

PROLONGATION OF ELECTROLYTIC POLISHING SOLUTION USED FOR SUPERCONDUCTING CAVITY

K.Tajiri ,M.Jinno ,K.Inoue ,Y.Kojima^{*} ,K.Saito^{*} ,H.Nomura^{**}

Nagoya Aircraft Works,Mitsubishi Heavy Industries,Ltd.

* National Laboratory For High Energy Physics (KEK)

** Nomura Plating Company,Ltd.

Abstract

Electrolytic polishing (EP) is applied for surface finishing of superconducting cavity in the TRISTAN.

Although the polishing solution (H₂SO₄-HF Mixt) is apt to deteriorate, life of the solution was prolonged by adding HSO₃F to the solution.

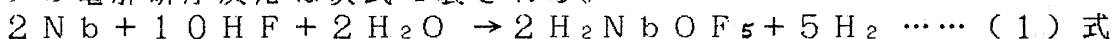
1. はじめに

トリスタンに使われる予定のニオブ製超伝導加速空洞(図1)は、電磁場の局所的な増大、電界放出電子の増大、高周波損失の増大等を抑制して高い加速電界を得るために、空洞内面を滑らか、かつ清浄に仕上げることが要求される¹⁾。

そこで、電解研磨処理を施し²⁾、加工変質層、ミクロな凹凸、および有害な酸化物・不純物を取り除いている。しかし、濃硫酸-フッ化水素酸混合液(97%濃硫酸:40%フッ化水素酸=85:10の容量比)である研磨液は液劣化速度が非常に速く生産性が低いので、液寿命延長法を開発して使用している。

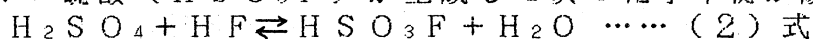
2. 研磨液の組成変化

ニオブの電解研磨反応は次式で表される³⁾。



これから分かる様に、ニオブはフッ化水素(HF)および水(H₂O)と反応して可溶性のH₂NbOF₅となり、研磨液中に溶解していく。その際、ニオブ表面の凸面で優先的に反応が進むため、研磨面は平滑化されて光沢度を増す。

この研磨液中には、硫酸(H₂SO₄)とフッ化水素(HF)との反応により、フルオロ硫酸(HSO₃F)が生成して次の化学平衡が成立していると考えられる⁴⁾。



これを確認するために、研磨液を大量の水で希釈し、希釈後の放置時間を変えてフッ素イオン濃度を測定した。測定結果を図2に示す。希釈された研磨液は、新たな平衡状態を求めて(2)式が左方向に移動し、最終的にHSO₃Fはほぼ全てHFに変化する。図2中の(イ)と(ロ)の差として研磨液中のフルオロ硫酸生成を確認することができた。

研磨液中のHSO₃F濃度は、新建浴時が最大で、電解研磨処理を行うにしたがって減少する。一方、HF濃度には顕著な低下は認められない。本来、蒸発したり、反応したりして失われるのはHFであるはずだから、建浴時に一旦生成したHSO₃Fは、研磨液中からHFが失われて減少しようとする(2)式の左方向の反応で分解してHFを供給し、その濃度低下を防止する役割を果たしていると考えられる。活性フッ化物濃度(HSO₃FとHFとの和)と研磨面の表面粗さ・光沢度との関係を図3に示す。

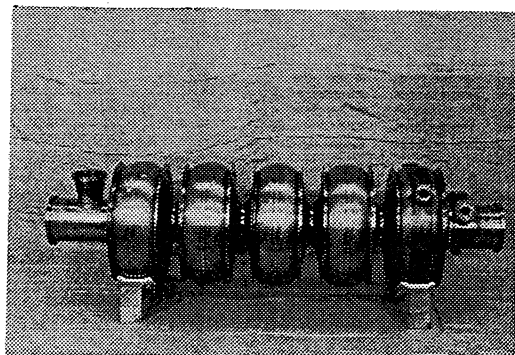


図1 超伝導加速空洞(5連)
の外観写真
[φ0.5m×L2m]

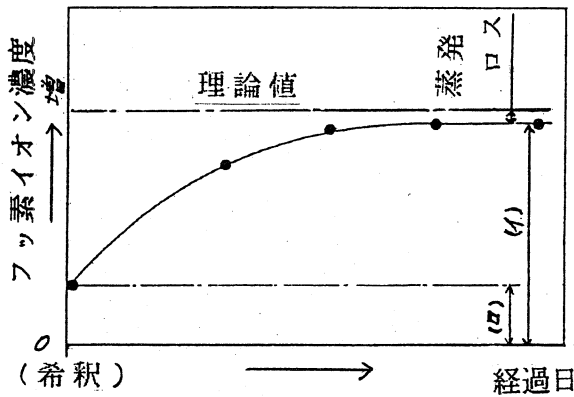


図2 水希釈によるフルオロ硫酸の分解速度

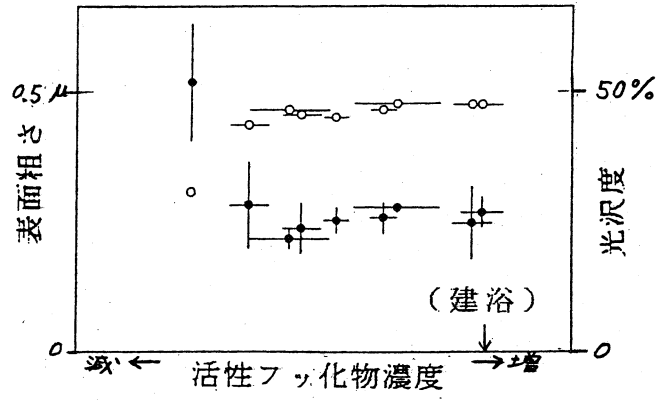


図3 活性フッ化物濃度と研磨面の表面粗さ・光沢度

3. 液再生

劣化した研磨液は活性フッ化物濃度が減少しているため、これをフルオロ硫酸の形で補給することによって再生できる。活性フッ化物濃度はフッ化水素酸（通常、46%濃度の水溶液）を添加することによっても回復させることができるが、研磨液の水分含有量の許容範囲が非常に狭いので、水分含有量が増加してしまうこの方法は実用的でない。劣化した研磨液にフルオロ硫酸のみを添加すると、フルオロ硫酸が(2)式の左方向への反応で分解してHFに変化する際、同モル量の水(H₂O)を消費し、研磨液中の水分含有量が低下してしまう。これを防ぐには、フルオロ硫酸添加時に、同モルの水（容量でフルオロ硫酸の約3倍）を併せて添加すれば良い。但し、実作業に於ては、大気中からの吸湿や処理部品からの水洗水持ち込みにより水分含有量は増加傾向にあるので、水の添加量はこれに応じて減らす。

4. 液寿命

研磨液を繰り返し再生使用し、得られる表面粗さと光沢度を評価して、液再生による液寿命延長効果を実証した。(図4)

繰り返し再生使用すると研磨液中の溶解ニオブ量が増加し、再生の効果が低下する。これは再生インターバルの減少として現れた。(図5)なお、図5に加速電解と有るのは、試験時間の短縮を図るため、高電流で電解してニオブを強制的に溶解させた操作である。

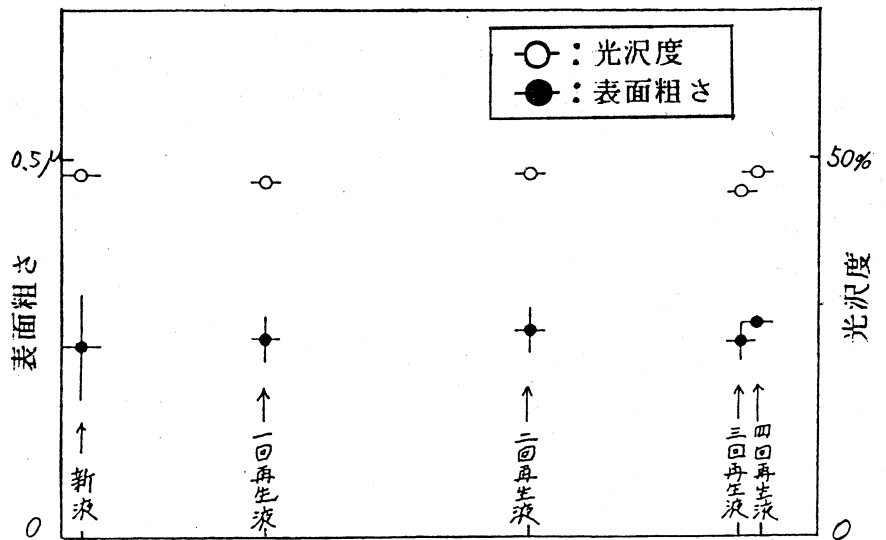


図4 くり返し再生液により得られた研磨面の表面粗さと光沢度

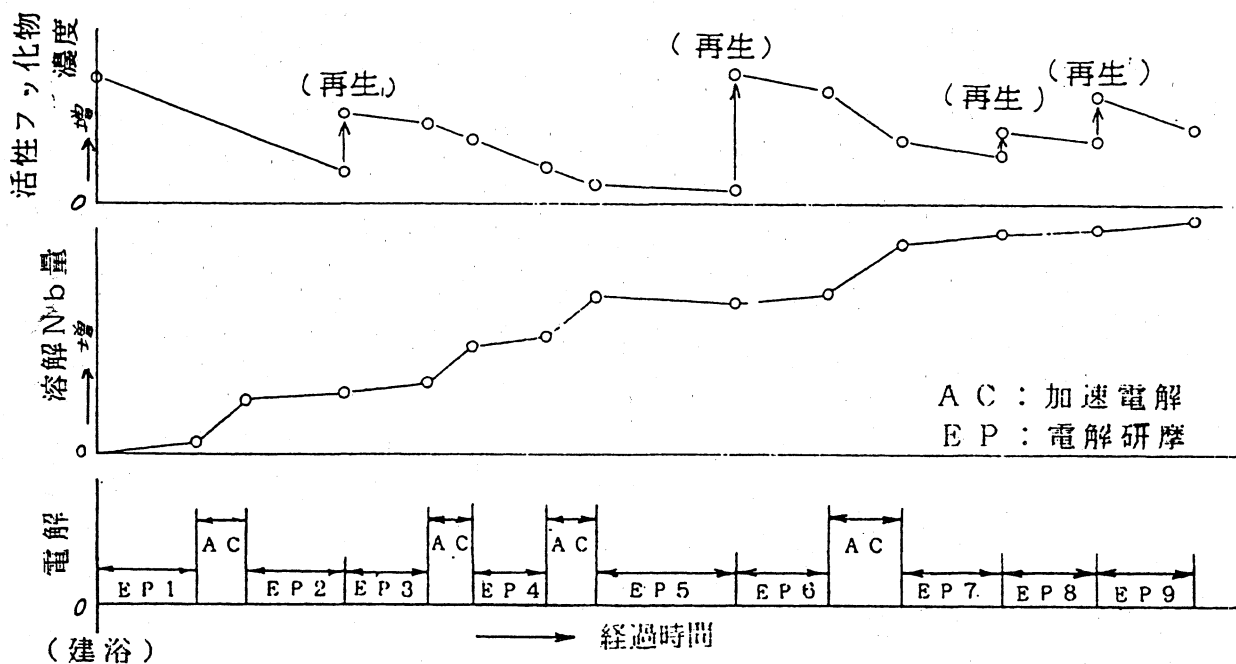


図5 液再生試験の実施記録

5. まとめ

従来は高価なEP液を1回の処理毎に建浴していたが、フルオロ硫酸を添加することで繰り返し再生使用できるようになり、生産性および安全性が向上した。この成果もあり、トリスタン用超伝導加速空洞の生産は順調に進んでいる。また、最新の研究から研摩液の僅かな汚れが超伝導加速空洞の性能に悪影響を及ぼすことが明らかになり、現在、研摩液の汚染防止策を検討している。最後に、この研究開発は高エネルギー物理学研究所の光延助教、古屋助手の多大な御指導のもとに進められたことも附記しておきます。

参考文献

- 1)野口,光延 : 月刊フィジックス, Vol.5, No.12, (1984), 774
- 2)T.Furuya et al : IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-28, No.3, (1981), 3255
- 3) P.Kneisel: Proc.of the Workshop on RF Superconductivity, Karlsruhe(1980), 27
- 4) 大内,秋山: 硫酸(硫酸協会), Vol.17, No.6, June(1964)