

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Лаборатория ядерных проблем им. В.П. Джелепова

*На правах рукописи*

**Азарян Николай Сергеевич**

**СВЕРХПРОВОДЯЩИЕ УСКОРЯЮЩИЕ РЕЗОНАТОРЫ  
ИЗ НИОБИЯ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННЫХ ЛИНАКОВ**

Специальность 01.04.20 – физика пучков заряженных частиц  
и ускорительная техника

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель  
чл.-корр. РАН,  
д.ф.-м.н., **Ширков Г.Д.**

Научный консультант  
д.т.н., **Поболь И.Л.**

Дубна – 2018

# Оглавление

Благодарности .....	3
<b>Введение</b> .....	4
Общая характеристика работы.....	4
Линейные электронные ускорители с нормально- и сверхпроводящими СВЧ-структурами .....	9
Современные технологии изготовления сверхпроводящих резонаторов.....	17
<b>Глава 1. Изготовление деталей сверхпроводящего одноячеечного резонатора на частоту 1.3 ГГц...</b>	<b>21</b>
1.1. Проектирование полужеек резонатора .....	22
1.2. Материал для изготовления сверхпроводящих резонаторов.....	25
1.3. Исследование листового материала и отработка технологии химического травления ниобия.....	31
1.4. Гидроударная штамповка ниобия .....	42
1.4.1. Статические испытания металлов.....	44
1.4.2. Динамические испытания металлов.....	49
1.4.3. Штамповка полужеек резонаторов и точность изготовления.....	53
1.5. Механическая обработка деталей резонатора.....	57
Выводы Главы 1 .....	60
<b>Глава 2. Электронно-лучевая сварка ниобия</b> .....	<b>62</b>
2.1. Оработка режимов ЭЛС на листовом ниобии .....	66
2.2. Анализ полученных сварных соединений.....	68
2.3. Сварка деталей резонатора.....	76
Выводы Главы 2 .....	79
<b>Глава 3. Испытания созданных одноячеечных резонаторов на частоту 1.3 ГГц.....</b>	<b>80</b>
3.1. СВЧ-испытания резонаторов .....	81
3.1.1. Измерение собственной частоты .....	82
3.1.2. Измерение добротности.....	85
3.2. Устройство связи с СВЧ трактом для одноячеечного резонатора на частоту 1.3 ГГц .....	88
3.3. Стенд для испытаний резонаторов при температуре жидкого гелия .....	92
3.4. Результаты СВЧ-испытаний резонаторов .....	97
Выводы Главы 3 .....	99
<b>Заключение</b> .....	<b>101</b>
Список литературы .....	103

*Посвящается моим родителям*

*Сергею и Ольге Азарян*

## **Благодарности**

Первые слова благодарности считаю необходимым высказать моему научному руководителю Г.Д. Ширкову и научному консультанту И.Л. Поболу за помощь на всех этапах выполнения диссертации, а также моим научным наставникам Ю.А. Будагову и Э.А. Перельштейну.

При написании работы автором в той или иной степени использованы результаты исследований, выполнявшихся в соавторстве с ведущими научно-исследовательскими центрами Республики Беларусь. Выражаю искреннюю признательность М.А. Батурицкому, В.А. Карповичу, В.Н. Родионовой (БГУ), А.А. Кураеву, А.К. Сеницыну (БГУИР), С.Е. Демьянову, Е.Ю. Канюкову (НПЦ НАНБ по материаловедению), А.Ю. Журавскому, А.И. Покровскому и С.В. Юревичу (ФТИ НАНБ) за плодотворную совместную работу.

Особую благодарность за ценные консультации и всемерное содействие работе выражаю Р. Кепард, С. Нагайцеву, Л. Ристори (Fermilab); В. Сингер, К. Сингер, А. Сулимову, Д. Костину, А. Матхайзен, Н. Валкер (DESY) и С.М. Полозову (МИФИ).

Пользуясь случаем, хочется выразить благодарность моим коллегам и руководителям, талантливым учёным ОИЯИ Д.Л. Дёмину, М.В. Ляблину, С.Б. Ворожцову, Г.А. Карамышевой, Ю.Г. Аленицкому, В.Л. Смирнову, Ю.И. Давыдову, В.В. Глаголеву, В.А. Беднякову, Г.В. Трубникову, а также университетским преподавателям П.Н. Белкину, Д.Е. Попову, И.Г. Дьякову, С.Ю. Шадрину и моим школьным учителям Е.В. Добровой, Н.А. Лебедевой.

Личную искреннюю признательность выражаю моей супруге Татьяне за твердую жизненную поддержку и уют.

# Введение

## *Общая характеристика работы*

### Актуальность темы исследования

Ускорители частиц на базе сверхпроводящих ускоряющих структур находят широкое применение во многих областях современной науки. Прежде всего – это экспериментальная физика элементарных частиц, где ускорители служат основным инструментом учёных.

Ярким примером выдающегося достижения современной физики является недавнее (2012 г.) обнаружение бозона Хиггса на Большом Адронном Коллайдере LHC на установках ATLAS и CMS. Для дальнейших экспериментов в рамках Стандартной Модели, поиска новых явлений и частиц за её пределами необходимо создание нового инструмента – электрон-позитронного коллайдера с энергией в центре масс от 500 ГэВ.

В сравнении с адронной машиной, такой как LHC, лептонный коллайдер обеспечит более оптимальное сочетание достаточной статистики с приемлемой систематикой и более благоприятным отношением эффект/фон. На сегодняшний день лидирующим проектом в этом направлении является Международный Линейный Коллайдер ILC, в котором ускоряющими структурами служат сверхпроводящие резонаторы на частоту 1.3 ГГц. В 2007 г. ОИЯИ присоединился к проекту ILC и предложил размещение коллайдера в Московской области в окрестностях г. Дубна.

Ряд научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ по проблематике ILC ведутся в ОИЯИ с 2007 г. в рамках темы первого приоритета. Один из основных этапов этих тем - проект по разработке собственной технологии изготовления сверхпроводящих резонаторов из ниобия на частоту 1.3 ГГц, выполненный в Лаборатории ядерных проблем (ЛЯП) в сотрудничестве с рядом ведущих научно-исследовательских центров Республики Беларусь.

### Цель и задачи работы

Изготовление сверхпроводящих резонаторов – это комплексный высокотехнологичный процесс, в котором задействованы последние достижения в криогенике, вакуумной технике, технологиях сварки, химии, материаловедении, СВЧ-технике. На сегодняшний день в странах-участницах ОИЯИ отсутствуют серийные технологии изготовления сверхпроводящих

резонаторов, и в первую очередь в работе ставилась задача освоения зарекомендовавших себя технологий с целью обеспечения проекта ИС дополнительным производителем резонаторов в сотрудничестве с учёными и специалистами ОИЯИ и стран-участниц. Эта постановка определила следующие цели:

1. Определить геометрические параметры резонаторов, отвечающих проектным параметрам ускорителя ИС и разработать техническое задание для их изготовления.

2. Создать экспериментальную базу, отвечающую современным критериям промышленного производства сверхпроводящих резонаторов, разработать технологию штамповки полуячеек, освоить технологию электронно-лучевой сварки высокочистого ниобия.

3. Создать экспериментальную базу для СВЧ-испытаний резонаторов при комнатной температуре и температуре жидкого гелия, измерить СВЧ-параметры первой опытной серии ниобиевых резонаторов, изготовленных по собственной технологии.

### **Научная новизна**

Предложен и реализован принципиально новый метод формирования ниобиевых полуячеек гидроударной штамповкой, ранее не применявшийся для изготовления СВЧ-резонаторов.

Впервые экспериментально определена предельная степень вытяжки при гидроударной штамповке ниобия высокой чистоты. Созданная оригинальная технология удовлетворяет требованиям производства сверхпроводящих ниобиевых резонаторов.

Разработано и запатентовано уникальное устройство связи, обеспечивающее эффективное возбуждение резонатора и оптимальную передачу в резонатор СВЧ мощности.

### **Практическая значимость работы**

Впервые в научных центрах стран-участниц ОИЯИ реализован комплекс технологических процедур изготовления сверхпроводящих резонаторов из высокочистого ниобия для ускорителей заряженных частиц. Испытания опытной серии сверхпроводящих резонаторов показали: их качество удовлетворяет современным требованиям и при внедрении в промышленное производство отечественные резонаторы могут быть конкурентоспособными по сравнению с зарубежными аналогами. Опыт создания и исследования ниобиевых резонаторов нашёл продолжение в ОИЯИ в проекте протонного инжектора ускорительного комплекса НИКА.

### **Положения, выносимые на защиту:**

1. Результаты расчётов геометрических параметров резонатора на частоту 1.3 ГГц в соответствии с проектными параметрами ускорителя ИС для изготовления одноячеечного резонатора.

2. Экспериментальная база для полного производственного цикла изготовления одноячеечных резонаторов, ранее отсутствовавшая в ОИЯИ и научных центрах стран-участниц. Результаты отработки технологического процесса гидроударной штамповки высокочистого листового ниобия, обеспечивающих полную вытяжку заготовки при требуемой проектной точности изготовления.

3. Результаты отработки режимов электронно-лучевой сварки особоочистого ниобия, отвечающих критериям промышленного производства сверхпроводящих резонаторов для ИС.

4. Метод прецизионного измерения ультравысоких собственных добротностей сверхпроводящих резонаторов в диапазоне  $10^8 - 10^{10}$ , основанный на возбуждении колебаний в резонаторе электронным потоком.

5. Устройства связи, обеспечивающее эффективное возбуждение резонатора на уровне согласования не хуже  $KCB = 1.01$ .

6. Экспериментальная база для исследований одноячеечных СВЧ-резонаторов при комнатной температуре и температуре жидкого гелия. Результаты СВЧ испытаний первой опытной серии ниобиевых резонаторов, изготовленных с применением технологии гидроударной штамповки.

### **Степень достоверности и апробация работы**

При выполнении работы получен патент [1], основные результаты опубликованы в пяти рецензируемых журналах [2 – 6]. Всего результаты работы представлены в 16 научных публикациях [2 – 17], и в 12 докладах, в том числе на международных конференциях:

- 15, 16, 17, 18 Международная научная конференция молодых учёных и специалистов ОИЯИ (ОМУС-2011, ОМУС-2012, ОМУС-2013, ОМУС-2014), Дубна, Россия.

- 23 Всероссийской конференции по ускорителям заряженных частиц (RuPAC 2012) , Санкт- Петербург, Россия.

- X-Ray Free Electron Laser school (XFEL 2012), Анси, Франция.

- 4 International Particle Accelerator Conference (IPAC'13), Шанхай, Китай.

- 8 and 9 International Kharkiv Symposium on Physics and Engineering of Microwaves, Millimeter and Submillimeter Waves (MSMW'2013, MSMW '2016), Харьков, Украина.

- 16 Международная научно-техническая конференция "Технологии и оборудование ЭЛС-2014", Санкт-Петербург, Россия.

- TESLA Technology Collaboration at DESY, 2014 г., Гамбург, Германия.

- TESLA Technology Collaboration at KEK, 2014 г., Цукуба, Япония.

Из представленного списка докладов 7 доложены лично автором, его доклад на конференции RuPAC-2012 удостоен Диплома 2-й степени на конкурсе молодых учёных – участников конференции.

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием аттестованных измерительных средств и апробированных методик, а также хорошей воспроизводимостью результатов. Разработанные и созданные стенды для проведения СВЧ-испытаний резонаторов, а также применённые методики измерений сперва были отработаны на готовом одноячеечном Nb-резонаторе, полученном в рамках международного сотрудничества по программе ILC из Национальной ускорительной лаборатории им. Э. Ферми (США) – этот резонатор был принят в качестве эталонного образца.

### **Личный вклад**

Личное участие автора в работах, составляющих основу диссертации, является определяющим. При его непосредственном участии выполнено научное планирование и координирование всех этапов НИОКР, обеспечившее создание первой опытной серии сверхпроводящих резонаторов из ниобия на частоту 1.3 ГГц.

В соавторстве проведены теоретические расчёты по оптимизации геометрии резонатора, по результатам которых при определяющем участии автора создано Техническое задание на изготовление резонатора.

Как лично автором, так и в соавторстве, экспериментально исследованы свойства ниобия разных производителей. Автор предложил постановку и лично участвовал в экспериментах по травлению ниобия, имевших целью отработку режимов химической очистки материал. При участии автора спроектирована специализированная технологическая оснастка для ключевых этапов производства деталей резонаторов, отработаны режимы электронно-лучевой сварки резонатора. В соавторстве впервые получена диаграмма штампуемости особолистого ниобия для метода гидроударной штамповки.

Разработано и запатентовано в соавторстве устройство связи для СВЧ-испытаний резонаторов. При определяющем участии автора выбраны и реализованы методики СВЧ-измерений, созданы экспериментальные стенды и проведены испытания готовых резонаторов.

Как в соавторстве, так и лично выполнена апробация результатов исследования. Большинство публикаций и докладов по теме диссертации подготовлены и представлены лично автором.

### **Структура и объём диссертации**

Диссертация состоит из введения, трёх глав, заключения и списка литературы. Общий объём диссертации составляет 108 страниц, включает в себя 51 рисунок и 12 таблиц. Для обозначения рисунков и таблиц применена сквозная нумерация. Список литературы содержит 94 цитируемых источника.

## **Линейные электронные ускорители с нормально- и сверхпроводящими СВЧ-структурами**

Линейные ускорители [18 – 20] принадлежат к числу самых старых типов ускорителей, принцип действия которых был предложен ещё шведским физиком Густавом Изингом в 1925 г. и впервые построен в Германии в 1928 г. Рольфом Видероэ, норвежцем по происхождению. Прибор Видероэ был чисто демонстрационным, а первый «рабочий» линейный ускоритель построили в 1932 году сотрудники Кавендишской лаборатории Джон Кокрофт и Эрнест Уолтон, спустя 19 лет удостоенные Нобелевской премии за расщепление ядер на созданной ими установке. К настоящему времени апогеем развития линейных ускорителей являются два международных проекта – Компактный Линейный Коллайдер CLIC [21] с «тёплыми» (т.е. нормальнопроводящими) ускоряющими структурами и Международный Линейный Коллайдер ILC [22], основанный на применении сверхпроводящих резонаторов [23 – 25].

Основным преимуществом линаков является возможность получения ультрамалых эмиттансов и отсутствие потерь энергии на излучение, которые растут пропорционально четвёртой степени энергии частиц.

Увеличение энергии частиц в любом ускорителе есть результат взаимодействия электрического поля с её зарядом, в процессе которого энергия поля передаётся заряженной частице. Электрическое поле может создаваться различными способами и иметь разный характер. По принципу действия линейные ускорители образуют следующие обособленные группы: высоковольтные ускорители, линейные индукционные ускорители и линейные резонансные ускорители. Термин "линок" чаще применяется к последней группе. Здесь будет дан обзор ускоряющих структур резонансных линейных ускорителей, в которых ускорение происходит электрическим полем, получаемым в высокочастотных резонаторах.

Несмотря на различие в схемах построения во всех линейных ускорителях, в связи с однократным прохождением ускоряемых частиц через ускоряющие зазоры применяют сильные ускоряющие поля. Это приводит к необходимости использовать мощные генераторы для создания ускоряющих полей, тем самым ограничивая применение линаков для ускорения тяжёлых частиц в области высоких энергий, где более выгодно применять циклические ускорители. В последнем случае линейные ускорители тяжёлых частиц используются как инжекторы. Это ограничение не распространяется на линейные ускорители электронов, которые находят применение вплоть до самых высоких энергий.

В линейных резонансных ускорителях частицы ускоряются высокочастотным электрическим полем, двигаясь синхронно (в резонанс) с изменениями поля. Ускоряющее ВЧ поле в линаках можно получить различными способами:

- созданием переменного во времени электрического поля в зазоре между дрейфовыми трубками, на которые подаётся потенциал от ВЧ-генератора;
- возбуждением электромагнитной волны в диафрагмированных волноводах;
- возбуждением электромагнитных колебаний в объёмных резонаторах;
- в высокочастотных электрических квадрупольях.

Преимущество применения ВЧ резонаторов очевидно из соображений рационального использования поступающей в ускоряющую структуру мощности. Целесообразнее использовать резонансную систему, в которой реактивная мощность внутри резонансного контура на несколько порядков превышает активную мощность, потребляемую от высокочастотного генератора для компенсации потерь в колебательном контуре.

Наилучшим резонансным контуром является полый резонатор, обладающий высокой добротностью контура:

$$Q = \frac{P_p}{P_a},$$

где  $P_p$  – реактивная мощность в ускоряющем промежутке,  $P_a$  – активная мощность, потребляемая ВЧ генератором.

Резонаторы должны иметь замкнутый объём для того, чтобы электромагнитная энергия, заключённая внутри резонансного объёма, не излучалась в пространство. В идеальном случае, когда в резонаторе отсутствуют потери, запасённая энергия  $E_3$  остаётся постоянной:  $\frac{dE_3}{dt} = 0$ . Это означает, что в идеальном резонаторе колебания электромагнитного поля должны протекать сколь угодно долго.

При применении реальных резонаторов в качестве ускоряющих промежутков в них оставляются небольшие отверстия для прохода пучка частиц и для связи резонатора с другими элементами ВЧ системы ускорителя, а также имеют место потери энергии в стенках резонатора. По этим причинам в реальных резонаторах свободные незатухающие колебания не существуют. Отверстия в резонаторах должны быть достаточно малыми, чтобы излучение электромагнитной энергии не снижало существенно добротность резонансной системы. Потерям мощности в стенках резонатора будет уделено особое внимание, т.к. именно в них и заключается принципиальное различие «тёплых» и сверхпроводящих резонаторов.

Теория и расчёт резонаторов являются большими самостоятельными разделами современной радиотехники. Здесь же кратко рассмотрим основные физические величины, характеризующие объёмные ВЧ резонаторы.

Основной величиной, характеризующей высокочастотный резонатор, как и любой колебательный контур, является частота собственных колебаний электромагнитного поля в резонаторе. Величина резонансной частоты  $\omega_0$  определяется геометрическими размерами резонатора и структурой электромагнитного ВЧ поля возбужденных колебаний. Структура поля в объёмном резонаторе определяется путём решения уравнений Максвелла при определённых граничных условиях на поверхности, ограничивающей резонансный объём.

В объёмных резонаторах могут существовать отдельно колебания электрического (колебания  $E$ -типа) и магнитного (колебания  $H$ -типа) типов, характеризующиеся тем, что в первом случае поля содержат продольную (направленную вдоль оси пучка) составляющую электрического поля, но не содержат продольной магнитной составляющей. Во втором случае отсутствует продольная составляющая электрического поля, но имеется магнитная продольная составляющая. Колебания характеризуются тремя целочисленными индексами  $i, j, k$ , указывающими число полуволн вдоль базисных ортов системы координат, описываемой конкретный резонатор. Сами же колебания при этом называются соответственно колебаниями типа  $E_{ijk}$  или  $H_{ijk}$ .

Резонансная частота обратно пропорциональна первой степени линейных размеров резонатора. Для цилиндрического объёмного резонатора радиуса  $R$  и высотой  $H$  частота колебаний типа  $E_{ijk}$  определяется формулой

$$\omega_{ijk}^E = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon\mu}} \sqrt{\left(\frac{v_{ij}}{R}\right)^2 + \left(\frac{\pi k}{H}\right)^2},$$

где  $\varepsilon$  и  $\mu$  – абсолютные диэлектрические проницаемости вещества, заполняющего резонатор;  $v_{ij}$  –  $j$ -тый корень функции Бесселя  $J_i$ .

Для колебаний типа  $H_{ijk}$  резонансная частота

$$\omega_{ijk}^H = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon\mu}} \sqrt{\left(\frac{\mu_{ij}}{R}\right)^2 + \left(\frac{\pi k}{H}\right)^2},$$

где  $\mu_{ij}$  –  $j$ -тый корень уравнения  $J_i'(x) = 0$ .

В линейных ускорителях наиболее широкое применение находят резонаторы с колебаниями типа  $E_{010}$ , при которых электрическая составляющая направлена вдоль оси ускорения пучка заряженных частиц по длине резонатора, а силовые линии магнитной составляющей выглядят концентрическими окружностями с центром на оси пучка.

В ускорительной технике широкое применение находят многоячеечные резонаторы, когда ускоряющая структура представляет собой цепочку объёмных резонаторов, запитываемых от одного высокочастотного генератора. В этом случае возможны различные моды колебаний одного типа. Амплитуда поля в  $p$ -том резонаторе на  $q$ -той моде колебаний определяется выражением

$$E_{pq} = E_0 \sin \frac{\pi q(p-1/2)}{N},$$

где  $E_0$  – амплитуда колебаний ВЧ поля в отдельном резонаторе;  $N$  – число резонансных ячеек.

В этом случае уход частоты колебаний на  $q$ -той моде можно определить по формуле

$$\omega_q = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{k}{1+2k} \left(1 + \cos \frac{\pi q}{N}\right)},$$

где  $k$  – коэффициент связи между ячейками, зависящий от размеров окна между резонаторами.

Из этих выражений видно, что основная мода колебаний в цепочке объёмных резонаторов с одинаковым значением амплитуды во всех ячейках возбуждается в режиме  $q = N$  – это так называемая  $\pi$ -мода.

На высоких частотах ток протекает по тонкому слою внутренней поверхности резонатора и его плотность  $j$  убывает с глубиной проникновения  $y$  по экспоненциальному закону:

$$j(y) = j_0 e^{-y/\delta},$$

где

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\omega \mu \mu_0 \sigma / 2}}$$

– величина, характеризующая глубину проникновения тока (скин-слой),  $j_0$  – плотность тока на поверхности проводника,  $\mu$  – магнитная проницаемость вещества проводника,  $\mu_0$  – магнитная постоянная,  $\sigma$  – удельная электрическая проводимость.

У сверхпроводников скин-слой значительно меньше, чем у металлов при комнатной температуре (т.е. «тёплых») – это явление называется аномальным скин-эффектом [24, 26]. Оно начинает проявляться при определённых значениях температуры, зависящих от природы сверхпроводника и частоты электромагнитного поля. Такое явление ограничивает увеличение проводимости чистых металлов при низкой температуре. Например, значение сопротивления меди на сверхвысоких частотах (СВЧ) только на порядок меньше её сопротивления при комнатной температуре. В настоящее время наиболее широкое применение в ускорительной технике находят резонаторы, изготовленные из высокочистого ниобия. Аномальный скин-эффект связывают с увеличением длины пробега электронов в металле при понижении температуры. Глубина аномального скин-слоя пропорциональна не  $\omega^{-1/2}$ , как в нормальном состоянии, а  $\omega^{-1/3}$ .

Согласно теории сверхпроводимости Бардина-Купера-Шифера [27 – 28], поверхностное сопротивление проводника

$$R_{\text{БКШ}} \sim \frac{\omega^2}{T} e^{-1.76T_{\text{кр}}T},$$

где  $T_{\text{кр}}$  – температура перехода в сверхпроводящее состояние.

Такое поведение сверхпроводника в ВЧ поле приводит к высоким потерям энергии на высоких частотах. Так, для ниобия, теряется целесообразность его применения на частоте выше 3 ГГц.

На низких частотах доминирует остаточное сопротивление, связанное с наличием в металле посторонних примесей и рассеянием электромагнитной энергии на границах зёрен в металле. Для характеристики этого сопротивления применяется величина *RRR* (Residual Resistance Ratio) – отношение сопротивления материала при комнатной температуре к сопротивлению при 4.2 К в нормальном состоянии [29]. Для снижения этого сопротивления уделяется особое внимание чистоте исходного материала и чистоте производства резонаторов для исключения возможности загрязнения при изготовлении.

Скажем несколько слов о влиянии на сверхпроводник магнитного поля, которое приводит к переходу в нормальное состояние (квэнчу) при значениях выше критического для каждого материала. Этой проблеме уделяется крайне большое внимание при проектировании и эксплуатации магнитных систем ускорителей. В ускоряющих ВЧ структурах из ниобия квэнч наблюдается редко, так как более существенное ограничение вносит электрическая составляющая электромагнитного поля, приводящая к электрическому пробое, эмиссии электронов со стенок резонатора и их мультитакции, локальному переходу в нормальное состояние из-за нагрева дефектов поверхности электрическим полем и т.д. Тем не менее наличие в материале сверхпроводника магнитных примесей может привести к локальному переходу в нормальное состояние с последующим разогревом, что в последствии переводит в нормально проводящее состояние весь резонатор. Для исключения такой возможности, опять же, уделяется высокое внимание к химической чистоте сверхпроводника. Для исключения возможности перехода ВЧ структур в нормальное состояние под влиянием поля магнитных систем ускорителя в конструкциях криомодулей применяются магнитоизолирующие материалы.

Одной из важнейших характеристик линейного ускорителя является темп набора энергии ускоряемой в резонаторе частицы. В циклическом ускорителе для набора требуемой энергии частица может проходить через ускоряющий элемент многократно. В линейном ускорителе такая возможность исключена, поэтому темп набора энергии в ВЧ резонаторе линака явно влияет на его длину, и, соответственно, на стоимость его сооружения и эксплуатации.

Темп набора энергии в ускорителе ограничен максимально возможной напряженностью, которую можно достичь в резонаторе. Эта величина определяется качеством внутренней поверхности резонатора и частотой ВЧ колебаний электрического тока. Долгое время электрическая прочность вакуумного зазора ВЧ структур определялась эмпирическим критерием Килпатрика [30]:

$$f(E) = 1.64E^2 e^{-\frac{8.5}{E}},$$

где частота  $f$  задана в МГц, а напряжённость электрического поля в МВ/м.

К настоящему времени существенно выросло качество полировки внутренних стенок резонаторов. Соответственно, и максимально достижимые напряженности ВЧ поля превышают кривую Килпатрика в несколько раз. Сейчас принято считать эту кривую Килпатрика за единицу и говорить во сколько раз напряженность превышает этот критерий [31].

Наряду с резонансной частотой  $\omega_0$  резонаторы характеризуют добротностью  $Q$ , которая определяет способность резонатора сохранять запасённую энергию  $E_3$  в режиме свободных колебаний:

$$E_3(t) = E_3(0)e^{-\frac{\omega_0}{Q}t}.$$

Кроме того, добротностью определяется полоса пропускания резонатора в режиме вынужденных колебаний:

$$Q = \frac{\omega_0}{2d\omega},$$

где  $2d\omega$  – ширина резонансной кривой на уровне половины мощности.

Оценка добротности может быть проведена энергетическим методом, согласно которому

$$Q = \frac{\omega_0 E_3}{\langle P_{\Pi} \rangle},$$

где  $\langle P_{\Pi} \rangle$  – средняя мощность потерь за период ВЧ колебаний.

Помимо сказанного, выражение для собственной добротности иногда представляют в виде

$$Q = G/R_s,$$

где  $G$  – геометрический фактор, зависящий только от размеров резонатора и типа колебаний в нём,  $R_s$  – поверхностное сопротивление на стенках резонатора.

Так, как ток в резонаторе проникает на ничтожно малую глубину, то для снижения величины потерь и увеличения добротности резонатора его внутренняя поверхность должна быть выполнена с максимально возможной тщательностью. Именно проводимости поверхностного слоя, его структуре, химическому составу и качеству полировки внутренней поверхности резонатора уделяется наибольшее внимание при изготовлении высокодобротных резонаторов.

Основное преимущество сверхпроводящих резонаторов — это крайне низкое поверхностное сопротивление – около 10 нОм при 2 К. Характерная добротность «тёплых» -  $10^4$ - $10^5$ . В свою очередь, в сверхпроводящих резонаторах она может превысить  $10^{10}$ , тем самым снижая ВЧ потери на 5-6 порядков. Несмотря на эксплуатационные расходы на криогенное оборудование применение сверхпроводящих ВЧ систем для ускорения частиц является экономически выгодным по причине значительной экономии потребляемой электроэнергии. В стенках резонатора выделяется лишь малая доля ВЧ излучения, а львиная доля передаётся пучку.

В то же время нельзя однозначно сказать, что сверхпроводящие резонаторы лучше тёплых ускоряющих ВЧ структур – существует ряд ограничений. Физические ограничения на сверхпроводящие резонаторы определяются такими условиями, чтобы высокочастотное магнитное поле на внутренней поверхности оставалось ниже критического значения. К настоящему времени данная проблема не является столь существенной, т.к. возможность электрического пробоя вносит более жёсткие ограничения на максимально допустимую напряжённость электромагнитного поля. Возникновение магнитного кванча возможно лишь в случаях некачественно изготовленных резонаторов и в резонаторах-рекордсменах по достигнутым напряжённостям электромагнитного поля. В настоящее время для резонаторов, работающих на частоте 1.3 ГГц эта величина составляет 50-60 МВ/м, что близко к значениям, описываемым теоретическими моделями.

Как было сказано, максимально достижимое электрическое поле ограничивается частотой колебаний электромагнитного поля. Согласно теории сверхпроводимости Бардина-Купера-Шифера, поверхностное сопротивление проводника растёт с увеличением частоты, что ограничивает применение, к примеру, для ниобиевого резонатора частотой 2-3 ГГц. Таким образом, в линейном ускорителе с нормально проводящими резонаторами, в которых возможна работа на более высокой частоте, имеется возможность получения более высокого темпа ускорения, что в свою очередь, уменьшает длину линака, а соответственно, и его стоимость. Эта разница наглядно видна при сравнении проектируемых СЛС и ПС – в первом случае резонансная частота ВЧ структур 12 ГГц и ускоряющий градиент порядка 100 МВ/м, а во втором эти значения соответственно 1.3 ГГц и 30 МВ/м.

В свою очередь, работа на относительно низкой частоте благоприятно сказывается на характеристиках ускоренного пучка, позволяя ускорять достаточно протяжённые банчи с малым эмитансом, а высокая частотная стабильность высокодобротных ВЧ резонаторов минимизирует фазовые колебания в банче. К тому же, в этом частотном диапазоне доступны высокоомощные клистроны.

Крайне низкие потери ВЧ мощности в стенках сверхпроводящего резонатора позволяют строить более эффективные ускорители пучков заряженных частиц, в которых практически всю подаваемую ВЧ-мощность можно полностью преобразовать в мощность пучка. Снижение потерь настолько существенно, что использование сверхпроводящих материалов позволяет в целом снизить стоимость эксплуатации ускорителя, несмотря на необходимость строить криостаты для достижения низких температур. К тому же в сверхпроводящих линейных ускорителях можно получать на выходе непрерывные, более интенсивные и мощные пучки, что на обычных ускорителях весьма затруднительно.

Ещё одной особенностью таких ускорителей является высокая стабильность характеристик ускоряющей системы и частоты возбуждающих генераторов при гелиевых температурах, благодаря чему можно существенно улучшить монохроматичность пучков ускоренных частиц.

Благодаря своим уникальным особенностям ускорители на базе сверхпроводящих ускоряющих структур находят широкое применение во многих областях науки. С их помощью возможно ускорять электроны, протоны, тяжёлые ионы, мюоны. Они способны генерировать ряд вторичных частиц, например фотоны, нейтроны и нейтрино. Благодаря возможности получения пучков частиц высоких энергий и светимостей такие ускорители, прежде всего, находят своё применение в фундаментальной физике частиц, например на LHC. Дальнейшие перспективы применения такой техники – это проектируемый электрон-позитронный коллайдер ILC, ProjectX во FNAL для исследований в области нейтринной физики и мюонный коллайдер.

Сверхпроводящие ускорители уже применяются в составе лазеров на свободных электронах практически во всех странах, которые освоили данную технологию. Такие лазеры позволяют проводить различные исследования в прикладных областях науки: радиобиология, биомедицина, исследования конденсированных сред, материаловедение, микро- и нанолитография. Яркими примерами таких лазеров являются FLASH в DESY, ELBE в Дрездене и строящийся в Гамбурге European-XFEL.

Особенно перспективно применение сверхпроводящих линейных ускорителей для решения проблемы организации безопасного и экологичного ядерно-топливного цикла на основе электроядерной схемы реактора [32 – 33]. Ожидается, что подкритический ториевый реактор должен производить радиоактивных отходов на порядок меньше по сравнению с существующими урановыми реакторами, причём запасы тория в три раза превышают запасы урана по энергетическому выходу.

## **Современные технологии изготовления сверхпроводящих резонаторов**

Как было отмечено, на сегодняшний день применение сверхпроводимости занимает твёрдые позиции в ускорительной технике. Невозможно представить современный ускоритель заряженных частиц на большие энергии без сверхпроводящих магнитов, позволяющих сейчас получать магнитные поля с напряженностью до 10 Тл. Всё большие обороты набирает и применение сверхпроводимости при создании ускоряющих СВЧ-структур. История применения сверхпроводящих резонаторов для ускорения заряженных частиц берёт своё начало в 1965 г., когда в Стэнфорде (США) были ускорены электроны в медном резонаторе, покрытом свинцом. За почти полувековую историю своего развития сверхпроводящие резонаторы для ускорителей прошли путь от экзотических устройств до совершенных приборов, во многом определяющих собой облик современных ускорителей и тенденцию их развития. Данные технологии успешно развиваются, в США, Канаде, в странах Европы, Японии, Китае. ОИЯИ, как один из ведущих физических центров, не должен быть безучастным к разработке таких технологий, и создание собственного сверхпроводящего резонатора во многом будет способствовать развитию ускорительной тематики.

Изготовление сверхпроводящих резонаторов – это комплексный высокотехнологичный многоэтапный процесс, в котором задействованы последние достижения в криогенике, вакуумной технике, химии, материаловедении, СВЧ-технике. Традиционно резонатор изготавливаются из двух полуячеек, которые свариваются в вакууме электронным пучком [22]. Штамповка производится инструментальными шатмпамы по типу пуансон-матрица, придавая листу необходимую форму. Отштампованные детали проверяются и проводится механическая доработка и полировка свариваемых поверхностей. Перед сваркой эти поверхности также подвергаются химической обработке для удаления загрязнений, полученных в операциях штамповки, механической обработки и полировки. Затем все детали резонатора свариваются электронно-лучевой сваркой в вакуумной камере – этот метод снижает загрязнение сварных швов и считается самым чистым методом соединения материалов. При необходимости иногда производится механическая обработка сварных швов. Готовый резонатор обезжиривают, подвергают химическому травлению и промывают деионизованной водой для удаления внедрений и поверхностных загрязнений после сварки и механической обработки.

Сейчас именно такая технология применена для изготовления резонаторов ускорителя в проекте European XFEL. Технология хорошо проработана и при массовом производстве при строгом соблюдении всех режимов обеспечивает высокий выход готовой продукции

требуемого качества. Тем не менее в таком методе изготовления остаются сварные швы, препятствующие протеканию ВЧ-токов по внутренней поверхности резонатора, и соответственно, возникает риск ВЧ-потерь на дефектах сварного шва. Этот недостаток традиционного метода побуждает исследователей и инженеров на разработку альтернативных технологий изготовления бесшовных резонаторов [34]. Рассмотрим некоторые существующие технологии.

Взрывное формование – простой технологический процесс, в котором заготовка в виде бесшовной трубы устанавливается в наружную матрицу, соответствующую профилю резонатора (Рисунок 1). Формообразование происходит за счёт энергии взрыва внутри трубы. Мощность взрыва варьируется в поиске лучших результатов. Метод испытывался в различных лабораториях. Результаты КЕК с медью показывают 50% увеличение диаметра без разрыва [35], Корнелл – 20% без разрыва [36].

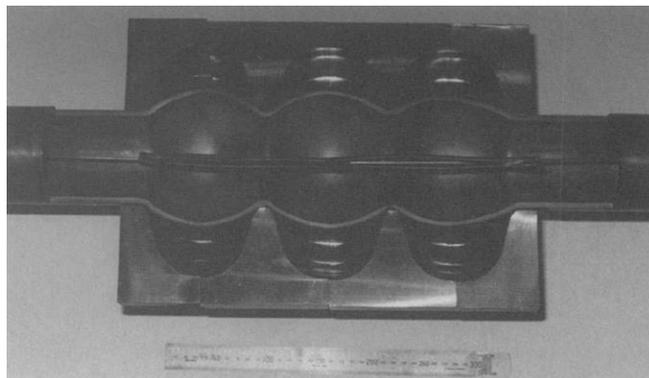


Рисунок 1 – Заготовка в матрице после первого взрыва

Другой бесшовной технологией изготовления резонаторов является обкатка (*spinning*). На токарном станке устанавливается болванка, обеспечивающая необходимый профиль резонатора, и вокруг болванки механическим давлением обкатывается листовая материал либо бесшовная труба (Рисунок 2). Затем болванка удаляется путем химического растворения. Наибольшие успехи в освоении такой технологии достигнуты в INFN Legnaro [37]. Ими был впервые изготовлен бесшовный ниобиевый девятиячеечный резонатор на частоту 1.3 ГГц [38].

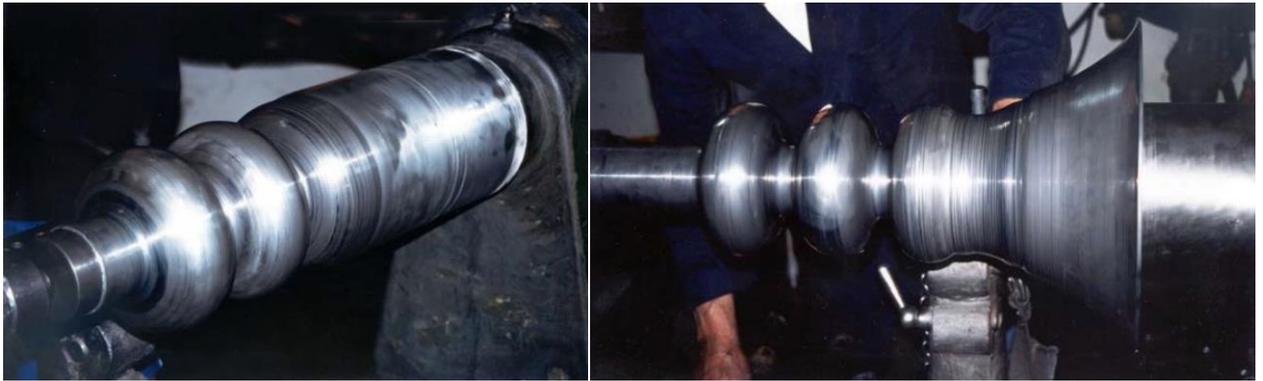


Рисунок 2 – Изготовление бесшовного резонатора методом обкатки на токарном станке бесшовной трубы (слева) и листового материала (справа)

Большой интерес вызывает разработанная в DESY совместно с ИЯИ РАН технология изготовления резонаторов методом гидроформовки (Рисунок 3). Заготовка из бесшовной трубы устанавливается между двумя матрицами, обеспечивающими требуемый профиль резонатора. Во внутреннем объёме трубы создаётся высокое давление путём подачи воды, а сами матрицы в процессе формообразования сближаются друг с другом. Скорость сближения матриц и величина давления воды определяется путём численного моделирования процесса на компьютере. Процесс обладает низкой производительностью, а так как толщина материала значительная (2.8 – 3.0 мм), то требуются высокие давления, чтобы обеспечить точное копирование матрицы.

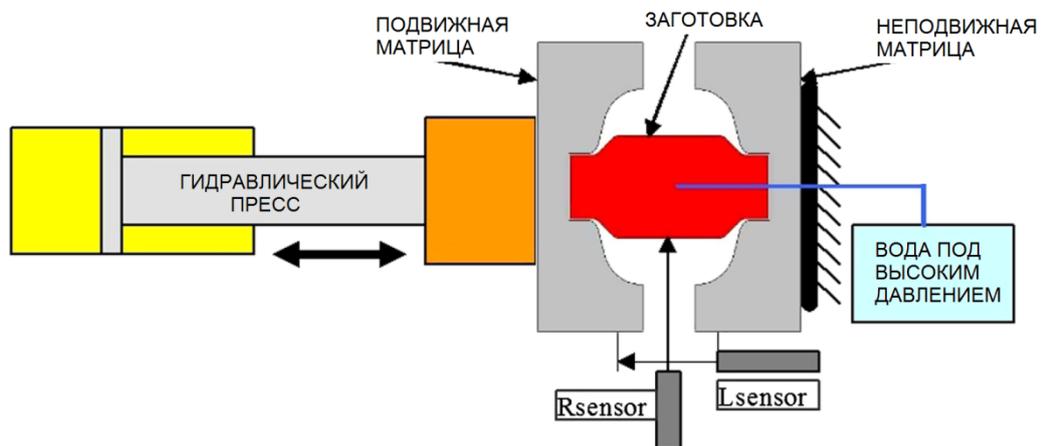


Рисунок 3 – Принципиальная схема гидроформовки

В DESY существует экспериментальная установка для гидроформовки, на которой можно изготавливать трёхъячеечные резонаторы на частоту 1.3 ГГц [39]. Несмотря на привлекательность такой технологии DESY не стал делать установку для гидроформовки девятиячеечных резонаторов.

ИФВЭ разработал и запатентовал собственную технологию изготовления бесшовных многоячеечных резонаторов [40]. Из специальной пластмассы, обладающей эффектом запоминания формы, изготавливается подложка, обеспечивающая требуемый профиль внутренней поверхности резонатора. На подложку наносят слой сверхпроводящего материала методом планарного магнетронного распыления. Затем методом гальванопластического формообразования наносят слой меди, после чего подложку удаляют нагреванием, при котором подложка вновь приобретает форму трубы и легко удаляется.

Тем не менее, ни одна из описанных технологий не получила широкого распространения, и в проекте Международного Линейного Коллайдера (ILC) заложена традиционная технология изготовления резонаторов методом инструментальной штамповки пуансон-матрица с последующей электронно-лучевой сваркой. В настоящей работе было необходимо освоить существующие зарубежные технологии с целью обеспечения ILC дополнительным поставщиком резонаторов с привлечением учёных и специалистов ОИЯИ и стран-участниц.

Для этого необходимо отработать режимы следующих технологических операций:

- Формообразование полуячеек резонатора,
- Механическая полировка поверхности резонатора при наличии дефектов,
- Механическая обработка деталей резонатора перед сваркой,
- Электронно-лучевая сварка деталей резонатора,
- Финальная полировка внутренней поверхности резонатора.

По завершению каждого из этих этапов необходимо провести химическое травление полученной детали, и соответственно, встаёт задача выполнить исследования по химическому травлению ниобия высокой чистоты. Кроме этого, к качеству ниобия для сверхпроводящих резонаторов выдвигаются очень жёсткие требования, что вызывает необходимость в выборе поставщика исходного материала. Обо всех этих этапах пойдёт речь в диссертации.

*В ходе выполнения работы был предложен и апробирован принципиально новый метод Формообразование полуячеек, ранее не применявшийся для задач изготовления СВЧ-резонаторов.*

## **Глава 1. Изготовление деталей сверхпроводящего одноячеечного резонатора на частоту 1.3 ГГц**

Данная глава посвящена разработке технологии изготовления сверхпроводящих резонаторов из ниобия высокой чистоты. Для этого были отработаны и оптимизированы следующие технологические процедуры:

- Проектирование полужеек резонатора,
- Штамповка заготовок полужеек резонатора,
- Механическая обработки деталей резонатора,
- Химическая очистка ниобия и полировка поверхностей резонатора.

В главе представлены результаты завершённой научно-исследовательской разработки производственного цикла изготовления всех деталей одноячеечного сверхпроводящего ниобиевого резонатора на частоту 1.3 ГГц с подробным описанием отработанных режимов на каждом технологическом этапе изготовления.

## **1.1. Проектирование полуячеек резонатора**

Базовыми деталями при изготовлении резонатора являются две полуячейки, которые свариваются между собой и соединяются с трубками дрейфа. При разработке технологии изготовления таких полуячеек особое внимание следует уделить зависимости электродинамических характеристик резонатора от вариации тех или иных геометрических параметров. Такие зависимости определяют требуемый профиль базовых деталей резонатора и допуски на отклонения размеров от номинальных значений при изготовлении.

При поиске оптимального профиля одноячеечного сверхпроводящего ниобиевого резонатора решались следующие задачи:

- Создание математической модели для расчета электрических характеристик одноячеечного резонатора.
- Создание пакета программ расчета электрических характеристик и синтеза геометрических размеров и профиля одноячеечного резонатора, обеспечивающих требуемую добротность и рабочую частоту.
- Поиск оптимальной конструкции одноячеечного резонатора на рабочую частоту 1.3 ГГц, обеспечивающую требуемые электродинамические характеристики путём численного моделирования в разработанном программном обеспечении.
- Исследование устойчивости характеристик резонатора к вариации его геометрических параметров.

Подробное описание решения этих задач опубликовано в работах [2, 11, 17]. Здесь представим лишь основные этапы.

Учитывая, что СВЧ-колебания в резонаторе искомой формы азимутально-однородные и близки к моде  $E_{010}$  обычного цилиндрического резонатора, был применён метод преобразования координат. Это позволило найти решение для резонатора сложной формы путём решения конечно-разностной схемы безитерационным методом на регулярной области и вычислением искомых СВЧ-параметров путём обратного преобразования координат. Такой алгоритм привлекателен своим быстрым действием в сочетании с высокой точностью и обеспечивает погрешность на несколько порядков более низкую по сравнению с технологическими возможностями при производстве.

Основываясь на описанном алгоритме, создан специализированный программный комплекс, который позволяет вычислять любые электродинамические характеристики (как

локальные, так и интегральные) а также производить оптимизацию профиля резонатора по заданным критериям качества.

В созданном программном комплексе были рассчитаны геометрические параметры одноячеечного резонатора, которые отвечают ключевому условию проекта ИЛС: добротность не менее  $10^{10}$  на рабочей частоте 1.3 ГГц [2]. При этом полученный профиль резонатора обеспечивает минимальную напряжённость электрического поля на стенках резонатора и максимальную на его оси, что гарантирует значительный темп ускорения электронов с минимальным риском возникновения СВЧ-пробоя на стенке резонатора либо его локальный переход в нормально проводящее состояние.

Также были проведены электродинамические расчёты по нахождению оптимальной геометрии сопряжения одноячеечного резонатора с трубкой дрейфа [11]. Установлено, что в отличие от сопряжения по окружности, эллиптическое сопряжение снижает максимальную напряжённость электрического поля на стенке резонатора, что повышает напряжённость ускоряющего поля на оси резонатора до 10 %.

Исследована зависимость собственной частоты резонатора  $f$  от отклонения геометрических параметров профиля от проектных значений в практически достижимых производственно-технологических пределах  $\pm 5\%$  [17]. Определена зависимость отклонения  $\delta f$  собственной частоты резонатора от отклонения его продольных  $\delta l$  и поперечных  $\delta r$  параметров:  $\delta f = 0.1698 \cdot \delta l$  и  $\delta f = 1.1305 \cdot \delta r$ . Полученные зависимости связывают производственные допуски с рабочими параметрами резонатора.

В результате таких расчётов определён требуемый профиль резонатора, близкий к профилю, описанному в зарубежной литературе [25]. Этот результат лёг в основу технического задания к изготовлению полуячеек. Эскизный чертёж принятой к изготовлению геометрии представлен на Рисунке 4. Он повторяет полученный в вычислениях профиль при толщине исходного листа 2.8 мм – такая толщина согласно [25] обеспечивает необходимую механическую прочность и достаточную теплопроводность для эффективного охлаждения резонатора жидким гелием. В качестве допуска к точности изготовления экспериментальной серии резонаторов в работе было заложено отклонение от представленного профиля  $\pm 100$  мкм.

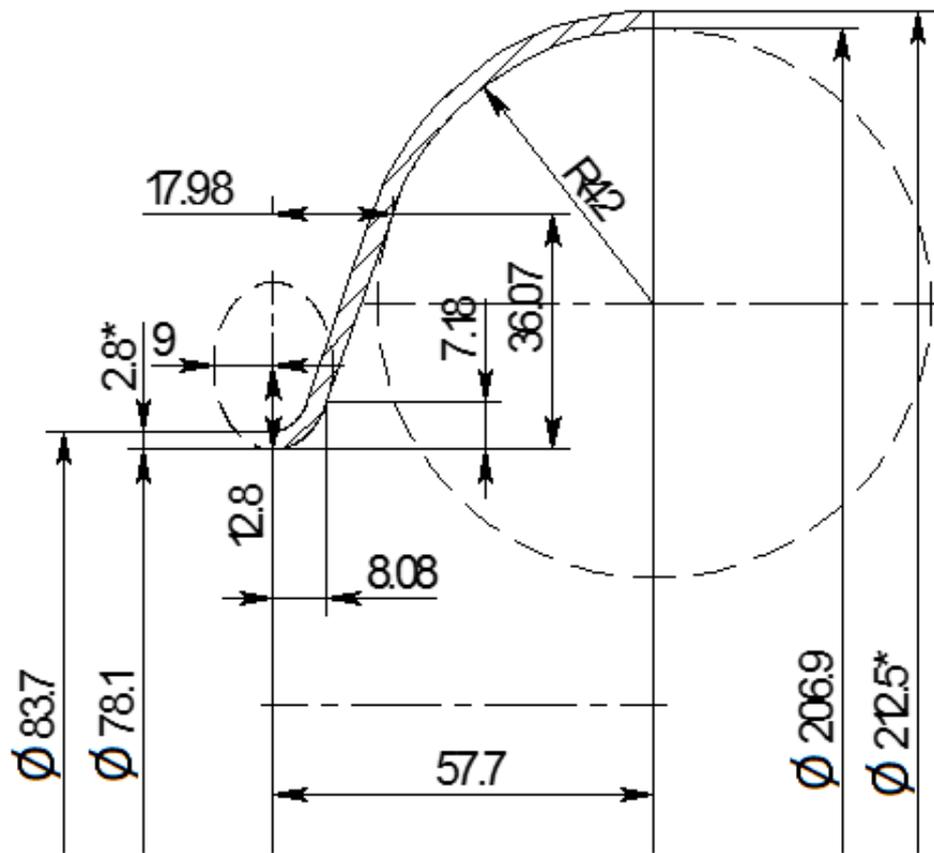


Рисунок 4 – Эскиз полуячейки резонатора на частоту 1.3 ГГц

## 1.2. Материал для изготовления сверхпроводящих резонаторов

Производство высокочастотных сверхпроводящих резонаторов начинается с высококачественного материала. Ячейки резонатора изготавливаются из высокочистого листового ниобия с высоким  $RRR$  (residual resistivity ratio) – отношения активного сопротивления проводника при комнатной температуре к сопротивлению при 4.2 К в нормально проводящем состоянии:

$$RRR = \frac{R_{300\text{ К}}}{R_{4.2\text{ К}}}$$

Эта характеристика позволяет быстро и объективно определить свойства сверхпроводника.  $RRR$  материала зависит от содержания в нём растворённых газов, посторонних примесей, размера зерна металла и от степени деформации исследуемого образца. Для ниобия температура перехода в сверхпроводящее состояние составляет 9.2 К, и для перевода его в нормальное состояние при более низкой температуре накладывается внешнее магнитное поле.

Параметр  $RRR$  косвенно показывает чистоту материала и качество его внутренней структуры, оказывающие воздействие на сверхпроводящие свойства. Согласно требованиям ИЛС [22] этот параметр должен быть не менее 300. Ниже в Таблице 1 сформулированы необходимые требования к материалу для изготовления ниобиевых резонаторов согласно спецификациям ИЛС.

*Таблица 1 – Допустимые массовые доли примесей в ниобиевых листах.*

Контролируемые примеси	Массовая доля примеси, ppm	Механические свойства		
		Кремний	$\leq 30$	предел прочности
Железо	$\leq 30$	предел текучести	$> 50$ и $< 100 \text{ Н/мм}^2$	
Никель	$\leq 30$	относительное удлинение	$\geq 30 \%$	
Титан	$\leq 50$	микротвёрдость	$\leq 60 \text{ HV}$	
Тантал	$\leq 500$	Прочее		
Вольфрам	$\leq 70$			
Молибден	$\leq 50$	$RRR$	$\geq 300$	
Углерод	$\leq 10$	Средний размер зерна в соответствии с ASTM E112 при рекристаллизации 100 %		
Азот	$\leq 10$			
Кислород	$\leq 10$			$\leq 50 \text{ мкм}$
Водород	$\leq 2$			

В России и СНГ имеется ряд предприятий, производящих ниобий. Для задач ИЛС Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «ГИРЕДМЕТ» разработал уникальную технологию [41] получения ниобия высокой чистоты, которая включает последовательное проведение электролитического рафинирования и многократный электронно-лучевой переплав в высоком безмасляном вакууме. Данная технология позволяет производить 500 кг ниобия в год. Изготовленные из ниобия Гиредмета резонаторы проходили испытания в DESY [42] и продемонстрировали великолепные электрофизические характеристики –  $RRR$  материала был не менее 500 (по словам специалистов DESY колебался около 700 – 800). С другой стороны, материал такого качества имел плохие механические характеристики, и девятичечный резонатор, длиной более метра, существенно прогибался под собственным весом. При попытке связаться с институтом Гиредмет выяснилось, что у них имеется лишь технология, и они могут очистить материал, предоставленный заказчиком.

В ходе выполнения работы автором были заказаны и получены образцы листового ниобия толщиной 2.5 мм от Чепецкого механического завода (ОАО «УМЗ» г. Глазов, Республика Удмуртия, Россия; входит в структуру Топливной компании "ТВЭЛ" Госкорпорации "Росатом") а также Ульбинского металлургического завод (АО "УМЗ", г.Усть-Каменогорск, Республика Казахстан). Заявленный производителями химический состав материалов ЧМЗ и УМЗ приведён в Таблице 2, из которой видно, что этот материал по чистоте не удовлетворяет требованиям ИЛС. Несмотря на недостаточное качество, на этом материале была отработана технология измерения  $RRR$  ниобия.

Таблица 2 – Химический состав ниобия УМЗ и ЧМЗ в сравнении с требованиями ИЛС.

Элемент	Массовая доля примеси, %		
	Продукция ЧМЗ	Продукция УМЗ	Требования ИЛС
Ta	0.06	0.05	0.05
Ti	< 0.003	< 0.001	0.005
Fe	0.0035	< 0.001	0.003
W	W+Mo	W+Mo	0.007
Mo	< 0.01	0.003	0.005
Ni			0.003
Si	< 0.003	< 0.001	
P	< 0.003		
H	0.0053	< 0.0002	0.0002
N	0.006	0.0051	0.001
O	0.0098	0.0073	0.001
C	0.0033	< 0.002	0.001

Фотографии образцов представлены на Рисунке 5. При визуальном осмотре образцы ЧМЗ имели волнистую поверхность, покрытую механическими дефектами после проката. У образцов УМЗ отсутствовала разнотолщинность и они имели относительно гладкую поверхность, что свидетельствует о более тщательной обработке.

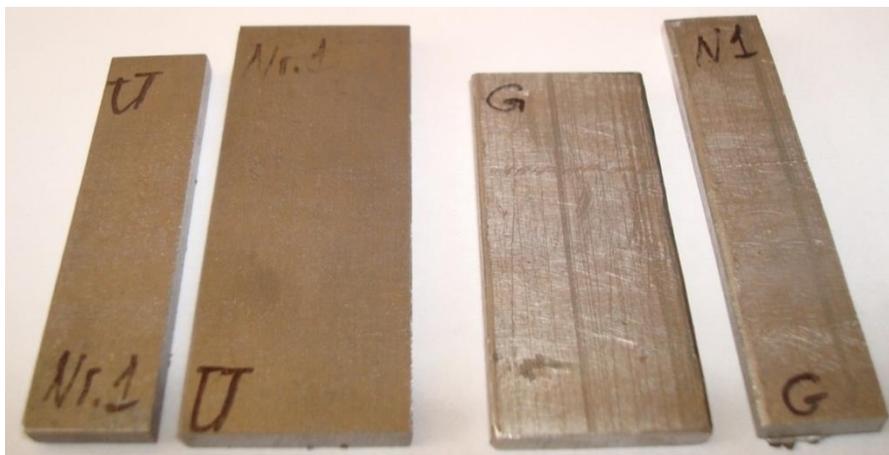


Рисунок 5 – Образцы ниобия из Усть-Каменогорска (слева) и из Глазова (справа).

Параметр  $RRR$  этих образцов измерялся нами в DESY по методике, описанной в [43], без наложения внешнего магнитного поля путём экстраполяции зависимости электропроводности материала от температуры до перехода в сверхпроводящее состояние в точке 4.2 К.

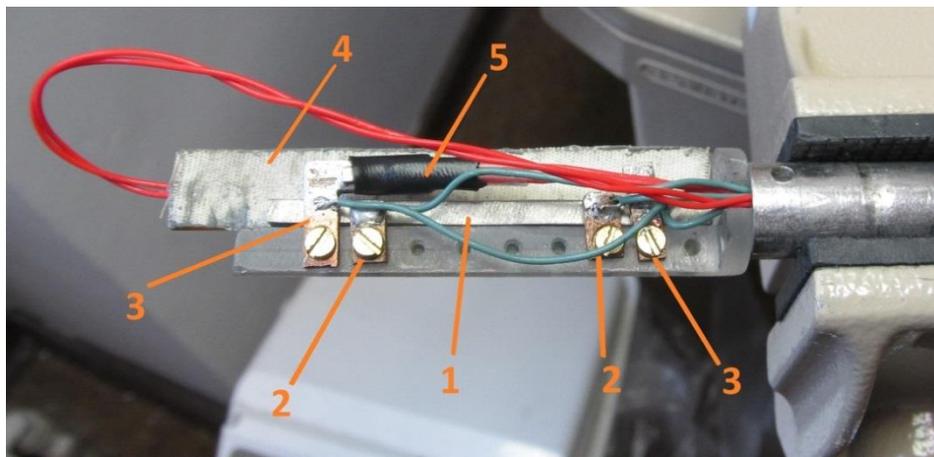


Рисунок 6 – Образец ниобия в измерительном устройстве перед погружением в жидкий гелий:

1 – ниобиевый образец, 2 – контакты подключения вольтметра, 3 – контакты подключения источника тока, 4 – нагревательный элемент, 5 – температурный датчик.

На Рисунке 6 показан образец ниобия, закреплённый в измерительном устройстве, которое погружается в дьюар с жидким гелием при температуре 4.2 К. Через образец пропускается постоянный электрический ток (в данном случае 1 А) и измеряется разность потенциалов на концах исследуемого образца в зависимости от температуры –  $U(T)$ . Для измерения температуры использовался полупроводниковый датчик Lake Shore CX1050-SD. Сначала измеряется кривая

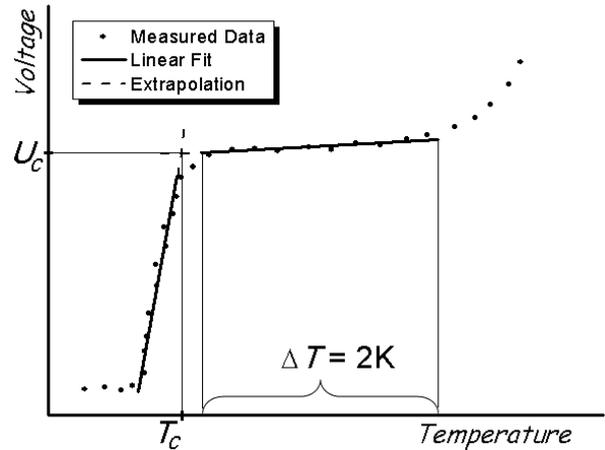


Рисунок 7 – Схема нахождения точки перехода в сверхпроводящее состояние.

зависимости  $U(T)$  при охлаждении образца, и после перехода материала в СП состояние образец подогревается электрической спиралью и дополнительно измеряется кривая  $U(T)$  при нагреве в районе перехода. Точка перехода  $T_c$  определяется пересечением прямой, полученной линейной интерполяцией участка 2 К до начала резкого падения напряжения с прямой, полученной линейной интерполяцией участка резкого падения напряжения (Рисунок 7).

По соответствующему найденной точке перехода значению напряжения  $U_c$  и значению напряжения при комнатной температуре  $U_r$  можно определить параметр  $RRR$  следующей формуле:

$$RRR = \frac{U_r}{U_c - kU_r},$$

где  $k = 0.00021587$  – поправочный коэффициент, позволяющий экстраполировать полученное значение в точку 4.2 К.

В DESY были измерены характеристики четырёх образцов ниобия – по два от каждого производителя. Буквой U обозначены образцы ниобия УМЗ, буквой G – образцы ЧМЗ. На Рисунке 8 и Рисунке 9 показаны измеренные зависимости  $U(T)$  образцов.

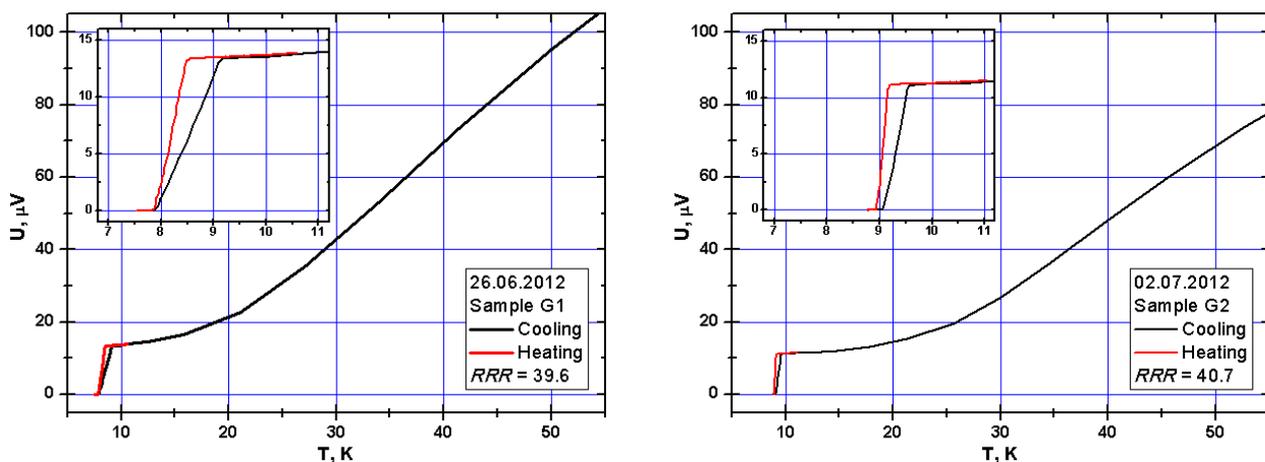


Рисунок 8 – Зависимости  $U(T)$  двух образцов производства  
Чепецкого Механического Завода (г.Глазов, Россия).

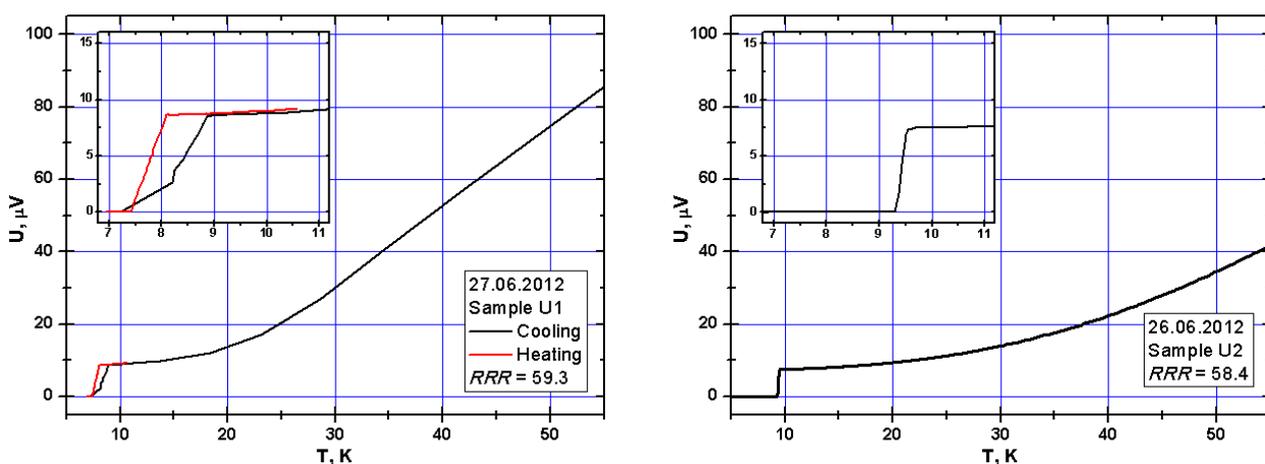


Рисунок 9 – Зависимости  $U(T)$  двух образцов производства  
Ульбинского Metallургического Завода (г.Усть-Каменогорск, Казахстан).

Ниже приведены полученные по этим зависимостям параметры.

Таблица 3 – Полученные параметры материалов ЧМЗ и УМЗ.

Образец	$T_c$ , К	$U_c$ , мкВ	$U_r$ , мкВ	$RRR$
U1	8.1	8.58	502.78	59.3
U2	9.5	7.48	430.92	58.4
G1	8.5	13.39	525.38	39.6
G2	9.2	11.13	449.12	40.7

Полученные значения (Таблица 3) подтверждают непригодность материала ЧМЗ и УМЗ для изготовления резонаторов - это т.н. «реакторный ниобий» со значением для параметра  $RRR$  около 40. В ILC такой материал применяется для изготовления элементов соединения резонатора с титановым корпусом криостата. В обсуждениях с представителем УМЗ выяснилось, что в Усть-Каменогорске уже были попытки производства ниобия по критериям ILC по заказу КЕК. При этом параметр  $RRR$  достиг 250, но металл имел избыточно крупное зерно, что негативно сказывается на механических свойствах материала. Как отметил представитель ЧМЗ, в Глазове возможно производство материала с требуемыми параметрами, для достижения которых необходимо провести модернизацию оборудования. Из обсуждений со специалистами DESY автор располагает сведениями, что у ЧМЗ есть возможность такой модернизации с малыми затратами учитывая современное высокотехнологическое оборудование, освободившееся на заводе после завершения производства материала для Международного экспериментального термоядерного реактора ИТЕР. Тем не менее, разговор об улучшении качества материала можно вести с производителем лишь при наличии конкретных заказов. Потенциально таким заказом мог служить проект ILC, для постройки которого современных возможностей на рынке высокочистого ниобия не хватает.

Таким образом выяснено, что в России и СНГ на сегодняшний день отсутствуют крупные поставщики ниобия, отвечающего требованиям к изготовлению сверхпроводящих резонаторов. Поэтому в данном проекте для производства лишь малой партии одноячеечных резонаторов по рекомендациям коллег DESY было решено обратиться к фирмам «Ningxia Orient Tantalum Industry Co. Ltd.» (Китай) и «Tokyo Denkai Co.,Ltd» (Япония) зарекомендовавшим себя серийным поставщикам ниобия для резонаторов проекта XFEL в DESY. Оба производителя отвечают требованиям по качеству материала согласно спецификациям ILC [22]. Параметр  $RRR$  для материала от Ningxia составил 311, а для материала от Tokyo Denkai – около 400. Другим преимуществом образца материала Tokyo Denkai было более крупное зерно. Тем не менее цена материала Ningxia была значительно меньше, и кроме этого поставщик согласился изготовить и предоставить образец листового материала, отличный от стандартной серийной продукции обеих фирм – более тонкий лист толщиной 0.8 мм, который был необходим в работе для исследований по штамповке ниобия (Tokyo Denkai поставлять такой лист отказалась). Таким образом, окончательно было принято решение на приобретение материала от производителя из Китая.

### **1.3. Исследование листового материала и отработка технологии химического травления ниобия**

Для успешного изготовления сверхпроводящих резонаторов ключевым этапом стоит освоение технологии химической очистки ниобия для поддержания высокого качества материала на всех этапах производства. Поэтому, необходимо освоить культуру обращения с этим материалом, исследовав его микро и макроструктуру, а также определить параметры химического травления. Решению этих вопросов посвящен данный параграф.

Опишем исходный материал в состоянии поставки от производителя. Исследовался листовая ниобий производства Токуо Denkaі, Япония и Ningxia ОТИС, Китай. Значение параметра  $RRR$  этих материалов 400 и 300 соответственно. В исследовании использовался стандартный лист 265x265x2.8 мм. Измерения размеров ниобиевых листов из закупленной партии от выбранного в конечном счёте поставщика Ningxia показали, что габариты листа соответствуют заданным параметрам (265x265 мм). Измерения толщин этих же листов дали следующие результаты: отклонение толщины ниобиевого листа от номинального размера (2.8 мм) составляет от -0.05 до +0.14 мм, т.е. разнотолщинность в пределах всей партии листов (10 шт.) составляет 0.19 мм; разнотолщинность в пределах одного листа составляет (самый плохой результат) 0.13 мм (для справки: допуск на холоднокатанный прокат для стали толщиной 0.35 – 4.0 мм составляет 0.04-0.05 мм).

В состоянии поставки листовая ниобий производства Токуо Denkaі имеет гладкую матовую поверхность без видимых следов обработки. Ниобий производства Ningxia в состоянии поставки имеет различимые невооруженным глазом следы обработки в виде мелких царапин. На Рисунке 10 показан снимок поверхности ниобия производства Ningxia в состоянии поставки.

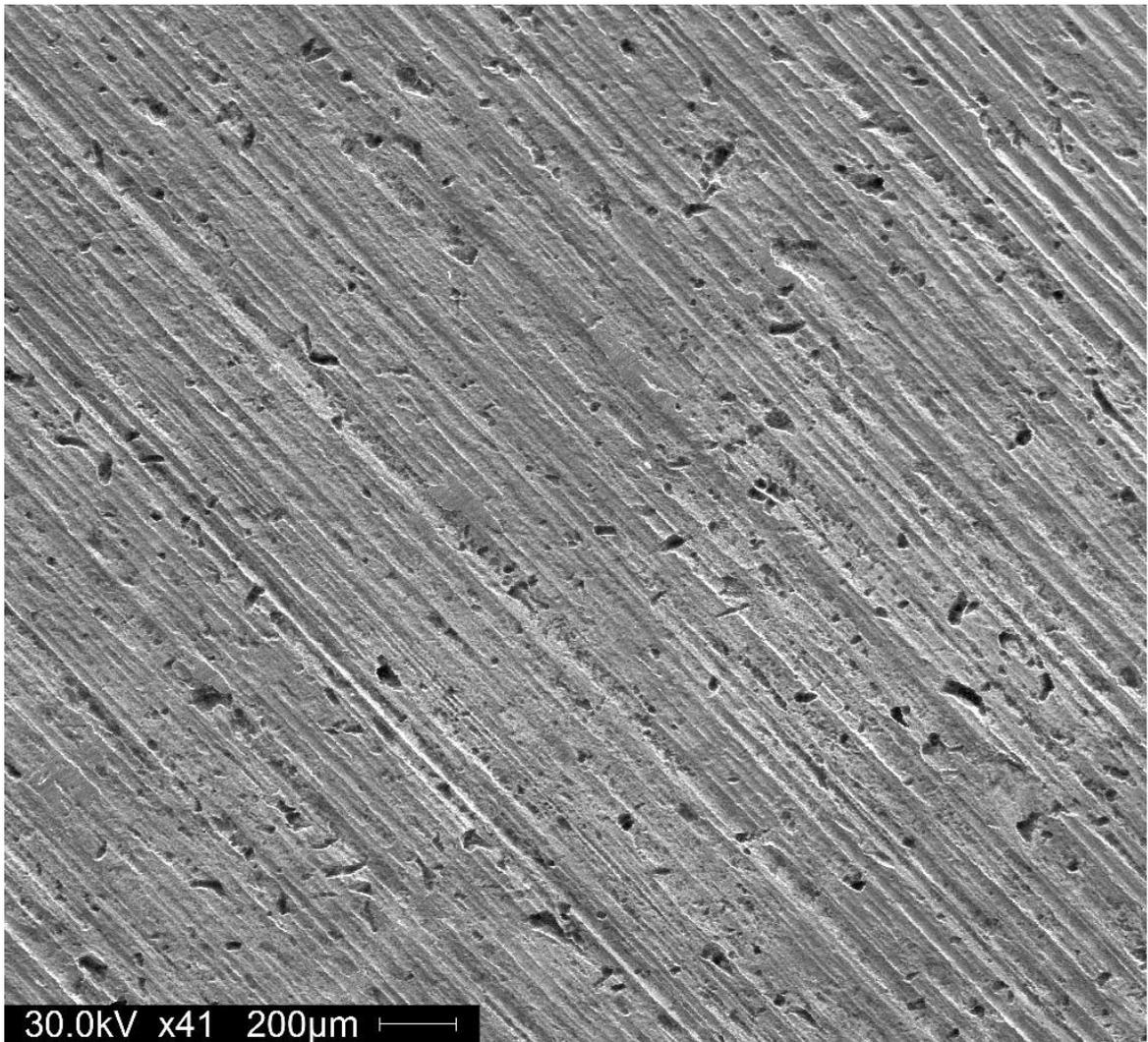


Рисунок 10 – Поверхность листового ниобия производства Ningxia (x41) в состоянии поставки

Шероховатость поверхности вдоль и поперек следов обработки различна. Измерение шероховатости проводились в соответствии с ГОСТ 2789-73 [44] на цифровом профилометре 296 [45] (степень точности 2 по ГОСТ 19300-86 [46]). Шероховатость ниобиевого листа производства Токуо Denkai по  $R_a$  составляет 0.350-0.400 мкм, что соответствует 9 классу поверхности согласно ГОСТ 2789-59 [47]. Значения шероховатости поверхности ниобиевых листов производства Ningxia представлены в Таблице 4. Измерения выполнены вдоль и поперек следов обработки. Значение шероховатости материала от Ningxia по  $R_a$  колеблется в зависимости от направления измерений и укладывается по высоте неровностей от 0.710 до 0.960 мкм, что соответствует 7 классу поверхности.

Таблица 4 – Результаты измерения шероховатости листового ниобия от Ningxia размером 290x290x2.8 мм и размером 470x310x0.8 мм.

Лист 290x290x2.8 Номер листа	Сторона листа и направление измерения		Ra, мкм	Класс поверхности
1	сторона А	вдоль	0.838	7
		поперек	0.893	7
	сторона Б	вдоль	0.819	7
		поперек	0.839	7
5	сторона А	вдоль	0.831	7
		поперек	0.966	7
	сторона Б	вдоль	0.710	7
		поперек	0.839	7
10	сторона А	вдоль	0.588	8
		поперек	0.959	7
	сторона Б	вдоль	0.756	7
		поперек	0.958	7
Лист 470x310x0.8	сторона А	вдоль	0.799	7
		поперек	0.913	7
	сторона Б	вдоль	0.839	7
		поперек	0.941	7
Лист после прокатки с размера 2.8 мм до 0.8 мм	сторона А	вдоль	0.167	10
		поперек	0.157	10
	сторона Б	вдоль	0.152	10
		поперек	0.164	10

Следующий контролируемый параметр – это способность металла сопротивляться деформациям, которая определяется твердостью на поверхности образца. Наиболее распространено статическое испытание вдавливанием твердого наконечника (индентора) с использованием микротвердомера. В данных исследованиях твердость определялась по методу Викерса в соответствии с ГОСТ 2999-75 [48] с использованием микротвердомера ПМТ-3. При измерении твердости методом Викерса индентор представляет собой усеченную четырехгранную алмазную пирамиду с квадратным основанием и углом при вершине между противолежащими гранями измерений  $136^{\circ}$ . В наших измерениях применена нагрузка 100 г. Результаты проведенных измерений представлены в Таблице 5.

Таблица 5 – Результаты измерения микротвердости листового ниобия от Ningxia

Номер листа в партии	Место измерения	Значение, HV	Среднее значение, HV
Лист 5	поверхность листа	73.5	74.9
		73.5	
		79.3	
		73.5	
	торец листа	74.4	74.3
		69.2	
		78.3	
75.4			
Лист 10	поверхность листа	68.4	71.3
		73.5	
		70.9	
		72.6	
	торец листа	58.2	63.8
		65.2	
		66.0	
		66.0	

Затем была исследована микроструктура материала на микрошлифах. Использовались микроснимки структуры, выполненные на оптическом микроскопе МИ-1. При исследовании размеров зерен материалов изготовлены микрошлифы поверхности листов и торцевых сечений, существенных различий в распределении зерен по размерам не обнаружено. На Рисунке 11 представлены снимки микроструктуры образцов ниобия Tokyo Denkai и Ningxia, выполненные на микроскопе с применением программного комплекса Image SP [49].

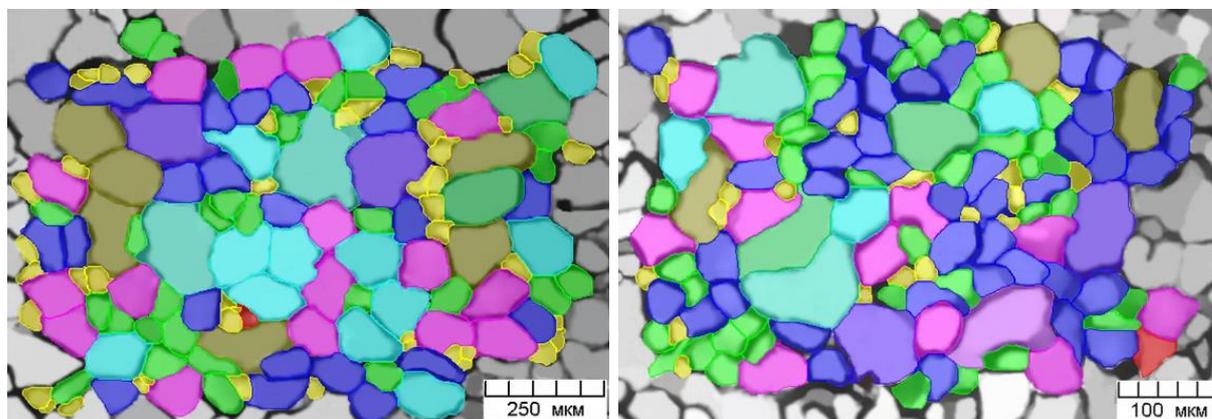


Рисунок 11 – Снимки микроструктуры образцов ниобия:  
слева – Tokyo Denkai, справа – Ningxia

Распределение зерен по размерам в процентном соотношении представлено на Рисунке 12. В распределении зерен ниобия производства Tokyo Denkai по размерам присутствуют зерна из диапазонов от 15-35 до 210-235 мкм, основную массу составляют зерна из диапазонов от 35 до 145 мкм. При этом число зерен из диапазона 55-80 мкм составляет 27 % от общего количества. В распределении зерен ниобия производства Ningxia по размерам присутствуют зерна из диапазонов от 0-10 до 100-110-мкм, основное число зерен находится в диапазоне от 20 до 50 мкм. В партии листов толщиной 2.8 мм (10 шт.) производства Ningxia колебания значения среднего размера зерна по листам составляет порядка 10-20 мкм.

Таким образом, проведённый входной контроль подтвердил высокое качество материала от выбранного поставщика Ningxia и его пригодность к применению для изготовления резонаторов.

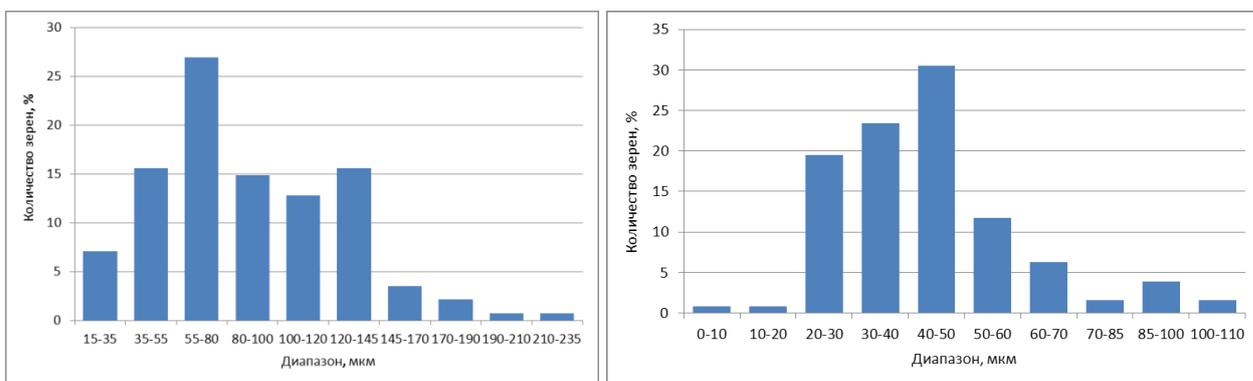


Рисунок 12 – Распределение зерен по размерам в процентном соотношении:  
слева – Tokyo Denkai, справа – Ningxia

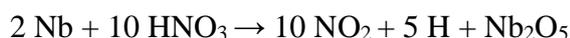
Как отмечают зарубежные исследователи, применение прокатки листового материала и штамповки при изготовлении полуячеек повреждает поверхностный слой на глубину порядка 100-200 мкм [29, 50]. При этом опасность загрязнения поверхности существует в процессе выполнения последующих операций: токарной обработки торцов полуячеек и электронно-лучевой сварки. С учетом указанных выше факторов, для удаления поврежденного слоя и исключения попадания посторонних материалов в процессе механической обработки и сварки, а также для обеспечения возможности обнаружения дефектов на всех технологических этапах обработки полуячеек резонаторов, после каждого этапа удаляется слой материала, толщина которого равна глубине возможного образования дефектов. Рассмотрим более подробно существующие методы удаления и очистки повреждаемого слоя.

При изготовлении СВЧ ниобиевых резонаторов для обработки поверхности в настоящее время наиболее широко применяются два процесса – химическое травление (buffered chemical polishing – ВСП) и электролитическое полирование (electropolishing - EP). При этом процесс EP применяется как завершающая операция обработки рабочей поверхности резонаторов. С помощью процесса ВСП, т.е. химическим травлением, удаляется слой материала, на толщине которого возможно внесение загрязнений и образование дефектов.

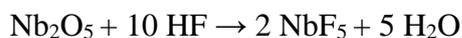
После формовки полуячеек проводится тщательный визуальный контроль поверхности на наличие царапин, поверхностных включений и любых других дефектов. Для обеспечения этой возможности химическим травлением необходимо удалить слой не менее 40 мкм. Затем в случае обнаружения дефектов они удаляются шлифованием. После шлифования дефектных участков повторяются операции ВСП (не менее 40 мкм), с целью удаления абразивного материала и мелких царапин, и возможности визуального контроля. Колебания инструмента при механической обработке могут привести к вырыванию кусков ниобия, такая поверхность также требует обработки. После токарной обработки свариваемые кромки подвергаются травлению, для исключения попадания в сварной шов посторонних материалов, которые могли быть внесены на поверхность в процессе обработки (не менее 40 мкм). После сварки проводится завершающий этап ВСП внутренней поверхности резонаторов, для снятия слоя конденсата, осажденного после испарения ниобия с поверхности ванны расплава (не менее 25 мкм). Таким образом в процессе изготовления резонаторов с применением четырех этапов ВСП удаляется слой, поврежденный прокаткой и штамповкой, и исключается возможность появления дефектов при последующей обработке. Согласно литературным источникам, общая толщина удаляемого слоя рабочей поверхности должна быть не менее 200 мкм [29].

На основании анализа опубликованных данных, для процесса химического травления ниобия выбран так называемый «стандартный» состав смеси – смесь плавиковой (HF, 38-49%), азотной (HNO<sub>3</sub>, 65-69.5%) и фосфорной (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 85%) кислот в соотношении компонентов 1:1:2 [29, 51]. Как отмечается в литературе, такая смесь обеспечивает лучшее качество поверхности в сравнении с другими используемыми составами. При этом в ходе процесса ВСП протекают следующие реакции:

- Азотная кислота вступает в реакцию с ниобием с образованием оксида Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>



- Плавиковая кислота реагирует с Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> с образованием растворимого в воде фторида ниобия NbF<sub>5</sub>



- Ортофосфорная кислота служит буфером, который помогает поддерживать постоянную скорость реакции



Скорость удаления ниобия зависит от температуры смеси, концентрации ниобия в растворе и перемешивания. При температуре 12°C скорость травления в «стандартной» смеси составляет порядка 1 мкм/мин. Увеличение температуры смеси ведет к увеличению скорости травления, тем не менее рекомендуется поддерживать температуру смеси постоянной – не выше 15°C, т.к. с ростом температуры появляется опасность загрязнения ниобия водородом.

Повышать скорость травления можно путем увеличения концентрации плавиковой и уменьшением концентраций азотной и ортофосфорной кислот. При использовании состава стандартной смеси в соотношении 1:1:1 при комнатной температуре с интенсивным перемешиванием можно достичь скорости удаления материала порядка 10 мкм/мин [52]. Скорость удаления материала в смеси, состоящей только из HF и HNO<sub>3</sub>, является очень большой – порядка 30 мкм/мин [50]. Недостатком увеличения скорости удаления материала путем увеличения доли плавиковой кислоты в смеси является ухудшение качества обрабатываемой поверхности.

Замена в составе смеси фосфорной кислоты другими кислотами или добавление в стандартный состав воды приводят, как показывают исследования [53 – 55], к получению при обработке худшего качества поверхности по сравнению с применением «стандартного» состава смеси.

Теоретически, согласно [51], для удаления 1 мкм ниобия с поверхности площадью 1 м<sup>2</sup> потребуется 1 литр смеси стандартного состава, при поддерживаемой постоянной температуре 20°C. Однако, на практике для удаления 1 мкм с поверхности ниобия площадью 1 м<sup>2</sup> требуется больший объем смеси, т.к. скорость травления сильно замедляется по мере использования.

Температура смеси во время обработки поддерживалась в пределах 10-14°C путем погружения ванны со смесью кислот и образцами в емкость со льдом и проточной водой. При исследовании процесса ВСП для образцов с общей площадью поверхности 7.5 см<sup>2</sup> объем смеси составлял 100 см<sup>3</sup>. На Рисунке 13 показаны толщины удаляемых слоев в процессе обработки за два этапа по 40 мин при повторном использовании смеси.

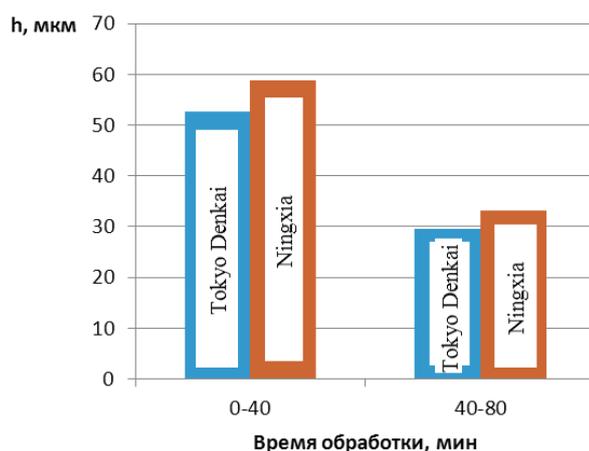


Рисунок 13 – Толщина удаляемых слоев в зависимости от времени обработки

Толщина удаляемых слоев оценивалась двумя способами: путем расчета исходя из площади поверхности образца, плотности ниобия и массы до и после травления и измерением толщины микрометром. Расхождение значений толщин по двум методам составляет менее 10 %. Для ниобия производства Tokyo Denkai в течении первых 40 мин обработки был удален слой толщиной порядка 53 мкм, в последующие 40 мин – порядка 30 мкм. Для ниобия производства Ningxia эти величины – порядка 59 и 33 мкм соответственно. Скорость травления в процессе обработки существенно уменьшается. При этом значения скорости травления для ниобия двух производителей различны, что объясняется различием размеров зерен материалов. Процесс травления материала с более мелкозернистой структурой протекает быстрее, т.к. такой материал обладает большей протяженностью границ зерен, скорость удаления материала на которых выше скорости удаления по поверхности зерна.

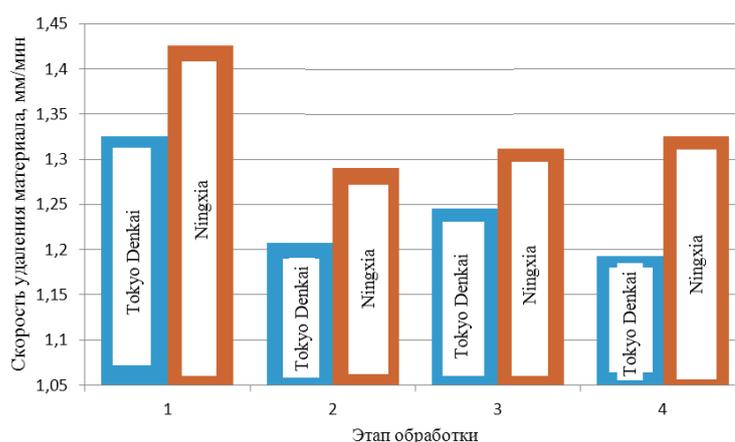


Рисунок 14 – Изменение скорости травления в зависимости от количества этапов травления

Как отмечалось выше, согласно принятому технологическому регламенту с внутренней поверхности каждого резонатора посредством химического травления удаляется слой

толщиной не менее 200 мкм. С целью воспроизведения процесса ВСП ниобия по серии образцов каждого производителя подвергли четырем последовательным этапам травления с временем обработки на каждом этапе 40 мин. На Рисунке 14 показано среднее значение скорости удаления материала на каждом из четырех проведенных этапов ВСП для ниобия обоих производителей.

Как видно, скорость травливания материала на первом этапе примерно на 0.1 мкм/мин выше, чем на последующих этапах. Это объясняется качеством поверхности в состоянии поставки. На последующих этапах скорость травления остается практически неизменной, порядка 1.2 мкм/мин для ниобия Tokyo Denkai, и порядка 1.3 мкм/мин для ниобия Ningxia. Процесс травления материала с более мелкозернистой структурой протекает быстрее, т.к. такой материал обладает большей протяженностью границ зерен, скорость удаления материала на которых выше скорости удаления по поверхности зерна.

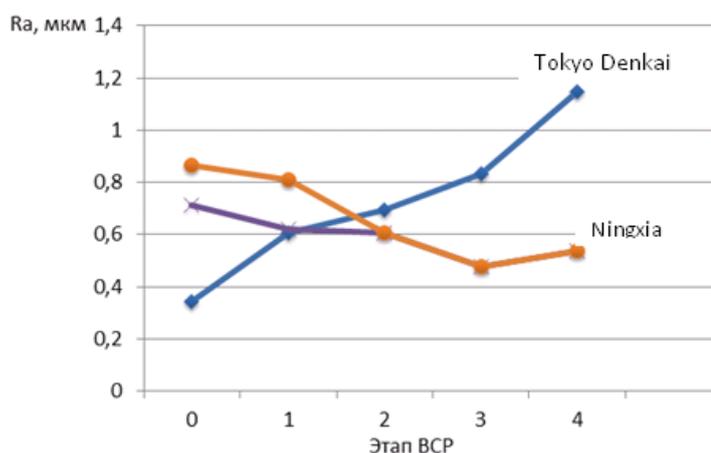


Рисунок 15 – Шероховатость поверхности ниобия до (0) и после четырех этапов ВСП (1–4)

Средний размер зерна ниобия существенно влияет на характеристики поверхности после химической обработки. На Рисунке 15 представлены графики изменения шероховатости  $R_a$  поверхности материалов до и после каждого из четырех этапов ВСП. Шероховатость ниобия Tokyo Denkai в процессе удаления материала увеличивается и после четырех этапов обработки (удаление более 200 мкм) составила 1.15 мкм. Рост шероховатости связан с тем, что у материала этого производителя довольно крупное зерно, и ВСП-полирование приводит к проявлению границ зёрен при вытравливании металла. Шероховатость поверхности ниобия производства Ningxia, в состоянии поставки имеющая различные значения в зависимости от направления измерения (вдоль и поперек следов обработки), после двух этапов ВСП (удаление порядка 100 мкм) составляет порядка 0.6 мкм и одинакова по всем направлениям. После четырех этапов ВСП шероховатость  $R_a$  находится в пределах 0.45-0.55 мкм.

На Рисунке 16 показаны снимки поверхности ниобия двух производителей после двух этапов ВСП процесса (удаления 100 мкм), на Рисунке 17 – после четырех этапов ВСП процесса (удаления 200 мкм). На Рисунке 18 представлены изображения поверхности ниобия двух производителей после четырех этапов ВСП процесса (удаления 200 мкм) с более крупным увеличением.

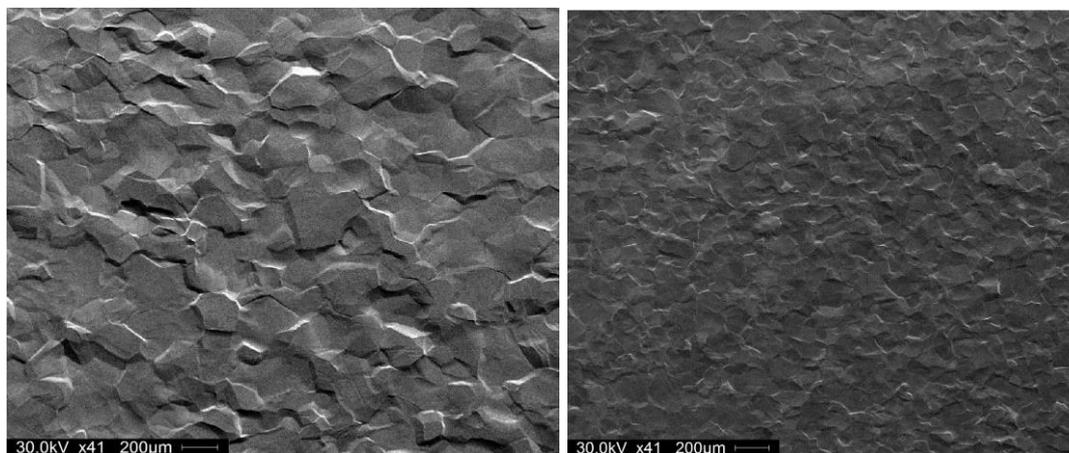


Рисунок 16 – Поверхность ниобия после двух ВСП (удаление 100 мкм),  
увеличение x41: слева – Токуо Denkaі, справа – Ningxia

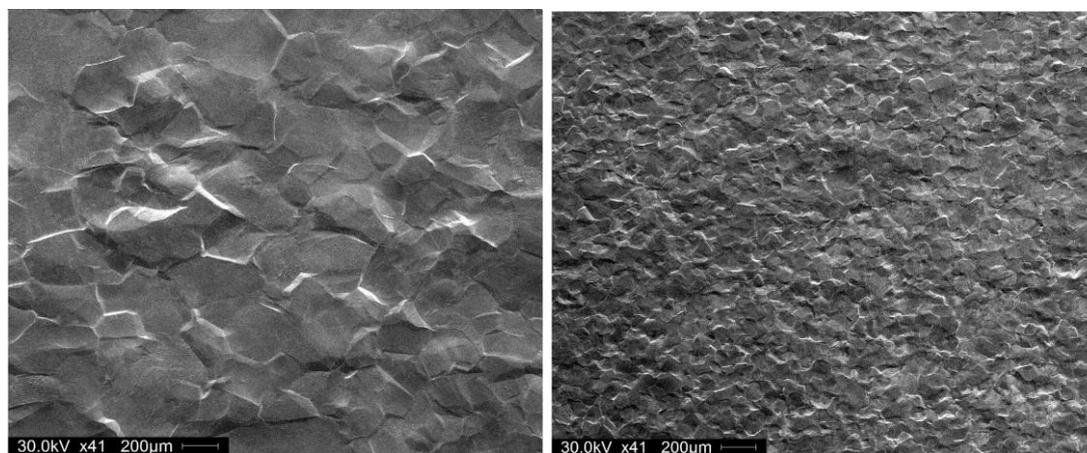


Рисунок 17 – Поверхность ниобия после четырёх ВСП (удаление 200 мкм),  
увеличение x41: слева – Токуо Denkaі, справа – Ningxia

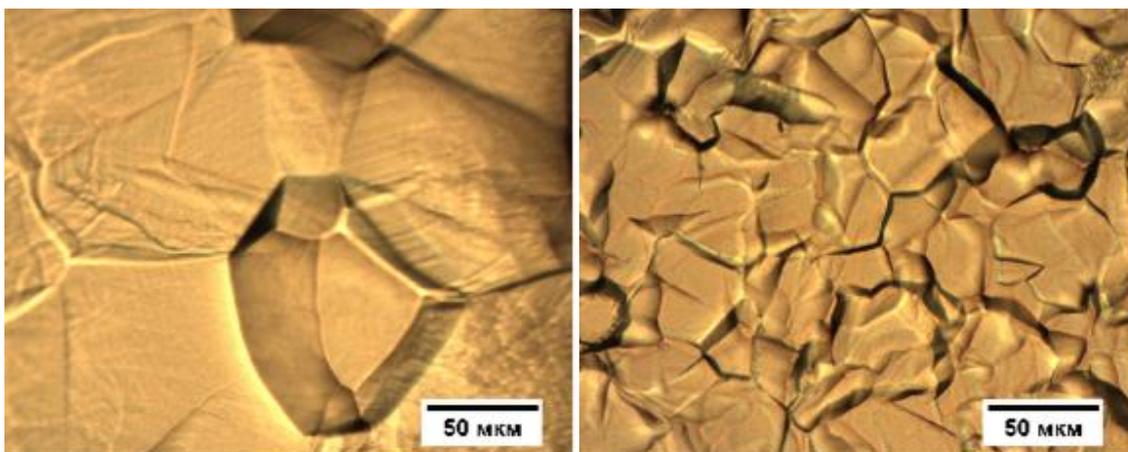


Рисунок 18 – Поверхность после удаления ВСП-процессом слоя ниобия 200 мкм, увеличение  $\times 1000$ : слева – Tokyo Denkai, справа – Ningxia

Поверхность ниобия в полученных после снятия 200 мкм образцах исследована методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) [56]. Такой анализ дает представление о химическом составе материала на глубину порядка нескольких атомных слоев. Для проведения анализа были изготовлены образцы из ниобия обоих производителей размером 9x9 мм. Использовался рентгеновский фотоэлектронный спектрометр ЭС-2402. Анализ поверхности проводили после ВСП процесса и промывки водой. В результате РФЭС-анализа на поверхности обнаружен слой оксид ниобия, количество которого увеличивается в зависимости от времени нахождения образцов на воздухе после ВСП процесса и промывки. На некоторых образцах обнаружены в незначительных количествах остатки составляющих смеси кислот, полного удаления которых добиться невозможно.

Таким образом, выполненные исследования показали: выбранный материал удовлетворяет необходимым требованиям качества и пригоден к применению для изготовления деталей сверхпроводящего резонатора. Полностью освоена технология химического травления особоочищенного ниобия: выбран состав смеси кислот – смесь плавиковой ( $\text{HF}$ , 38-49%), азотной ( $\text{HNO}_3$ , 65-69.5%) и фосфорной ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 85%) кислот в соотношении компонентов 1:1:2; отработаны режимы химической очистки поверхности материала методом ВСП. Экспериментально установлено, что ВСП-метод позволяет выполнить как удаление поверхностных поврежденных слоев, так и очистку поверхности после операций механической обработки деталей резонатора перед электронно-лучевой сваркой.

## **1.4. Гидроударная штамповка ниобия**

Для изготовления резонатора, соответствующего требуемой геометрии, необходимо изготовить его детали – полуячейки и трубки дрейфа. Основную трудность представляет штамповка полуячеек из ниобия требуемой формы. Для резонаторов строящегося в Гамбурге лазера на свободных электронах European XFEL используют обычную инструментальную штамповку [57] с применением пуансона и матрицы. Инструментальные штампы имеют высокую производительность, что крайне важно при массовом производстве, но при этом имеют высокую стоимость, а учитывая требования к геометрической точности сложнопрофильных резонаторов, стоимость таких штампов дополнительно возрастает. Кроме того, инструментальная штамповка не гарантирует защиты сверхчистого ниобия от загрязнения материалом оснастки, так как штамповка осуществляется за счет жесткого контакта с пуансоном. Более того: имеются весьма существенные сложности, связанные с сохранением точной геометрии при пружинении листового материала вследствие штамповки, а также с неравномерным утонением, царапинами и задирами на изделиях.

Описанных выше недостатков лишена технология гидроударной штамповки, предложенная в настоящей работе для изготовления полуячеек резонатора и ранее не применявшаяся в практике производства ниобиевых резонаторов. Для отработки данной технологии было необходимо провести статические и динамические исследования свойств ниобия и модельных материалов, которые определяют как целесообразность применения предлагаемого метода, так и все технические параметры процесса изготовления полуячеек резонатора. Проведенные исследования позволили впервые реализовать технологию производства ниобиевых полуячеек методом гидроударной штамповки в пределах заданной точности изготовления.

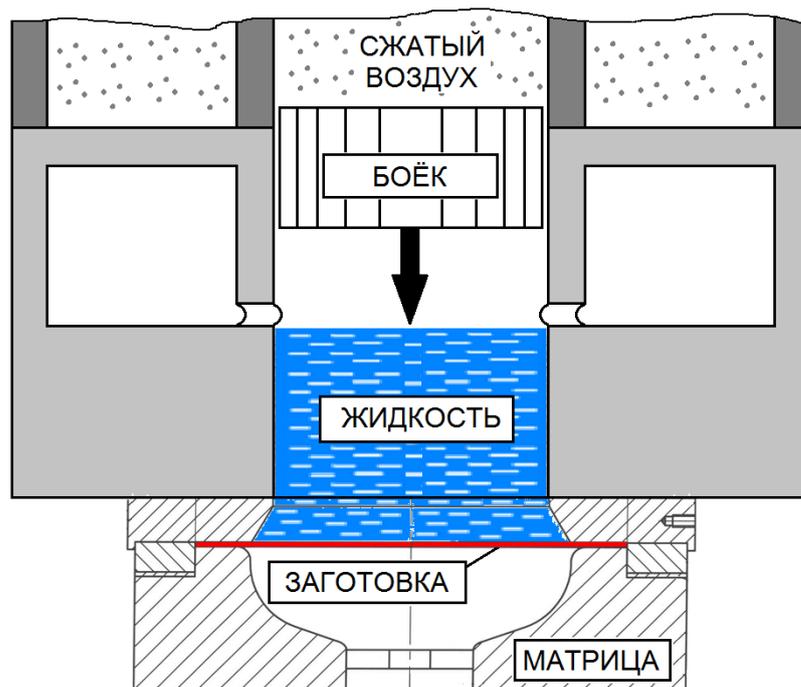


Рисунок 19 – Принципиальная схема метода гидроударной штамповки

Принципиальная схема метода гидроударной штамповки представлена на Рисунке 19. Сущность процесса заключается в следующем. Боек, разогнанный до высокой скорости энергией сжатого воздуха, ударяет по жидкости, находящейся в рабочей камере, создавая в ней импульс давления. Это деформирует листовую заготовку по матрице. Данный метод обладает такими достоинствами, как низкая стоимость оснастки, отсутствие уплотнений, высокое и равномерное деформирующее усилие жидкости, которое гарантирует точное копирование матрицы, выглядит предпочтительней перед описанными методами штамповки. *Особенно отметим, что в процессе деформации при гидроударной штамповке практически весь объем металла находится в пластическом состоянии – это приводит к отсутствию пружинения, а значит к существенному повышению точности конечных изделий. Сверхчистый ниобий – высокопластичный металл и поэтому обладает высокой схватываемостью с деформирующим инструментом. Это приводит к снижению качества поверхности изделий, а гидроударная штамповка, благодаря минимальному контакту инструмента с заготовкой, устраняет этот недостаток [58].*

Таким образом, гидроударная штамповка полулунечек резонаторов представляется весьма перспективным направлением при изготовлении как опытных партий резонаторов, так и при массовом производстве сверхпроводящих ниобиевых резонаторов. Выпускаемое серийно современное гидроударное оборудование обладает следующими достоинствами:

- простота и низкая стоимость оснастки, так как роль пуансона выполняет жидкость,

- отсутствие уплотняющих устройств,
- высокое и равномерное деформирующее усилие,
- отсутствие пружинения,
- короткие сроки подготовки производства,
- высокое качество поверхности отштампованных изделий,
- отсутствие средств повышенной опасности, так как роль энергоносителя выполняет сжатый воздух цеховой пневмосети.

Так как ниобий является довольно дорогим материалом, для отработки технологии штамповки полноразмерных полуячеек целесообразно использовать модельные материалы: в качестве модельных материалов была выбрана медь М1М и алюминиевый сплав АМцМ.

В зависимости от характера деформаций, возникающих в металле, различают прочность статическую и динамическую. Для оценки характеристик прочности служат его механические испытания. Статические испытания на растяжение получили широкое распространение, они легко осуществимы и наиболее хорошо изучены. Характерной особенностью этих испытаний являются равномерное, постепенно возрастающее нагружение образца с малой скоростью деформации вплоть до разрушения. При этом величина усилия с достаточной точностью определяется силоизмерительными механизмами.

#### **1.4.1. Статические испытания металлов**

При статических испытаниях определяются напряжения, характеризующие сопротивление металла деформации в различных стадиях ее развития:

- сопротивление упругим и малым (начальным) пластическим деформациям (предел упругости  $\sigma_{уп}$ , предел пропорциональности  $\sigma_{пц}$  и предел текучести  $\sigma_T$ );
- сопротивление металла значительным пластическим деформациям (предел прочности  $\sigma_B$ );
- пластичность, характеризующая удлинение  $\delta$  и сужение  $\psi$ .

При испытаниях металлов на растяжение обычно используют образцы равномерного сечения: цилиндрические или плоские. Деформация образца проводится при плавно возрастающей нагрузке.

На Рисунке 20 представлен чертеж плоского образца, выполненный в соответствии с ГОСТ 11701-84 [59] для испытаний на растяжение.

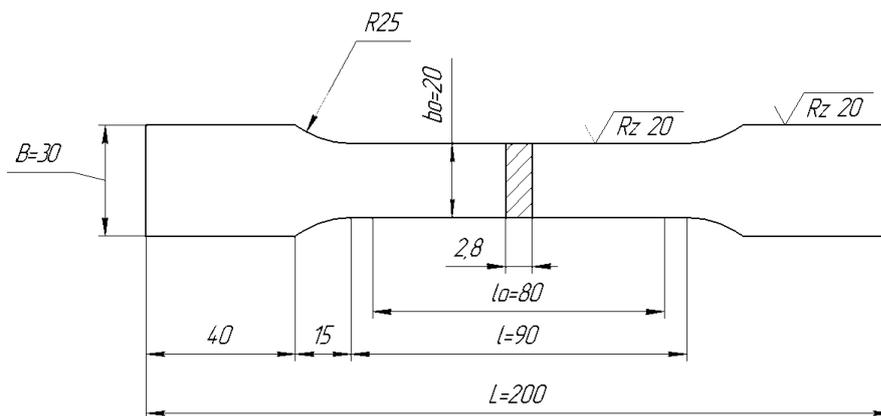


Рисунок 20 – Плоский образец для испытания на растяжение

Образец состоит из рабочей части  $l$ , имеющей постоянное сечение по всей длине и головок, предназначенных для крепления образца в захватах разрывной машины. При испытаниях рабочая часть образца подвергается линейному растяжению, а головки работают на срез и смятие. Таким образом, рабочая часть образца и головки находятся в разных напряженных состояниях. С целью устранения влияния головок делают плавные переходы между головками и рабочей частью, и расчетную длину берут меньше длины  $l$  рабочей части образца. При каждом статическом испытании устанавливается функциональная зависимость действующей на образец нагрузки и вызывающей его деформации.

Образцы изготавливались на металлорежущем оборудовании на ножницах и фрезерном станке с соблюдением мер, исключаящих изменение свойств обрабатываемого материала (перегрев, наклеп). Глубина резания при последнем проходе не превышала 0.3 мм. Поверхностные слои проката при этом сохраняются без изменения. Для проведения испытаний была использована «Машина для испытания на растяжение – сжатие ZD 10/90» с максимальным усилием 10 тс, изготовленная в Германии. Эта машина снабжена приборами, автоматически записывающими диаграмму нагрузка–деформация.

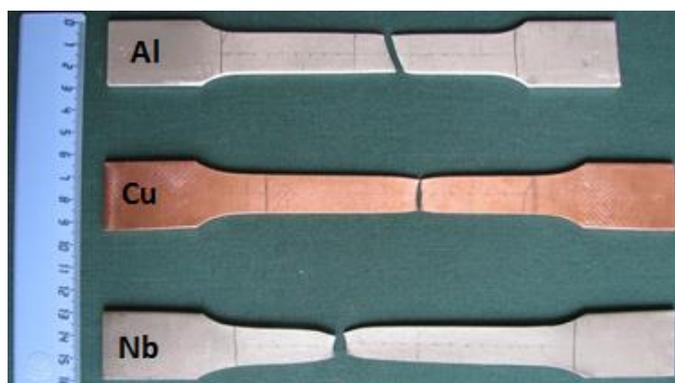


Рисунок 21 – Образцы из модельных материалов и из ниобия после испытаний на растяжение

Изображение образцов после испытания на растяжение показано на Рисунке 21. При растяжении вязкого (пластичного) материала сначала происходит однородная пластическая деформация (по всей длине образца). Затем, при достижении определенной степени деформации, начинается локализация деформации – образование шейки, где и протекает дальнейшая деформация. Основным механизмом деформации кристаллических тел является скольжение дислокаций [60]. В поликристаллах даже при невысоких степенях деформации начинается множественное скольжение дислокаций внутри зерен. Наличие множественного скольжения особенно характерно для металлов с объёмно-центрированной кристаллической решёткой (ОЦК), в которых имеется большое количество систем скольжения (сочетание возможной плоскости скольжения дислокаций с возможными направлениями скольжения в указанной плоскости).

Разрушение пластичного кристаллического материала всегда начинается в центральной части шейки, где образуются “вязкие трещины”, которые затем сливаются друг с другом. Такие трещины фактически представляют собой макропоры, которые в плане (на поверхности разрыва образца) имеют форму характерных лунок. Отметим, что на этой стадии в основном происходит не столько рост отдельных трещин (пор), сколько образование новых и их слияние за счет разрыва перешейков между ними. После слияния достаточно большого количества таких трещин (пор) образуется магистральная трещина, которая далее может расширяться (двигаться как целое) по направлению к периферии образца. Таким образом, в центральной части шейки уже произошел разрыв, а на периферии еще продолжается пластическая деформация (удлинение) материала. Напомним, что здесь рассматривается тонкий плоский образец, т.е. путь, который должна пройти магистральная трещина к боковой поверхности, в одном направлении (по толщине) значительно меньше, чем в другом (по ширине). При этом в центре образовавшиеся поверхности начинают отдаляться друг от друга. Поэтому и наблюдается форма разрушившегося образца в виде двух чаш с чечевицеобразной полостью между ними (Рисунок 21), а не в виде типичной пары (двух половинок образца) типа чаша-конус, характерной для разрушения цилиндрических образцов пластичных. Изображение поверхности ниобиевого листового материала после испытания на растяжение представлено на Рисунке 22. Здесь приведены фотографии поверхности у границы разрыва образца при различном увеличении, полученные с помощью электронного микроскопа.

На поверхности при небольшом увеличении (Рисунок 22, а-д) наблюдается сетка линий. Это линии скольжения, или линии Чернова-Людерса – выходы на поверхность полос скольжения. Поскольку имеет место множественное скольжение, то полосы скольжения пересекаются в материале и, соответственно, на поверхности образца линии Чернова-Людерса

будут пересекаться. Именно это наблюдается на микрофотографиях (Рисунок 22, е-ж) – пересекающиеся линии линий скольжения в результате множественного скольжения дислокаций.

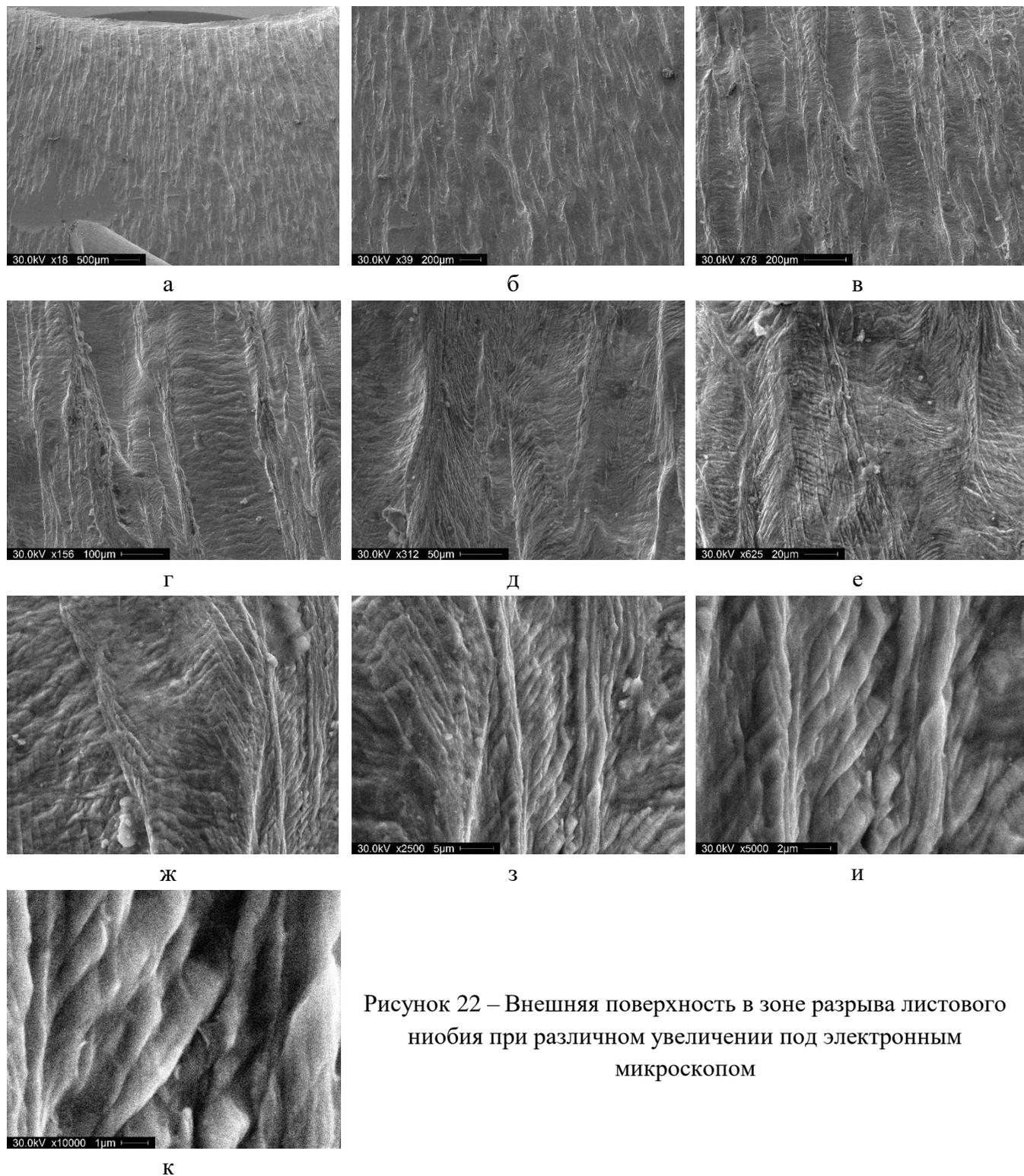


Рисунок 22 – Внешняя поверхность в зоне разрыва листового ниобия при различном увеличении под электронным микроскопом

Каждая полоса скольжения состоит из набора параллельных кристаллографических плоскостей скольжения, по которым и происходит движение дислокаций при деформации. В

каждой такой плоскости скольжения работает источник дислокаций – типично это источник Франка-Рида. Поскольку между дислокациями (и источниками Франка-Рида), находящимися в параллельных кристаллографических плоскостях, действуют упругие силы, то такие плоскости находятся на некотором расстоянии друг от друга, равном  $(\sim 10-100) \cdot a$ , где  $a$  – период решетки. Полоса скольжения состоит из набора таких плоскостей, между которыми имеются плоскости, в которых нет деформации (т.е. нет скольжения дислокаций). Поэтому то, что наблюдается на поверхности как одна линия скольжения (линия Чернова-Людерса), т.е. пересечение полосы скольжения с поверхностью – это на самом деле набор параллельных кристаллографических плоскостей скольжения, вышедших на поверхность образца. Поэтому при рассматривании поверхности под все большим увеличением линии Чернова-Людерса становятся видны как набор близкорасположенных параллельных линий. Каждая из них соответствует пересечению упомянутых кристаллографических плоскостей скольжения, по которым и происходит пластическая деформация на микроуровне, с внешней поверхностью образца. Именно это и наблюдается на Рисунке 22, з-к.

Таким образом, представленный качественный анализ структуры ниобиевого образца после испытания на разрыв показал классическую картину, характерную для металла, обладающего высокой пластичностью, что уже свидетельствует о его хорошей штампуемости.

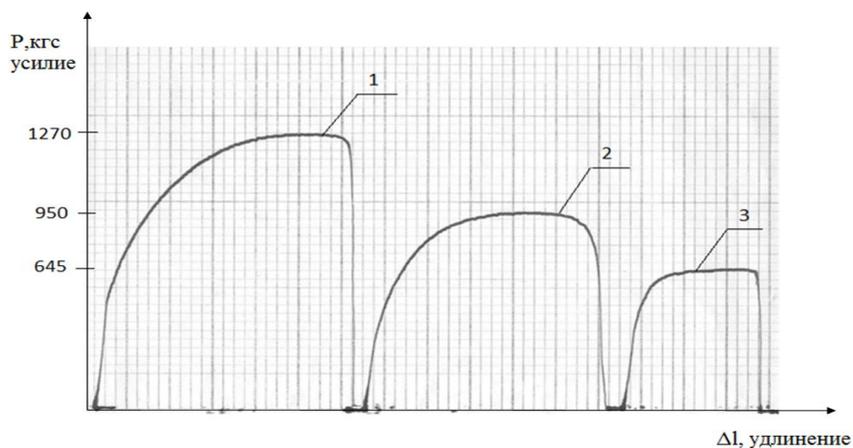


Рисунок 23 – Диаграмма растяжения меди, алюминия и сверхчистого ниобия:

1 – Медь, 2 – Ниобий, 3 - Алюминий

Возвращаясь к статическим испытаниям ниобия и модельных материалов, приведём на Рисунке 23 диаграмму растяжения меди, алюминия и сверхчистого ниобия. Диаграмма построена в прямоугольной системе координат, где по оси ординат отложено усилие растяжения, а по оси абсцисс абсолютное удлинение образца. Результаты испытаний представлены в Таблице 6.

Таблица 6 – Результаты испытаний на растяжение плоских образцов

Материал	Начальные ширина и толщина образца, мм	Начальная площадь поперечного сечения образца, мм <sup>2</sup>	Начальная расчетная длина, мм	Конечная расчетная длина, мм	Наибольшая нагрузка, кгс	Нагрузка при пределе текучести, кгс	Временное сопротивление, кгс/мм <sup>2</sup>	Предел текучести, кгс/мм <sup>2</sup>	Относительное равномерное удлинение, %	Относительное удлинение после разрыва, %
Nb Ningxia	$\frac{19.9}{2.89}$	57.5	80	108	980	578	17.0	9.78	30	35
Nb Tokyo Denkai	$\frac{19.8}{2.83}$	56.0	80	125	950	400	16.6	7.0	44	57
Cu	$\frac{19.7}{2.93}$	57.8	80	126	1270	533	21.9	9.5	47	57
Al	$\frac{19.3}{2.83}$	54.7	80	108	645	366	11.8	6.5	26	35

Результаты этих испытаний показывают: прочностные свойства ниобия высокой чистоты находятся в интервалах между соответствующими характеристиками меди и алюминия. Таким образом, медь и алюминий пригодны для использования в качестве модельных материалов при исследованиях по штамповки полужеек резонатора.

#### 1.4.2. Динамические испытания металлов

Следующим этапом необходимо провести динамические испытания для исследования влияния высокоскоростной деформации на способность высокочистого ниобия к глубокой вытяжке методом гидроударной штамповки.

Оценка «штампуемости» листового материала имеет большое производственное значение, поэтому разработано множество методов оценки штампуемости, но единого универсального метода оценки штампуемости нет и это закономерно, т.к. в листовой штамповке существует множество технологических операций и все они отличаются по виду деформации, напряженно-деформированному состоянию, условиям трения и массе других факторов. Оценку штампуемости материала проводят для каждой характерной операции отдельно на основе экспериментов в условиях, близких к реальным. При этом определяют наиболее существенный показатель рассматриваемой технологической операции, по величине которого и оценивают возможности материала для данной операции. Так как при изготовлении большинства деталей

основной и наиболее сложной операцией является вытяжка. Способность материала подвергаться этой операции является особенно важным показателем. При гидроударной вытяжке задача оценки штампуемости еще более усложняется, так как гидроударное нагружение создает своеобразное напряженно-деформированное состояние заготовки и оказывает существенное влияние на штампуемость металла, в том числе и тугоплавких металлов, таких как ниобий.

*В настоящее время отсутствуют исследования штампуемости не только сверхчистого ниобия, но и ниобия любой чистоты при гидроударном нагружении.* Поэтому оценка штампуемости сверхчистого ниобия при гидроударном нагружении является актуальной и принципиально новой задачей. Для оценки деформационных свойств различных металлов при гидроударном нагружении в работе [61] предложена методика, где в качестве критерия штампуемости используется значение предельной степени вытяжки

$$K^{np} = D/d$$

где  $D$  – диаметр заготовки;  $d$  – диаметр вытягиваемого изделия. Величина предельной степени вытяжки, помимо деформационных свойств материала, зависит от конструктивных характеристик гидроударного оборудования и технологической оснастки. В связи с этим для определения истинной предельной степени вытяжки важно знать величину и характер влияния этих характеристик на предельную степень вытяжки. К таким характеристикам относятся:

- относительная масса бойка  $\alpha$  (отношение массы жидкости в рабочей камере к массе бойка);
- величина радиуса закругления матрицы  $R_M$ ;
- относительная толщина заготовки  $S/D$ ;
- наличие смазки и ее качество;
- схема процесса гидроударной вытяжки.

Существует еще ряд конструктивных характеристик гидроударных прессов, которые оказывают некоторое влияние на предельную степень вытяжки, однако оно исключается путем однотипного проектирования (например, соотношение объемов ресивера и ствола гидроударного пресса), или не превосходит нескольких процентов и им можно пренебречь (например, влияние рода жидкости в рабочей камере).

Величины предельных степеней вытяжки определяются построением диаграмм штампуемости. Процесс построения таких диаграмм весьма трудоемок и требует большого количества заготовок, но зато дает весьма точный результат по значению  $K^{np}$ . Кроме того, дает полную картину процесса вытяжки при различных соотношениях предельных степеней вытяжки и энергии удара.

Эксперименты по установлению общих закономерностей процесса гидроударной штамповки ниобия проводились на лабораторной гидроударной установке, созданной в Физико-техническом институте НАНБ. Установка отличается максимальной простотой и обладает хорошими энергетическими возможностями – удельная энергия установки достигает величины  $1.1 \cdot 10^6$  Дж/м<sup>2</sup>, что превышает удельные энергии удара промышленных гидроударных прессов. Для экспериментов выбран боек, масса которого составит 1.47 кг, что соответствует относительной массе бойка  $\alpha = 0.119$ . В качестве рабочей жидкости применяется дистиллированная вода. Объем воды в камере составляет  $1.76 \cdot 10^{-4}$  м<sup>3</sup> (масса жидкости – 0.176 кг). В экспериментах применялась цилиндрическая рабочая камера диаметром 50 мм. Вытяжка цилиндрических стаканчиков производится в матрицу диаметром 30 мм. Для экспериментов использовались круглые заготовки из ниобия толщиной 0.8 мм, которые перед вытяжкой тщательно смазываются. Диаметры вытягиваемых заготовок  $D$  равны 40 мм, 45 мм, 50 мм, 55 мм, 60 мм, 65 мм и 70 мм; соответственно  $0.01 \leq S/D \leq 0.02$ . Вытяжка цилиндрических стаканчиков производится в матрицу диаметром  $d = 30$  мм. Радиус закругления матрицы равен  $R_M = 3.2$  мм.

Партии заготовок одного диаметра, начиная с наименьшего, подвергались вытяжке с целью установления минимально необходимой энергии для полной вытяжки заготовки. Для каждой последующей заготовки постепенно увеличивалась или уменьшалась энергия удара в зависимости от того, как удачно была выбрана энергия первого удара. Величина кинетической энергии бойка контролируется по показаниям давления в пневмосети установки. Изображение ниобиевых экспериментальных образцов приведено на Рисунке 24.



Рисунок 24 – Экспериментальные образцы из ниобия

В результате этого эксперимента определяем характер вытяжки (полная/неполная вытяжка либо разрушение) и наносим на диаграмму применённую удельную энергию бойка  $E_{уд}$

для данной степени вытяжки  $K$  и по полученным экспериментальным точкам строятся кривые штампуемости материала методом графической интерполяции. Построенные таким образом кривые штампуемости определяют соотношения между энергией бояка и степенью вытяжки заготовки, а также величину предельной степени вытяжки, значения которой в дальнейшем можно использовать для сравнения деформационных способностей различных конструкционных материалов при гидроударной вытяжке и при проектировании технологических процессов в будущем.

Полученная в эксперименте диаграмма штампуемости ниобия приведена на Рисунке 25. Эти полученные новые данные для ниобия ранее в литературных источниках и лабораторных исследованиях отсутствовали.

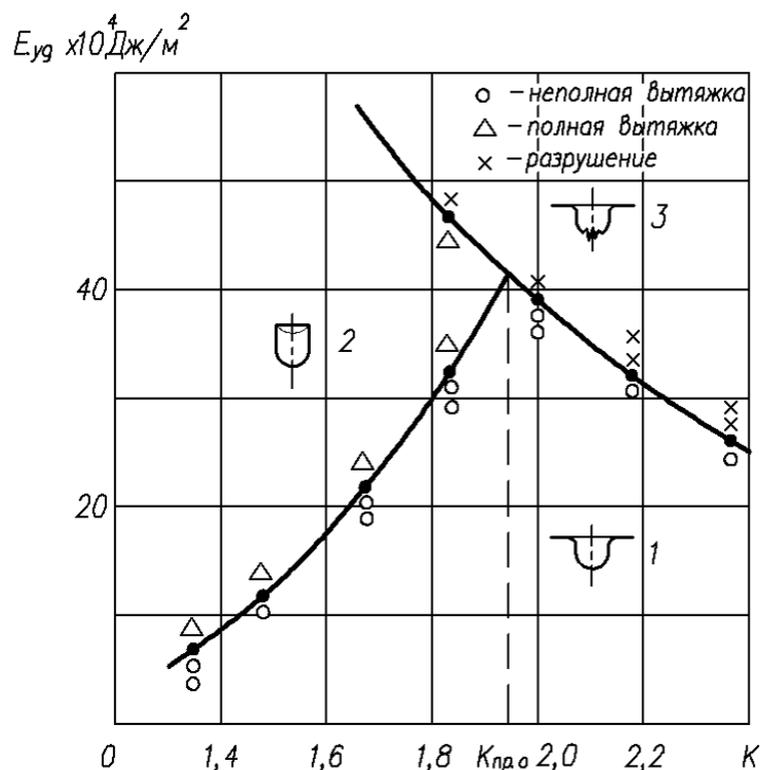


Рисунок 25 – Диаграмма штампуемости для сверхчистого ниобия

Эти кривые определяют связь между начальной степенью вытяжки, энергией удара и характером вытяжки. Из рисунка видно, что кривые штампуемости являются границами трех характерных областей. Область 1 определяет такие соотношения удельной энергии бояка  $E_{уд}$  и начальных степеней вытяжки  $K$ , при которых можно получить только неполную вытяжку, то есть деталь всегда будет с фланцем. Область 2 определяет соотношение параметров, при которых происходит полная вытяжка заготовки (всегда без фланца), а область 3 характеризуется тем, что здесь при любых соотношениях энергии бояка и начальной степени

вытяжки заготовка разрушается. Общая для всех трех областей точка на кривых штампуемости соответствует предельной степени вытяжки  $K_0^{пр}$ . Этой точке соответствует максимальный размер заготовки, полную вытяжку которой можно произвести за одно нагружение. Кроме этого видно, что предельной степени вытяжки соответствует единственное значение необходимой удельной энергии, в то время как любой начальной степени вытяжки, меньше предельной, соответствует определенный диапазон удельных энергий бояка. Этот диапазон уменьшается по мере приближения начальной степени вытяжки к критической, а значит чувствительность материала к избытку энергии возрастает, и отклонение ее от оптимального значений может привести к разрушению или неполной вытяжке заготовки.

*Выполненные эксперименты установили значение предельной степени вытяжки сверхчистого ниобия  $K_0^{пр} = 1.92$ , что указывает на хорошую штампуемость сверхчистого ниобия при гидроударном нагружении.* Для меди М1М и алюминиевого сплава АМцМ при гидроударном нагружении в таких же условиях эти показатели соответственно равны 1.91 и 1.94 [62]. Таким образом, применяя эти материалы в качестве модельных позволяют отработать режимы штамповки полноразмерных полуячеек из осочистого ниобия.

#### **1.4.3. Штамповка полуячеек резонаторов и точность изготовления**

Эти, полученные впервые для ниобия данные, позволили установить энергетические показатели процесса гидроударной вытяжки полуячеек резонатора из сверхчистого ниобия и разработать технологический процесс изготовления.



Рисунок 26 – Гидроударный пресс СФТ-510 в ФТИ НАНБ (слева) и оснастка для штамповки полуячеек резонатора (справа)

Для штамповки полноразмерных полуячеек была спроектирована и изготовлена штамповая оснастка для гидроударного прессы – матрица для штамповки полуячеек, зажимное устройство и вспомогательные детали. Штамповка полуячеек резонатора проводилась в Минске в Физико-техническом институте НАНБ на гидроударном прессы СФТ-510. Этот промышленный гидроударный пресс выполняет практически все операции листовой штамповки — вытяжку, пробивку, вырубку, формовку, раздачу труб и т.д. Изображение гидроударного прессы и штамповой оснастки представлены на Рисунке 26.

Отработка технологии гидроударной вытяжки, впрочем, как и любой другой, требует больших затрат времени и материалов; поэтому, как отмечалось выше, учитывая высокую стоимость заготовок из ниобия, было решено обрабатывать технологию штамповки на материале АМцМ, как на наименее пластичном материале. Это позволило минимизировать количество экспериментов на меди М1М и ниобии высокой чистоты, а значит уменьшить стоимость работ. Результаты отработки технологии на алюминии-марганцевом сплаве использованы для определения всех технологических показателей для меди и ниобия, в соответствии с их прочностными и пластическими свойствами, полученными как при испытаниях на растяжение, так и на штампуемость.



Рисунок 27 – Полуячейки резонатора, отштампованные на гидроударном прессы СФТ-510: слева – из модельных материалов М1М и АМцМ, справа – из листового ниобия высокой чистоты от Ningxia

Таким образом, проведённые исследования позволили впервые в практике изготовления ниобиевых резонаторов, методом гидроударной штамповки получить готовые детали с первой заготовки, как для модельных материалов, так и для сверхчистого ниобия. Отштампованные полуячейки из меди и алюминия, а также сверхчистого ниобия приведены на Рисунке 27.

Для определения точности изготовления полуячеек резонатора в работе контролировались два размера: внутренний диаметр в области экватора резонатора  $D_{eq}^{in}$  и внутренний диаметр в области ириса (место стыковки резонатора с трубкой дрейфа)  $d_{iris}^{in}$ . Это главные размеры полуячеек, по которым они электронным лучом свариваются друг с другом и с трубками дрейфа. К этим размерам предъявляются самые высокие требования, так как разнотолщинность стенок даже в 0.1 мм уже вызывает проблемы при сварке, и считается недопустимым [57]. После штамповки эти размеры подвергаются механической обработке резанием, а учитывая то, что сверхчистый ниобий очень плохо обрабатывается, то допуски на механическую обработку должны быть минимальными как по линейным размерам, так и по эллипсности. В отштампованных полуячейках (по две каждого из материалов) измерялись диаметры  $D_{eq}^{in}$  и  $d_{iris}^{in}$  с точностью до 0.05 мм в двух взаимно-перпендикулярных направлениях. Результаты измерений приведены в Таблице 7. Кроме диаметров  $D_{eq}^{in}$  и  $d_{iris}^{in}$  здесь приведены их отклонения от номинального значения  $\Delta D_{eq}^{in}$  и  $\Delta d_{iris}^{in}$  соответственно, а также толщина исходного листа  $S$ .

Таблица 7 – Размеры изготовленных полуячеек

№ обр.	Материал	$S$ , мм	$D_{eq}^{in}$ , мм	$d_{iris}^{in}$ , мм	$\Delta D_{eq}^{in}$ , мм	$\Delta d_{iris}^{in}$ , мм
1А	АМцМ	2.84	206.5	78.00	-0.1	-0.10
			206.6	78.10	0.0	0.00
2А	АМцМ	2.84	206.5	78.10	-0.1	0.00
			206.5	78.10	-0.1	0.00
1М	М1М	2.90	206.6	78.10	0.0	0.00
			206.7	78.00	+0.1	-0.10
2М	М1М	2.90	206.6	78.00	0.0	-0.10
			206.5	78.00	-0.1	-0.10
1Н	Nb-Ningxia	2.87	206.5	78.05	-0.1	-0.05
			206.6	78.00	0.0	-0.10
2Н	Nb-Ningxia	2.87	206.5	78.05	-0.1	-0.05
			206.6	78.00	0.0	-0.10

Приведённые в Таблице 7 данные свидетельствуют: применённый метод гидроударной штамповки обеспечивает высокую точность изготовления, так как отклонение измеряемых диаметров не превышает 0.1 мм. Подобный результат недостижим для инструментальной штамповки и фактически такие отклонения характерны для процессов обработки металлов резанием. Для деталей таких размеров в справочниках по холодной штамповке [63 – 64] приводятся допускаемые отклонения по диаметру на порядок больше ( $\pm 0.4 - 0.9$  мм) по сравнению с достигнутыми отклонениями (0.05 – 0.1 мм) при гидроударной штамповке.

Что касается качества поверхности отштампованных гидроударным методом изделий, то оно определяется только качеством поверхности исходного материала. О шероховатости исходного листового сверхчистого ниобия от фирмы Ningxia говорилось в Параграфе 1.3 – средняя шероховатость листов колебалась от 0.6 до 0.958 мкм, и эта шероховатость практически не изменилась на отштампованных изделиях. Визуальное исследование модельных материалов подтверждает вывод, что качество поверхности отштампованных гидроударным методом изделий определяется только состоянием исходной заготовки.

Подведём итоги применения созданного метода гидроударной штамповки полуячеек резонаторов:

- Проведены статические и динамические исследования свойств ниобия и модельных материалов. Показано, что медь М1М и алюминиевый сплав АМцМ пригодны для применения в качестве модельных материалов при экспериментальной обработке технологии гидроударной штамповки полуячеек резонатора.
- Впервые экспериментально определена предельная степень вытяжки при гидроударной штамповке ниобия высокой чистоты. Установлено, что ниобий обладает хорошей штампуемостью при гидроударном нагружении и пригоден к штамповке полуячеек резонатора.
- Изготовлена технологическая оснастка для штамповки полуячеек резонатора, на которой отштампованы полуячейки из модельных материалов и из ниобия.
- Впервые методом гидроударной штамповки изготовлены детали резонатора из ниобия. Исследования показали, что гидроударный метод штамповки полностью удовлетворяет требованиям по точности, качеству и экономичности, предъявляемым к методу изготовления сверхпроводящих ниобиевых резонаторов.

## **1.5. Механическая обработка деталей резонатора**

В предыдущем параграфе описана разработанная технология штамповки заготовок полуячеек резонатора из листового материала. Следующая технологическая операция изготовления полуячеек – это токарная обработка торцов отштампованных заготовок. Помимо полуячеек, токарной обработке также подвергаются трубки дрейфа и фланцы резонатора, которые тоже изготавливаются из особо чистого ниобия. Токарная обработка резанием – это завершающий этап изготовления деталей резонаторов, и требуется отработать режимы такой мехобработки ниобия высокой чистоты и создать всю необходимую технологическую оснастку.

Как было показано выше, сверхчистый ниобий – это высокопластичный металл и, подобно алюминию, меди, нержавеющей стали, платине, золоту, никелю и др, плохо поддается обработке резанием. Предпринятые первые попытки обработки показали, что сверхчистый ниобий по сравнению с перечисленными металлами значительно сложнее поддается резанию – присутствует тенденция к привариванию, налипанию ниобия к режущей пластине, интенсивный износ режущей кромки, задиры обрабатываемой детали, возрастание микротвердости в несколько раз на поверхности среза.

Для изготовления трубок дрейфа у фирмы Heraeus Materials Technology (Германия) была закуплена бесшовная труба внутренним диаметром 78 мм, толщиной стенки 3 мм из высокочистого ниобия с параметром  $RRR = 305$ . Заготовка для штамповки полуячеек изготавливалась из листового ниобия фирмы Ningxia в виде квадрата 290×290 мм: методом водоструйной резки вырезается круг Ø 285 мм. Процесс проходит в воде при комнатной температуре и не вызывает технических сложностей.

Для выполнения операции резания были применены резцы с пластинками из твердых сплавов T15K6, BK8 и быстрорежущий стали P6M5. Испытания этих резцов проведены в широком диапазоне скоростей – от 18 м/мин до 210 м/мин. Наилучшие результаты в проведённых испытаниях показали резцы с пластинками BK8 – эти резцы выбраны для дальнейших работ. Стоит отметить, что при испытаниях выяснилось, что сверхчистому ниобию свойственно образование очень прочного заусенца, и нужны индивидуальные приемы по его удалению.



Рисунок 28 – Детали устройства механической обработки полуячеек

Наибольшую трудность представляет собой процесс обработки резанием отштампованной полуячейки. Непосредственно зажимать её в токарном патроне не представляется возможным из-за сложной формы и недостаточной жесткости. Для фиксации отштампованных полуячеек в токарном патроне было разработано специальное зажимное устройство (Рисунок 28), позволяющее обрабатывать торцы за одну установку на станке. Вначале это устройство зажимается в токарном патроне и проверяется биение базовых поверхностей. После этого обрабатываемая деталь зажимается прижимным кольцом и проверяется биение детали в местах обработки. При такой схеме обеспечивается параллельность обрабатываемых торцов и их перпендикулярность оси аксиальной симметрии.

Обработка резанием проводилась под постоянной струей смазочно-охлаждающей жидкости (СОЖ), что предотвращало нагрев в зоне резания более 80 °С. В качестве СОЖ использовали немецкую эмульсию DASCOOL-S44, которую растворяли водой в отношении 1:20. Использовали изолированную подачу СОЖ. Режимы резания были очень щадящими: небольшая глубина резания - не более 0.2 мм; минимальная ручная подача.



Рисунок 29 – Изготовленные детали одноячеечного резонатора из ниобия (слева) и резонатор в сборе (справа)

Таким образом, были отработаны режимы механической обработки деталей резонатора из ниобия высокой чистоты и создана вся необходимая технологическая оснастка. Отдельные детали резонатора и резонатор в сборе представлены на Рисунке 29. Проведённые исследования завершают полный производственный цикл изготовления деталей сверхпроводящих ниобиевых одноячеечных резонаторов на частоту 1.3 ГГц. Изготовлены все детали резонатора, состоящего из двух полуячеек, двух трубок дрейфа и двух фланцев.

В заключении отметим, что подобные исследования с особоцистым ниобием в ОИЯИ и научных центрах стран-участниц ранее не проводились.

## **Выводы Главы 1**

В этой главе суммированы основные результаты НИОКР, обеспечившие создание собственной оригинальной технологии изготовления сверхпроводящих резонаторов, основанной на методе гидроударной штамповки.

Вывод 1.1 Для задачи проектирования сверхпроводящего резонатора на частоту 1.3 ГГц разработан оригинальный алгоритм расчёта и выполнена его программная реализация [2, 7, 11, 17]. Это позволило найти оптимальную форму резонатора, обеспечивающую минимальную напряжённость электрического поля на стенках резонатора и максимальную на его оси в соответствии с проектными параметрами ускорителя ИЛС.

Вывод 1.2 Проведено материаловедческое исследование образцов ниобия от различных производителей (Россия, Казахстан, Китай, Япония) и принято решение использовать ниобий от зарекомендованного производителя из Китая – Ningxia Orient Tantalum Industry Co. Ltd.

Полностью освоена технология химического травления ниобия методом ВСП, ранее для ниобия не применявшаяся в ОИЯИ и научных центрах стран-участниц [9, 17]. Отработана методика и спроектирована технологическая оснастка для предварительной полировки поверхности ниобия перед выполнением ЭЛС. Разработана методика выявления и удаления дефектов материала и химических остатков как результата химической обработки, основывающаяся на шлифовании поверхности, химическом травлении и электрополировке.

Вывод 1.3 Исследовано влияние высокоскоростной деформации на способность ниобия к глубокой вытяжке. Определены предельные степени вытяжки модельных материалов и сверхчистого ниобия: 1.94 для Al(AMцМ), 1.91 для Cu(M1M), 1.92 для Nb. Проведён анализ структуры образцов после испытаний на растяжение. Впервые получена диаграмма штампуемости высокочистого ниобия для метода гидроударной штамповки [5, 17].

Впервые в практике создания сверхпроводящих резонаторов применён метод гидроударной штамповки и изготовлены полуячейки из модельных материалов и из ниобия. Отработаны режимы механической доработки полуячеек и изготовлено приспособление для обработки их торцов. Предполагается, что данная технология существенно сократит непроизводительные затраты времени на поиск пары пригодных к сварке полуячеек.

Ключевое преимущество технологии гидроударной штамповки заключается в отсутствии пружинения, что обеспечивает высокую точность изготовления при серийном производстве. В отличие от традиционной инструментальной штамповки, при которой происходит упругая деформация заготовки и имеет место пружинение материала, гидроударная штамповка обеспечивает пластическую деформацию материала. При этом ввиду высокой скорости деформации имеет место рекристаллизация зерна, что негативно сказывается на *RRR* ниобия. Однако этот недостаток нивелируется в дальнейшей технологической цепочке изготовления резонаторов, т.к. затем следует несколько стадий высокотемпературного отжига.

Таким образом, подводя итоги главы, отметим, что отработаны все технологические процедуры изготовления деталей резонаторов. Достигнутые тонические параметры сопоставимы с получаемыми в ведущих зарубежных центрах, специализирующихся на производстве резонаторов. Последующая операция – это электронно-лучевая сварка деталей, о которой пойдёт речь в следующей главе.

## Глава 2. Электронно-лучевая сварка ниобия

Одной из технологических операций, требующих особого внимания при изготовлении резонатора, является сварка его отдельных элементов. Неудовлетворительное качество сварного соединения может привести к локальному нагреву и выводу резонатора из сверхпроводящего состояния. Среди существующих технологий сварки для производства сверхпроводящих резонаторов из ультрачистого ниобия наиболее совершенным методом является электронно-лучевая сварка (ЭЛС). Данный метод, в отличие от всех остальных существующих вариантов сварки, позволяет сохранить чистоту металла в зоне расплавления и термического влияния на уровне исходного материала за счет рафинирующего действия высокого вакуума и процессов вытеснения примесей при зонной перекристаллизации при затвердевании металла [65].

Экспериментальные исследования по отработке режимов ЭЛС ниобия проводилось на оборудовании для электронно-лучевой обработки на базе энергоблока ЭЛА-15 в Физико-техническом институте НАНБ (г. Минск). Параметры энергоблока: ускоряющее напряжение 60 кВ, максимальная мощность луча 15 кВт, остаточное давление  $2 \cdot 10^{-3}$  Па. Общий вид установки показан на Рисунке 30. Дополнительно, для откачки вакуумной камеры с систему была включена азотная ловушка ДУ-400, установленная между диффузионным насосом и сварочной камерой, которая позволила понизить давление в камере до  $\sim 10^{-6}$  Па.



Рисунок 30 – Установка для электронно-лучевой сварки в ФТИ НАНБ

Электронный луч создается и формируется в электронно-оптической системе. Эмитированные с поверхности катода электроны ускоряются электрическим полем, прикладываемым между катодом и анодом. Кинетическая энергия сформированного в вакууме электронного пучка превращается в тепловую энергию в зоне сварки. Располагаемые нами диапазоны мощности и концентрации энергии в луче позволяют получать все виды термического воздействия на металл: нагрев до заданной температуры, плавление и быстрое испарение [66].

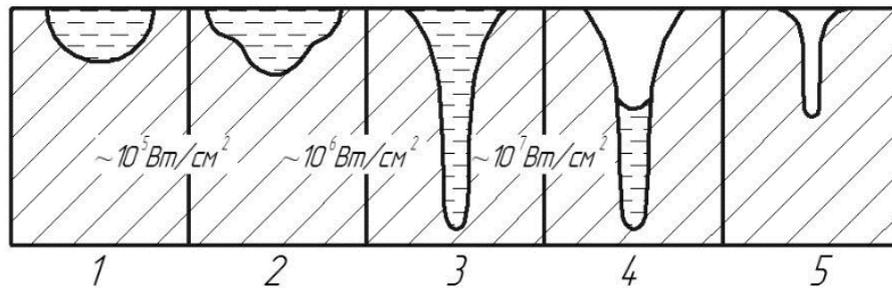


Рисунок 31 – Схематическое изображение поперечных сечений зон обработки для различных режимов электронно-лучевого воздействия: 1 - «мягкий» режим нагрева; 2 - переход к «жесткому» режиму; 3 - «кинжальное» проплавление; 4 - переход к отверстию; 5 - отверстие в материале

На Рисунке 31 изображены различные возможные режимы нагрева металла электронным лучом. При изготовлении ниобиевых резонаторов с учетом толщины листового материала и специфики необходимых свойств сварного соединения используется «мягкий» режим нагрева с мощностью луча  $10^4 - 10^5$  Вт/см<sup>2</sup>.

Анализ работ [67 – 73], в которых авторами были экспериментально получены сварные соединения особоистого ниобия с помощью электронно-лучевой сварки, свидетельствует о существовании зависимости между толщиной свариваемого металла  $S$  и вводимой при этом энергией, необходимой для получения требуемой геометрии и качества сварного шва. Приводимые в указанных литературных источниках параметры сварки сведены в Таблице 8. Здесь для наглядности, вводимое в процессе ЭЛС количество тепла приводится к погонной энергии сварки  $E_i$ , определяемой как количество энергии, которая вводится в единицу длины сварного шва согласно ГОСТ Р ИСО 857-1-2009 [74]:

$$E_i = U_{\text{уск}} \cdot I_{\text{св}} / V_{\text{св}}$$

Этот параметр  $E_i$  за счет приведения к «общему знаменателю» таких параметров сварки, как ускоряющее напряжение  $U_{\text{уск}}$ , ток  $I_{\text{св}}$  и скорость сварки  $V_{\text{св}}$ , позволяет сравнивать количество тепла, вводимого при электронно-лучевом воздействии на различных установках, описанных в различных литературных источниках.

Таблица 8 – Параметрам ЭЛС особочистого ниобия (литературные данные)

Параметры режима ЭЛС					Источник
$S$ , мм	$U_{\text{уск}}$ , кВ	$I_{\text{св}}$ , мА	$V_{\text{св}}$ , см/мин	$E_i$ , Вт·мин/см	
1.5	50	35	45	38.9	[67]
1.6	50	30	45	33.3	[68]
1.6	50	22	30	36.7	
1.6	50	37	46	40.2	[69]
1.7	150	13	36	43.3	[70]
2	50	46	30	76.7	[71]
2	120	19	30	76	[72]
2	60	40	30	80	
2.75	50	53	25	106	[73]
3	50	43	15	143.3	[71]

В работе [69] предлагается для предварительного подогрева и очистки места соединения (за счет вытеснения примесей при зонной перекристаллизации) перед сваркой проводить воздействие электронным лучом с энергией меньшей, чем при сварке. Так, используемые в работе [69] энергетические параметры луча ( $U_{\text{уск}} = 150$  кВ,  $I_{\text{св}} = 7$  мА,  $V_{\text{св}} = 36$  см/мин), позволили получить проплавления материала толщиной  $S = 1.7$  мм примерно на половину; при этом  $E_i$  составляла 29.2 Вт·мин/см. Предварительный подогрев позволяет несколько уменьшить количество вводимой при основном проходе энергии, однако, полученные исследователями значения параметров режима ЭЛС, необходимого для полного проплавления материала толщиной 1.7 мм, не выпадают из общей тенденции. Зависимость вводимой погонной энергии  $E_i$  от толщины свариваемого материала  $S$  приведена на Рисунке 32.

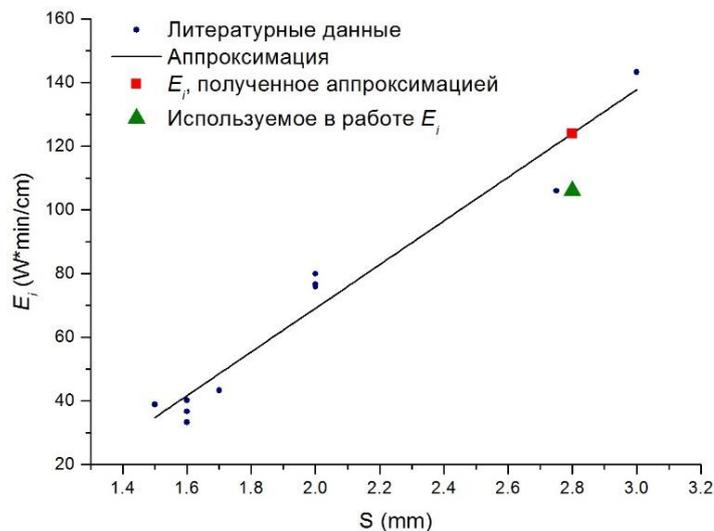


Рисунок 32 – Значение погонной энергии сварки, используемой для ЭЛС листового ниобия для различной толщины свариваемого материала (составлено по данным из Таблицы 8)

Приведённая на Рисунке 32 линейная аппроксимация литературных данных методом наименьших квадратов даёт значение при толщине листа  $S = 2.8$  мм значение погонной энергии сварки  $E_i \approx 124$  Вт·мин/см. В последующем, после проведённой серии экспериментов, для уменьшения зоны термического влияния значение  $E_i$  было снижено до 106 Вт·мин/см.

## 2.1. Отработка режимов ЭЛС на листовом ниобии

Для отработки режимов ЭЛС были изготовлены образцы из листового ниобия толщиной 2.8 мм производства фирм Tokyo Denkaï (Япония) и Ningxia (Китай). Из исходных листов при помощи гильотины отрубались пластины размером 70x25x2.8 мм. При изготовлении ниобиевых резонаторов, учитывая требования [57] по отклонению от округлости сваренных деталей ( $\pm 0.1$  мм), разделка кромок представляет собой замковое соединение (Рисунок 33), что совместно с использованием жесткой сборочно-сварочной оснастки позволяет обеспечить

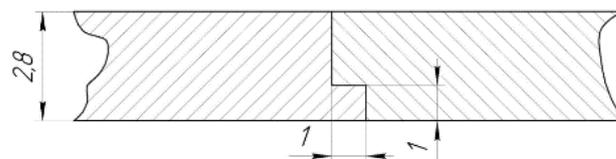


Рисунок 33 – Схема подготовки торцов для выполнения ЭЛС

проектную точность сборки и выдержать требуемую геометрическую точность изделия. В экспериментальных образцах плоской формы применено аналогичное замковое соединение. Кромки пластин обрабатывались на фрезерном станке с учетом опыта, полученного в исследованиях по механической обработке ниобия. Для фиксации взаимного расположения образцов была сконструирована и изготовлена экспериментальная оснастка из нержавеющей стали. Для удаления дефектов и загрязнений перед сваркой стравливался поверхностный слой металла толщиной 40 мкм методом ВСП, подробно описанным в Параграфе 1.3.

На изготовленных образцах были отработаны режимы, позволившие получить сварные соединения с полным проплавлением и с шириной сварного шва равной 1.5 - 2 толщины листа. Контролируемые геометрические характеристики сварных соединений – это ширина шва у входа луча и у корня шва ( $e_1$  и  $e_2$ ), вогнутость сварного

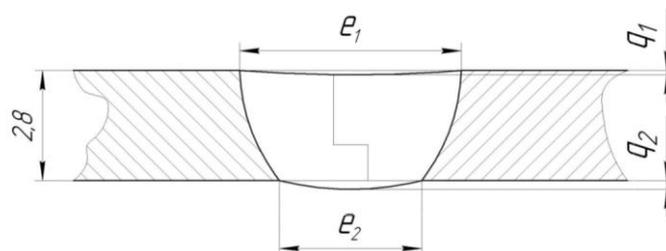


Рисунок 34 – Геометрические характеристики сварного соединения

шва у входа луча  $q_1$  и провисание металла у корня сварного шва  $q_2$  (Рисунок 34). Вогнутость сварного шва у входа луча обуславливается отсутствием присадочных материалов и провисанием ванны расплавленного металла под собственным весом.

В проведенных экспериментах были получены зависимости геометрических характеристик сварного шва от мощности электронного луча при неизменной скорости сварки 10 мм/с и ускоряющем напряжении 60 кВ. Результаты представлены на Рисунке 35. Видно, что

увеличение тока сварки и, соответственно мощности луча, увеличивает ширину сварного шва, как у входа луча, так и у корня шва. Аналогично наблюдается провисание сварочной ванны у корня шва при увеличении мощности источника нагрева. Полученные зависимости позволяют контролировать геометрические параметры сварных соединений.

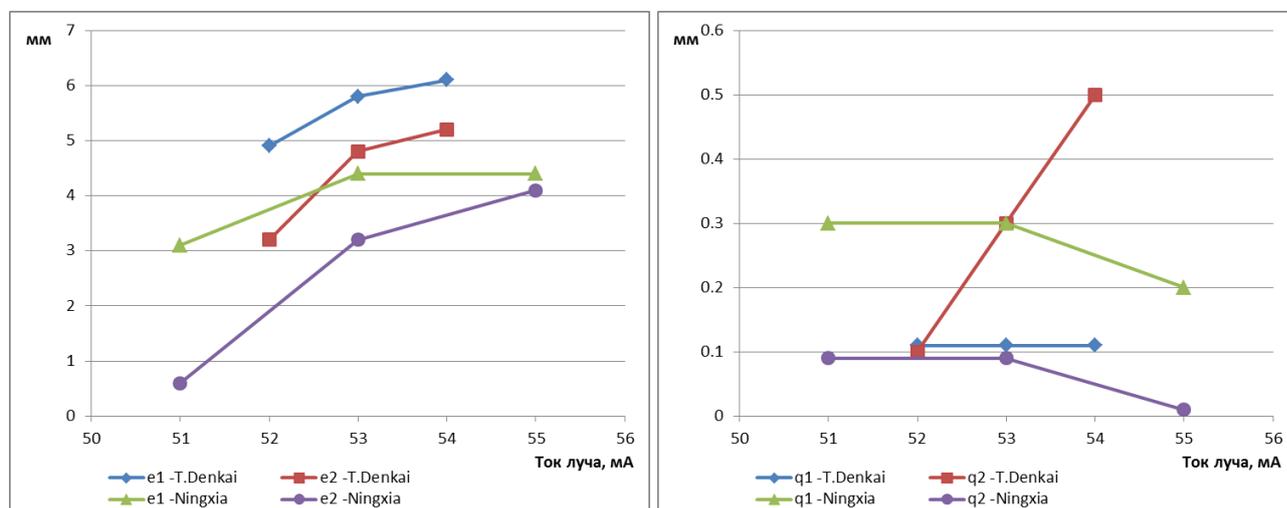


Рисунок 35 – Зависимость ширины сварного шва у входа ( $e_1$ ) и выхода ( $e_2$ ) луча и вогнутости ( $q_1$ ) и провисания ( $q_2$ ) сварного шва от тока сварки для ниобия фирмы Токуо Denkai и ниобия фирмы Ningxia.

Основываясь на полученных результатах, для сварки резонаторов из ниобия обоих производителей выбраны следующие значения параметров режима ЭЛС: ускоряющее напряжение  $U_{\text{уск}} = 60$  кВ, ток сварки  $I_{\text{св}} = 53$  мА, скорость сварки  $V_{\text{св}} = 10$  мм/с. Выбранные параметры обеспечили получение сварного шва с шириной  $e_1 = 4 - 5$  мм у входа луча,  $e_2 = 3 - 4$  мм у корня шва и провисание сварочной ванны  $q_1$  не более 0.3 мм при предельно допустимом значении 0.5 мм [70]. Величина вводимой погонной энергии при таких параметрах снижается до  $E_i = 106$  Вт·мин/см, что существенно уменьшает зону термического влияния. Из-за расширения металла при нагреве и сжатия при охлаждении происходит равномерная усадка сварного шва по всей длине образца, что также учтено при изготовлении резонаторов.

Также был отработан вариант ЭЛС ниобия с использованием предварительного подогрева металла расфокусированным электронным лучом с током, равным 50 % от тока сварки (аналогично работе [69]). Конкретно, при токе луча 50 мА была достигнута требуемая геометрия сварного шва:  $e_1 = 4.6-5.8$  мм и  $e_2 = 3.6-5.0$  мм. Как видно, в таком режиме сварки геометрические размеры сварного шва увеличиваются.

## 2.2. Анализ полученных сварных соединений

Исследование микроструктуры и микротвердости сварного шва, а также изучение сверхпроводящих характеристик соединения выполнено на трех сериях образцов, которые вырезались методом электроэрозии в форме прямоугольных параллелепипедов с размерами 40x2x2.8 мм. После электроэрозионной резки с помощью химического травления с поверхности образцов был удален слой материала толщиной 20 мкм (см. Параграф 1.3). Контрольные образцы (серия 0, образцы 0.1 и 0.2) вырезались из материала в состоянии поставки, не подвергавшегося термическому воздействию. Проплавленные образцы (серия 1, образцы 1.1 и 1.2) подвергались термическому воздействию электронным лучом по центру сплошного образца для получения зоны проплавления на всю толщину образца. Сваренные образцы (серия 2, образцы 2.1 и 2.2) представляют собой две сваренные методом ЭЛС пластины, вырезанные перпендикулярно шву таким образом, чтобы зона проплавления была посередине образца. Схематическое изображение и фотографии образцов представлены на Рисунке 36.

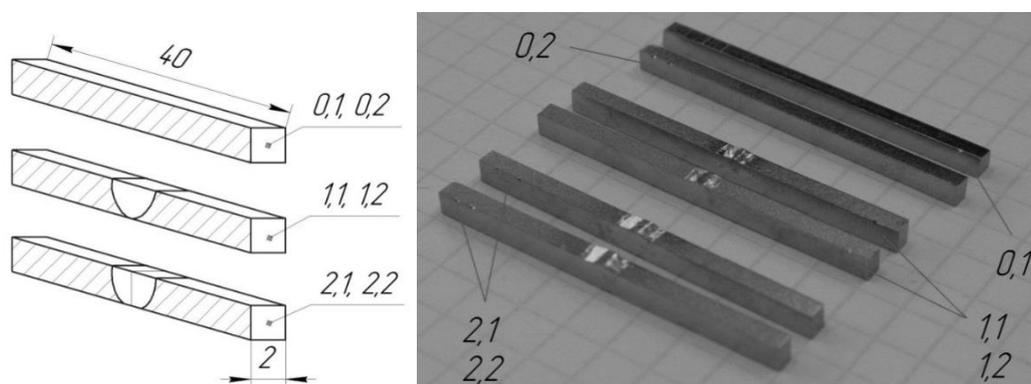


Рисунок 36 – Образцы для исследования сверхпроводящих характеристик сварного шва:  
слева – схематическое изображение; справа – общий вид.

На поперечном сечении сварного соединения (Рисунок 37), полученного с помощью ЭЛС двух пластин ниобия, видно, что зона термического воздействия составляет около 10 мм и в ней наблюдается интенсивный рост зерна: 30-50 мкм в области, не подвергавшейся термическому воздействию (расстояние более 5 мм ортогонально шву); 100-200 мкм в зоне термического влияния (от 2 до 5 мм); до 1000 мкм в сварном шве (до 2 мм).

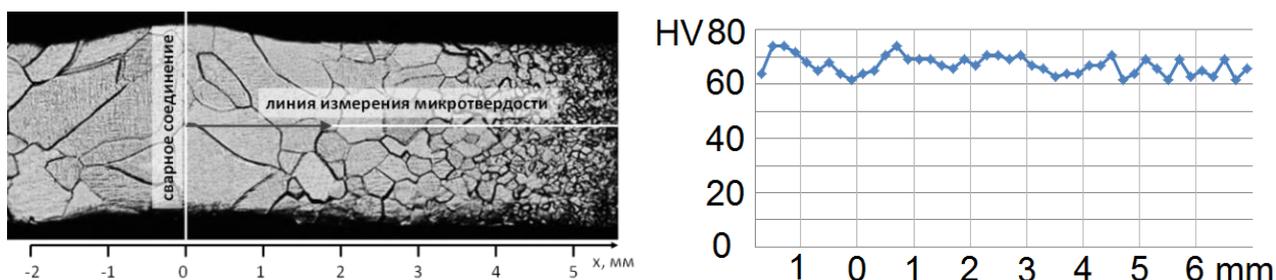


Рисунок 37 – Структура сварного соединения (слева) и распределение микротвердости в сварном соединении ниобия, полученном с помощью ЭЛС (справа)

Измерение микротвердости сварных соединений проводилось по методу Викерса на микротвердомере ПМТ-3 в соответствии с ГОСТ Р ИСО 6507-1 2007 [48]: нагрузка составляла 100 г, время приложения 10 с. Анализ изменения микротвердости вдоль заданной линии не выявил существенных изменений твердости сварного соединения по отношению к не подвергнутому термическому воздействию металлу (Рисунок 37). Значения микротвердости в области, не подвергнутой термическому воздействию и в зоне термического воздействия, находятся в пределах HV 60-70, для металла сварного шва – HV 60-75. Для сплошной пластины после воздействия электронным лучом до полного проплавления полученное распределение микротвердости имеет аналогичный характер. Подобный характер распределения микротвердости в сварном соединении был получен в работе [69] для листового ниобия толщиной 2 мм производства фирмы Токуо Denkai – колебания значений микротвердости металла сварного шва и основного металла находится в пределах 5-10 HV. Таким образом, анализ микроструктуры полученных сварных соединений показывает, что отработанные режимы ЭЛС практически не изменяют исходную микроструктуру материала.

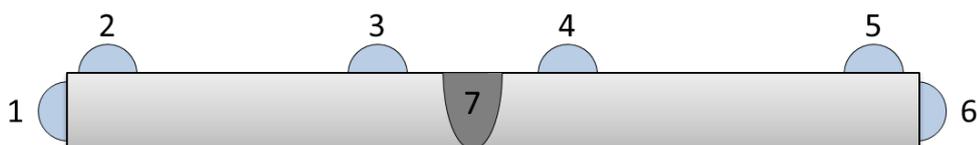


Рисунок 38 – Схема ниобиевого образца с индиевыми контактами для изучения сверхпроводящих характеристик: 1, 6 – токовые контакты; 2–5 – потенциальные контакты; 7 – зона проплавки или сварного соединения

Изучение критических сверхпроводящих характеристик образцов проводилось при измерении их резистивных характеристик, в том числе в магнитном поле [4]. В отличие от измерений в DESY, описанных в Параграфе 1.2, цитируемые ниже результаты получены по иной методике на собственном измерительном стенде.

Для этого на поверхность ниобиевых образцов посредством ультразвуковой пайки индием наносились токовые и потенциальные контактные площадки размером  $\sim 1 \text{ мм}^2$ , к которым подводились медные электроды. Схема расположения контактов представлена на Рисунке 38. Такой способ подведения электродов обеспечил механически прочный и омический контакт с образцом даже в условиях термоциклирования в интервале температур 2-300 К и при воздействии магнитного поля.

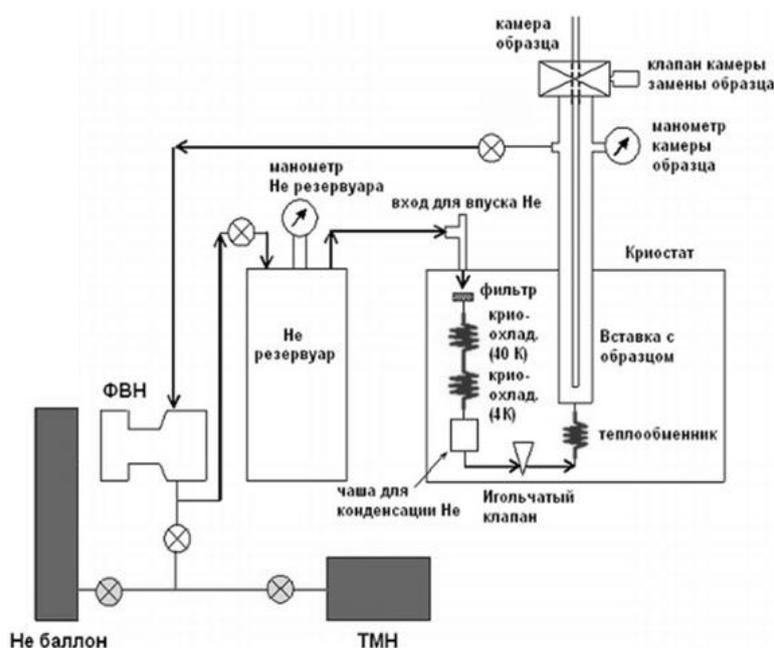


Рисунок 39 – Установка «Liquid Helium Free High Field Measurement System», применённая в электрофизических испытаниях при температурах 2-300 К.

Измерение электрофизических характеристик в широком интервале температур и магнитных полей проводилось в НПЦ НАН Беларуси по материаловедению на резистивной вставке универсальной измерительной системы «Liquid Helium Free High Field Measurement System» фирмы «Cryogenic Ltd» (Рисунок 39) [75]. Система содержит криостат замкнутого цикла, представляющий собой вакуумную камеру, в которой находится вставка с образцом и сверхпроводящий магнит соленоидального типа. Поле устанавливалось и стабилизировалось при помощи откалиброванного источника тока Cryogenic Power Supply с точностью до 10 мТл.

Охлаждение образцов производилось при подаче гелия через игольчатый клапан в измерительную ячейку держателя. Для регулировки и стабилизации температуры использовались два нагревателя, один из которых располагался непосредственно в измерительной ячейке вблизи образца, а второй в теплообменнике, находящимся между игольчатым клапаном и держателем. Температура контролировалась полупроводниковым GaAlAs-датчиком фирмы Lake Shore Cryogenics, имеющим стабильность  $\pm 5 \text{ мК}$  и

калиброванным с точностью не хуже  $\pm 15$  мК при температуре до 20 К,  $\pm 50$  мК в интервале температур 20 – 50 К и  $\pm 110$  мК до температуры 310 К. Эти калибровки выполнены с учетом индукции магнитного поля во всем диапазоне его изменения.

При проведении измерений постоянный ток на образец подавался при помощи измерительно-питающего устройства «Keithley 2400» [76], которое объединяет в каждом канале функции программируемого источника тока, цифрового амперметра и программируемой активной нагрузки. Оно обеспечивало возможность задавать токи от 1 нА с погрешностью 0.5 % при максимальной выходной мощности 100 Вт. Для регистрации значений падения напряжения применялся электронный нановольтметр «Keithley 2182А» с высоким входным сопротивлением более 20 ГОм, позволяющий измерять напряжения от 1 нВ с погрешностью 0.5 %.

Измерения электросопротивления в температурном интервале 2-300 К проводились четырехзондовым методом [77] в режиме постоянного тока с коммутацией его направления для исключения влияния асимметричности контактного сопротивления и паразитных термо-ЭДС. Величина тока составляла 0.2 А. Температурные зависимости сопротивления  $R(T)$  исследовались в режиме непрерывного охлаждения со скоростью 1 К/мин, достаточной чтобы отклонение температуры от задаваемой в момент измерения не превышало 0.1 К. Критические магнитный переход изучался в диапазоне  $\pm 2$  Тл с шагом 0.05 Тл в магнитном поле, ориентированном параллельно поверхности структуры и направлению тока при 4 К с термостатированием в течение получаса перед началом измерений.

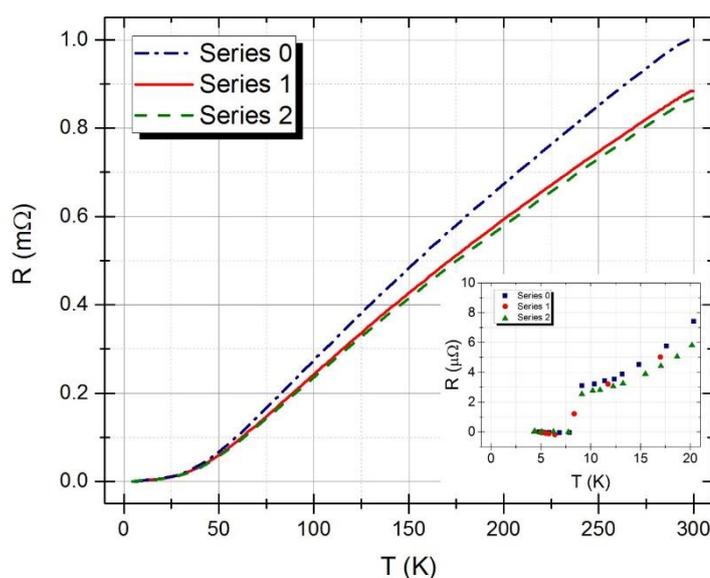


Рисунок 40 – Температурные зависимости электросопротивления образцов всех серий на контактах 2-5 (см. Рисунок 38) в интервале температур 4-300 К.

На Рисунке 40 приведены характерные температурные зависимости электросопротивления в интервале 4-300 К для образцов всех серий. В области температур 40-300 К, где сопротивление определяется в основном рассеянием электронов на коротковолновых фононах и статических дефектах, наблюдается линейное уменьшение сопротивления с понижением температуры  $R(T)$ , т.е. имеет место характерный металлический тип проводимости. Ожидаемой особенностью зависимостей  $R(T)$  в данной области температур является то, что электросопротивление подвергшихся термическому воздействию образцов несколько ниже, чем у контрольных, что может быть связано с увеличением размера зерен металла при тепловой обработке, с уменьшением вклада их границ в рассеяние носителей заряда.

В интервале ниже 40 К, вплоть до температуры сверхпроводящего перехода ( $\sim 9$  К), зависимости  $R(T)$  имеют степенной характер (закон Блоха-Грюнайзена [78]) с минимальным различием в электросопротивлении образцов различных серий (вставка на Рисунке 40). Малое различие сопротивления образцов из различных серий является естественным следствием того, что при данных температурах основной вклад в сопротивление вносится за счет малоуглового рассеяния электронов проводимости на длинноволновых фононах.

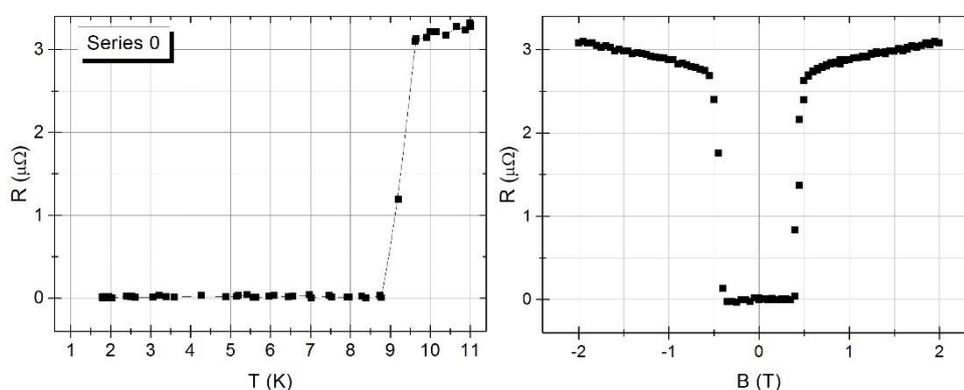


Рисунок 41 – Температурная (в интервале 2-11 К) (слева) и магнитополевая (в интервале  $\pm 2$  Тл) (справа) зависимости электросопротивления контрольных образцов (серия 0).

Для обеспечения точности измерения критических параметров сверхпроводящего перехода дополнительно проводилось изучение зависимости  $R(T)$  в области температур сверхпроводящего перехода, то есть в интервале температур 2-11 К.

Серия 0: Зависимость  $R(T)$  показала (Рисунок 41, слева) температуру окончания сверхпроводящего перехода  $T_{кр} \approx 8.8$  К и его ширину  $\Delta T_{кр} \approx 0.55 - 0.6$  К для образцов ниобия в исходном состоянии, не подвергавшихся термическому воздействию (серия 0). Измерения магнитополевых зависимостей сопротивления  $R(B)$  при температуре 4.2 К (Рисунок 41, справа) определяют влияние магнитного поля на критические характеристики сверхпроводника и

показывают величину магнитного поля, при котором металл переходит в нормальное состояние ( $B_{кр} \approx 0.5$  Тл), а также ширину данного перехода ( $\Delta B_{кр} \approx 0.15$  Тл).

**Серия 1:** Аналогичные измерения для образцов, проплавленных электронным лучом поперек пластины (серия 1) показали: зависимости  $R(T)$  (Рисунок 42, слева), измеренные на различных парах потенциальных контактов, имеют схожий характер с серией 0. Критические характеристики сверхпроводящих параметров для различных пар контактов на образцах серии 1 практически совпали и составили  $T_{кр} \approx 8.6$  К,  $\Delta T_{кр} \approx 0.7$  К. Такое совпадение значений свидетельствует, что проплавление электронным лучом не вносит заметных изменений в изучаемые характеристики ниобиевых образцов, приводя лишь к небольшому понижению температуры окончания сверхпроводящего перехода и увеличению его ширины по отношению к контрольным образцам. Незначительное изменение характеристик по сравнению с серией 0 имеет место в магнитных полях: критическое значение  $B_{кр}$  уменьшилось до 0.4 Тл, а ширина перехода  $\Delta B_{кр}$  возрасла до 0.25 Тл (Рисунок 42, справа). Такие изменения критических сверхпроводящих свойств образцов, проплавленных электронным лучом, естественны, т.к. в области термообработки образуются дефекты металлической структуры за счет концентрации примесных элементов в зоне проплава.

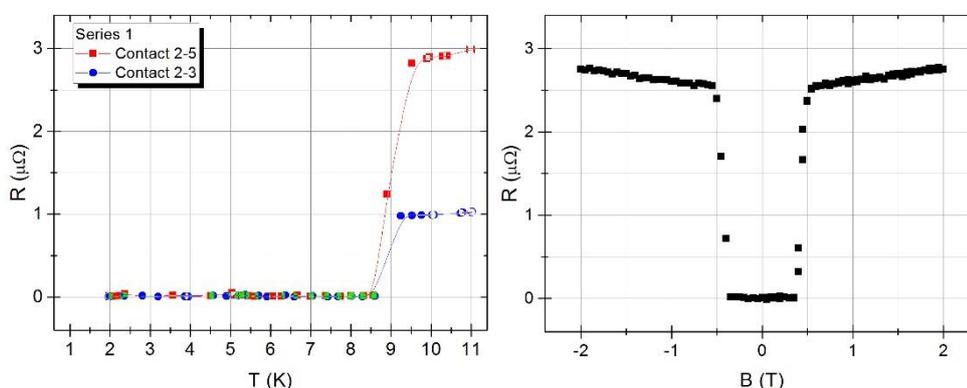


Рисунок 42 – Температурная (слева) и магнитополевая (справа) зависимости электросопротивления проплавленных образцов (серия 1).

**Серия 2:** На Рисунке 43 приведены результаты исследований образцов серии 2, представляющих собой неразъемное соединение двух пластин, полученное методом ЭЛС. Значения температуры перехода  $T_{кр}$  как до зоны сварки отдельных частей, так и после нее соответствуют проплавленным (Рисунок 42). Аналогичная ситуация имеет место и для критического магнитного поля  $B_{кр}$  и ширины перехода этих образцов в магнитном поле.

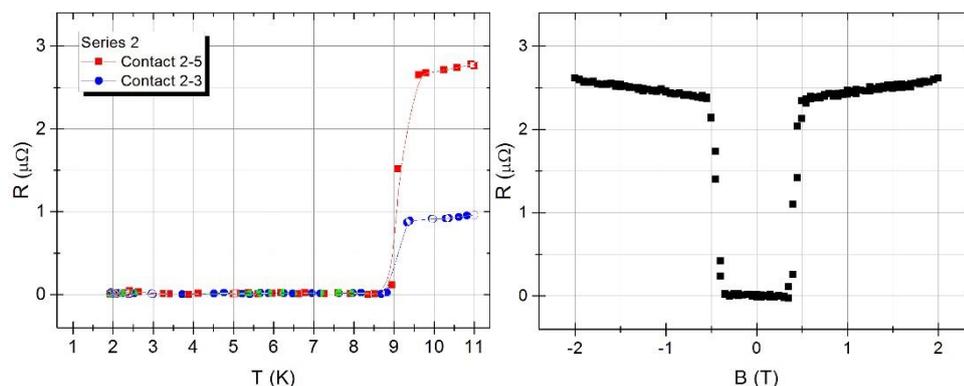


Рисунок 43 – Температурная (слева) и магнитополевая (справа) зависимости электросопротивления образцов сварного соединения (серия 2).

Идентичность электрофизических характеристик проплавленных и сваренных образцов свидетельствует, что сверхпроводящие свойства ниобиевых образцов зависят от условий термического воздействия, которое изменяет микроструктуру (в частности приводят к увеличению размера поликристаллических зерен) и не зависят от параметров ЭЛС. Для большей наглядности сравнительные характеристики контрольного, проплавленного и сваренного образцов приведены в Таблице 9.

Таблица 9 – Измеренные критические характеристики сверхпроводящего перехода

Параметр	Серия 0	Серия 1	Серия 2
$T_{кр}$	~8.8 К	~8.6 К	~8.6 К
$\Delta T_{кр}$	~0.55-0.6 К	~0.65-0.7 К	~0.65-0.7 К
$B_{кр}$	~0.5 Тл	~0.4 Тл	~0.4 Тл
$\Delta B_{кр}$	~ 0.15 Тл	~ 0.2-0.25 Тл	~ 0.2-0.25 Тл

Из анализа результатов, приведенных в Таблице 9, видно, что характеристики проплавленных и сваренных образцов полностью идентичны, что вполне естественно, т.к. ниобий является сверхпроводником I рода и пиннингования вихрей в области неоднородностей после термической обработки не происходит. Незначительное ухудшение параметров сверхпроводимости проплавленных и сваренных образцов по отношению к контрольным не будет являться критичным для эксплуатационных характеристик одноячеечного резонатора при условии создания качественного шва по всему периметру резонатора.

Таким образом эти измерения критических параметров показывают, что незначительные ухудшения сверхпроводящих свойств листового ниобия при его проплавлении электронным пучком при достигнутом качестве электронно-лучевой сварки носят естественный характер и не являются принципиальными для изготовления резонаторов и не окажут влияние на СВЧ-характеристики ниобиевого резонатора.

*Достигнутые параметры говорят о высоком качестве получаемых сварных соединений особоочистого ниобия толщиной 2.8 мм при найденных режимах электронно-лучевой сварки. Получаемые при этих параметрах сварные соединения отвечают требованиям качества для изготовления сверхпроводящих резонаторов.*

### 2.3. Сварка деталей резонатора

На основании проведенных исследований был разработан технологический процесс электронно-лучевой сварки деталей ниобиевых резонаторов, полученных после штамповки и механической обработки, описанными в Параграфах 1.4 и 1.5. Перед сваркой изготовленные детали резонатора промывались в спирте подвергались химической обработке методом ВСР, описанным в Параграфе 1.3 со снятием поверхностного слоя 20 мкм. Ввиду сложной геометрии фланцы погружались в смесь кислот целиком. С поверхности трубок дрейфа и полуячеек снимался слой 5 мкм, затем свариваемые кромки трубок дрейфа и полуячеек погружались на 20 мм в смесь кислот для удаления 15 мкм поверхностного слоя. После этого детали промывались в дистиллированной воде, просушивались и собирались в рабочей камере сварочной установки. Транспортировка деталей из химической лаборатории на производственный участок осуществлялась в пластиковых герметичных контейнерах.

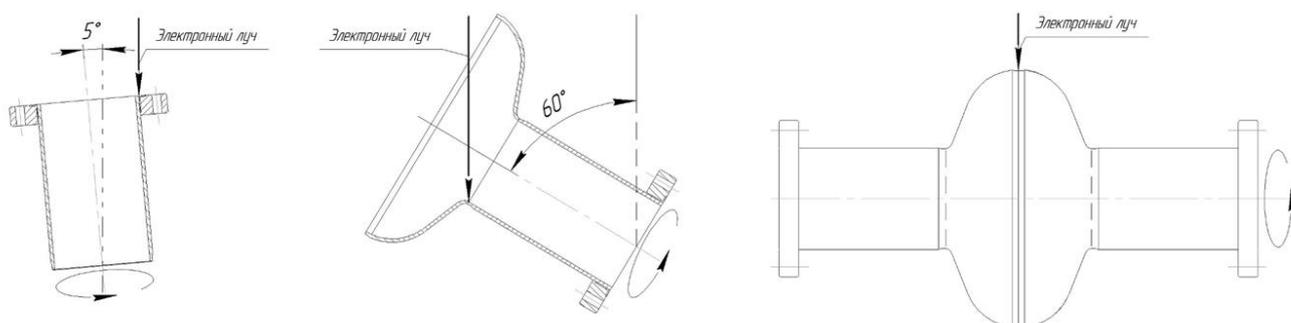


Рисунок 44 – Схемы пространственного расположения деталей одноячеечного резонатора при электронно-лучевой сварке

Сварка соединений трубка дрейфа – фланец и трубка дрейфа – полуячейка проводилась с наклоном оси деталей к вертикали на  $5^\circ$  и  $60^\circ$  соответственно при вертикальном положении электронно-лучевой пушки. Сварка экватора полуячеек осуществлялась в нижнем положении. Схемы пространственного расположения компонентов одноячеечных резонаторов при сварке представлены на Рисунке 44.

Таблица 10 – Параметры режимов ЭЛС деталей резонаторов из ниобия

Свариваемое соединение	Параметры сварки			
	$U_{\text{уск}}$ , кВ	$I_{\text{св}}$ , мА	$V_{\text{св}}$ , мм/с	$P$ , Па
Прихватка «трубка дрейфа – фланец»	60	15	6	$5 \cdot 10^{-3}$
Сварка трубка «дрейфа – фланец»	60	25	6	$5 \cdot 10^{-3}$
Прихватка «трубка дрейфа – полуячейка»	60	15	6	$5 \cdot 10^{-3}$
Сварка «трубка дрейфа – полуячейка»	60	28	6	$5 \cdot 10^{-3}$
Прихватка экватора полуячеек	60	15	5	$2 \cdot 10^{-3}$
Сварка экватора полуячеек	60	31	5	$2 \cdot 10^{-3}$

Перед сваркой всех компонентов предварительно выполнялись прихваточные швы. Для соединений трубок дрейфа с фланцами и полуячейками выполнялись по 4 прихваточных шва длиной 2 мм. При выполнении прихваточных швов на экваторе полуячейки закреплялись в сборочной оснастке, которая обеспечивала точную фиксацию соединяемых компонентов перед наложением прихваток. Затем устанавливалось 8 прихваточных швов длиной 2 мм, после чего сборочная оснастка демонтировалась. В Таблице 10 представлены параметры режимов установки прихваток и сварки деталей резонаторов из ниобия.

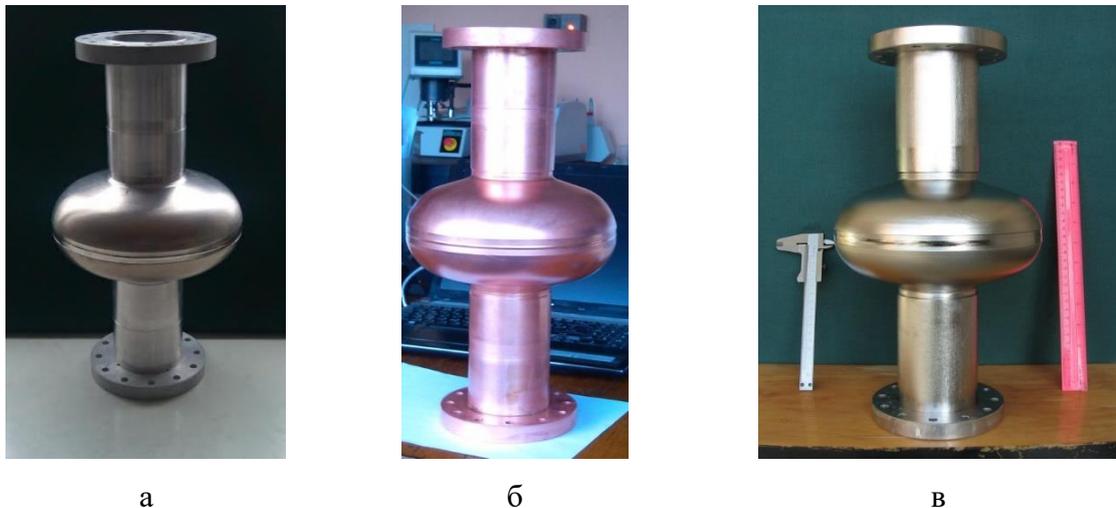


Рисунок 45 – Одноячеечные резонаторы на частоту 1.3 ГГц изготовленные впервые методом гидроударной штамповки полуячеек: а) алюминиевый, б) медный, в) ниобиевый

После сварки детали остывали в сварочной камере на протяжении двух часов. Затем с внутренней поверхности сваренного резонатора методом химического травления удалялся слой 20 мкм, и резонатор промывался деионизованной водой. Сперва технология сварки была отработана на модельных материалах и изготовлены резонаторы из меди и алюминии, после чего были созданы три опытных образца одноячеечных резонаторов из особоистого ниобия

(Рисунок 45). Дальнейшим этапом работы являются исследования СВЧ-характеристик резонаторов, которым посвящена следующая глава.

Таким образом, подводя итоги главы, отметим, что были отработаны все этапы технологического цикла изготовления резонаторов. Достигнутые тонические параметры сопоставимы с получаемыми в ведущих зарубежных центрах, специализирующихся на производстве резонаторов. Результаты СВЧ-испытаний изготовленных резонаторов представлены в следующей главе.

## **Выводы Главы 2**

Вывод 2.1 Исследованы зависимости характеристик сварного шва от режимов ЭЛС ниобия. Отработаны оптимальные режимы электронно-лучевой сварки ниобия с полным проплавлением и получены сварные соединения требуемой геометрии [10, 12]. Ранее исследования по ЭЛС ниобия для изготовления сверхпроводящих резонаторов в ОИЯИ и научных центрах стран-участниц не проводились.

Исследования полученных образцов сварного соединения ниобия показали: достигнутые результаты по ЭЛС позволяют сваривать высокочистый ниобий с высоким качеством сварного шва, удовлетворяющего требованиям к изготовлению сверхпроводящих резонаторов для ускорителя ИС [4].

Таким образом, были отработаны все этапы технологического цикла изготовления резонаторов. Достигнутые технические параметры сопоставимы с получаемыми в ведущих зарубежных центрах, специализирующихся на производстве резонаторов. Результаты СВЧ-испытаний изготовленных резонаторов представлены в следующей главе.

## **Глава 3. Испытания созданных одноячеечных резонаторов на частоту 1.3 ГГц**

В предыдущей Главе изложены завершённые результаты исследований и разработок оригинального технологического процесса изготовления резонаторов на основе метода гидроударной штамповки. По этой новой технологии была изготовлена опытная партия одноячеечных резонаторов из ниобия и модельных материалов. Дальнейшим шагом является разработка методики СВЧ-испытаний резонаторов и непосредственно измерения СВЧ-характеристик созданных резонаторов, конкретно:

- разработка методики испытаний резонаторов в нормально проводящем состоянии при комнатной температуре;
- разработка методики испытаний резонаторов в сверхпроводящем состоянии при температуре жидкого гелия;
- криостатирование резонатора при испытаниях в сверхпроводящем состоянии;
- создание экспериментальной базы для испытаний резонаторов при комнатной температуре и при температуре жидкого гелия;
- СВЧ-испытания изготовленных резонаторов при комнатной температуре и при температуре жидкого гелия и анализ полученных результатов.

В настоящей главе представлены мотивированные методы решения поставленных задач и суммированы достигнутые результаты измерений СВЧ-характеристик созданных с применением технологии гидроударной штамповки одноячеечных резонаторов.

### **3.1. СВЧ-испытания резонаторов**

Как низкотемпературные испытания при температуре 4.2 К, так и испытания при нормальных условиях (293 К) являются важным этапом создания высокодобротных резонаторов из сверхпроводящих материалов. При серийном производстве резонаторов на различных этапах изготовления производятся контроль качества путём измерения различных СВЧ-характеристик как деталей и компонентов резонатора, так и готового резонатора. Наиболее близкими по конструкции к резонаторам Международного Линейного Коллайдера ILC [22] являются ускоряющие секции драйвера для лазера на свободных электронах European XFEL [79], сооружаемого в настоящее время в г. Гамбург (Германия).

В этом проекте при серийном производстве резонаторов СВЧ-контролю при комнатной температуре подвергаются в первую очередь отштампованные полуячейки: измеряется собственная частота каждой полуячейки и по результатам измерений подбирается пара полуячеек таким образом, чтобы сваренная готовая ячейка соответствовала проектной частоте. Затем «тёплый» ВЧ-контроль производится над сваренным готовым девятиячеечным резонатором: измеряется собственная частота резонатора и подстраивается под проектное значение путём механического растяжения или сжатия всего резонатора. Затем производится более детальный СВЧ-контроль путём помещения в резонатор пробного тела [80]. Пробное тело (металлическая бусинка) проходит по нити, натянутой вдоль оси резонатора и перемещается от ячейки к ячейке. Бусинка вносит возмущение поля в ячейке и сдвигает частоту на величину, равную запасённой энергии в этой ячейке, по величине которой определяется амплитуда колебаний ВЧ поля в каждой ячейке. По измеренным значениям производится подстройка каждой отдельной ячейки путём механического растяжения или сжатия таким образом, чтобы обеспечить одинаковую амплитуду ВЧ-колебаний в каждой ячейке резонатора. Процедура контроля собственной частоты при комнатной температуре проводится практически на каждом этапе технологического процесса изготовления резонатора и его монтажа в криостат.

На конечных этапах изготовления резонатор испытывается при температуре жидкого гелия. Первый холодный тест – это испытание на малой мощности ВЧ при 4.2 К, в котором измеряется собственная частота и добротность резонатора в сверхпроводящем состоянии. Это испытание показывает наличие или отсутствие грубых дефектов изготовления, препятствующих переходу резонатора в сверхпроводящее состояние.

Затем проводится испытание на высокой мощности при рабочей температуре – в ускорителе ILC это составляет 2 К. Сперва проводятся испытания резонаторов без монтажа в

рабочий криостат ускорителя – т.н. «вертикальный тест». Резонатор погружается в вертикальный испытательный криостат и измеряется зависимость собственной добротности резонатора от напряжённости ВЧ-поля и определяется для конкретного резонатора максимально достижимая напряжённость. Согласно проектным требованиям ускорителя ИЛС [22] резонаторы на частоте 1.3 ГГц должны обеспечивать ускоряющий градиент не менее 31.5 МВ/м при собственной добротности не менее  $10^{10}$ . При выявлении дефекта в многоячеечном резонаторе на основной моде в таком испытании также имеется возможность локализовать дефектную ячейку. Для этого резонатор возбуждается на высших модах колебаний вида  $E_{010}$ , что приводит к различию амплитуды колебаний в различных ячейках. О характере дефекта можно судить по регистрации тепловых потерь при квэнче или по наличию мощного гамма излучения вблизи стенда в случае мультипакторного пробоя.

Таким образом, ВЧ-испытания резонаторов для ускорителя ИЛС можно разделить на три основные категории – это «теплые» испытания при комнатной температуре, «холодные» испытания при 4.2 К на малой мощности ВЧ и «вертикальный» тест при 2 К на высокой мощности ВЧ. Последний тип испытаний требует, как минимум криогенного оборудования, на 2 К и мощного клистрона на 10 МВт.

Для испытания малой серии одноячеечных резонаторов затраты на оборудование такого стенда нецелесообразны и мы ограничились тёплыми испытаниями и испытаниями на малой мощности при 4.2 К, которые также являются весьма информативными.

Ключевыми регистрируемыми параметрами при СВЧ-испытаниях резонаторов являются собственная частота и добротность. Эти величины могут быть определены измерением амплитудно-частотных характеристик (АЧХ) резонатора. Для их определения существует набор методов, часть которых заимствована из классических методов измерения параметров высокодобротных резонаторов при комнатной температуре [80 – 83].

### **3.1.1. Измерение собственной частоты**

Первые измерения частоты резонатора проводились на базе оборудования Лаборатории радиофизических исследований НИИ ЯП БГУ (г. Минск). В качестве испытуемого образца использовался одноячеечный резонатор, полученный в рамках международного сотрудничества по программе ИЛС из Национальной ускорительной лаборатории им.Э.Ферми (США) и принятый в настоящей работе в качестве эталонного образца. Структурная схема эксперимента и фотография измерительного стенда представлены на Рисунке 46.

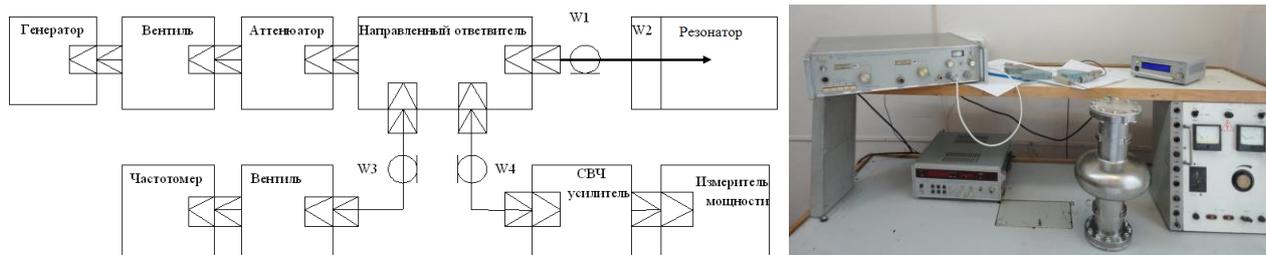


Рисунок 46 – Измерение собственной частоты резонатора с использованием ВЧ-генератора, измерителя мощности и частотомера.

В практической реализации данной схемы измерений использованы следующие поверенные измерительные узлы и приборы:

- генератор – Г4-78 (нестабильность частоты 0.05 ppm);
- вентиль коаксиальный сечением 7/3-Э11-1Б (2 шт.);
- аттенуатор фиксированный (подбирается от 3 до 20 дБ) коаксиальный сечением 7/3;
- направленный ответвитель коаксиальный сечением 7/3;
- частотомер ЧЗ-85/1 (погрешность определения на частоте до 3 ГГц не хуже  $10^{-9}$ );
- СВЧ усилитель – модуль МШУ 434.815026-1 (диапазон 1.2-1.6 ГГц),
- измеритель мощности МЗ-21А.

Также на Рисунке 46 применены следующие обозначения: W1, W3 и W4 – коаксиальный кабель 50 Ом; W2 – СВЧ фланец.

Резонатор включен в измерительную схему через направленный ответвитель. Отраженный от резонатора сигнал снимается с канала отраженной волны направленного ответвителя через детекторную секцию и измеритель мощности. При расстройке резонатора (частота сигнала внешнего генератора отлична от резонансной частоты) сигнал, поступающий в канал отраженной волны, будет максимален. Перестраивая генератор по частоте около частоты 1.3 ГГц, добиваемся минимального показания измерителя мощности. Повторяем данную процедуру несколько раз, подходя к резонансной частоте слева и справа.

Эксперимент проводился с помощью генератора Г4-78 [84] с погрешностью установки частоты 0.5 % и её нестабильностью после часового самопрогрева не хуже 0.05 ppm. Для измерения частоты использовался частотомер ЧЗ-85/1 [85] с погрешностью определения частоты не хуже  $10^{-6}$ . В качестве измерителя мощности применялся ваттметр МЗ-21А [86]. *Измеренное значение собственной частоты резонатора составило 1.273 ГГц.*

В дальнейшем для проведения СВЧ испытаний был приобретён векторный анализатор цепей Agilent E5061B-1E5 [87] – современный универсальный инструмент для СВЧ-измерений.

Его погрешность измерения коэффициента передачи в диапазоне частот от 10 МГц до 3 ГГц при значении измеряемой величины от -30 до -70 дБ равна  $\pm 0.37$  дБ. Анализатор оснащён высокостабильным термостатированным кварцевым опорным генератором для синтеза сетки частот 1Е5 со стабильностью не хуже  $10^{-8}$ . Схема эксперимента с векторным анализатором и фотография измерительного стенда представлены на Рисунке 47.

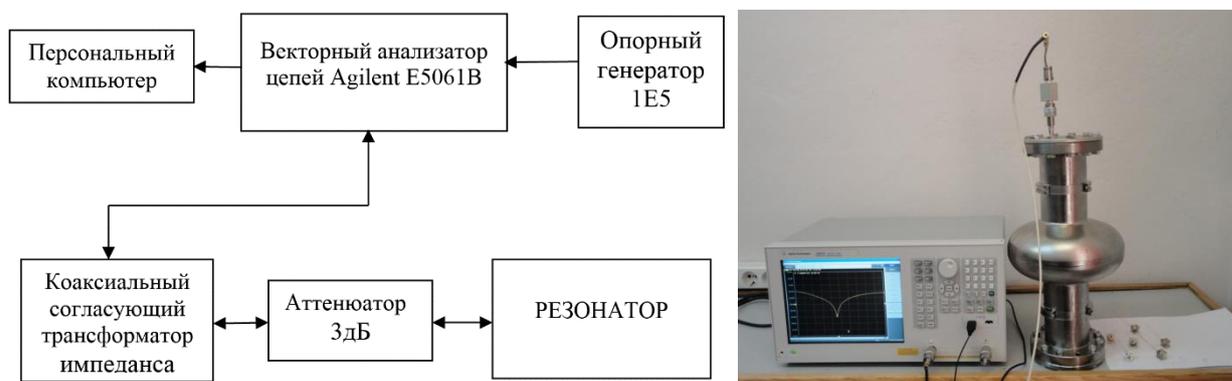


Рисунок 47 – Схема эксперимента по измерению СВЧ-характеристик резонатора с помощью векторного анализатора Agilent E5061B-1E5

В технике СВЧ для описания и анализа цепей применяется матрица рассеяния – т.н. матрица S-параметров, связывающая линейной зависимостью комплексные амплитуды падающей и отражённой волн в клеммных плоскостях эквивалентного многополюсника. В таком представлении исследуемый резонатор является пассивным четырёхполюсником, матрица рассеяния которого выглядит следующим образом:

$$S = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix},$$

где  $S_{11}$  и  $S_{22}$  – комплексные коэффициенты отражения входа и выхода резонатора, а  $S_{12}$  и  $S_{21}$  – комплексные коэффициенты передачи резонатора. Векторный анализатор цепей Agilent E5061B позволяет в автоматическом режиме измерять полную матрицу S-параметров и определять по ним АЧХ контролируемых СВЧ устройств.

При подключении исследуемого резонатора через внешний СВЧ кабель к векторному анализатору и установлении в нем режима измерения параметра  $S_{11}$ , на дисплее последнего отображается амплитудно-частотная характеристика (резонансная зависимость) исследуемого СВЧ устройства. Прибор автоматически регистрирует резонансную частоту по экстремуму измеренной АЧХ и отображает на дисплее. Более того, измеренная резонансная зависимость может быть передана на компьютер для анализа при необходимости. *Измеренная в таком эксперименте собственная частота резонатора составила 1.272969689 ГГц.*

### 3.1.2. Измерение добротности

Помимо собственной частоты СВЧ-колебаний  $f_0$  необходимо определять добротность резонатора  $Q$ . Наиболее распространены два стандартных метода определения добротности – по измерению затухания переходного процесса ВЧ-колебаний (метод декремента) и по измерению ширины резонансной кривой (метод передачи). В первом случае в резонатор подаётся ВЧ-импульс на резонансной частоте  $f_0$  и измеряется время затухания колебаний  $\tau$  после выключения сигнала. В этом случае добротность резонатора определяется формулой

$$Q = 2\pi f_0 \tau .$$

Второй метод заключается в снятии амплитудно-частотной характеристики резонатора. В этом случае добротность резонатора определяется как

$$Q = \frac{f_0}{2\Delta f} ,$$

где  $\Delta f$  – полуширина полосы пропускания резонансной системы на уровне 0.707 по напряжению (или на уровне 0.5 по мощности). Оба метода достаточно просты в реализации и широко применяются в СВЧ-технике. В представленных измерениях векторный анализатор по принципу работы реализует второй метод – прибор автоматически вычислит ширину АЧХ и выводит её на экран. Погрешность измерения добротности при этом в основном связана с ошибками определения полосы пропускания резонансной системы. Измеренная в первых экспериментах добротность резонатора составила 28193 при комнатной температуре.

Следует отметить, что в данных методиках резонатор связан с внешней измерительной цепью, и таким образом происходит измерение нагруженной добротности резонатора  $Q_n$ , а не собственной добротности  $Q_0$ . В этом случае необходимо также учитывать подаваемую в резонатор мощность  $P_{вх}$ , а также измерять на противоположном конце резонатора прошедшую мощность  $P_{вых}$  и мощности прямой и отражённой волны  $P_{пр}$  и  $P_{отр}$ . Это позволяет определить рассеиваемую в резонаторе мощность  $P_{рас}$  как  $P_{рас} = \frac{4\beta P_{вх}}{1+\beta^2} - P_{вых}$ , где  $\beta = \frac{1-\sqrt{P_{отр}/P_{пр}}}{1+\sqrt{P_{отр}/P_{пр}}}$ . В этом случае связь между собственной и нагруженной добротностью выглядит следующим образом [29]:

$$Q_0 = Q_n \left[ 1 + \beta \left( 1 + \frac{P_{вых}}{P_{рас}} \right) + \frac{P_{вых}}{P_{рас}} \right] .$$

Необходимость измерения этих мощностных параметров для определения собственной добротности, особенно в криогенных измерениях существенно усложняет эксперимент. Поэтому было решено ограничиться лишь прямым измерением нагруженной добротности  $Q_n$  как оценочной минимальной добротности создаваемых резонаторов.

Опорный генератор в применённом векторном анализаторе позволяет получить кратковременную стабильность сетки частот не лучше  $10^{-8}$ , что недостаточно для измерения

добротности порядка  $10^{11}$  при испытаниях резонаторов при гелиевых температурах. Поэтому была применена стабилизация встроенного термостатированного кварцевого генератора путём синхронизации на частоте 10 МГц внешним высокостабильным источником - рубидиевым опорным генератором LPFRS-01 [88].

Рубидиевый опорный генератор LPFRS-01 предназначен для использования в качестве высокостабильного по частоте источника опорного сигнала для поверки и калибровки средств измерения, научных исследований, синхронизации в телекоммуникациях. Фотография СВЧ-стенда, стабилизированного внешним высокостабильным опорным генератором приведена на Рисунке 48.

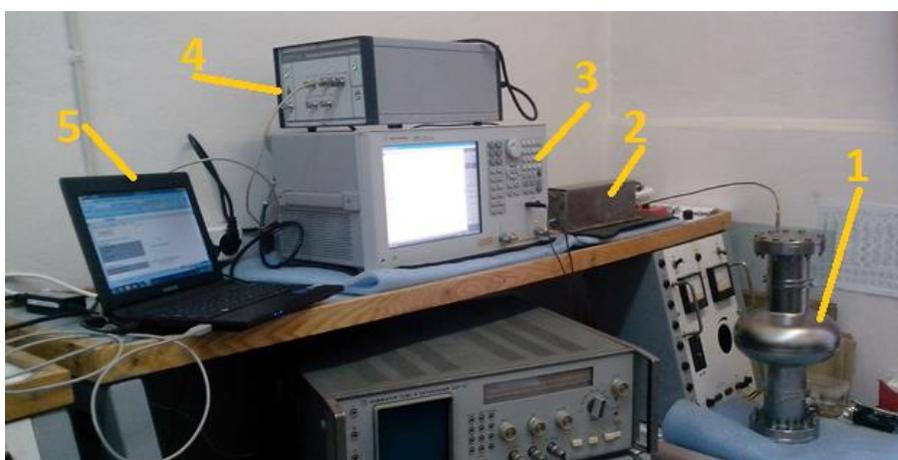


Рисунок 48 – Стенд для СВЧ-испытаний резонатора:

- 1 – резонатор, 2 – согласующий трансформатор, 3 – векторный анализатор Agilent,  
4 – рубидиевый стандарт частоты, 5 – компьютер

Согласно технической документации относительная кратковременная стабильность генератора LPFRS-01 для частоты 10 МГц составляет  $10^{-11}$ . При длительных измерениях с применением опорного генератора в течении часа стабильность сетки частот созданного СВЧ-стенда, измеренная цифровым счетчиком-таймером Fluke PM 6681R [89] для частоты 1.3 ГГц составила около  $0.5 \cdot 10^{-10}$ , а кратковременная стабильность соответствовала паспортному значению внешнего опорного генератора, т.е.  $10^{-11}$ . Таким образом, реализованная синхронизация измерительного СВЧ-стенда обеспечила векторный анализатор временной базой с относительной нестабильностью  $10^{-11}$ , что говорит о достигнутой точности отсчетной шкалы СВЧ-стенда порядка 0.01 Гц на резонансной частоте 1.3 ГГц. Такая точность позволяет проводить измерения добротности резонаторов до значения  $10^{10}$ , что отвечает минимальным требованиям резонаторов ускорителя ИЛС.

При проведении долговременных СВЧ-измерений в жидком гелии при 4.2 К существенной проблемой является нестабильность собственной частоты резонатора из-за изменений давления жидкого гелия в криогенной камере и фазы СВЧ-сигнала в измерительном тракте из-за механических возмущений от работающих в испытательном помещении механизмов. На практике это привело к тому, что доступная полоса анализа оказалась более 20 кГц. В проекте конструкции криомодуля ИС заложена система слежения за частотой резонатора и предполагается её непрерывная подстройка путём механического растяжения/сжатия резонатора установленными в криомодуле пьезоактюаторами. В конструкции созданного криогенного испытательного стенда такая подстройка частоты в ходе эксперимента не была предусмотрена. Тем не менее, при анализе экспериментальных данных практически удалось достичь указанного выше предела измерительной аппаратуры – максимальная измеренная в экспериментах добротность резонатора составила  $2.5 \cdot 10^9$ .

В целом задача определения именно собственной добротности СВЧ-резонаторов является весьма актуальной задачей, и хочется отметить, что при выполнении цикла этих работ по программе участия ОИЯИ в проекте ИС был предложен и обоснован новый оригинальный метод определения добротности. Метод основан на явлении монотронной генерации, то есть возбуждении колебаний в резонаторе электронным потоком. Существенное преимущество метода заключается в его «неинвазивности» - в отличие от существующих методов измерения собственной добротности, при таком измерении резонатор не связан с какими-либо внешними СВЧ цепями, его собственная добротность определяется по потере мощности электронного пучка. Этот оригинальный способ позволяет проводить высокоточное измерение собственной добротности в диапазоне  $10^8 - 10^{10}$ , в котором резонатор не связан с какими-либо внешними СВЧ цепями, а его собственная добротность определяется по потере мощности электронным потоком и по пусковому току, которые могут быть измерены с высокой точностью. Было проведено численное моделирование такого эксперимента, и в результате выполненных расчетов по выявлению условий генерации найдены значения необходимой величины ускоряющего напряжения и тока пучка электронов и сформулированы требования к измерительной аппаратуре. В связи с существенным замедлением деятельности международной коллаборации ИС этот новый метод не получил дальнейшего экспериментального обоснования и развития. Детальное описание предложенной методики опубликовано в работе [3].

Другой существенной задачей при проведении СВЧ-испытаний резонаторов является возбуждение резонатора и его согласование с измерительным ВЧ трактом. О применённом в работе решении пойдёт речь в следующем параграфе.

### **3.2. Устройство связи с СВЧ трактом для одночечного резонатора на частоту 1.3 ГГц**

Для ввода/вывода высокочастотного сигнала в СВЧ резонатор требуется устройство связи, возбуждающее нужный тип колебаний электромагнитного поля. Одновременно это устройство должно обеспечивать оптимальную величину связи для невозмущенного измерения истинной резонансной частоты и добротности резонатора.

К элементам связи источника ВЧ сигнала (генератора) с резонатором можно предъявить следующие требования: надежность, технологичность и простота конструкции. Принцип действия элемента связи состоит в том, что возбуждаемая им составляющая электромагнитного поля должна совпадать по направлению с такой же составляющей поля в подключаемом СВЧ устройстве (волновод, резонатор и т.п.).

Существуют следующие виды электромагнитной связи [80 – 83]:

- электрическая связь, реализуемая вводом штыревой антенны в резонатор;
- магнитная связь, реализуемая вводом в резонатор токовой петли связи;
- дифракционная связь, реализуемая вводом ВЧ сигнала из волновода через отверстие в стенке резонатора;
- электронная (с помощью электронного пучка).

Связь при помощи штыря или витка применяют почти во всех видах резонаторов, когда электромагнитная энергия подводится коаксиальным кабелем. В данном случае это желательно, поскольку применяемая в настоящей работе измерительная аппаратура имеет коаксиальные выходы.

Для проведения СВЧ испытаний резонатора на созданном стенде было разработано устройство ввода/вывода измерительного сигнала в резонатор (устройство связи) представляющее собой токовую петлю, что обеспечивает магнитную связь. Для уменьшения влияния устройства на истинные характеристики резонатора петля связи размещена на торцевой крышке со значительным смещением относительно центра крышки (оси резонатора).

Магнитная связь со свободным полем в резонаторе создается с помощью витка проводника, введенного в резонатор так, чтобы плоскость витка была перпендикулярна к линиям магнитной составляющей СВЧ-поля на требуемом типе колебаний и располагается в точке, соответствующей пучности магнитного поля в резонаторе. При этом величину связи можно регулировать глубиной введения витка в резонатор (изменением размера петли), а также поворотом плоскости витка при постоянной глубине его погружения.

Устройство связи для высокочастотных сверхпроводящих резонаторов должно обеспечивать оптимальное согласование резонатора с линиями передачи и приема высокочастотной мощности, подавлять близлежащие моды колебаний по отношению к основной моде. Это позволит получить наибольшее значения измеряемой добротности, что является нетривиальной технической задачей.

Сущность разработанного устройства связи заключается в том, что оно содержит радиочастотный коаксиальный разъем и петлю, изготовленную из металлического провода, первый конец которой соединен с центральным контактом коаксиального разъема, а второй конец – с его корпусом. Корпус этого разъема крепится к вращающейся круглой металлической площадке (диску), установленной в отверстии торцевой крышки полого цилиндрического резонатора. При этом круглая металлическая площадка с закрепленным разъемом может поворачиваться в отверстии крышки резонатора на  $360^{\circ}$  вокруг своей оси. Дополнительно здесь реализовано устройство регулировки высоты петли, установленное на вращающейся площадке. Высота петли выбирается равной  $1/8$  длины волны электромагнитных ВЧ колебаний, соответствующей собственной частоте резонатора (для резонатора на частоту 1.3 ГГц высота петли равна 57.6 мм) и может изменяться на  $\pm 10\%$  с помощью регулирующего устройства. Это устройство регулировки глубины погружения петли реализовано в виде вращающейся втулки, установленной на круглой вращающейся металлической площадке, и подвижного плунжера, головка которого соединена со вторым концом петли.

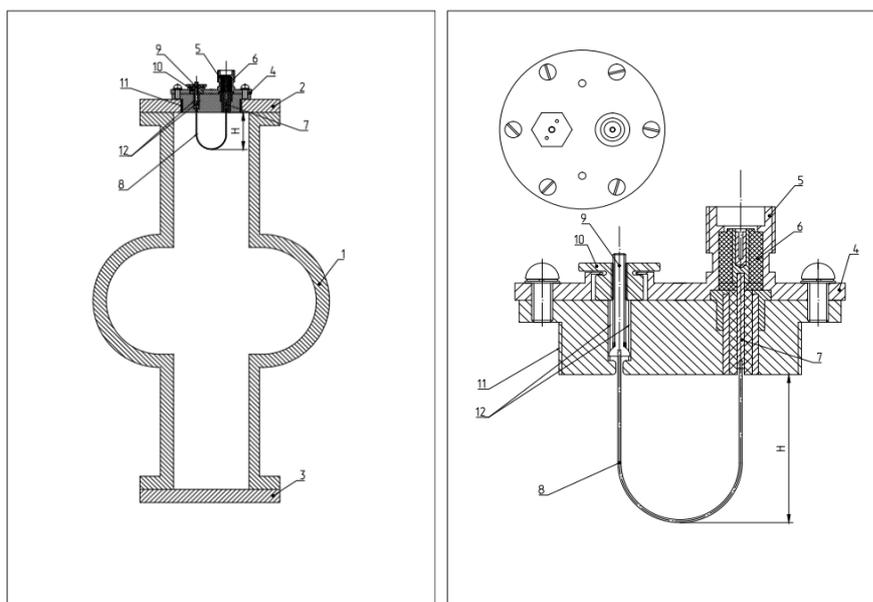


Рисунок 49 – Схематическое изображение: слева – одноячеечного резонатора с устройством связи; справа – торцевой крышки резонатора с устройством связи.

Конструкция разработанного устройства связи для измерения добротности резонатора является уникальной и была запатентована [1]. Опишем запатентованное устройство более детально согласно схеме, приведённой на Рисунке 49. Это устройство связи включает металлический диск 11, установленный в отверстии фланца 2 с возможностью поворота на  $360^{\circ}$ . Коаксиальный разъем приборного типа для подключения внешнего сигнала СВЧ, установленный в центре диска включает корпус 4, изолятор 5, цангу 6 и коаксиальный проводник 7, который расположен в сквозном цилиндрическом канале. Петля связи 8 соединена одним концом с коаксиальным проводником 7, а вторым - с тягой 9 устройства регулирования высоты петли связи. Через тягу 9 второй конец петли связан с корпусом. Верхняя часть тяги устройства регулировки высоты петли связи снабжена резьбой и на нее навинчена гайка 10, которая опирается на фланец резонатора. На стенке второго сквозного канала выполнены два диаметрально противоположно лежащих вертикальных паза 12. Тяга 9 помещается в сквозной канал диска таким образом, что ее головка входит в пазы 12, что предотвращает вращательное движение тяги и обеспечивает ей перемещение вверх или вниз в зависимости от того, в какую сторону осуществляется вращение гайки 10. В средней части гайки с внешней стороны прорезана кольцевая канавка, в которую установлен вкладыш, осуществляющий центрирование тяги 9 с гайкой 10, а также фиксацию тяги за счет фиксации колпачка вкладыша на фланце после завершения регулирования высоты петли связи. Корпус коаксиального разъема закрепляется на фланце резонатора с помощью винтов. Для обеспечения вращения гайки 10 ее верхняя часть выполнена в виде шестигранника. Возможность поворота диска 11 обеспечена за счет резьбового соединения диска с фланцем 2 резонатора. Поворот диска осуществляют специальным ключом, который устанавливается в два паза, изготовленные на внешней стороне диска.

Как было отмечено, уникальной особенностью разработанного устройства связи является возможность одновременно изменять пространственное положение петли связи и ее длину, и выбрать эти параметры такими, при которых осуществляется оптимальное согласование резонатора с каналами передачи и приема сигнала СВЧ для полного исключения возбуждения близлежащих мешающих мод колебаний, что обеспечивает достижение максимально возможного для данного резонатора значения измеряемой нагруженной добротности. Наиболее близким аналогом к разработанной и запатентованной полезной модели является устройство связи для цилиндрического резонатора СВЧ, описанное в [90], в котором предусмотрена возможность поворота, но отсутствует возможность регулировки глубины погружения петли связи.

В СВЧ технике для оценки качества согласования элементов передающего тракта чаще пользуются значением коэффициента стоячей волны (КСВ). Этот параметр однозначно определяет качество СВЧ устройства и всей измерительной цепи, и используется в реальной практике. КСВ является действительной величиной и определяется как отношение наибольшего значения амплитуды стоячей волны к наименьшему. При приближении значения КСВ к 1 достигается максимальный КПД всей СВЧ-цепи – это говорит о том, что резонатор запитан наиболее оптимально, и отражение обратно во внешнюю цепь - минимальное.

При согласовании резонатора с измерительным трактом на созданном СВЧ-стенде вначале осуществляется вращение петли связи в положение, при котором получали наибольшее значение нагруженной добротности. Так, в одном из первых экспериментов по согласованию резонатора на образце резонатора из FNAL поворотом петли измеренное значение параметра  $S_{11}$  составило -42.648 дБ на резонансной частоте 1.2729987 ГГц, что соответствует КСВ = 1.03, а значение нагруженной добротности при этом было равно  $\sim 1.5 \cdot 10^4$ .

Затем осуществлялась регулировка высоты петли связи для получения максимально возможного значения добротности путем перемещения тяги устройства регулировки высоты петли и измерения параметра  $S_{11}$ . После этой регулировки измеренное значение параметра  $S_{11}$  составило -56.873 дБ на резонансной частоте 1.2750953 ГГц, что соответствует КСВ = 1.01. При этом измеренная нагруженная добротность была равна  $2.8 \cdot 10^4$ .

Таким образом, в измерении при комнатной температуре с применением разработанного устройства связи была осуществлена настройка оптимального режима согласования резонатора с измерительной аппаратурой при КСВ = 1.01, что соответствует передаче в резонатор 99.9% подаваемой СВЧ мощности. Полученное при этом значение нагруженной добротности  $2.8 \cdot 10^4$  соответствует расчетной величине для температуры 293 К и на много больше того значения, которое было получено только при повороте петли связи, т.е. как предусмотрено в ближайшем аналоге. Измеренная собственная частота резонатора составила 1.27 ГГц, что также соответствует расчётному значению основной моды колебаний, что говорит об отсутствии паразитных мод СВЧ-поля.

### **3.3. Стенд для испытаний резонаторов при температуре жидкого гелия**

В соответствии с физической природой самого явления сверхпроводимости основой для достижения максимальной добротности является использование сверхпроводящих материалов и для достижения сверхпроводимости необходимо охлаждение резонатора до сверхнизких температур. Это влечёт необходимость создания криостатирующей системы для проведения «холодных» СВЧ-испытаний изготовленных резонаторов. Для ниобия температура сверхпроводящего перехода равна 9.25 К, и в качестве хладагента для достижения и поддержания сверхпроводимости в резонаторе необходимо применять жидкий гелий.

Очень малая величина скрытой теплоты испарения жидкого гелия (2.72 кДж/л) предполагает необходимость использования систем криостатирования, максимально изолирующих гелиевый сосуд от внешних теплопритоков. Естественно, универсального криостата «на все случаи жизни» не существует. Несмотря на большое конструктивное многообразие, большинство из них построены по одному принципу: ванна с жидким гелием, как правило, охлаждается жидким азотом или имеет теплоизолирующий экран, а наружная оболочка вакуумирована и вакуум должен быть не хуже  $10^{-3}$  Па [91-92].

Кроме того, сами криостаты имеют вспомогательный адсорбционный насос в вакуумной полости, который в процессе заливки охлаждается и вакуум улучшается за счет поглощения оставшихся молекул воздуха. В качественно изготовленных криостатах теплопритоки через боковые стенки криостата минимальны.

Одним из основных условий успешного проведения экспериментов является сведение к минимуму различного рода причин, способствующих испарению жидкого гелия. Поэтому, при конструировании криостата необходимо по возможности уменьшить теплоприток к охлаждаемым элементам. Выбор системы криостатирования одноячеечного резонатора основывается на необходимости выполнения следующих обязательных требований:

- температура испытаний – 4.2 К (ниже температуры сверхпроводящего перехода ниобия) определяется необходимостью поддержания сверхпроводимости в резонаторе;
- тип системы криостатирования – погружной, что определяется необходимостью создания однородного температурного режима охлаждения резонатора по всему объему;
- диаметр гелиевой ванны должен обеспечивать свободное размещение резонатора в ней (максимальный диаметр резонатора составляет 210мм);

- глубина гелиевой ванны должна быть достаточной для поддержания резонатора в сверхпроводящем состоянии на время СВЧ испытания (высота резонатора без верхнего и нижнего фланцев составляет 400мм);
- конструкция верхней части системы криостатирования, находящейся в «теплой» зоне, должна предусматривать возможность свободного размещения систем ввода и вывода СВЧ излучения с обязательной теплоизоляцией от поверхности жидкого гелия с помощью экрана.

Исходя из этих требований криостат должен представлять собой широкогорловый сосуд. А это значит, что в условиях хранения жидкого гелия в таком криостате максимальный теплоприток будет связан с лучистым теплообменом между фланцем (капкой) криостата и поверхностью гелия. Несложный расчет тепла лучистого теплообмена для такой системы дает значение 0.4 Вт. Учитывая, что теплота испарения жидкого гелия равна 20.9 Дж/г, находим, что скорость испарения составляет 69.9 г/час или 0.57 л/час. В Таблице 11 приведены основные требования к криостату для испытаний одноячеечных резонаторов на частоту 1.3 ГГц.

*Таблица 11 – Требования к криостатирующей системе*

Тип системы криогенного охлаждения	погружной
Объем гелиевого сосуда	не менее 70 л
Объем азотного сосуда	не менее 25 л
Расчетная испаряемость жидкого гелия	не более 0.7л/час
Расчетная испаряемость жидкого азота	не более 1.5л/час
Диаметр гелиевого сосуда	315 мм
Высота гелиевой ванны	900 мм

Исходя из этих условий, необходимых для СВЧ-испытаний одноячеечного сверхпроводящего ниобиевого резонатора, создана система криостатирования на базе криостата ГСК 70/300, имевшегося в Отделе криогенных исследований Научно-практического центра НАН Беларуси по материаловедению. Она представляет собой широкогорловый гелиевый сосуд с экраном, охлаждаемым парами испаряющегося гелия, погруженный в азотный дьюар так, что вакуумный кожух гелиевого сосуда является экраном, охлаждаемым жидким азотом. Сам азотный сосуд имеет вакуумно-многослойную изоляцию.

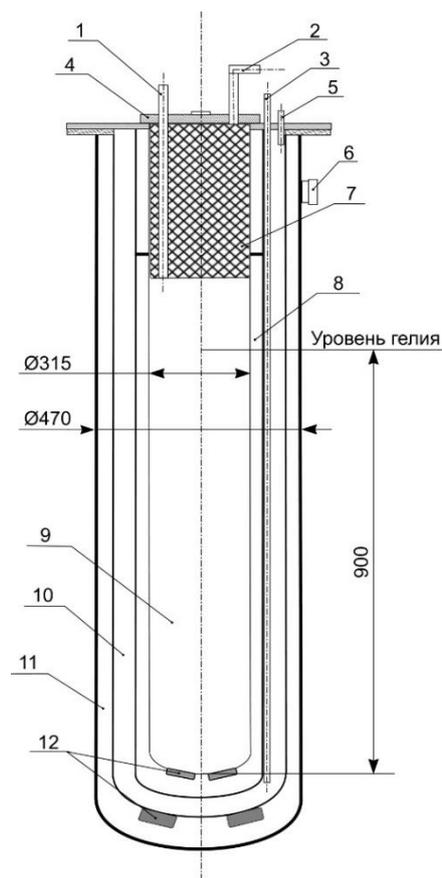


Рисунок 50 – Фотография криостата ГСК 70/300 и его конструкция:

1 – канал заливки жидкого гелия; 2 – канал выхода испаряющегося гелия; 3 – канал заливки жидкого азота; 4 – верхний фланец криостата; 5 – канал выхода испаряющегося азота; 6 – вакуумный клапан; 7 – теплоизолирующий экран; 8 – вакуумная полость гелиевого сосуда; 9 – сосуд с жидким гелием; 10 – сосуд с жидким азотом; 11 – вакуумная полость азотного сосуда; 12 – камеры адсорбента.

Для уменьшения теплопритока к жидкому гелию за счет излучения и конвекции в газовой полости сосуда установлена пенополиуретановая пробка, охлаждаемая азотом за счет контакта с горловиной. Это обеспечивает возможность поддержания в газовой полости температуры порядка 80-85 К независимо от уровня жидкого азота. На верхнем фланце (капке) криостата размещены штуцеры заливки жидкого гелия, выхода испаряющегося газообразного гелия, а также заливки жидкого азота и выхода паров азота. Клапан для вакуумирования изоляционного пространства азотного сосуда установлен на боковой стенке кожуха криостата. На Рисунке 50 показано фото криостата и схема его конструкции без детализовки.

На верхнем фланце криостата дополнительно был смонтирован уровнемер, действующий по принципу гагсометра, т.е. определяется разность давлений в верхней и нижней точках гелиевой ванны. Его градуировка позволяет регистрировать уровень жидкого гелия с точность

до 2 литров (2.8 %). Для исключения возможности поступления воздуха в гелиевую ванну и регулировки давления в криостате на штуцере газосброса испаряющегося гелия был смонтирован шаровой вентиль, позволяющий регулировать давление паров гелия от 0 до 0.3 бар. При испытании криостата было использовано 300 л жидкого азота и 130 л жидкого гелия, наработанных на азотодобывающей установке СКДС 70М и ожижительной гелиевой установке «Linde 1410» [93]. Испытания криостатирующей системы были проведены следующим образом:

1. Первоначально измерен вакуум в изолирующей оболочке криостата до его охлаждения. Остаточное давление соответствовало значению  $5 \cdot 10^{-3}$  торр, что достаточно для последующей эксплуатации криостата при его охлаждении.

2. После заливки жидкого азота в азотную и гелиевую ванны криостата в объеме 30 и 60 литров, соответственно, установлено, что испаряемость хладагента не превышает 1.25 л/час. Вакуум в системе увеличился до значения  $1 \cdot 10^{-3}$  торр.

3. При предварительном охлаждении азотной ванны жидким азотом и при последующей заливке жидкого гелия в криостатирующую систему в объеме 50 л установлено, что испаряемость азота остается на уровне 1.25 л/час, а этот параметр для жидкого гелия по данным сбора газа составляет 0.65 л/час. Вакуум в системе повысился до значения  $1 \cdot 10^{-5}$  торр, что свидетельствует об эффективности адсорбента в системе криостатирования.

Выполненные вакуумные измерения системы криостатирования ниобиевого сверхпроводящего резонатора ГСК 70/300 в процессе охлаждения показали ее работоспособность при различных температурах. При температуре жидкого гелия установлена эффективность адсорбента, повышающего вакуум системы до  $1 \cdot 10^{-5}$  торр.

Ввод СВЧ мощности в криостат для запитки резонатора был реализован через центральное отверстие в верхнем фланце криостата. Линия подвода к верхнему фланцу резонатора, на котором расположен коаксиальный разъем, должен проходить через изолирующую пробку в верхней части криостата, минимизирующую теплоприток из теплой зоны. Для этого в отверстии пробки монтируется тонкостенная трубка из нержавеющей стали, закрепляемая на малом фланце криостата после монтажа коаксиального кабеля. На трубке, выходящей из нижней части теплоизолирующей пробки в гелиевую ванну, крепится фланец, необходимый для последующего подвеса резонатора. Его диаметр и положение отверстий соответствуют размерам фланца резонатора.

Для придания жесткости конструкции подвес резонатора осуществлялся с помощью трех шпилек из нержавеющей стали диаметром 8 мм. Их соединение с нижним фланцем криостата и верхним фланцем резонатора является резьбовым (М8), для чего в головках 3-х болтов фланцев

высверлены соответствующие резьбовые отверстия. Такой способ крепления обеспечивает не только жесткость конструкции, но и возможность регулировать высоту подвеса резонатора относительно дна гелиевой ванны и выдерживать вертикальность и соосность подвеса. При максимальном погружении резонатора его нижний фланец находится на расстоянии 3 см от дна гелиевой ванны, что позволяет повысить эффективную высоту столба жидкого гелия при испытаниях. На Рисунке 51 показана конструкции в сборе.

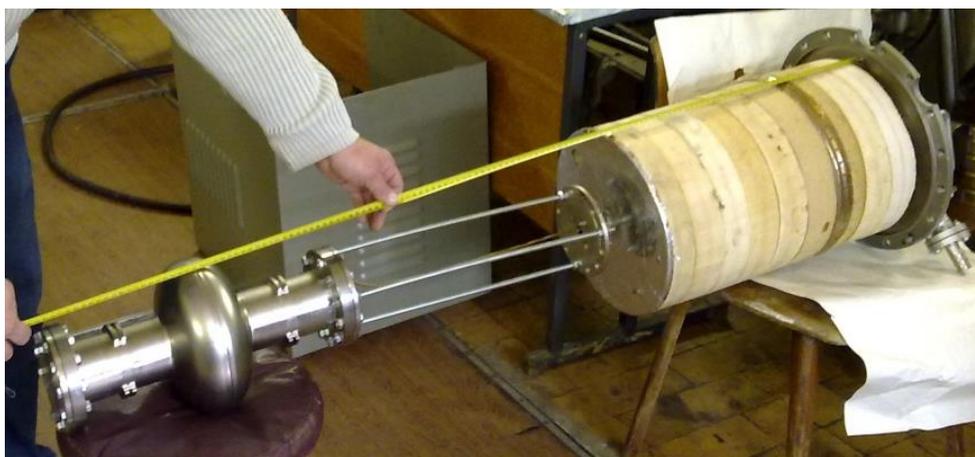


Рисунок 51 – Крепление резонатора в криостате

Такая криостатирующая система с помещенным в гелиевую ванну сверхпроводящим резонатором представляет собой «квазизакрытую» систему криостатирования, т.е. в гелиевом объеме находится объект испытаний, повышающий теплоприток, но к нему не подводится мощность извне (полномасштабные испытания не проводятся). Испаряемости жидкого гелия при проведении СВЧ испытаний составила примерно 1.2 л/час, что в два раза выше испаряемости, когда криостат находится в «закрытом» состоянии, т.е. в гелиевом объеме отсутствуют объекты исследования и внешние теплопритоки определяются лишь конструктивными особенностями криостата.

Таким образом, создан криогенный стенд для проведения СВЧ-испытаний одноячеечных резонаторов при температуре 4.2 К. Полученные значения испаряемости жидкого гелия свидетельствуют о пригодности и временной достаточности этого стенда для проведения СВЧ измерений резонатора на протяжении нескольких часов.

### **3.4. Результаты СВЧ-испытаний резонаторов**

На созданных СВЧ-стендах были испытаны резонаторы при комнатной температуре и при температуре жидкого гелия. Результаты испытаний приведены в Таблице 12 в хронологическом порядке. В первом столбце указана дата и условия эксперимента, а также материал испытываемого резонатора. В остальных столбцах показаны измеренные параметры: собственная частота резонатора, коэффициент стоячей волны в эксперименте и нагруженная добротность. Всего испытаниям были подвергнуты 6 резонаторов – «эталонный» образец ниобиевого резонатора из FNAL и пять собственных резонаторов – медный, алюминиевый и три ниобиевых.

Как видно из таблицы, во всех ниобиевых резонаторах при криогенных испытаниях достигнута сверхпроводимость. Измеренная добротность резонатора из FNAL оказалась ниже добротности наших резонаторов. Это может быть связано с тем, что при транспортировке и длительном хранении этого резонатора его внутренний поверхностный слой насытился газами из атмосферы на существенную глубину, а также образовался оксидный слой. Наши же ниобиевые резонаторы поступали на СВЧ-стенд сразу после производства. Максимально достигнутое значение добротности последнего изготовленного резонатора составило  $2.5 \cdot 10^9$ . Данное значение скорее является методическим и аппаратным пределом постановки эксперимента и связано с плаванием АЧХ в ходе измерения ввиду её нестабильности из-за непрерывных флуктуаций давления в замкнутом объёме с кипящим гелием.

На резонаторах из модельных материалов была отработана методика проведения криогенных испытаний перед завершающими испытаниями ниобиевых резонаторов. В них не наблюдалось сверхпроводимости, что естественно, т.к. для алюминия температура сверхпроводящего перехода равна 1.18 К, а медь вовсе не является сверхпроводником (при температуре несколько кельвинов удельное сопротивление меди составляет  $10^{-9}$  Ом·см) [94].

Наилучшее достигнутое значение КСВ составило 1.0001 в криогенных испытаниях изготовленных ниобиевых резонаторов. Очевидно, это значение является предельным для этих измерений, учитывая их методические особенности и аппаратные характеристики.

Разброс в измеренной резонансной частоте составляет 0.7 % для всех изготовленных резонаторов во всех проведённых экспериментах. Рассматривая только три ниобиевых резонатора разброс частоты составляет 0.5 % в криогенных испытаниях и 0.009 % в испытаниях при комнатной температуре. Последнее значение наиболее показательно, т.к. в измерениях при комнатной температуре отсутствует плавание резонансной частоты ввиду нестабильности давления, что имеет место при измерении в жидком гелии. Такое низкое различие в значении

собственных частот всех трёх изготовленных ниобиевых резонаторах говорит о достигнутой высокой точности производства в разработанном технологическом процессе.

Таблица 12 – Результаты испытаний СВЧ-резонаторов

Эксперимент	Частота	КСВ	Добротность
20.08.2012 Ниобий (Фермилаб) Комнатная температура	1.272969689	1.01	28193
01.03.2013 Ниобий (Фермилаб) Гелиевая температура Без стандарта частоты	1.274979678	-	$> 10^8$
05.03.2014 Ниобий (Фермилаб) Гелиевая температура	1.274977156	-	$0.82 \cdot 10^9$
25.09.2014 Медь Комнатная температура	1.2651811	1.0005	71559
16.10.2014 Медь Гелиевая температура	1.2940755	1.0007	94915
23.10.2014 Алюминий Комнатная температура	1.2901982	1.0016	55461
05.11.2014 Алюминий Гелиевая температура	1.2902357	1.0007	123540
19.11.2014 Ниобий (образец № 1) Комнатная температура	1.290197258	1.003	37549
04.12.2014 Ниобий (образец № 1) Гелиевая температура	1.290185765	1.0001	$1.5 \cdot 10^9$
10.02.2015 Ниобий (образец № 2) Комнатная температура	1.2903500	1.0032	36564
06.03.2015 Ниобий (образец № 2) Гелиевая температура	1.3002077	1.0001	$1.7 \cdot 10^9$
11.05.2015 Ниобий (образец № 3) Комнатная температура	1.2901429	1.0017	39552
08.06.2015 Ниобий (образец № 3) Гелиевая температура	1.2901127	1.0001	$2.5 \cdot 10^9$

## **Выводы Главы 3**

В этой заключительной главе приведены основные результаты НИОКР по созданию собственной экспериментальной инфраструктуры для СВЧ-испытаний одноячеечных резонаторов, а также результаты испытаний изготовленной опытной серии резонаторов, созданных с применением технологии гидроударной штамповки.

### Вывод 3.1.

Проведено критическое исследование доступных литературных источников по проблеме СВЧ-измерений и криогенных испытаний при гелиевых температурах. Укомплектована необходимая экспериментальная аппаратура и отработана методика СВЧ-измерения характеристик резонаторов. На основе векторного анализатора цепей, стабилизированного высокоточным кварцевым генератором и рубидиевым опорным генератором LPFRS-01, создан СВЧ-стенд для испытаний резонаторов на уровне мощности 10 мВт при комнатной температуре и при 4.2 К, обеспечивший измерение добротности до  $10^{10}$  на частоте 1.3 ГГц [8, 15, 17].

Вывод 3.2. Предложен и обоснован оригинальный новый метод прецизионного измерения ультравысоких собственных добротностей сверхпроводящих резонаторов в диапазоне  $10^8 - 10^{10}$  [3]. Идея этого метода основана на возбуждении колебаний в резонаторе электронным потоком. Принципиальная новизна заключается в том, что в отличие от общепринятых методов здесь резонатор не связан с какими-либо внешними СВЧ цепями, а его собственная добротность определяется по потере мощности электронным потоком и по пусковому току. Достигнуты следующие результаты: определены условия генерации, найдены значения необходимой величины ускоряющего тока пучка электронов и сформулированы требования к измерительной аппаратуре.

Вывод 3.3. Разработано, запатентовано (в соавторстве) и изготовлено устройство связи резонатора [1, 17], обеспечившее оптимальное возбуждение резонатора: достигнутый уровень согласования обеспечивает  $K_{СВ} = 1.01$ , что соответствует передаче в резонатор 99.9 % подаваемой СВЧ мощности. Разработанное устройство отличается от аналогов тем, что оно снабжено устройством регулировки высоты петли связи с возможностью поворота на  $360^{\circ}$ . Высота петли связи равна или кратна  $1/8$  длины волны СВЧ-колебаний, соответствующих

резонансной частоте резонатора, а устройство регулировки обеспечивает перемещение тяги на величину не менее 0.1 от высоты петли связи.

Вывод 3.4. Определены основные характеристики гелиевого криостата, необходимого для проведения испытаний одноячеечного резонатора заданной геометрии и размера [13, 14]. Сформулированы и реализованы технические условия герметизации системы соединения, ввода и вывода СВЧ излучения к измерительному комплексу. Создан криогенный гелиевый стенд и успешно испытан при рабочей температуре 4.2 К. Криостатирующая система обеспечивает постоянный контроль уровня гелия в криостате с точность до 2 литров и позволяет регулировать давление паров гелия от 0 до 0.3 бар. Созданная система криостатирования обеспечивает минимизацию теплопритоков при СВЧ-испытаниях одноячеечного сверхпроводящего резонатора.

Вывод 3.5. Проведены СВЧ-испытания изготовленных резонаторов при комнатной температуре и при 4.2 К [6, 15, 16, 17]. Результаты проведённых измерений резонаторов показали: достигнута стабильная долговременная сверхпроводимость и получена высокая повторяемость частоты резонаторов, изготовленных по разработанной технологии, что свидетельствует о реализации жестких требований и допусков.

Подводя итоги работы, отметим, что результаты испытаний изготовленной первой опытной серии сверхпроводящих резонаторов показали, что их качество удовлетворяет современным требованиям и при внедрении в промышленное производство могут быть конкурентоспособными по сравнению с их зарубежными аналогами.

## Заключение

Подводя итоги, приведём полученные выводы выполненного комплекса работ

### **Вывод Диссертации № 1**

Создана технология изготовления сверхпроводящих ускоряющих резонаторов из ниобия для электронных линаков. Разработана, изготовлена и исследована опытная серия резонаторов на частоту 1.3 ГГц. В созданных по собственной оригинальной технологии резонаторах достигнута стабильная долговременная сверхпроводимость и получена высокая повторяемость частоты.

### **Вывод Диссертации № 2**

Определены геометрические параметры резонатора для частоты 1.3 ГГц в соответствии с проектными параметрами ускорителя ИС и разработано Техническое задание для изготовления одноячеечного резонатора [2].

### **Вывод Диссертации № 3**

Впервые в мировой практике создания сверхпроводящих резонаторов предложен и реализован метод гидроударной штамповки ниобиевых полуячеек [5]. Впервые в ОИЯИ и научных центрах стран-участниц создана экспериментальная база для полного производственного цикла изготовления одноячеечных резонаторов. Экспериментальным путём впервые получена диаграмма штампуемости высокочистого ниобия для гидроударной штамповки и определены ключевые параметры процесса, обеспечившие полную вытяжку заготовки: предельная степень вытяжки сверхчистого ниобия составляет 1.92 при удельной энергии удара 0.42 МДж/м<sup>2</sup>. Обеспечена точность 100 мкм в контролируемых проектных диаметрах полуячеек (Ø 206.9 мм и Ø 78.1 мм).

### **Вывод Диссертации № 4.**

Реализованы режимы электронно-лучевой сварки особоочистого ниобия, отвечающие современным критериям промышленного производства сверхпроводящих резонаторов [4]. Анализ микроструктуры сварных швов свидетельствует о достижении соединения высокого качества. Измерены критические температура  $T_{KP} = 8.6$  К и магнитное поле  $B_{KP} = 0.4$  Тл образцов сварного соединения: отклонение этих характеристик от цельнолистового ниобия не

превышает 10 %, что является естественным следствием высоколокального термического воздействия электронным лучом.

#### **Вывод Диссертации №5**

Предложен и обоснован принципиально новый метод измерения ультравысоких ( $10^8 - 10^{10}$ ) собственных добротностей резонаторов [3]. Существенное преимущество метода – его «неинвазивность»: резонатор не связан с внешними СВЧ цепями, а его собственная добротность определяется по потере мощности электронным потоком и по пусковому току при монотронной генерации. В результате численного моделирования определены стартовые условия монотронной генерации в резонаторе на 1.3 ГГц, найдены значения необходимой величины тока пучка электронов.

#### **Вывод Диссертации № 6**

Разработано, запатентовано и экспериментально исследовано устройство связи [1], обеспечивающее эффективное возбуждение резонатора. В опытном образце достигнут уровень согласования КСВ = 1.01, что соответствует передаче в резонатор 99.9 % СВЧ мощности.

#### **Вывод Диссертации № 7**

Создана экспериментальная база для исследований одноячеечных СВЧ-резонаторов при комнатной температуре и температуре жидкого гелия. Выполнены СВЧ испытания [6] опытной серии ниобиевых резонаторов, изготовленных впервые с применением технологии гидроударной штамповки. Полученные значения добротности более  $10^9$ , что подтвердило стабильное достижение в резонаторах сверхпроводимости. Максимальное измеренное значение добротности составило  $2.5 \cdot 10^9$  на частоте 1.29 ГГц при достигнутом КСВ = 1.0001

## Список литературы

1. Азарян Н.С., Будагов Ю.А., Ширков Г.Д., Карпович В.А., Родионова В.Н. и др., «Устройство связи для цилиндрического резонатора СВЧ». Республика Беларусь Патент ВУ 9583 U 2013.10.03, 13 Март 2013.
2. Азарян Н.С., Будагов Ю.А., Кураев А.А., Ширков Г.Д. и др., «Расчет одноячеечного сверхпроводящего ниобиевого резонатора для ускорителя электронов и позитронов», Письма в ЭЧАЯ, т. 9, № 2, pp. 247-268, 2012.
3. Азарян Н.С., Будагов Ю.А., Кураев А.А., Ширков Г.Д. и др., «Измерение ультравысокой собственной добротности путём возбуждения сверхпроводящего резонатора электронным потоком», Письма в ЭЧАЯ, т. 10, № 7, pp. 1282-1291, 2013.
4. Demyanov S.E., Pobol I.L., Shirkov G.D., Budagov Yu.A., Azaryan N.S. и et al., «Superconducting properties of ultra-pure niobium welded joints», Low Temperature Physics, т. 41, № 7, pp. 522-527, 2015.
5. Азарян Н.С., Ширков Г.Д., Журавский А.Ю., Петраковский В.С. и Батурицкий М.А., «Изготовление деталей сверхпроводящих резонаторов из ниобия методом гидроударной штамповки», Письма в ЭЧАЯ, т. 13, № 2, pp. 345-353, 2016.
6. Azaryan N.S., Budagov Yu.A., Karpovich V.A., Pobol I.L., Rodionova V.N., Shirkov G.D. и et al., «Measurement of Microwave Parameters of a Superconducting Niobium Cavity», Journal of Engineering Physics and Thermophysics, т. 90, № 1, pp. 242-249, 2017.
7. Azaryan N.S. и et al., «Superconducting niobium cavity for ILC accelerator», Труды XVI научной конференции молодых учёных и специалистов ОИЯИ, pp. 79-82, 2012.
8. Azaryan N.S. и et al., «Creation and testing of the stands for RF measurements of niobium SC cavities at room temperature and at the liquid helium temperature», Труды XVII научной конференции молодых учёных и специалистов ОИЯИ, pp. 106-110, 2013.
9. Азарян Н.С., Юревич С.В. и др., «Исследование процесса химического травления ниобия при изготовлении СВЧ резонаторов», Труды XVII научной конференции молодых учёных и специалистов ОИЯИ, pp. 116-119, 2013.
10. Юревич С.В., Азарян Н.С. и др., «Исследование процесса электронно-лучевой сварки ультрачистого ниобия для изготовления СВЧ резонаторов», Труды XVIII научной конференции молодых учёных и специалистов ОИЯИ, pp. 153-156, 2014.
11. Азарян Н.С., Будагов Ю.А., Кураев А.А., Ширков Г.Д. и др., «Влияние геометрии сопряжения сверхпроводящего ниобиевого резонатора с трубкой дрейфа на его характеристики», Сообщение Объединенного института ядерных исследований Р9-2013-49, 2013.
12. Поболь И.Л., Юревич С.В., Азарян Н.С. и др., «ЭЛС ниобия для ускоряющих структур», Доклады Санкт-Петербургской Международной научно-технической конференции «Технологии и оборудование ЭЛС - 2014», pp. 135-140, 2014.

13. Azaryan N.S. и et al., «Dubna-Minsk activity on the development of 1.3 GHz superconducting single-cell RF-cavity», Proceedings of RuPAC2012, Saint-Petersburg, Russia, pp. 602-604, 2012.
14. Azaryan N.S. и et al., «Dubna-Minsk SRF technology development status report», Proceedings of IPAC2013, Shanghai, China, pp. 2393-2395, 2013.
15. Azaryan N.S., Rodionova V.N. и et al., «Superconducting single-cell RF-cavity for ILC accelerator», Proceedings of 8th International Kharkov Symposium on Physics and Engineering of Microwaves, Millimeter and Submillimeter Waves (MSMW-2013), 2013.
16. Azaryan N.S., Rodionova V.N. и et al., «Measurement resonance frequency and quality-factor of resonant cavity of Tesla-type in superconducting regime», Proceedings of 9th International Kharkiv Symposium on Physics and Engineering of Microwaves, Millimeter and Submillimeter Waves (MSMW-2016), 2016.
17. Азарян Н.С., Батурицкий М.А. и др., Состояние и перспективы создания резонаторов для нового поколения  $e^+e^-$  линейных ускорителей и коллайдеров. Международное рабочее совещание, Минск, 22-25 апреля, 2014 г., Дубна: ОИЯИ Р9-2014-98, 2014.
18. Лебедев А.Н., Шальнов А.В., Основы физики и техники ускорителей, М.: Энергоатомиздат, 1991.
19. И.М. Капчинский, Теория линейных резонансных ускорителей, М.: Энергоатомиздат, 1982.
20. Alexander Wu Chao и Maury Tigner, Handbook of Accelerator Physics and Engineering, Singapore: World Scientific, 1999.
21. Edited by M. Aicheler, P. Burrows, M. Draper, T. Garvey, P. Lebrun, K. Peach, N. Phinney, A Multi-TeV linear collider based on CLIC technology: CLIC Conceptual Design Report, Geneva: CERN-2012-007, 2012.
22. International Linear Collider Technical Design Report, 2013.
23. Edited by R. Bailey, «RF for accelerators», CERN Accelerator School 2010, Ebeltoft, Denmark, CERN-2011-007CAS.
24. А.Н. Диденко, Л.М. Севрюкова и А.А. Ятис, Сверхпроводящие СВЧ-структуры, М.: Энергоатомиздат, 1981.
25. B. Aune et al., «Superconducting TESLA cavities», Physical Review Special Topics - Accelerators and Beams, v. 3, № 9, pp. 092001 1-25, 2000.
26. В.Л.Гинзбург и Е.А.Андрюшин, Сверхпроводимость. 2-е издание, переработанное и дополненное, Альфа-М, 2006.
27. J. Bardeen, L.N. Cooper и J.R. Schrieffer, «Theory of Superconductivity», Physical Review, V. 108, № 7, pp. 1175-1204, 1957.
28. Н.Н. Боголюбов, В.В. Толмачев и Д.В. Ширков, Новый метод в теории сверхпроводимости, М.: Изд-во АН СССР, 1958.
29. H. Padamsee, RF Superconductivity: Science, Technology and Applications, John Wiley & Sons, 2009.

30. W.D. Kilpatrick, «Criterion for Vacuum Sparking Designed to Include Both RF and DC», Review of Scientific Instruments, V. 28, № 10, p. 824–821, 1957.
31. В.А. Тепляков, А.П. Мальцев и В.Б. Степанов, Высокочастотная квадрупольная фокусировка (К истории ее возникновения и развития), Протвино: ИФВЭ 2006–5, 2006.
32. Арбузов Б.А., «Физика подкритического ядерного реактора», Соросовский образовательный журнал, № 1, pp. 73-78, 1997.
33. Полозов С.М и Фертман А.Д., «Ускорители протонного пучка большой мощности для подкритических ядерных установок», Атомная энергия, № 9, pp. 155-162, 2012.
34. Dieter Proch, «New Ways of Cavity Fabrication», Particle Accelerators, Vol. 53, pp. 241-251, 1996.
35. K. Saito et al, «Proceedings of PAC-95», 1995.
36. J. Kirchgessner, «SRF note 820905», Cornell University.
37. V. Palmieri, «Spinning of Tesla-Type Cavities: Status of Art», Proc. of the 9<sup>th</sup> Workshop on RF Superconductivity, p. 532 – 537, 1999.
38. V. Palmieri, «Advancements on Spinning of Seamless Multicell Reentrant Cavities», Proceedings of SRF2013, 2013.
39. W. Singer et al., «Hydroforming of elliptical cavities», Phys. Rev. ST Accel. Beams 18, 022001, 2015.
40. Л.М. Севрюкова, В.И. Суздаев, Д.Л. Филиппов, «Способ изготовления сверхпроводящего резонатора», Патент РФ № 2231235, 20.06.2004.
41. Л.И.Вороненко, А.В.Елютин, К.С.Ковалев, «Способ получения ниобия высокой чистоты», Патент РФ на изобретение № 2161207, 27.12.2000.
42. X.Singer et al, «Single-cell Superconducting RF Cavities from Ultra-high-purity Niobium», Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 574, pp. 518-520, May 2007.
43. W. Singer, A. Ermakov, X. Singer, «RRR-Measurement Techniques on High Purity Niobium», TTC-Report 2010-02, DESY, 2010.
44. ГОСТ 2789-73, Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики.
45. ТУ2-034-4-83, Профилометр цеховой с цифровым отсчетом и индуктивным преобразователем модель 296, Московский инструментальный завод "Калибр", 1982.
46. ГОСТ 19300-86, Средства измерений шероховатости поверхности профильным методом. Профилографы-профилометры контактные. Типы и основные параметры.
47. ГОСТ 2789-59, Шероховатость поверхности.
48. ГОСТ Р ИСО 6507-1 2007, Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения.
49. «ImageSP – программа для электронной и световой микроскопии», Унитарное предприятие «СИСПРОГ», г. Минск, Беларусь.

50. L.Lilje, C.Antoine, C.Benvenuti et al, «Improved Surface Treatment of the Superconducting TESLA Cavities», Nucl. Inst. Meth. A 516 (2-3), pp. 213-227, 2004.
51. C.Cooper, G.Galasso, A.Rowe, C.Boffo, «Optimization of BCP processing of elliptical Nb SRF cavities», Proceedings of SRF 2007, pp. 308-312, 2007.
52. K.Saito et al., «Superiority of electropolishing over chemical polishing on high gradients», Proceedings of SRF 1997, pp. 795-813, 1997.
53. D. Bloess, «Chemistry and surface treatment», Proceedings of SRF Workshop 1984, pp. 409-425, 1984.
54. E.Dwersteg, W.Ebeling, W.Flaquer et al, «Superconducting cavity activities at DESY», Proceedings of SRF Workshop 1984, pp. 63-74, 1984.
55. A.Aspart, C.Z.Antoine, «Study of the Chemical Behavior of Hydrofluoric, Nitric, and Sulfuric Acids Mixtures Applied to Niobium Polishing», Applied Surface Science, v. 227, p. 17–29, 2004.
56. К. Зигбан, «Электронная спектроскопия атомов, молекул и конденсированного вещества / Нобелевские лекции по физике 1981 года,» УФН, т. 138, № 2, pp. 223-249, 1982.
57. W. Singer, J. Iversen, A. Schmidt, Technical Specifications for the Series Mechanical Fabrication of Superconducting 1.3 GHz Cavities for the European XFEL, Rev.B, Hamburg, 2009.
58. В.С. Петраковский, А.Ю.Журавский, «Оценка штампуемости сверхчистого ниобия при гидроударном нагружении», VIII Международная научно-техническая конференция «Современные методы и технологии создания и обработки материалов», Минск, 2013.
59. ГОСТ 11701-84, «Металлы. Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент».
60. Б.Н. Арзамасов и др., Материаловедение: Учебник для высших технических учебных заведений, М.: Машиностроение, 1986.
61. В.С.Петраковский, «Оценка штампуемости листового металла при гидроударной вытяжке,» в Импульсные методы обработки материалов, Минск, Наука и техника, 1979, pp. 77-81.
62. В.С.Петраковский, Г.Н.Здор, А.Ю.Журавский, «VI Международная научно-техническая конференция «Современные методы и технологии создания и обработки материалов,» в Инженерный метод расчета процесса импульсной вытяжки листовых материалов, Минск, 2011.
63. В.П.Романовский, Справочник по холодной штамповке, Ленинград: Машиностроение, 1979.
64. М.Е.Зубцов, Листовая штамповка, Москва: Машгиз, 1958.
65. В.Н.Алехнович, А.В.Алифанов, А.И.Гордиенко и И.Л.Поболь, Электронно-лучевая обработка материалов, Минск: Белорусская наука, 2006.
66. В.В.Фролов, Теория сварочных процессов, Москва: Высшая школа, 1988.

67. J.L.Kirchgessner, «Forming and welding of niobium for superconducting cavities», Proceedings of The Third Workshop on RF Superconductivity, Illinois, pp. 533-543, 1987.
68. R.LGeng, J.Knobloch, H.Padamsee, «Micro-Structures of RF Surfaces in the Electron-Beam-Weld Regions of Niobium», Proceedings of the 1999 Workshop on RF Superconductivity, New Mexico, pp. 238-245, 1999.
69. H.Padamsee, J.Knobloch, T.Hays, RF Superconductivity for Accelerators, New York: John Wiley & Sons, 1998.
70. A.Schmidt, A.Brinkmann, J. Iversen et al., «1.3 GHz Niobium Single-Cell Fabrication Sequence», TTC Report, № 2010-01, 2010.
71. J.Brawley, J.Mammosser, L.Phillips, «Electron Beam Weld Parameter Set Development and Cavity Cost», Proceedings of the 1997 Workshop on RF Superconductivity, Padova, pp. 518-522, 1997.
72. H.Jiang, T.R.Bieler, C.Compton, T.Grimm, «Mechanical Properties, Microstructure, and Texture of Electron Beam Butt Welds in High Purity Niobium», Proceedings of the 2003 Particle Accelerator Conference, Portland, 1359 (2003)., pp. 1359-1361, 2003.
73. T.Kubo, Y.Ajima, Y.Iwashita, T.Nagata et al., «Electron Beam Welding for High Gradient Superconducting Cavity», Proceedings of the «IPAC 2013» conference, Shanghai, pp. 2346-2348, 2013.
74. ГОСТ Р ИСО 857-1-2009, Сварка и родственные процессы. Словарь. Часть 1. Процессы сварки металлов. Термины и определения.
75. <http://www.cryogenic.co.uk/>, London, UK: Cryogenic Limited.
76. 2400 Series SourceMeter User's Manual, Cleveland, Ohio, U.S.A.: Keithley Instruments Inc., 1998.
77. L.J. Van der Pauw, «A method of measuring the resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape», Philips Technical Review, V. 20, N. 7, pp. 220-224, 1958.
78. Ф. Блатт, Физика электронной проводимости в твердых телах, Москва: Наука, 1971.
79. The European X-Ray Free-Electron Laser Technical design report, Hamburg, 2007.
80. А.Н.Зайцев, П.А.Иващенко и А.В.Мыльников, Измерения на сверхвысоких частотах и их метрологическое обеспечение, М.: Изд-во стандартов, 1989.
81. Лебедев Н.В., Техника и приборы СВЧ. Под ред. Н.Д.Девяткова, М.: Высшая школа, 1970.
82. О.А.Вальднер, О.С.Милованов, Н.П.Собенин, Техника сверхвысоких частот. Учебная лаборатория, М.: Атомиздат, 1974.
83. R.E.Collin, Foundations for Microwave Engineering, N.Y.: Wiley Interscience, 2001.
84. Генераторы сигналов высокочастотные Г4-78 - Г4-83. Техническое описание, инструкция по эксплуатации и паспорт, Нижний Новгород: П/я В-8201.
85. Технические характеристики частотомеров серии ЧЗ-85, Credix, <http://www.rlocman.ru/op/tovar.html?di=71237&/Ch3-85/1>.

86. Ваттметр поглощаемой мощности термоэлектрический МЗ-21/а. Техническое описание и инструкция по эксплуатации, Каунас: НИИРИТ.
87. Agilent E5061B Network Analyzer. Configuration Guide, Agilent Technologies, Inc., USA, 2009.
88. Генератор рубидиевый опорный LPFRS-01. Руководство по эксплуатации ЯКУР.411653.005РЭ, Нижний Новгород: ЗАО "Время-Ч", 2012.
89. Fluke PM 6681R Time Analyzer and Rubidium frequency reference, Application Note, USA: Fluke Corporation.
90. William E. Wilson и Trevor J. Nixon, Resonator coupling device with a rotatable ring for adjusting the loaded Q, Patent US 5625330, 29.04.1997.
91. В.Е.Милошенко и В.С.Железный, Техника эксперимента в физике низких температур, Воронеж: Воронеж.гос.тех.ун-т, 2003.
92. Ю.П.Солнцев и Г.А.Степанов, Материалы в криогенной технике, Ленинград: Машиностроение, 1982.
93. Technical specification L1410/LR1430 V1.1-05/11, Linde Cryogenics.
94. В.Л.Гинзбург и Е.А.Андрюшин, Сверхпроводимость. 2-е издание, переработанное и дополненное, Альфа-М, 2006.