# SERIES TESTS OF HIGH GRADIENT SINGLE-CELL SUPERCONDUCTING RF CAVITIES

#### Fumio Furuta<sup>1</sup>, Kenji Saito, Takayuki Saeki, Hitoshi Inoue, Yuichi Morozumi KEK, High Energy Accelerator Research Organization 1-1 Oho, Tsukuba 305-0801, Japan

#### Abstract

KEKでは単セル超伝導空洞を用いたシリーズテストを行ってきた。これは空洞性能40MV/m以上を95%以上の歩留まりで補償 できる表面処理方法の確立を目指したものである。この試験にはKEK-LL(ICHIRO)形状の単セル空洞6台が用いられた。最初の 試験では45MV/m達成に対する歩留まりは50%であった。我々はこの歩留まりを上げるべく表面処理レシピの改善を行った。 KEKの標準的な表面処理は遠心バレル研磨、化学研磨、真空アニール処理、電解研磨(EP)、高圧超純水洗浄、そしてベーキ ングである。我々はこれらにフッ酸洗浄、脱脂洗浄、過酸化水素洗浄、仕上げ電解研磨などを組み合わせたいくつかのレシピを 試験した。本論文ではシリーズテストとして試験した複数のレシピについて性能結果と歩留まりを報告する。

# 50MV/m単セル超伝導空洞のシリーズテスト

### 1.はじめに

KEKでは、ニオブ超伝導空洞が空洞形状の新設計 により電界性能50MV/m超まで到達できることを単セル 空洞で原理実証した [1]。その後、J. Sekutowicz設計の LL形状[2]をベースにKEKで新設計したKEK-LL形状 の単セル空洞(IS空洞)6台を新たに製作し、性能歩留ま り試験を行った。表面処理としては後で記述する当時の KEK-WG5-レシピと呼ぶものを採用した。結果、電界性 能45MV/mに対し50%の歩留まりを得た。結果を、電界 強度とQ値の関係、及びヒストグラムをガウシァンフィット したもの(赤いラインが実験データ)と合わせて図1に示 す。我々は空洞性能を制限している要因とメカニズムを 理解し、歩留まりを改善することを目的にパイロットスタ ディとして様々な表面処理を行った。我々の目標とする 性能歩留まりは、ILCのACDで性能受け入れ基準とされ ている40MV/mでO値0.8e10を95%以上で達成するもの で、性能分布にすると45MV/m ± 5%、図1で青いライン で示したもの、である。



### 2. 空洞表面処理

空洞はNb板をプレス、トリム加工したハーフカップを 二つ向かい合わせて電子ビーム溶接(EBW)し、そこに ビームパイプとフランジをEBWして製作される。その後 に空洞内表面処理として、まず 砥石と水を入れた空 洞を機械で回し遠心力を利用して研磨する機械研磨、 遠心バレル研磨(CBP)、を行う。これは空洞表面の大き な表面欠陥を除去し、かつ溶接シームを滑らかにする のを目的とする。次に 化学研磨(CP)を約10μm施し、 CBP時の砥粒による汚染表面を除去する。さらにCBPや CP工程でニオブ中に吸蔵した水素を脱ガスするために

真空熱処理(AN)、750 で3時間、を行う。次に 電 解研磨(EP)で80μm研磨して滑らかなRF表面を作る。 最後に 高圧超純水洗浄(HPR)、7MPaで1時間、を施 して清浄表面を得る。その後 ベーキング(Baking)、 120 で48時間、及び真空排気をして空洞性能試験に 移る。このCBPからベーキングまでの空洞表面処理を KEK-WG5レシピと呼ぶ。

## 3.パイロットスタディ

最初の歩留まり試験では6台中3台の空洞がクエンチ やフィールドエミッション(FE)によって30~37MV/m付近 で制限された。その原因として考えられるのは、 HPR または組み立て時の単純なミスによるゴミの混入による FEの発生。これは再HPRで改善できる。次に EP中に 発生する硫黄や酸化膜の汚染によるもので、FEやQslope、ローフィールドでのクエンチを引き起こす可能性 がある。これは軽いCP(~10µm)やEP(20µm)、flash EP (新液を使い3µm研磨、液循環なし)による改善が期待 できる。さらに 内表面の傷や熔接シームの粗さが原因 となるもので、FEやクエンチを起こすと考えられる。これ を改善するにはCBP等による多量研磨が必要である。

これらの分類を元に、性能制限の要因が表面もしくは 表面からどの程度の深さ領域にあるのかを理解するた め、次のような追加表面処理によるパイロットスタディを 行った。まず、再HPR、これはNb表面を除去しない、を 行った。その後、フッ酸洗浄(20分)による自然酸化膜程 度の研磨(~100)を行った。結果、FEの改善や、Q値の 回復などが見られたが、電界強度の改善はほとんどな かった。次に、1台の空洞に軽いCP(10μm)を、他の空

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> E-mail: fumio.furuta@kek.jp



洞にはflash EPを追加した。この処理によって性能のば らつきは小さくなったが、性能は40MV/m付近に制限さ れた。また、CPではQ-slopeが起きた。最後に通常のEP (20~30µm)とflash EP(3µm)を組み合わせた追処理を 行った。結果、残りの空洞でも45MV/m級の性能に到達 した。この時いくつかの空洞にはフッ酸洗浄を組み合わ せているがフッ酸洗浄の有無で性能の差異は無かった。 パイロットスタディの結果を図2にまとめる。

これらの結果より性能制限とばらつきの原因は先に挙 げた要因 に起因することが示唆された。この汚染は EP中に形成され、EPプロセス時間が長いほどニオプ内 部に侵入し、EP後の真空排気中も進行・拡散すると思 われる。flash EPのみの場合に、ばらつきは小さくなり、 性能は40MV/mに制限されたことから、ばらつきの原因 は表面から深さ3µmの領域に存在し、性能制限の源は 3µm以上深くへ拡散した汚染が原因、と考えられる。追 加EP(20µm)で汚染の除去が出来、性能の改善が図れ るが、このEP(20µm)中も再汚染のリスクはあり、ばらつき が生じる可能性が高い。従って、EP(20µm)とflash EPを 組み合わせることで最も効率よく性能の改善とばらつき の抑制ができると考えられる。

### 4.シリーズテスト

最初の歩留まり試験、及びパイロットスタディから、空 洞性能のばらつきはHPRやフッ酸洗浄では除去できな い汚染によるものと分かった。EPプロセス中の汚染とし ては硫黄がよく知られており、我々は汚染の大部分を硫 黄とみなし、その対策を考えた。我々は6台の空洞の表 面をCBPでリセットした後、まずflash EPを加えた新レシ ピで空洞を再処理して歩留まり試験を行った。さらに硫 黄の汚染を除去するような積極的な洗浄をEP後に加え ることにした。それには硫黄を溶解することのできる過酸 化水素水洗浄(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> rinse)と脱脂洗浄(Degreasing)を選 んだ。歩留まり試験、及びこれらの洗浄方法の組み合わ せによる以下のシリーズテストを行った。

#### 4.1 CBP+CP+AN+EP (80µm)+flash EP+HPR+Baking

flash EPを加えた新レシピに対する試験結果は41.7 ±4.4MV/m、ばらつきは11%、ACD目標に対する歩留 まりは67%であった。結果を図3にまとめる。パイロットス タディから予想されたように、最初の試験に比べてばら つきを抑える結果は得られた。しかし、歩留まりの改善、 平均の性能は低かった。flash EP(3µm)はEP(80µm)の ような多量研磨中に深くまで拡散した汚染を完全に除 去するのには不十分と言える。



4.2 +EP (20µm)+HPR+Baking

新レシピによる歩留まり試験の後に、洗浄強化を 行う前のベースデータとして試験した。結果は46.5 ±8.0MV/m、ばらつきは17%、ACD目標に対する歩留 まりは83%であった。結果を図4にまとめる。ACD目標に 対しばらつきが大きい、また平均値は上がったものの高 電界領域でのQ値のばらつきが大きい。+EP(20µm)は 先の多量 EP(80µm)時の汚染を除去できるが、 +EP(20µm)自身の間での再汚染の可能性がある。



4.3 +EP (20µm)+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> rinse+HPR+Baking

4台の空洞に対し $H_2O_2$  rinseを組み合わせたレシピを施 した。結果は42.6 ± 7.6MV/m、ばらつきは18%、ACD目 標に対する歩留まりは50% であった。結果を図5にまとめ る。もう2つのテストを行い統計性を上げる予定である。こ のレシピではばらつきの改善は無かったもののマルチパ クタ(MP)によるRFプロセッシング時間の短縮やフィール ドエミッション(FE)の減少が見られた。



<sup>4.4 +</sup>EP (20µm)+Degreasing+HPR+Baking

5台の空洞に対し脱脂剤を試験した。脱脂剤の濃度

は0.2%とし、既に脱脂洗浄を取り入れているJ-labと 同じとした[3]。結果は44.2±6.4MV/m、ばらつきは 14%、ACD目標に対する歩留まりは60%であった。結果 を図6にまとめる。このレシピもばらつきの改善は無いも ののMPやFEの減少が見られた。



4.5 +EP (20µm)+flash EP(3µm)+HPR+Baking

6台の空洞に対し試験した。結果は46.7±1.9MV/m、 ばらつきは4%、ACD目標に対する歩留まりは100%で あった。結果を図7にまとめる。性能の改善とばらつきの 抑制を両立できている。



### 5.考察

図8にEP研磨量とばらつきの比較を示す。flash EP による汚染除去で明らかにばらつきが減少する。ま た研磨量が増えるに従ってばらつきが大きくなる理 由は、EP中の汚染拡散が研磨量(時間)に比例して多 くなりflash EPでは完全に除去出来ないためと言え る。また、flash EPではMPの減少は見られなかった。 従ってMPの源とばらつきの源は異なると言える。

図9に2つのレシピ、EP(20µm) + flash EP と EP (20µm) + Degreasing、におけるMPの発生確率を電界強 度でプロットする。脱脂剤の効果で発生確率が減少して いることがわかる。よって洗浄の強化は、MPの減少、 すなわちMPの源を除去する効果、が期待できる。 これらの結果から我々はばらつきのメカニズム、 MPの源に対する一つのモデルを立てた[4]。

まずEP中に発生する硫黄汚染の一部がニオブ表面 に付着・反応し硫化ニオブ(Nb<sub>x</sub>S<sub>y</sub>)が形成される。こ れがばらつきの要因であり、洗浄の強化では除去でき ず、EPなどの研磨が必要になる。Nb<sub>x</sub>S<sub>y</sub>はEP中に内部 に拡散し多量研磨の後では深くまで拡散し、flash EPで は取りきれない場合もあると考えられる。またニオブと反 応しないような硫黄粒子の付着がMPの原因となると言 える。付着した硫黄はHPRでは完全には除去されず、 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>洗浄や脱脂洗浄で積極的に溶解することで除去で き、MPの減少に効果が得られる。



### 6.最後に

我々は単セル空洞による50MV/mの原理実証の後、 性能のばらつきを改善することに取り組んできた。 ばらつきの原因はEP中に発生する硫黄汚染にあると 推測し、我々はニオブ表面での硫化ニオブ( $Nb_xS_y$ ) の形成と拡散というモデルを立てた。この汚染除去は HPRや他の洗浄強化ではできず、flash EPが最も効果 的である。ただし汚染量は初期EP量に依存し、多量研 磨の後ではflash EPのみでの汚染除去は不完全である。 現在ILCのACD目標を達成できる新KEKレシピは CBP+CP+AN+EP( $80\mu$ m)+EP( $20\mu$ m)+Flash EP( $3\mu$ m) + Degreasing+HPR+Bakingである。またMPの源はばらつ きの源とは異なるもののやはり硫黄が関係しており、 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>洗浄や脱脂洗浄などで積極的に硫黄を溶解するこ とがMPの減少に効果が高い。

### 参考文献

- F. Furuta et al., Proc. 10<sup>th</sup> Eur. Part. Acc. Conf. (EPAC2006), Edinburgh, June 2006, p.750
- [2] J. Sekutowicz et al., JLAB-TN-02-023, June 2002.
- [3] J. Mammosser et al., "ILC Cavity Qualifications Americas", TTC meeting in FNAL, April 23-26, 2007
- [4] K. Saito, Proc. of 13th International Workshop on RF Superconductivity, Peking University, Beijing, China 2007, http://www.pku.edu.cn/academic/srf2007/download/proce edings/TU202.pdf