

RESEARCH AND DEVELOPMENT OF AN ULTRA CLEAN SURFACE FOR RF CAVITIES

Hajime MIWA, Tokumi IKEDA, Takafusa SUZUKI, Kiyosi KUROSAWA*
Eiji KAKO**, Shuichi NOGUCHI**, Kenji SAITO**, Peter Kneisel***

Nomura Techno Research, Ltd.

Satsuki-cho, Kanuma-shi, Tochigi-ken, 322, Japan

*SONY Co., Ltd. Atsugi Technology Center

Asahi-cho, Atsugi-shi, Kanagawa-ken, 234, Japan

**KEK, National Laboratory for High Energy Physics

Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305, Japan

***CEBAF, Continuous Electron Beam Accelerator Facility

12000 Jefferson Avenue, Newport News, VA 23606, USA

ABSTRACT

Suppression of field emission is essentially important in order to attain higher accelerating gradients. Therefore, elimination of residual dust particles on the inner surface of RF cavities is necessary. Surface of a niobium cavity was simulated in silicon wafers, and analysis of dust particles was performed by a particle counter used for semiconductor industries. Experimental results in various surface treatments and applications to niobium cavities are described in this paper.

超清浄加速管表面の研究開発

1.はじめに

最近の超伝導加速空洞の開発状況は、TESLA (TeV Energy Superconducting Linear Accelerator)に代表されるような国際協力プロジェクトのもとに、高加速電界 ($E_{acc} \geq 25 \text{MV/m}$)を安定に得るための研究が進められている。空洞熱処理法、表面処理法、空洞アッセンブリ法、空洞エージング法など各工程で各研究所それぞれ特色のある研究が行なわれている[1]。超伝導空洞では、加速電界を制限している現象の一つにフィールドエミッションがある。これは、空洞表面に残留するゴミ等の異物が原因である。フィールドエミッションの発生を抑えることが高加速電界を得るための当面の最重要課題である。如何に空洞内に異物を持ち込まないか、あるいは、如何に空洞表面の異物を除去するかが重要である。今回、その異物の混入、除去に重大な影響を及ぼす表面処理法の水洗工程の最適化の研究を行った。半導体評価技術として利用されているシリコンウェハ上の表面付着粒子計数器を使用し、水洗工程で残留する異物の量を定量評価した。この装置は、レーザー散乱光を応用したも

ので、異物の数、大きさ、分布を測定することができる。また、このシュミレーションテストの中の効果的な水洗法を実際の空洞に適用し空洞性能を調べた。その結果も合わせて報告する。

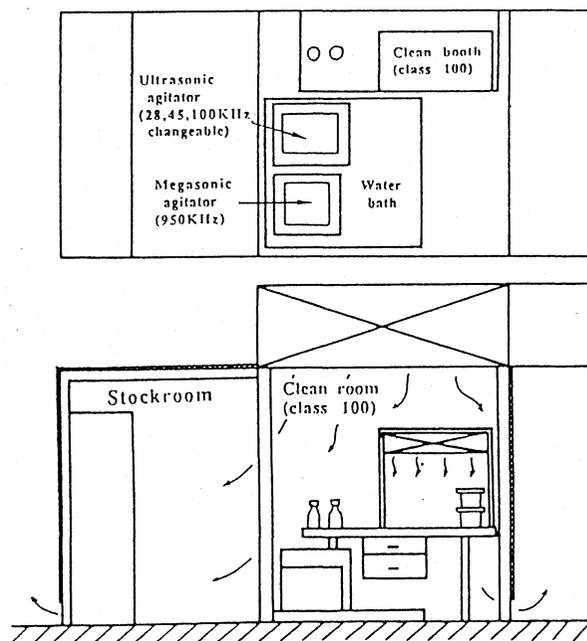


図1 シュミレーションテスト環境

2. シュミレーションテスト結果

2-1 テスト装置、方法

使用したシリコンウェハー(100^μ, N-type)は、信越化学工業(株)より購入したもので、あらかじめ清浄な表面に洗浄されている。ウェハーの処理は図1に示す環境で行なった。クリーンルーム(CR)とクリーンブース(CB)は共にクラス100の仕様であるがCRはストックルームを延長していることもありCBに比べて清浄度は悪いと予想される。バックグラウンド値を極力下げるために、ウェハーの開梱、梱包、処理液への投入等はCBで行なった。シリコン

ウェハーは、実際の空洞処理に用いる化学研磨液(硝酸、沸酸、磷酸)には激しく侵される。また、電解研磨液(硫酸、沸酸)にもわずかに侵される。そのため空洞の処理を想定した酸浸漬は、電解研磨液の主要成分である硫酸を使用した。使用した薬品は関東化学(株)から購入したものである。薬品グレードの差を考察するために、半導体仕様のELグレードと試薬1級を使用した。超音波洗浄は周波数を変えて3種類(28kHz, 100kHz, 950kHz)行なった。超音波技術からいえば周波数が高いほどキャビテーションの発生も少なく、より細かい粒子の除去が

表1 シリコンウェハーによるシュミレーションテスト結果

項目	No.	マーク	処 理 条 件	カウント数(粒子サイズ μm)
バック グラウンド	1	○	クリーンブース(CB)内放置(12hr)	238, 892(≥0.27) 166, 521(≥0.3)
	2	□	クリーンルーム(CR)内放置(12hr)	3465, 4010(≥0.27) 904, 991(≥0.38)
	3	△	2→CR外放置(10min)	18819*(≥0.27) 9526(≥0.38)
水 洗	4	○	CR内水洗(1min)	645, 1864(≥0.27) 366, 1039(≥0.3)
	5	△	CR外放置(10min)→CR内水洗(1min)	10254(≥0.27) 7929(≥0.3)
H ₂ SO ₄	6	○	CB内 H ₂ SO ₄ (EL)浸漬(5min)→CR内水洗(5min)	67, 6967(≥0.3)
	7	×	CB内 H ₂ SO ₄ (1級)浸漬(5min)→CR内水洗(5min)	227, 575(≥0.3)
	8	▲	CR外 H ₂ SO ₄ (1級)浸漬(5min)→CR外水洗(5min) →CR内水洗(1min)	407, 2177(≥0.3)
超音波 28 kHz	9	○	6→28 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	2050, 5125(≥0.3)
	10	×	7→28 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	1516, 1808(≥0.3)
	11	▲	8→28 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	2573, 2670(≥0.3)
超音波100kHz	12	▲	8→100 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	1498, 2342(≥0.3)
超音波 950 kHz	13	○	6→950 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	712, 747(≥0.3)
	14	×	7→950 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	110, 128(≥0.3)
	15	▲	8→950 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	1179(≥0.3)
	16	△	CR外放置(2hr)→950 kHz(10min)→CR内水洗(1min)	224(≥0.3)
HPR 80~90kg/d	17	○	6→HPR(10min)→CR内水洗(1min)	2709(≥0.3)
	18	×	7→HPR(10min)→CR内水洗(1min)	1017(≥0.3)
	19	△	CR外放置(2hr)→HPR(10min)→CR内水洗(1min)	1118(≥0.3)

*オーバーカウントためカウント面積をノーマライズした値

可能である。High Pressure Rinsing (HPR) [2]の効果は、シリコンウェハーが装着可能なモデル空洞を用いテストを行なった。シリコンウェハー上の付着粒子数測定はソニー(株)厚木テクノロジーセンターで行なわれた。テストに使用した水は全て超純水である。また、液中パーティクルカウンターを用い超純水と硫酸中の粒子数を測定した。

2-2 テスト結果

テスト結果を表1及び図2に示す。粒子計数器は1回の測定時に任意の4種類の粒子サイズが選択できる。最小粒子サイズを小さく設定し過ぎるとオーバーカウントしてしまい全面を計数しない。ここでは、最小粒子サイズを $0.3\mu\text{m}$ 近辺とした。今回の測定結果では個別の粒子サイズのデータに有意な結果が現われなかったため最小粒子サイズ以上のトータルカウント数で議論を行なった。

a テスト環境 (バックグラウンド)

CBとCRは同じクラス100でも大きな違いが出ている。クリーン環境は、使用方法、管理方法に大きく影響されるため、実測データに基づき管理が重要である。本テストのバックグラウンド値は、No.1(CB内放置)とNo.4(CR内水洗)の値で $0.3\mu\text{m}$ 以上の粒子数が数百個程度である。No.3の結果から管理されていない場所の微細な異物の多さが実感できる。クラス100の保障値は 1ft^3 中に $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒子数が100個以下である。(U.S. Fed Std. 209D)

b CR内水洗

CR内水洗は超純水をかけたただけであるが微粒子管理されている水であるため(表2)表面を汚染することはない。しかし、かける程度では異物の大幅な除去は期待できないことがわかる。もっと積極的な水洗方法の必要性が理解できる。

c 酸浸漬

H_2SO_4 浸漬はデータのばらつきが大きいですが、表2のデータから、液は比較的きれいで液中からの汚染は小さいことがわかる。興味深いことはELグレードはもちろん保障値を十分クリアしているが、試薬1級がパーティクルが非常に少ないことである。ロット別、また、梱包形態による違いを調査する予定である。

d 超音波洗浄 及び HPR

超音波洗浄は予想通り周波数が高いほど微粒子除去に効果を発揮する。特に、950kHzは効果的

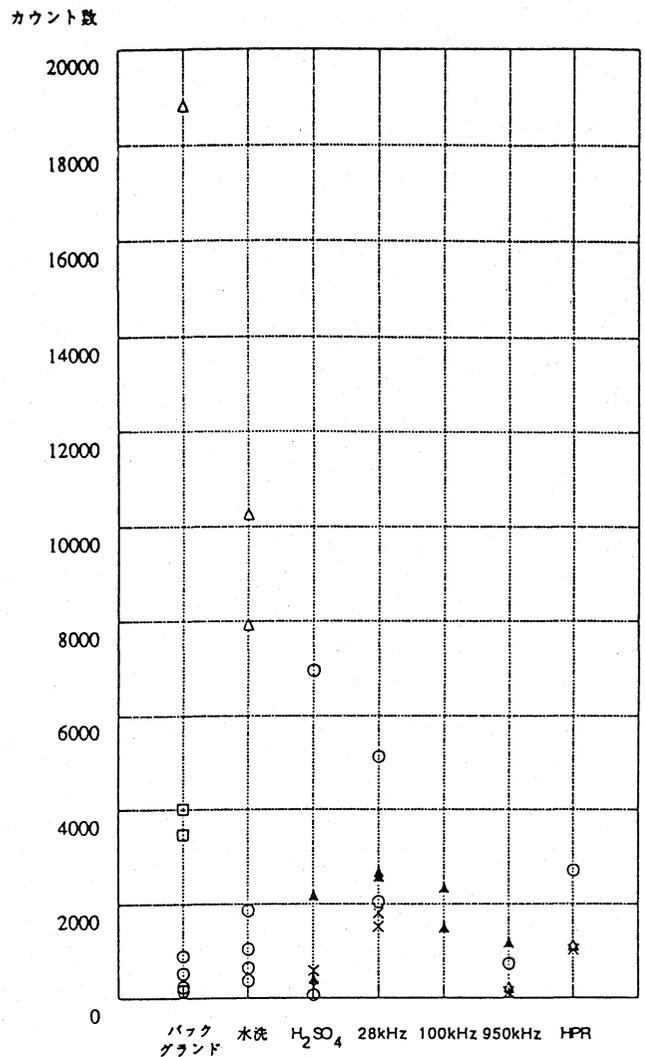
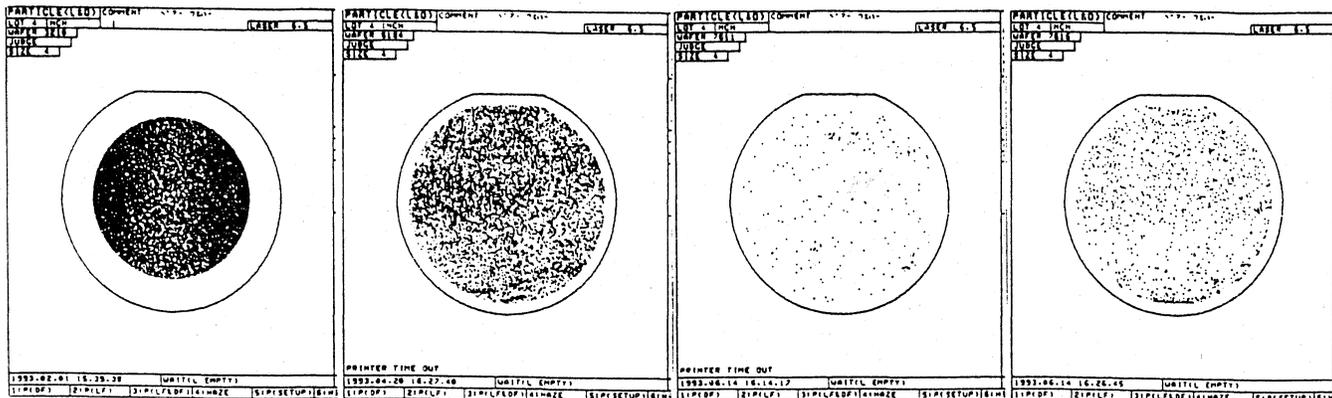


図2 シュミレーションテスト結果

表2 液中パーティクル測定結果

	$\geq 0.5\mu\text{m}(\#/10\mu\text{l})$	$\geq 0.3\mu\text{m}(\#/10\mu\text{l})$	$\geq 0.2\mu\text{m}(\#/10\mu\text{l})$	保障値 ($\#/10\mu\text{l}$)
超純水	1	17	39	≤ 500 ($\geq 0.2\mu\text{m}$)
H_2SO_4 (EL)	108	2540	11465	≤ 1000 ($\geq 0.5\mu\text{m}$)
H_2SO_4 (EL)	212	4987	22307	
H_2SO_4 (1L)	50	394	2023	なし
H_2SO_4 (1L)	79	742	5341	

数値は3回以上安定したデータの平均値である。



No.3 CR外

No.5 CR外→CR内水洗

No.16 CR外→950kHz

No.19 CR外→HPR

図2 各種水洗法の効果

異物を短時間でバックグラウンド値の清浄度程度まで除去可能である。HPRも950kHzほどではないが通常の周波数の超音波洗浄よりは効果大きい。

2-3 テスト結果の概要

異物の混入は液中からよりも環境からの影響が大きく表面処理工程でも管理された清浄な環境で行なうことが重要である。異物の除去には積極的な方法が必要で、特に高い周波数(950kHz)での超音波洗浄やHPRは効果的である。図2にその効果の顕著な例としてCR外放置サンプルの各洗浄法での計数結果を示す。

3.空洞へのHPRの適用

1.5GHzシングル空洞にHPRを適用した結果を図3に示す[3]。この空洞はKEKにて電解研磨120 μ m行ない真空に封じてCEBAFに送付されたものである。×印のデータは、CEBAFでアルコール洗浄を行ない測定されたものである。●印のデータはその後84kg/cm²,20minのHPRが行なわれた結果である。フィールドエミッションなしに27.6MV/mという高い加速電界が得られている。○印のデータはその後化学研磨処理が施され最終水洗時にHPRされた結果である。28MV/m付近まで再現性よくフィールドエミッションなしに加速電界が得られている。このことは、HPRの大きな効果を示している。但し、28MV/m付近からフィールドエMISSIONの発生によるQ₀値の落ちが見られる。より高い加速電界を目指すためには、このような高い電界でのフィー

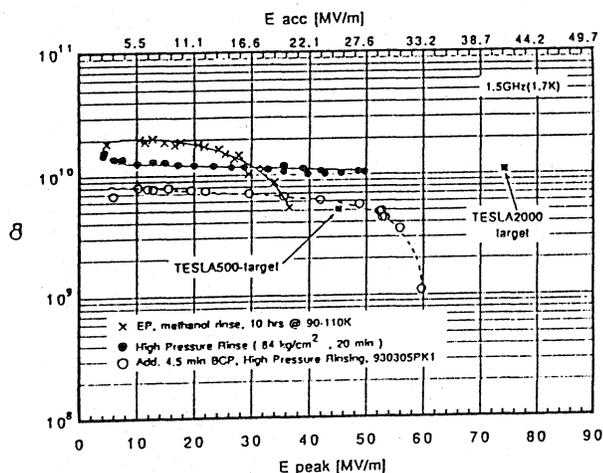


図3 空洞へのHPR適用結果

ルドエMISSIONの発生を抑さえる必要がある。そのためには、水洗法では950kHzの超音波洗浄が期待できる。

4.結言

シリコンウェハーによるシュミレーションテストは視覚的にも解かりやすく比較的簡便に有用なデータを得ることができる。今後は統計性を上げると共に粒子サイズによるデータを取ることも考えている。また、水洗法だけでなく空洞乾燥法、空洞アッセンブリ法など清浄度を要求される工程全般に利用していきたい。

今回のKEKとCEBAFとの協力研究成果によりシングル空洞ではTESLA500の目標値($E_{acc}=25\text{MV/m}$ at $Q_0=5\times 10^9$)はほぼ到達できており、現在はKEK内部でもその性能を安定に得ること、TESLA2000をターゲットとしたより高い加速電界を得ること、また、多連結空洞化での高性能の維持等の研究が進められている。KEKでは92年に製作したHPR装置の改良が行なわれており、また、シングル空洞用の950kHz超音波洗浄装置の完成が間近であり、近々空洞への適用試験が行なわれる予定である。

参考文献

- [1] Proc. of the 5th Workshop on Superconductivity, Hamburg, Germany, August 19-23:edited by D.Proch.
- [2] H.Miwa et al., "Application of High Pressure Rinsing for Superconducting Niobium Cavities", Proc. of the 17th Linear Accelerator Meeting in Japan, PP.82-84.
- [3] P.kneisel et al., "A High Pressure Ultra Pure Water Rinsing System for Niobium Cavities", CEBAF Tech. Note TN #93-029.