

High-Qを目指した窒素ドーピングの 試み

2015/9/29

ERL検討会

梅森健成

はじめに

- FNAL, J-lab, Cornellなどでは、LCLS-IIに向けて、窒素ドープのR&Dが盛んに行われている。
- 単セル空洞、9セル空洞ともに2.0Kで 3×10^{10} 程度のQ値が得られている。
- CW運転を行う超伝導空洞を用いた加速器においては、2.0K付近で低負荷運転ができることは非常に魅力的である。
- KEKにおいても窒素ドープを試みしてみる。

以下のメンバーの協力のもと、窒素ドープの研究を進めている。

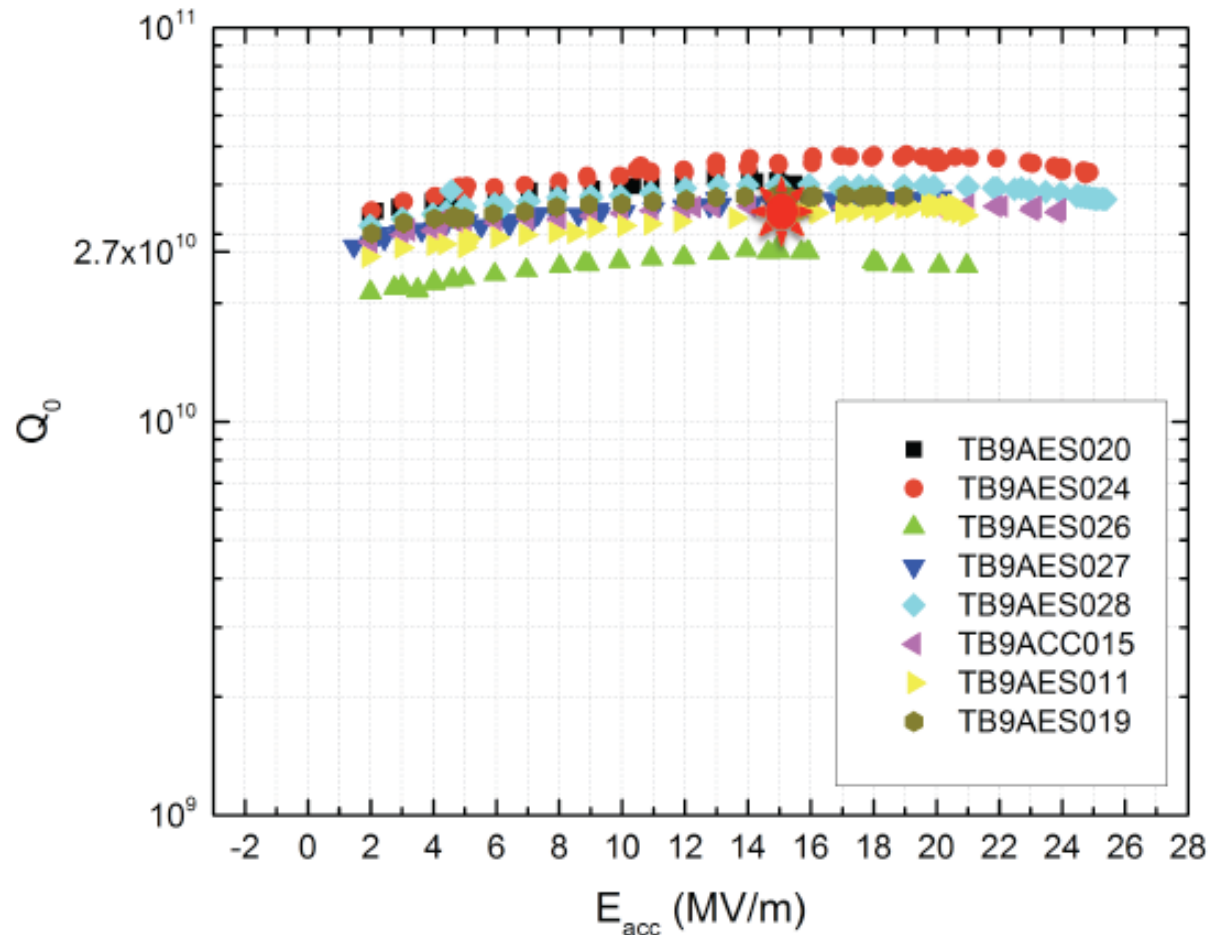
超伝導空洞グループ:

梅森、江木、加古、久保、許斐、阪井、篠江、清水、朴

機械工学センター: 井上、山中

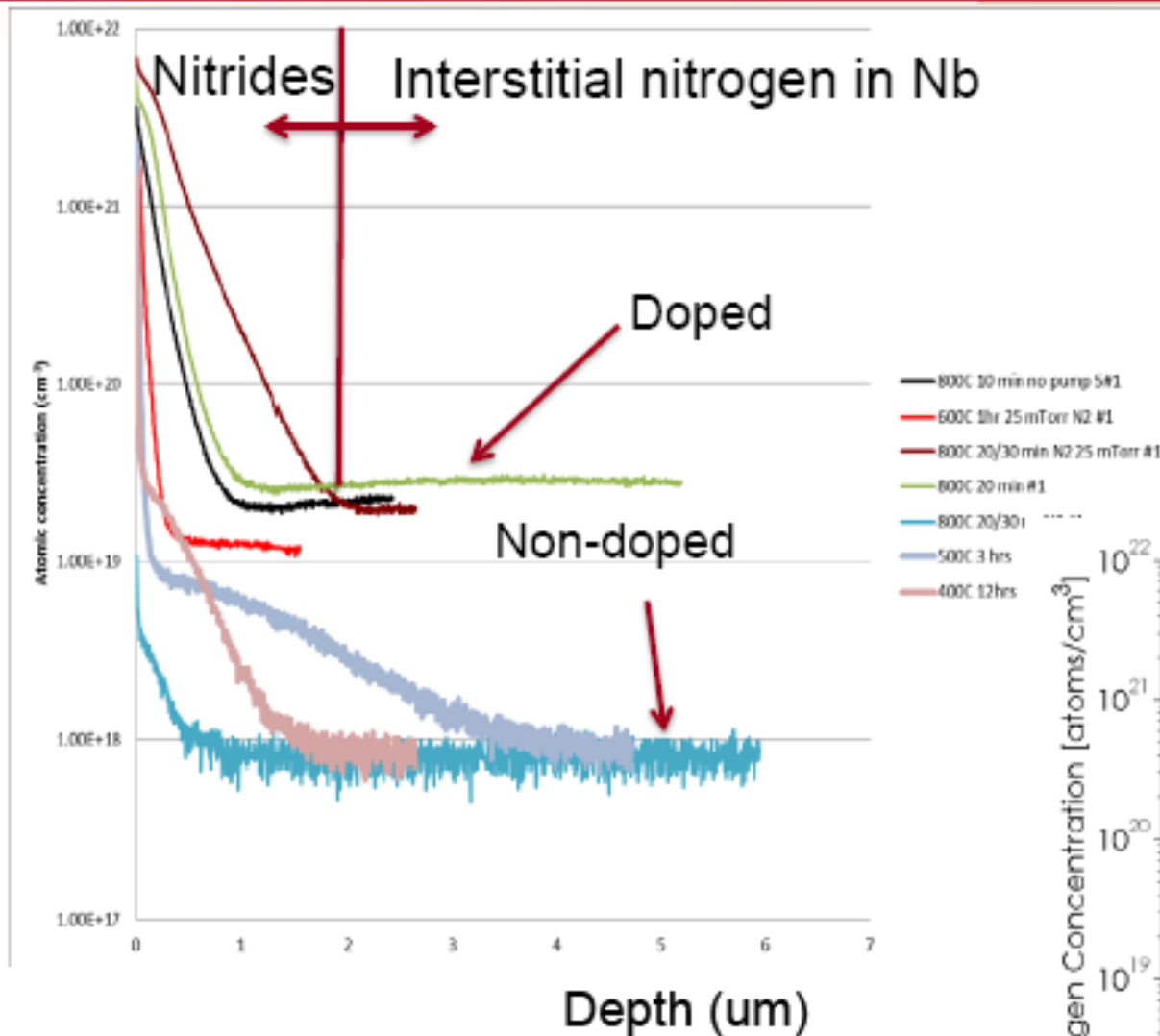
三菱重工: 仙入、奈良、原、柳澤

One cryomodule milestone – avg Q (2K, 16 MV/m)~3.75e10, avg quench field ~22 MV/m

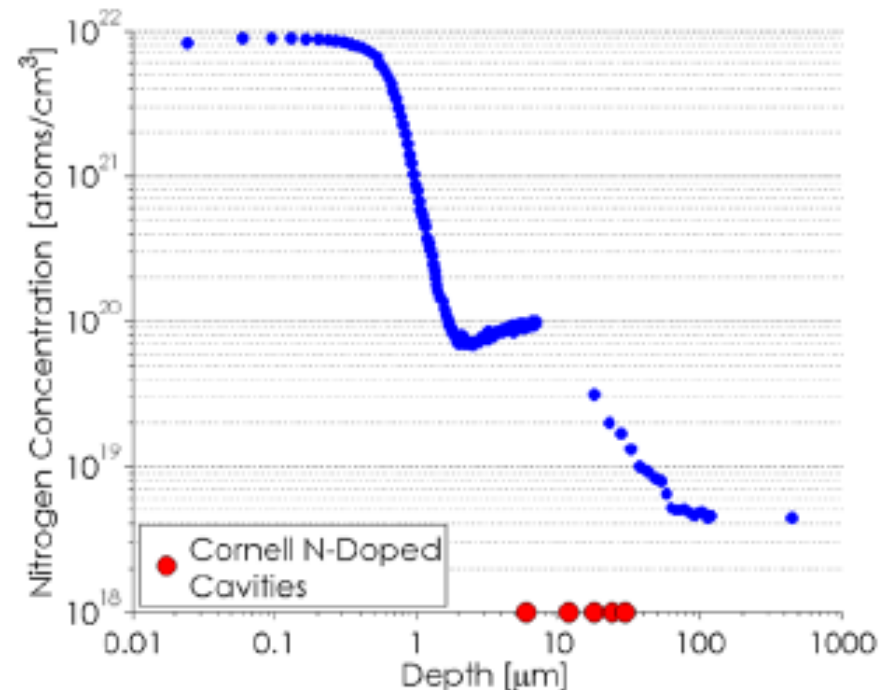


Best N doping recipe so far (high Q and highest gradients achieved on nine cells) is the one known as “Fermilab 2/6”: 800C 3 hrs in HV, then 2 min @ 800C with ~ 25 mTorr N2, then 6 min @ 800C in HV + 5 microns EP

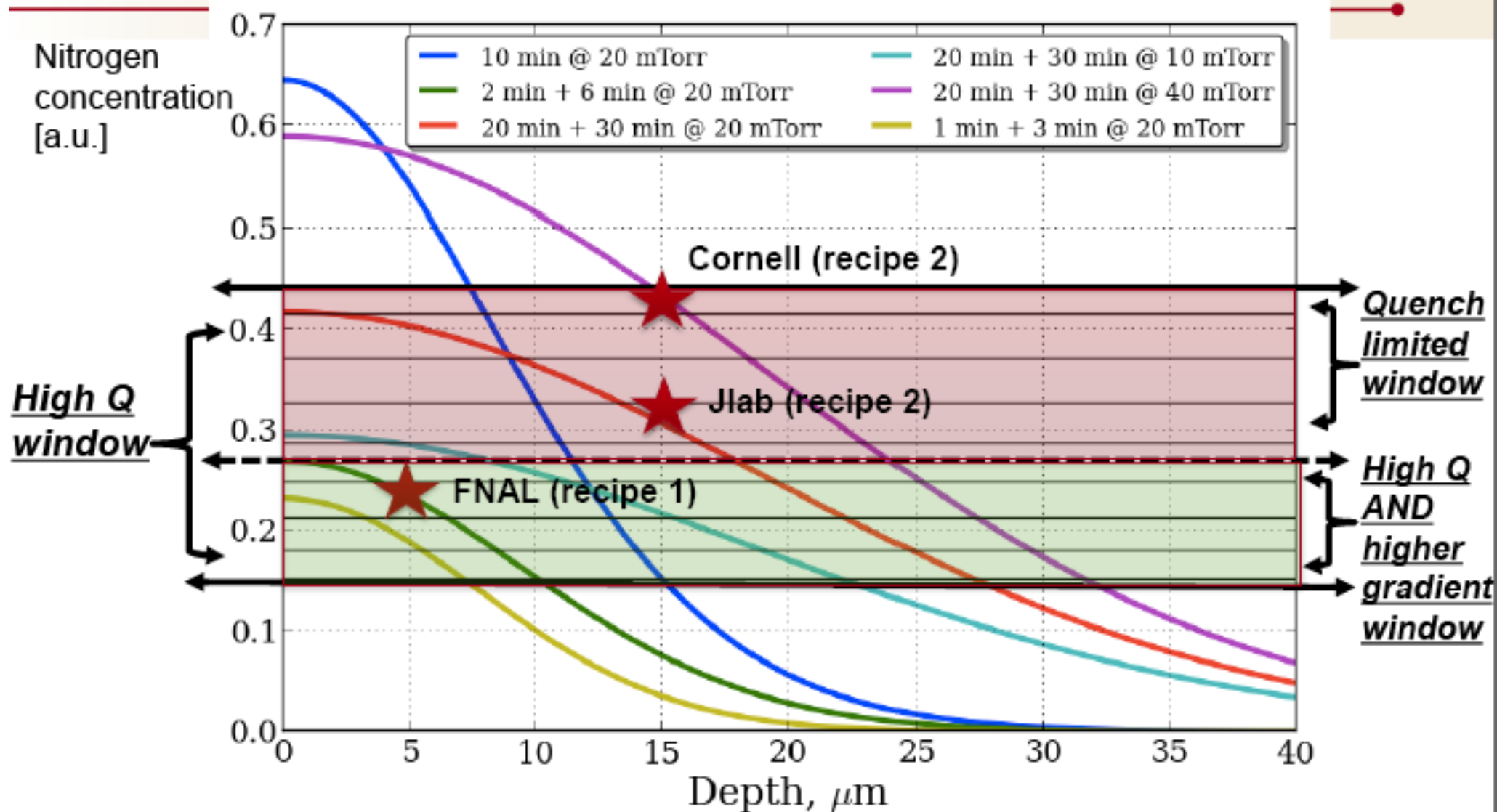
What does N treatment do? N depth profiles by SIMS



See A. Romanenko, talk at LINAC 2014, Geneva
And D. Gonnella et al, LINAC 2014, Geneva



Post bake EP ideal target: High Q with higher gradients window studies at FNAL



- Final recipe needs to be in the green window to obtain high Q with the higher quench fields
- Fermilab recipe already good enough for LCLS specs
- With more work we may do even better

LCLS-IIの仕様(空洞処理)

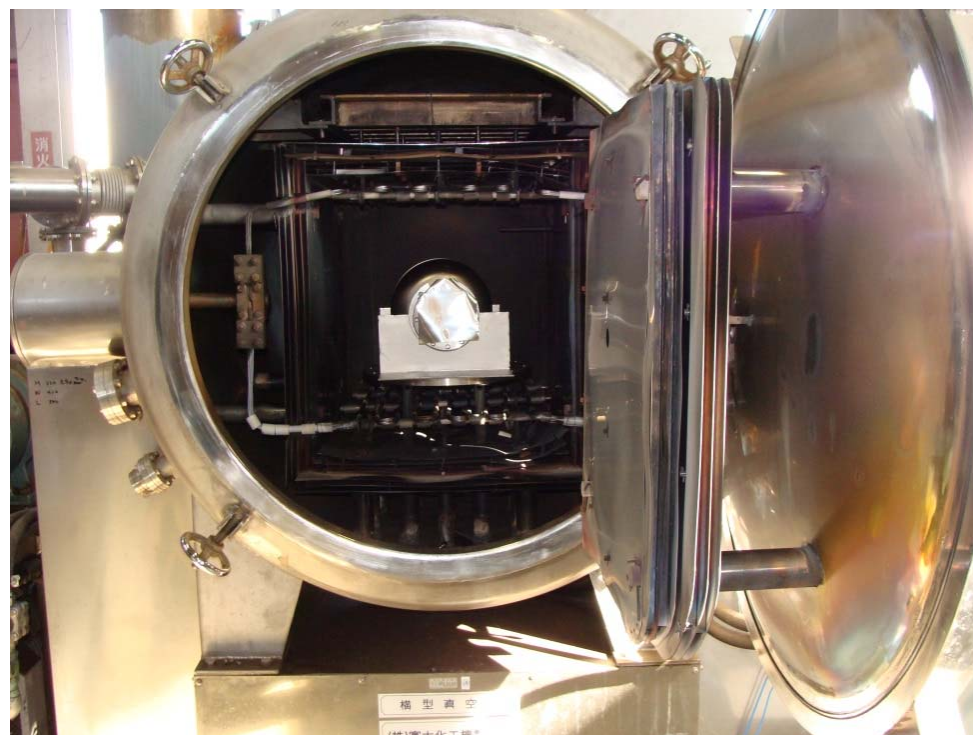
1. 空洞製造完了
 - ✓ 20-25°Cのセル温度で110umのEP
 - ✓ Pre-tuning, 内面検査、形状検査
2. 超音波洗浄 & 超純水洗浄
3. 袋詰めして、アニールの場所へ
4. アニール(N2 dope)
5. 内面検査 & field flatness確認
6. EP(セル温度: 20-25°C, 5-30um)
7. 超音波洗浄(脱脂) & 超純水洗浄
8. HPR
9. 部品洗浄 ⇒ アセンブリ、リークチェック
10. (Heジャケット溶接)
11. 形状測定 & 周波数測定
12. 輸送

N-dope: parameter 1 (FNAL)

800deg, 3h +
3.3Pa N-dope, 2min +
800deg, 6min

小型真空炉での窒素ドーピング作業

- R-2 (Fine grain単セル) 空洞に、窒素ドーピングを施した
- 機械工学センターの単セル空洞用小型炉にて実施
- 真空度によるヒーターのインターロックは殺した状態で、今回一連の作業を行った。
- 窒素導入は、真空度をモニターしながらマニュアルバルブにて行った。

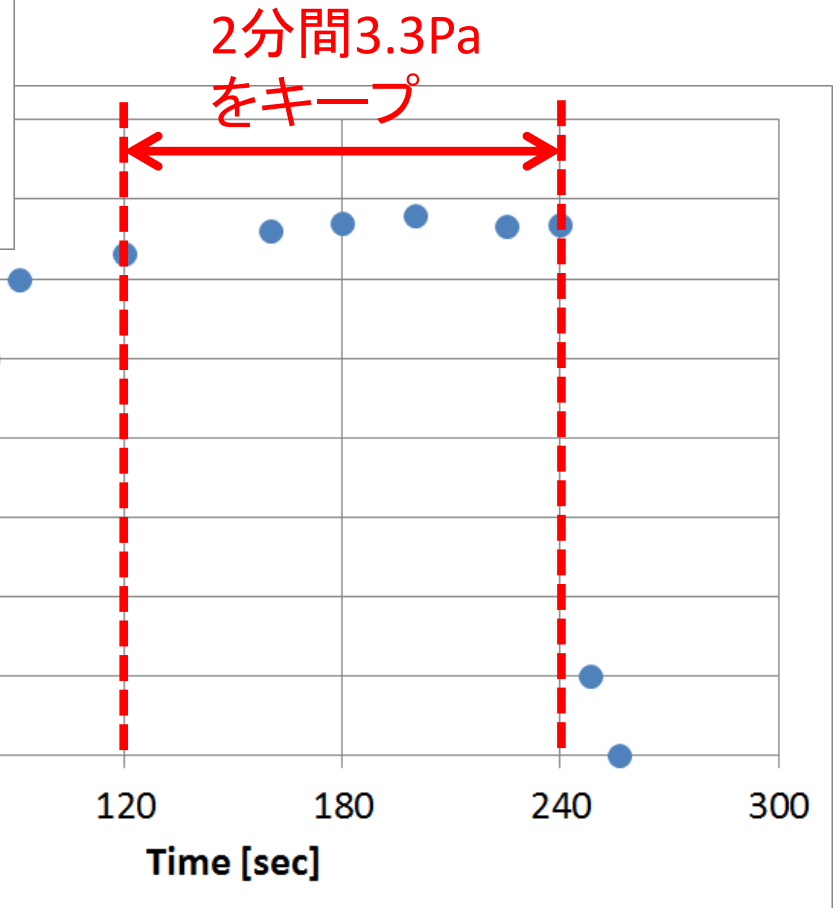
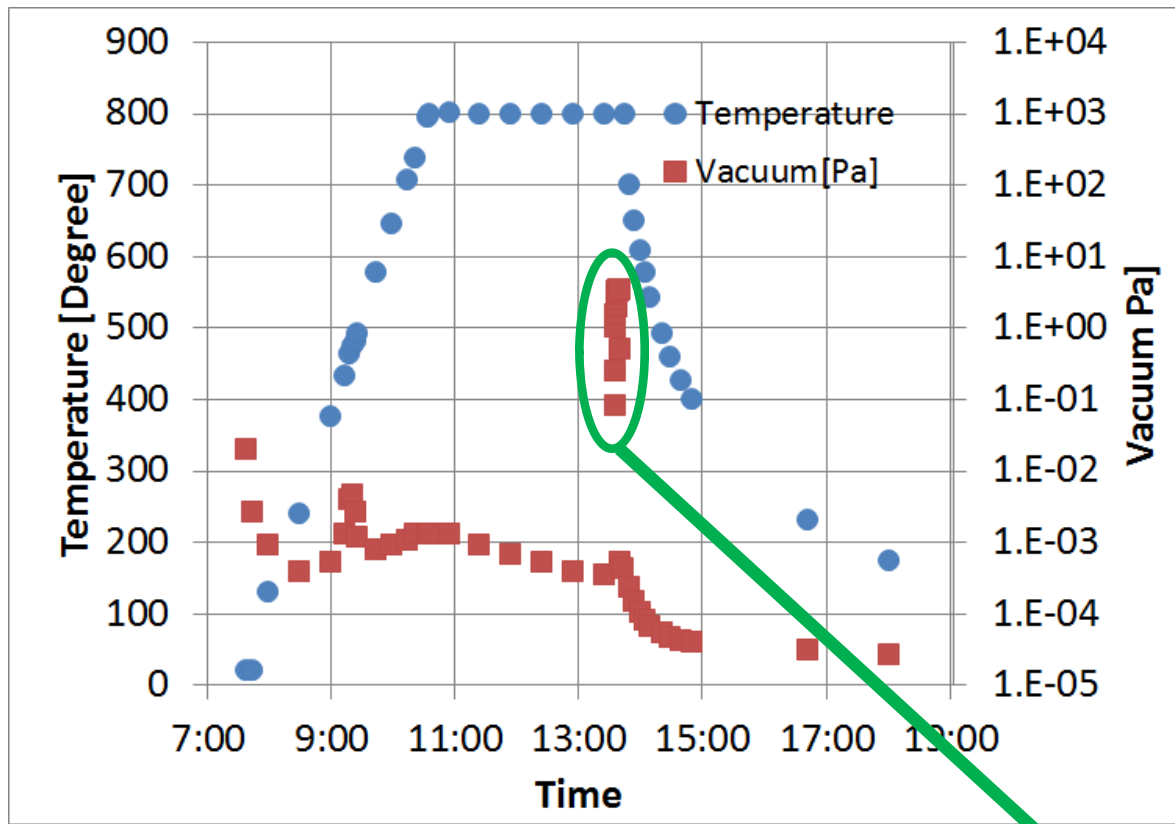


窒素導入の様子



- ・ 真空度をモニターしながら、マニュアルバルブを操作して、ドープする窒素の圧力を制御する
- ・ Diffusion pumpで引きながら(クライオポンプはない)窒素導入を行っている。

1st N-dope (light doping)

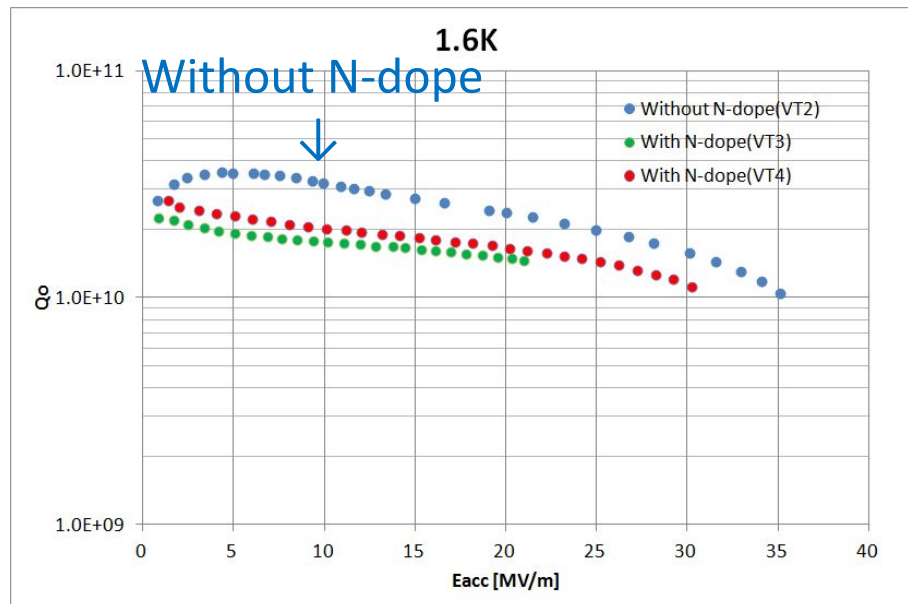
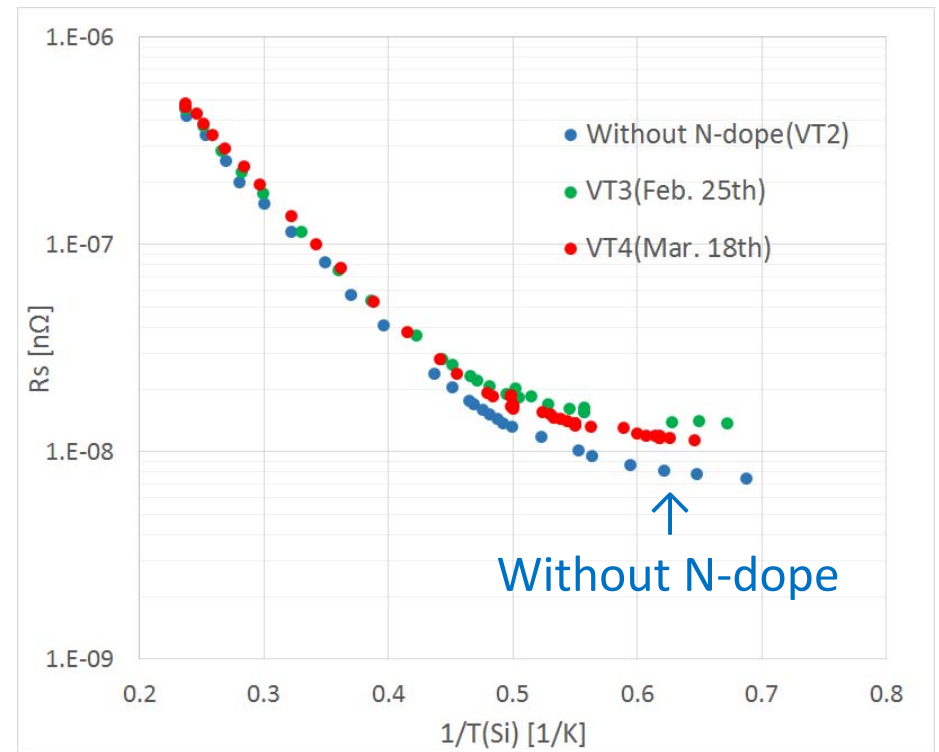
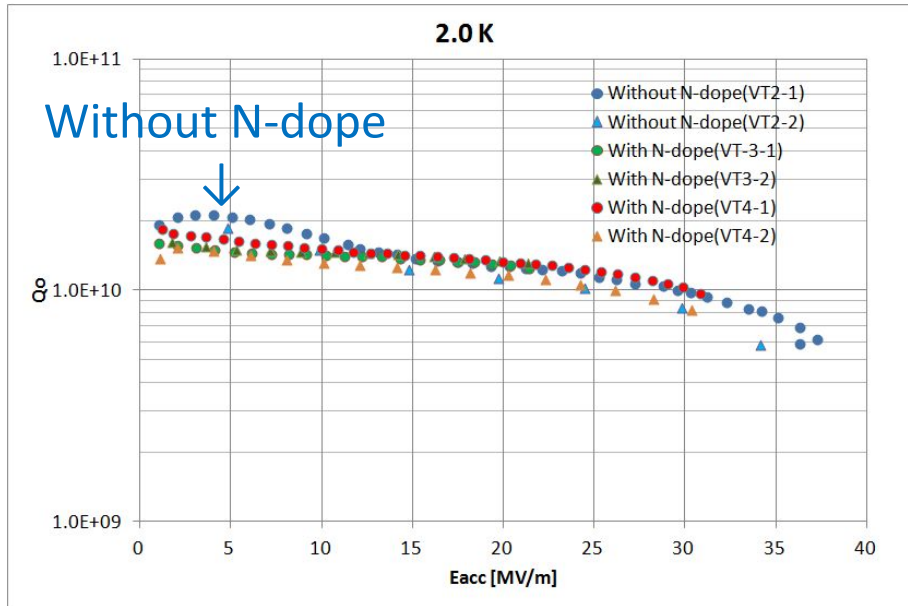


- 3時間かけて800度へ
- 800度で3時間キープ
- 窒素ドーピング
 - 約2分で安定状態へ
 - 2分間3.3Paをキープ
 - バルブclose後は数秒で真空下がる
- 800度で6分キープ
- ヒーターOFFして自然降温

東京電解Fine grain単セル空洞の履歴

Date	Process	Details
2014/7	EP-1	100um
2014/7	Anneal	750deg, 3h
2014/8	EP-2(1)	20um EP-2, PR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2014/9/4	VT(1)	
2015/1	EP-2(2)	20um EP-2, PR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/1/22	VT(2)	Confirm Eacc and Qo
2015/2/9	N-dope(1)	800deg, 3h + 3.3Pa N-dope, 2min + 800deg, 6min
2015/2/17	EP-2(3)	5um EP-2, HPR, Assembly
2015/2/25	VT(3)	
2015/3/10	EP-2(4)	10um EP-2, PR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/3/18	VT(4)	

縦測定結果



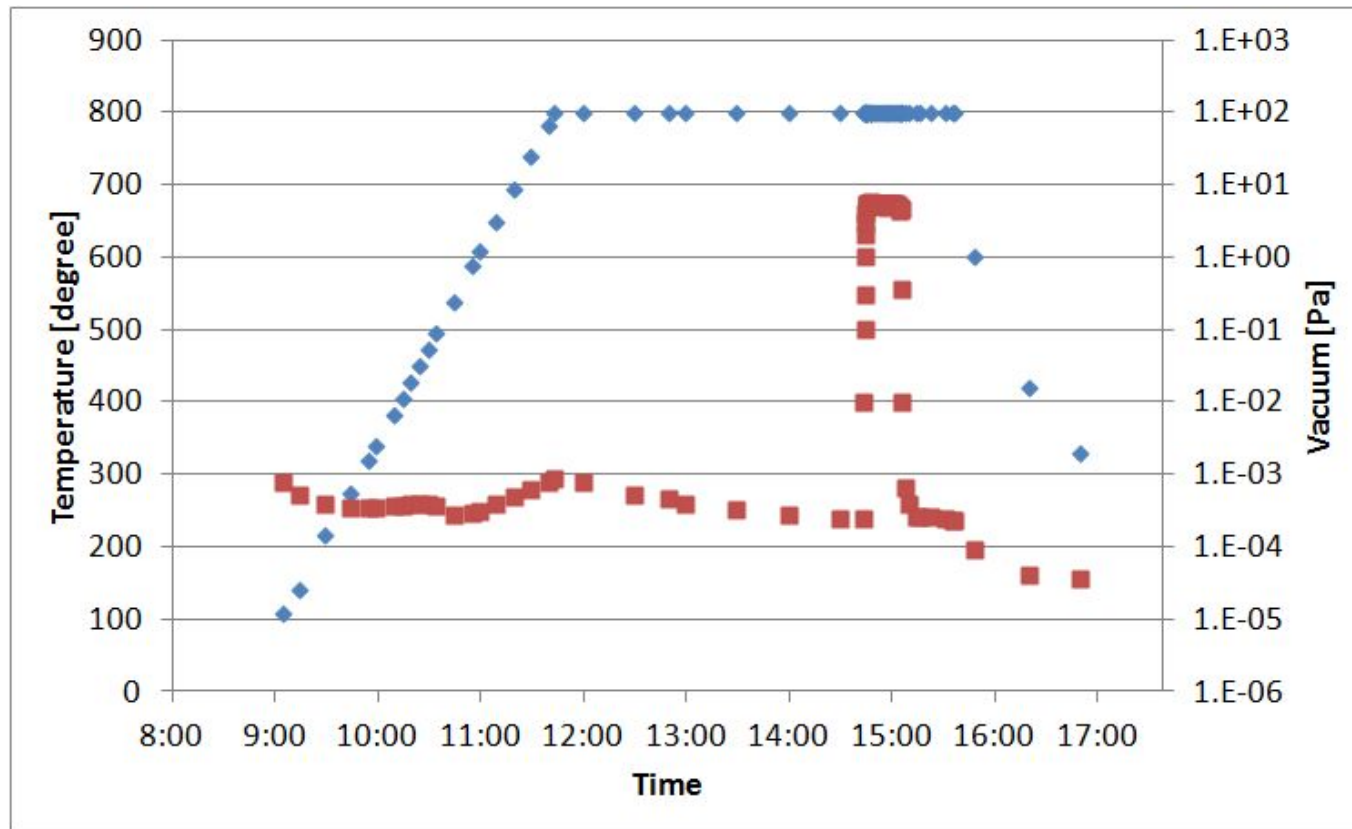
- ・窒素ドーピングの後、5 μm + 10 μm のEP-2をして2回の縦測定を行った。
- ・Q値は劣化してしまい、窒素ドーピング無しの性能を超えることはできなかった。
- ・Quench fieldは下がった。22MV/m & 30MV/m。(他の研究所の窒素ドーピングの結果とconsistent)

N-dope: parameter 2(Cornell)

800deg, 3h +
5.5Pa N-dope, 20min +
800deg, 30min

2回目の窒素ドーピング

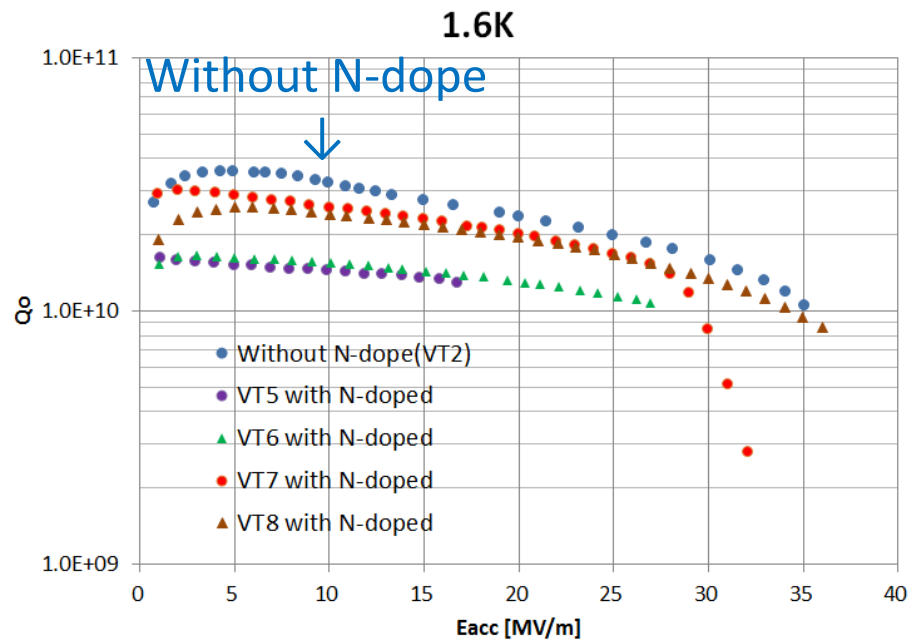
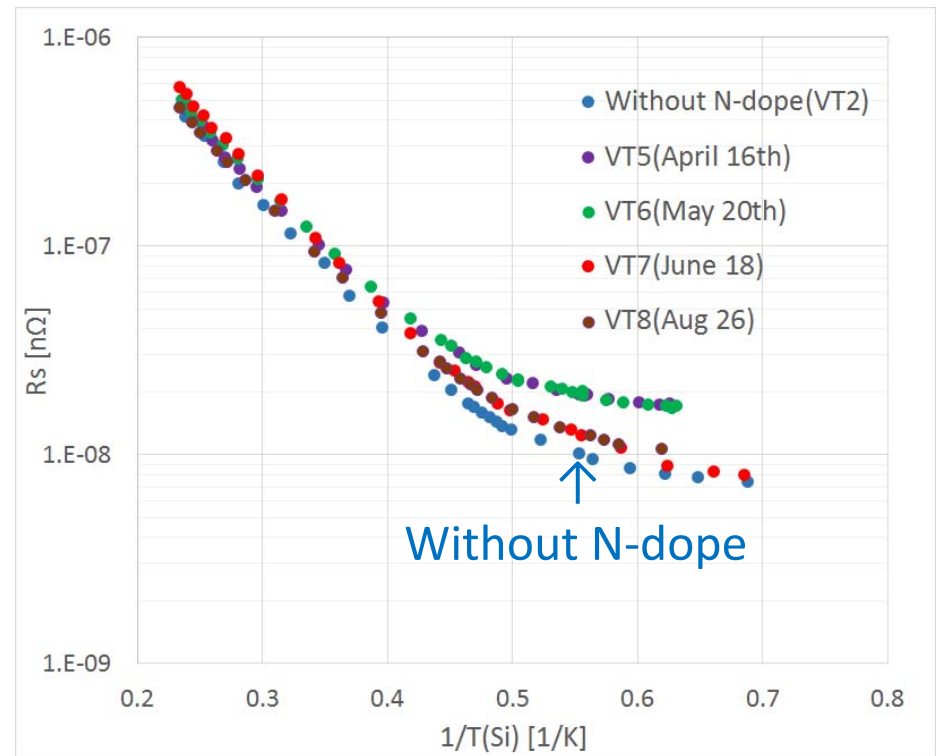
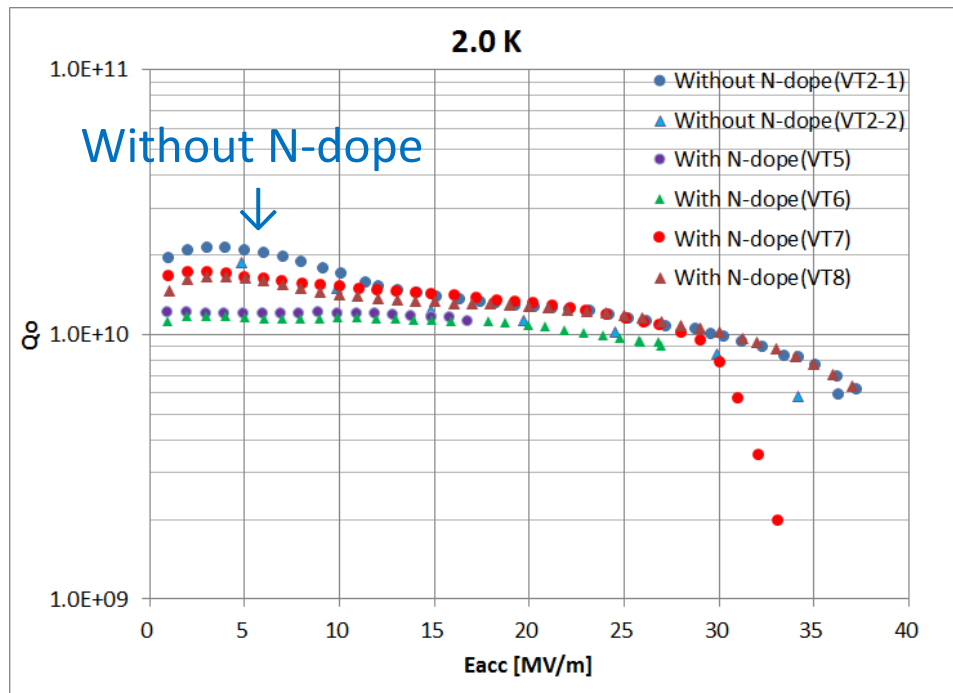
- FG単セル空洞を使用(1回目の窒素ドーピングと同じ空洞)
- 今回も小型真空炉にて窒素ドーピングを行った。
- 2回目の窒素ドーピングではdeep dopingと呼んでいるCornellのパラメーターに近い物を採用
- 800度・3時間(真空) + 20分ドーピング(800度・5.5Pa N₂) + 800度・30分(真空) → 自然冷却



東京電解Fine grain単セル空洞の履歴

Date	Process	Details
2015/2/9	N-dope(1)	800deg, 3h + 3.3Pa N-dope, 2min + 800deg, 6min
2015/2/17	EP-2(3)	5um EP-2, HPR, Assembly
2015/2/25	VT(3)	
2015/3/10	EP-2(4)	10um EP-2, PR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/3/18	VT(4)	
2015/4/3	N-dope(2)	800deg, 3h + 5.5Pa N-dope, 20min + 800deg, 30min
2015/4/7	EP-2(5)	15um EP-2, PR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/4/16	VT(5)	
2015/5/11	EP-2(6)	10um EP-2, PR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/5/20	VT(6)	
2015/6/9	EP-2(7)	10um EP-2, PR, Assembly
2015/6/18	VT(7)	
2015/8/18	EP-2(8)	10um EP-2, PR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/8/27	VT(8)	

縦測定結果



- ・窒素ドーピングの後、15 μm + 10 μm + 10 μm + 10 μm のEP-2をして4回の縦測定を行った。
- ・今回もQ値は劣化。窒素ドーピング前の性能を超えることはできなかった。
- ・Quench fieldはやはり下がって、最初は17MV/m。EPをやるごとに回復。
- ・Quenchの場所は毎回異なる。

N-dope: parameter 3

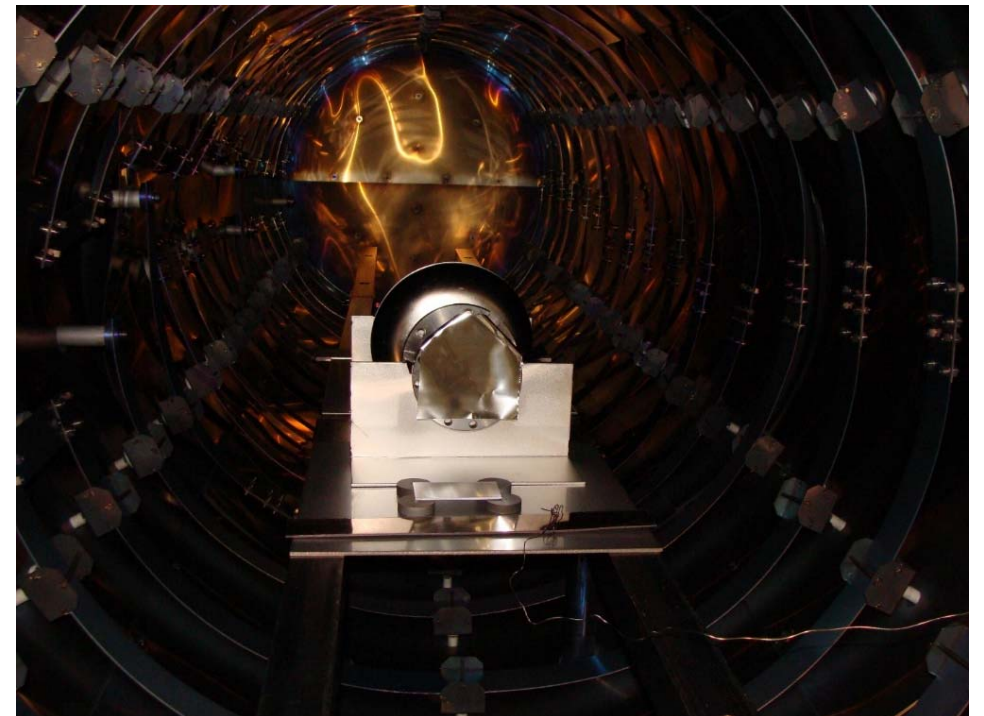
800deg, 3h +
2.7Pa N-dope, 20min +
800deg, 30min

3回目の窒素ドーピング(今回は大型真空炉)

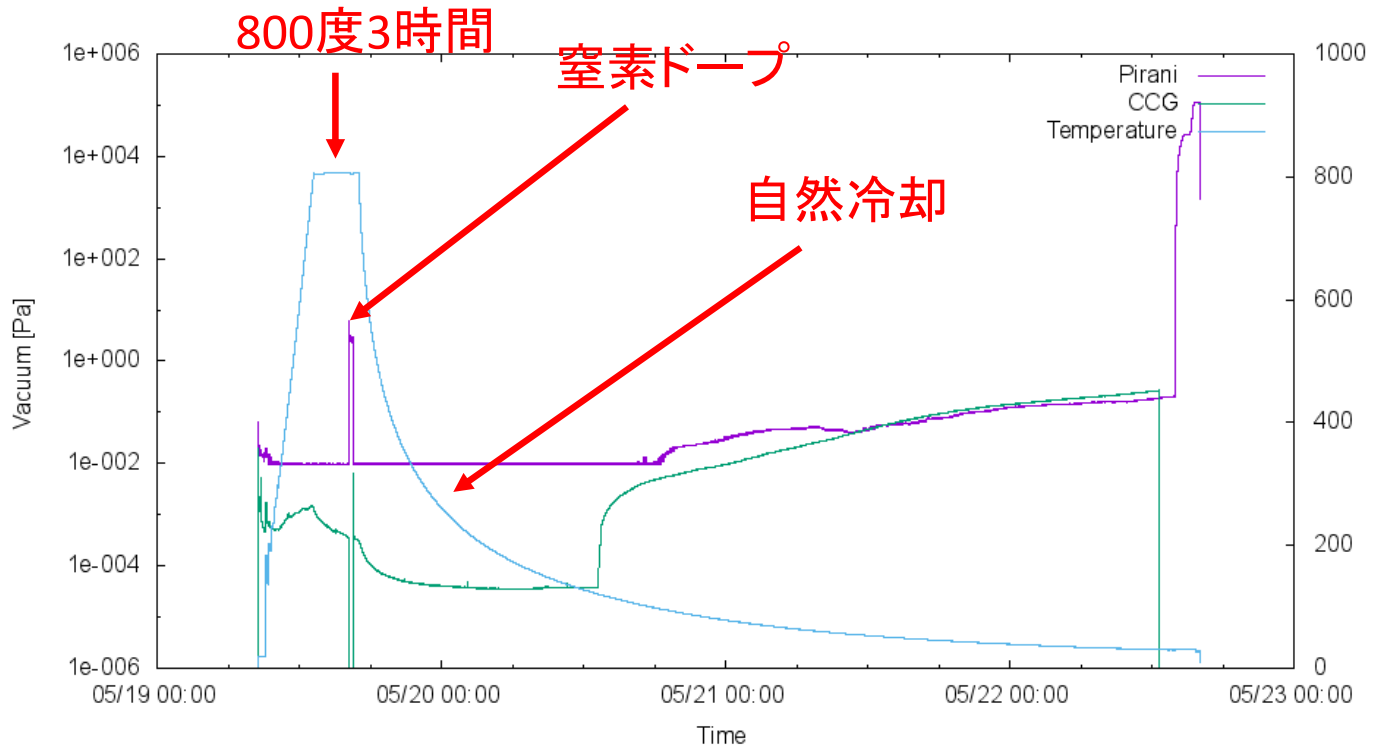


窒素導入用バルブ

- ・マニュアルバルブ
- ・Variable leak valve (PCでの遠隔制御)

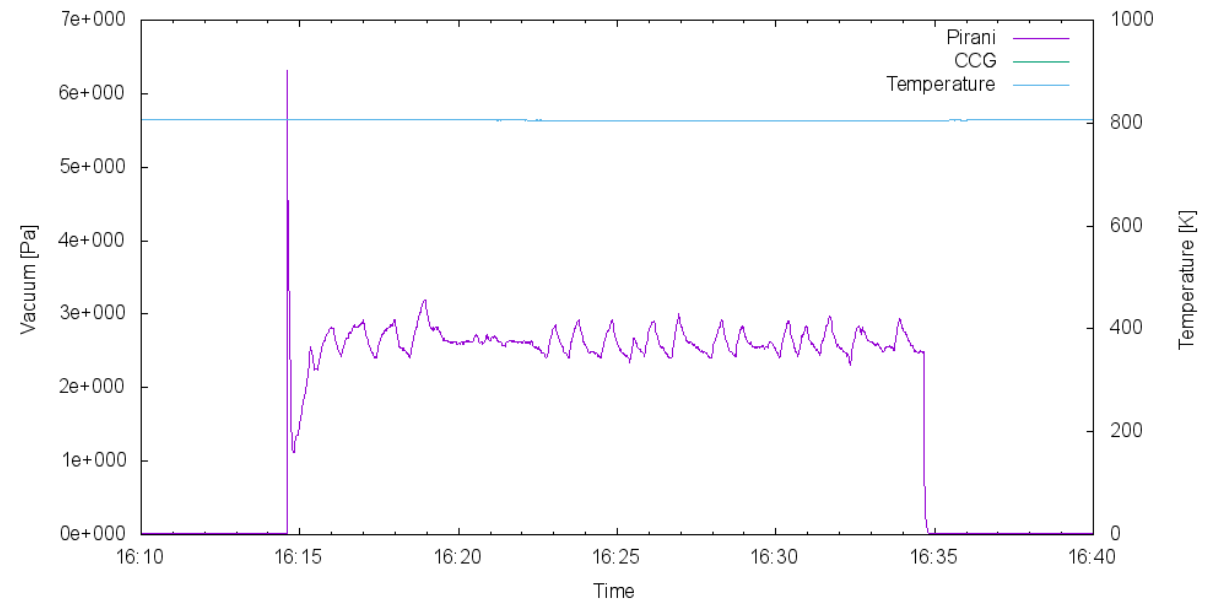


窒素ドーピングの様子(5/19~5/22)



- 3時間アニール後
- 20分窒素導入(~2.7Pa)
- 30分800度キープ
- 自然降温

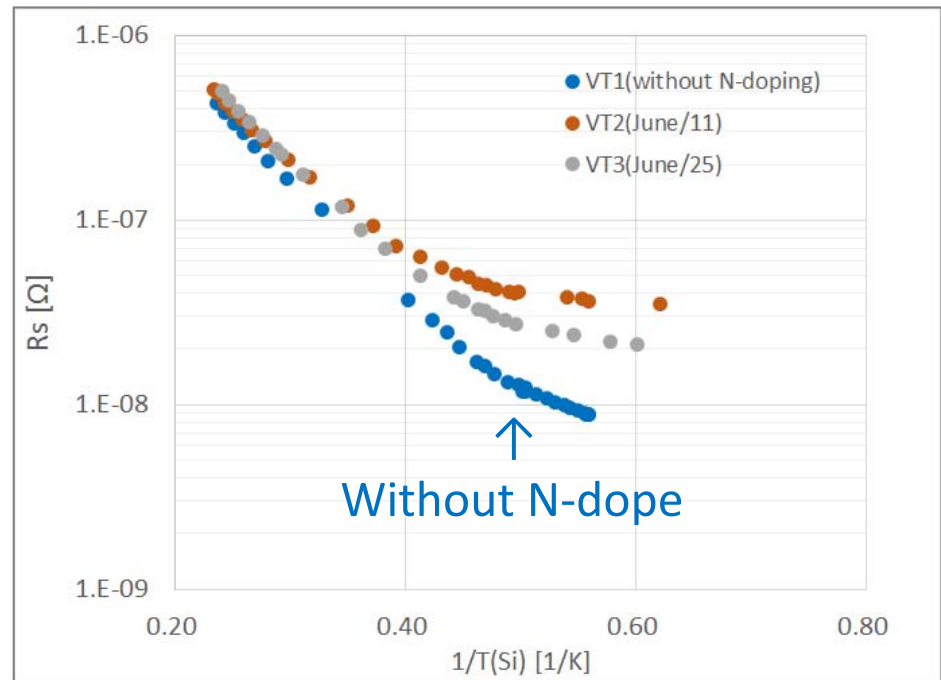
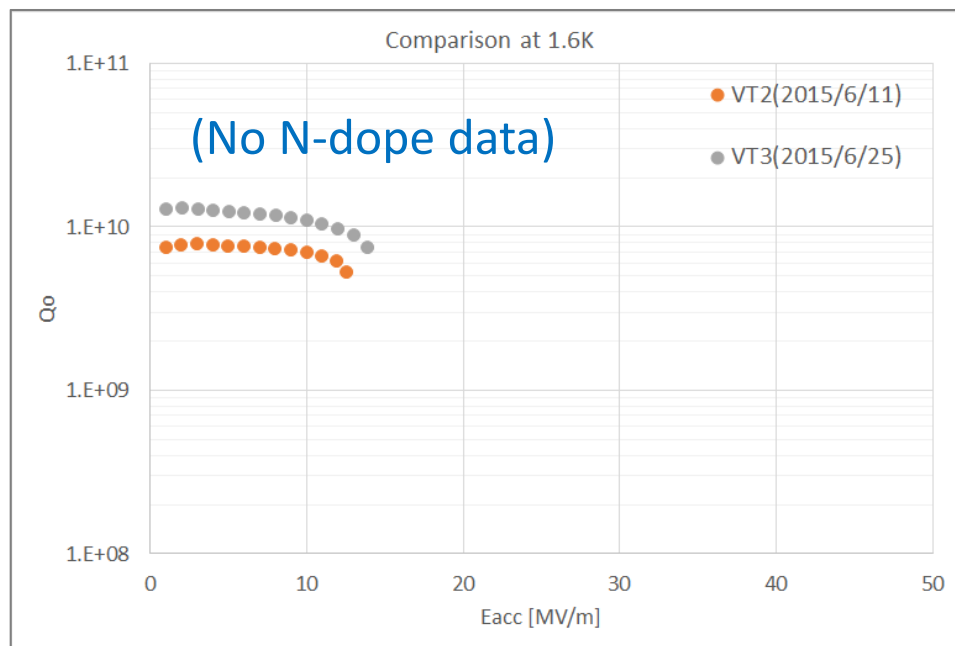
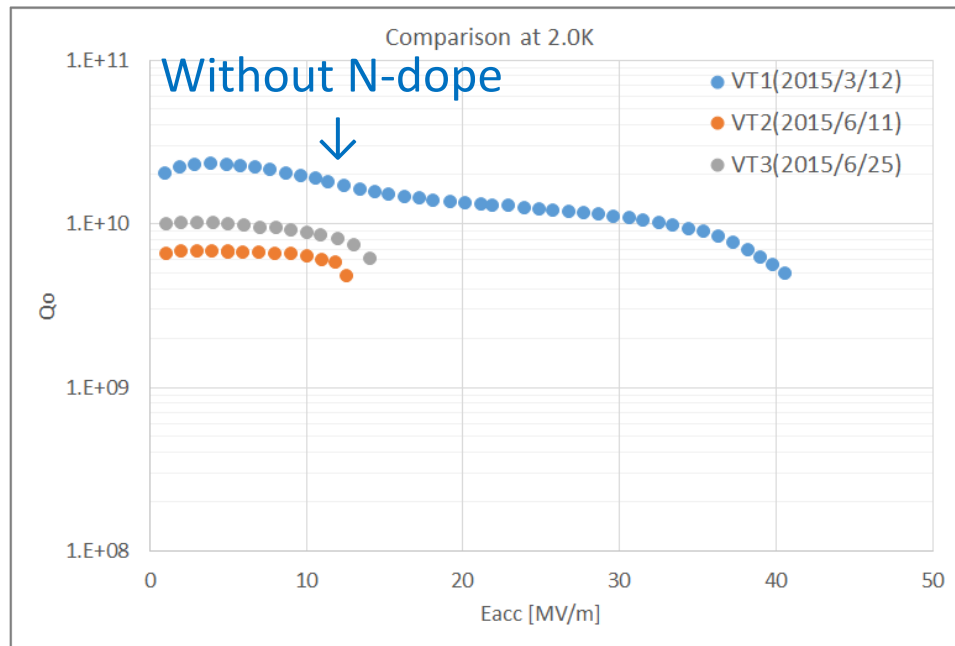
- 入れ始めに多少もたついた
- 2.7Paに到達するまでに約1分かかってしまった。(目標10秒)



ULVAC Fine grain単セル空洞の履歴

Date	Process	Details
2015/2/12	EP-1	100um
2015/2	Anneal	750deg, 3h
2015/3/3	EP-2(1)	20um EP-2, HPR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/3/12	VT(1)	Confirm Eacc and Qo
2015/5/19	N-dope(1)	800deg, 3h + 3.3Pa N-dope, 2min + 800deg, 6min
2015/6/2	EP-2(2)	15um EP-2, HPR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/6/11	VT(2)	
2015/6/16	EP-2(3)	15um EP-2, HPR, Assembly, Baking(140deg, 48hours)
2015/6/25	VT(3)	

縦測定結果



- ・窒素ドーピングの後、15 μm + 15 μm のEP-2をして2回の縦測定を行った。
- ・今回は更にひどくQ値が劣化。1 $\times 10^{10}$ に届くか届かないか。
- ・Quench fieldは13MV/m。
- ・2回目のEPで、Q値、quench fieldともに少しだけ回復。
- ・Quenchの場所は、今回はほぼ同じ。

考察

窒素ドーピングで良い結果が得られていない原因としては以下の2つが考えられる。

1. ニオブ表面が正しく窒素ドーピングされていない。

- 窒素ドーピングのやり方がそもそも何か間違えている
- 真空炉の真空ポンプの違い (KEKはdiffusion pump、他の研究所はcryopump)

2. 縦測定クライオスタットの環境磁場を拾っている。

- 窒素ドーピングの空洞は、環境磁場に対しsensitiveと言われている。(冷却時に通常のドーピング無しのEP空洞と比較して数倍の磁場をトラップする)
- このsensitivityは冷却速度(slow / fast cooling)にも依存する。
- KEKの縦測定クライオスタットの磁場の測定値は十数mG。通常のEP空洞での10nΩ弱に相当する。

今後の対策

• 窒素ドーブしたNbサンプルの表面分析

- GDS(glow discharge spectrometer)という手法で表面分析を行ったが、感度が足りなかった。
- より感度の高い分析手法にて、表面分析を行う。

• KEKで窒素ドーブした空洞の海外の研究所での測定

- FNALおよびJ-labで測定をしても良いとの回答をもらった。
- 良い磁場環境下での性能評価を行う。

• KEKの縦測定エリアの改善

- まずはモニター類の増強。Flux gate sensor(磁場測定)、温度センサーなど。
- 磁気シールドの増強、またはコイルによる磁場キャンセルなどによる磁場環境の改善。
- 冷却手法の確立。
- 縦測定に用いている治具等の見直し。

まとめ

- FNAL, J-lab, Cornellなどで行っている窒素ドーピングの手法を再現すべく、KEKにおいても窒素ドーピングを試みた。
- 機械工学センターの単セル用小型真空炉と9セル空洞用大型真空炉に、窒素ドーピング用のシステムを構築し、窒素ドーピングを行った。
- 導入する窒素の量・時間を変えた3つの条件下での窒素ドーピングを行った。
- 窒素ドーピング後EPで表面を削り、縦測定を行った。
- Q値は窒素ドーピング前より劣化してしまい、2.0Kで 3×10^{10} のような高いQ値を得ることはできなかった。
- Quench fieldは窒素ドーピングの特徴を良く再現しており、ドーピングすると下がって、EPをすると回復していく様子が見られた。
- また、Quenchする場所(発熱箇所)は、測定ごとにほとんどばらばらであった。
- Nbサンプルでの表面分析、良い磁場環境での性能評価、KEKの縦測定システムの改善などを、引き続き行っていく。