

KEK-COI 棟における 9 セル Nb 空洞の縦型電解研磨設備の整備状況

VERTICAL ELECTROPOLISHING (VEP) FACILITY FOR 9-CELL NB CAVITY IN THE KEK-COI BUILDING

後藤剛喜^{#, A)}, 早野仁司^{A)}, 梅森健成^{A)}, 文珠四郎秀昭^{A)}
Takeyoshi Goto^{#, A)}, Hitoshi Hayano^{A)}, Kensei Umemori^{A)}, Hideaki Monjushiro^{A)}
^{A)} High Energy Accelerator Research Organization (KEK)

Abstract

The installation of a vertical electropolishing (VEP) facility for surface treatment of 9-cell Nb cavities at the High Energy Accelerator Research Organization (KEK) was completed at the end of 2022. The VEP system is more suitable for processing large quantities of Nb cavities with ILC-spec SRF performance than horizontal EP because the equipment mechanism is simpler and the work safety is higher than that of the horizontal system. This paper presents an overview of the VEP facility, the actual EP treatment process of the cavities, and the problem of pit formation on the treated surface of the cavities caused by the adsorption of hydrogen gas bubbles in the bulk EP (EP1) process.

1. 緒言

国際リニアコライダー(ILC)計画、X線自由電子レーザーなどの線形加速器には、高効率で電子を加速させるための Nb 空洞を数百、数千本もの規模で製造する必要がある。空洞が高い超伝導高周波(SRF)共振性能を有するためには、空洞内面を非接触で研磨する必要があり、そのため電解研磨(EP)工程が必須となる[1]。多結晶 Nb 板から機械加工され、電子ビーム溶接で組み立てられた Nb 空洞の内面には傷、溶接痕、異物の吸着などによる無数の表面構造がある。そうした表面構造の除去に機械研磨を用いると、研磨後の削りカスが残ることに加え、表面の結晶構造が歪み、破壊されるため、その後熱アニール処理を行っても構造が緩和しきらずに十分な SRF 性能が出ない。そのため組み上がった Nb 空洞は、その表面を~100 μm 程度は削らないと高い SRF 性能は期待できない[2]。非接触な研磨法としてかつてはフッ酸、硝酸、リン酸の混酸を用いた緩衝化学研磨(BCP)が用いられていた。しかし Nb の結晶面によって溶解速度が微妙に異なるため、BCP 処理後の表面には結晶粒界面が浮き上がり[3]、十分な SRF 性能が得られない。そのため現在では、結晶面が浮き出てきにくい EP 処理を行うことが一般的であり、ILC 計画の空洞製造プロトコールにも EP 処理が含まれると思われる[4]。

高エネルギー加速器研究機構(KEK)の超伝導加速器利用促進化推進(COI)棟で進められていた縦型方式(VEP、空洞を垂直姿勢で設置)の EP 処理設備の設置工事が、2022 年末に完了した。KEK では既に超伝導リニアック試験施設(STF)棟で横型方式(HEP、水平姿勢で設置)の EP 処理設備が 15 年程度の稼働している[5]。今回、実績がある HEP 方式ではなく VEP 方式を採用した理由として、(1)HEP では必要な空洞軸方向の回転機構や水平-垂直姿勢変更機構が必要なくなり、設備が大幅に簡略化による低コスト化、(2)EP 処理後の空洞の取り外しにおいて、作業者は手だけを EP ベッドカバーに入れて作業できること等の作業安全性の向上、(3)HEP では

必要なフッ酸含有強酸電解液を入れた状態での空洞の姿勢変更や電解液を流した状態でロータリースリーブ等が必要なく、事故要因が減ること、(4)VEP では空洞内面全てが電解液に浸るため、反応面積が 1.9 倍となることで EP 処理時間が短くなることなどがある。その一方 VEP には様々な技術的課題があった。そこで KEK とマルイ鍍金工業、東日本機電開発、WING、岩手県工業技術センター及びいわて産業振興センターは、VEP 設備を実現するために様々な技術要素の開発を共同で行ってきた。そしてその成果である電解液の 2 層流システム[6]、ニンジャカソード[7]、空洞水冷機構[8]などは、この縦型システムに採用されている。本論文では設置が完了した VEP 設備、実際の空洞の EP 処理の工程、そして bulk EP (EP1)処理で起こった処理面の問題とその対策について報告する。

2. VEP 設備の概要

2022 年末に設置工事が完了した VEP 設備は COI 棟内南西部のエリア(~130 m²)に位置している。設備エリアは中 2 階建て構造となっており、2 階は空洞の様々な処理を行う作業場、1 階は様々なタンクやポンプ、配管などが設置されている。2 階には空洞の EP 処理を行う EP ベッド、空洞の粗洗浄を行うリンスハット、空洞の超純水高圧洗浄(HPR)を行う HPR 設備、そしてフランジの化学研磨や EP 液廃液処理を行うドラフトが設置されている。空洞に関する作業を行うエリアであるので、簡易的なクリーンルームとして 2 階フロア全体が樹脂製のカバーで覆われ、常に清浄化した空気が送り込まれるようになっている。また 2 階エリアは HPR 設備を介して隣接するクリーンルームと繋がっている。1 階には電解液(硫酸:フッ化水素酸(48wt%) = 9:1, v/v)のリザーブタンク(~500 L)、超純水製造機(製造能力: 500 L/h)と純水用のタンク(1000 L 2 個)、洗浄廃水の一時貯蔵槽、EP 処理用の直流電源(Max 35 V, 1 KA)電解液を冷やす熱交換機、空洞冷却用の冷水循環システム、各種ポンプが設置されている。COI 棟の屋外には、EP 処理で発生する酸性ガスを処理するためのスクラバー装置、洗浄廃液を貯蔵する 3 つの大型タンク(各~5000 L)、EP 液を熱交換で冷やすための冷却水循

[#] gotota@post.kek.jp

環ラインとチラーが設置されている。

3. 空洞の EP 処理工程

クレーンで2階エリアに搬入された9セル Nb 空洞は、専用の電動リフターで EP ベッドまで運ばれ、固定される (Fig. 1)。カソードは空洞の VEP 専用に開発したニンジャカソード (Al, Fig. 2 左) であり、専用のつり上げ機で固定した空洞の上部から挿入される (Fig. 2)。その後、ニンジャカソードの PTFE の羽は開かれ、回転させて用いるカソードにロータリースリーブの取付けと固定、電気配線と空洞表面への熱電対の取付けを行い、最後に EP ベッドカバーを取り付ける (Fig. 3)。EP ベッドカバー内は屋外スクラバーへ排気されており、万が一電解液が空洞接続部などから漏れたとしても、液は EP ベッドカバー内に留まりかつ発生した HF ガスも排気される。通電中に発熱する空洞を冷却するため、空洞背面に設置されている純水 ($\sim 1 \text{ M}\Omega\text{cm}$) 配管からマニホールドで冷却水を空洞に注ぐ (Fig. 4)。冷却水及び電解液の温度は、EP の目的 (bulk EP (EP1), fine EP (EP2), cold EP) に合わせて任意に設定する。オーバーフローで空洞に供給される電解液は、カソード内と外に個別に異なる流量で供給される 2 層流となっている。これはカソードの外側より中の流量を多くすることで (外: 5 L/min、中: 10 L/min)、通電中にカソードから発生する水素ガスの気泡が空洞表面に吸着することを抑えている。この状態で異常が無いことが確認された後、カソードの回転を開始し (10~20 rpm)、通電を始め EP 処理を開始する。各センサーから得られるデータ (電流値、電解液温度、空洞表面温度、冷却水の電気伝導度) は PC へリアルタイムに送られる。設定された研磨量が完了後、EP 液を抜き、空洞内を純水で洗浄する。洗浄は洗浄廃水の電気伝導度が水道水と同程度に下がるまで行う。その後、各配線を外し、カソードを専用のつり上げ機で引き抜き、空洞を専用のリフターで外す。その後、空洞を洗浄ハット内で水洗し、硫酸の還元で生成した硫黄粒子を取り除くために空洞上下に超音波振動子を取付けて洗剤水で超音波洗浄を行う (Fig. 5)。その後空洞を水



Figure 1: Electric lifter for cavity transport (left) and installation of 9-cell cavity in the EP bed (right).

洗し、超純水の高压洗浄を行うため 2 階エリアにある HPR 室に空洞をセットする (Fig. 6)。HPR 室はクリーンルームと繋がっており、HPR 完了した空洞はクリーンルーム側から取り出され、組立が行われる。

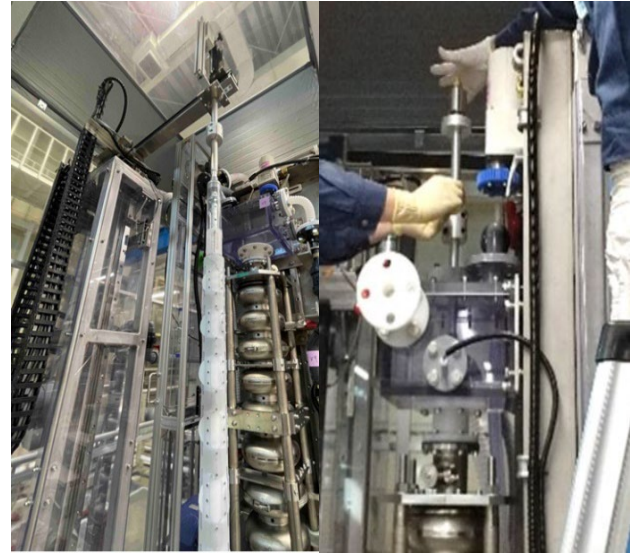


Figure 2: Ninja cathode (left) and its insertion into the cavity (right).



Figure 3: EP bed cover installation.

4. VEP 処理で見つかった処理面の問題

現時点で空洞の VEP 処理は bulk EP (EP1) が 1 回、fine EP (EP2) が 1 回行われた。その結果、安全対策も含め、設備や作業工程に大きな問題は見つからなかった。しかし、印可電圧が高い EP1 処理後の空洞の内面検査で、赤道部の上部に多数のピット構造が見つかった。その内容について紹介する。各 EP 処理条件は、以下の通りである。空洞処理面積内面積: 9000 cm^2 、電解液流量: 15 L/min、カソード回転数: 10 rpm、研磨量: $80 \mu\text{m}$ (EP1)、 $10 \mu\text{m}$ (EP2)、印加電圧: $\sim 34 \text{ V}$ (EP1)、 $\sim 11 \text{ V}$



Figure 4: Cavity cooling with pure water.



Figure 5: Ultrasonic cleaning of the cavity with two oscillators.

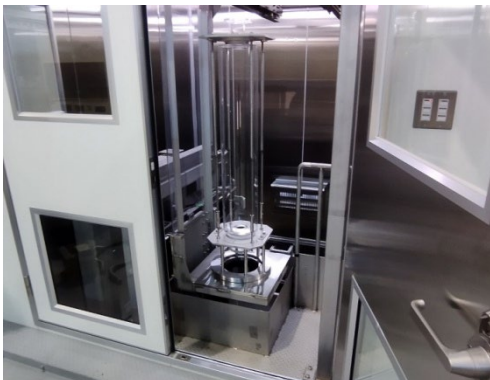


Figure 6: HPR room for cavity washing.

(EP2)、電流密度: $\sim 40 \text{ mA/cm}^2$ (EP1)、 $\sim 10 \text{ mA/cm}^2$ (EP2)、研磨速度: $\sim 33 \text{ }\mu\text{m/cm}^2\text{hr}$ (EP1)、 $\sim 8 \text{ }\mu\text{m/cm}^2\text{hr}$ (EP2)、電解液温度: $\sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$ (EP1)、 $\sim 17 \text{ }^\circ\text{C}$ (EP2)。EP2 に比べ EP1 は目標研磨量が多いため、研磨速度を上げるため高い電流密度値を得るために高い電圧値、液温条件となっている。Figure 7 に京都カメラで観察した EP2(左)及び EP1(右)処理後の空洞#1 セル(最上部のセル)赤道部の内面画像を示す。EP 処理前に比べ、EP2 処理後の内面には大きな変化は見られなかった。しかし EP1 処理後の内面には赤道上部にサイズ数十 μm 以上のピット構造が非常に多く見られた。ピット構造は赤道上部にだけに表れ、他の箇所には無かった。また空洞最上部のセル#1 で一番多く見られ、#2、#3 と下部になるに従ってその数は少なくなっていく。

このピット構造は通電中に Al カソードから発生した水素ガス気泡が Nb 表面に吸着したことが原因と考えられる。Nb の EP 反応では還元反応が起こるカソード側の主となる半反応は、酸性電解液中の水分子の電気分解による水素ガスの生成である。EP2 に比べ、EP1 処理では研磨量が 8 倍多いため、水素ガス生成も同程度多くなっている。そのため、カソードから Nb 表面に到達する気泡の数が EP2 より多い。またピット構造が表れた赤道部の上部は空洞の構造的に気泡が留まりやすい箇所である (Fig. 8)。ニンジャカソードの PTEE 羽による電解液の攪拌や電解液のフローがあっても、EP1 条件では Nb 表面に到達した気泡の一部は一定時間吸着したと考えられる。その結果、吸着した箇所では Nb 表面に十分な拡散層が形成されないため(通常厚さ数十 μm)、そこだけ局所的に研磨速度が速くなり、ピット構造が形成される。こうした表面構造は空洞の SRF 性能を落とすため、空洞の EP 処理では許容できない。元々 VEP は発生した水素ガス気泡が電解液液面に到達するまでの距離が HEP よりも長いので、気泡吸着を抑えるため電解液の 2 層流システム、ニンジャカソードの PTFE 羽による電解液の攪拌などの新規技術が採用されている。しかし水素ガス生成量が多い EP1 処理では、気泡の吸着を抑えるためにさらなる対策が必要であると分かった。

現在、Nb 表面への水素ガス気泡の吸着を抑えるため、ニンジャカソードの改造を進めている。ニンジャカソードは空洞の赤道部に対応する位置に PTFE の羽が付いており、カソードを回転させることで赤道部の電解液の拡散力を上げて気泡の吸着を防ぐ。しかし空洞へのカソード

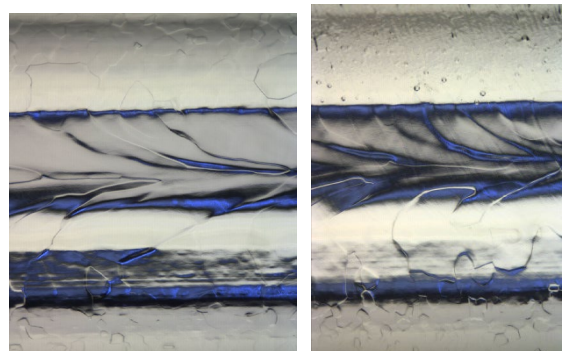


Figure 7: Optical images of the inner surface of the cavity after EP2 (left) and EP1 (right). (Cell#1 equator).

挿入時には羽はカソード内に閉じている必要があり、そのため羽の材料にある程度薄くて柔らかく、電解液に耐性がある PTFE 板(厚み: 0.75 mm)を用いていた。しかしその厚みの PTFE 板では柔らかすぎてカソードの回転による電解液への攪拌にはしなやかすぎて液の拡散力を上げるには不十分であった。そこで、電解液に耐性があり PTFE より固いポリブレピレン板(厚み: 0.75 mm)を羽材とする予定である。またそれ以外に、空洞に入る前の電解液にサイクロン型の脱泡機導入の検討を進めている。

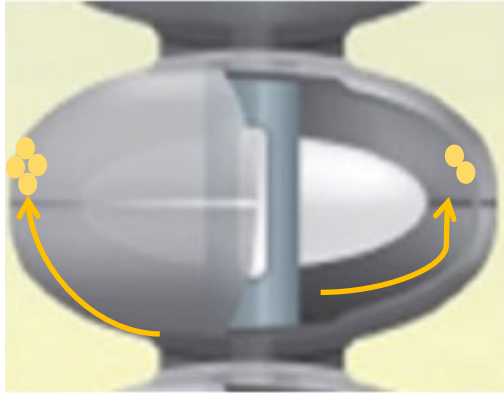


Figure 8: Schematic diagram of the cavity. Yellow circles are hydrogen gas bubbles.

5. 結語

本論文では 2022 年末に KEK の COI 棟で設置工事が完了した VEP 設備について、その実際の空洞の EP 処理工程、そして EP1 処理で水素ガス気泡の吸着で空洞の処理面にピット構造が出来る問題について紹介した。VEP は HEP に比べて設備の機構が簡略化され作業安全性も高いことから、ILC スペックの SRF 性能を有する Nb 空洞を大量に処理することに適している。今後はニンジアカソードの改造などによる気泡吸着の問題の解決と、作業安全性や効率性を向上させるために設備の様々な改良を行い、一日も早く安定的な運用を開始したいと考える。

謝辞

本件の縦型 EP 設備を KEK の COI 棟に導入するにあたり、マルイ鍍金工業、東日本機電開発、WING、岩手県工業技術センター、いわて産業振興センターから様々な技術的な助力を受けました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- [1] Saito, K.; Kojima, Y.; Furuya, T.; Mitsonobu, S.; Noguchi, S.; Hosoyama, K.; Nakazato, T.; Tajima, T.; Asano, K.; Inoue, K.; Iino, Y.; Nomura, H.; Takeuchi, K. R and D of superconducting cavities at KEK. Proc. 4th Work. RF Supercond., Tsukuba, Japan, **1989**, Vol. 2, p.635.
- [2] Saito, A.; Inoue, H.; Kako, E.; Fujino, T.; Noguchi, S.; Ono, M.; Shishido, T. Superiority of Electropolishing over Chemical Polishing on High Gradients. Proc. 1997 Work. RF Supercond., 1997, Abano Terme, Italy.
- [3] Mammosser, J. Types of Chemical and Mechanical Surface Processing for SRF Cavities. USPAS Course, Jan. 2015.

- [4] Saeki, T.; Ajima, Y.; Enami, K.; Hayano, H.; Inoue, H.; Kako, E.; Kato, S.; Koike, S.; Kubo, T.; Noguchi, S.; Satoh, M.; Sawabe, M.; Shishido, T.; Terashima, A.; Toge, N.; Ueno, K.; Umemori, K.; Watanabe, K.; Watanabe, Y.; Yamaguchi, S.; Yamamoto, A.; Yamamoto, Y.; Yamanaka, M.; Yokoya, K.; Iwashita, Y.; Yasuda, F.; Kawabata, N.; Nakamura, H.; Nohara, K.; Shinohara, M. Studies of Fabrication Procedure of 9-Cell SRF Cavity for ILC Mass-Production at KEK. *IPAC 2014 Proc. 5th Int. Part. Accel. Conf.* **2014**, 2528–2530.
- [5] Ueno, K.; Funahashi, Y.; Sawabe, M.; Saito, K.; Suzuki, T.; Ikeda, T. Development of Electro-Polishing (EP) Facility in KEK, Proc. 5th Annu. Mtg. Ptcl. Acc. Soc. Jpn., **2008**, 628–630.
- [6] Chouhan, V.; Kato, S.; Nii, K.; Yamaguchi, T.; Sawabe, M.; Saeki, T.; Monjushiro, H.; Oikawa, H.; Ito, H.; Hayano, H.; Ida, Y. Vertical Electropolishing for 1.3 GHz Single- and Nine-Cell Superconducting Niobium Cavities: A parametric optimization and rf performance, *Phys. Rev. Accel. Beams* **2019**, 22 (10), 1–21.
- [7] Chouhan, V.; Kato, S.; Nii, K.; Yamaguchi, T.; Sawabe, M.; Hayano, H.; Ida, Y. Effort towards Symmetric Removal and Surface Smoothing of 1.3-GHz Niobium Single-Cell Cavity in Vertical Electropolishing Using a Unique Cathode. *Phys. Rev. Accel. Beams* **2017**, 20 (8), 1–13.
- [8] Nii, K.; Chouhan, V.; Ida, Y.; Yamaguchi, T.; Co, M. G.; Ishimi, K.; Co, M. G.; Hayano, H.; Kato, S.; Monjushiro, H.; Saeki, T.; Sawabe, M. Improvement of Temperature Control during Nb 9-cell SRF Cavity Vertical Electro-polishing (VEP) and Progress of VEP Quality, Proc. SRF2015, **2015**, MOPB098, 381.