

[P 30–30]

A Role of the Mechanical Polishing in the Surface Treatment of Superconducting Niobium RF Cavities

Kenji SAITO, Tamao HIGUCHI*, Takafusa SUZUKI*, Shuichi NOGUCHI, Masaaki ONO, Eiji KAKO, Toshio SHISHIDO, Hitoshi INOUE, Yoshisato FUNAHASHI and Takeo FUJINO

KEK : National Laboratory for High Energy Physics

1-1, Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305, Japan

*Nomura Plating Co. Ltd. : 5, Satsuki-cho, Kanuma-shi, Tochigi-ken, 322, Japan

Abstract

As well known, the surface of superconducting RF cavities has to be defect less and clean due to the extremely small surface resistance. Electropolishing or chemical polishing has been used to finish the surface. In the TRISTAN-I SC-project, we used buffing to the whole half cell surfaces as the pre-finishing of the electropolishing. We believe the process to be useful for the quality control of the cavity, but it is not clear yet. We have started to investigate the role of this mechanical polishing in the surface treatment. We first describe about observation of the surface defects made by deep drawing and estimation of the depth. We report the cavity performance for which barrel polishing was used to remove the defect surface prior to the chemical process, then discuss the role of the mechanical grinding.

ニオブ超伝導空洞の表面処理に於ける機械研磨の役割

1. はじめに

よく知られているように、超伝導空洞の表面抵抗は常伝導空洞より5-6桁小さい。それだけに空洞の性能は表面状態に強く依存する。高性能の空洞を作るためには、表面欠陥の無い、清浄面を作らなくてはならない。そのために表面処理の研究に開発の多くが費やされている。空洞の表面処理として機械研磨（バフ研磨、バレル研磨）、化学研磨（CP）や電解研磨（EP）などが使われているが、どの方法が最適か尚不明な点が多い。また、空洞性能を確保するために必要な研磨量についても十分わかっていない。今後、空洞製作コストの低減を図る上で、合理的な表面処理法の選択が重要であり、簡単な研磨法を使ってできる限り少ない研磨量で空洞性能を確保する必要がある。最近の我々の研究では化学研磨のみで100 μ m研磨した場合と機械研磨と電解研磨の併用（total 50 μ m）とでは空洞性能上、有意な差が見られた。すなわち、後者の方が少ない研磨量にもかかわらず、良い結果が得られることが統計的に確認された。本論文では、この実験結果について報告する。さらに、その差異の発生原因を探るべく、二三のサンプル・テストの結果を示し、機械研磨の重要な役割に言及する。

2. 加工面の表面観察、加工変質層の評価

空洞の表面を研磨するのは、当然のことながら成型工程等の空洞製作時に発生した表面加工変質層（あるいは表面欠陥層）を除去するためである。しかし、実際にこの層の厚みがどれ程あるのか定量的に分かっていないの

が現状である。空洞性能の確保のためには、これまで経験的に100 μ m程研磨が必要と思われるが、合理的な表面処理法の確立のためには、この必要研磨量を定量的に押さえなければならない。

1) 成型時に発生する表面欠陥の観察

まず、成型工程で本当に表面欠陥が発生するかを確認しておく必要がある。深絞り成型されたニオブ製ハーフ・セルをマイクロハイスコープ[1]を使って観察した。図1に観察写真（12倍）を示す。観察写真は、最も伸び加工（20%）を受けるアイリス付近のものである。この部位には他のどのハーフ・セルにも共通に、驚くほど多くの粒界滑りや粒界割れ（クラック）が観察された。しかし、

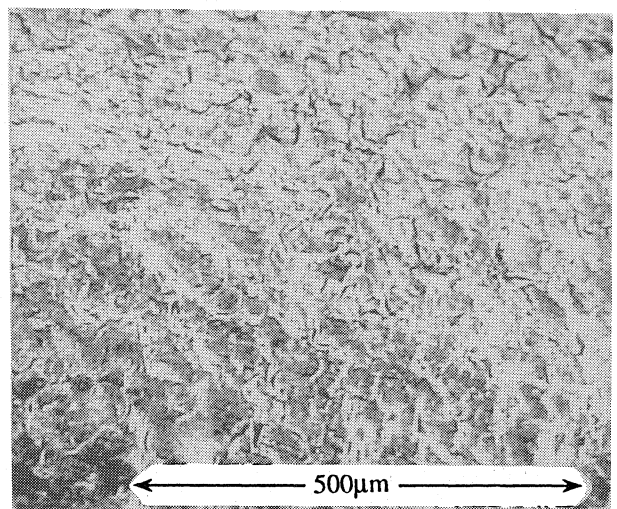


図1. ハーフ・セル成型時に発生した表面欠陥。

赤道部など他の場所には、そのような欠陥は顕著でなかった。

2) X線表面応力測定による表面欠陥厚み深さ評価

加工変質層の厚さを評価するために二つの方法を試みた。一つは、X線を使った方法である。加工変質を受ければ応力が発生するので、表面応力分布を調べれば加工変質層の厚みが推定できる。X線による応力測定原理を簡単に示す。ブラッグの式としてよく知られているように、X線の波長 (λ)、結晶面間隔 (d) とその反射角 (θ) との間には、次の関係が成立する。ここで、 n は正の整数である。

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin(\theta) \quad \dots (1)$$

応力があると結晶面間隔が Δd 歪み、その結果、反射角が $\Delta\theta$ ずれる。X線の波長が変わらないことを考慮しながら (1) 式を全微分することにより、それらの間の関係式が得られる。

$$\Delta d / \Delta\theta = -d \cdot \cot(\theta) \quad \dots (2)$$

一方、応力の強さ (σ) と歪の関係はヤングの法則 (E_y : ヤング率) で与えられる。

$$\sigma = E_y \cdot \Delta d \quad \dots (3)$$

つまり、反射角のずれを測定することで応力が測定でき、X線を使う場合、その侵入深さが数ミクロンなので表面の応力が測定できると言う訳である。詳細は、文献[2]を参照されたい。

図2は、スピニング加工を施したニオブ・サンプル表面をCPで研磨除去しながら、この方法で応力測定し最表面から深さ方向の表面応力分布を測定した結果である。X線としてCuの α 線、結晶面は(111)面を使用した。表面から15 μm 程度まで応力局在領域が観察され、スピニング加工での変質層の深さは15 μm 程度と考えられる。

3) 超伝導下部臨界磁場の測定による表面欠陥層の深さの評価

極低温下で均一な第二種超伝導材に外部磁場を印加し、その強さを次第に増加させてやると超伝導下部臨界磁場 H_{c1} 以下では完全なマイスナー効果を示すが、それ以上でマイスナー効果が徐々に消失し、材料内部にフラク

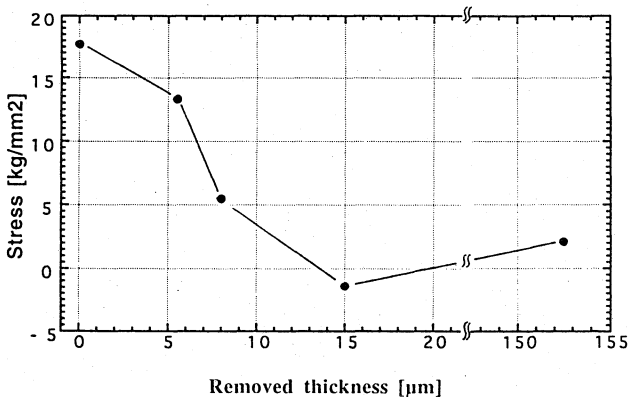


図2. X線表面応力測定によるスピニング加工面の表面欠陥層の厚さ。

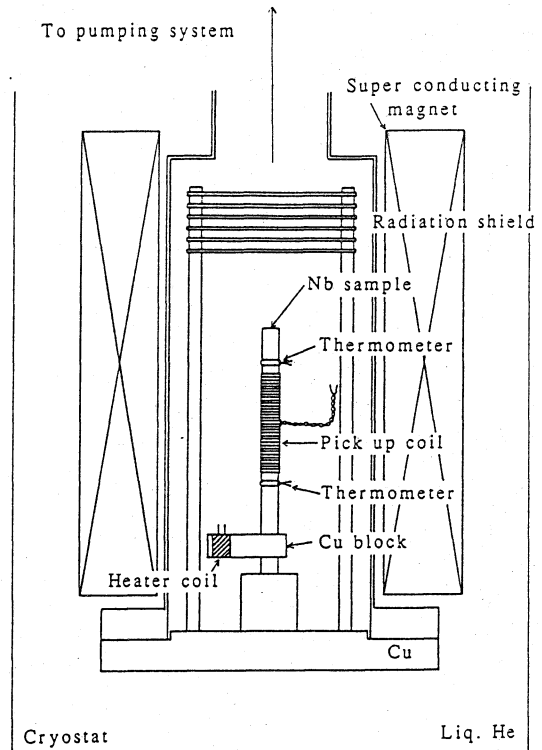


図3. H_{c1}/H_{c2} の測定法。

スが侵入する。最終的に内部の磁場の強さが外部磁場の強さと等しくなる上部臨界磁場 H_{c2} でマイスナー効果が完全に消失して常伝導状態になる。しかし、表面欠陥を多く持つ材料では、最表面の欠陥部にフラックスが強くピン止めされ、外部磁場を強くしても新たにフラックスが内部に入り込めず、材料本来の H_{c1} を超えてもしばらくマイスナー効果が破れないように見え、 H_{c1} が見かけ上高くなったように観測される。したがって、表面欠陥を誘発しない方法で表面を研磨除去して見かけの H_{c1} の測定を繰り返し、どれ程の研磨深さで本来の H_{c1} になるかを調べれば、表面欠陥層の深さが評価できる。

図3にこの H_{c1} の測定法を示す。超伝導コイルで外部磁場を増加しながら、サンプル内への磁場侵入をサンプルに巻つけたピックアップ・コイルで検出する。図4は、この装置を使って得られた、サンプル温度2Kでの深さ方向に対する見かけの H_{c1} の変化を示す。圧延されたサン

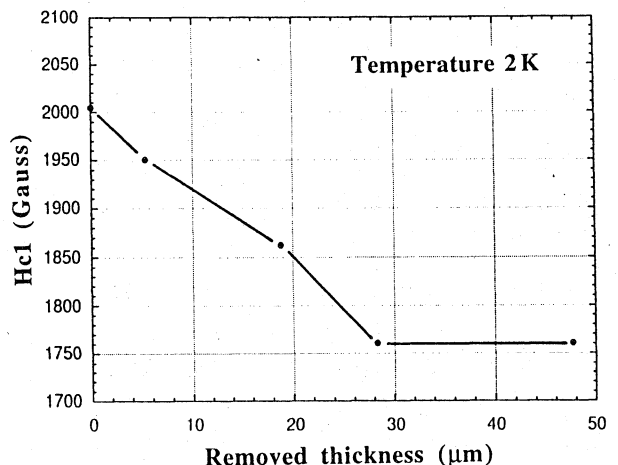


図4. H_{c1} 測定による表面欠陥層の厚さ。

ブルをCPで研磨したものである。表面欠陥層の深さは30 μm 程度と予想される。

3. 化学研磨による必要研磨量の評価

上記のことから、表面をせいぜい30 μm 除去すれば空洞性能が確保されると期待される。しかし、最近のCEBAFの実験結果[3]によれば、この期待は裏切られる。CEBAFでは、化学研磨の研磨量と空洞性能の関係を調べ、図5に示すように性能(●:最大表面電界Epeak, ○:残留表面抵抗Rres)を確保するためには、これまで経験的に行われているように100 μm 程度の多量研磨が必要であることを明らかにした。

我々もまた、統計性を見る目的で3個のバージン空洞をCPで100 μm 研磨し、水素脱ガス・アニール(800 $^{\circ}\text{C}$, 5hr)をした後、高圧水洗して測定した。結果は、図5(▲:Epeak, △:Rres)に示すようにCEBAFの結果と矛盾しない。我々の表面処理ではCEBAFと異なりアニールを入れているが、それは結果に殆ど影響していない様である。

4. 機械研磨の役割

しかし、よく考えて見ると、次のようなメカニズムが考えられる。図1で観察したように表面欠陥としてクラックが存在する時、そこには不純物が偏析しておりアクティブに化学反応する結果、CP中、局部的に温度が上昇し水素を吸蔵する。そして、この水素吸収によって発生する表面応力によりさらにクラックが進行する。図6は、実際ニオブが水素の吸蔵で簡単にクラックを発生することを示している。これは、電解研磨でニオブを陰極(通常、電解研磨をする時ニオブは陽極)にして、電解反応で発生する水素を積極的にニオブにドーブした時に発生したクラックである(倍率140倍)。化学研磨で吸収する水素はこれより少ないが、それでもマイクロクラックを成長させる可能性がある。経験的に知られている100 μm の必要研磨量は、化学反応によるニオブの溶解速度とそのクラックの進行速度の関係から決まるのかも知れない。

上記の仮説が正しければ、水素を吸蔵しにくい機械研磨でその表面欠陥層を除去すれば良いことになる。ただ

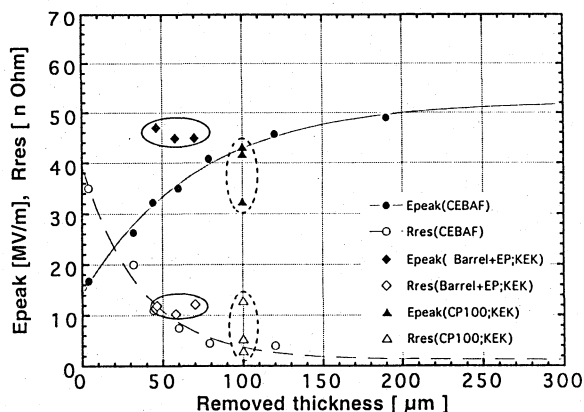


図5. 化学研磨での研磨量と空洞性能。

し、機械研磨だけでは砥粒の埋め込みによる表面コンタミネーションが起き、それを除去するために化学的処理が必要である。この化学的処理で水素を吸蔵するものの、機械研磨で既に主な表面欠陥が除去されているのでクラックの伸展に至らないと期待される。

ここでは、機械研磨として最近開発されたバレル研磨[4]を使い、表面コンタミ除去としてTRISTAN超伝導空洞で実績のある電解研磨を使った。バージン空洞をバレル研磨でアイリス近傍の研磨量が30 μm 程度になるまで研磨した後、10-30 μm の少量電解研磨を施した。そして、電解研磨による水素を脱ガスするために真空アニールを施し、その後、高圧水洗して性能測定した。統計性を見るために3個の空洞を使って実験した。

結果を図5(◆:Epeak, ◇:Rres)に示す。すべての空洞で最大表面電界45MV/m(これは最大加速電界25MV/mに相当する。KEKの形状では、 $E_{\text{peak}} = 1.8 \cdot E_{\text{acc}}$)が得られた。また、表面残留抵抗も十分小さい。多量化学研磨の結果と機械研磨+少量電解研磨の結果には、有為な差が見られる。後者の方が少量研磨にも関わらず、高い加速電界が得られ、空洞性能のばらつきも小さい。機械研磨は、様々に異なる深さを持つ表面欠陥を一切切除するので空洞性能のばらつきが抑えられると考えられる。

5. まとめ

空洞製作時に発生する表面欠陥を機械的に研磨除去することで、少ない研磨量で良い性能が得られることがわかった。また、機械研磨を施すことで空洞性能のばらつきを抑えられることがわかった。

参考文献

- [1] K.Saito et al., " Inspection System with a CCD Camera for L-band Superconducting RF Cavities", in this meeting.
- [2] "X線応力測定法", 日本材料学会編, 1981, 養賢堂.
- [3] P.Kneisel et al., " Effect of Chemical Polishing on the Electron Field Emission of Niobium Samples and Cavities ", Proc. of the 6th Workshop on RF Superconductivity, CEBAF, Oct. 4-8, 1993, P.1085.
- [4] T.Higuchi et al., " Finished Niobium Cavity Surface with Barrel Polishing", in this meeting.

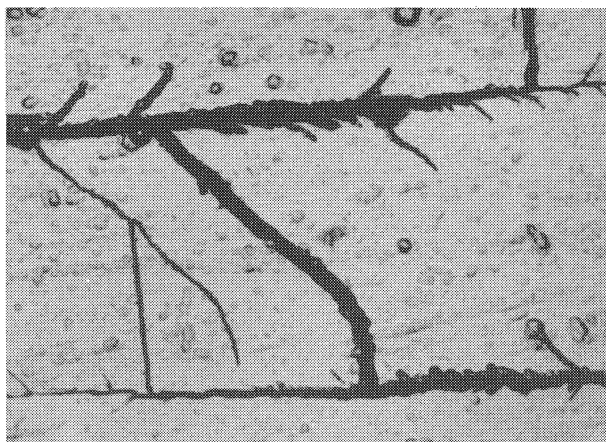


図6. 水素吸蔵によりニオブ表面に発生したクラック。