

KEK-COI 棟の縦型電解研磨設備設置の進捗状況

INSTALLATION PROGRESS OF THE VERTICAL ELECTROPOLISHING FACILITY IN KEK-COI BUILDING

後藤剛喜[#], 早野仁司, 梅森健成, 文珠四郎秀昭

Takeyoshi Goto[#], Hitoshi Hayano, Kensei Umemori, Hideaki Monjushiro

High Energy Accelerator Organization (KEK)

Abstract

A vertical electropolishing (VEP) facility for surface treatment of Nb cavities is currently being developed and is scheduled to be operational in this December 2022 at High Energy Accelerator Research Organization (KEK). In this facility, the EP process for Nb cavities is performed in a vertical position in the cavity, not horizontal one, which is already introduced in KEK. VEP system is more suitable to process large number of Nb cavities than the horizontal one, and this VEP facility will be used for international Linear Collider (ILC) project. We have introduced some new equipment suitable for VEP process; including Ninja cathode, cavity water cooling system, and two-flow system of the electrolyte solution. Also, many chemical safety efforts are progressing not only on the equipment side but also on the institutional side, because the electrolyte used (mixture of hydrofluoric acid and sulfuric acid) is chemically hazardous to handle.

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の建設のためには, 高効率で電子を加速させるための Nb 空洞が数百, 数千本もの規模で製造する必要がある。高い超伝導高周波(SRF)共振性能を有する空洞を製造するためには, 空洞内面の平滑性が求められ, 電解研磨(EP)による空洞の表面処理が必要となる[1]。多結晶の Nb 板から力学的に加工され, 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は機械研磨でなされるが, 研磨後の Nb 表面には無数の削りカスや研磨剤が残留し, それらを洗浄で除去しきることは非常に困難である。また機械研磨後の表面の結晶構造は力学的に歪み, 破壊されているため, その後に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 性能が出ない可能性も指摘されている。そのため, 組み上がった Nb 空洞は, その表面を $\sim 100 \mu\text{m}$ 程度は削らないと高い SRF 性能は期待できない[2]。機械研磨後の非接触な研磨工程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出てしまうため[3], 十分な SRF 性能が得られない。そのため現在では, 空洞表面の最終研磨に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]。

現在, 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)棟では, 大量の Nb 空洞の内面処理を目的とした縦型方式(空洞を垂直姿勢で設置)の EP 処理設備の設置工事が進捗している。今年は設置工事の最終年であり, 電解液を用いた設備の運用

試験開始を今年末に予定している。KEK では既に超伝導リニアック試験施設(STF)棟で横型方式(水平姿勢で設置)の EP 処理設備が 14 年程度の稼働している[5]。今回, 実績がある横型方式ではなく縦型方式を採用した理由として, (1)横型方式では必須な空洞軸方向の回転機構や水平-垂直姿勢の回転機構が縦型方式では必要なく, 設備機構が大幅に簡略化できること, (2)縦型では Nb 表面が電解液に全て浸かるために反応面積が横型より約 1.6 倍広くなり, EP 処理速度が速くなること, (3)フッ酸を使う必要がないバイポーラー EP 法[6, 7]を適用できる点などがある。その一方で縦型方式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, 縦型方式の EP 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[8], 忍者カソード[9], 空洞水冷機構[10]などは, この縦型システムに採用されている。本論文ではこの設置工事の昨年から今年の進捗状況についても紹介する。

2. 導入される縦型 EP 設備の概要

KEK に新たに導入される縦型 EP 設備は, COI 棟内南西部のエリア($\sim 130 \text{m}^2$)に設置され, 2022 年 12 月の運用開始を目標に工事が進捗している。EP 設備エリアは中 2 階建て構造となっており(Fig. 1), 2 階は空洞の様々な処理を行う作業場, 1 階は電解液(EP 液, $\text{HF}(48\text{wt}\%):\text{H}_2\text{SO}_4(98\text{wt}\%) = 1:9$ (体積比)), 冷却水, 洗浄廃液中継タンク, 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 ベット(Fig. 2), 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(Fig. 3), 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。

[#] gotota@post.kek.jp



Figure 1: EP facility in the COI building of KEK (~130 m²).

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おり、2 階で EP 処理された空洞は HPR 設備で洗浄後、そのままクリーンルームに移送される。1 階には EP 液のリザーブタンク(~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), 洗浄排水の一時貯蔵槽, EP 処理用の直流電源(Max 50 V, 1 KA), EP 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環ラインとチラーが設置されている。

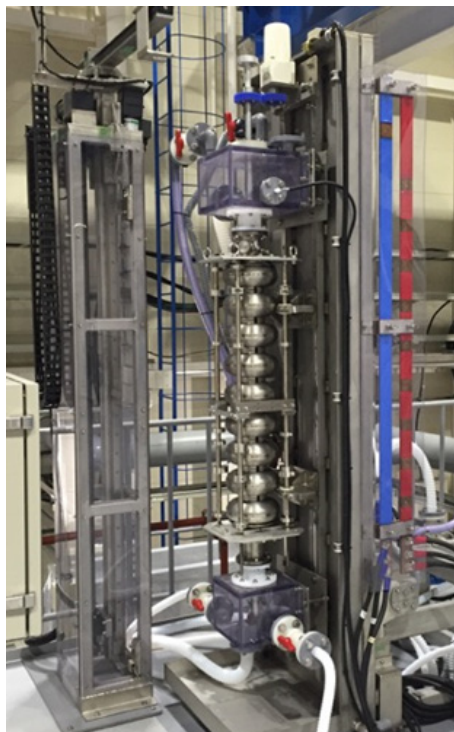


Figure 2: Nb cavity bet for VEP process.

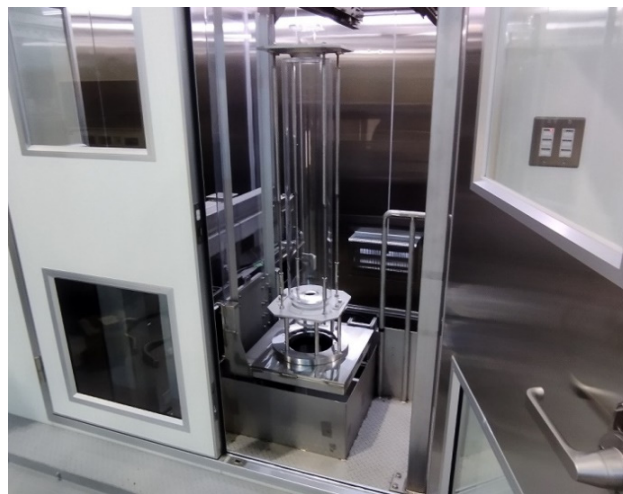


Figure 3: Equipment for high-pressure rinsing (HPR) of Nb cavities with ultrapure water.

3. 昨年からの整備進捗状況

今年は設備整備の最終段階であり、実際の運用を想定した様々な整備工事や化学安全への取り組みなどが進捗している。

3.1 縦型 EP 方のために開発された技術要素の導入

縦型 EP 手法の確立を目指し、KEK はマルイ鍍金工業、東日本機電開発、WING、岩手県工業技術センターおよびいわて産業振興センターと共同で技術要素の開発を進めてきた。設置が進む縦型 EP 設備にはそれらの技術が用いられ、その導入が進められている。そのうち主だったものを 3 点、以下に紹介する。

一つ目の要素として、空洞内の電解液のフローをカソード内と外で別々に異なった流速で行う 2 層流システ

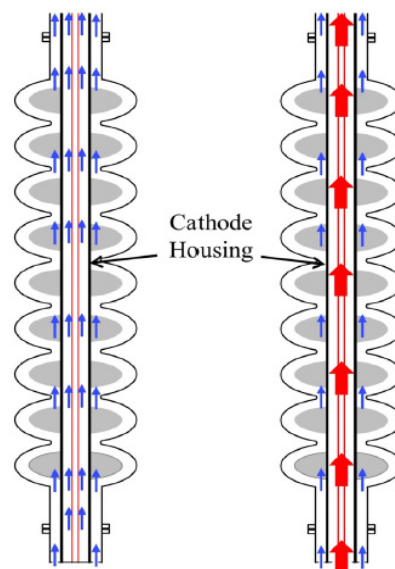


Figure 4: Two-layer flow system of electrolyte. The flow velocity inside the central cathode is faster than that outside. From reference [8].

ムを導入した[8]。Figure 4 にそのシステムの概略図を示す。これは空洞内の電解液の流速を、空洞中心にカソードとして設置されている穴の空いた Al 筒の外(~5 L/min)より内(~10 L/min)の方を速くすることで、通電中に Al カソードから発生する水素ガス 気泡を外部対流でカソード内部に取り込ませ、そのまま空洞の上の液面に到達させる。その結果、空洞表面に吸着する気泡を大幅に減らすことで、気泡による研磨ムラを抑えることが可能となる。

二つ目の要素として、カソードとして従来の Al 筒ではなく、4 枚の羽(テフロン)と 4 本の Al 棒が付いた忍者カソードを導入した[9]。Figure 5 にその外観写真を示す。テフロン羽の位置は空洞の赤道部に対応する。従来の Al 筒では電極間の長さが空洞のアイリス部に比べて赤道部が長くなるため、赤道部の研磨量が相対的に少なくなるという問題があった。この忍者カソードは、通電中はカソードが回転することで 4 枚の羽が電解液を赤道部へ送らせる外部対流を発生させる。その結果、フッ化物イオンが赤道部に多く供給されることで、赤道部の研磨速度がアイリス部位と非常に近くなる。また 4 本の Al 棒があることで、Al と Nb の反応面積比(Al/Nb)は従来の Al 筒では 0.1 程度であったのが 0.35 まで大きくなり、カソードの過電圧による硫酸の還元で生成される硫黄粒子の数を少なくすることができる。

三つ目の要素として、通電中に空洞全体を均一に冷やすために水道水より電気伝導度が低い純水を冷却水として用いた空洞水冷システムを導入した[10]。Figure 6 にその外観写真を示す。通電中に Nb 表面には比抵抗が電解液より高い拡散層が形成されるため空洞の表面温度は高くなる。そして温度が上がりすぎると EP 処理に最適な電位領域に対応する分極カーブのプラトー領域が形成されなくなり、表面に pit ができやすくなる。また縦型方式は横型に比べ反応面積が広くなるため、空冷では反応熱の制御が非常に困難になる。導入した水冷システムでは、多数のノズル(~10 個)が付いたリングを空洞の高さが異なる複数の箇所を設置し、空洞外部より 15 °C 程度の純水を空洞全体にかけ流すことが可能となる。

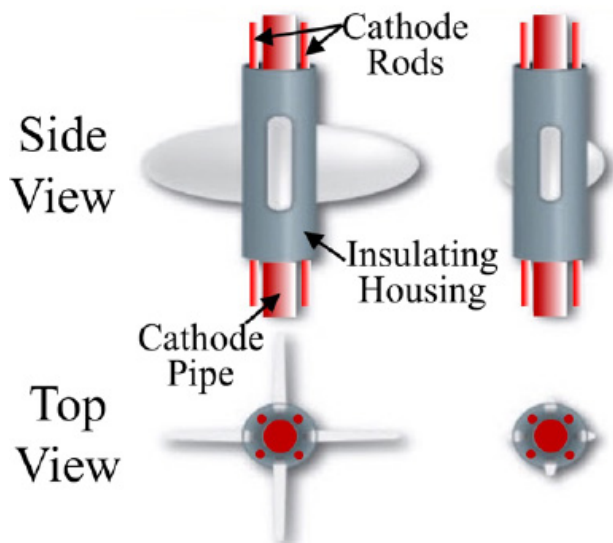


Figure 5: Al ninja cathode with four wings spreading after insertion into the cavity. From reference [9].



Figure 6: Cavity water cooling system using pure water.

3.2 化学安全への取り組み

Nb 空洞の EP 処理にはフッ酸-硫酸の混酸を電解液として用いるため、EP 処理に直接関わる作業員だけでなく EP エリア近傍で働く作業員の化学安全のため、また電解液を含んだ廃液が外部環境への漏洩することを防ぐため、様々な設備の設置や取り組みが行われている。

設備面では、EP エリアには環境安全警報盤(Fig. 7)が設置されており、これには EP エリア 3 カ所に設置されたフッ化水素ガス検知器、EP エリア 5 カ所に設置された漏液センサー、屋外の洗浄廃水槽とスクラバーの防液堤内



Figure 7: Environmental safety alarm panel to control each safety device.

のそれぞれの升に設置された電気伝導度計, それらの警報を COI 棟内と近傍へ知らせる 15 カ所の音声警告機能付きパトライト, 警報を外部へ発信するための発報システムが繋がっている。具体的に, 検知器に 1 ppm 以上のフッ化水素ガスが検知されると, その状況が終息するまで 15 カ所のパトライトが光りつつ COI 棟から至急に退去するよう警告音声が流れ続ける。またガスが漏れたことを COI 棟および KEK の外部にいる関係者に即時に知らせるため, 電話及び電子メールで警報を発報する。同様に EP エリアに液漏れが検知された場合, パトライトからの警報と外部へ警報が発報される。屋外防液堤の升内の電気伝導度計は, 防液堤内に貯まった水を雨水か電解液を含んだ洗浄廃水かを区別するためのものであり, 貯まった液体の電気伝導度が 5 mS/cm 以下であれば雨水として升内のポンプが污水管へ排水し, 5 mS/cm 以上であれば電解液を含まれていると判断して排水しないようにポンプの電源が入らないように設定されている。

他に化学安全に関する設備の整備として, EP エリアの各階に作業員が電解液に触れてしまった際の即時対処に用いる化学安全シャワーとシンクが設置されている。また EP エリア外からでもエリア中の状況が分かるように, 6 台の監視カメラ記録装置を設置し, 常時録画し続けるようにした。これにより EP エリアに入らなくとも死角となっているエリア 2 階や電解液リザーブ槽の防液堤内の状況が分かるようになり, 災害時のリザーブ槽からの電解液の漏液状況が分かるようになった。

化学安全への取り組みとしては, EP 処理の全ての作業工程はマニュアル化され, 必要に応じて順次更新される。そして, 関連機器の定期点検とその記録の 3 年間の



Figure 8: Lifter for cavity transport.

保存が義務づけられている。また EP 処理に直接関わる作業監督者, 作業員に加え, COI 棟に出入りする全ての作業員に年一度の化学安全講習会への受講が義務づけられ, そこで万が一にフッ化水素ガスの漏洩が起きた場合に速やかに COI 棟から退避することを徹底している。

3.3 その他の整備項目

EP エリア内で 9 セル Nb 空洞を容易にかつ空洞に力をかけないように移送するため, 専用の空洞リフターを設計し, 導入した。Figure. 8 にその外観写真を示す。これはクレーンで EP エリア 2 階に運び入れた空洞を各処理のために EP エリア内で運ぶためのものである。リフターは, 縦型の EP ベットに空洞を取り付ける際に, 空洞の 3 次元の位置, 角度の調整ができるように, クランプ部の高さや回転位置を容易に制御できるようになっている。

純水は EP 処理後の空洞洗浄に加え, 空洞の HPR 処理に使用する超純水を製造するために大量に必要となる。そこで空洞の EP 処理と, 別の空洞の HPR 処理を同時に行えるようにするために, 1000 L の純水用貯水タンク(ポリエチレン製)を EP エリアに隣に設置し, 十分な純水の使用可能体積を確保した。

屋外の貯水槽への洗浄廃水や屋外チラーからの冷水配管, スクラバーへの排気などに用いられている塩ビ配管には全て配管カバーが設置された。これは紫外線により塩ビ配管が脆くなっていくことを防ぐため, また冷水配管の保温のためでもある。

4. 結語

本論文では現在, KEK の COI 棟で設置工事が進んでいる縦型 EP 設備の進捗状況について紹介した。電解液を用いた設備の運用試験の開始は今年末を予定しており, まずは設備が安全に, 安定して運用されることに注力する。縦型方式は横型に比べ, 設備の機構が単純で空洞の取り回しが容易であることから, 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と言える。ゆえに本設備を安定的に運用し, 空洞の EP 処理の実績を積み重ねることで, 大規模に空洞処理を行うための技術的課題を特定し, その解決策の立案を進めていくことが次のステップになると考えられる。

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た。ここに感謝の意を表す。

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] Taguchi, J.; Ishida, K.; Mochida, Y.; Nakajima, T.; Kakudo, S.; Kunieda, M.; Hayano, H.; Saeki, T. R & D of Electro-Polishing (Ep) Process With Hf-Free Neutral Electrolyte By Bipolar-Pulse (Bp) Method. *18th Int. Conf. RF Supercond.* **2017**, 623–627.
- [7] Shiratori, R.; Kawamura, S.; Yashiro, H.; Nii, K.; Ida, Y.; Monjushiro, H. Electropolishing of Niobium in a Sulfuric Acid Solution by Pulse Potential Control. *Zairyo-to-Kankyo* **2019**, 68 (6), 148–151.
- [8] 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.
- [9] 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.
- [10] 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.