

Magnetization Measurement for SC Cavity Development

Masayoshi Wake and Kenji Saito

KEK National Laboratory for High Energy Physics

1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki, 305 JAPAN

Abstract

Magnetization measurement of niobium is a new method of evaluating superconducting cavity materials. This method is based on the observation of the fluxoid motion in the second kind superconductor which is the representation of the pin center made of irregularity in the lattice. We have developed the measurement method and found this method is useful to see the effect of the surface treatment as well as the material properties. Some of the analysis of the effect of annealing and chemical polishing were performed by this method. Both processes were found more dependent on the history of the material than the amount of processing. The material which achieved the world highest acceleration field and yet had not been identified as a special material in terms of RRR value showed significant difference in the magnetization measurement result.

超伝導空洞開発への磁化測定の実用

1 はじめに

超伝導空洞の製作にあたっては、微細な突起やゴミ等による電場の集中をいかに排除するかにまぶらの関心が払われてきた。しかしながら、技術の進展とともに最高電場が上昇してきた現在、超伝導空洞の材質が空洞性能の限界を決める場合も多くなって来ている[1]。従来の考え方では、材質の純度はRRR (Residual Resistance Ratio)で代表され、高純度が高い熱伝導特性を示して空洞の熱的安定性に寄与するものととらえられて来た。しかしながら、最近の開発状況はRRRの高い(≧350)ことが必ずしも良い結果を与えず、むしろ低いRRR(≒200)の材料で良い結果が得られる場合も見られ、RRR以外に空洞材料を評価する指標を求める必要も生まれている。ここで述べる方法は、第二種超伝導体の磁化特性が、材質の不純uneityに対して極めて敏感な事を利用したものである。不純物や格子欠陥などが磁束量子のピン中心として働くため、完全に均一で不純物を持たない材料以外は、磁化特性にヒステリシスが生まれる。磁化特性のヒステリシス観測は従来の方法に

比べて「深い表面」を見るところに特徴があると言えよう。

RRRは材質内部良質部電気伝導度の反映であり、オージェ等は材料最表面を見る。これに対して、磁化測定は磁場が進入する領域である数十ミクロン程度の表面を見ることが出来、そこが空洞特性に最も影響のあるところである。不純物だけでなく格子欠陥のような不規則性が見えることも重要である。同じ材料でも熱処理や化学処理の効果が測

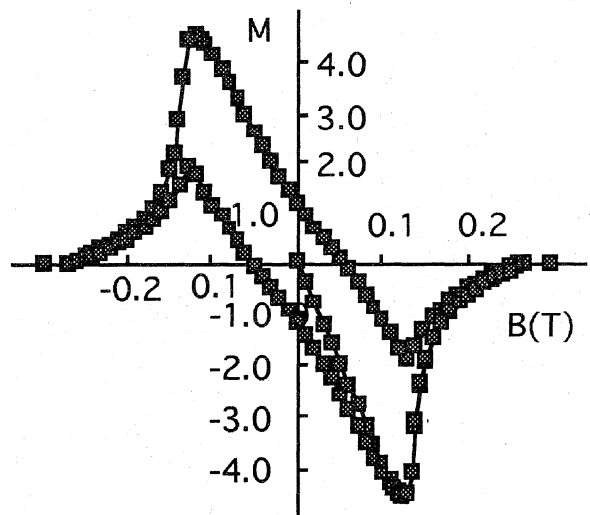


図1 空洞ニオブの磁化特性の典型例

定に反映するのである。ここでは測定法の概略とこの方法を用いてこれまでに得られた結果について報告することにする。

2 空洞材料の磁化測定

磁化の観測は確立された測定であり、いくつかの方法があるが、我々はムービングサンプル法を用いた。超伝導磁石の中に二つのピックアップコイルを直列接続でバランスさせておき、試料を片方のコイルからもう一方に移動して、この間にピックアップコイルに発生する電圧を積分すればこの間の磁束変化すなわち磁化が求められる。外部磁場を変えてこの測定を繰り返していけば、外部磁場を往復させた所で、磁化のヒステリシスを見ることが出来る。図1に示すのが代表的な測定例であるが、昇り下りの差で囲まれた図形は試料の状態により大幅に変化し、例えば中途半端な表面処理をして表面の水素含有量を増やした場合には、図2のような形が見られる。表面でピン中心が多いと、磁束量子を強固にとらえ、磁場の圧力に耐えられなくなったところで一気に多くの磁束が内部に浸透するフラックスジャンプの現象が起るため、磁化曲線に飛びが生じるのである。このように磁化の測定は、材料の純度だけでなく、イレギュラリティの空間分布に関する情報も含んでいるのであるが、まずは磁場上昇時と下降時の磁化ゼロを示す磁場の差をヒステリシス幅として指標化することにする。こ

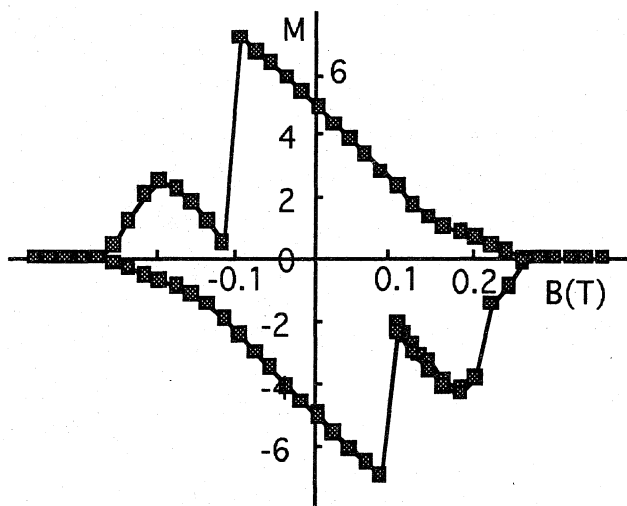


図2 化学研磨直後のニオブ磁化特性

の測定が試料表面に敏感であることは、一面の不都合も含んでいる。我々の試料サイズは1x3x10mm程度のものであるが、勿論このサンプルを切り出した場合表面は切り出し操作の影響を受けてしまう。いろいろな表面処理のレファレンスとなる「きれいな」サンプルが必要になるが、幸いにして我々の所では図3に示すようなヒステリシスがほぼ消失するようものが得られている。測定は熱処理、化学研磨、チタン付着、の他Q-diseaseの観測にまで有効である。測定の有効性と装置については文献[2]を参照していただきたい。交流帯磁率の測定からはRRRも求められる[3]。

3 熱処理の効果

真空炉による熱処理は材質中の歪みを取り、格子欠陥を取り除く標準的な処理であるが、炉の真空度に限界があるため、ゲッタなしでは高温にするとかえって酸素の吸着を招く。このことをいくつかの材料について磁化測定で検証してみた結果が図4に示す測定である。我々が使った真空炉の場合、900℃程度がその限界であることがわかる。しかしながら、熱処理の有効範囲は材質の素性によってもおおいに変わって来る。一般に、欠陥の多い材料ほど熱処理の有効範囲は大きくなる。これは、欠陥の多い材質の場合酸素の吸着よりも欠陥除去の効果が大きいことを示している。結果から言えることは、化学研磨等を行って表面に水素の吸着がある場合等は、800℃以下の熱処理で十分

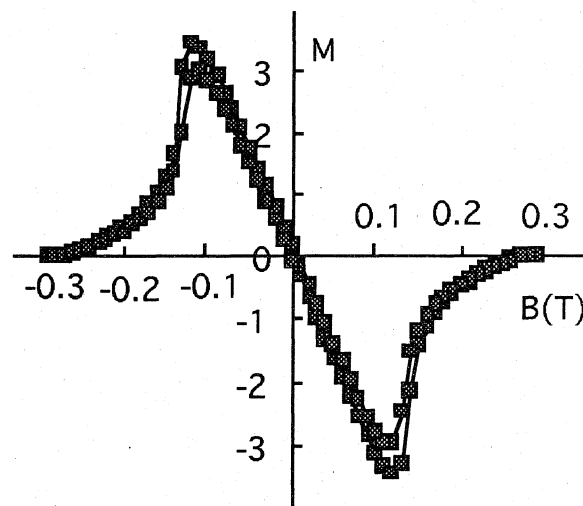


図3 熱処理と化学研磨を交互に行ったニオブ

な効果が挙げられ、900℃以上の熱処理を行う場合にはチタンを共存させて酸素を吸着させる必要がある。チタンは非常に活性が高く、ごく少量存在した場合にもニオブ表面に付着し、NbTiを形成する。このことは磁化測定でNbの臨界磁場を越えた高磁界側に、磁化が現れることで確認された。材料的には高純度のものであっても、表面に傷が多く、高濃度の酸素付着があったりすると、熱処理により内部への拡散が起こり、逆にどのような処理を行っても有効でなくなってしまうので注意が必要である。

4 化学研磨の効果

化学研磨は表面の不純物や傷を溶かして、欠陥のない表面を作り出すと考えられ、必要研磨量の限度が議論されている。100μm程度が定説[4]となっているが、かなり限定された条件の範囲での経験則にすぎない。化学研磨の効果も磁化測定で観測されるのでいくつかの材料について測定を行った。ここでも言えることは化学研磨の効果が材料の素性によって異なり、一概に研磨量を規定するわけには行かないということである。まず第一に化学研磨を施した場合、ほとんどの場合表面への水素付着を伴うので、磁化測定で見える限り、そのまま化学研磨の効果はマイナス

である。多少の熱処理を行った後に化学研磨の効果が現れて来るのである。化学研磨の場合も表面に傷があると、不純物を傷にそって奥へ押し込んでいくような傾向が見られる。水素吸蔵が表面応力を増加させて傷を拡大することも考えられる。この場合、研磨量をいくら増やしても、磁化のヒステリシスは減少しないのである。逆に、十分アニールされた、きれいな材質の場合、水素の付着がすくなく、化学研磨を行って、熱処理を行わないままで、非常に小さなヒステリシスに到達してしまう。

5 材料評価としての結論

以上に見てきた様に、新しく導入した磁化による観察は、むしろ材質よりもプロセスの効果を明らかにし、今までのところ、化学研磨と熱処理を少しずつ交互に繰り返すことが、最良の結果を与え、単にどれだけの処理といった分量で表せないということがわかった。しかしながら、やはり材料による違いはあり、それは表面処理の効果の差となって現れてくる。最良と思われるプロセスを適用しても、ヒステリシスが消滅するのは、今の所RRRが必ずしも大きくない特定の材料の場合だけである。この材料で作った試作キャビティ[1]が、30MV/m以上の加速電場を記録していることから、材質の違いの有無が注目されている。この結論はまだ出ていないが、RRRには現れず磁化測定には現れる差異であることは重要である。磁化測定が少なくとも「良い材料」の候補を特定することが出来るのである。

文献

- [1] E.Kako, et al., "Activities of High Gradient SC Cavities at KEK", KEK Preprint 95-175(1995)
- [2] M.Wake, K.Saito, "Magnetization Measurement of Niobium for Superconducting Cavity Material Evaluation", KEK Report 95-6 (1995)
- [3] M.Wake and K.Saito, "RRR Evaluation of Niobium Using AC Suceptibility Measurement", KEK Preprint 96-28 (1996)
- [4] P.Kneisel et al., "Effect of Chemical Polishing on the Electron Field Emission of Niobium SAmpleS and Cavities", Proc. 6th workshop on RF Superconductivity, CEBAF, pp1085 (1993)

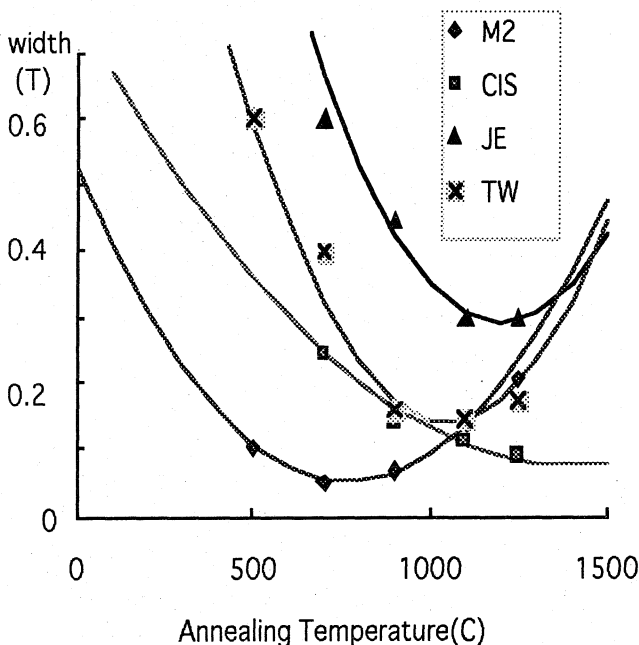


図4 熱処理温度と磁化ヒステリシス幅