

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ» (НОВОСИБИРСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ, НГУ)

На правах рукописи

ДЗЮБА АЛЕКСАНДР ВИКТОРОВИЧ

**ВЛИЯНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ
СВЕРХПРОВОДЯЩИХ РАДИОЧАСТОТНЫХ РЕЗОНАТОРОВ
НА МАКСИМАЛЬНОЕ ЗНАЧЕНИЕ ДОБРОТНОСТИ
И УСКОРЯЮЩЕГО НАПРЯЖЕНИЯ**

01.04.20 – физика пучков заряженных частиц и ускорительная техника

02.00.04 – физическая химия

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель

Аржанников Андрей Васильевич

доктор физико-математических
наук, профессор

Новосибирск – 2014

ОГЛАВЛЕНИЕ.....	2
ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР И ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЙ ...	10
1.1. ГЕОМЕТРИЯ РЕЗОНАТОРА. РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛЕЙ. ДОБРОТНОСТЬ И УСКОРЯЮЩЕЕ НАПРЯЖЕНИЕ	10
1.2. ПОВЕРХНОСТНОЕ СОПРОТИВЛЕНИЕ И МАКСИМАЛЬНАЯ ДОБРОТНОСТЬ	13
1.3. "ЧИСТОТА" НИОБИЯ. ПАРАМЕТР ГИНЗБУРГА-ЛАНДАУ	14
1.4. ПОВЕРХНОСТНОЕ МАГНИТНОЕ ПОЛЕ И МАКСИМАЛЬНОЕ УСКОРЯЮЩЕЕ НАПРЯЖЕНИЕ.....	16
1.5. ИЗГОТОВЛЕНИЕ И ОБРАБОТКА РЕЗОНАТОРОВ.....	18
1.5.1. Изготовление.....	18
1.5.2. Обработка	19
1.6. ТЕСТИРОВАНИЕ ДОБРОТНОСТИ РЕЗОНАТОРОВ И ТЕРМОМЕТРИЯ.....	22
1.6.1. Зависимость добротности от темпа ускорения "QvsEacc"	22
1.6.2. Температурные карты "T-map"	23
1.7. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР ПРОЦЕССА HFQS.....	24
1.7.1. Прокалка при температуре 120 ⁰ C в течение 48 часов	25
1.7.2. Данные по тестовым испытаниям резонаторов.....	27
1.7.3. Структура ниобия на лондоновской глубине проникновения до прокалки.	28
1.7.4. Структура ниобия на лондоновской глубине проникновения после прокалки.	31
1.7.5. Возможные факторы, влияющие на потери и сопутствующие механизмы потерь	33
1.8. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР ПРОЦЕССА Q-DISEASE.....	36
1.8.1. Данные по тестовым испытаниям резонаторов.....	38

1.8.2. Возможные факторы, влияющие на потери, и сопутствующие механизмы потерь	38
1.9. ОБОСНОВАНИЕ ВЫБОРА ОБЪЕКТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ	41
1.10. ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЙ	43
Глава 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ	44
2.1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ОБРАЗЦЫ ИЗ НИОБИЯ	44
2.1.1. Образцы для измерения электросопротивления	44
2.1.2. Образцы для измерения магнитной восприимчивости	47
2.1.3. Образцы для эксперимента по дифракции отраженных электронов (ДОЭ)	50
2.1.4. Образцы для профилометрии	51
2.2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБРАЗЦОВ	52
2.2.1. Растровая электронная микроскопия (РЭМ)	52
2.2.2. Дифракция отраженных электронов (ДОЭ)	54
2.2.3. Измерение электросопротивления	56
2.2.4. Измерение магнитной восприимчивости	57
2.2.5. Контактная профилометрия	58
Глава 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ	59
3.1. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИССИПАЦИИ ПО МЕХАНИЗМУ ПОТЕРЬ ДОБРОТНОСТИ ПРИ ВЫСОКОЙ АМПЛИТУДЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ (HFQS)	59
3.1.1. Моделирование по результатам профилометрии	59
3.1.2. Моделирование по результатам регистрации температурных карт	64
3.1.3. Исследование структуры методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ)	68
3.1.4. Исследование структуры методом измерения магнитной восприимчивости	68

Введение

В настоящее время ускоряющие структуры на основе сверхпроводящих радиочастотных (СРЧ) резонаторов находят все более и более широкое применение [1,2], вытесняя структуры из нормально-проводящих металлов. СРЧ структуры используются в накопительных кольцах (как для исследований в области физики высоких энергий, так и для генерации СИ), линейных ускорителях протонов (одно из самых перспективных направлений – подкритические ядерные реакторы), линейных ускорителях с рециркуляцией пучка, линейных ускорителях с рекуперацией энергии, в линейных коллайдерах и ускорителях электронов. Столь широкое применение сверхпроводящих резонаторов обусловлено рядом их положительных свойств. К этим свойствам можно отнести следующие: более низкие энергетические затраты на ускорение частиц пучка (даже с учетом расходов на охлаждение резонаторов до гелиевой температуры), возможность работы ускоряющей структуры в непрерывном режиме при относительно высоком градиенте ускоряющего поля, улучшенную динамику пучка в ускорительной структуре (в первую очередь, из-за увеличенной апертуры ячеек в ускоряющей структуре). Следует также отметить и важнейший тренд последнего десятилетия – активное продвижение ускорительной техники в различные сферы научной и практической деятельности: материаловедение, биологию, медицину, высокотехнологичное производство, решение специальных задач оборонно-промышленного комплекса. В настоящее время ускорители этих сфер применения базируются, в основном, на использовании “теплых” ускоряющих структур и потенциально могут быть переведены на использование “холодных”, сверхпроводящих резонаторов.

Важнейшей характеристикой сверхпроводящей структуры является зависимость добротности резонатора от напряженности ускоряющего

электрического поля. В идеальном случае добротность должна быть на уровне порядка 10^{12} , и ее значение не должно зависеть от напряженности ускоряющего поля вплоть до его значений 50 МВ/м. Наибольшее значение напряженности ускоряющего поля определяется геометрией ускоряющей структуры и ограничивается БКШ сопротивлением (термин «БКШ сопротивление» используется в научной литературе, чтобы подчеркнуть вклад в теорию сверхпроводимости трех ее создателей: Бардин, Купер, Шиффер). В реальной практике создания сверхпроводящих резонаторов не всегда удается добиться указанных предельных значений градиентов ускоряющего поля и добротности из-за ряда диссипативных процессов. В настоящее время для структур, изготовленных из ниобия, уже выработаны технологические процедуры для повышения добротности резонатора и напряженности ускоряющего поля. Среди этих процедур для сверхпроводника из ниобия можно выделить три основные: химическая полировка, отжиг при 800°C и прокалка при 120°C . Однако технологические процедуры, повышающие эксплуатационные характеристики сверхпроводника, были открыты отчасти случайно, или найдены в ходе длительных технологических опытов, чисто эмпирическим путем. Отсутствие установленных однозначных причинно-следственных связей между параметрами технологических операций и эксплуатационными характеристиками сверхпроводника не позволяет оптимизировать затраты времени и финансовых средств, необходимых для изготовления ускоряющих структур, и достичь максимальных значений по ускоряющему полю и добротности. В связи с этими обстоятельствами, изучение причин, приводящих к диссипативным процессам в стенках сверхпроводящих ускоряющих структур, и предложение новых, более экономически целесообразных и экологически безопасных технологий изготовления сверхпроводящих радиочастотных резонаторов, являются, безусловно, актуальными задачами современных исследований.

На сегодняшний день установлено, что, если исключить возникновение квенча (резкий переход резонатора из сверхпроводящего в нормальнопроводящее состояние), то градиент ускоряющего поля в сверхпроводящей структуре будет ограничен двумя диссипативными процессами: «падением» добротности при высокой амплитуде РЧ поля (High Field Q Slope, HFQS) и "водородным заболеванием" (Q-disease). Первый диссипативный процесс наблюдается в структурах после химической полировки поверхности сверхпроводящего материала и проявляется как резкое снижение добротности резонатора при повышении поля на стенке резонатора выше пороговой величины – «поля отстройки», имеющего для ниобия значение около 100мТл. Второй диссипативный процесс проявляется как пониженное значение добротности при невысоких значениях поля, который возникает при большом времени охлаждении резонатора до гелиевых температур; и также является прямым следствием химической полировки.

До начала проведения наших исследований, было известно, что именно физико-химические свойства поверхности стенок резонатора определяют масштаб потерь в этих стенках. Считалось также общепризнанным, что присутствие 0D, 1D и 2D дефектов в структуре материала влияет на его поверхностное сопротивление. Однако к какому именно эффекту приводит тот или иной тип дефектов структуры материала, оставалось в значительной мере не установленным. В частности, было достаточно широко известно, что штамповка полуячеек резонатора приводит к значительному увеличению плотности дислокаций, но как влияет остаточная деформация на поверхностное сопротивление ниобиевого сверхпроводника, никогда ранее детально не исследовалось. Поэтому изучение влияния остаточной деформации на поверхностное сопротивление металлического сверхпроводника явилось актуальной задачей для диссертационной работы. Кроме того, естественно было предположить, что при изучении линейных

дефектов на поверхности сверхпроводника может быть выявлен значительный потенциал для улучшения свойств резонаторов за счет выбора оптимальных режимов для химических полировок, используемых при их изготовлении. По этой причине на данном этапе исследований требовалось уделить особое внимание зависимости уровня радиочастотных потерь резонатора от масштабов шероховатости его рабочей поверхности, которая формируется по результату выполнения технологических процедур (в том числе в сопоставлении с вкладом остаточной деформации, который она вносит в уровень этих потерь). Эти исследования были выбраны в качестве тематики работ данной диссертации, что дополнительно придает ей актуальность.

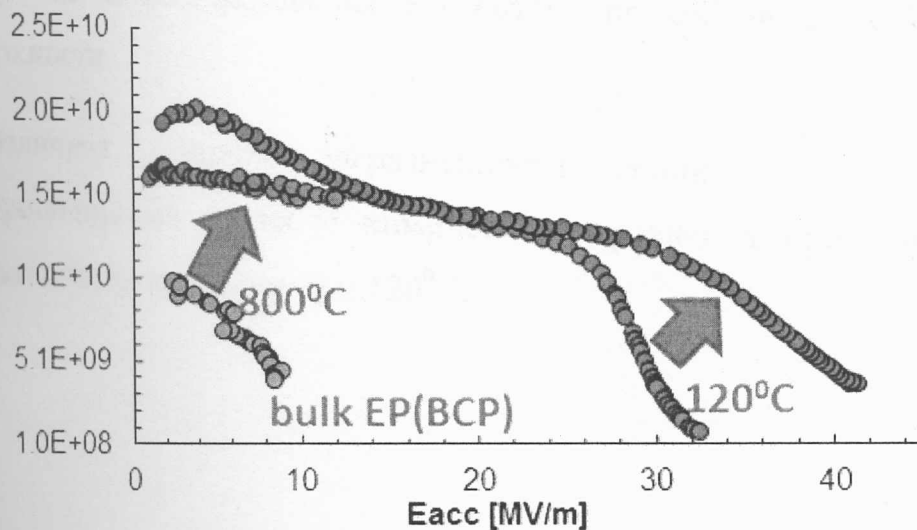


Рисунок 1. Характерные графики зависимости добротности от ускоряющего напряжения: после изготовления и химической полировки резонатора (проявлены потери по механизму Q-disease), после отжига при $800^{\circ}C/2ч$ (проявлены потери по механизму HFQS) и после прокалики при $120^{\circ}C/48ч$ (HFQS пропадает)

На защиту диссертации выносятся следующие положения:

Изучение абсорбции водорода в ходе химических полировок как функции плотности дислокаций в ниобии.

Корреляция между формированием гидридов и остаточной деформацией в данной области сверхпроводника.

Предложение о необходимости предварительного (до применения химической полировки) отжига полужеек резонатора, подавляющего процесс образования гидридов ниобия.

Заключение о превалирующем влиянии состояния микроструктуры материала на возникновение РЧ потерь по сравнению с шероховатостью поверхности.

Различная степень загрязненности границ зерен ниобия после электрополировки и после химического травления приводит к различной эффективности прокалки при 120°C .

Глава 1

Литературный обзор и постановка задачи исследований

В данной главе описаны все базовые представления по теории РЧ сверхпроводимости, используемые в изложении результатов. Также представлены технологические шаги по изготовлению и обработке резонаторов, дающие информацию об источниках дефектов в стенках этих устройств. В конце главы приведены сведения о диссипативных процессах в стенках резонаторов, об их возможных причинах и методах, предотвращающих их появление.

1.1. Геометрия резонатора. Распределение полей. Добротность и ускоряющее напряжение

Сверхпроводящие ячейки представляют собой металлические "коробки" сферической или, чаще, эллиптической формы. В резонатор подается мощность и создается распределение электромагнитного поля. Важнейшие рабочие характеристики, по которым оценивается работа СРЧ резонатора, это - ускоряющее поле (напряжение или темп ускорения) и добротность. Ускоряющее поле определяется как:

$$E_{acc} = \frac{V_{acc}}{d} \quad (1.1.1)$$

где d - длина ячейки, а $V_{acc} = \int_0^d e^{\frac{i\omega z}{c}} E_z dz$

Добротность определяется как отношение запасенной энергии W_{st} к дессицируемой мощности P_{diss} за один РЧ цикл ($1/\omega$). Вводится понятие поверхностного сопротивления R_s :

$$Q_0 = \frac{wW_{st}}{P_{diss}} \quad (1.1.2)$$

$$W_{st} = \frac{1}{2} \mu_0 \int_V H^2 dV \quad (1.1.3)$$

$$P_{diss} = \frac{1}{2} \int_S R_s H^2 dS \quad (1.1.4)$$

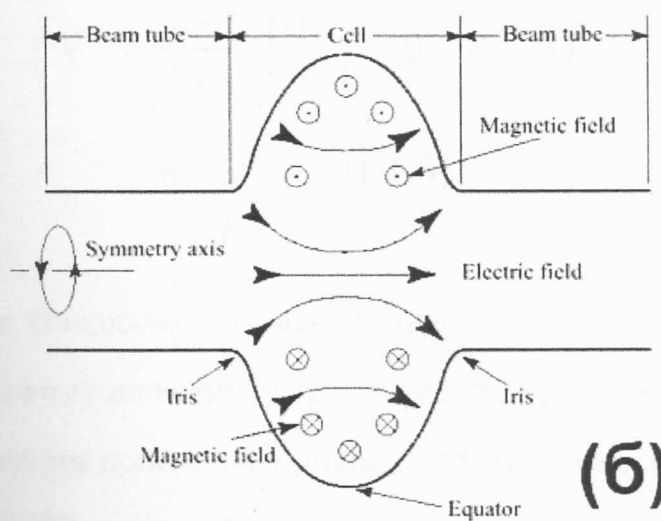
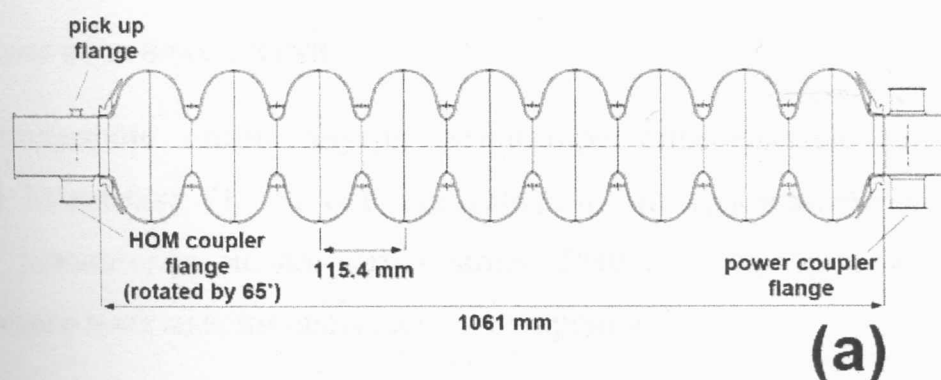


Рисунок 2 : Схематичное изображение 9-ти ячейечного резонатора Тесла (а) и геометрическое распределение полей внутри ячейки резонатора (б)

с $\beta \sim 1$ имеет эллиптическую геометрию (рис.2(а)). Такая конфигурация помогает уменьшить вероятность мультипакторного разряда, т.к. электроны

дрейфуют к области нулевого электрического поля в центре ячейки (так называемый “экватор”), не создавая вторичных электронов. В данной работе использовались одноячеечные резонаторы марки Тесла, которые являются прототипами 9-ти ячейчных резонаторов (Рис.2(а)) для нескольких проектов: в частности, для лазера на свободных электронах в DESY (Германия) и международного линейного коллайдера (предположительно, Япония). В резонаторе эллиптической геометрии магнитное поле максимально на экваторе (рис.2(б)), в то время как электрическое поле изменяется от нуля на экваторе до максимума на концах ячейки.

Распределение полей внутри резонатора определяется из решения уравнений Максвелла (1.1.5) с соответствующими граничными условиями (1.1.6). В резонаторах используется мода TM_{010} , в которой компонента электрического поля максимальна на оси ускорения.

$$\left(\nabla^2 - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right) \begin{Bmatrix} E \\ H \end{Bmatrix} = 0 \quad (1.1.5)$$

$$\hat{n} \times E = 0 \quad (1.1.6)$$

$$\hat{n} \cdot H = 0$$

Максимальное (пиковое) магнитное поле (значение магнитного поля примерно равно пиковому по всему экватору резонатора) оказывается линейно связанным с ускоряющим полем, что приводит к тому, что в литературе можно встретить как график “ Q_0 vs E_{ACC} ” так и график “ Q_0 vs V_{PK} ”. Для резонаторов марки Тесла соотношение E_{ACC}/V_{PK} равно 4.26 МВ/м/МТл.

1.2. Поверхностное сопротивление и максимальная добротность

Повышение добротности резонатора - это следствие понижения поверхностного сопротивления (см. формулы 1.1.2 и 1.1.4). Поверхностное сопротивление ниобия в общем случае состоит из двух членов (БКШ - сопротивления и остаточного сопротивления - см. описание ниже):

$$R_{SURF} = R_{BCS}(T) + R_{RES} \quad (1.2.1)$$

Первый член является температурнозависимым и называется БКШ-сопротивлением (по именам создателей самой востребованной на сегодня теории сверхпроводимости, теории БКШ, предложенной в 1957г. Бардином, Купером, Шриффером). В теории утверждается, что в случае протекания РЧ тока у сверхпроводника появляется ненулевое поверхностное сопротивление. Этот феномен объясняется ненулевой массой сверхпроводящих электронов и соответствующей инерцией при движении под действием РЧ поля. Предполагается, что при понижении температуры до критической происходит конденсация электронов в куперовские пары с характерным размером ξ_0 , через поглощение виртуального фонона решетки. Энергия куперовской пары электронов тогда записывается как:

$$E = 2\Delta(T) = 3.528kT_c \quad (1.2.2),$$

где Δ - ширина энергетической щели, а T_c - критическая температура сверхпроводника

Экспериментальные данные для поверхностного сопротивления ниобия при $T < T_c/2$, то есть при $T < 4.6$ К (рабочая температура резонаторов ~ 2.2 К) и $\omega \ll 2\Delta/\hbar$ хорошо описываются следующей формулой (константа A характеризует свойства конкретного материала):

$$R_{BCS} = A \left(\frac{\omega}{1.5} \right)^2 \frac{1}{T} e^{-\frac{\Delta}{kT}} \quad (1.2.3)$$

Из этой формулы становится понятно, почему ниобий еще в 70ых годах был выбран в качестве базового материала для сверхпроводящих резонаторов. Этот материал имеет самую высокую критическую температуру среди элементарных сверхпроводников ($T_c=9.2K$), что должно обеспечить наименьшее поверхностное сопротивление и, как следствие, наивысшую добротность (взяв за основу значение поверхностного сопротивления в несколько н Ω , можно ожидать добротности порядка 10^{12}).

Однако на практике оказывается, что ввиду несовершенства технологии изготовления и обработки резонаторов, иногда доминирует второй член в (1.2.1) - остаточное сопротивление, не связанное с механизмом БКШ. В этих отдельных случаях приходится иметь дело со специальными диссипативными процессами, которые проявляются как резкое падение добротности резонатора. Два важнейших (для достижения максимального темпа ускорения) из них – HFQS (см. гл.1.7) и Q-disease (см. гл.1.8) - изучены в этой работе. Причем известно, что ниобий без 0D,1D,2D дефектов почти не имеет R_{res} , что подчеркивает важность изучения состояния "чистоты" материала в ходе изготовления и технологических обработок резонатора.

1.3. "Чистота" ниобия. Параметр Гинзбурга-Ландау

В 1935г. братья Лондон объединив второй закон Ньютона и уравнения Максвелла, смогли найти решение для распределения магнитного поля в сверхпроводнике. Вводилась характерная глубина проникновения магнитного поля (лондоновская глубина проникновения): $\lambda_L = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 n_s e^2}}$ (1.3.1), где m -масса электрона, e -заряд электрона, n_s -плотность электронов проводимости, μ_0 - магнитная проницаемость в вакууме. Решением являлась функция,

экспоненциально убывающая по направлению x от поверхности вглубь сверхпроводника с константой λ_L : $H = H_{ext} e^{-\frac{x}{\lambda_L}}$ (1.3.2).

Позднее В.Л.Гинзбургом и Л.Д.Ландау была создана первая феноменологическая теория сверхпроводимости (1950г). Была введена комплексная волновая функция как параметр порядка для сверхпроводящих электронов. Далее находился минимум свободной энергии по этой функции, что привело к введению двух констант: глубины проникновения λ_{GL} (аналогично константе братьев Лондон) и длины когерентности ξ , характеризующей флуктуацию волновой функции (аналогично размеру куперовской пары):

$$\lambda_{GL}(T) = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 e^{*2} |\psi|^2}} \quad \xi(T) = \frac{\hbar}{\sqrt{2m^* |\alpha(T)|}} \quad (1.3.3) (1.3.4)$$

Вводился параметр Гинзбурга-Ландау λ/ξ , характеризующий чистоту материала (зависит от длины свободного пробега):

$$k = \frac{\lambda}{\xi} = \frac{m^*}{\hbar |e^*| \mu_0} \cdot \sqrt{\frac{2|\alpha(T)|}{|\psi|^2}} \quad (1.3.5)$$

Интересно заметить, что позднее в работах Л.П.Горькова показано, что уравнения Гинзбурга-Ландау сводятся к уравнениям БКШ при температуре близкой к критической.

В том же 1950г. по аналогии с нелокальной электродинамикой в нормальных металлах (когда анализируется длина свободного пробега), британский ученый Пиппард ввел представление о нелокальной электродинамике сверхпроводников. Вслед за теорией Гинзбурга-Ландау была предложена константа ξ , характеризующую локальную неоднородность плотности сверхпроводящих электронов. Были сделаны соответствующие

обобщения на случай грязного материала через длину свободного пробега l и константу для чистого материала ξ_0 :

$$\xi = \frac{\xi_0 l}{\xi_0 + l} \quad (1.3.6) \quad \lambda = \lambda_L \sqrt{1 + \frac{\xi_0}{l}} \quad (1.3.7)$$

На сегодняшний день известны значения для чистого ниобия: $\lambda_L \sim \xi_0 \sim 40$ нм. В то же время важно отметить, что значение параметра Гинзбурга-Ландау для ниобия прошедшего обработку СРЧ методами неизвестно. Более того, как будет показано позднее, чистота ниобия не равномерна по поверхности резонатора и именно локальные свойства материала определяют, какие рабочие характеристики будут достигнуты.

1.4. Поверхностное магнитное поле и максимальное ускоряющее напряжение

Теоретического предела электрического поля в ячейке резонатора не существует (поле пробоя значительно выше достигаемых значений ускоряющего поля), поэтому максимальный темп ускорения ограничен только поверхностным магнитным полем. Значение такого максимального магнитного поля будет определяться значением первого и второго критических полей сверхпроводника II-рода, к коим относится и ниобий.

Теория сверхпроводников Пого рода основывается на идее А. А. Абрикосова (1957) о наличии в них квантованных вихрей, образующих двумерную решётку. Такие вихри существуют в интервале $H_{C1} < H < H_{C2}$ (смешанное состояние) и определяют термодинамические и транспортные свойства сверхпроводников Пого рода. В присутствии электрического тока на вихрь (его размер примерно равен $\lambda + \xi$) действует сила Лоренца, и он приходит в движение: происходит диссипация энергии за счет движения в электромагнитном поле. Второй источник диссипации связан с тем, что ядро вихря является нормальнопроводящим.

В сверхпроводнике II рода магнитный поток начинает проникать постепенно, по мере увеличения амплитуды внешнего поля от H_{c1} до H_{c2} , когда количество вихрей Абрикосова в объеме монотонно возрастает (для однородного образца). Этот процесс зависит от чистоты материала, что выражается в зависимости значения критических полей от λ_L , ξ_0 , k :

$$H_{c1} = \frac{H_c}{\sqrt{2}} \frac{\ln k_{GL}}{k_{GL}} \quad k_{GL} \gg 1 \quad (1.4.1)$$

$$H_{c2} = \sqrt{2} k_{GL} H_c \quad (1.4.2)$$

$$H_c = \frac{\phi_0}{2\sqrt{2}\pi\mu_0\xi\lambda} \quad (1.4.3)$$

(значение H_c для "чистого" случая составляет ~ 200 мТл).

Существует и, так называемое, третье критическое поле H_{c3} . Оказывается, что после достижения второго критического поля, на поверхности сверхпроводника сохраняется тонкий сверхпроводящий слой толщиной ξ , который пропадает только при достижении внешним полем амплитуды H_{c3} (см. главу с результатами по измерению магнитной восприимчивости).

$$H_{c3} = 1.695 H_{c2} \quad (1.4.4)$$

Отдельно стоит выделить значение критических полей в случае переменного внешнего поля. При переходе к РЧ полям для образования нормальнопроводящей фазы в сверхпроводящем образце начинает играть роль временной фактор. Результаты расчетов, подтвержденные немногочисленными экспериментами, показывают, что в РЧ случае значения критических полей будут отличаться. Вместо H_c вводится H_{SH} (superheating) - поле перегрева, значение которого на 20% выше значения поля H_c для чистого образца: $H_{SH} = 1.2 H_c \quad k_{GL} \sim 1 \quad (1.4.5)$

1.5. Изготовление и об

1.5.1. изгото

Как было описано в предыдущих г ускоряющего поля и добротности требуется минимальным количеством примесей и дефектов добывается в виде руды, что требует наличия высок изготовления и обработки резонаторов. Этот процесс

Схема процесса изготовления резонатора может следующим образом: руда → листовая ниобий → полу После извлечения руды ее отправляют на переплавление э Застывший материал формируют в прямоугольный сляб, ког прокатывают в листы необходимой для резонаторов толщи Производящие листовую ниобий, отправляют его заказчикам рез (и происходит в Фермилабе) для контроля качества.

Существует ряд основных параметров для оценки качества: шероховатость поверхности, размер зерен, степень рекристал лизации, остаточного сопротивления, количество царапин и коли сит включений (определяется методом сканирования токов Фуко - ing). Если качество листа оказывается удовлетворительным (во дефектов в листе приемлемо), то он принимается д а - изготовления полуячеек.

Существует три способа решения этой задачи - прокатка (spinning) и гидроформинг (hydroforming). Штамповка является в большинстве случаев, несмотря с этим технологическим этапом. К деформацию исходного

сварки швов, которые могут являться причиной квэнча, а также проблемы со штамповкой крупнозернистого ниобия. После изготовления полуячейки направляются на окончательную стадию изготовления резонаторов - сварку. Сначала геометрия полуячеек проверяется с помощью специального оборудования (СММ, coordinate measuring machine). При этом полуячейки уже хранятся в чистой комнате. Далее следует сварка в высоком вакууме. После сварки происходит визуальная и оптическая инспекция качества шва.

1.5.2. Обработка

Резонаторы, тестируемые сразу после изготовления, имеют обычно очень низкие значения добротности и ускоряющего напряжения (см. Рис.1), поэтому применяются дополнительные шаги по обработке поверхности. Такие процедуры обычно проводятся уже в национальных лабораториях или университетах, т.е. в тех местах, где резонаторы и будут тестироваться. Исследования последних 25 лет помогли создать стандартный процесс, который способствует достижению темпов ускорения порядка 35 МВ/м с приемлемыми значениями добротности (в экспериментах наблюдались темпы ускорения вплоть до 56МВ/м). Этот процесс называется ПС- процесс (так как в последние 10 лет он разрабатывался для международного линейного коллайдера, International Linear Collider) и включает в себя следующие шаги: полировка методами электрополировки или травления (~200микрон), отжиг 800⁰С/2ч или 600⁰С/10ч, прокалка 120⁰С/48ч. Ниже будут даны подробности каждого из шагов обработки.

Электрополировка (electropolishing, EP) и химическое травление (buffered chemical polishing, BCP) - это химические процессы полировки, призванные избавить резонатор от дефектов поверхности. В экспериментах было замечено, что добротность возрастет, если убрать ~ 200 микрон с внутренней стенки резонатора[3,4]. Такая первоначальная полировка помогает

достигать темпов ускорения порядка 25МВ/м, если отсутствует Q-disease. Что именно убирается полировкой до сих пор достоверно не известно. Предполагается, что поверхность резонатора насыщена дислокациями, оставшимися от прокатки листов и изготовления полуячеек, а также металлическими включениями - что в совокупности получило название "поврежденный слой" (damage layer). Однако прямых экспериментальных фактов, подтверждающих это предположение, нет.

Электрополировка была впервые применена компанией Сименс в 70-ых годах прошлого столетия и стала популярна в области микроэлектроники и смежных областях. В 80-ых годах на смену электрополировке пришел более простой способ химического травления. На сегодняшний день в области СРЧ резонаторов оба процесса одинаково популярны, а выбор в пользу одного или второго делается в зависимости от требуемых рабочих характеристик резонатора: метод EP дает возможность исключить диссипацию по механизму HFQS для мелкозернистых резонаторов и соответственно достичь темпов ускорения выше 25-35 МВ/м (см. гл. 1.7).

Суть процесса электрополировки следующая: резонатор является анодом, в качестве катода используется стержень из сверхчистого алюминия. Электроды погружены в раствор электролита. Электролит представляет собой смесь водных растворов фторводородной кислоты (40%) и серной кислоты (98%) в объемном отношении 1:9. В процессе полировки происходит последовательное удаление и восстановление оксидного слоя. При этом резонатор охлаждается и держится при температуре меньше 30⁰С, чтобы предотвратить усиленное наводораживание. Скорость полировки обычно составляет ~0.5микрон/минуту.

Химическое травление — это, также как и электрополировка, двухступенчатый процесс. В ходе полировки происходит удаление оксидного

полировки и сделана
добавляется фосфорная
поддерживаться меньше
наводораживание. Обычная
микрон/минуту. Основное различие
итоговой шероховатости поверхности, с
получать более гладкую поверхность, с
Отжиг при 800°C в течение двух часов
Q-disease (см. Главу 1.8). Когда эксперимент
связь водорода с РЧ потерями, был предложен отжиг
для дегазации водорода. В зависимости от частоты
отжиг, может быть применен
проковка. Альтернативный отжиг может быть применен
ов. Такой подход используется, когда необходимо
 120°C применяется для предотвращения
огического шага будут приведены в главе 1.7.
что между любыми шагами обработки
промывка водой при высоком давлении. В
сверхчистая вода, которая в течение
бар направлена на резонатор

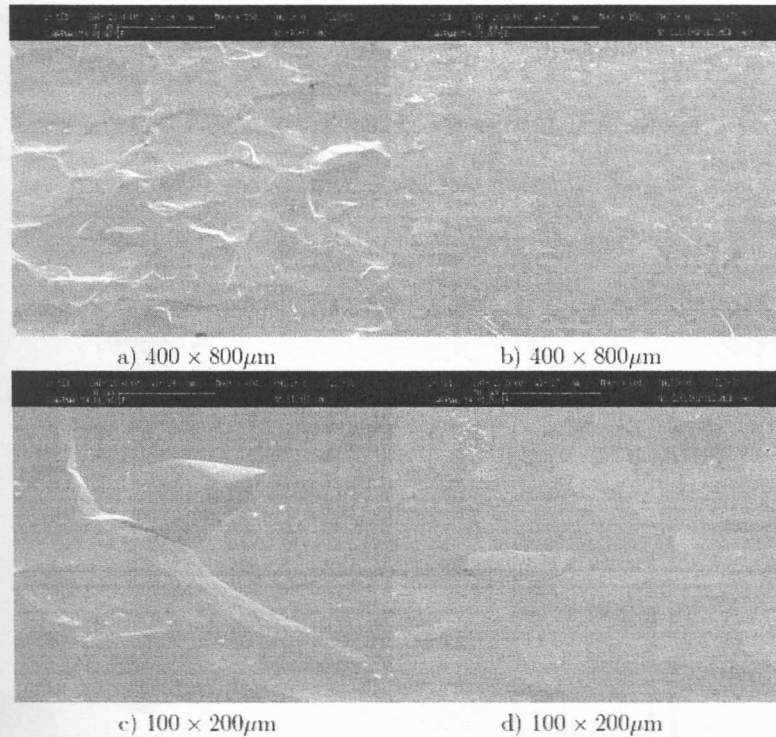


Рисунок 3: Поверхность ниобия после полировки методами ВСП (а,с) и ЕР (b,d) - изображения получены с помощью растрового электронного микроскопа

1.6. Тестирование добротности резонаторов и термометрия

1.6.1. Зависимость добротности от темпа ускорения “Q vs Eacc”

До монтирования резонаторов в криомодули они должны пройти так называемый “вертикальный тест” (существуют и горизонтальные геометрии тестовых стэндов) и продемонстрировать соответствие требованиям, заявленным в конкретном проекте. Для измерения “ Q_0 vs E_{acc} ” резонатор опускается в неглубокую яму (находится в бетонном ограждении, что минимизирует воздействие возможной радиации), которая последовательно заполняется азотом и гелием (рис. 4, слева). В резонатор подается радиочастотное излучение с заданной мощностью, и измеряются прошедшая и отраженная мощности (рис. 4, справа). Таким образом, зная геометрию

резонатора, удастся установить значение добротности при данном значении поданной мощности (темпа ускорения).

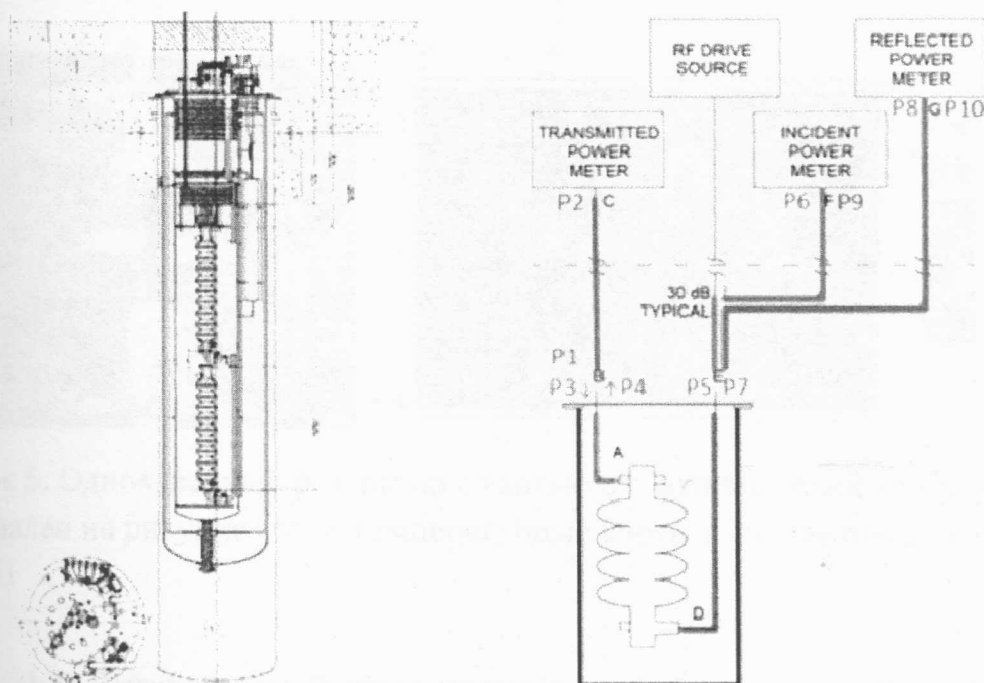


Рисунок 4: Два 9-ти ячеечных резонатора Тесла (слева) опущенных в тестовую яму (разрез) и схематичное представление электрической схемы вертикального теста (справа)

1.6.2. Температурные карты “Т-map”

Важным дополнительным измерением является регистрация температуры внешней стенки резонатора. Для этих целей к внешней стенке прикрепляется массив из 576 термометров (рис.5, слева). Каждый термометр представляет собой углеродный резистор Аллена-Брэдли, откалиброванный специально для температуры жидкого гелия

Благодаря современной электронике оцифровка данных происходит практически моментально и позволяет получать очень качественные данные о локальном нагреве резонатора с разрешением порядка 1см^2 . Такие измерения являются важнейшим дополнением к измерению кривой Q vs E_{ACC} , т.к. дают

информацию о распределении потерь по поверхности резонатора. Характерный пример температурной карты для процесса HFQS приведен на рис.5.

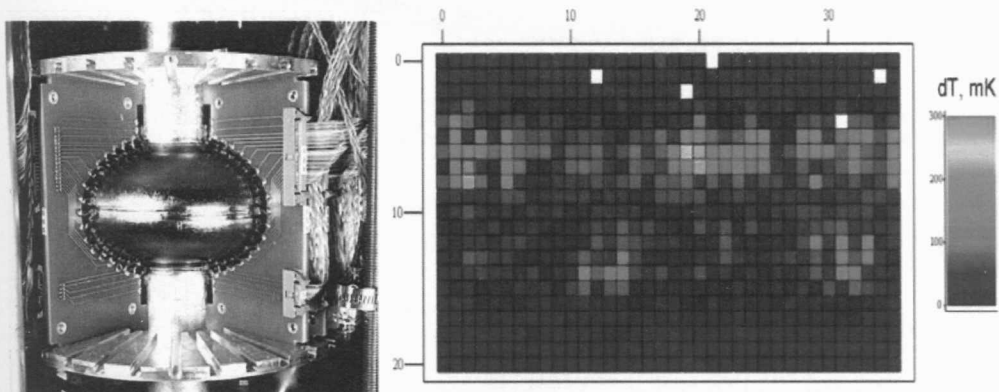


Рисунок 5: Одноячеечный резонатор с частью смонтированных термометров представлен на рисунке слева. Температурные карты в случае процесса HFQS (справа)

1.7. Литературный обзор процесса потерь по механизму HFQS

Потери добротности по механизму HFQS проявляются как резкое падение добротности (рис.6) начиная с 80-120 мТл (поле отстройки). Температурные карты показывают, что нагрев неоднороден по поверхности резонатора, но сосредоточен в области с высоким значением амплитуды магнитного поля (рис.5). Помимо пространственного распределения интенсивности нагрева еще один экспериментальный факт указывает на магнитную природу HFQS. Измерения зависимости “ Q vs B_{pk} ” в резонаторе с рабочей модой TE010 (обычно используют другую моду, а именно TM010) показали, что в этом случае так же наблюдаются потери (рис.6)[5]. Поскольку TE мода не имеет электрического поля на поверхности сверхпроводника в резонаторе, то отсюда также следует, что потери в стенках могут быть связаны только с магнитной компонентой.

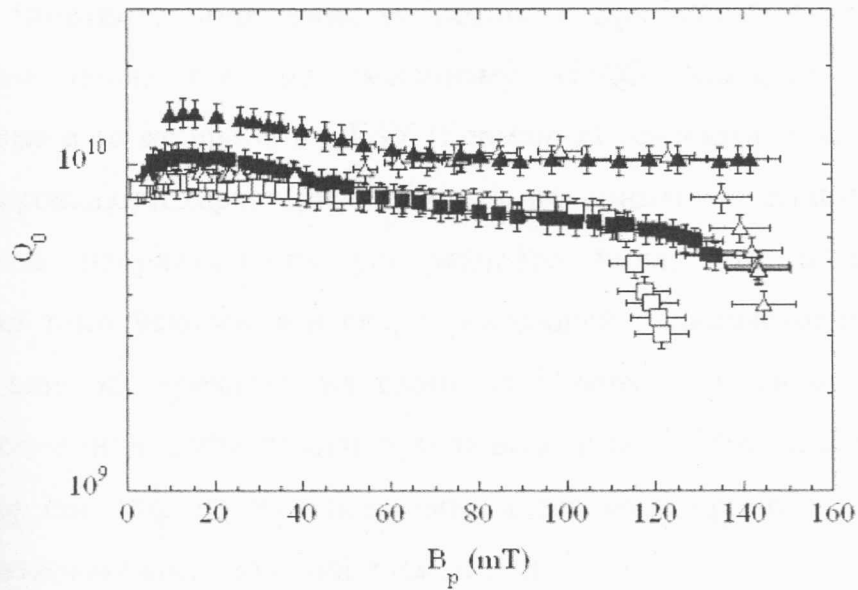


Рисунок 6: Зависимость добротности от пикового значения амплитуды магнитного поля “ Q vs V_{pk} ” в резонаторе с TE010 модой [5]

Второй особенностью резкого падения добротности является его зависимость от геометрии поверхности сверхпроводника на микромасштабном уровне (рис.3). Так резонаторы с микрошероховатостью менее 0.5 микрон (поверхность подвергалась электрополировке) имеют немного большее поле отстройки, чем резонаторы с микрошероховатостью >2 микрон (обработанные методом химического травления) [6]

1.7.1. Прокалка при температуре 120°C в течение 48 часов

Несмотря на отсутствие понимания сущности энергетических потерь по механизму HFQS, для подавления этих потерь успешно применяется процесс прокалки в сверхвысоком вакууме при температуре 120°C с продолжительностью 48 часов (рис.7) [7]. Положительное влияние такой обработки на добротность резонатора при высокой напряженности ускоряющего поля было открыто случайно в КЕК (Япония), когда проводилась сушка сверхпроводящих резонаторов после их промывки водой при высоком давлении. Результаты экспериментов в этой лаборатории демонстрировали

отсутствие заметного понижения добротности при высокой напряженности ускоряющего поля, т. е. по механизму HFQS. Следует сказать, что производимые в то же время в DESY (Германия) резонаторы не подвергались процедуре прокали и характеризовались пониженным значением добротности при высокой напряженности ускоряющего поля, что и ограничивало достижимый темп ускорения в сверхпроводящей радиочастотной структуре. Механизм влияния прокали на свойства поверхности сверхпроводника и механизм снижения добротности при повышении ускоряющего поля HFQS остались до сих пор не выясненными, и по этой причине они являются объектом активных исследований в наши дни.

Также важно заметить, что изменение температуры гелиевого резервуара не меняет степени проявленности потерь по механизму HFQS, а только меняет базовый уровень добротности (Рис. 7). Это является одним из экспериментальных свидетельств того, что HFQS связан именно с температурно-независимым остаточным сопротивлением.

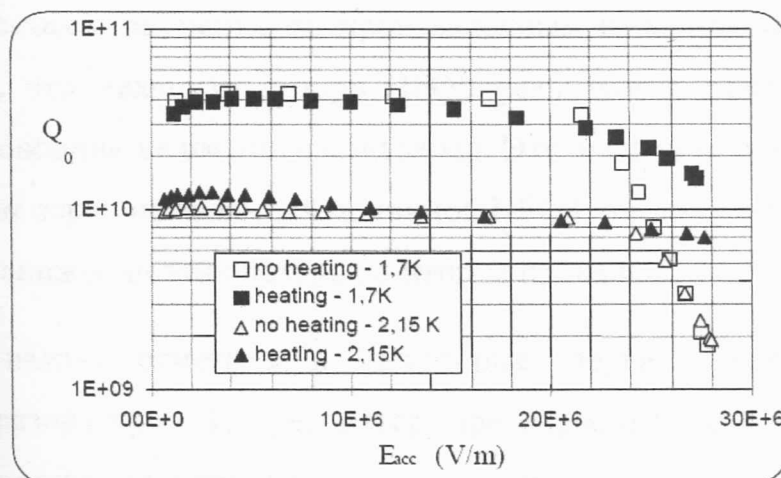


Рисунок 7: Зависимости “ Q vs E_{acc} ” до и после прокали при разных температурах гелиевого резервуара [7]

1.7.2. Данные по тестовым испытаниям резонаторов

Один из ключевых фактов, установленных в ходе тестовых испытаний прокаленных резонаторов, связан с геометрией поверхности сверхпроводника на микромасштабе. У резонаторов, прошедших электрополировку с последующим прокаливанием при температуре 120°C в течение 48 часов, практически отсутствует HFQS независимо от размера зерен, в то время как в случае использования метода химического травления убрать энергетические потери удается только для резонаторов, поверхность которых имеет крупнозернистую структуру [8].

Основываясь на влиянии размера зерен на эффективность прокалики для высокочастотных сверхпроводящих резонаторов, были проведены дополнительные исследования для уточнения роли этих дефектов в HFQS. В эксперименте [9] было показано, что потери энергии волны в режиме HFQS происходит таким образом, что пространственное положение нагретой области не коррелирует с положением границ зерен на поверхности сверхпроводника (рис.8). А в тестах с резонатором, произведенным из монокристалла ниобия, показано [10], что механизм потерь HFQS реализуется даже в том случае, когда сверхпроводник не имеет границ зерен. Эти эксперименты указывают на то, что границы зерен не являются причиной HFQS, но должны неким образом участвовать в снижении этих потерь по итогам прокалики.

Также важно отметить и некоторые другие результаты тестов отожженных резонаторов. Так резонатор, при обработке которого достигнуто практически полное отсутствие потерь по HFQS, оказался устойчив к целому ряду воздействий и обработок. В частности, потери не появляются у этой структуры даже в том случае, когда резонатор выносят на атмосферный воздух и проводят промывку водой рабочей поверхности при высоком давлении [11].

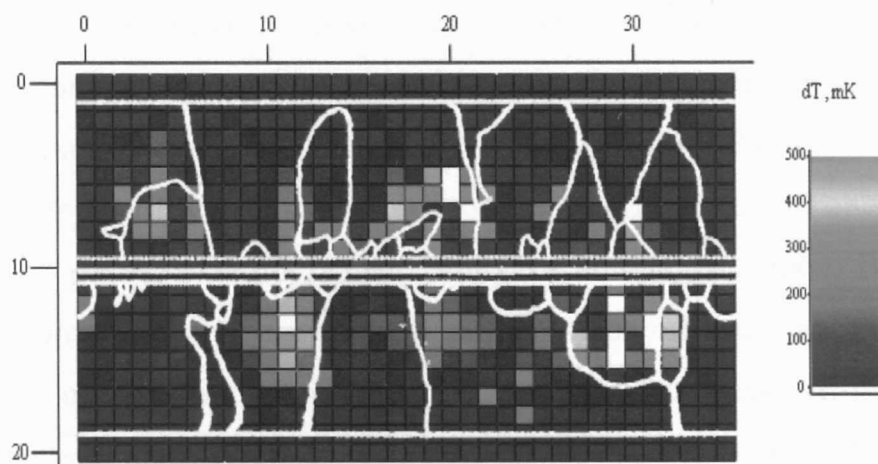


Рисунок 8: Температурная карта поликристаллического резонатора с обозначением границ зерен. Показано отсутствие корреляции потерь с границами зерен [9]

Также в настоящее время известно, что для процедуры прокалики рабочей температурой является не только значение 120°C , но и целый интервал температур от 100 до 145°C . Причем время, необходимое для прокалики, уменьшается с увеличением температуры. В качестве примера можно указать на следующие значения: $110^{\circ}\text{C}/60\text{ч}$, $120^{\circ}\text{C}/48\text{ч}$, $145^{\circ}\text{C}/3\text{ч}$.

1.7.3. Структура ниобия на лондоновской глубине проникновения до прокалики

Изучение структуры поверхности резонатора - крайне дорогостоящий процесс, требующий от исследователя высокой тщательности. В силу того, что внутренняя поверхность резонатора в условиях, когда в нем присутствует электромагнитная волна с высокой амплитудой колебаний, оказывается недоступной для использования традиционных методов исследования поверхности твердого тела, то в рабочем состоянии резонатора эту поверхность можно анализировать только простыми оптическими методиками [12]. В этих условиях состояние поверхности ниобия может быть изучено либо

ания ос- уры и свойств, л- из листового ниобия и пр- резонаторам. Первый путь - 9-ти ячеечного резонатора - оставляет сомнения в применим- образцах, для оценки количества сверхпроводящего резонатора. Тем на- проводятся именно на контрольных понимают природу потерь в стенках и эффективной глубины от- маленькой глубины от- пробегает много больше длины когерентно- потери (как и эффект прокали) долж- твердотельных образцов, способных да- в таком тонком слое, сильно ограниче- ряд экспериментов, целью котор- проведен ряд экспериментов, целью котор- поверхности ниобия было изучено метод- на поверхности ниобия. К примеру, метод- электронная спектроскопия) после нагрева температуры 1950°C в сверхвысоком вакууме и воздушную атмосферу [13,14]. Пост- его структуре были зарегистри- NbO, NbO₂ и Nb₂O₅, чт- 7. РФЭС с углом выт слс-

углерода с межмолекулярными связями C=O и C-O-H с одним-двумя монослоями соединения Nb-OH. Эти результаты были также подтверждены методом РФЭС с варьируемой энергией [16]. Спектры были получены при использовании мягких рентгеновских квантов с энергиями 352 эВ, 520 эВ и 1000 эВ, что обеспечивало получение информации с глубины поверхностного слоя около 7 нм. Спектры показали наличие доминирующего пика Nb₂O₅, а также наличие пиков от субоксидов ниобия и, собственно, металлического ниобия.

В работе [17] были получены распределения концентрации элементов O, Nb, H, C по глубине материала (рис.9). Внимательное рассмотрение этого результата измерений помогает выявить несколько интересных закономерностей в структуре поверхностного слоя. В первых нескольких нанометрах регистрируется пониженная концентрация ниобия и виден пик в концентрации кислорода, что объясняется наличием сформировавшегося оксидного слоя. Так же видны пики, соответствующие значительным концентрациям C и H, что свидетельствует о присутствии гидрокарбонатов на поверхности образца. Кроме того, для водорода наблюдается еще один пик (для области материала, распложенной непосредственно под оксидным слоем). Наличие высокой концентрации водорода в этом месте получило позднее подтверждение в работах [18,19] при проведении исследований методом спектроскопии ядер отдачи.

Таким образом, структуру поверхности ниобия до прокаливания можно характеризовать следующими слоями: 5 нм составляет пентоксид, затем 2 нм – субоксиды. Более глубокие слои характеризуются наличием высокой концентрации водорода сразу под оксидным слоем и отсутствием аналогичного пика в концентрации кислорода.

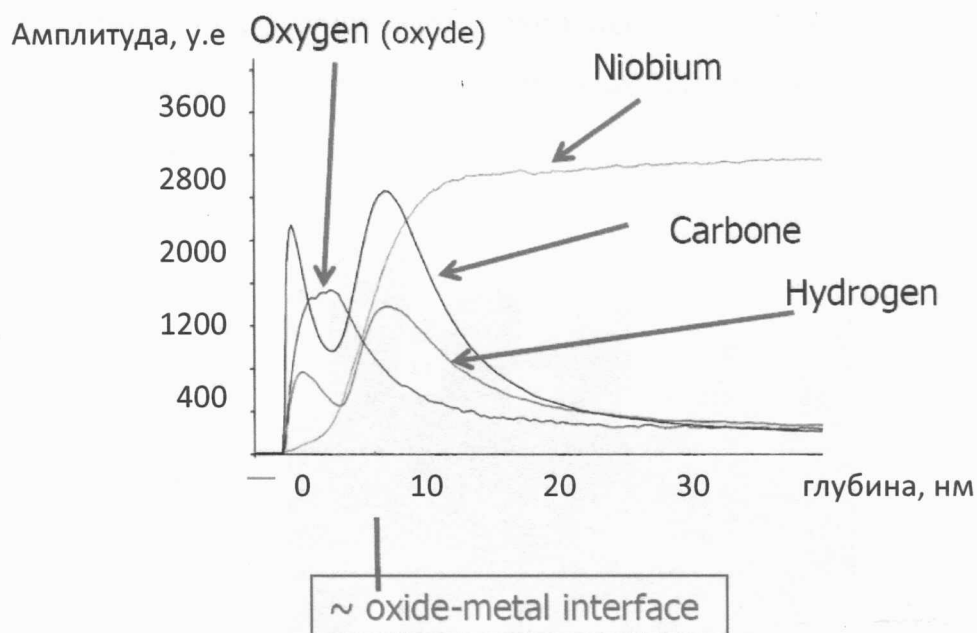


Рисунок 9: Распределение O, H, Nb и C по глубине [17]

1.7.4. Структура ниобия на лондоновской глубине проникновения после проковки

Чтобы ответить на вопрос, что же происходит со структурой во время проковки, которая оказалась очень устойчива по отношению к вынесению образцов на воздух с промывкой в воде, был проведен ряд экспериментов с использованием различных температур вплоть до 400°C . При нагреве образцов до 100°C наблюдались лишь минимальные изменения в структуре материала. При более высоких температурах фаза Nb_2O_5 постепенно диссоциировала на NbO_2 и NbO . Рисунок 10 иллюстрирует структуру поверхности после проковки при температуре 150°C в течение 122 часов [20].

Чтобы воссоздать изменения поверхности именно в ходе проковки $120^{\circ}\text{C}/48\text{ч}$, были получены РФЭС спектры для образца перед и после проковки [21]. После $120^{\circ}\text{C}/48\text{ч}$ интенсивность дублета, относящегося к $\text{Nb}5+$, уменьшается, а интенсивность сателлитных пиков, относящихся к субоксидам, увеличивается (рис. 11 слева). Такой результат означает, что пентоксид

частично переходит в субоксиды, а оксидный слой становится меньше. Однако после вынесения на воздух изменения в оксидном слое полностью исчезают (рис. 11 справа).

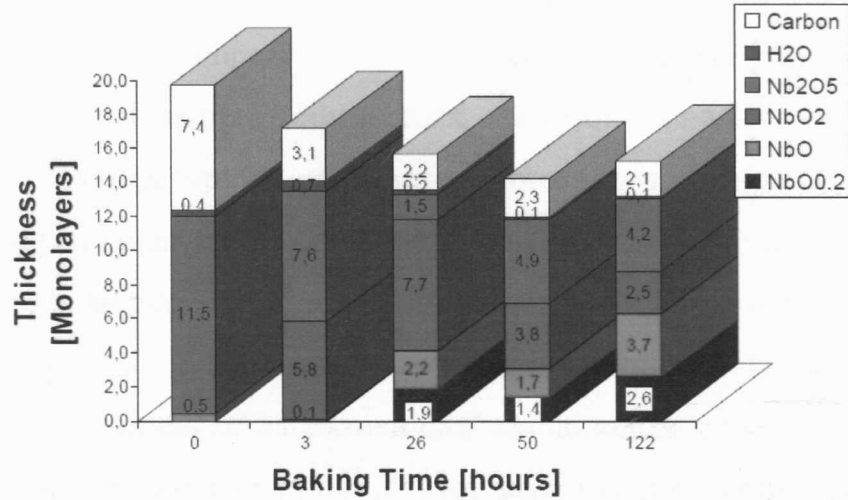


Рисунок 10: Структура поверхности ниобиевого образца в ходе прокалики при 145°C в течение 122 часов [20]

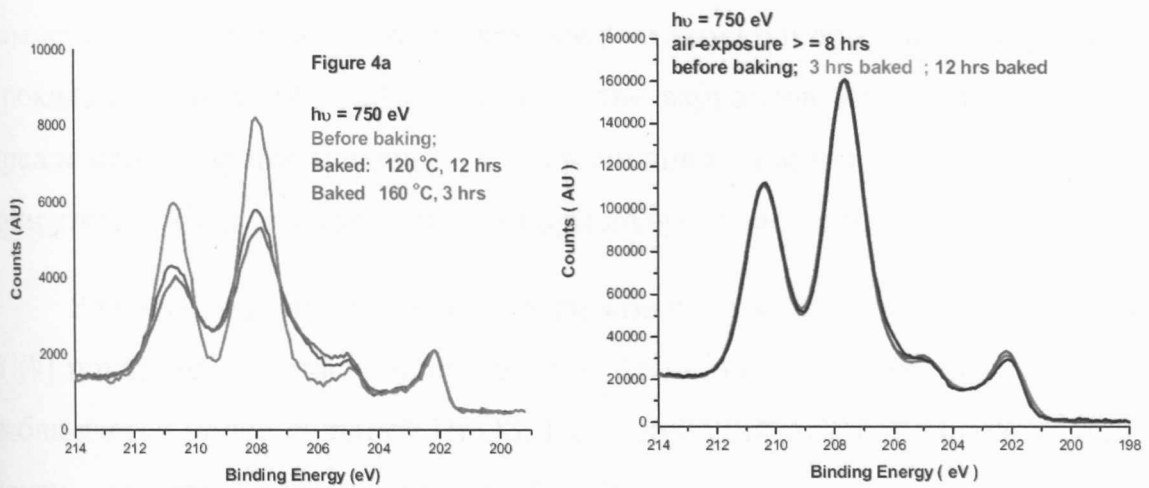


Рисунок 11: Спектры РФЭС показывают распад пентоксида на субоксиды в ходе прокалики (слева); однако вынесение на воздух возвращает структуру к первоначальной [21]

1.7.5. Возможные факторы, влияющие на потери и сопутствующие механизмы потерь

В течение долгого времени именно кислород считался химическим элементом, ответственным за потери по механизму HFQS [22]. Во-первых, известно влияние кислорода на критические параметры ниобия: даже небольшая концентрация примесных атомов значительно понижает критическую температуру и, соответственно, критическое поле [23]. Во-вторых, диффузионная длина кислорода при прокалке в условиях $120^{\circ}\text{C}/48\text{ч}$ составляет примерно 20 нм, соответствуя лондоновской глубине проникновения в ниобии. Эти два факта послужили основанием к созданию так называемой "модели с загрязненным кислородом слоем". Утверждается, что на границе метал-оксид присутствует высокая концентрация примесного кислорода. В ходе прокалки эти атомы диффундируют в объем, при этом диссоциация оксидного слоя предоставляет дополнительные атомы кислорода. Поскольку коэффициент диффузии увеличивается с увеличением температуры, то модель предсказывает оптимальную температуру и время прокалки $\sim 140^{\circ}\text{C}/48\text{ч}$ [24,25]. В качестве вариантов механизма потерь было предложено проникновение и диссипация вихрей Абрикосова, либо присутствие большого количества нормально-проводящих областей.

Ряд экспериментов с резонаторами подтверждает предложенную модель. В [9] показано, что после прокалки при 150°C поле отстройки уменьшается и наблюдается более сильный HFQS. Последующий отжиг в условиях $880^{\circ}\text{C}/2\text{ч}$ почти восстанавливает исходный HFQS [26]. Это можно объяснить насыщением приповерхностного слоя кислородом (150°C) и диффузией излишнего кислорода в объем (880°C). Также известно, что прокалка $100^{\circ}\text{C}/3\text{ч}$ дает худшие результаты, чем $100^{\circ}\text{C}/60\text{ч}$ [27], что может быть объяснено недостаточной диффузией кислорода. Более того, как уже было упомянуто выше, прокалка с повышенной температурой (выше 120°C) приводит к более

короткому времени необходимому для подавления HFQS, что также может быть объяснено диффузионными процессами.

В то же время предложенная модель не в состоянии объяснить довольно широкий круг результатов. Так стандартная прокалка при 120°C не уменьшает потери, увеличенные прокалкой при 150°C [9]. Также не удалось уменьшить потери прокалкой при $400^{\circ}\text{C}/2\text{ч}$ "in-situ", когда кислород должен был продиффундировать в объем [9]. В другом эксперименте резонатор без эффекта HFQS был прокален в атмосфере кислорода (давление 1атм), что должно было привести к более высокой концентрации кислорода у поверхности. Однако эффект HFQS после такой обработки не появился [9]. Некоторые эксперименты с анализом образцов ниобия также выявили противоречия с предложенной моделью. РФЭС холодных и горячих точек [28,29] не показал значительного различия в присутствии кислорода в них. Поверхностный анализ монокристаллического ниобия методом рассеяния рентгеновских лучей продемонстрировал очень ограниченную диффузию кислорода после прокалки при $145^{\circ}\text{C}/5\text{ч}$ [30]. А пик в концентрации кислорода так и не был обнаружен, как было описано в главе 1.7.3.

Водород является подвижным элементом, у которого высокий коэффициент диффузии сохраняется даже при низких температурах [17]. В экспериментах по измерению электросопротивления показано, что в процессе химических полировок водород попадает в объем сверхпроводника (более подробно наводораживание будет рассмотрено в главе 1.8) [31,32,33]. Было также зарегистрировано возрастание концентрации водорода у поверхности на границе метал-оксид. Методы спектрометрии тлеющего разряда (glow discharge luminescence) [34], детектирования атомов отдачи (elastic recoil detection) [18,19] и масс спектроскопии вторичных ионов (SIMS) [17] были достаточно чувствительны, чтобы зарегистрировать пик в

концентрации водорода. В [18] наводороживание образцов ведет к максимальной поверхностной концентрации $\sim 19\text{ат.}\%$ (сравните с $9\text{ат.}\%$ в [17]).

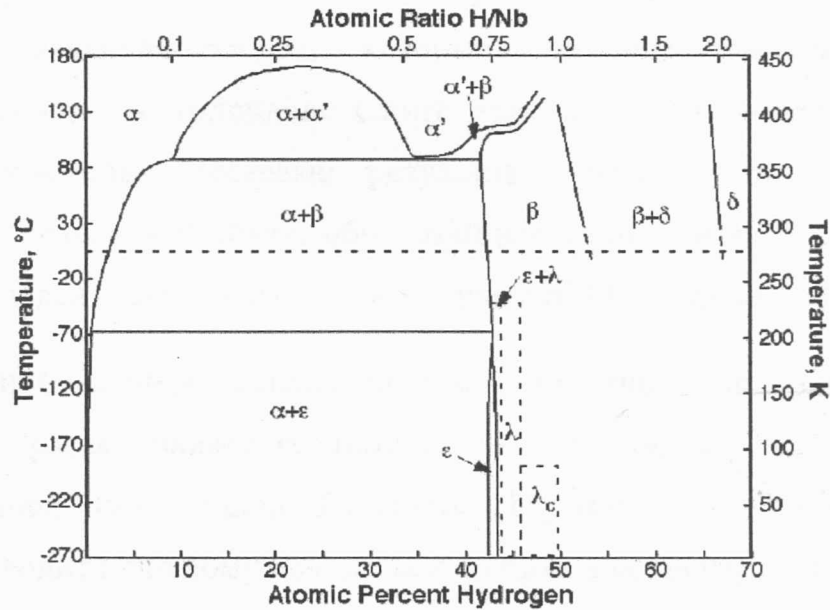


Рисунок 12: Фазовая диаграмма системы ниобий- водород [35]

Пристальное внимание к водороду обусловлено тем, что при понижении температуры этот элемент образует нормально-проводящие гидриды (Рис. 12) [35]: фазы α , α' , β , ϵ наиболее релевантны к СРЧ ниобию. Такие объекты могут приводить к РЧ потерям. В частности общепризнанно, что Q-disease вызывается именно образованием таких гидридов (вероятнее всего ϵ -фазы). Основываясь на взаимодействии нормально-проводящих включений с матрицей, была предложена и модель для HFQS, когда гидриды разных размеров, последовательно “включаясь” приводят к потерям [36]. В статье утверждается, что гидриды ниобия, находясь в ниобиевой матрице, по эффекту близости будут иметь ненулевой параметр порядка вплоть до некоторого критического значения амплитуды магнитного поля, при котором эффект Мейснера исчезает. Так как в эффекте близости важна длина когерентности

нормально-проводящего включения, то авторы предполагают, что по мере увеличения амплитуды поверхностного магнитного поля все меньшие по размерам гидриды будут давать вклад в потери, постепенно увеличивая диссипацию. В качестве механизма прокалки предложена диссоциация комплексов вакансия-водород, которые, по предположению, являются местами зарождения гидридов. Стоит заметить, что модель неспособна объяснить ключевые тестовые результаты резонаторов: различие в присутствии потерь в ячейках, обработанных методами VSP и EP, а также роль границ зерен в диссипации по механизму HFQS и эффекте прокалки.

Основной экспериментальный факт, ставящий под сомнение роль водорода в рассматриваемых потерях – это, также, эксперименты по детектированию ядер отдачи. В работе [18] показано, что прокалка при 110°C приводит к полному исчезновению пика в концентрации водорода.

1.8. Литературный обзор процесса Q-disease

Потери по механизму Q-disease проявляются как резкое падение добротности при невысоком темпе ускорения - меньше 10 МВ/м с эффектом насыщения при дальнейшем увеличении ускоряющего поля (см. Рис.13,14). Степень проявленности диссипации зависит от времени химической полировки (предполагается, что это определяет количество абсорбированного водорода) и времени охлаждения резонатора до гелиевой температуры (предполагается, что нужно время для образования нормально-проводящих гидридов ниобия) [37,38,39]. Как следствие применяется отжиг при 800°C в течение 2 часов. Считается, что при такой обработке происходит дегазация водорода и Q-disease исчезает [37,38]. Однако эксперименты на образцах показывают, что отжиг не так эффективен для дегазации водорода, как ожидалось. Это оставляет открытым вопрос об истинных механизмах подавления Q-disease.

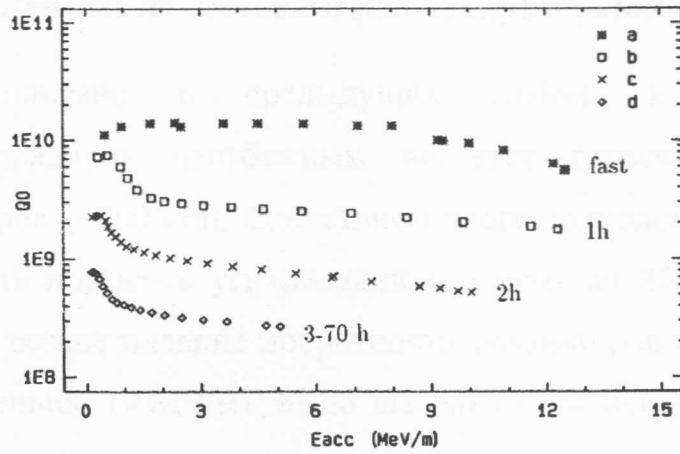


Рисунок 13: Зависимость добротности от темпа ускорения для разных времен охлаждения (разные степени проявленности Q-disease) [37]

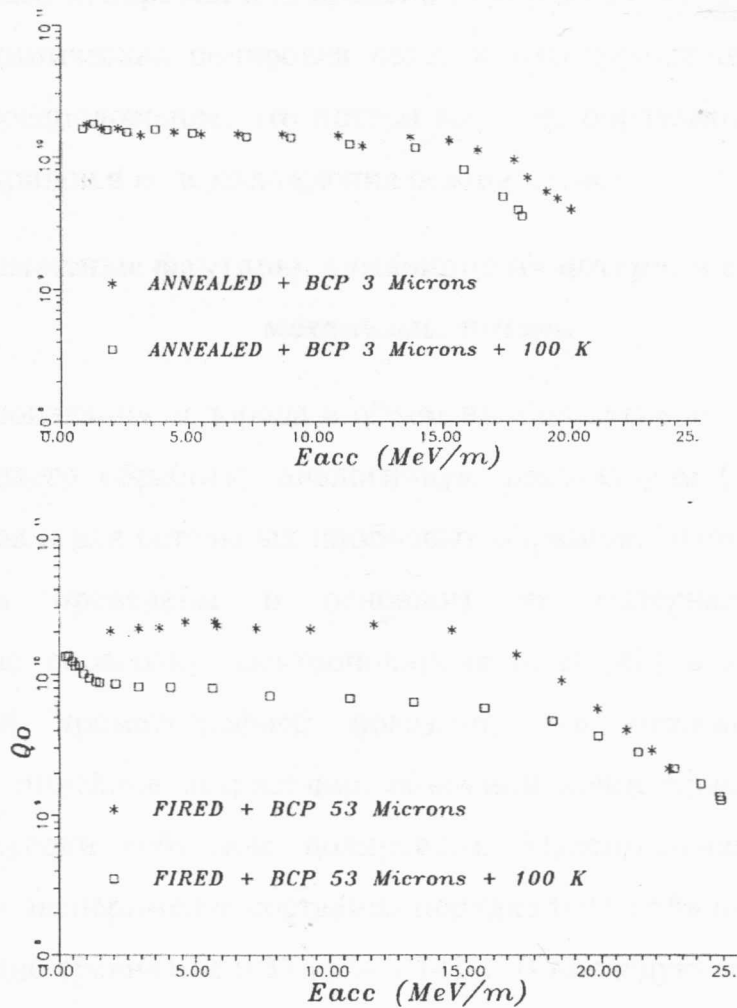


Рисунок 14. Зависимость добротности от темпа ускорения для двух разных объемов травления: 3 μm (вверху), 53 μm (внизу) [37]

1.8.1. Данные по тестовым испытаниям резонаторов

Как было описано в предыдущих главах, в современной технологической парадигме неизбежным является процесс химической полировки резонаторов ($\sim 200 \mu\text{m}$). Следствием этого технологического шага является возможность повысить ускоряющий градиент до 25 МВ/м. Однако иногда наблюдается резкое падение добротности резонаторов при невысоком темпе ускорения (меньше 10 МВ/м). Было выявлено два основных паттерна, наблюдаемых в тестах. Во-первых, проявленность потерь зависит от времени охлаждения резонатора (Рис. 13). Во-вторых, проявленность потерь зависит от объема прошедшей полировки или времени полировки (Рис. 14). Так как было известно, что химическая полировка ведет к наводораживанию ниобия, то было сделано предположение, что потери вызваны образованием нормально-проводящих гидридов в ходе охлаждения резонаторов.

1.8.2. Возможные факторы, влияющие на потери, и сопутствующие механизмы потерь

Процесс попадания водорода в объем ниобия активно изучался как для ниобия прошедшего обработку аналогичную резонаторам (так называемый СРЧ ниобий), так и для остальных ниобиевых образцов. Эксперименты с СРЧ ниобием были проведены в основном на материале, прошедшем технологическую обработку электрополировкой. В [40] в эксперименте по методу газовой хроматографией показано, что отожженные образцы демонстрируют линейное возрастание объемной концентрации водорода со временем полировки (объемом полировки). Максимальная концентрация водорода в этом эксперименте составила порядка 0.01 ат.% после 100 микрон полировки (можно сравнить с 0.57 ат.% в [41]). В последующем эксперименте этого же автора [42] сделано предположение, что наблюдаемая объемная

концентрация меньше поверхностной, что впоследствии было подтверждено рядом других экспериментов [18,19].

Эксперименты с ниобием, не прошедшем СРЧ обработку, были проведены с помощью абсорбции водорода либо из газовой фазы, либо из раствора электролита (который обычно отличается от состава раствора для электрополировки). Самый популярный метод для изучения наводороживания - это измерение электросопротивления [43, 44, 45, 33]. Измерения при низкой температуре, когда рассеяние на фононах ослабевает, позволяют определить концентрацию водорода, которая линейно связана с изменениями в электросопротивлении. Измерения температурной зависимости электросопротивления также позволяют делать выводы о формировании низкотемпературных фаз гидридов. В таких измерениях регистрируют скачки на температурных зависимостях, которые являются следствием фазовых переходов и образования различных фаз гидридов [46,44]. Среди других методов по изучению наводороживания ниобия можно выделить эксперименты по ультразвуковому ослаблению [47], малоугловому рассеянию нейтронов [48], нейтронной радиографии и томографии [49].

В приведенных экспериментах было выявлено несколько интересных закономерностей в системе ниобий – водород. Так оказалось, что водород не только легко перемещается в ниобиевой матрице, но и имеет тенденцию быть захваченным на примесях и других дефектах. Соответствующие исследования показали, что кислород может захватить до 3 атомов водорода [47], азот – один [43], вакансия – до шести [50,51]. Эти результаты представляются особенно интересными в контексте известного результата по тестам резонаторов, когда было показано, что резонаторы с менее чистым составом (RRR~70, так называемый “reactor grade” ниобий), менее подвержены

проявлению Q-disease, чем резонаторы, прошедшие стандартные технологические шаги (RRR~300).

С высокой степенью уверенности можно утверждать, что образование гидридов ниобия – это диффузионно контролируемый процесс. В таком случае должны образовываться гидриды разных размеров в зависимости от локальной плотности свободного водорода. Это предположение было подтверждено в работе [52]. Недавние *insitu* микроскопические исследования материала вырезанного из стенок резонатора продемонстрировали образование очень больших ~0.1мм гидридов при температуре ниже 140 К. Было показано, что образование этих гидридов не зависит от плотности дислокаций при высокой концентрации водорода. Маленькие игольчатые гидриды могут формироваться очень быстро в межзеренном пространстве [53]. Их рост может быть замедлен из-за тенденции атомов водорода быть захваченными другими примесными атомами, как обсуждалось выше.

Еще один важный аспект наводораживания – это эффект образования так называемых сверхнасыщенных вакансий (*superabundant vacancies, SAV*) [54, 55, 56]. Авторы работ по изучению SAV предполагают, что наводораживание обычно сопровождается созданием большого количества вакансий и, как следствие, образованием кластеров вакансия-водород. Образование таких комплексов может быть критичным для понимания механизмов прокалки при 120⁰С.

В заключение главы коснемся некоторых аспектов отжига при 800⁰С. Как уже было описано выше, наводораживание приводит к увеличению поверхностной и объемной концентрации водорода. Причем, несмотря на то, что лондоновская глубина проникновения составляет лишь десятки нанометров, в случае потерь по механизму Q-disease важна и микроструктура в объеме. Подтверждением этого является факт зависимости проявленности

потерь от значения коэффициента остаточного сопротивления, который является "объемной" характеристикой. Логичным объяснением сделанного предположения является тот факт, что зарождение гидридов происходит в слоях более глубоких, чем 40нм, и только впоследствии гидриды достигают границ металл-оксид.

Предполагается, что отжиг приводит к дегазации водорода, вследствие чего гидриды не образуются. Однако оказалось, что отжиг лишь на 30% процентов уменьшает поверхностную концентрацию водорода [18,19]. Объемная же концентрация в свою очередь также не терпит значительных изменений из-за реабсорбции водорода. В [33], например, показано, что после отжига происходит реабсорбция 0.6ат.% водорода. Таким образом, вопрос об истинных причинах потерь Q-disease и механизме работы отжига остается открытым.

1.9. Обоснование выбора объектов исследований

Как видно из глав 1.7-1.8 присутствие потерь в стенках резонатора с высокой степенью вероятности вызвано высокой концентрацией точечных дефектов, таких как водород и кислород. Понятно, что значительное влияние на подвижность и скопление таких дефектов могут оказывать линейные дефекты – дислокации. Более того известно, что прокатка листового ниобия и последующее изготовление полуячеек приводит к значительному повышению плотности дислокаций. А значит, локальные физико-химические свойства ниобия будут в высокой степени зависимы от локальной плотности дислокаций. В то же время эффект присутствия дислокаций в СРЧ ниобии никогда не исследовался. Можно упомянуть лишь один эксперимент на образцах, вырезанных из стенок резонатора [57]. Было показано, что средняя плотность дислокаций в горячих точках больше, чем в холодных. После прокалики оказывалось, что плотность дислокаций уменьшается и ее

распределение становится более однородным. Было предложено объяснение этого явления как диссоциации комплексов вакансия-водород, что позволяло дислокациям становиться подвижными и аннигилировать в объеме или выходить на поверхность, взаимодействуя с вакансиями.

О влиянии дислокаций на наводороживание СРЧ ниобия также ничего неизвестно, т.к. все описанные ранее эксперименты были проведены на отожженном ниобии. В целом, подавляющее большинство СРЧ образцов изучалось в отожженном состоянии, а значит, их микроструктура значительно отличалась от микроструктуры резонаторов. Исключение составляют лишь образцы, вырезанные непосредственно из стенок резонатора. Но даже в этом случае не происходило изучения свойств материала в зависимости от плотности дислокаций (исключение составляет только эксперимент описанный выше). В случаях, когда степень деформированности материала все же была отслежена, образцы не проходили обработку аналогичную резонаторам. Однако даже в этих экспериментах был получен ряд интересных закономерностей. Так стало известно, что водород, встраиваясь в ниобиевую решетку, деформирует ее [45], что делает энергетически выгодным преципитацию на дислокациях и границах зерен. Такой захват водорода на дислокациях наблюдался в [48]. Результат этого эффекта - предпочтительное зарождение гидридов на дислокациях. Также отсутствовала ясность о роли размера гидридов на присутствие РЧ потерь и связи этих явлений с присутствием дислокаций. Плотность дислокаций, безусловно, изменяется и в ходе температурных обработок при 120°C и 800°C , однако роль таких изменений на проявленность потерь также неизвестна. На все эти вопросы и предстояло ответить в данной работе.

Шероховатость была включена в список объектов исследования из-за известного различия в поведении резонаторов после обработок химическим

травлением, электрополировкой и прокалкой (см. Главу 1.7). Однако, существовало только описание средней шероховатости поверхности ниобия, которая, естественно, не была привязана ни к какому механизму потерь. Единственным исключением являлась модель с усилением магнитного поля на границах зерен[58]. В то же время, как известно из тестов резонаторов, даже монокристаллические резонаторы проявляют HFQS, что ставило под сомнение справедливость этой модели. А температурные карты указывают на высокую локализованность потерь, что также указывает на необходимость введения нового локального типа описания шероховатости.

1.10. Постановка задачи исследований

Целью диссертационной работы является установление связи диссипативных процессов в локальной области рабочей поверхности металлического сверхпроводника с состоянием ее микроструктуры, а именно с плотностью дислокаций и размерами неровностей этой локальной области.

Для достижения этой цели были сформулированы и решены следующие задачи:

1. Исследование связи присутствия дислокаций с диссипативными процессами, ограничивающими работу сверхпроводящих резонаторов по градиенту (Q-disease, HFQS).
2. Обоснование механизмов существующих эмпирически открытых методов обработки резонаторов (отжига при 800°C и прокалики при 120°C).
3. Предложение и, по-возможности, применение новых методов обработки поверхностей основываясь на полученных данных.

Глава 2

Экспериментальная часть

В данной главе описаны все типы образцов, используемых в работе, их происхождение и свойства. Также дан обзор физических методов исследования твердого тела, использованных для анализа образцов, приведены характерные параметры экспериментов. Так как основной задачей работы было изучение влияния деформации и шероховатости поверхности ниобия на проявленность РЧ потерь, то выбирались методы, наиболее подходящие для решения этой задачи.

2.1. Экспериментальные образцы из ниобия

2.1.1. Образцы для измерения электросопротивления

В соответствии с международными стандартами для измерений электросопротивления образцы представляли собой палочки размером $2.5 \times 3 \times 75$ мм³. Такие образцы были вырезаны из листового ниобия производителя Wah Chang (листы из этой же партии использовались для производства резонаторов) с помощью электроэрозионной обработки (ЭЭО) и последовательно зачищены наждачной бумагой и промыты спиртом. Измеренные коэффициенты остаточного сопротивления (residual resistivity ratio, $RRR = \rho_{293} / \rho_{11K}$) (рис. 15) оказались близки к заявленным в спецификации к листам, что предполагает отсутствие каких-либо значительных включений в результате ЭЭО.

Таблица 1

Измеренные значение электросопротивления при 11 К (значения приведены в единицах $10^{-11} \Omega \text{ m}$) для образцов вырезанных из мелкозернистого листа. Обозначения электросопротивлений следующие: ρ_2 - после деформации, ρ_3 - после химической полировки, ρ_4 - после отжига, ρ_5 - после повторного отжига.

Объем полировки (μm)	Шаг обработки	Относительное растяжение				
		0%	12%	27%	35%	50%
Нет	ρ_1 or ρ_2	49	56	71	82	96
Нет	ρ_4	50	50	56	58	65
EP: 20	ρ_3, ρ_4, ρ_5	49, 50, 55	56, 51, 56		82, 60, 65	100, 66, 76
80	ρ_3, ρ_4, ρ_5	49, 51, 57	57, 55, 61		86, 67, 76	103, 74, 87
140	ρ_3, ρ_4, ρ_5	50, 55, 65	61, 60, 70		92, 72, 85	113, 86, 102
180	ρ_3, ρ_4, ρ_5	51, 55, 66	65, 61, 74		98, 80, 96	126, 94, 112
BCP: 120	ρ_3, ρ_4, ρ_5	49, 49, 58	55, 54, 63	78, 60, 72	91, 69, 82	
230	ρ_3, ρ_4, ρ_5	60, 54, 67	70, 65, 87	89, 69, 109	123, 104, 128	

Обработка образцов производилась в соответствии с ПЛС- процессом: сначала растяжение (симулировало прокатку и изготовление полуячеек), затем - объемная полировка и отжиг. Все образцы были разделены на несколько групп. Каждая группа подверглась определенному растяжению. Продольное растяжение в машине Instron было проведено до следующих значений: образцы для электрополировки (50%, 35%, 12%, 0% относительного удлинения), для травления (35%, 27%, 12%, 0%) – см. Таблицу 1. Далее для каждой группы образцов проводились электрополировка (объемы – 20, 80, 140, 180 микрон) и

травление (120,230 микрон). На последнем этапе все образцы отжигались в печи. Некоторые образцы были отожжены дважды, как будет описано в главе 3.2.

Электрополировка и травление проводились в условиях, аналогичных применяемым для резонаторов (глава 1.5.2). Конкретные сведения об установке могут быть найдены в статье [59]. Отжиг при 800°C проводился в той же печи, в которой отжигаются резонаторы. Откачка атмосферного воздуха контролировалась анализатором остаточных газов (АОГ) (рис.16). Характерные времена температурного цикла следующие: сначала происходил нагрев со скоростью $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ до достижения температуры 800°C , за ним следовал сам отжиг в течение 2 часов при 800°C и, в течение 10 часов происходило охлаждение печи до комнатной температуры. При извлечении образцов производилась продувка аргоном.

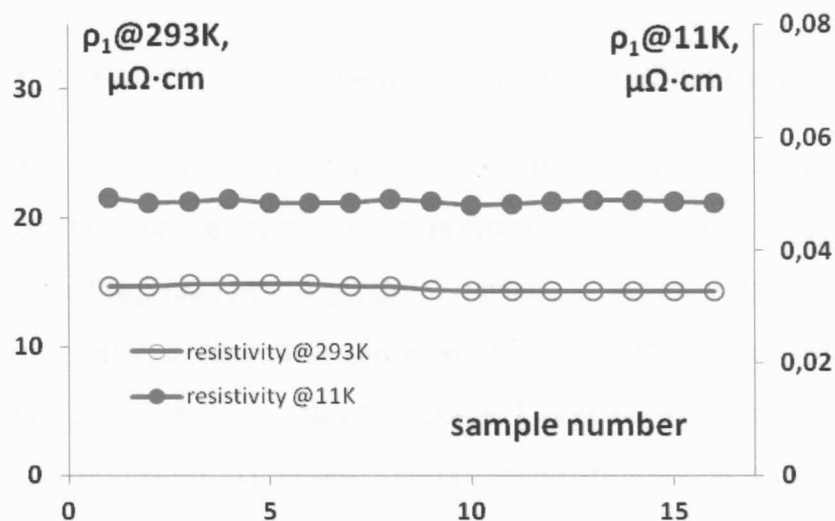


Рисунок15: Электросопротивление образцов, вырезанных с помощью ЭЭО

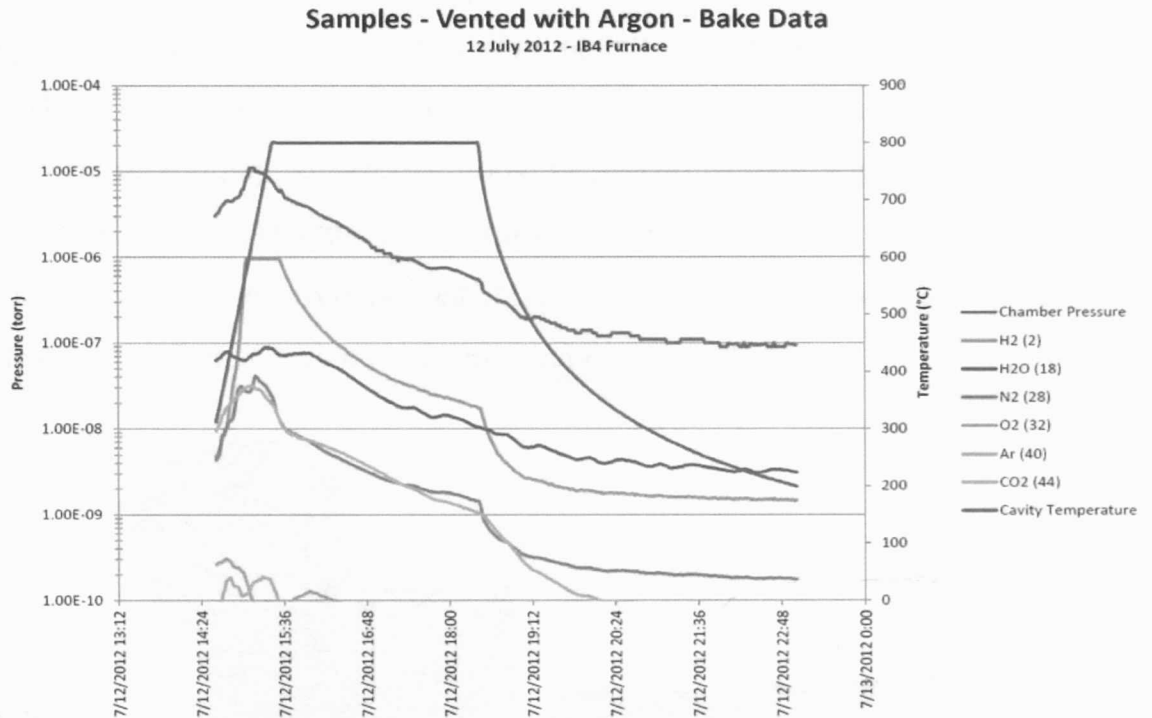


Рисунок 16: Пример данных с АОГ при отжиге образцов

2.1.2. Образцы для измерения магнитной восприимчивости

Для измерения магнитной восприимчивости необходимы образцы не больше нескольких мм в диаметре (см. главу 2.2.4). Учитывая этот факт, а также то, что планировалось изучение эффекта деформации, было решено проводить эксперимент на оттоженной ниобиевой проволоке, предварительно деформировав ее. Проволока (поставщик – Good Fellow, сверхчистый состав 99.9% Nb) с толщиной 10.87 мм была деформирована методом глубокой вытяжки с плакировкой из меди (рис.17). В результате нескольких циклов итоговая толщина проволоки составила 1.11 мм. Далее слой меди был снят полировкой в азотной кислоте в течение получаса. Последующие полировки методами ЕР и ВСР, а также высокотемпературный отжиг были сделаны по аналогии с образцами для электросопротивления. Прокалка при 120⁰С проходила в течении 48 часов при давлении 10⁻⁸ мбар.

Процесс деформации привел к высокой микрошероховатости поверхности, а именно к появлению волнистой структуры на поверхности (рис. 18). Последовательная химическая полировка поверхности привела к значениям микрошероховатости порядка наблюдаемых в резонаторах (см. рис 19 и таблицу 2). Анализ дифракции обратнорассеянных электронов (ДОЭ) подтвердил высокую степень деформации проволоки. Наибольшая плотность дислокаций наблюдалась на границах зерен (рис.20).

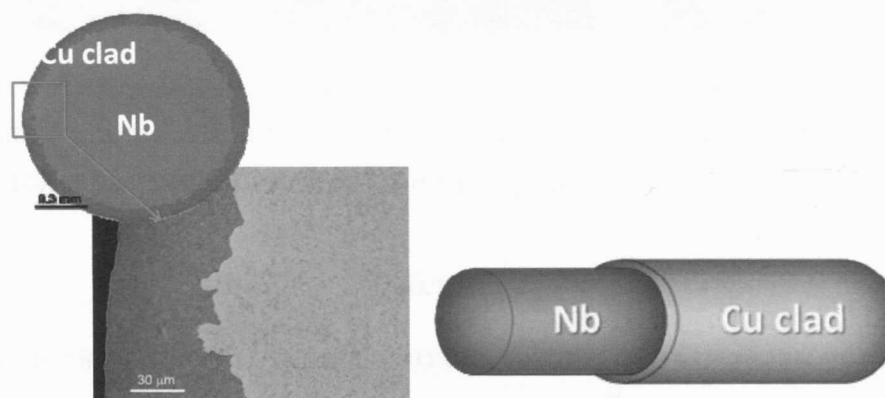


Рисунок 17: Изображение среза проволоки (слева) и схематичное изображение процесса деформации(справа)

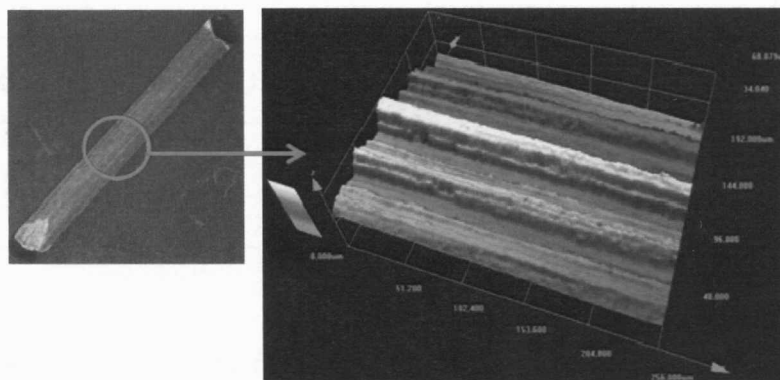


Рисунок 18: Оптическое изображение куска проволоки после деформации (слева) и 3D профиль поверхности (справа)

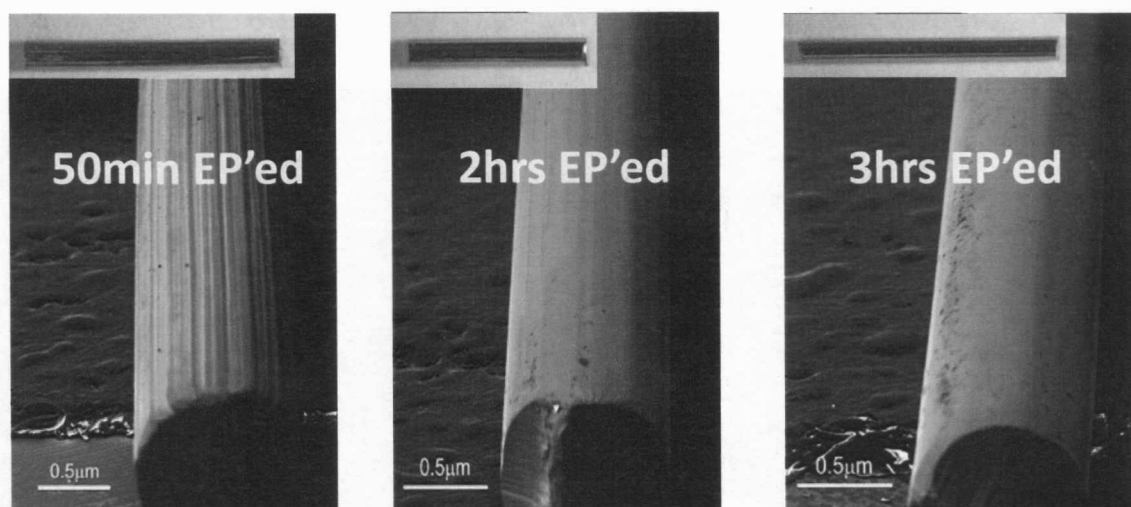


Рисунок 19: Изображения образцов полученные с помощью растрового электронного микроскопа после EP (видно как микрошероховатость уменьшается с увеличением времени полировок)

Таблица 2

Значения диаметров и микрошероховатостей образцов, используемых в эксперименте по измерению магнитной восприимчивости

	50мин EP	2ч EP	3ч EP	30мин BCP	60мин BCP	95мин BCP	после вытяжки (as drawn)
Диаметр, мм	1.0414	0.9398	0.8636	1.04	0.97	0.89	1.11
шерохова тость, микрон	18.07	2.21	1.67	12.07	7.78	2.58	30

Также для эксперимента были подготовлены несколько цилиндрических монокристаллических образцов вырезанных из листового ниобия методом ЭЭО.

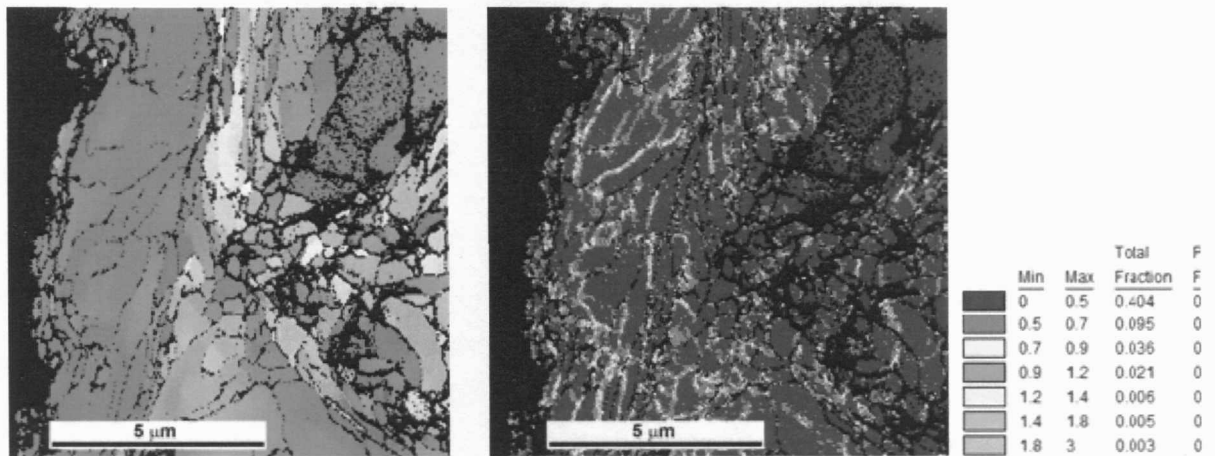


Рисунок 20:ДОЭ -карты (см. гл.2.2.2.) среза деформированной проволоки: карта ориентаций (слева) и карта разориентаций (справа)

2.1.3. Образцы для эксперимента по дифракции отраженных электронов (ДОЭ)

Образцы для измерения дифракции отраженных электронов были вырезаны из полуячеек (см. рис.21), полученных от Wah Chang. Полуячейки прошли стандартный цикл изготовления и аналогичны полуячейкам, из которых изготавливаются резонаторы.

Из полуячеек были вырезаны радиальные полоски шириной 10мм и подвергнуты объемной полировке и отжигу при 800⁰С. После обработки каждая полоска была разрезана на 10 частей (рис.22) для исследований в электронном микроскопе с помощью детектора отраженных электронов.



Рисунок 21: Полулунная, используемая в ДОЭ эксперименте

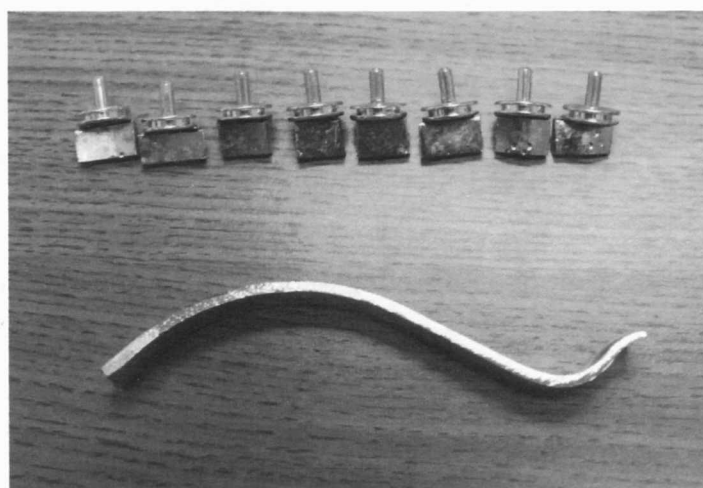


Рисунок 22: Радиальная полоска и нарезанные образцы для ДОЭ

2.1.4. Образцы для профилометрии

Для измерения топографии образцов были использованы те же листы, что и в эксперименте по измерению электросопротивления. Однако в данном случае вырезались не тонкие стержни, а образцы размером $3 \times 20 \times 20 \text{ см}^3$.

2.2. Методы исследования образцов

2.2.1. Растровая электронная микроскопия (РЭМ)

Растровый электронный микроскоп (РЭМ) — прибор, предназначенный для получения изображения поверхности объекта, также информации о составе, строении и некоторых других свойствах приповерхностных слоёв. Метод регистрации основан на принципе взаимодействия электронного пучка с исследуемым объектом.

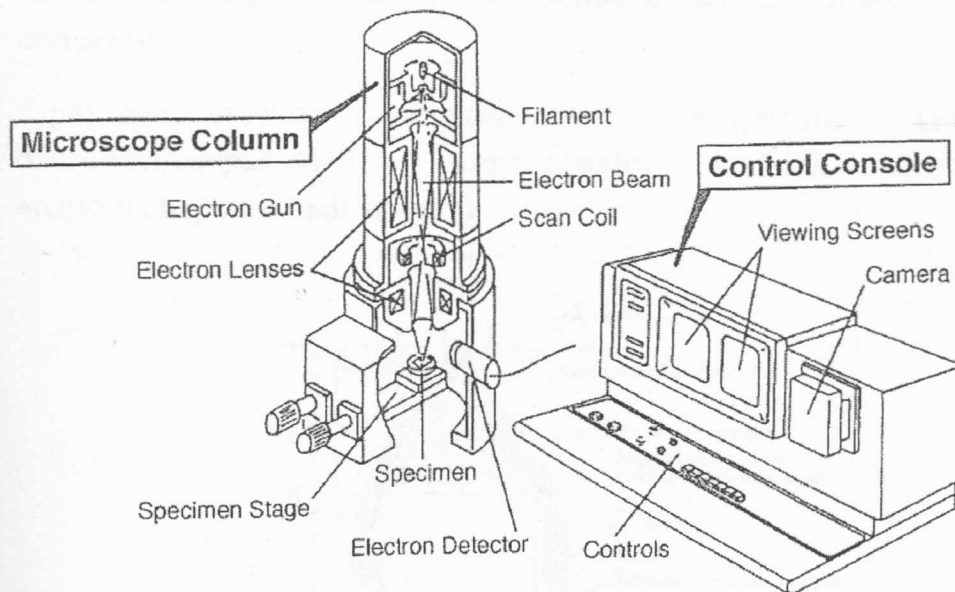


Рисунок 23: Принципиальная схема устройства РЭМ

Рисунок 23 иллюстрирует принципиальную схему РЭМ. Тонкий электронный зонд генерируется электронной пушкой, которая играет роль источника электронов, и фокусируется электронными линзами (обычно электромагнитными, иногда электростатическими). Сканирующие катушки отклоняют зонд в двух взаимоперпендикулярных направлениях, сканируя поверхность образца, подобно сканированию электронным пучком экрана электронно-лучевой трубки телевизора. Источник электронов, электронные

линзы (обычно тороидальные магнитные) и отклоняющие катушки образуют систему, называемую электронной колонной.

Основные типы сигналов, которые генерируются и детектируются в процессе работы РЭМ (рис.24):

- вторичные электроны
- отражённые электроны; дифракция отражённых электронов (ДОЭ, EBSD)
- прошедшие через образец электроны, в случае установленной STEM-приставки
- характеристическое рентгеновское излучение (РСМА или рентгеноспектральный микроанализ— EDX, ВДА или волнодисперсионный анализ)



Рисунок 24: Схематичное изображение глубины различных взаимодействий электронного зонда с образцом

В работе использовались отражённые электроны.

2.2.2. Дифракция отражённых электронов (ДОЭ)

Дифракция отражённых электронов (ДОЭ) – микроструктурная кристаллографическая методика, используемая для исследования кристаллографических ориентаций многих материалов, которая может использоваться для исследования текстуры или преимущественных ориентаций моно - или поликристаллического материала. ДОЭ может использоваться для индексирования и определения семи кристаллических систем, также применяется для картирования кристаллических ориентаций, исследования дефектов, определения и разделения фаз, изучение межзёренных границ и морфологии, картирования микродеформаций и т. д. Методика основана на дифракции Брэгга отражённых электронов. Проводится в растровом электронном микроскопе с ДОЭ-приставкой. Последняя состоит из люминесцентного экрана, входящего в камеру с образцом РЭМ, CCD-камеры. Вертикальный пучок электронов падает на наклонённый образец (70° — наиболее оптимальный угол наклона к горизонтали).

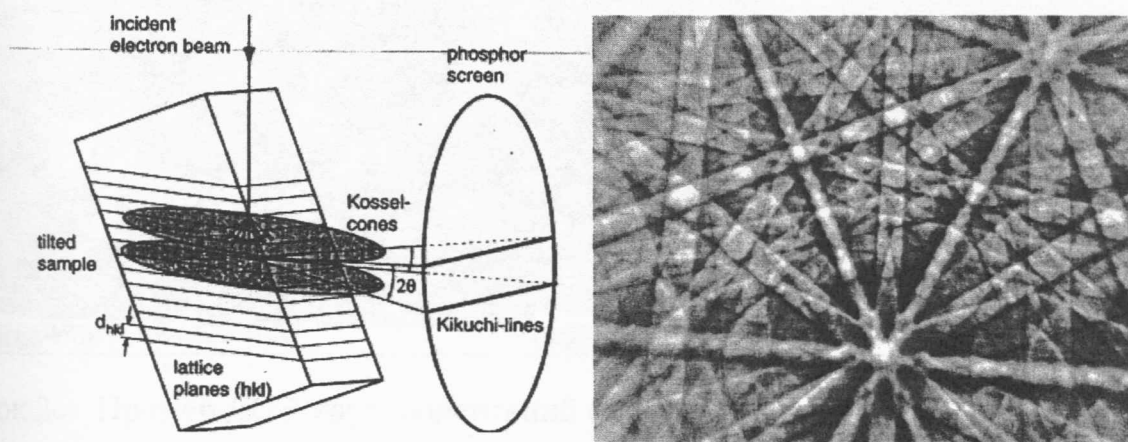


Рисунок 25: Принципиальная схема дифракции EBSD и пример полос Кикучи для ниобия

Уменьшение угла наклона понижает интенсивность получаемой дифракционной картины. Центры линий Кикучи (по имени получившего их впервые японского физика Сэйси Кикучи – пара полос, образующихся при электронной дифракции от монокристалла) на дифракционной картине являются пересечением кристаллографических осей, генерирующие данную линию, исследуемой точки образца с поверхностью люминесцентного экрана (Рис.25). Пересечения линий Кикучи соответствуют пересечению кристаллографических осей с люминесцентным экраном. Поэтому как линиям Кикучи, так и их пересечениям можно приписать соответствующие индексы. Картирование производится методом автоматического индексирования по узлам некоторой сетки на поверхности образца. Очевидным результатом картирования являются крайне наглядные и привлекательные карты, но все же основным результатом подробная информация о зернах, межзёренных границах, текстуре.

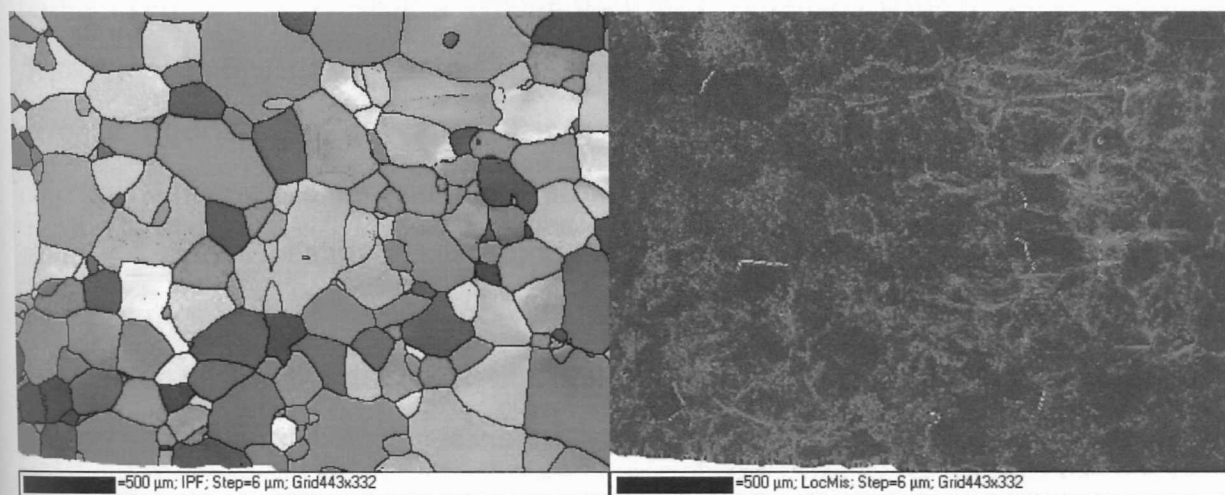


Рисунок 26: Пример ДОЭ-карт: ориентаций (слева) и разориентаций (справа)

В нашей работе результаты эксперимента по детектированию отраженных электронов представлены в виде карт ориентаций и разориентаций (Рис.26). Карта ориентаций показывает направления атомных

плоскостей каждой из которых соответствует определенный цвет. Карта разориентаций, используя тот же набор исходных данных, позволяет делать выводы о локальном напряжении в материале. Так зеленый цвет представляет области с более высокой плотностью дислокаций. Эксперимент проводился на микроскопе JEOL JSM-5000 5900LV, с ДООЭ-приставкой Oxford Nordys 2D. Поверхность сканировалась с шагом 6 микрон, с накоплением в каждой точке, позволявшим индексирование более 80% поверхности; использованное ускоряющее напряжение -20 кэВ.

2.2.3. Измерение электросопротивления

Электросопротивление измерялось стандартным 4-х контактным методом. Образец обматывается каптоновой непроводящей пленкой и помещается в медный держатель. В середине держателя находится RTD сенсор размером 2×2 мм², который откалиброван специально для интервала температур, используемых в эксперименте. Процедура измерения следующая. Держатель с образцом помещают в длинную металлическую палочку (рис. 27), которая постепенно опускается в дьюар с жидким гелием – температура образца меняется с изменением высоты погружения палочки. Для анализа данных использовались как цикл охлаждения, так и цикл нагревания. Измерения в первом цикле происходили с током 90 мА и временем между измерениями 3 секунды (палочка при этом равномерно опускалась вниз); во втором – с током 1 А и временем между измерениями 15 секунд. Отдельно тщательно измерялись непосредственно переход в сверхпроводящее состояние и сопротивление при комнатной температуре. Электрическое сопротивление в общем случае состоит из 3 членов:

$$\rho = \rho_{imp} + \rho_{dis} + \rho_{e-ph}(T) \quad (2.2.3.1)$$

Первые два члена обусловлены рассеянием на точечных дефектах и дислокациях, и являются температурно-независимыми. Третий член зависит от температуры и обусловлен рассеянием электронов на фононах. При температуре выше температуры Дебая доминирует именно последний член. При низких температурах доминируют члены, связанные с дислокациями и примесями/включениями (наши измерения при низкой температуре проходили при 11 К). Таким образом, метод измерения электрического сопротивления оказывается очень чувствительным к изменению в концентрации 0D,1D дефектов, что важно в рамках нашей работы.

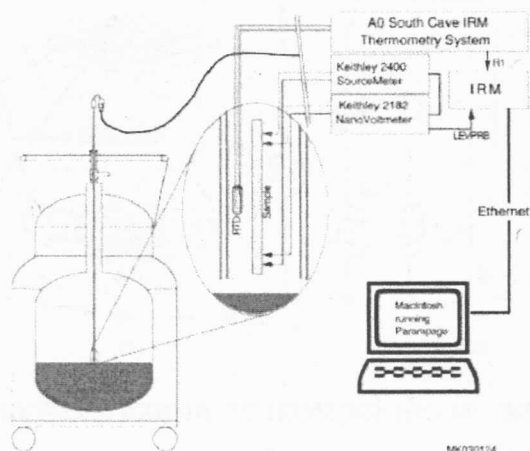


Рисунок 27: Принципиальная схема эксперимента по измерению электросопротивления.

2.2.4. Измерение магнитной восприимчивости

Измерения магнитной восприимчивости проводились с помощью системы Quantum Design (QD) Physical Properties Measurement System (PPMS). Для измерений образец помещается внутрь катушек и центрируется (рис. 28). В ходе эксперимента проволока оказывается под воздействием постоянного магнитного поля (пики потерь наблюдаются при амплитудах внешнего поля больше H_{c2}) и маленького переменного поля (которое и приводит к возникновению пика потерь). Наведенная индуктивность пересчитывается в

действительную и мнимую части восприимчивости. Большинство измерений проводились при температуре 5К. Основание для держателя образца имеет лишь несколько миллиметров в диаметре, что накладывает ограничение на размер образца. Также предпочтительным является цилиндрическая геометрия, так как в этом случае размагничивающий фактор равен 1.

В экспериментах по измерению критической температуры внешнее постоянное магнитное поле отсутствовало, а варьировалась температура при наличии переменного магнитного поля с малой амплитудой.

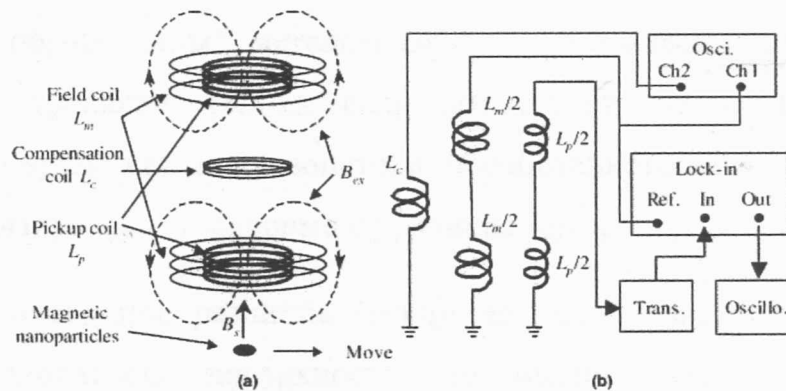


Рисунок 28: Принципиальная схема по измерению магнитной восприимчивости

2.2.5. Контактная профилометрия

Для исследования микрошероховатости образцов использовалась контактная профилометрия. Типичный шаг профилометра составлял один микрон. Пример полученных профилей для ВСП и для ЕР приведен на рисунке 31. Для этого эксперимента измерялись по 3 линии для каждого образца. Длина каждой линии составляла 1 см, расстояние между линиями 50 микрон. Далее производилось усреднение.

Измерения проводились на профилометре KLA-Tencor P-16 со стилусом (диаметр стилуса - 0.1 микрон).

Глава 3

Результаты исследований

3.1. Исследование диссипации по механизму потерь добротности при высокой амплитуде магнитного поля (HFQS)

3.1.1. Моделирование по результатам профилометрии

Одним из ключевых экспериментальных фактов при изучении HFQS стал факт различия в эффективности прокалики для резонаторов прошедших обработки методами электрополировки и химического травления. Оказалось, что резонатор обработанный методом ВСП, не проявляет соответствующих потерь после прокалики только если изготовлен из крупнозернистого материала, в то время как для резонатора, обработанного методом ЕР, потери удается минимизировать независимо от размера зерен.

Так как очевидное различие между двумя видами полировок – это итоговая шероховатость поверхности, то именно этот параметр был рассмотрен нами как один из основных факторов, приводящих к потерям. В ходе теоретического исследования был разработан новый подход к изучению шероховатости, когда измеряются не просто усредненные параметры, такие как, например, средняя шероховатость поверхности, а измеряются субмикронные искривления поверхности и вводится понятие распределения углов излома плоскости поверхности. Такой подход является революционным по отношению к существующему ныне описанию. Усредненные параметры не могут быть привязаны к конкретному механизму потерь, так как не дают возможность описывать локальные свойства поверхности. В то же время, из данных по измерению нагрева стенок резонатора известно, что потери не равномерны по поверхности ускоряющих ячеек и именно локальные свойства материала должны быть ответственны за снижение добротности.

На рисунке 29(а) представлены профили поверхностей после полировок методами EP и BCP, полученные с помощью контактного профилометра на контрольных образцах. На рисунке 29(б) показаны распределения углов относящихся к этим профилограммам. Видно, что распределение в случае обработки методом травления примерно в два раза шире, чем для образца прошедшего электрополировку, что означает наличие больших углов на поверхности ниобия обработанного методом химического травления.

Известно, что наличие микроискривлений поверхности изменяет локальную амплитуду тока, что приводит к изменению в значении поля проникновения магнитного потока. Вопрос понижения, так называемого барьера Бина-Ливингстона, и раннего проникновения вихрей был изучен ранее для треугольных и прямоугольных разломов в теоретических работах [60,61,62]. В нашей модели мы рассмотрели раннее проникновение вихрей на треугольных разломах размером порядка Абрикосовского вихря.

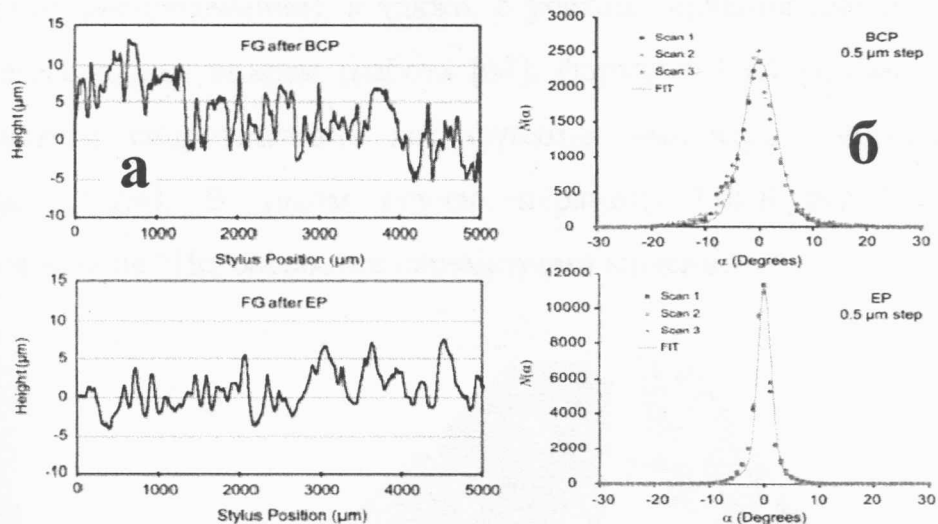


Рисунок 29: Профили поверхностей отполированных методами BCP и EP (а), а также соответствующие распределения углов, являющиеся Лорентцовским (б)

Установлено, что магнитный поток, проникая в сверхпроводник в виде магнитных "нитей" – вихрей, приводит к диссипации энергии под действием

РЧ поля. Однако поле проникновения для магнитного потока в ниобий (первое критическое поле) составляет порядка 180 мТл, в то время как наблюдаемое в тестах резонатора поле отстройки обычно близко к 100 мТл. Мы предположили, что наличие искривлений поверхности, а также присутствие дефектов в приповерхностном слое приводят к уменьшению поля проникновения до 100 мТл. Таким образом, нами рассмотрено постепенное проникновение вихрей Абрикосова на локальных искривлениях поверхности как причина проявленности потерь по механизму HFQS.

Геометрия единичного разлома с углом α и соответствующие направления магнитного поля и РЧ тока представлены на рисунке 30. Поле проникновения на таком разломе известно из работы [60] (формула 3.1.1.2). Таким образом, зная распределения углов для определенного типа поверхности (по результатам профилометрии (формула 3.1.1.1), где w – полуширина распределения), а также, с учетом значения для сопротивления создаваемого одним вихрем (работа [63], формула 3.1.1.3), было вычислено поверхностное сопротивление как функция амплитуды магнитного поля (формула 3.1.1.4). В таком случае параметр Гинзбурга-Ландау “ k ” и критическое поле “ H_c ” являются параметрами модели.

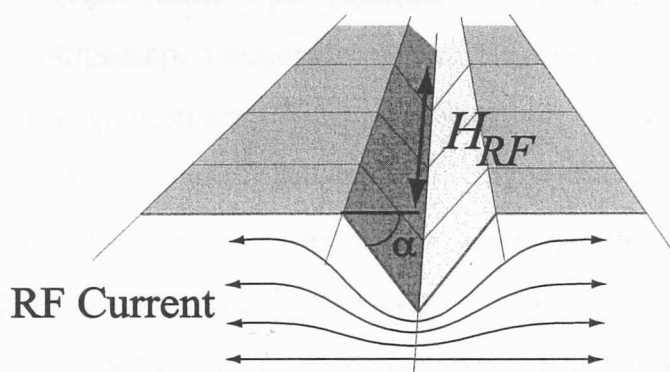


Рисунок 30: Геометрия разлома и направления РЧ полей

$$n(\alpha)d\alpha = \frac{1}{\pi} \left(\frac{w}{w^2 + \alpha^2} \right) d\alpha \quad (3.1.1.1)$$

$$H_{pen} = \kappa^{\frac{-\alpha}{\pi/2+a}} H_c \quad (3.1.1.2)$$

$$R_s = \frac{H_{RF}}{H} \frac{\rho}{2\lambda} \quad (3.1.1.3)$$

$$R_s^{total}(H_{RF}) = \int_0^{\pi/2} R_s(\alpha, H_{RF}) \cdot n(\alpha) d\alpha \quad (3.1.1.4)$$

На рисунке 31 представлены результаты моделирования. По данным вычислений удалось установить, что в приближении равномерного загрязнения поверхности (если микроструктура в любой точке проникновения магнитного потока одна и та же): параметр Гинзбурга-Ландау $\kappa=5$ и критическое поле $H_c=130$ мТл (в "чистом" случае, в отсутствие дефектов приповерхностного слоя, эти параметры соответственно равны $\kappa \sim 1$ и $H_c \sim 200$ мТл). Эти значения указывают на то, что проникновение вихрей Абрикосова происходит в областях с пониженной длиной свободного пробега, приводящей к увеличению параметра Гинзбурга-Ландау, и с пониженным значением критического поля, зависящим от локального значения критической температуры. Понижение критического поля может быть вызвано либо дефектами, приводящими к изменению критических параметров ниобия (например, кислородом), либо присутствием нормально-проводящих включений (например, гидридов ниобия). Повышение значения параметра Гинзбурга-Ландау также может быть объяснено присутствием как точечных дефектов, так и наличием дислокаций. Интересно отметить, что для достижения поверхностного сопротивления наблюдаемого в тестах резонаторов, оказалось достаточным интегрирование только по $\sim 40\%$ углов (Рис.32). Этот факт означает, что не вся поверхность резонатора вовлечена в потери.

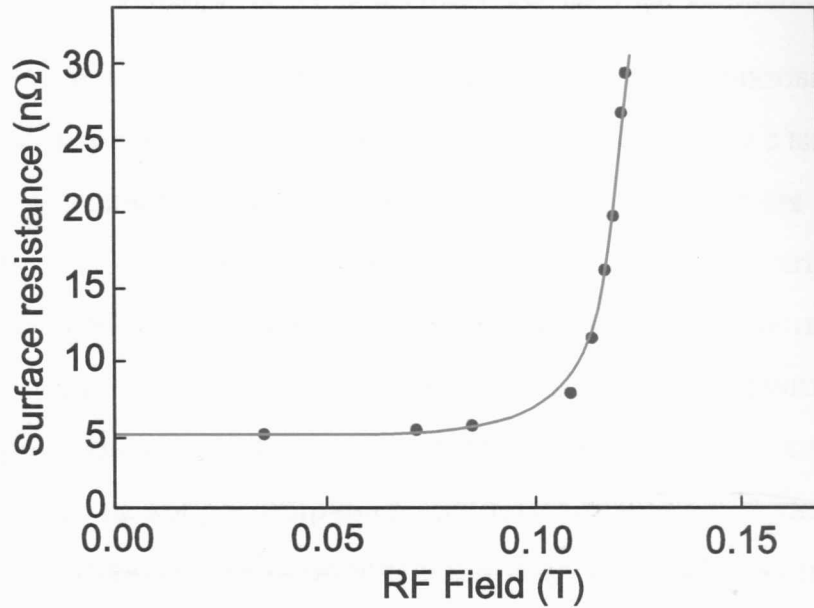


Рисунок 31: Теоретическая (сплошная зеленая) и экспериментальная (синие точки) кривые для одноячеечного резонатора марки Тесла. Параметры модели: $\kappa=5$, $H_c=130$ мТл

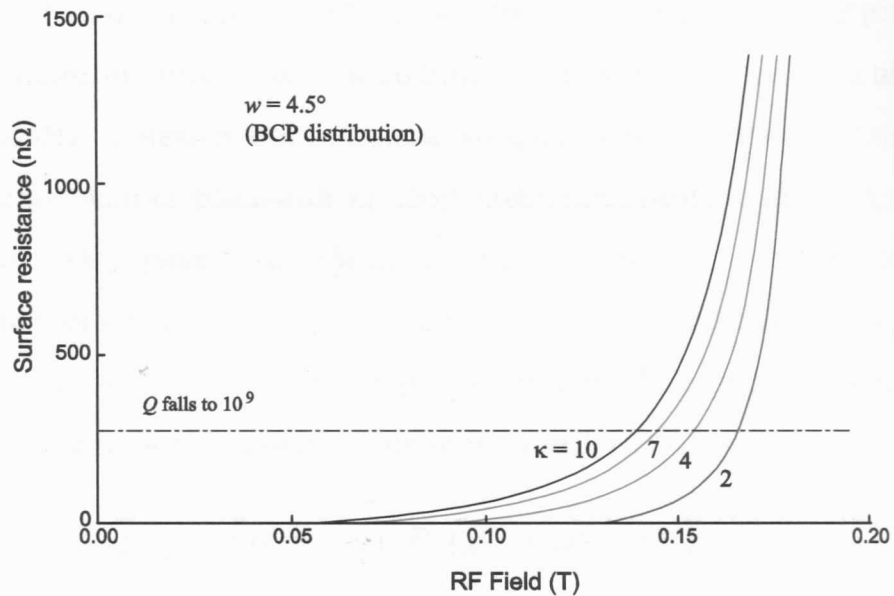


Рисунок 32: Смоделированные кривые HFQS для поверхности обработанной методом ВСП. Разные кривые соответствуют различной чистоте поверхности. По достигнутому значению добротности видно, что только часть углов участвует в диссипации

3.1.2 Моделирование по результатам измерения "температурных карт"

Следующий этап моделирования был связан с использованием данных температурных карт, полученных считыванием температуры с внешней стенки резонатора массивом термометров. Такие измерения происходят одновременно с РЧ тестом и помогают связать локальные потери в стенках резонатора с наблюдаемыми изменениями в добротности резонатора. Разрешение отдельного термометра ограничено 1 см^2 , что значительно больше размера Абрикосовского вихря, имеющего поперечные размеры порядка 100 нм . Для ответа на вопрос о принадлежности тех или иных типов дефектов к потерям была поставлена цель определения характерных размеров областей с потерями с разрешением более высоким, чем доступно с помощью термометрии. На данном этапе исследований было установлено, сколько вихрей проникает в резонатор в режиме HFQS, что, с учетом размера одного вихря, однозначно определяло размер областей ответственных за РЧ диссипацию. Было сделано предположение, что локальный нагрев каждого термометра прямопропорционален количеству вихрей Абрикосова на данном 1 см^2 поверхности с неким постоянным коэффициентом пропорциональности. Путем моделирования реальной кривой поверхностного сопротивления было установлено, чему равен коэффициент пропорциональности и, тем самым, получена прямая возможность к вычислению количества вихрей Абрикосова в любой точке резонатора, зная температуру в ней. По-определению, мощность диссипации может быть вычислена по формуле 3.1.2.1:

$$P_{diss} = \int_S H^2(x, y) \cdot R_s(x, y) \cdot dS \quad (3.1.2.1)$$

В уравнении (3.1.2.2) мы используем данные температурных карт, и вместо интегрирования (3.1.2.1) переходим к суммированию по элементарным

площадкам размером 1см^2 . Сумма берется по k (не путать с каппа), которое пробегает 576 значений (16 досок с 36 термометрами на каждой - см. рис. 4).

$$\int_S H^2(x, y) \cdot R_s(x, y) \cdot dS = \sum_k H_k^2 \cdot R_s^k \cdot \Delta S_k \approx 1\text{см}^2 \cdot \sum_k H_k^2 \cdot R_s^k \quad (3.1.2.2)$$

В уравнении (3.1.2.3) поверхностное сопротивление определяется количеством вихрей Абрикосова проникших в образец (разница между горячей и холодной точкой только в количестве вихрей, значение параметра Гинзбурга-Ландау одинаково везде).

$$1\text{см}^2 \cdot \sum_k H_k^2 \cdot R_s^k = 1\text{см}^2 \cdot \sum_k H_k^2 \cdot R_s^{\text{vort}} \cdot N_{\text{vort}}^k \quad (3.1.2.3)$$

В уравнении (3.1.2.4) мы предполагаем, что количество вихрей прямопропорционально значению температуры. Сопротивление одного вихря вычисляется по формуле(3.1.1.3); для сопротивления в режиме течения потока ($\rho=10^{-9}$ Ом, $\lambda=100\text{нм}$) получаем:

$$1\text{см}^2 \cdot \sum_k H_k^2 \cdot R_s^{\text{vort}} \cdot N_{\text{vort}}^k = 1\text{см}^2 \cdot \sum_k H_k^2 \cdot \left(\frac{H_k}{H_c} \cdot \frac{\rho}{2\lambda} \right) \cdot \Delta T^k \cdot \alpha \quad (3.1.2.4)$$

Используя суммирование по всем термометрам, мы получили теоретическую зависимость диссипируемой мощности от амплитуды магнитного поля "P_{diss} vs H". Далее было проведено "фиттирование" потерь HFQS путем подбора значения параметра α (уравнение 3.1.2.4). Результат представлен на рисунке 33: α оказалась равной $4.5 \cdot 10^7$ вихрей/К. Используя константу α , можно найти количество вихрей в любой точке резонатора.

Для самого нагретого термометра при максимальной амплитуде поля проникло $1.5 \cdot 10^7$ вихрей (рис.34). Принимая во внимание размер вихря $\sim (100\text{нм})^2$ можно сделать вывод, что только 1% от 1см^2 находится в смешанном состоянии в области самого нагретого термометра (суммарная

площадь ускоряющей ячейки $\sim 0.5 \text{ м}^2$). Процент смешанного состояния для других точек может быть на порядки ниже. Суммарное количество проникших вихрей представлено на рисунке 35.

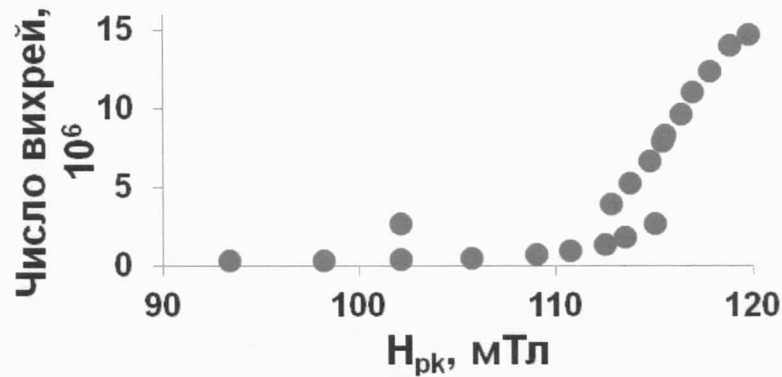


Рисунок 34: Число проникших вихрей Абриксоова как функция амплитуды пикового магнитного поля для самого нагретого термометра

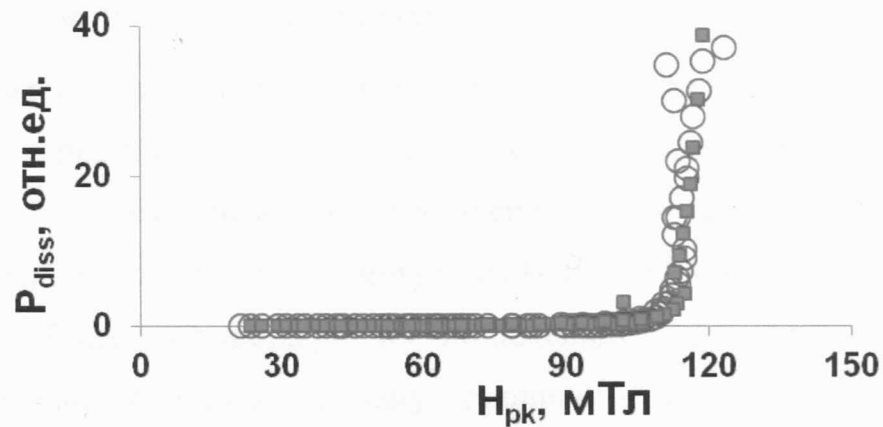


Рисунок 33: Теоретическая (оранжевая) и экспериментальная (голубая) кривые HFQS

Таким образом, по данным профилометрии было установлено, что в модели с равномерным загрязнением поверхности количество углов достаточно больших для проникновения вихрей Абрикосова при амплитуде магнитного поля в 100 мТл составляет десятки процентов от общей площади. По данным же температурных карт оказывается, что менее 1% поверхности вовлечено в диссипацию. Это означает, что наличие локального большого

искривления поверхности – необходимое, но не достаточное условие проникновения магнитного потока и именно микроструктура приповерхностного слоя определяет количество проникших вихрей, а, следовательно, и уровень диссипации в резонаторе.

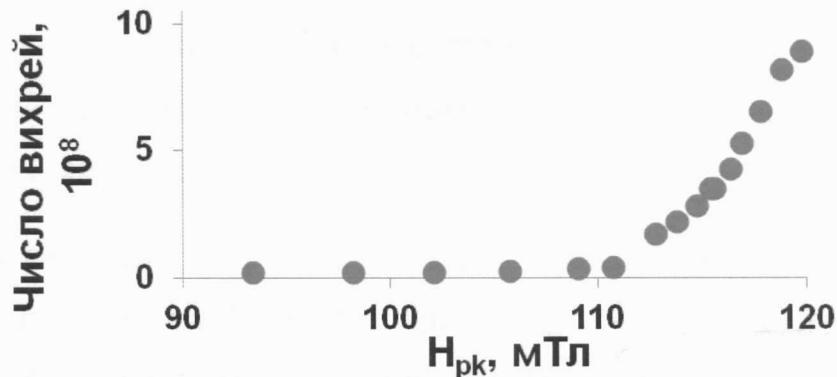


Рисунок 35: Суммарное количество проникших вихрей как функция амплитуды пикового магнитного поля

Что же может вызвать особенности микроструктуры у 1% поверхности? Одним из вариантов объяснения такой особенности является присутствие дефектов, в частности дислокаций. Скопление атомов кислорода или водорода, закрепленных на дислокациях, могут приводить к локальному увеличению параметра Гинзбурга-Ландау и понижению критического поля, и соответственно, к более раннему проникновению магнитного потока. Известно, что кислород понижает критическую температуру ниобия. Чтобы понизить критическое поле до $H_c=0.13$ Тл требуется локальная концентрация кислорода равная 3.5 ат%. Равновесная концентрация кислорода в ниобии при комнатной температуре равна 1 ат%, следовательно, необходима локальная кластеризация кислорода, что может быть обеспечено, если в образце присутствуют дислокации. Водород может собираться в нормально-проводящие гидриды ϵ -фазы Nb_4H_3 . Для достижения значения $H_c=0.13$ Тл локальная температура должна равняться 4.8 К, что также вполне достижимо в окрестности нормально проводящего включения.

3.1.3. Исследование структуры методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ)

С целью проверки гипотезы о влиянии дислокаций на потери в сверхпроводящем ниобии из полуячеек ниобия (до их сварки) была вырезана серия небольших по размеру образцов и последовательно изучена с помощью метода дифракции отраженных электронов. В процессе данной части исследования мы получили информацию о наличии и распределении дислокаций в стенках резонатора.

Из полуячеек были вырезаны несколько радиальных полосок, которые затем были нарезаны на 8 мелких образцов размером $10 \times 7 \times 3$ мм³ (рис. 36). Стоит отметить, что полоски были отполированы методом EP и отожжены при 800°C . Резонатор прошедший такую обработку проявлял бы HFQS и имел бы микроструктуру, аналогичную наблюдаемой в образцах.

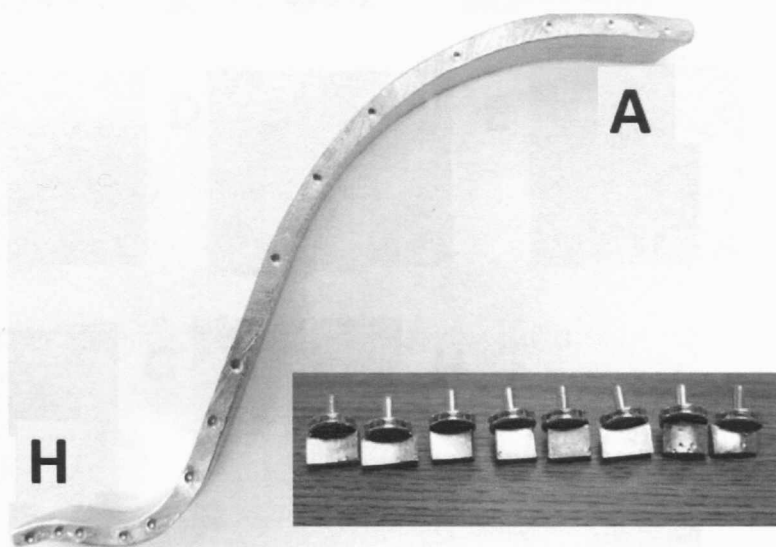


Рисунок 36: Изображения вырезанной из резонатора полоски и приготовленных из нее образцов для ДОЭ

Как видно из карт разориентаций (рис.37), после отжига при 800°C в стенках резонатора все еще присутствуют дислокации (этот результат будет подтвержден позднее в экспериментах по измерению электросопротивления).

В то же время интересно отметить, что структура остаточной деформации неоднородна – дислокации располагаются в виде кластеров. Такая структура коррелирует с неоднородным нагревом в режиме HFQS и с выводами по результатам моделирования.

Таким образом, действительно, предположение о дислокациях, как местах проникновения магнитного потока и последующей диссипации получило не прямое подтверждение. Однако чтобы ответить на вопрос о том, что же непосредственно приводит к понижению критической температуры и повышению параметра Гинзбурга-Ландау были проведены дополнительные эксперименты.

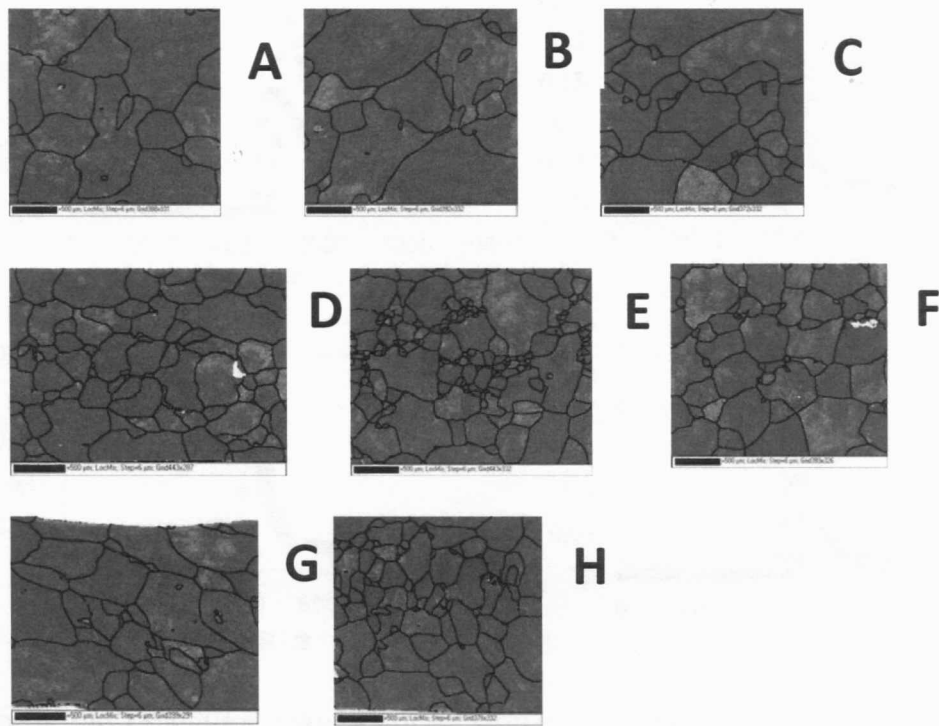


Рисунок 37: ДОЭ карты разориентаций (зеленый цвет показывает высокую плотность дислокаций). Карты соответствуют разрезу через всю стенку резонатора (3мм): верхний край – внешняя сторона ускоряющей ячейки, нижний –РЧ сторона

3.1.4. Исследование структуры методом измерения магнитной восприимчивости

На завершающем этапе исследования диссипации по механизму HFQS был проведен эксперимент по измерению магнитной восприимчивости на тонких деформированных вытяжкой ниобиевых проволоках. Измерения магнитной восприимчивости дают информацию из тонкого приповерхностного слоя (в том числе и информацию о РЧ потерях), что является идеальным условием для изучения сверхпроводящего ниобия.

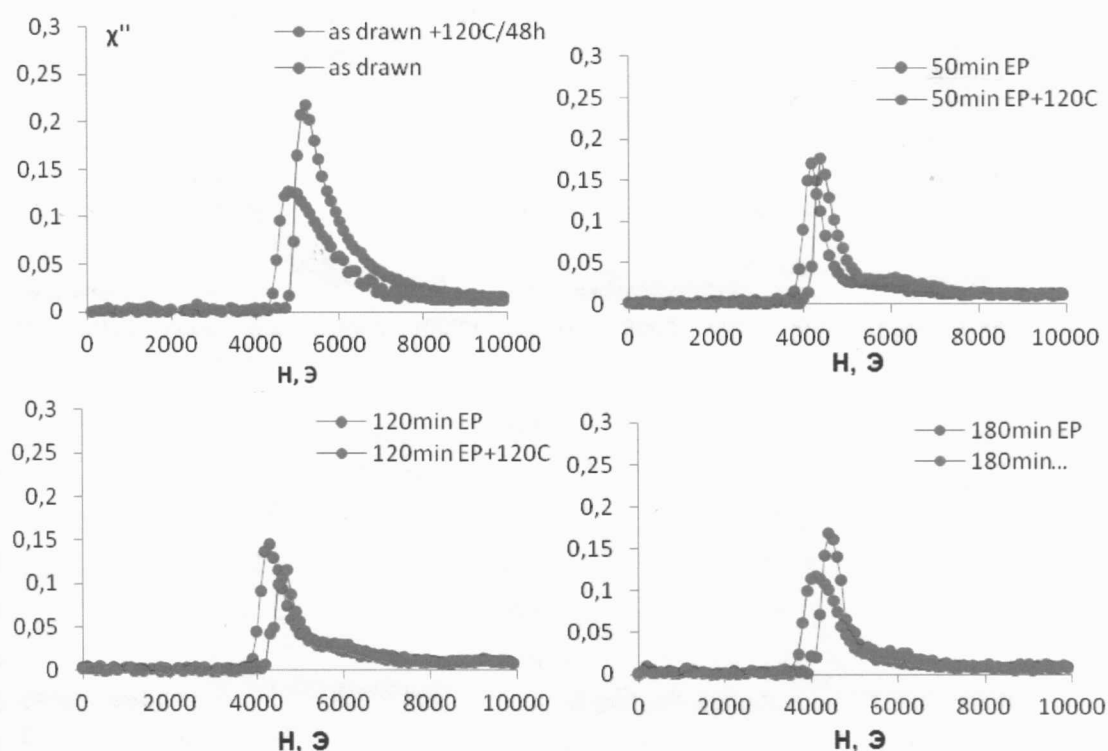


Рисунок 38: Графики зависимости мнимой части восприимчивости от амплитуды внешнего постоянного поля до и после прокатки при 120°C – EP

По результатам предыдущей части работы было сделано предположение о проникновении магнитного потока на дислокациях "декоррированных" точечными дефектами, такими как водород и кислород. В то же время необходимо было прояснить роль границ зерен в эффекте прокатки, т.к.

известно, что размер зерен определяет эффективность технологического шага в случае применения к резонатору отполированному травлением. Для этих целей эксперимент был проведен как на мелкозернистом ниобии, так и на монокристаллическом (образцы монокристаллического ниобия были приготовлены отдельно). На рисунках 38 и 39 приведены графики зависимости мнимой части магнитной восприимчивости от амплитуды внешнего постоянного поля до и после прокали (образцы прошли полировку методами ЕР и ВСР соответственно).

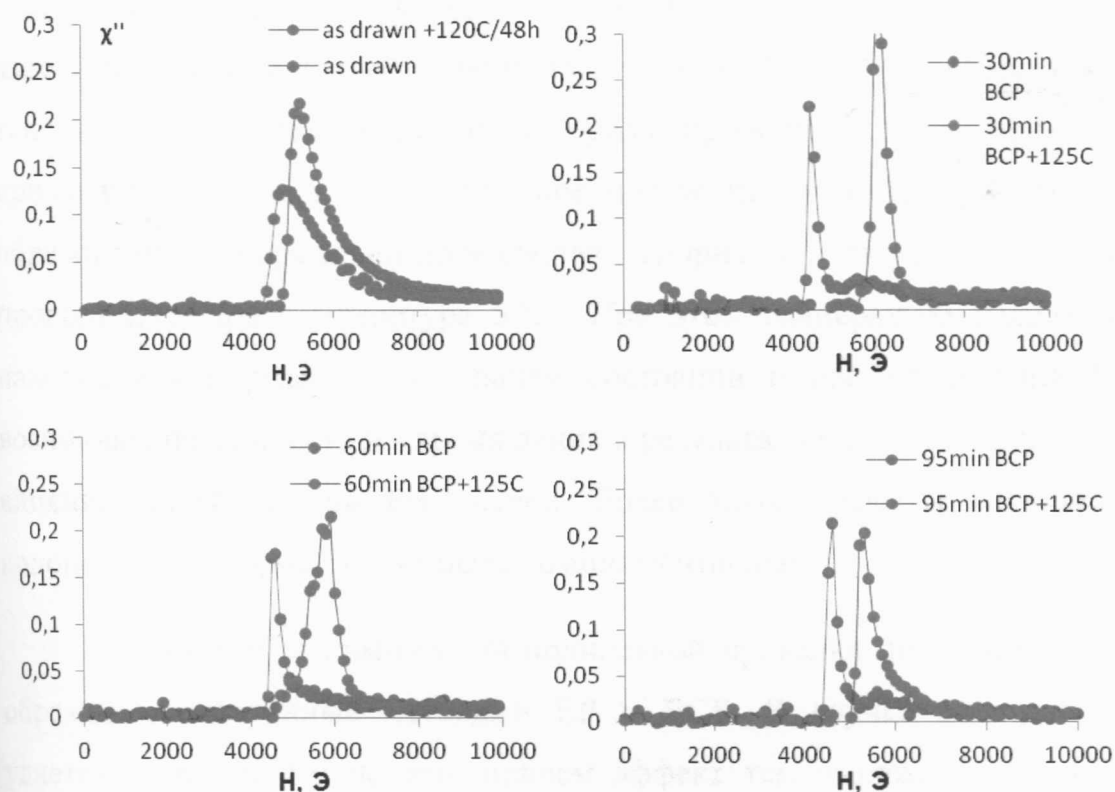


Рисунок 39: Графики зависимости мнимой части восприимчивости от амплитуды внешнего постоянного поля до и после прокали при 120°C –

Анализ мнимой части магнитной восприимчивости позволяет определить масштаб РЧ потерь в приповерхностном слое ниобия через известное соотношение (где V_a - и есть амплитуда внешнего магнитного поля):

$$P_{diss} = -2\pi\chi'' \frac{B_a}{2\mu_0} \quad (4.1.4.1)$$

Оказывается, что после полировки имеет место увеличение потерь, с характерным пиком соответствующим полировке с объемом ~30 микрон (см.рис.40). Этот результат коррелирует с измерениями электросопротивления наводороженных ниобиевых образцов [33]. В данной статье аналогичный пик соответствует концентрации водорода в приповерхностном слое ~ 10 ат.% (рис.41). В таком случае итоговая концентрация водорода в приповерхностном слое наших образцов должна составлять ~25 ат.%, что соответствует известным данным по аннигиляции позитронов [18,19]. Точный механизм того, как повышение концентрации водорода приводит к увеличению потерь предсказать сложно. Логично предположить, что потери вызываются образованием нормально-проводящих гидридов, так как эксперименты проводились при температуре 5 К. При этой температуре гидридная фаза находится в нормальнопроводящем состоянии и при протекании РЧ тока возникают потери. В то же время данный результат не исключает возможности влияния кислорода на РЧ потери. Более того, эффекты от присутствия водорода и кислорода могут быть комплиментарными.

Следующая за химической полировкой прокалка по-разному влияет на образцы обработанные методами ЕР и ВСР. В случае электрополировки удается понизить РЧ потери, причем эффект тем выраженнее, чем дольше делалась полировка (см.рис.40). В случае травления не удается уменьшить диссипацию, и характерный пик потерь остается неизменным. Этот результат является повторением наблюдаемых потерь в резонаторах, когда в мелкозернистом ниобии, прошедшем полировку травлением, не удается убрать HFQS с помощью прокалки (в резонаторах прошедших электрополировку такой проблемы нет). Интересным является и тот факт, что длительность электрополировки связана с эффективностью прокалки. Таким образом, можно

предположить, что в процессе электрополировки в ниобий попадает не только водород, но и некоторый дополнительный элемент способствующий работе прокатки.

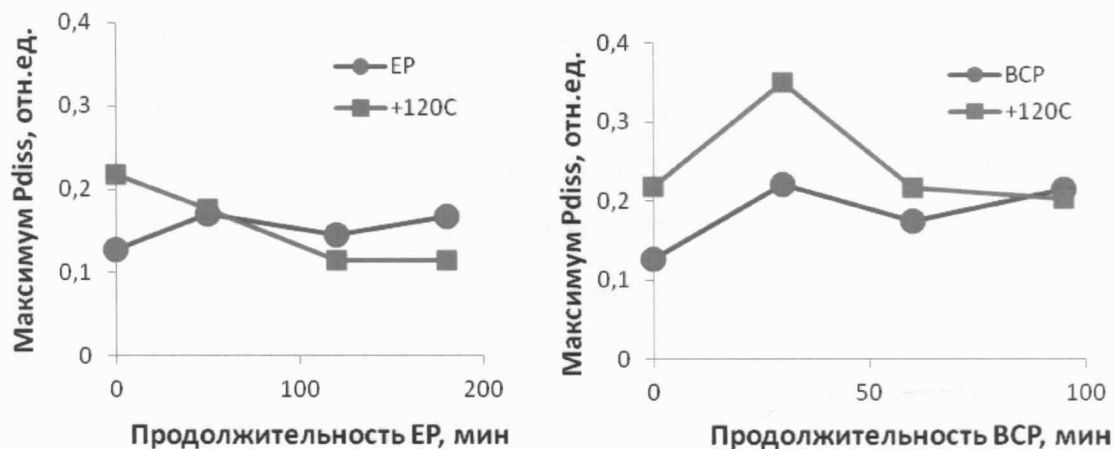


Рисунок 40: Графики зависимости интенсивности пиков РЧ диссипации от времени химической полировки методами EP (слева) и ВСР (справа) до и после прокатки

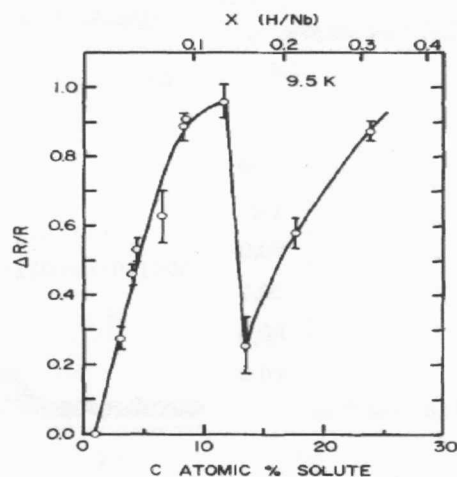


Рисунок 41: График зависимости относительного электросопротивления ниобия от концентрации водорода при температуре 9.5K [33]

На рисунках 42, 43 представлены графики зависимости мнимой части магнитной восприимчивости от температуры для образцов прошедших обработку электрополировкой и прокатку при 120⁰С. Анализ показывает, что

ниобий после электрополировки имеет один пик на зависимости мнимой части восприимчивости от температуры. После прокалки имеет место расщепление основного пика на два. Основываясь на известных литературных данных [64,65] можно предположить, что первый пик соответствует сигналу из зерен, второй – из границ зерен, "загрязненных" некоторым видом дефектов. "Загрязнение" границ зерен в таком случае объясняется диффузией точечных дефектов из самих зерен. В таком качестве могут выступать как кислород и водород, так и некоторые другие типы дефектов. Такие объекты как, комплексы вакансия-водород, например, наблюдались в качестве продуктов химических полировок ранее [54, 55, 56].

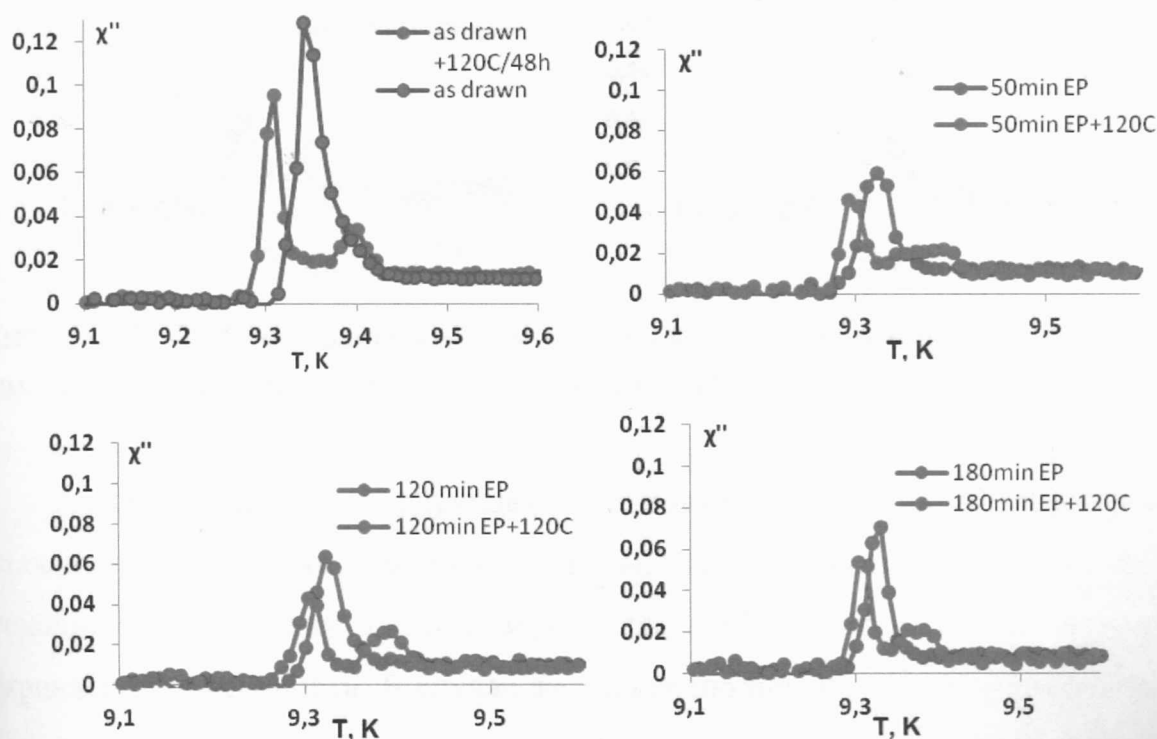


Рисунок 42: Графики зависимости мнимой части восприимчивости от температуры до и после прокалки при 120°C - EP

Интересно отметить, что в случае обработки химическим травлением прокалка при 120°C не изменяет структуру пиков (рис.45). Напомним, что в РЧтестах прокалка также не изменяет добротности резонаторов обработанных

по методу травления, в то время как в случае обработки электрополировкой изменения в значении добротности присутствуют.

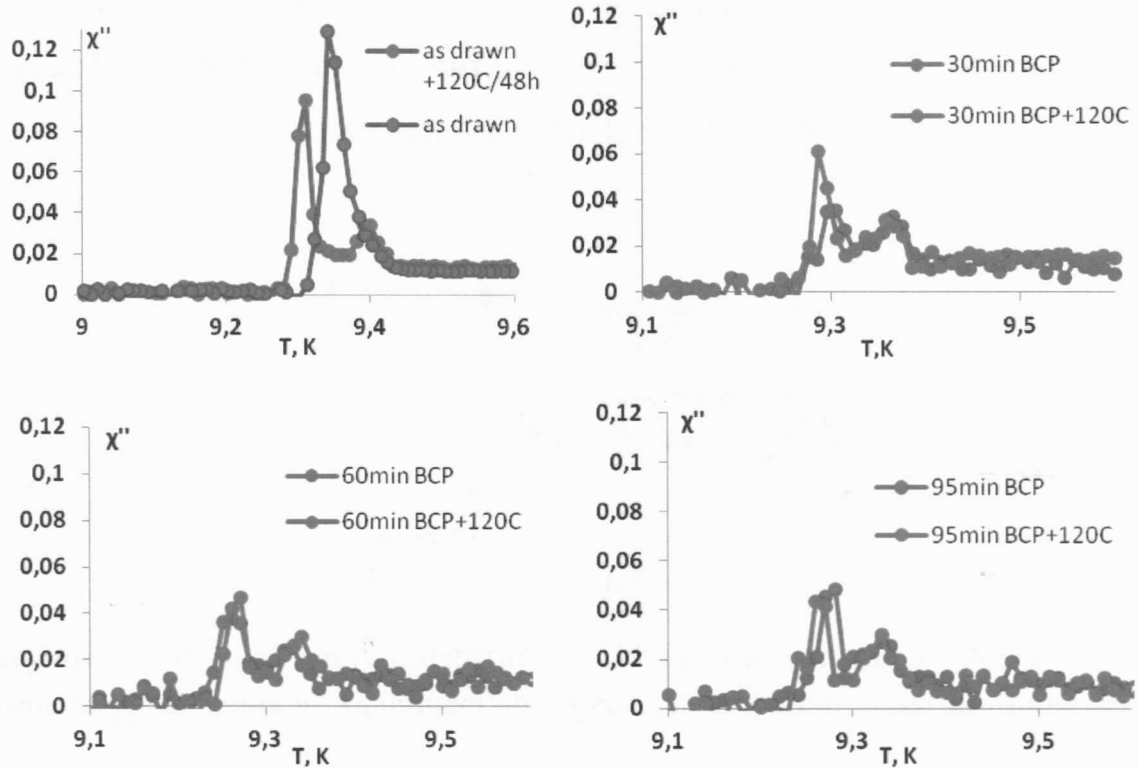


Рисунок 43: Графики зависимости мнимой части восприимчивости от температуры до и после прокалки при 120⁰С – ВСП

Автором дается следующая трактовка полученных результатов. Особенности полировки травлением таковы, что процесс наиболее интенсивно проходит на выступах границ зерен, где наблюдаются самые большие искривления поверхности. В случае же электрополировки процесс происходит более равномерно по поверхности. Учитывая, что диффузия через границы зерен происходит быстрее чем через сами зерна, то можно предположить, что в ходе полировки по методу ВСП водород и сопутствующие дефекты (кислород, комплексы вакансии-водород) попадают в границы зерен и закрепляются там. Прокалка не изменяет структуру пиков, т.к. дефекты остаются в границах зерен. В случае полировки по методу EP границы зерен

загрязняются только после прокалки. Чтобы проверить сделанные выше предположения был проведен эксперимент с монокристаллическим ниобием, обработанным методом ВСП (рис.44). Оказалось, что и до и после прокалки зависимость мнимой части магнитной восприимчивости от температуры имеет один пик, что подтверждает высказанную гипотезу о генезисе пиков.

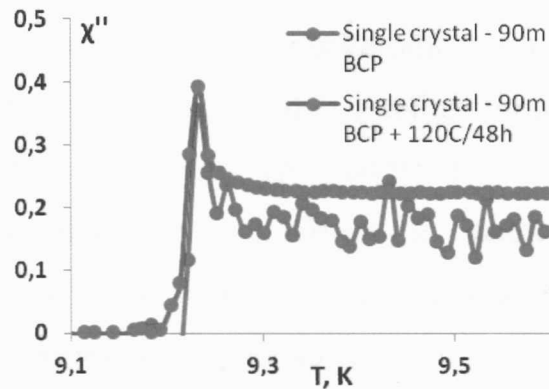


Рисунок 44: Мнимая часть магнитной восприимчивости как функция температуры – монокристаллический образец после полировки методом ВСП

Таким образом, основываясь на известных данных по тестам резонаторов, а также результатам представленным в диссертационной работе, автором предложена следующая модель механизма прокалки и возникновения HFQS. В местах с высокой плотностью дислокаций происходит скопление атомов водорода и/или кислорода, попадающих в ниобий в ходе химических полировок. Из-за локального понижения критического поля и повышения параметра Гинзбурга-Ландау в этих местах происходит проникновение магнитного потока на самых крупных искривлениях. По мере увеличения амплитуды РЧ поля все больше и больше углов вовлекается в потери – наблюдается HFQS. При этом полировка приводит к тому, что в случае травления границы зерен уже заполнены точечными дефектами – продуктами полировки, а в случае электрополировки эти дефекты находятся в зернах. В ходе прокалки ниобия обработанного по методу травления

взаимодействия водорода (кислорода) с дефектами не происходит и потери остаются неизменными. В случае же прокатки ниобия обработанного по методу электрополировки происходит захват атомов водорода (кислорода) точечными дефектами. Это приводит к повышению критического поля и увеличению длины свободного пробега. В то же время резонаторах отполированных методом ВСП изготовленных из крупнозернистого ниобия прокатка позволяет убрать потери, что также объяснимо в предложенной нами парадигме. В случае крупнозернистого ниобия прошедшего подготовку травлением, из-за недостатка границ зерен большинство точечных дефектов – продуктов полировки попадает в объем и является доступным для дальнейшего захвата атомов водорода (кислорода). Основные моменты изложенных процессов отражены в рис. 45.

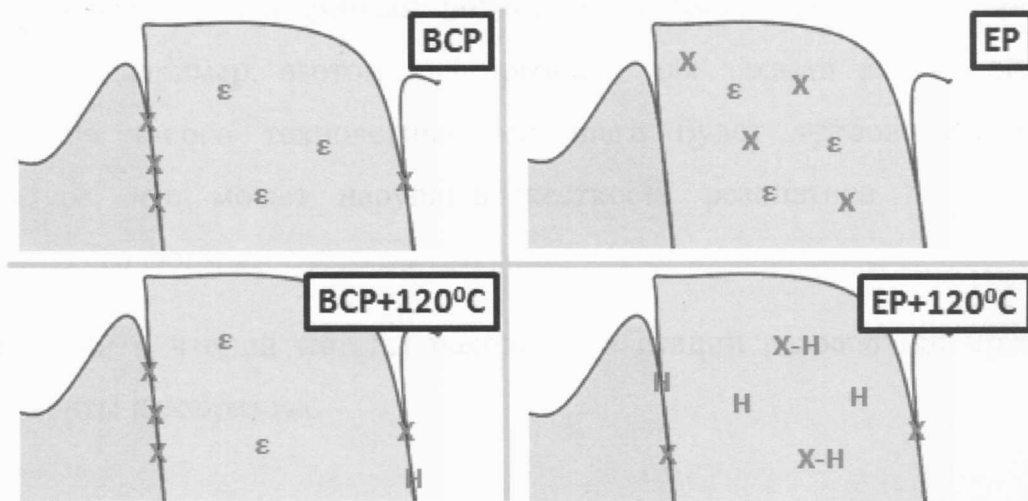


Рисунок 45: Схематичное изображение микроструктурных превращений в ходе химических полировок и прокатки. Н – водород, ϵ – гидрид ниобия, X – неизвестный продукт полировки

3.1.5. Предложения по усовершенствованию технологии обработки резонаторов по результатам Главы 3.1

Полученные результаты указывают на возможность введения альтернативного способа обработки резонатора способного заменить прокалку при 120°C . Автором вынесено предложение об использовании ультразвуковой энергии вместе тепловой. Предполагается, что энергии ультразвуковой волны может быть достаточно для инициации диффузии и взаимодействия водорода (кислорода) с точечными дефектами. Пробные эксперименты на образцах показывают, что при достаточной плотности энергии можно достичь даже эффекта аннигиляции дислокаций.

В случае химического травления, когда дефекты закреплены на границах зерен, может быть использован подход с допированием нибия точечными дефектами (например, азотом или аргоном) для захвата атомов водорода. Однако для такого технологического шага будет требоваться высокая температура, что может нарушить жесткость резонатора и привести к изменению его формы.

Первый и второй методы находятся в стадии разработки: проводятся эксперименты на образцах.

3.2. Исследование диссипации по механизму наводораживания (Q-disease)

3.2.1. Исследование структуры методом измерения электросопротивления

На рис.46 представлены характерные зависимости электросопротивления от степени деформированности образца (объем полировки в данном случае – 180микрон) при температуре 11К. В соответствии с формулой (2.2.3.1) все изменения в электросопротивлении при этой температуре должны быть связаны с изменениями в концентрации точечных и линейных дефектов в образцах. Стоит выделить несколько особенностей наблюдаемых для всех образцов. Увеличение степени удлинения образца ведет к линейному росту электросопротивления ($\Delta\rho_{21}$) относительно первоначального состояния. Мы связываем этот рост с линейным ростом плотности дислокаций в образце. Так, основываясь на данных статьи [66], максимальная плотность дислокаций в образцах может быть оценена как $4 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Последующая электрополировка (как и химическое травление) приводят к росту электросопротивления ($\Delta\rho_{32}$). Причем эффект тем заметнее, чем выше степень удлинения образца. Мы связываем этот эффект с наводораживанием образцов. Максимальная концентрация водорода, как будет обсуждено позднее, составила ~ 6 ат.%. Отжиг при 800°C имеет дуальный эффект. Для недеформированных образцов наблюдается только небольшое увеличение электросопротивления, в то время как для удлиненных образцов присутствует и рост, и падение электросопротивления ($\Delta\rho_{43}$). Мы связываем рост электросопротивления с диссоциацией оксидного слоя и последующей диффузией кислорода в объем сверхпроводника. Также возможна диффузия продуктов химических полировок. Как обсуждалось в предыдущей главе атомы кислорода и комплексы вакансия-водород могут присутствовать в приповерхностном слое и, как следствие, диффундировать в объем в ходе прокали и отжига. Понижение электросопротивления, скорее всего, обусловлено уменьшением плотности дислокаций. С целью проверить это

предположение для всех образцов был проведен дополнительных отжиг. Как и ожидалось, в этом случае было зарегистрировано только увеличение электросопротивления ($\Delta\rho_{54}$).

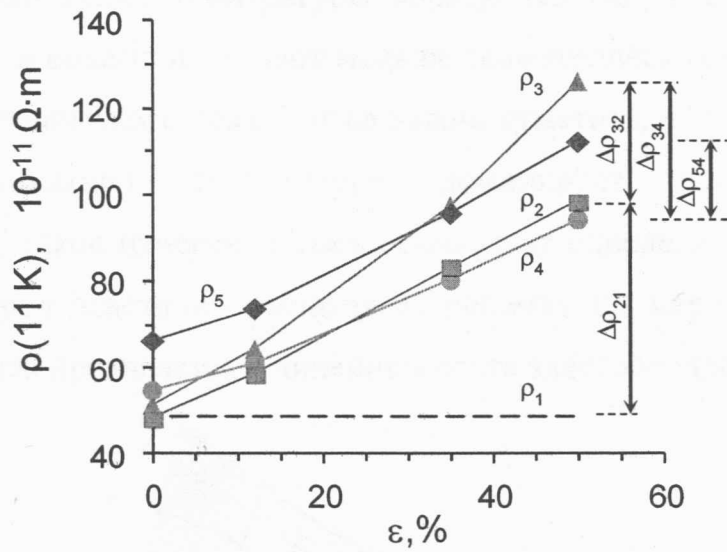


Рисунок 46: Значения электросопротивления (11К) для первоначального состояния образцов – ρ_1 , после деформации – ρ_2 , после EP – ρ_3 и после отжига – ρ_4 и ρ_5

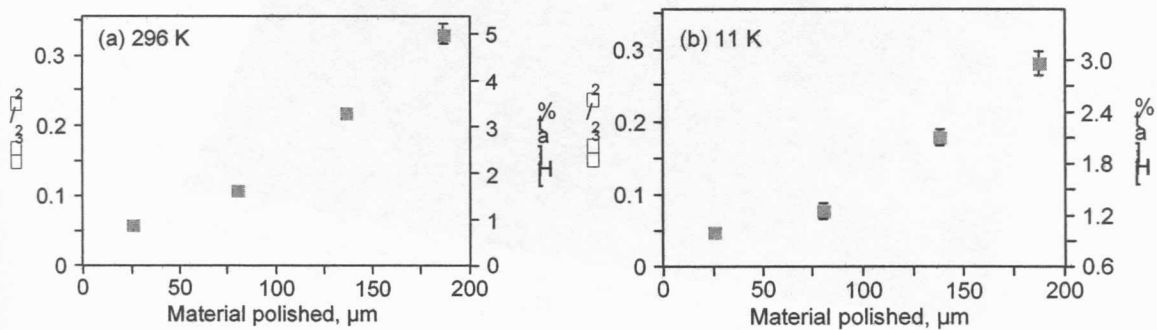


Рисунок 47. Графики зависимости удельного электросопротивления от объема полировки при комнатной температуре (слева) и при 11К (справа)

На рисунке 47 представлены графики зависимости удельного электросопротивления от объема полировки для образцов с относительным удлинением 50%. По аналогии с работами [33,67] эти значения могут быть пересчитаны в концентрацию водорода. Значения, полученные при комнатной температуре несколько выше значений при 11К, что может быть объяснено тем, что при понижении температуры образуются гидриды, которые более "скомпонованы" в объеме и создают меньше геометрических препятствий для протекания электрического тока. Также важно отметить, что, несмотря на то, что при комнатной температуре доминирует электрон-фононное взаимодействие, такое измерение также позволяет определить концентрацию водорода. Водород эластично растягивает решетку по мере увеличения его концентрации, что проявляется в линейном росте электросопротивления.

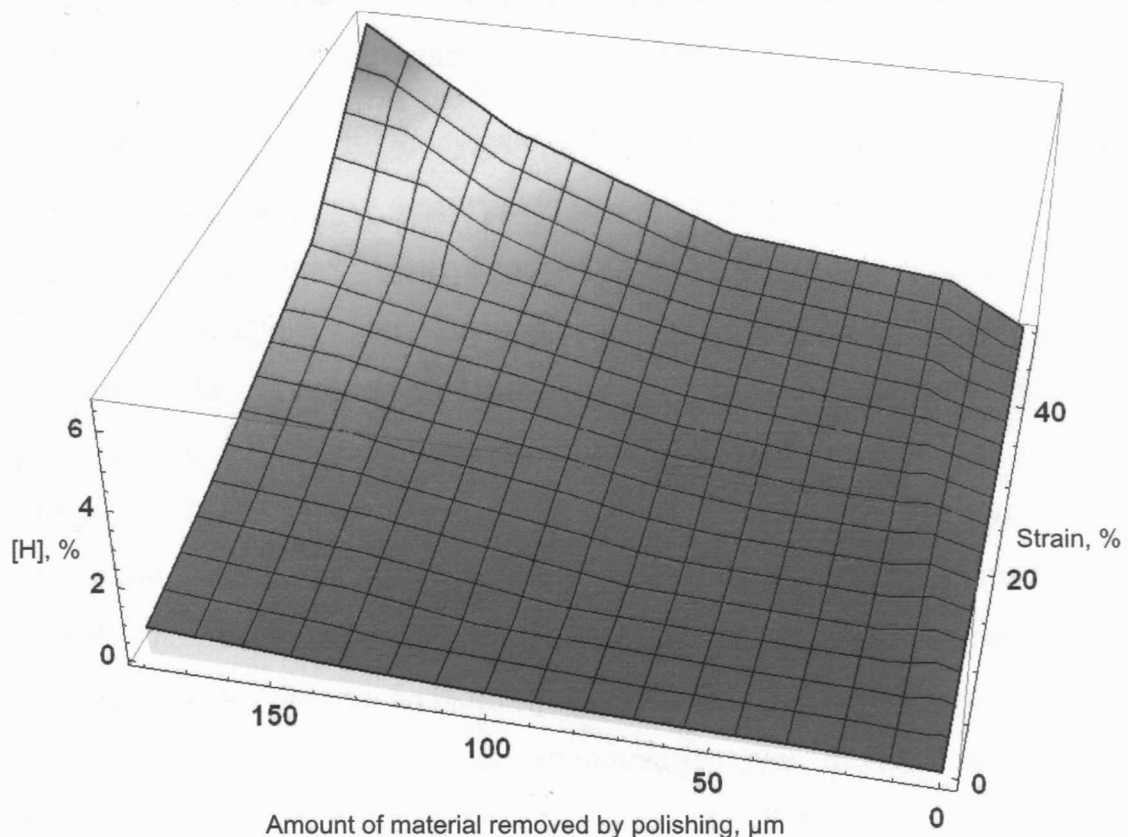


Рисунок 48: Диаграмма абсорбции водорода для процесса электрополировки (диаграмма для метода травления – аналогична): зависимость концентрации водорода от степени деформированности образца и объема полировки

Применив аналогичный анализ ко всем образцам, мы смогли получить объединенную диаграмму абсорбции водорода, как функцию объема полировки и количества дислокаций в материале (рис. 48). Видно, что для недеформированных образцов наблюдается линейный рост электросопротивления в соответствии с известными литературными данными. Для удлиненных образцов наличие дислокаций приводит к отклонению от линейности и усилению наводораживания.

Подобные эффекты наблюдались для различных металлов и раньше [68,69,70], когда в присутствии дислокаций диффузионные процессы проходили быстрее. Таким образом, дислокации выступают в роли "транспортировщиков" водорода в объем ниобия от поверхности. Также стоит отметить, что в случае химического травления диаграмма аналогична. Различия в концентрации составляют не более 10%.

Как уже неоднократно обсуждалось выше, абсорбированный водород, при достаточном понижении температуры, образует различные фазы гидрида ниобия [35]. В измерениях электросопротивления после полировок методами EP и BCP оказалось возможным зарегистрировать такие фазовые превращения. На кривых зависимости изменения сопротивления от температуры (рис. 49) при температуре ниже 200K (граница для образования ϵ -фазы гидрида) были обнаружены характерные скачки. Из представленного рисунка видно, что амплитуда скачков монотонно связана с плотностью дислокаций: фазовый переход тем более проявлен, чем выше степень деформированности образца. Можно предположить, что зарождение гидридов более активно происходит вблизи дислокаций, где локальная плотность водорода выше. Последующая прокатка подавляет проявленные пики, возвращая форму кривой " ρ vs T" к первоначальному виду. Основываясь на полученном результате логично предположить, что эффект присутствия

дислокаций должен быть учтен в объяснении эффекта отжига. Автором предлагается новая парадигма, в которой эффективность отжига объясняется не только дегазацией водорода, а уменьшением плотности дислокаций и, как следствие, уменьшением вероятности образования гидридов.

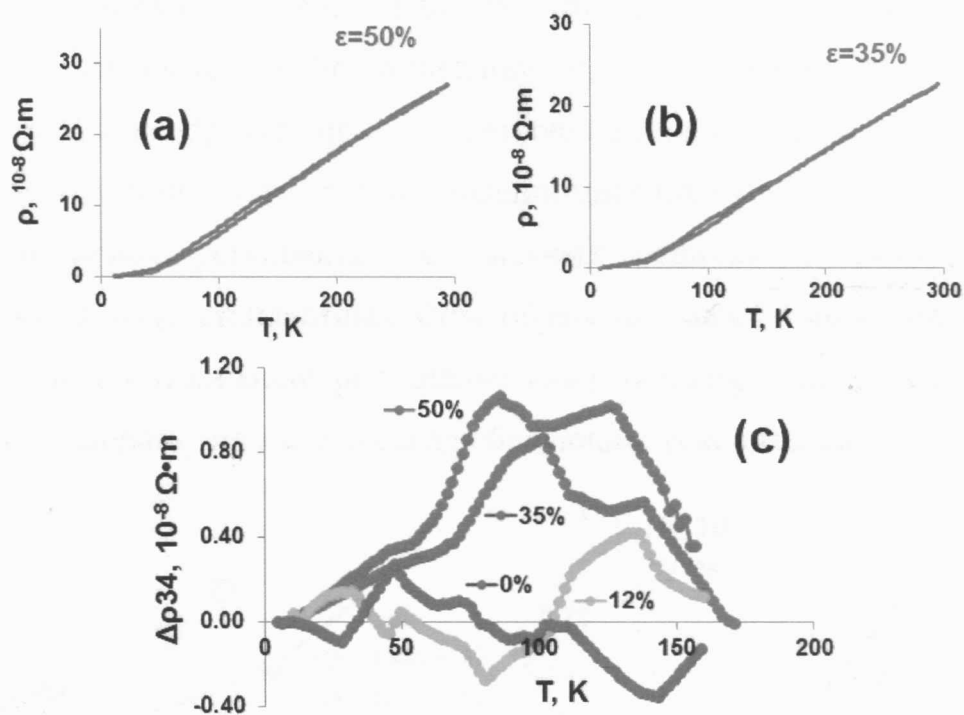


Рисунок 49: Температурные зависимости электросопротивлений после EP и отжига при 800°C . Наблюдается исчезновение фазового перхода для образования гидридов (на примере образцов с объемом электрополировки (180 микрон). Синяя кривая - после EP, красная - после прокатки (идентична кривой до EP)

Все вышеизложенные измерения были сделаны для мелкозернистого ниобия. Результаты, полученные с монокристаллическим ниобием, имеют ряд характерных отличий. Как видно из рисунка 50, в монокристаллическом ниобии концентрация водорода примерно на 30% выше, чем в поликристаллическом. Мы предполагаем, что это связано с тем, что границы

зерен являются центрами для сбора водорода. Таким образом, можно сделать вывод, что примерно 30% абсорбированного водорода оседает на границах зерен в поликристаллическом ниобии после химических полировок. Эффективность отжига также зависит от размера зерен. Для мелкозернистого ниобия удается убрать примерно 60% дислокаций, для монокристаллического – 30%. Известно, что при достаточном повышении температуры дислокации либо аннигилируют, либо выходят на поверхность. В случае, когда в образце присутствует большое количество границ зерен, процесс уменьшения плотности дислокаций идет более активно. Полученные данные помогают установить ряд важных отличий в микроструктуре резонаторов в ходе стандартных СРЧ обработок между мелкозернистым и крупнозернистым (или монокристаллическим) ниобием. Эти данные помогут более точно выбрать тип материала для будущих ускорительных проектов.

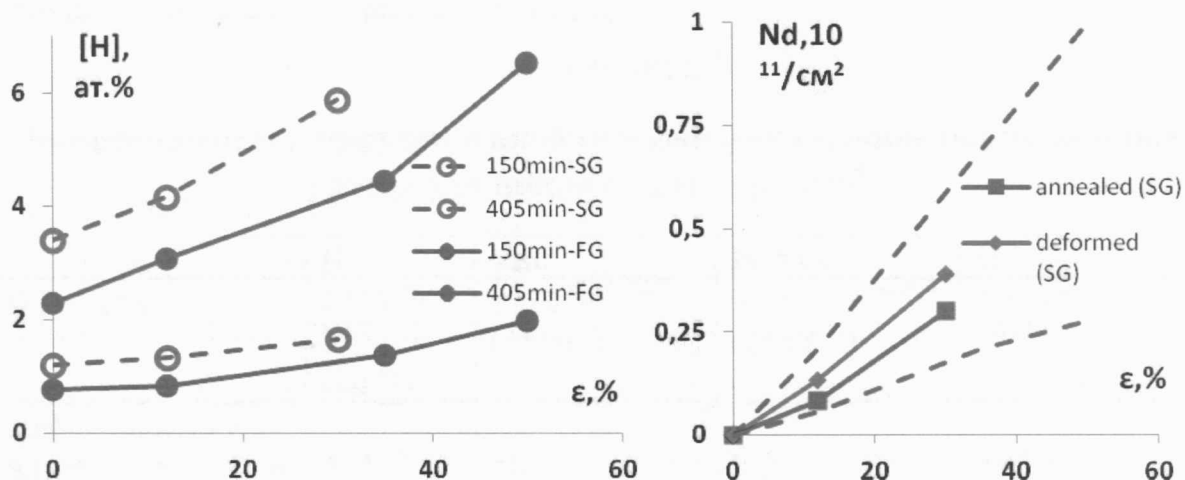


Рисунок 50: Сравнение моно-и поли - кристаллического образцов.

Концентрация водорода после электрополировки (слева) и плотность

При внимательном рассмотрении роста электросопротивления после первого отжига, можно заметить, что рост имеет зависимость от времени электрополировки ($\Delta\rho_{43}$). После второго отжига сохраняется аналогичная зависимость ($\Delta\rho_{54}$), однако изменения сопротивления выше. Так как изменения

сопротивления значительно выше, чем можно ожидать от распада оксидного слоя, и есть зависимость от продолжительности электрополировки – мы предполагаем, что в процессе EP (равно как и в процессе ВСП) не только водород, но и некий дополнительный тип дефектов проникает в образец. Именно этот тип дефектов и вызывает рост электросопротивления после отжига. Предположительные концентрации возможных видов дефектов представлены на рис.51: после первого отжига мелкозернистого EP-образца и после второго отжига мелкозернистого EP-образца, монокристаллического EP-образца и мелкозернистого ВСП-образца. Видно, что в случае полировки методом ВСП концентрации дополнительных дефектов выше, чем в случае полировки методом EP (даже с учетом того, что полировка методом травления проходит в два раза быстрее и наклон кривой в два раза меньше). В тоже время, как было показано ранее, количество водорода после полировок методами ВСП и EP в образцах сравнимо.

Таблица 3

Коэффициенты диффузии в ниобии и соответствующие диффузионные длины для цикла отжига при 800⁰С

	H	Vac	H-Vac	O
D [м²/сек]	$2 \cdot 10^{-6} e^{-\frac{813}{T}}$ (10 ⁻⁶)	$1 \cdot 10^{-5} e^{-\frac{6400}{T}}$ (3*10 ⁻⁸)	$3.1 \cdot 10^{-7} e^{-\frac{9300}{T}}$ (2*10 ⁻¹¹)	$1.5 \cdot 10^{-6} e^{-\frac{14520}{T}}$ (1.7*10 ⁻¹²)
диффузионная длина в ходе отжига [мм]	474	48	2.2	0.4

Последовательный рост концентрации дефектов после первого и второго отжига предположительно связан с недостаточной длиной диффузии в течение отжига. Характерные диффузионные длины для различных дефектов приведены в таблице 3. Видно, что в случае кислорода объяснение недостаточной диффузионной длины более предпочтительно, однако значение

диффузионной длины для комплекса вакансии – водород также составляет порядка размера образца.

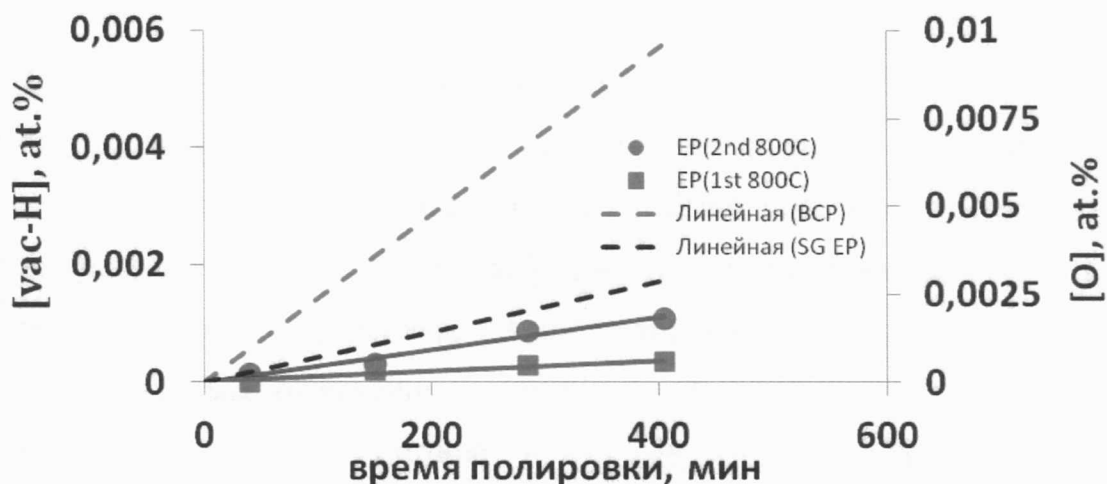


Рисунок 51: Предполагаемая концентрация дополнительных дефектов проникающих в ниобий в ходе химических полировок

3.2.2 Предложения по усовершенствованию технологии обработки резонаторов по результатам Главы 3.2

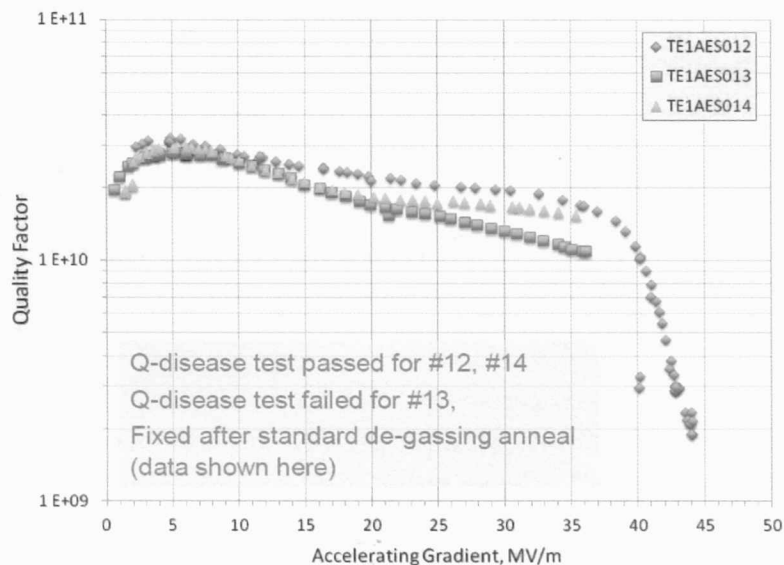


Рисунок 52: Тестовые данные трех резонаторов после длительного охлаждения. Резонаторы были изготовлены по предложенной нами технологии предварительного отжига полуячеек

Принимая во внимание результаты экспериментов по измерению электросопротивления, мы предположили альтернативный метод обработки резонаторов – предварительный отжиг полуячеек. Ожидалось, что такой подход приведет к уменьшению наводораживания, т.к. отжиг значительно уменьшит плотность дислокаций в образце, а также с пониженной концентрацией водорода, приведет к уменьшению вероятности образования гидридов и, соответственно, потерь добротности. По предложенной технологии были подготовлены три резонатора и протестированы специальным образом с продолжительным охлаждением до гелиевой температуры. Два из трех резонаторов показали отсутствие признаков Q-disease (рис.52), третий резонатор потребовал дополнительного отжига.

Заключение

Основные результаты диссертационной работы:

1. Разработан и введен в обращение новый метод описания шероховатости, который состоит в вычислении углов, соответствующих изломам поверхности на субмикронных пространственных масштабах. Функция распределения значений таких углов, построенная для ячейки резонатора, служит интегральной характеристикой состояния его поверхности.
2. На основе распределения значений углов предложено обновленное объяснение механизма потерь HFQS. Диссипация описывается как проникновение магнитных вихрей Абрикосова на локальных изломах поверхности сверхпроводника. В приближении однородной дефектности структуры поверхности сверхпроводника модель хорошо согласуется с экспериментальными данными при следующих значениях критического поля и параметра Гинзбурга-Ландау: $H_c \sim 130 \text{ мТл}$, $\kappa \sim 5$.
3. По анализу данных температурных карт показано, что только малая часть поверхности (максимум 1% от площади внутренней поверхности ячейки) вовлечена в диссипацию по механизму HFQS.
4. Необходимым и достаточным условием возникновения потерь по механизму HFQS в локальной области поверхности сверхпроводящего ниобия является наличие больших углов изломов на поверхности и наличие в ней дефектной микроструктуры. Причем состояние микроструктуры играет решающую роль в возникновении потерь.
5. Результаты исследования по методу дифракции обратно-рассеянных электронов на образцах, вырезанных из стенок резонатора, демонстрируют наличие локальных кластеров дислокаций. Такие кластеры, с закрепленными на них точечными дефектами, могут выступать в качестве объектов

приводящих к понижению критического поля и повышению параметра Гинзбурга-Ландау.

6. По данным измерений электрического сопротивления ниобиевых образцов сделан вывод о том, что присутствие дислокаций ведет к усиленному наводороживанию материала и более активному образованию в нем гидридов. Отжиг при 800°C значительно уменьшает плотность дислокаций и подавляет образование гидридов, в результате чего потери по механизму Q-disease отсутствуют.

7. Внесено предложение производить отжиг резонатора до электрополировки (или до химического травления). Эксперименты, проведенные с тремя тестовыми резонаторами, указывают на перспективность такого технологического решения.

8. Дано объяснение различия в эффективности процедуры прокали для ниобия, первоначально обработанного методами электрополировки и химического травления.

9. Предложен и начал разрабатываться технологический шаг, альтернативный к прокалке при 120°C . Вынесено предложение по обработке ниобия ультразвуком, чтобы освободить атомы кислорода и/или комплексы вакансия-водород из потенциальных ям вблизи дислокаций.

10. Внедрение предложенных альтернативных процедур обработки и тщательный контроль плотности дислокаций в стенках ниобиевого резонатора должны обеспечить достижение максимально возможных значений добротности и ускоряющего напряжения и способствовать удешевлению технологического процесса.

В заключение автор выражает благодарность всем сотрудникам технического отдела Фермилаба. В особенности хотелось бы сказать добрые слова в адрес Виктора Александровича Ярбы и Лэнса Кули. Также хотелось бы выразить благодарность Александру Вениаминовичу Шемякину и Владимиру Дмитриевичу Шильцеву.

Автор также выражает глубокую признательность своему научному руководителю Андрею Васильевичу Аржанникову.

Автор выражает благодарность коллегам из Флоридского Государственного Университета в лице доктора З.Х.Сунга за помощь в проведении эксперимента по измерению магнитной восприимчивости.

Литература

1. Adolphsen C et al. 2013 The International Linear Collider Technical Design Report, Vol. 3 – Accelerator, Part I: R&D in the Technical Design Phase, Section 2.3. <http://www.linearcollider.org/ILC/Publications/Technical-Design-Report>
2. Schlander F, Aderhold S, Elsen E, Reschke D, and Wenskat M 2011 Quality assessment for industrially produced high-gradient superconducting cavities, Proceedings of IPAC2011, San Sebastián, Spain, p. 275, <http://accelconf.web.cern.ch/Accelconf/IPAC2011/papers/mopc085.pdf>
3. Kneisel P, Amato J, Kirchgessner J, Nakajima K, Padamsee H, Phillips L, Recce C, Sundelin R, and Tigner M 1985 Performance of Superconducting Storage Ring Cavities IEEE Trans. Magn. **21** 1000; Kneisel P 1999 High gradient superconducting niobium cavities: A review of the present status IEEE Trans. Appl. Supercond. **9** 1023
4. Saito K, Inoue H, Kako E, Fujino T, Noguchi S, Ono M, and Shishido T 1998 Superiority of Electropolishing over Chemical Polishing on High Gradients Particle Accelerators **60** 193.
5. G Ciovati and P Kneisel, Measurement of the high-field Q drop in the TM_{010} and TE_{011} modes in a niobium cavity, Phys. Rev. STAB, **9**, 042001 (2006).
6. L Lilje, Experimental Investigations on Superconducting Niobium Cavities at Highest Radiofrequency Fields, Phd Thesis, Hamburg (Germany), (2001) <http://lss.fnal.gov/archive/other/thesis/desy-thesis-2001-034.pdf>
7. B Visentin et al., Cavity baking: a cure for the high accelerator field Q_0 drop, Proc. of the 1999 Workshop on RF Superconductivity - Santa Fe (USA), pp.198-202 (1999) <http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF99/papers/tup015.pdf>
8. L Lilje, Experimental Investigations on Superconducting Niobium Cavities at Highest Radiofrequency Fields, Phd Thesis, Hamburg (Germany), (2001) <http://lss.fnal.gov/archive/other/thesis/desy-thesis-2001-034.pdf>
9. G Ereemeev, Study of high field Q Slope using thermometry, PhD thesis, Cornell(USA), (2008)

http://www.lns.cornell.edu/Research/AP/SRF/rsrc/LEPP/Research/AP/SRF/GrigoryEremeev/Grigory_Eremeev_PhD.pdf

10. P Kneisel, Progress on large grain niobium – ingots and sheet and review of progress on large grain and single grain niobium cavities, Proc. of SRF 2007 - Beijing(China), pp.728-733 (2007)
<http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/srf2007/PAPERS/TH102.pdf>
11. B Visentin, Review on Q-Drop Mechanism, Int. Workshop on Thin Films - Padua (Italy), (2006)
<http://www.lnl.infn.it/~master/thinfilms/index.php?cont=agenda10>
12. E Toropov and D Sergatskov, Optical inspection of SRF cavities at Fermilab, Proc. of SRF 2011 –Chicago (USA), pp.515-518 (2011)
<http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF2011/papers/tupo053.pdf>
13. A Dacca, Surface composition of niobium for SRF cavities, PhD thesis, Genova (Italy), (2000)
14. R Ballantini et al., Improvement of the maximum field of accelerating cavities by dry oxidation, Proc. of the 1999 workshop on RF superconductivity - Santa Fe(USA), pp.211-217(1999)
<http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF99/papers/tup018.pdf>
15. TB Massalski et al., Binary alloy phase diagrams, ASM international, Materials park (USA), (1990)
<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/adma.19910031215/abstract>
16. H Tian, Surface studies on niobium for superconductivity radio frequency (SRF) accelerator, PhD thesis, Norfolk (USA), (2008)
<http://www.wm.edu/as/appliedscience/documents/HuiTian.pdf>
17. CZ Antoine, Overview of Surface Measurements: What Do Surface Studies Tell Us About Q- Slope?, Workshop on Pushing the Limits of RF Superconductivity – Argonne (USA), (2004)
<http://www.aps.anl.gov/News/Conferences/2004/RFSC-limits/Presentations.html>
18. A Romanenko and LV Goncharova, Elastic Recoil Detection Studies of Near-Surface Hydrogen in Cavity-Grade Niobium, Super. Sci. Tech. **24** 105017 (2011)

19. T. Tajima et al, Q -disease: insights from 350MHz spoke cavities tests and ERD analysis of hydrogen in niobium, Proc. of the 11th workshop on RF superconductivity - Lubeck (Germany), pp.655-657 (2003)
<https://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF2003/papers/thp19.pdf>
20. A Dacca, Surface composition of niobium for SRF cavities, PhD thesis, Genova (Italy), (2000)
21. H Tian, Surface oxide on solid niobium for superconducting RF accelerators using variable photon energy XPS, SRF materials workshop, Fermilab (USA), (2007)
http://tdserver1.fnal.gov/project/workshops/RF_Materials/talks/Hui%20Tian_Fermitalk_52307.pdf
22. G Ciovati, Improved oxygen diffusion model to explain the effect of low temperature baking on high field losses in niobium superconducting cavities, Appl. Phys. Lett. **89** 022507 (2006)
23. CC Koch et al, Effects of interstitial oxygen on the superconductivity of niobium, Phys. Rev. B **9**(3), (1974)
24. G Ciovati, Investigation of the Superconducting Properties of Niobium Radio-Frequency Cavities, PhD Thesis, Norfolk (USA), (2005)
<http://adsabs.harvard.edu/abs/2005PhDT.....170C>
25. G Ciovati, Review of frontier workshop and Q-slope results, Proc. of the 12th International workshop on RF superconductivity - Cornell (USA), pp.167-174 (2005)
26. J Knobloch et al, High field Q Slope in superconducting cavities due to magnetic field enhancement at grain boundaries, Proc. of the 1999 Workshop on RF Superconductivity - Santa Fe (USA), pp.77-91 (1999)
<http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF99/papers/tua004.pdf>
27. B Visentin, Low, Medium and High Field Q-Slopes Change With Surface Treatments, Workshop on Pushing the Limits of RF Superconductivity - Argonne (USA), (2004) <http://www.aps.anl.gov/News/Conferences/2004/RFSC-Limits/Presentations.html>

28. G Horz et al, Physics data: gases and carbon in metals. Part VII: Nb (1981)
29. A Romanenko, Review of High Field Q-slope, Surface measurements, Proc. of SRF 2007 - Beijing(China), pp.75-81 (2007)
<http://accelconf.web.cern.ch/accelconf/SRF2007/PAPERS/TU103.pdf>
30. M Delheusy, X-ray investigation of Nb/O interfaces, PhD thesis, Paris (France), (2008) http://elib.uni-stuttgart.de/opus/volltexte/2009/4232/pdf/PhDthesis_DelheusyM.pdf
31. T Higuchi and K Saito, Hydrogen absorption in electropolishing of niobium, AIP Conf. Proc. **671** 203 (2003)
<http://adsabs.harvard.edu/abs/2003AIPC..671.203H>
32. RE Ricker and GR Myneni, Evaluation of the propensity of niobium to absorb hydrogen during fabrication of superconducting radio frequency cavities for particle accelerators, J. Res. Nat Inst. Stand. Technol., **115** 353 (2010)
33. S Isagawa, Hydrogen absorption and its effect on low temperature electric properties of niobium, J. Appl. Phys., **51** 4460 (1980)
34. C.Z. Antoine et al, "The role of atomic hydrogen in Q degradation of Nb ", SRF workshop, (1991)
35. FD Manchester and JM Pitre, Phase diagrams of binary hydrogen alloys, ASM International Publications, Metals park (USA), (2000)
36. A Romanenko et al, Proximity breakdown of hydrides in superconducting niobium cavities, Super. Sci. Tech. **26** 035003 (2013)
37. Bonin B and Röth RW 1992 Q degradation of niobium cavities due to hydrogen contamination, Particle Accelerators **40** 59; Antoine CZ, Aune B, Bonin B, Cavedon JM, Juillard M, Godin A, Henriot C, Leconte P, Safa H, Veryssiere A, The role of atomic hydrogen in Q-degradation of niobium superconducting RF cavities: Analytical point of view Op. Cit. 616
38. Moffat D, Barnes P, Kirchgessner J, Padamsee H, Potts J, Rubin D, Sears J, Shu Q, and Proch D 1991 Increase in RF surface resistance of niobium as a result of acid treatment, Proc. 1991 Particle Accelerator Conference (IEEE Service Center, N.J.) p. 2414
39. Knobloch J and Padamsee H 1998 Enhanced susceptibility of Nb cavity equator

welds to the hydrogen related Q-virus, Proceedings of the 1997 Workshop on RF superconductivity, Padova, Italy (Palmieri V and Lombardi A ed., INFN, Legnaro), p. 434

40. Higuchi T and Saito K 2003 Hydrogen absorption in electropolishing of niobium AIP Conf. Proc. **671** 203; Paul RL, Chen-Mayer HH, and Myneni GR 2003 Determination of hydrogen in niobium by cold neutron prompt gamma-ray activation analysis and neutron incoherent scattering op. cit. 151
41. Ricker RE and Myneni GR 2010 Evaluation of the propensity of niobium to absorb hydrogen during fabrication of superconducting radio frequency cavities for particle accelerators J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. **115** 353
42. Higuchi T, Saito K, Yamazaki Y, Ikeda T, and Ohgushi S 2003 Hydrogen Q-disease and electropolishing, in Proc. 10th Workshop on RF Superconductivity, Tsukuba, Japan (edited by Noguchi S et al., KEK, Tsukuba, Japan) 427
43. Pfeiffer G and Wipf H 1976 The trapping of hydrogen in niobium by nitrogen interstitials J.Phys.F: Metal Phys, **6**(2) 167
44. Welter JM, and Schondube F 1983 A resistometric and neutron diffraction investigation of the Nb-H system at high hydrogen concentrations J. Phys. F: Metal Phys. **13**(2) 529
45. Zabel H and Peisl J 1979 The incoherent phase transitions of hydrogen and deuterium in niobium J.Phys.F: Metal Phys. **9**(7) 1461
46. Sorokina, et al., Journ.Exp and Theoret.Phys, v.91, #2, 324-331(2000)
47. Shi SQ and Li WB 1985 Studies of hydrogen trapped by nitrogen or oxygen in niobium with ultrasonic attenuation technique and resistivity measurements Le Journal de Physique Colloques **46**(C10) C10-91
48. Heuser BJ and Chen WC 1999 Effect of lattice defects and temperature transition rates on the deuteride (hydride) particle morphology and phase transformation thermal hysteresis in niobium J. Phys.: Condens. Matter **11** (38) 7195.
49. G.Steyrer and J.Peisl, Europhys. Let., 2(11),835-841,(1986)

50. Ford D, Cooley LD, and Seidman DN 2013 First-principles calculations of niobium hydride formation in superconducting radio-frequency cavities *Supercond. Sci. Technol.* **26** 095002
51. Ford DC, Cooley LD, and Seidman DN 2013 Suppression of hydride precipitates in niobium superconducting radio-frequency cavities *Supercond. Sci. Technol.* **26** (to appear)
52. F Barkov et al, Precipitation of hydrides in high purity niobium after different treatments, *J. Appl. Phys.* **114** 164904 (2013)
53. Paxton HW, Sheehan JM, and Babyak WJ 1959 Observation on the niobium (columbium)-hydrogen system *Trans.Met. Soc. AIME* **215** 725; Komjathy S 1960 The niobium-hydrogen system *J. Less Common Metals* **2**(6) 466
54. Koike H, Shizuku Y, Yazaki A, and Fukai Y 2004 Superabundant vacancy formation in Nb-H alloys; resistometric studies *J. Phys.: Condens. Matter* **16**(8) 1335
55. Čížek J, Procházka I, Bečvář F, Kužel R, Cieslar M, Brauer G, Anwand W, Kirchheim R, and Pundt, A 2004 Hydrogen-induced defects in bulk niobium *Phys. Rev. B* **69**(22) 224106; 2005 Hydrogen-induced defects in niobium studied by positron annihilation spectroscopy *J. Alloys Comp.* **404** 580
56. Fukai Y and Sugimoto H 2007 Formation mechanism of defect metal hydrides containing superabundant vacancies *J. Phys.: Condens. Matter* **19** 436201
57. A Romanenko and H Padamsee, The role of near surface dislocations in the high magnetic field performance of superconducting niobium cavities, *Super. Sci. Tech.* **23** 045008 (2010)
58. J. Knobloch, R.L. Geng, M. Liepe, and H. Padamsee. High-field Q slope in superconducting cavities due to magnetic field enhancement at grain boundaries. SRF 1999, Santa Fe, NM
59. Cooley LD, Burk D, Cooper C, Dhanaraj N, Foley M, Ford D, Gould K, Hicks D, Novitski R, Romanenko A, Schuessler R, Thompson C, and Wu G 2011 Impact of forming, welding, and electropolishing on surface finish of niobium coupons and superconducting RF cavity equator regions *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **21** 2609

60. Buzdin A and Daumens M 1997 Electromagnetic pinning of vortices on different type of defects *Physica C* **294** 257-269
61. Aladyshkin AY, Melnikov AS, Shereshevsky IA and Tokman ID 2001 What is the best gate for vortex entry into type-II superconductor? *Physica C*, **361**(67)
62. Vodolazov DYu 2000 Effect of surface defects on the first field for vortex entry in type-II superconductors *Phys.Rev.B*, **62** 8691
63. Rabinowitz M 1971 Analysis of critical power loss in a superconductor *J.Appl.Phys*, **42** 88
64. Sakamoto N, Akune T and Matsumoto Y 2009 AC susceptibility studies of grain-aligned superconductors by grained Bean model 25th International Conference on Low Temperature Physics **150** 052221
65. Salamati H and Amighian J 1998 Ac-Susceptibility of Granular Superconductors *J.Sci & Technol.* **6(1)**:1-5
66. Sokolenko VI 1999 On the contribution of dislocations to the resistivity of niobium *Low Temperature Physics* **25(4)** 263
67. Westlake DG 1969 Mechanical behavior of niobium (columbium) – hydrogen alloys *Trans. Metall..Soc. AIME* **245** 287
68. Reuther TC and Aachter MR 1970 Dislocation diffusion in niobium (columbium) single crystals. *Metallurgical and Materials Transactions B* **1(6)** 1777
69. Love GR 1964 Dislocation pipe diffusion *Acta Metallurgica* **12(6)** 731
70. Mehrer H 2007 Dislocation Pipe Diffusion, *Diffusion in Solids: Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes* (Springer Series in Solid-State Sciences, vol. 155, Springer Berlin Heidelberg) 583-591
71. Dzyuba A, Romanenko A and Cooley LD 2010 Model for initiation of quality factor degradation at high accelerating fields in superconducting radio-frequency cavities *Supercond. Sci. Technol.* **23(12)** 125011
72. Dzyuba A and Cooley LD 2014 Combined effects of cold work and chemical polishing on the absorption and release of hydrogen from SRF cavities

inferred from resistance measurements of cavity grade niobium *Supercond. Sci. Technol.* **27**(3) 035001

73. Sung ZH, Dzyuba A, Lee PJ, Larbalestier DC and Cooley LD 2014 Evidence for a second superconducting transition in niobium resulting from combinations of cold work, chemical polishing, and heat treatment *Supercond. Sci. Technol.* (отправлен в журнал)
74. Дзюба А.В. и Аржанников А.В., Сверхпроводящие резонаторы: потери добротности на высокой напряженности ускоряющего поля. ISSN 1818-7994, Вестник Новосибирского государственного университета. Серия: Физика, 2014, Том.9, выпуск 2, с.22-35