

# 超伝導加速空洞製造用縦型電解研磨装置の低コスト化に寄与する樹脂材料の耐久性評価\*

村上 総一郎\*\*、鈴木 一孝\*\*、姉帯 康則\*\*\*、高橋 福巳\*\*\*、赤堀 卓央\*\*\*\*、水戸谷 剛\*\*\*\*  
仁井 啓介\*\*\*\*\*、井田 義明\*\*\*\*\*、早野 仁司\*\*\*\*\*

超伝導加速空洞の量産化を目的とした縦型電解研磨装置の開発においては、研磨時間の短縮や品質向上、装置価格の低減などが求められている。本研究では、従来、装置の配管やバルブ部品の素材に採用されてきたポリテトラフルオロエチレン(PTFE)に代わる安価な樹脂材料を選定するため、種々の汎用樹脂を電解研磨液に対する浸漬試験を行った。その結果、ポリ塩化ビニル(透明グレード)は90日間の浸漬試験においても材料強度低下や重量・寸法変化、変色等はほとんど認められず、耐酸性に優れることがわかった。

**キーワード：縦型電解研磨装置、超伝導加速空洞、国際リニアコライダー (ILC)**

## Evaluation of Commodity Resins to Reduce Cost of Vertical Electropolishing Equipment for Fabricating Superconducting Cavities

**Soichiro Murakami, Kazunori Suzuki, Yasunori Anetai, Fukumi Takahashi, Takuo Akabori, Go Mitoya, Keisuke Nii, Yoshiaki Ida and Hitoshi Hayano**

Developing vertical electropolishing equipment to fabricate superconducting cavities requires, for example, reducing the polishing time, improving the quality, and reducing the price. For making electropolishing solutions, the present study focuses on selecting inexpensive resins with high durability by subjecting commodity resins to chemical resistance tests. The results show that polyvinyl chloride (PVC) does not lose strength or change weight, dimensions, or color, even after 90 days of immersion in the electrolytic polishing solution. Thus, PVC is very durable in the electropolishing solution.

**key words : vertical electro-polishing equipment, superconducting cavity, international linear collider**

### 1 緒 言

国際リニアコライダー (ILC ; International Linear Collider) は、全長約 30km~50km の線型では世界最大の素粒子実験施設である。現在、この施設の国内誘致が検討されており、本県にまたがる北上山地がこの建設候補地として挙げられている。一方、その巨額な建設コストが課題となっており、資材調達から設計、製造、組立等の工程においては、量産化、現地調達、高性能化など、様々なコスト低減策が求められている。特に ILC の心臓部ともいえるニオブ製超伝導加速空洞の製造においては、電子とその反粒子である陽電子の加速性能向上のための内面処理として、フッ酸+硫酸の混合水溶液による電解研磨(EP; Electro-polishing)が行われている。この方法には、空洞を横向きに配置する横型電解研磨法(HEP)<sup>1)</sup>と縦型に配置する縦型電

解研磨法(VEP)があり、従来より前者が主流とされる。しかしながら、この方法においては、空洞内面の研磨均一性が良好である反面、製造コストや研磨時間など、量産性の面でいくつか課題を残している。これに対して、VEP は HEP に比べ、研磨工程、時間短縮による製造コスト削減、研磨品質向上等が期待されており、その開発動向が注目されている<sup>2)</sup>。

従来電解研磨装置においては、配管・バルブを中心とした樹脂部品の素材には電解研磨液への耐酸性に優れるポリテトラフルオロエチレン(PTFE)が用いられてきたが、汎用樹脂に比べ高価であるため、装置コスト高騰の一因となっていた。

そこで、本研究では PTFE に代わる安価で電解研磨液への耐久性に優れる樹脂の探索として、一般グレードの樹脂数種類について電解研磨液への浸漬試験を

\* 平成 27 年度 企業支援 (加速器関連産業参入促進) \*\* 機能表面技術部 \*\*\* 株式会社 WING  
\*\*\*\* 東日本機電開発株式会社 \*\*\*\*\* マルイ鍍金工業株式会社 \*\*\*\*\* 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構

実施した。

## 2 実験方法

### 2-1 供試材

代替候補材料として、ポリ塩化ビニル(塩ビ)耐衝撃グレード、耐食グレード、透明グレードおよび、ポリプロピレン(PP)、従来材料として、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ポリフッ化ビニリデン(PVdF)、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体(PFA)の計7種を準備した。

### 2-2 試験片の作製

試験片はJIS K 7162<sup>3)</sup>に基づき、樹脂板の切削加工によりダンベル1B形(全長150mm x 狭い部分の幅10mm x 厚さ4.0mm)を作製した。

### 2-3 各種材料の耐薬品性試験

#### 2-3-1 短期浸漬試験

耐薬品性試験は試験片を電解研磨液に浸漬し、PTFE製の密閉容器で行った。なお、電解研磨液は硫酸水溶液(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> aq.)とフッ酸水溶液(HF aq.)を体積比9対1で混合したものを用いた。また、劣化を促進させる目的で、電解研磨液温度50°Cの環境条件を設定した。浸漬時間は、それぞれ0、168、288、360hとし、所用時間経過後、試験片を電解研磨液から取り出し、水洗後、自然乾燥させた。

#### 2-3-2 長期試験

短期試験と同様の方法で行った。電解研磨液温度は、電解研磨時の空洞内の温度を参考とし、室温(rt.)、30°C、40°Cの環境条件を設定した。浸漬期間は、それぞれ0、30、60、90日とし、所用時間経過後、試験片を電解研磨液から取り出し、水洗後乾燥させた。

### 2-4 評価方法

浸漬前後の試験片は、引張応力測定、二次元デジタル画像相関法(DIC)によるひずみ解析、表面組織分析、外観(目視)および重量・寸法変化率計測により耐薬品性を評価した。

引張応力測定、二次元デジタル画像相関法(DIC)解析によるひずみ解析には、万能試験機(Instron製5982型)を用いた。なお、試験条件はJIS K 7161<sup>4)</sup>に準じ、引張速度50[mm/min]で試験を行った。

樹脂表面の定性分析は、フーリエ変換赤外分光装置(Thermo Fisher Scientific製Nicoret 6700 Continuum)を用いて、Attenuated Total Reflection(ATR)/Diamond plate法にて積算32回、分解能8cm<sup>-1</sup>にて行った。

重量変化率[%]は、(浸漬後の試験片重量[g]/浸漬前の試験片重量[g]+浸漬後の試験片重量[g])x100により算出した。

厚さ変化率[%]は、デジタルノギスを用いて、(浸漬後の試験片中心部厚さ[mm]/浸漬前の試験片中心部厚さ[mm])x100により算出した。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 短期浸漬試験

図1には浸漬前と浸漬温度50°C、360h経過後の試験片の外観写真を示す。PTFEやPFAのフッ素系樹脂については、変色は殆ど認められなかった。一方、代替候補材料については、塩ビ(透明グレード)やPPではほとんど変色は認められなかったのに対し、塩ビ(耐衝撃グレード)、塩ビ(耐食グレード)では、著しい変色がみられ、特に前者は電解研磨液の浸透の影響による膨潤や重量、寸法変化が顕著に認められた。

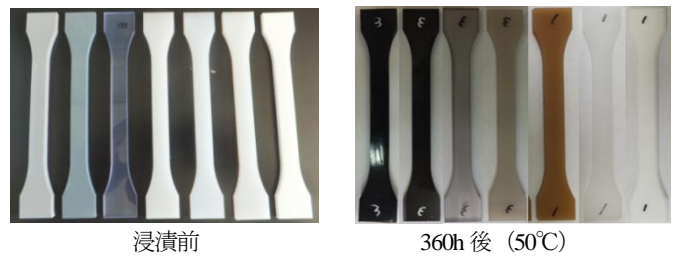


図1 浸漬前後における試験片の外観写真  
左から、塩ビ(耐衝撃)、塩ビ(耐食)、塩ビ(透明)、PP、PVdF、PFA、PTFE

図2には、各試験片について、浸漬時間毎にサンプリングし引張強度試験を行った際の降伏応力の値をプロットした結果を示す。塩ビ(耐衝撃グレード)を除き、全ての樹脂で降伏応力の低下は殆ど認められなかった。また、全ての材料の中で、塩ビ(透明グレード)の降伏応力が最も大きく、破壊強度に優れることがわかった。

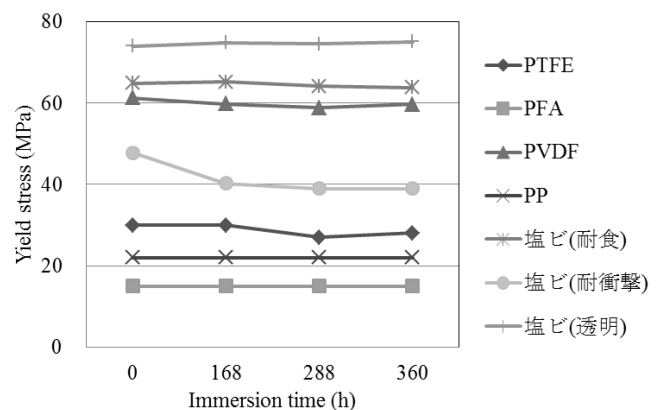


図2 浸漬時間と降伏応力の関係

図3には、PTFEとPPについて、最大縦ひずみ量がおおよそ2.0%を示したときのDIC解析による軸方向ひずみマップを示す。PTFEに比べPPは、浸漬時間288h以後、試験片全面に亘って、縦ひずみ量が大きく増加していることが確認できた。これは電解研磨液による酸分解により、樹脂表面が脆化し微細なクラックが進展しやすくなっているものと考えられる、すなわち、劣化が進行していることを示唆する。その他

の代替候補材料においてもその程度は違うが、同様にひずみ量は増加傾向にあった。

以上の結果を総合的に勘案し、塩ビ(耐衝撃グレード)は代替候補から除外することとした。

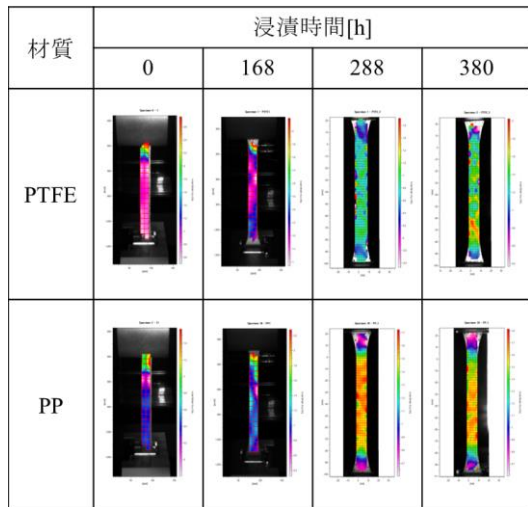


図3 DIC解析による軸方向ひずみマップ

### 3-2 長期浸漬試験

塩ビ(耐衝撃グレード)を除いた代替候補材料3種類、塩ビ(耐食グレード)、塩ビ(透明グレード)、PPについて、温度をそれぞれrt.、30、40℃、期間を0、30、60、90日とし長期に亘る浸漬試験を実施した。なお、開発中の量産機における樹脂部品については、通常運転において、約2年間の電解研磨液への耐久性が要求されており、浸漬期間90日はこれとほぼ同等の接触時間に該当する。

表1には、各材料における浸漬前および浸漬期間30、90日における重量変化率の測定結果を示す。重量の変化率は、PP、塩ビ(透明グレード)、塩ビ(耐食グレード)の順で増加傾向にあり、塩ビ(耐食グレード)については、電解研磨液の浸透による膨潤も顕著にみられた。さらに、全ての材料において、浸漬期間に比べ温度の方が重量変化に与える影響が大きいことがわかった。

表1 浸漬前後における重量変化率

run	材質	浸漬温度 [°C]	重量変化率[%]	
			30d	90d
1	塩ビ (耐食)	r.t.	0.34	0.75
2		30	0.66	0.66
3		40	0.90	0.96
4	塩ビ (透明)	r.t.	0.40	0.34
5		30	0.58	0.40
6		40	0.37	0.33
7	PP	r.t.	0.14	0.10
8		30	0.24	0.05
9		40	0.05	0.00

表2には、浸漬前および浸漬期間30、90日における厚さ変化率の測定結果を示す。厚さの変化率についても、PP、塩ビ(透明グレード)、塩ビ(耐食グレード)の順で増加傾向にあった。前述と同様、浸漬期間に比べ温度の方が厚さ変化に与える影響は大きかった。

表2 浸漬前後における厚さ変化率

run	材質	浸漬温度 [°C]	厚さ変化率[%]	
			30d	90d
1	塩ビ (耐食)	r.t.	0.19	0.26
2		30	0.29	0.32
3		40	0.44	0.40
4	塩ビ (透明)	r.t.	0.16	0.12
5		30	0.27	0.20
6		40	0.27	0.27
7	PP	r.t.	0.13	0.01
8		30	0.04	0.08
9		40	0.12	0.24

図4には、塩ビ(耐食グレード)、塩ビ(透明グレード)、PPの浸漬前および浸漬期間0、30、90日における最大縦ひずみ量が約2.0%を示した時のDIC解析による軸方向ひずみマップを示す。なお、いずれの材料も90日浸漬時においても引張強度の低下は殆ど認められなかった。DIC解析からは、塩ビ(耐食グレード)およびPPは劣化に伴う縦ひずみ量の増加が顕著に認められ、両者では塩ビ(耐食グレード)の方がより劣化が進行していることが示唆される。

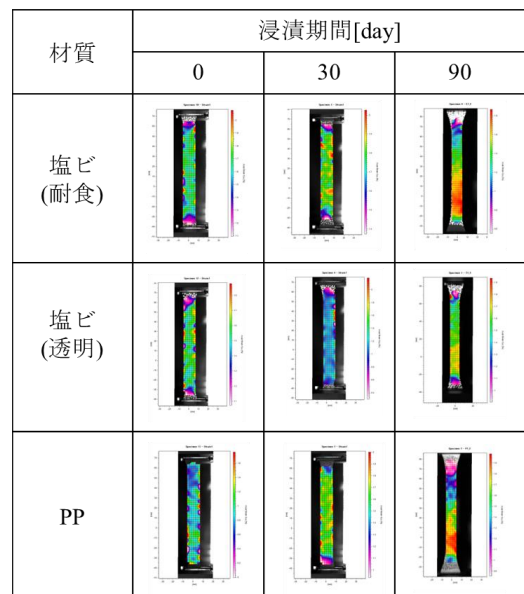


図4 DIC解析による軸方向ひずみマップ

図5には、塩ビ(耐食グレード)の室温下、浸漬前後における赤外線吸収スペクトルを示す。浸漬前におい

て、 $1730\text{cm}^{-1}$ 付近に可塑剤由来のカルボニル伸縮振動 ( $\text{-C(=O)-}$ )のピークが認められた。さらに浸漬後は、この付近のピーク半値幅の増大および、 $3600\sim 3000\text{cm}^{-1}$ にOH伸縮振動に帰属される幅広い吸収ピークが発現しており、これは酸化劣化に伴いカルボニル体が生成していることを示唆する。なお、塩ビ(透明グレード)、PPについても同様に酸化劣化に伴うカルボニル体の生成が確認されたが、いずれも塩ビ(耐食グレード)に比べるとわずかであった。

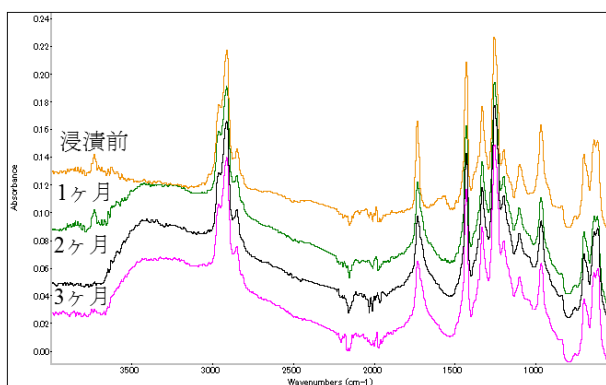


図5 塩ビ(耐食グレード)における浸漬前後のFT-IRスペクトル

以上のことより、長期浸漬試験において、塩ビ(耐食グレード)は電解研磨液に対する耐薬品性が劣ることが明らかとなり、代替候補材料として不适当であるものと考えられる。これに対し、塩ビ(透明グレード)は、今回実施した全ての評価項目において、最も耐薬品性に優れることが明らかとなった。今後は、VEP装置への採用を目指し、実際の使用環境、形状に基づき、更なる評価検討を進めていく必要がある。

## 4 結 言

本研究では、ILCの建設に向けて超伝導加速空洞の製造装置として開発を進める量産用VEP装置について、従来、各種樹脂部品に用いられてきたPTFEに代わる安価な代替候補樹脂の電解研磨液に対する耐薬品性試験を実施した。その結果、塩ビ(透明グレード)は、重量・寸法変化率、変色度合、酸化劣化、引張強度、DICひずみ解析において、総合的に最も耐久性に優れることがわかった。

引き続き、塩ビ(透明グレード)を実製品に適用するための性能評価の検討を進めると共に、地域企業の加速器関連産業参入に向けた研究及び支援の更なる推進を図っていく予定である。

## 文 献

- 1) ILC Technical Design Report, Vol.3, Part1, 2.3.2.2 (20-21)
- 2) 仁井 啓介、Chouhan Vijay、山口 隆宣、石見 清隆、井田 義明、早野 仁司、加藤 茂樹、佐伯 学行、文珠四郎 秀昭、沢辺 元明、第12回日本加速器学会年会プロシーディングス、敦賀市、2015、P.558-561
- 3) 日本工業規格：JIS K 7162 プラスチックー引張特性の試験方法 第2部：型成形、押出成形及び注型プラスチックの試験条件 (1994)
- 4) 日本工業規格：JIS K 7161 プラスチックー引張特性の試験方法 第1部：通則 (1994)