

## SLICING METHOD FOR NIOBIUM INGOT AND ITS SRF CAVITY PERFORMANCE

Kenji Saito<sup>1,A)</sup>, Fumio Furuta<sup>A)</sup>, Hitoshi Inoue<sup>A)</sup>, Hiroaki Umezawa<sup>B)</sup>, Koichi Takeuchi<sup>B)</sup>, Kiyokazu Nishimura<sup>C)</sup>,  
Tatsumi Hamazaki<sup>D)</sup>, Jun Oya<sup>D)</sup>

A) High Energy Accelerator Research Organization (KEK)

1-1 Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305-0801, Japan

B) Tokyo Denkai Co. Ltd.

3-20, Higashi Suna, Koto-ku, Tokyo, 136-0074, Japan

C) Co. Ltd. TKX

5-16, Shimizudani-chyo, Tennoji-ku, Osaka-shi, 543-0011, Japan

D) Toyo Advanced Technologies Co. Ltd.

5-3-38, Ujina Higashi, Minami-ku, Hiroshima-shi, Hiroshima-ken, 734-8501, Japan

### Abstract

ILCの超伝導空洞の製作では、それに使用するニオブ材の品質保証と高い生産効率、コスト削減が課題である。現在の工業的高純度ニオブ生産技術は、生産効率とコストの課題を抱えている。我々はこれらの問題を解決するためにニオブインゴットの高效率のスライス法を提案・実証し、この方法で製造されたニオブ材から直接超伝導空洞を製作し、その高い空洞性能を確認した。

## ニオブインゴットスライス法とその空洞性能

### 1. はじめに

1997年に超伝導高周波空洞の高電界性について、「電解研磨(EP)の化学研磨(CP)に対する優位性」が明らかにされた[1]。その後、他の多くの研究所の追試により、多結晶ニオブ材板から製作した超伝導空洞でこの事実は確認された。この問題はニオブ材の結晶粒界に関係していることが予想され、JLAB、DESYそしてKEKで巨大結晶ニオブ・単結晶の超伝導空洞の開発を始め、非常に有望な結果が得られた。単結晶ニオブ空洞では、CPでEP並みの高電界性が得られることが明らかにされた。2006年10月ブラジルのアラシャ(ブラジルのニオブ材製造会社CBMM)でニオブのSingle Crystal-Large Grainについての国際会議が開催され、単結晶ニオブインゴットの製造法の技術的検討、巨大結晶ニオブ空洞の性能報告、巨大結晶ニオブによる材料コスト削減など議論がなされた[2]。この会議の結論としては、単結晶ニオブインゴットは、大きな開発コスト・長期の開発期間などから積極的推進には至らなかった。また、巨大結晶の材料コスト評価についてSRF研究者(~50%ダウン)とニオブ製造メーカー(~10%ダウン)の間で大きな隔たりがあった。コスト削減にはインゴットのスライス技術が鍵であることが明らかとなった。

ILCでは、この巨大結晶ニオブ材の採用については現在静観中である。しかし、この巨大プロジェクトは17000台のL-バンド9-セル超伝導空洞を必要とし、必要なニオブ材はセル材だけでも31万枚である。日産420枚規模の生産率が要求される。材料生

産効率の向上、また材料の歩留まりの向上が重要となる。

### 2. SRF超伝導空洞用のニオブ材の現製造法とインゴットスライス法の提案

超伝導空洞用の高純度ニオブ材は、図1に示すようにニオブパウダーあるいは粗鋼ニオブインゴットから出発して、インゴットの真空電子ビーム多重溶解、鍛造、圧延、途中熱処理、表面研磨など複雑な工程を経る。また、この方法は鍛造品の皮剥ぎや、角板から円板切り出しの際に多くの捨て材が発生し、材料の歩留まりが55%程度(KEK推定)になる。また、圧延などの工程で環境から異材を巻き込み、材料の

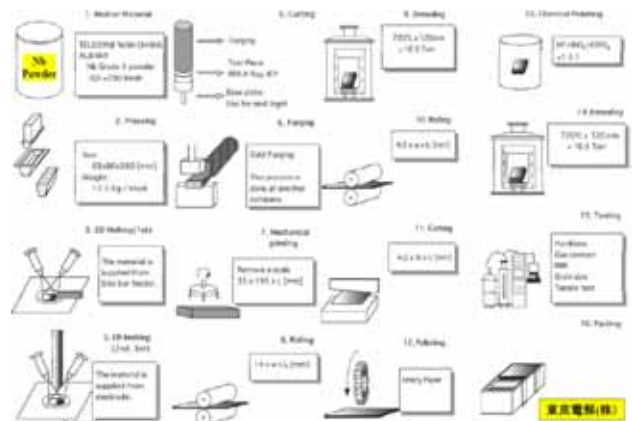


図1：超伝導空洞用高純度ニオブ板材の製造工程

<sup>1</sup> E-mail: [kenji.saito@kek.jp](mailto:kenji.saito@kek.jp)

信頼性を失いかねない。当然材料コスト高は避けられない。

一方、既に述べた巨大結晶ニオブの超伝導空洞の開発では、超硬金属ノコギリや放電加工でニオブインゴットをスライスしている。ノコギリ法は、使用するノコ歯の厚み(~2mm)により材料の歩留まりが悪くまた、スライス面が粗く後研磨が必要である。放電加工法はスライス面の粗さには問題ないが、同時に多量の板をスライスするマシンの開発は、構造上の理由から困難と思われる。これらの方法は量産に適さず、より効率的でコスト安のスライス法の開発が待望される。

我々は、こうした問題を解決して、材料特性を損なうことなく大幅なコスト削減可能な方法を考案した。現在半導体技術で使われているシリコンインゴットのスライスマシンを使い、ニオブ板材を製作することを考えた。この方法では、要求されるニオブ円板径 (ILCでは270~265mm) の丸棒インゴットを0.16mm径のピアノ線と砥粒を使ってスライスするので、材料の捨て材を大きく減らす (KEKの推定では15%、鍛造・圧延による現行法の1/3) ことができる。また、鍛造・圧延・アニールの一切の工程を省けるので材料製造工程が著しく簡単になり、生産性が上がると同時に大きなコスト削減が期待される。

### 3. ニオブインゴットのスライス

半導体業界では、シリコンスライスマシンを使って300mm程度の大口徑金属をスライスする経験がないために、業界関係者からこの方法について多くの困難性を指摘された。ニオブは粘っこい金属であること、板材がスライス中に反ってワイヤーが切断し易いなどの指摘を受けた。また、スライスに使用するワイヤーについて、最初ダイヤモンドを焼き付けた固定砥粒線を試みたが、大口徑の金属スラスには旨く行かなかった。また、例えスライスが可能であったとしてもそのワイヤーコストが高く、270のニオブ1枚スライスに100万円という評価が下った。

そこで、従来の遊離砥粒法に戻って、肉厚15mm、幅500mm、長さ300mmの厚板ニオブで試し切りから再挑戦した。そして150mm径のニオブ丸棒でスライス試験へと進んだ。色々な条件サーチの結果、大口徑ニオブインゴットスライスの可能性が開けた。これらのスライス試験では4~9 $\mu\text{m}$ (Ry)の表面粗さを得た。この表面粗さは空洞製作の要求を満たす。この試験に引き続いて275mm径のインゴットスライス試験に移った。

一方、東京電解(株)はこれまで180mm径のニオブインゴットを標準として来たが、今回275mmの大口徑インゴットを試作した。図2にそのインゴット用に製作した電子ビーム溶解用のルツボと製作した大口徑インゴットを示す。このインゴットは6回の多重溶解で製作され、そのRRRは480であった。

20mm厚の板2枚をこのインゴットからノコギリで

切り出し、トーヨーエイトック(株)でスライス試験した。図3に20mm厚の板をスライス装置にセットした状態を示す。板の上部はエポキシ樹脂でスライスマシンのサートに固定されている。板の下には約3mmピッチで張り巡らされたワイヤーが見える。速いスピードで動くこのワイヤーの上に板を押し付けてスライスする。図4にスライスされたニオブ板を示す。スライス後に表面をエッチングしたために、板には大きな粒界がはっきりと見える。いわゆる巨大結晶ニオブ材である。

20mm厚のインゴットの2回のスライス試験で、それぞれ6枚の板がとれた。表面粗さ4~10 $\mu\text{m}$ (Ry)を得た。スライス面の研磨は不要である。また板厚の精度は、目標厚み2.80mmに対して $2.86 \pm 0.01\text{mm}$ であり、厚み精度が従来のロール法より一桁良いことが分かった。スライス時間は40~48時間であった。これは放電加工法と同じ時間である。



図2：東京電解(株)で製作された275 大口徑ニオブインゴット用ルツボ(左)と製作されたインゴット



図3：ニオブインゴットのスライス

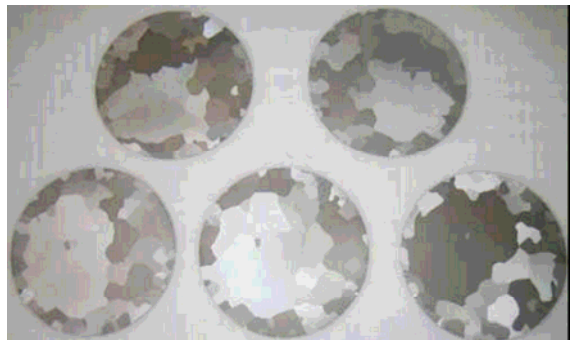


図4：20mm厚のニオブインゴットからスライスされた2.8tのニオブ円板(表面スライスのあと化学研磨でエッチングされた。)

#### 4. スライス材の製作性能及び空洞性能

スライスしたニオブ材料の評価を行うために、最初の20mm厚のインゴットスライス試験で切り出した板材(巨大結晶)からL-バンド単セル空洞を製作した。多結晶ニオブ材を使って空洞を製作する従来と同じ製作法を使った。まず、270、2.8mmのスライス材をプレスして空洞のハーフカップを製作し、トリムし、電子ビーム溶接で空洞を完成した。プレス成型でカップ中央部に割れが発生した。しかし、その深さはトリム加工で取りきれ程度の深さであり空洞製作に問題がなかった。また、プレスカップの赤道には巨大結晶特有の粒界すべり構造が発生したが、これもトリム加工で取り除くことが出来た。総じて空洞製作に問題がないことが確認できた。

完成したこの空洞は図6のようなレシピで表面処理された。ここで強調されるべきことは、遠心バレル研磨工程である。巨大結晶材では、成型時に空洞内表面に粒界すべりによる粒界ステップが発生する。この粒界ステップを遠心バレル研磨のような機械研磨で十分滑らかにしておかないと、空洞にマイクロ波を入れた時、RF磁場のエンハンスメントが起こり、加速電界が制限される。また、今回は化学研磨のみを施した。遠心バレルで約80ミクロン機械研磨した後、10 $\mu$ mの化学研磨でその砥粒による表面汚染層を除去し、水素脱ガスアニールを行い、



図5：スライス材からプレス成型したハーフカップ(左)とそのトリム加工後(右)

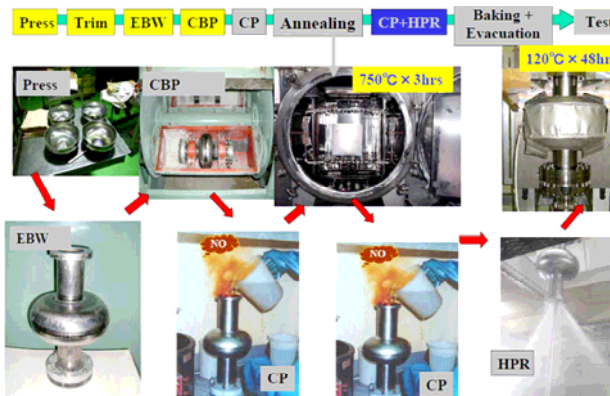


図6：空洞性能評価のために使用したレシピ

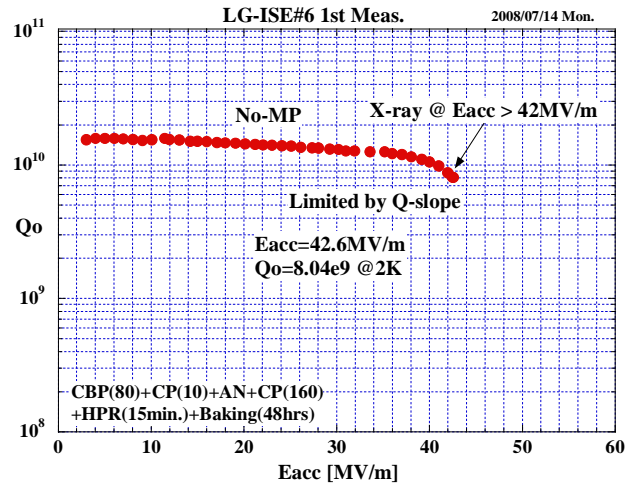


図7：スライス材で製作したL-バンド単セル空洞の性能試験結果

その後化学研磨160 $\mu$ m行い、純水を使って15分間の高圧洗浄、空洞組立、120 $^{\circ}$ C48時間のベーキングを行った。図7に示すように、これら一連の最初の試験で42.6MV/mが達成された。スライス材でILCの目標性能を十分に満たす空洞性能が得られた。

#### 5. 量産時のコスト削減効果と波及効果

今回の経験から270、450Lのインゴット一本から48時間で2.8mm厚の板が150枚スライスできると期待される。ILCについて、この方法が齎すコスト削減を試算した。3年間で日産420枚とすると、必要なスライスマシン台数は予備を含めて8台である。このキャピタルコストと今回の試験から予想される消耗品、人件費、および利益率を含めた1枚当たりのスライス費はおよそ5千円程度である。この方法では、ニオブインゴット代+5千円となり材料コストの半減が期待できる。ILCでは150億円のコスト削減が期待できる。

このスライスは、例えばX-バンドの銅空洞の製作にも応用できる。また、金属に限らずRF窓のセラミックに板材にも適用できる。今後色々な希少資源の枯渇化が心配されるが、この方法で捨て材の少ない材料取りができる。

#### まとめ

ニオブ材料の大幅なコスト削減法としてインゴットをスライスしてその板材から直接空洞を製作する方法を試みた。この方法により化学研磨で十分な性能を得ることができた。この方法は、ILCのような超大型プロジェクトでは大きなコスト削減を齎すとおもわれる。また、他の加速技術やその他の分野への応用が期待される。

#### 参考文献

- [1] K.Saito et al., "Superiority of Electropolishing over Chemical Polishing on High Gradients", Proc of SRF1997, 1997 p.795-813.
- [2] Editors G.Myneni et al., "Single Crystal-Large Grain Nionium Technology", AIP Conf. Proc., 2006