

(F17p25)

## THE CONTROL OF CHEMICALS FOR SURFACE TREATMENT OF SUPERCONDUCTING NIOBIUM CAVITIES

T. SUZUKI, S. FUKUDA, T. HIGUCHI, S. NOMURA, T. IKEDA, S. OHGUSHI,  
K. SAITO\*, S. NOGUCHI\*, E. KAKO\*, M. ONO\*, T. SHISHIDO\*  
K. HOSOYAMA\*, and N. OUCHI\*\*

Nomura Plating Co., Ltd.

5, Satsuki-cho, Kanuma-shi, Tochigi-ken, 322-0014 JAPAN

\*; High Energy Accelerator Research Organization (KEK)

1-1 Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305-0801 JAPAN

\*\*; Japan Atomic Energy Research Institute (JAERI)

Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, 319-1100 JAPAN

### Abstract

Electropolishing or chemical polishing is used as the surface treatment of superconducting niobium cavities. To get a higher yield rate of the cavity performance, control of the chemical composition of the acid is important. While TRISTAN project, R & D of control method of the electropolishing acid was established at KEK by the collaboration between companies. Recently we built up a new acid system to control more conveniently based on the R&D.

### ニオブ超伝導空洞の表面処理における薬液管理

#### 1. はじめに

ニオブ製超伝導空洞の表面処理として電解研磨及び化学研磨が行われている。空洞性能を向上させ、歩留り良く高性能を得るためには、表面処理薬液の管理が重要なポイントの一つである。

ニオブ空洞では、世界的に見るとほとんどの研究機関において、設備が電解研磨に比較して簡単な化学研磨が採用されている。しかしながら KEK においては TRISTAN 計画の時点から電解研磨が採用されている。電解研磨されたニオブ表面は、化学研磨された表面よりもなめらかであり、光沢度も高い。Lバンドのニオブ空洞について、25 MV/m 以上の高加速電界領域における電解研磨の化学研磨に対する優位性を示す結果が昨年発表され、注目を集めつつある [1]。

現在、日本原子力研究所の中性子科学研究計画等、超伝導加速器を使った大型プロジェクトに向けた研究開発が進行中である。歩留まりの良い大量生産を行うため表面処理方法の最適化に加え、高性能を実現するための方法、管理について検討

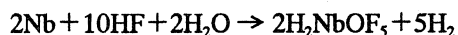
を始めている。ここでは、電解研磨における問題点とその対策について示す。

#### 2. 電解研磨について

電解研磨については TRISTAN 計画の時点で多くの実験研究がなされている [2]。電気化学的反応により表面を溶かし、なめらかにする方法で、研磨液は硫酸：フッ酸 = 10 : 1 の混合液である。

##### 2-1. 液組成の変化

ニオブの電解研磨における反応を次式に示す。



式よりニオブの溶解に伴いフッ化水素酸と水が消費される事がわかる。滑らかで光沢のある研磨表面を得るためには、これらの消耗成分、特に活性フッ化物濃度を調整し適正研磨条件を維持する必要がある。試験片による実験結果として活性フッ化物濃度とニオブ表面の光沢度および粗さの関係を図-1に示す。図から、活性フッ化物濃度が 60 mg/l 以下に減少すると表面粗さが急激に上がる

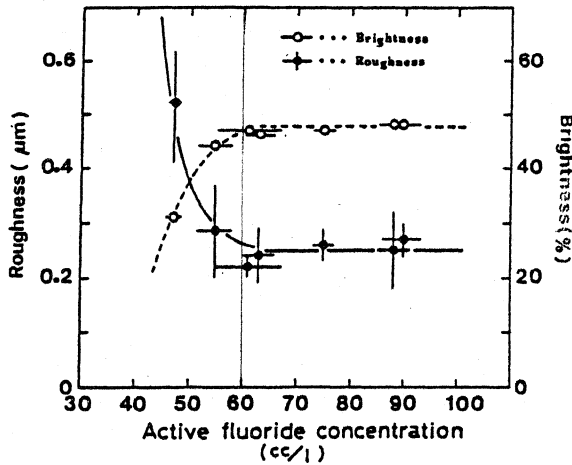


図-1 活性フッ化物濃度と光沢、粗さ  
(文献 [2] より転載)

ことがわかる。

ニオブの研磨に伴う活性フッ化物濃度の減少には液中濃度の分析の後、補充を行い対処する。分析方法は化学分析法が定量性に優れるが、日常の液管理においては簡易的に電圧測定により濃度を推測している(図-2)。

活性フッ化物の調整には、フッ化水素酸またはフッ化硫酸を添加しているが、現在建浴に使用している4.6%フッ化水素酸では濃度の調節はできるものの、含まれる水の増加に伴い液粘性の低下が起り、添加量が多くなると研磨面に悪影響を及ぼす。これは、粘性の低下によるジャケット層(陽極研磨表面の粘着層)の生成不良、ワーク表面での放電性の増加が原因と考えられる。そのため、フッ化水素酸の添加は応急的なものとし、フッ化硫酸の添加により対処する方法がとられる。

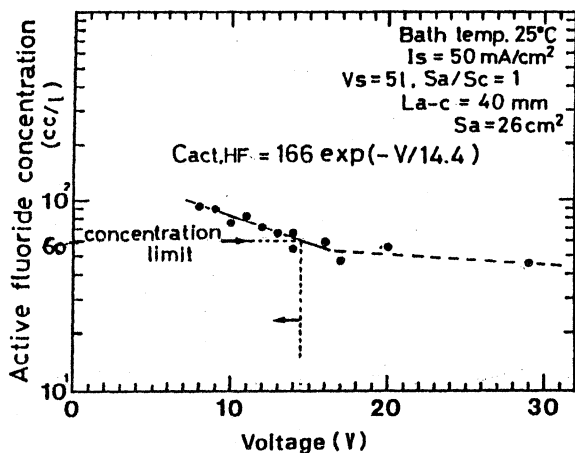


図-2 活性フッ化物濃度と電圧  
(文献 [2] より転載)

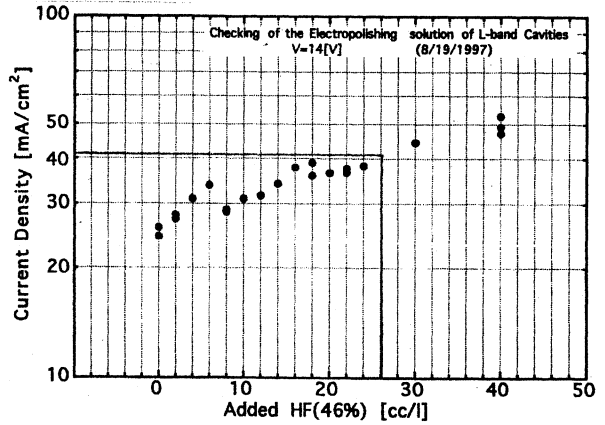


図-3 電圧測定により活性フッ化物の不足が確認された研磨液に4.6%フッ化水素酸を添加し定電圧1.4Vを引加した際の電流密度の増加。2.6cc/l相当の添加を行い空洞の電解研磨を行った。

応急処置の例として、電圧測定により活性フッ化物濃度の不足が確かめられた研磨液に、4.6%フッ化水素酸を2.6cc/l添加し(図-3)、この液でLバンド単セル空洞の電解研磨を実施した。その結果、31.4MV/mの高い加速電界が達成され(図-4)、濃度調整が良好であったことがわかる。

また、活性フッ化物濃度が十分でも、空洞の研磨に伴うニオブ溶込み量の限界が液寿命を決めるものと考えられる。現時点では9.3g/lまでは研磨面に悪影響がでないことが確認されているが、それ以上はデータに乏しい。将来的には、研磨液の寿命を延ばすためには溶込んだニオブを液から分離除去することが本質であると思われる。

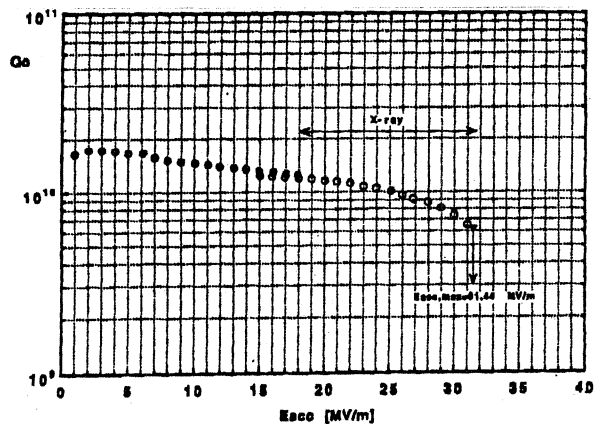


図-4 液調整後処理を行った空洞の性能

## 2-2. 研磨液の汚染

TRISTAN超伝導空洞の電解研磨において、研磨液の汚染が空洞性能の劣化をまねいたことがある[2]。汚染の内容は、電解研磨の前処理として施工されたバフ研磨やバレル研磨による汚れや砥粒、アクシデンタルな混入物（シール部テフロンテープ断片など）および、電解研磨の際、液中の硫酸が還元され析出する硫黄である。これらの汚染を取り除くには活性炭フィルタリングが有効である。TRISTANの際、硫黄の混入した研磨液を活性炭とテフロンフィルターに通し、硫黄の除去試験を行った結果を図-5に示す。12 mg/lの硫黄が12サイクルのフィルタリングでほぼ除去された[2]。

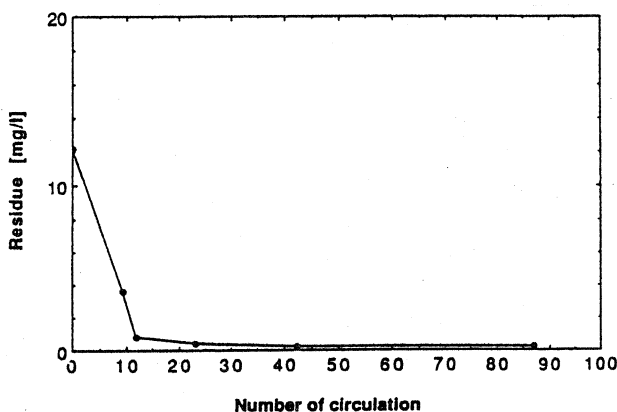


図-5 活性炭フィルタリングによる研磨液中ニオブ量の推移（文献[2]より転載）

### 3. 新設電解研磨液リザーバタンク

空洞の電解研磨処理が頻繁になり、液管理が今昔で以上に重要になってきた。実際、液管理不十分が原因となり、空洞性能が悪化した例もある。そのため、液中不純物の完全除去および液組成管理を容易にできる500 lリザーバタンクを新設した（図-6）[3]。

このタンクには研磨液汚染物（硫黄、パーティクル）を除去するための活性炭および1 μmテフロンフィルターから構成されるラインが取付けられている。ラインの処理能力は5 l/minであり、タンク内の研磨液が順次活性炭ラインを通るとすれば、約20時間で研磨液のろ過が完了する。また、研磨液組成を調整するための電圧チェック（活性フッ化物濃度確認）用のポートとフッ化硫酸添加ポートが設置されている。

これらの設備により、研磨液汚染の不安を無くすと同時に、より簡便に液組成の状態チェックお

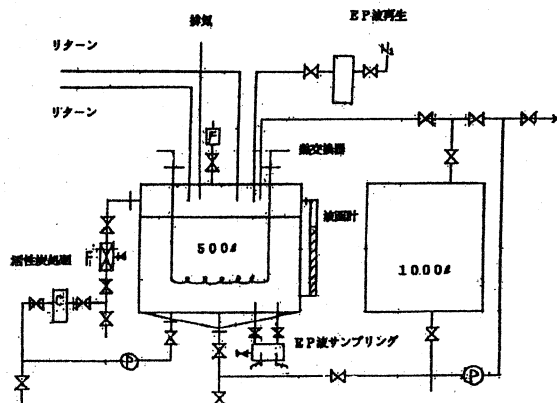


図-6 新設500 lリザーバタンクライン

よび調整が行えることとなった。

### 4. 今後の方針

電解研磨に伴う研磨液中のニオブの溶け込み量の増加が研磨面に悪影響を与えることが懸念される。良好な研磨面を維持できるニオブの溶け込み量の限界を先ず確認する予定である。また、研磨液の完全リサイクルを目指し、液中ニオブの分離除去について検討を始めている[4]。

### 5. まとめ

表面処理の安定施工およびコストダウンを目指し、新設リザーバタンクが完成した。また、空洞の量産に向けて、表面処理の最適化および管理強化につき再検討を開始した。

### 6. 参考文献

- [1] K. Saito et. al., "Superiority of Electropolishing over Chemical Polishing on High Gradients", Proc. of the 8th workshop on RF superconductivity, Abano Terme (Padova), Italy, October 1997
- [2] K. Saito et. al., "R & D of Superconducting Cavities at KEK", Proc. of the 4th workshop on RF Superconductivity, KEK, Tsukuba, 1989, p.635-694
- [3] 鈴木隆房ほか、"ニオブ空洞電解研磨用新設リザーバタンクと液管理", 第一回超伝導リニアック研究会、(1998)。
- [4] 斎藤健治ほか、"超伝導空洞表面処理用電解研磨液の廃液再生法の開発", 本研究会報告。