

超伝導加速空洞の表面処理

1. はじめに

ニオブ製超伝導加速空洞は製造後、加速性能向上のために表面を鏡面に近い状態にまで研磨する必要がある。研磨方法としては、バレル研磨法(CBP)、化学研磨法(BCP)、電解研磨法(EP)が一般的であるが、近年、電解研磨法が主流となっている。[1]

ここでは、化学研磨法と電解研磨法について解説する。特に電解研磨法については KEK 機構内で行われている処理法について紹介する。

2. 化学研磨法 (BCP)

2.1. 化学研磨の原理

化学研磨とはニオブ表面を硝酸(HNO₃)で酸化し、酸化ニオブ(Nb₂O₅)膜をフッ化水素酸(HF)で溶解し表面を研磨していく方法である。研磨速度を抑える目的で緩衝剤としてリン酸を加えた化学研磨(BCP: Buffered Chemical Polishing)が一般的である。BCP 液は 68%硝酸: 47%フッ化水素酸: 85%リン酸の容積比で 1:1:1 あるいは 1:1:2 の配合比のものが多く使用されている。この BCP 液を空洞内に流し溜込む方法により、空洞内面を研磨している。

酸化ニオブのフッ化水素酸による溶解反応式は以下のように考えられている。



2.2. 化学研磨の長所と短所

(長所)

1. 研磨速度が速い。

研磨速度を抑えるためリン酸の割合を増やして使用する。(Figure 1)

2. 装置が簡単である。

(短所)

1. 研磨速度や研磨量の制御が難しい。

反応熱により液温が上昇し、研磨速度が急激に上昇するため液温の管理が重要となる。

2. 表面に粒界の凹凸が現れる。(Figure 2)

3. 研磨の際、有毒な二酸化窒素ガス(NO₂)を発生する。このガスは除去が難しい。

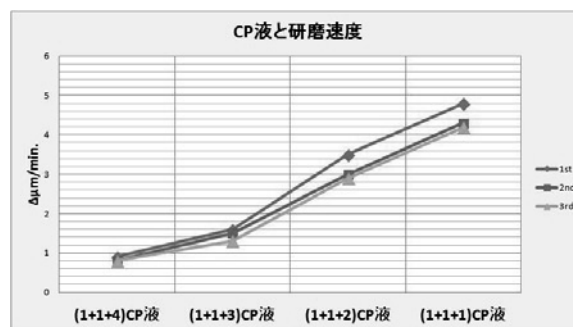


Fig. 1 BCP 液と研磨速度

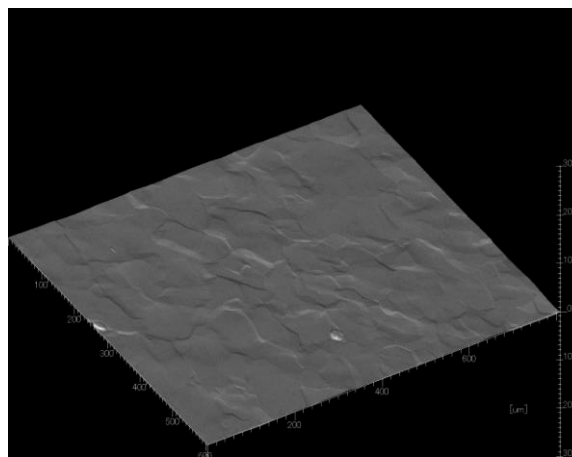


Fig. 2 BCP 後の Nb 表面

3. 電解研磨法 (EP)

3.1. 電解研磨の原理

電解研磨とはニオブ空洞本体を陽極、空洞内に挿入した純アルミニウム電極を陰極とし、電解液を介して直流電流を流すことにより、ニオブ表面が酸化され酸化ニオブ(Nb₂O₅)となり、この膜をフッ化水素酸で溶解し表面を研磨していく方法である。これが電解研磨(EP: Electro Polishing)と呼ばれている。電圧値は 10~30V、電流密度は、30~50mA/cm² 程度である。電解液は 98%硫酸(H₂SO₄)と 47%フッ化水素酸(HF)の容積比 9:1 の混合溶液が用いられる。溶解反応式は BCP と同じであるが、反応が遅いと考えられている。

電解研磨装置

電解研磨は横型 EP 装置で行われるのが一般的である。(Figure 3) 近年には縦型 EP 装置も研究されている。[1]

電解液は空洞内に挿入した純アルミニウム電極内を通り空洞内に供給され、空洞内の約 60%を満たし、両端からオーバーフローしてリザーブ槽へ戻される。(Figure 4)

ニオブ空洞(陽極)とアルミ電極(陰極)に直流電圧をかけ、電流を流すことにより空洞内部が研磨される。この時、空洞を低速(1rpm)で回転させて空洞内面全体を研磨していく。

電流値、電圧値、積算電流値、空洞内温度等はロギングデータとして記録される。(Figure 5,6)

電流は空洞内温度に大きく左右されるため、空洞内の温度変化を見ながら電圧を変化させ、電流を一定に保つことが大切である。また、空洞を冷却し温度上昇を抑えることも効果的である。

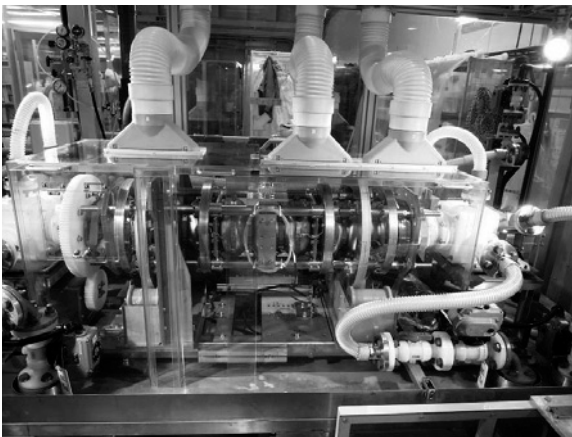


Fig. 3 横型 EP 装置に装着した 9cell 空洞

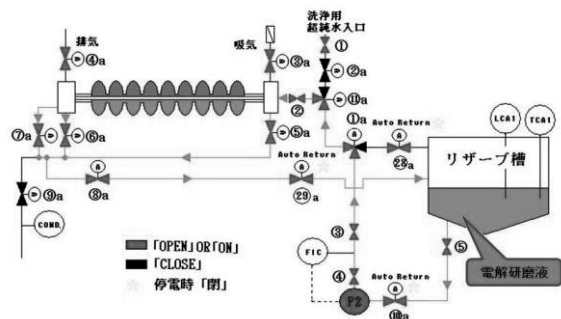


Fig.4 横型 EP 装置内の EP 液フロー図

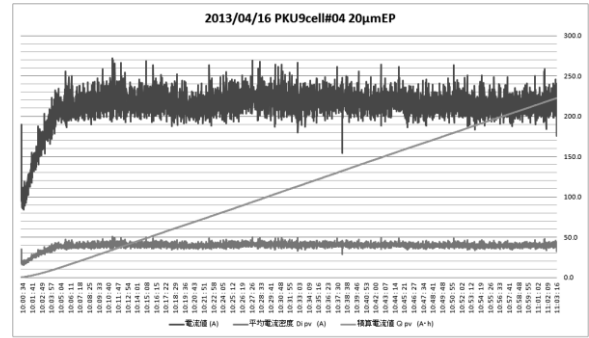


Fig. 5 EP における電流値、電流密度、積算電流値の変化

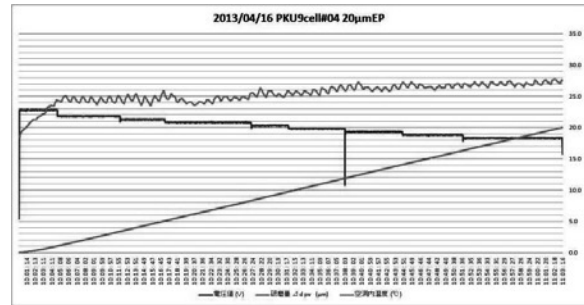


Fig. 6 EP における電圧、研磨量、空洞内温度の変化

3.2. 電解研磨の長所と短所

(長所)

1. 研磨量や研磨速度の制御が容易である。

研磨量は積算電流値に比例し、研磨速度は電流密度に関係していることから、これらの制御が容易であり再現性が高い。

2. 電解研磨した Nb 表面は鏡面性が優れる。

粒界の凹凸が現れない。(Figure 7) これは空洞性能に大きな影響を及ぼす。

(短所)

1. 装置が大掛かりになるため、設備コストがかかる。

2. BCP に比較して研磨速度が遅い。(約 $0.45 \mu\text{m}/\text{min}$. by $50\text{mA}/\text{cm}^2$ at KEK-STF)

3. 陰極で硫酸の還元により水素が発生する。

これはニオブの水素吸蔵の原因となる。また、水素爆発の危険性があり十分な注意が必要であ

る。陰極で発生した水素ガスは陰極上部を覆うカソードバッグと呼ばれるテフロン製の布で捕集され、空洞外に排気される。(Figure 8)

4. 陰極で硫酸が還元され硫黄を生成する。(Figure 9)

この硫黄がニオブ表面に付着して汚染の原因となることがある。

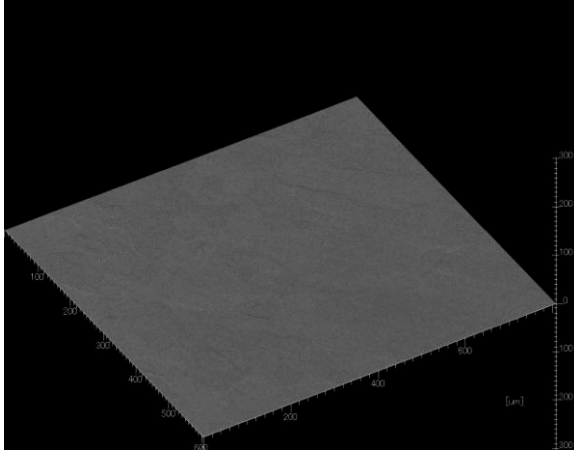


Fig. 7 EP 後の Nb 表面



Fig. 8 9cell 用のアルミ電極とカソードバッグ

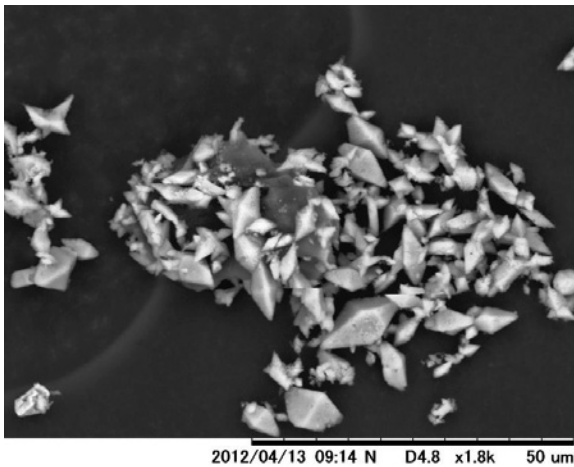


Fig. 9 EP 液中で生成した硫黄の結晶

4. EP 後の洗浄処理

4.1. 超音波洗浄

EP により表面研磨された空洞は、さらに洗剤やアルコールを入れ超音波洗浄を行う場合がある。これは主に硫黄の洗浄を目的としている。

(Figure 10)



Fig. 10 空洞内の洗剤による超音波洗浄

4.2. 超純水高圧洗浄 (HPR)

BCP あるいは EP で表面処理された空洞は、組み立て前の最終洗浄に High Pressure Rinse (HPR) と呼ばれる超純水による高圧洗浄を行う。

HPR は 7~10MPa の高圧超純水を空洞内部に噴霧し、空洞を回転、上下させ 6~8 時間洗浄する。(Figure 11) これにより空洞内表面は完全に清浄化される。HPR 後の空洞はクリーンルーム内で組み立て工程に入る。そのため、HPR はクリーンルーム内、あるいは、クリーンルームに連結して設置される。



Fig. 11 空洞の HPR

5. BCP や EP における注意点

BCP や EP では硝酸や硫酸、フッ化水素酸という毒・劇物薬品を多量に使用する。特にフッ化水素酸は特定化学物質第 2 類物質にも指定され、その使用法や保管法には特に注意が必要である。使用や保管、廃棄に際しては、薬品の Material Safety Data Sheet (MSDS) を参考に、適切かつ安全な方法で取り扱わなければならない。

参考文献

- [1] RF Superconductivity : Volume II :
Science, Technology an Application.
Hassan Padamsee