

氏 名 Puneet Veer Tyagi

学位（専攻分野） 博士（工学）

学位記番号 総研大甲第 1453 号

学位授与の日付 平成 23 年 9 月 30 日

学位授与の要件 高エネルギー加速器科学研究科 加速器科学専攻
学位規則第 6 条第 1 項該当

学位論文題目 Spectroscopic Study of Surface Treatments for
Nb SRF Cavity

論文審査委員 主 査 教授 早野 仁司
准教授 加藤 茂樹
教授 古屋 貴章
教授 山本 明
准教授 森田 欣之
講師 佐伯 学行
准教授 岩下 芳久 （京都大学）

論文内容の要旨

The superconducting radio frequency (SRF) cavities are being used worldwide in particle accelerators to achieve a high energy beam of charged particles. These cavities are made of high purity niobium (Nb) material and work at 4 K temperature. The inner surface of these cavities plays the most important role in order to obtain good performances in terms of high field gradient therefore the surface treatments associated with SRF cavities are the key issues toward the achievement of high field gradient larger than 35 MV/m during vertical test of the nine-cell cavity for International Linear Collider (ILC). In the recent years, extensive research has been done to enhance the cavity performance by applying improved surface treatments such as mechanical grinding, buffered chemical polishing (BCP), electropolishing (EP), electrochemical buffing (ECB), mechanochemical polishing (MCP), tumbling, etc., followed by various post-treatment methods such as ultrasonic pure water rinse, alcoholic rinse, high pressure water rinse (HPR), hydrogen peroxide rinse and baking etc. to obtain smooth and contaminant free surface.

Among all surface treatments, the EP followed by HPR seems to be the salient surface treatment method and used worldwide as a final surface treatment which provides the promising results. However, as a result of the EP process at laboratory level, some contaminants such as sulfur, fluorine, and carbon have been identified at the surface, which might be the sources of field emission when a high electric field is excited in a SRF cavity and limit the performance. Therefore it is of interest to characterize the status of surface after the EP process as well as see the effect of HPR with the help of surface analytical tools. The use of surface analytical tools will enable to find the optimum conditions of the surface treatments necessary for the mass production of efficient SRF cavities.

In this thesis, the efforts have been made to understand the behavior of EP inside a real cavity based on different EP conditions and see the effect of HPR with different pressures and doses. The total work can be summarized as follows :

- (1) The theory and working principle of SRF cavities have been introduced. The manufacturing procedure, engineering and various surface treatment methods have been discussed in details. A wide literature survey has been done.
- (2) The main experimental setups such as surface analytical system, scanning electron microscope, electropolishing system, HPR facility and clean room etc have been introduced. The necessary systems for experiments such as three loadlock systems attached with surface analysis system, vacuum suitcases,

experimental setup to carried out lab-HPR experiments etc were constructed.

(3) A series of cavity EP experiments by using a real Nb test cavity attached with six Nb disc type samples were carried out with different EP conditions in the same manner as ILC cavities are processed.

(4) The experimental results with high current density and aged EP acid solution showed a greater existence of sulfur and fluorine at the Nb surfaces in comparison of the experiment with fresh EP acid which confirms the sulfur generation is proportional to the aging of the EP acid solution. The chemical state of sulfur was confirmed as a mixture of SO_4^{2-} and SO_3^{2-} .

(5) The experimental results with low current density demonstrated that the low current is quite helpful in order to mitigate the sulfur and fluorine at the Nb surfaces.

(6) Two laboratory EP experiments were also conducted with low and high current density. The experimental results were quite consistent with the cavity EP experiments and showed that low current density was very helpful in order to mitigate sulfur/sulfide from the surface.

(7) The HPR experiment was conducted on BCPed samples in order to demonstrate the effect of different pressures and doses which might be very helpful to optimize the HPR parameters. The thicker oxide layer was formed on Nb surface in proportional to high pressure and dose.

(8) The dry ice cleaning was also tried on Nb samples after the lab EP. The results showed that the dry ice cleaning was not so effective in order to mitigate sulfur and fluorine form Nb surface while some hydrocarbons/dust particles were removed.

博士論文の審査結果の要旨

本博士論文は、ILCのためのニオブ製1.3GHz 9セル超伝導加速空洞の加速性能に深く関わりのある電解研磨処理後の空洞内表面物質の定量的研究およびその表面残留物の効果的除去に関する研究についてのものである。表面残留物の定量的分析にはX線光電子分光器(XPS)、元素分析機能付き電子顕微鏡(SEM-EDX)、2次イオン質量分析器(SIMS)の表面分析機器を使用している。さらに実験を明確なものにし、分析データに高い信頼性を与えるため以下の開発を行っている。すなわち、電解研磨処理後の空洞内面状態を維持した試料を作成するための単セル空洞を用いた試料生成装置の開発、その試料を表面処理後のプロセスと関係の無い外来物質による汚染を避けて表面分析装置に搬送する真空スーツケースの開発、さらに、真空スーツケース内の試料を大気に暴露することなく分析機器に搬送するためのロードロック機構を厳密なものとするための開発を行っている。これらの開発の結果として、XPSによるニオブ表面に存在する各種元素の深さ方向解析とその化学状態の解析、電界放出の原因と考えられるイオウやフッ素を含む微小物質の電解研磨処理パラメーターに対する存在量の把握、SEM-EDXおよびSIMSによる残留微小物質の構成元素の発見、など電解研磨を施したニオブ表面の特徴を定量的に捉え議論している。また、それらの残留微小物質を効果的に除去するための超純水高圧洗浄のパラメーターを表面分析と組み合わせることにより除去効果を定量的に導き出し、最適条件を提案している。そこから得られた結論として、

(1) 空洞の電解研磨によりニオブ表面にイオウやフッ素を含む微小物質が残存する事を確認した事。(2) 比較的高い電流密度と使い込んだ電解研磨液による電解研磨ではそれらの微小物質が生成されやすく、その抑制のためには低電流密度および新しい電解研磨液で電解研磨をするべきであると結論を得た事。

(3) それら微小物質の除去のために使用する超純水高圧洗浄には、物質除去と酸化膜成長の相反関係があり、そのため吐出圧力と吐出総量に最適値が存在する事。

を上げている。

本審査委員会は1時間にわたり出願者の英語による発表と1時間の質疑応答を行い、その後の1時間で審査を行った。その結果、本出願論文は実空洞の処理条件での電解研磨処理後の表面を外乱なく明確に定量分析ができており、そこからの導きだされる結論に確実性があるものと認め、残留微小物除去の実験結果においてもその結論の確実性を認めることができる。この実験方法と表面

残留微小物の定量化手法、ならびに、残留微小物除去方法の最適化において注意深く構成された表面分析手段を活用した点は非常にオリジナリティーがあり、空洞内表面物質の分光学的な系統的研究は世界で例がない。また、そこから導きだされている残留微小物に関する系統적知見は世界の研究者の経験や断片的な報告と矛盾がない。さらにレフリー付きジャーナル論文にも公表されている事も勘案し、審査員全員一致で加速器科学専攻の博士論文として十分な内容であると判定し、合格とする。