в ниобии для МЛК

Элемент	Содержание, ppm (по массе)
Ta	≤500
W	≤70
Ti	≤50
Fe	≤30
Mo	≤50
Ni	≤30
H	≤2
N	≤10
O	≤10
C	≤10

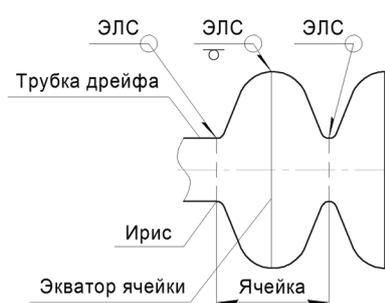


Рис. 1. Схема соединений деталей объемного СВЧ-резонатора

Для изготовления полуячеек из листового ниобия применяется штамповка, которая возможна в двух исполнениях: стандартный метод с использованием твердых матрицы и пуансона или с применением в качестве пуансона жидкости. Последний метод реализован в Физико-техническом институте НАН Беларуси для изготовления полуячеек из листового ниобия (толщина листа 2,8 мм) [18]. Штамповка и последующие операции обработки торцев полуячеек должны обеспечить точную геометрию, не внести в материал повреждений и внедрений посторонних включений и частиц абразива.

Для соединения полуячеек между собой используется электронно-лучевая сварка (ЭЛС). Из всех существующих методов сварки только ЭЛС позволяет сохранить исходную степень чистоты, механические и сверхпроводящие свойства материала сварного соединения на уровне свойств основного металла. Ячейки соединяются между собой по экватору и по ирису с трубками дрейфа или с другими ячейками по ирису в случае создания многоячеечного резонатора (рис. 1).

После штамповки и сварки внутренняя рабочая поверхность СВЧ-резонаторов подвергается сложной комбинации операций обработки поверхности: химическому травлению в смеси кислот, электролитическому полированию, абразивной полировке, промывке деионизованной водой и спиртом, отжигу при высоких температурах [1,2]. Особое внимание уделяется обратной поверхности сварного шва экватора полуячеек, морфология которого после поверхностной обработки должна полностью соответствовать основному металлу.

**Материалы, оборудование, методики.** Для исследований применялся листовой ниобий производства Ningxia OTIC (Китай) с параметром RRR 300. Габариты листов в состоянии поставки 290×290×2,8 мм. Для изучения процесса ЭЛС вырезались образцы с размерами 25×50–100×2,8 мм.

Для процесса химического травления ниобия использовалась смесь кислот HF (38%), HNO<sub>3</sub> (65%), H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (85%) в соотношении компонентов 1:1:2. Температура смеси в процессе обработки поддерживалась в пределах 10–12 °С.

ЭЛС проводилась на оборудовании, созданном в Физико-техническом институте НАН Беларуси на базе энергоблока ЭЛА-15 (ускоряющее напряжение 60 кВ, максимальная мощность луча 15 кВт, остаточное давление 3·10<sup>-3</sup> Па). Вакуумная камера установки выполнена из нержавеющей стали. Для фиксации взаимного расположения образцов и деталей резонаторов использовалась оснастка с прижимными элементами из нержавеющей стали.

Средний размер зерна и структура сварного соединения изучались на микрошлифах, снимки структуры материала выполнялись на оптическом микроскопе. Микротвердость сварных соединений измерялась на микротвердомере AFFRI-DM8. Для измерения шероховатости поверхности применялся цифровой профилограф/профилометр Surtronic 25. Механические свойства изучались по результатам испытаний на растяжение в соответствии с ГОСТ 11701–84.

Для измерения сверхпроводящих характеристик сварных соединений, полученных с помощью ЭЛС, посредством электроэрозионной проволоочной резки на станке ЭЛИУР 2-200-08 вырезались контрольные образцы из материала, который не подвергался термическому воздействию, и образцы сварного соединения, полученного с помощью ЭЛС двух пластин. Образцы размерами 40×2×2,8 мм вырезались в направлении, поперечном сварному шву, зона проплавления и шов располагались посередине образцов.

Исследования сверхпроводящих характеристик проводились в Научно-практическом центре НАН Беларуси по материаловедению на универсальной измерительной системе Liquid Helium Free High Field Measurement System фирмы Cryogenic Ltd. Изучались температура окончания сверхпроводящего перехода ( $T_k$ ), ширина температурного перехода ( $\Delta T_k$ ), критическое магнитное поле сверхпроводника ( $B_k$ ), ширина магнитного перехода ( $\Delta B_k$ ).

«Теплые» и криогенные ВЧ-испытания рабочих характеристик 1,3 ГГц ниобиевого СВЧ-резонатора проводились в Институте ядерных проблем БГУ и Научно-практическом центре НАН Беларуси по материаловедению. Использовался векторный анализатор цепей Agilent E5061B с подключением к измерительному стенду высоковольтного источника внешнего опорного сигнала рубидиевого опорного генератора LPFRS-01 при комнатной температуре и температуре 4,5 К.

**Исследования свойств ниобия в состоянии поставки.** При изготовлении экспериментальных образцов 1,3 ГГц сверхпроводящих резонаторов проведен анализ свойств ниобия из партии листового материала производства фирмы Ningxia OTIC. Ниобий в состоянии поставки имеет различные невооруженным глазом следы механической обработки в виде мелких царапин (рис. 2, а). Средние значения шероховатости  $Ra$  при измерении вдоль и поперек направления царапин 0,590 и 0,960 мкм соответственно.

Для исследования зеренной структуры материалов изготовлены микрошлифы поверхности листов и их поперечных сечений. В распределении зерен ниобия по размерам присутствуют зерна из диапазонов от менее 10 до 100–110 мкм, основное число зерен находится в пределах 20–50 мкм.

Результаты испытаний и требования к механическим свойствам материала, согласно проекту МЛК, представлены в табл. 2.

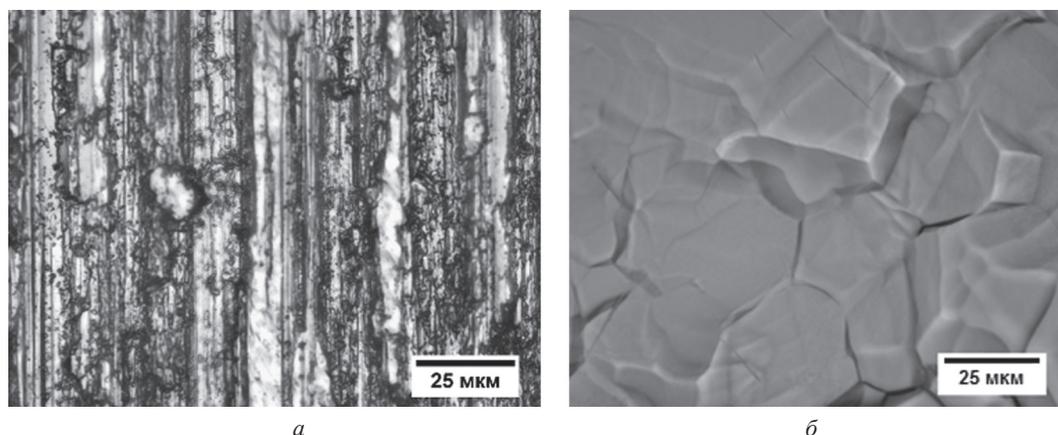


Рис. 2. Поверхности ниобия в состоянии поставки (а) и после снятия химическим травлением слоя толщиной 200 мкм (б)

Таблица 2. Результаты испытаний на растяжение ниобия и требования МЛК

Временное сопротивление $\sigma_b$ , МПа	Предел текучести $\sigma_p$ , МПа	Относительное удлинение $\delta$ , %
<i>Ниобий (Ningxia OTIC)</i>		
170	97,8	30
<i>Требования МЛК [2]</i>		
>100	>50	30

**Химическое травление.** Качество обработки рабочей поверхности СВЧ-резонаторов, частью которых являются поверхности сварных соединений, оказывает существенное влияние на рабочие характеристики резонатора, в частности на собственную добротность [19, 20]. При изготовлении СВЧ-ниобиевых резонаторов наиболее простым в реализации и широко применяемым методом обработки рабочих поверхностей (удаление поверхностных слоев и полировка) является химическое травление. Снятие материала с поверхности проводится для ее очистки от внесенных примесей и удаления поврежденного при механическом воздействии материала. Установлено, что применение прокатки листового материала и штамповки при изготовлении полуячеек повреждает поверхностный слой на глубину порядка 100–200 мкм. Для устранения попадания в металл сварного шва оксидов и загрязнений, находящихся на свариваемых кромках, травление поверхности выполняли непосредственно перед сваркой. После ЭЛС проводили завершающий этап химического травления внутренней поверхности резонаторов для снятия слоя конденсата, осажденного после испарения ниобия с поверхности ванны расплава (не менее 25 мкм).

Скорость стравливания материала производства Ningxia OTIC в смеси стандартного состава кислот при температуре менее 12 °С составила 1,2–1,3 мкм/мин. На рис. 2, б показана поверхность ниобия после процесса химического травления с удалением слоя толщиной 200 мкм.

Величина шероховатости поверхности ниобия, в состоянии поставки имеющая различные значения в зависимости от направления измерения (вдоль и поперек следов обработки), после удаления слоя толщиной 100 мкм составляет в среднем 0,6 мкм и одинакова по всем направлениям. После удаления слоя толщиной 200 мкм шероховатость  $Ra$  находится в пределах 0,45–0,55 мкм.

**Исследование сварных соединений.** Отработаны и оптимизированы режимы выполнения методом ЭЛС сварных соединений пластин ниобия толщиной 2,8 мм. Они позволяют получить сварной шов шириной 4 и 3 мм с лицевой и обратной сторон листа соответственно. Размеры полученного сварного шва отвечают предъявляемым требованиям к геометрии зоны проплавления для сварки экватора резонаторов.

В сварном шве и зоне термического влияния наблюдается существенный рост размера зерна. Средний размер зерна возрастает от диапазона 30–40 мкм, характерного для основного металла в состоянии поставки, до 100–200 мкм в зоне термического влияния и 500–1000 мкм в металле сварного шва. Общая ширина зоны термического влияния по обе стороны шва составила порядка 12–12,5 мм. Следует отметить, что рост размеров зерна в результате ЭЛС не является отрицательным фактором для функционирования СВЧ-резонатора. Признано, что «идеальным» исходным материалом для таких изделий могли бы быть монокристаллы ниобия, если не принимать во внимание их стоимость.

В распределении микротвердости в сварном соединении существенных изменений не наблюдается. Значения микротвердости основного металла и зоны термического влияния находятся в пределах 60–70 HV, металла шва – 60–75 HV.

Сверхпроводящие характеристики контрольных образцов, не подвергавшихся термическому воздействию, и сварных соединений представлены в табл. 3. При изучении сверхпроводящих характеристик сварного соединения наблюдается некоторое снижение их значений, которое, однако, не является принципиальным для изготовления резонаторов и не оказывает влияния на СВЧ-характеристики ниобиевого резонатора.

Таблица 3. Сверхпроводящие характеристики ниобия в состоянии поставки и металла сварного соединения, полученного с помощью ЭЛС

Параметр	Контрольный образец	Сварное соединение
$T_k$ , К	~8,8	~8,6
$\Delta T_k$ , К	~0,55–0,6	~0,65–0,7
$B_k$ , Тл	~0,5	~0,4
$\Delta B_k$ , Тл	~0,15	~0,2–0,25

**Изготовление и испытания экспериментальных образцов 1,3 ГГц ниобиевого резонатора.** С помощью гидроударной штамповки и ЭЛС изготовлена серия экспериментальных образцов 1,3 ГГц СВЧ-ниобиевого резонатора (рис. 3). Для изготовления полуячеек использовался листовой

ниобий Ningxia ОТИС (290×290×2,8 мм, RRR 300). Фланцы (ниобий с RRR 40) и трубки дрейфа (ниобий с RRR 300) производства фирмы Heraeus HMT (Германия). Перед сваркой свариваемые кромки компонентов резонатора промывались в спирте, подвергались химическому травлению в смеси кислот «стандартного» состава с удалением поверхностного слоя 20 мкм и промывались в дистиллированной воде. После сварки каждого шва детали остывали в сварочной камере 2 ч. Завершающие этапы после сварки экватора полуячеек – удаление посредством травления с внутренней рабочей поверхности резонатора слоя толщиной 25 мкм и последующая промывка водой.



Рис. 3. Одноячеечный СВЧ-ниобиевый резонатор

Результаты «теплых» и криогенных ВЧ-испытаний ниобиевого резонатора представлены в табл. 4 и свидетельствуют об отсутствии загрязнения материала примесями и сохранении им сверхпроводящих свойств и соответствии требуемой геометрии резонатора, что определяется заданной частотой 1,3 ГГц.

Таблица 4. Результаты ВЧ-испытаний 1,3 ГГц одноячеечного СВЧ-ниобиевого резонатора

Температура испытаний, К	Резонансная частота, ГГц	Нагруженная добротность
293	1,290197258	37549
4,5	1,290185765	1 494 100 000

**Заключение.** Разработан метод создания одноячеечных 1,3 ГГц ниобиевых СВЧ-резонаторов, включающий гидроударную штамповку заготовок из листового материала, соединение отдельных компонентов между собой электронно-лучевой сваркой, финишную химическую обработку рабочей поверхности резонаторов с операциями контроля качества поверхности на каждом этапе.

Результаты ВЧ-испытаний свидетельствуют о сохранении материалом резонатора высокой чистоты, сверхпроводящих свойств и соответствии геометрии заданным размерам. Резонаторы отвечают требованиям современной ускорительной аппаратуры.

## Литература

1. XFEL: The European X-Ray Free-Electron Laser. Technical design report. DESY. Hamburg. 2006.
2. The International Linear Collider. Technical Design Report. Vol. 3: Accelerator. 2013.
3. *Sekutowicz J.K.* // Proc. of the CAS–CERN Accelerator School: RF for accelerators. Ebeltoft, Denmark, June 8–17, 2010. P. 369–393.
4. *Диденко А. Н.* Сверхпроводящие ускоряющие резонаторы. М., 2008.
5. *Leemann C.W., Douglas D.R., Krafft G.A.* // Annual Review of Nuclear and Particle Science. 2001. Vol. 51. P. 413–450.
6. *Reece C.* et al. // Proc. of the 1993 Particle Accelerator Conference. Washington, USA, May 17–20, 1993. Piscataway, 1993. P. 1016–1018.
7. *Aune B.* et al. // Physical Review Special Topics – Accelerators and Beams. 2001. Vol. 3. Issue 9.
8. *Gresele A.* et al. // Proc. of 16<sup>th</sup> Int. Conf. on RF Superconductivity. Paris, France, September 23–27, 2013. Geneva: JACoW, 2014. P. 177–179.
9. *Sulimov A.* et al. // Proc. of 16<sup>th</sup> Int. Conf. on RF Superconductivity. Paris, France, September 23–27, 2013. Geneva: JACoW, 2014. P. 234–236.
10. *Saeki T.* et al. // Proc. of the 5<sup>th</sup> Int. Particle Accelerator Conference. Dresden, Germany, June 15–20, 2014. Geneva: JACoW. P. 2528–2530.
11. *Zhai J.Y.* et al. // Proc. of 16<sup>th</sup> Int. Conf. RF Superconductivity (SRF2013): Paris. France, September 23–27, 2013. Geneva: JACoW, 2014. P. 611–614.
12. *Kui Z.* // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. 2002. Vol. 483. P. 125–128.
13. *Azaryan N., Pobol I., Yurevich S.* et al. // Proc. of RUPAC2012. September 24–28, 2012, Saint-Petersburg. Russi, 2012. P. 602–604.
14. *Azaryan N., Pobol I., Yurevich S.* et al. // Proc. of IPAC13. May 12–17, 2013, Shanghai. China, 2013. P. 2393–2395.
15. *Батурицкий М., Карпович В.* // Наука и инновации. 2013. №7. С. 39–41.

16. *Padamsee H.* RF Superconductivity: Science, Technology and Applications. New York: John Wiley & Sons, 2009.
17. *Singer W.* et al. // *Physica C: Superconductivity*. 2003. Vol. 386. P. 379–384.
18. *Петраковский В. С., Журавский А. Ю.* // Современные методы и технологии создания и обработки материалов. Кн. 2: Обработка металлов давлением. Мн., 2014. С. 156–162.
19. *Lilje L.* // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*. 2004. Vol. 516. Issues 2-3. P. 213–227.
20. *Antoine C.* Materials and surface aspects in the development of SRF niobium. Geneva: EuCARD, 2012.

*I. L. POBAL, S. V. YUREVICH*

## **DEVELOPING OF SUPERCONDUCTIVE NIOBIUM CAVITIES FOR ACCELERATING DEVICES**

### **Summary**

The analyses of important characteristics of high purity niobium were done. The results of a study of structure and mechanical properties of welding joints, superconducting characteristics of the material after joining of welded components of superconducting radio frequency cavities are presented. The manufacturing technology of SRF niobium cavity using liquid impact forging, electron beam welding and chemical polishing was developed. The paper also describes the results of testing of the SRF 1.3 GHz single-cell niobium cavity manufactured in the PTI NAS of Belarus.