

Fertigungsablauf des einzelligen Standard DESY 1.3 GHz Resonators aus Niob

A. Schmidt, A. Brinkmann, J. Iversen, A. Matheisen, D. Reschke, M. Schäfer,
W. Singer, V. Sousa, J. Tiessen, D. Vermeulen.
DESY, Notkestraße 85, 22607 Hamburg, Germany

I. Einleitung

Für die Vorbereitung des europäischen XFEL Projektes [1] wurde am DESY ein Testprogramm zur Herstellung und Präparation einzelliger supra-leitender 1,3 GHz Niobresonatoren („Einzeller“) durchgeführt. Ein wesentliches Ziel des Programms war es eine weitestgehende und erfolgreiche „in-house“ Herstellung einer ausreichenden Zahl von Resonatoren zu realisieren und eigene Erfahrungen im komplizierten Herstellungsprozess zu erlangen. Bislang wurden die Resonatoren bei externen Firmen gefertigt und lediglich die Endbehandlung bei DESY durchgeführt.

Die im Rahmen des Testprogramms hergestellten Resonatoren dienen zum einen zur Qualifizierung weiterer, alternativer Nioblieferanten, in dem aus Blechen des zu qualifizierenden Materials Resonatoren gebaut und einem bewährten Präparationsverfahren unterzogen werden. Zum anderen wurden diverse Behandlungs- und Fertigungsverfahren neu erprobt beziehungsweise verbessert [2, 3].

II. „In-house“ Fertigung

Auf der Basis existierender einzelliger Resonatoren wurde zunächst ein DESY Standard-Einzeller konstruiert und ein vollständiger Zeichensatz erstellt (Kap. II.A). Von besonderer Bedeutung ist das Material der Halbzellen (Kap. II.B), das je nach Zweck des Einzellers gewählt wurde. Die interne Fertigung beinhaltet

- die Eingangskontrolle und das „scanning“ der Niobleche (Kap. II.C.1),
- die Eingangskontrolle der industriell tiefgezogenen Halbzellen (Kap. II.C.2),
- das Schleifen und das Beizen von Fehlstellen der Halbzellen (Kap. II.C.4, II.C.3),
- die Dreh- und Fräsbearbeitung sämtlicher Bauteile, ins besondere die Bearbeitung der Halbzellen am Iris- und Äquatorbereich (Kap.

II.C.5) einschließlich nachfolgender Formprüfung (Kap. II.C.6),

- das Komplettieren durch Elektronenstrahl-schweißen (Kap. II.C.7).

Während der Vorbereitung des Elektronenstrahl-schweißens ist es unbedingt notwendig den Schweißnahtbereich sehr sauber zu halten. Dafür werden die zu verschweißenden Bereiche zuvor gebeizt und gespült (Kap. II.C.3) sowie anschließend speziell transportiert und gelagert.

II.A. Konstruktion

Für die interne Fertigung wurde ein Zeichnungssatz des DESY Standard-Einzellers erstellt (Zeichnungsnummer: 1_04_4623/0.000). Der DESY Standard-Einzeller besteht im Wesentlichen aus zwei Halbzellen und zwei Strahlrohren. Die Strahlrohre bestehen aus Endrohren (Abb.1: Pos. 1) mit stirnseitig aufgeschweißten Niob/Titan Flanschen (Pos. 2). Für die Aufnahme in einem Halterahmen sind jeweils zwei Befestigungsringe (Abb.1: Pos. 3) auf die Endrohre geschweißt. Die Halbzellen (Abb.1: Pos. 4) sind tief gezogene Bleche und werden an der sogenannten Iris mit den Strahlrohren verschweißt. Abschließend werden zwei Einzellerhälften am Äquator zusammengesteckt und verschweißt (Abb. 1).

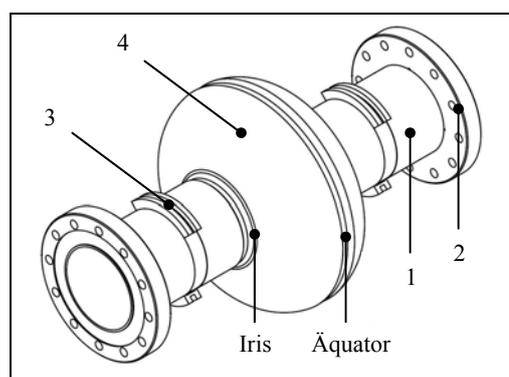


Abbildung 1: Cavity mit Positionsnummer

Für eine verbesserte Möglichkeit der Lecksuche wurde der Strahlrohrflansch mit einer umlaufenden Nut und Lecksuch-Bohrungen konstruiert. Somit ist eine optimale Lecksuche ermöglicht, ohne virtuelle Lecks zu erzeugen (Abb. 2) [4].

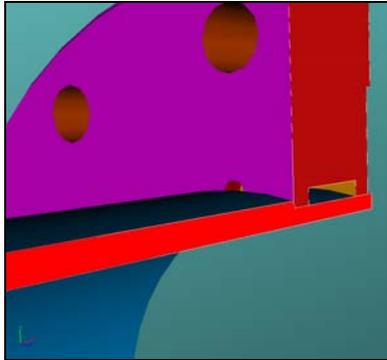


Abbildung 2: Strahlrohr mit Lecksuchnut und -Bohrung

Der Schweißstoß am Äquator wurde mit einem 1mm Rezess versehen, um bei der Montage der Halbzellen einen exakten Passsitz zu gewährleisten. Der Schneidenradius von 0,4 mm an der Wendeschneidplatte wurde dabei berücksichtigt, damit ein spaltfreies Zusammenstecken gewährleistet ist (Abb. 3).

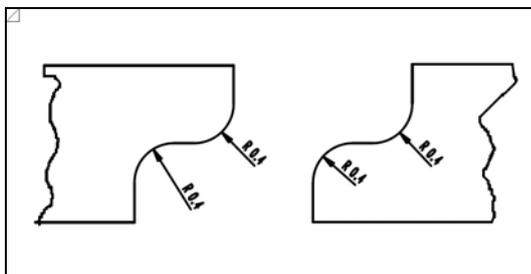


Abbildung 3: Kontur am Äquatorsschweißstoß

II.B. Material

Die Reinheit und die Wärmeleitfähigkeit des Niobmaterials, ausgedrückt durch das elektrische Restwiderstandsverhältnis RRR, nach der Erschmelzung des Rohmaterials (Ingot) und der Umformung zu Blechen finden besondere Beachtung. Im gesamten Herstellungsprozess müssen Reinheit und Wärmeleitfähigkeit bewahrt werden. Vor der Verarbeitung werden die Niobleche auf Einschlüsse von Fremdmaterialien und Defekte untersucht (Kap. II.C.1).

Für die Qualifizierung der In-house Fertigung sowie der „168h Regel“ (Kap. II.C.7) wurde für die Halbzellen bewährtes feinkristallines Niobmaterial des Herstellers Heraeus mit einem RRR von ca. 300 verwendet. Feinkristallines Material der Hersteller Cabot (RRR \approx 230), Giredmet (RRR \approx 600), Ningxia (RRR \approx 330) und Plansee (RRR \approx 300)

sowie großkristallines Material der Hersteller CBMM (RRR \approx 250), Heraeus (RRR \approx 500) und Ningxia (RRR \approx 450) wurde auf seine Eignung und Qualität für die Herstellung von neunzelligen Beschleunigungsresonatoren geprüft. Die Niobleche von CBMM und Cabot erfüllten nicht die Spezifikation für das Restwiderstandsverhältnis von RRR \geq 300 [1]. Nach dem Tiefziehen der großkristallinen Niobleche von CBMM und Ningxia traten erhebliche Formabweichungen der Halbzellen auf, so dass aus vier CBMM Blechen nur ein Einzeller bzw. aus sechs Ningxia Blechen kein Einzeller komplettiert werden konnte.

Die Endrohre bestehen aus Niob mit einem RRR von 300 und können längsnaht geschweißt, gezogen oder rückwärts extrudiert ausgeführt sein. Die Flansche bestehen aus einer Legierung mit den Bestandteilen von 55%Titan und ca. 45% Niob. Für die Halteringe ist Niob mit einem RRR von 40 ausreichend.

II.C. Fertigungsablauf

Supraleitende Resonatoren sind in den letzten Jahren von verschiedenen Firmen erfolgreich hergestellt worden. Für die für den europäischen XFEL geforderten reproduzierbaren Betriebsgradienten von 23,6 MV/m [1] müssen die Herstellungsverfahren jedoch laufend verbessert werden.

Die Präzision und Sauberkeit der Halbzellenbearbeitung ist von bedeutender Wichtigkeit. Das Formen der Bleche zu Halbschalen erfolgt durch Tiefziehen (Kap. II.C.2). Als einziger Fertigungsvorgang kann dies zurzeit nicht bei DESY erfolgen und wird von qualifizierten externen Firmen durchgeführt.

Für die spanende Bearbeitung sind Randbedingungen festgelegt worden, unter denen die Halbzellen hergestellt werden (Kap. II.C.4). Selbst das Ablegen der fertig bearbeiteten Bauteile ist definiert, mit dem Hintergrund, dass keine Fremdpartikel in den Schweißstoß gelangen können. Die Beizprozesse vor dem Schweißen werden, wie es in der industriellen Fertigung üblich ist, durchgeführt (Kap. II.C.3). Für das Elektronenstrahlschweißen (EB-Schweißen) ist ebenfalls eine besondere Herangehensweise erforderlich. Es werden alle Bauteile in einem Reinraum montiert, und die Schweißanlage ist auf die hohen Ansprüche der Sauberkeit ausgelegt (Kap. II.C.7)

Im Folgenden sind diese besonderen Handhabungen beschrieben.

II.C.1. Scannen der Niobleche

Für die erforderlichen supraleitenden Eigenschaften des Niobs werden die Bleche vor der Verarbeitung

zu Halbzellen auf Einschlüsse von Fremdmaterialien oder Defekte untersucht. Für die zerstörungsfreie und berührungslose Fehlersuche wird bei DESY seit vielen Jahren das hochauflösende sogenannte „Eddy current scanning“ [5] erfolgreich angewandt. Dabei rotiert das Niobblech mit konstanter Geschwindigkeit unter einer feststehenden Wirbelstromsonde. Die erhaltenen Messdaten werden in einer zwei dimensionale Abbildung dargestellt (Abb. 4), wobei die farbliche Abweichungen auf Fehlstellen und Inhomogenitäten hindeuten.

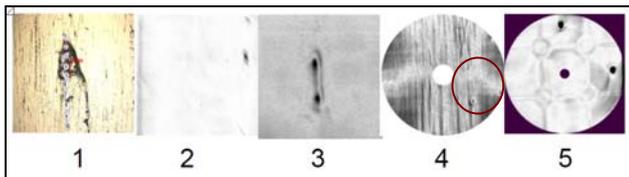


Abbildung 4: Verschiedene Inhomogenitäten an Niob Blechen

1. Fe Einschluss
2. Grübchen verursacht durch Schleifen
3. Eindrücke nach dem Walzen
4. Grübchen verursacht durch Ätzen
5. Abbild der 800°C Ofen Ablage und Schleifstellen

Nach Einführung dieser Messung wurden einige Fehler entdeckt und konnten analysiert werden. Die Qualität der Niobblech-Herstellung konnte dadurch in Zusammenarbeit mit den Niobherstellern wesentlich verbessert werden, so dass heutzutage kaum noch fehlerhafte Bleche geliefert werden.

II.C.2. Tiefziehen der Halbzellen

Das Tiefziehen zu Halbzellen ist ein wichtiger Fertigungsschritt, da hierbei die Frequenzgenauigkeit erzeugt wird. Da das Blech mit relativ großen Dickentoleranzen (± 1 mm) vorliegt, könnte es zu Problemen bei dem Tiefziehen mit harten Formwerkzeugen kommen. Es wird ein Tiefziehverfahren eingesetzt, welches in bestimmten Grenzen unabhängig von den Dickentoleranzen der Bleche, die gleiche Geometrie der Innenoberfläche der Halbschale erzeugt. Dafür wird ein elastisches Polymer als Gegenwerkzeug benutzt. Besonders wichtig ist es, dass beim Tiefziehen keine Oberflächenbeschädigungen im Blech entstehen. Der Stempel muss dafür sauber und frei von Dellen, Beulen oder Kratzern sein. Das Tiefziehen der Halbzellen wird aufgrund des hohen Aufwandes weiterhin bei bekannten und qualifizierten externen Firmen durchgeführt.

II.C.3. Beizen

Bevor eine Schale zur mechanischen Bearbeitung gegeben wird, ist eine genaue Inspektion der Oberflächenqualität notwendig. So können Kratzer, Einschlüsse oder sonstige mechanische Defekte erkannt und beseitigt werden. Vorbereitend dafür wird die Schale 40 min in einer Beizmischung (BCP) aus 2 Volumenteilen (VT) H_3PO_4 (Konzentration 85%), 1 VT HNO_3 (65%) und 1VT HF (40%) bei einer Temperatur von $< 23^\circ C$ gebeizt. Die Abtragsrate bei frischer Säure entspricht etwa $1 \mu m/min$. Anschließend wird die Schale in Reinstwasser bis zu einem spezifischen Widerstand von $16 M\Omega cm$ gespült.

II.C.4. Schleifen von Fehlstellen

Werden bei der folgenden optischen Inspektion Fehlstellen entdeckt, können diese mit einem Handschleifgerät beseitigt werden. Die eingesetzten Schleifscheiben haben eine synthetische, ölbeständige Gummibindung, welche sicherstellt, dass sich das verbrauchte Schleifmittel schnell von der Scheibe löst und nicht in das Material eingedrückt werden kann. Nach dem Schleifen ist ein erneutes Beizen von 20 min ($\approx 20 \mu m$) erforderlich, um den Schleifstaub restlos von der Schale zu entfernen. Nur so können weitere Fehlstellen erkannt werden, da Poren vom Schleifen zugeschmiert sein können. Falls weitere Fehlstellen festgestellt werden, werden der Schleifvorgang und das nachfolgende Beizen wiederholt.

II.C.5. Mechanische Bearbeitung

Die mechanische Bearbeitung der Niob-Titan Legierung für Strahlrohrflansche stellt keine nennenswerten Herausforderungen da. Die mechanische Bearbeitung der Niobteile ist nachfolgend beschrieben.

Schneideigenschaften

Das Drehen und Fräsen von Niob ist nicht vergleichbar mit der spanenden Bearbeitung von bekannten Metalllegierungen von Eisen, Aluminium oder Kupfer. Die Zerspanungseigenschaften von Niob lassen sich als ehestes mit Reinaluminium vergleichen, jedoch mit deutlich höherer Zähigkeit. Es wurden verschiedene Zerspanungsversuche durchgeführt, um eine möglichst effektive und problemlose Bearbeitung zu gewährleisten, so dass eine optimale Oberflächengüte erzielt werden kann. Es stellte sich heraus, dass die Schneidegeometrie von maßgeblicher Wichtigkeit ist. Wegen der schlechten Schneideigenschaften des Niobs muss eine besonders scharfe Schneide benutzt werden. Es

wird empfohlen einen hohen Schneidwinkel und somit einen kleinen Spitzenwinkel zu wählen. Versuche mit einem Schneidwinkel von bis zu 55° wurden durchgeführt. Diese Schneidengeometrie kann nur mit HSS Wendepplatten erreicht werden. Da jedoch HSS bei der Bearbeitung von Niob zu hohen Verschleiß neigt, konnte bereits nach kurzer Einsatzdauer die Konturgenauigkeit nicht gewährleistet werden. Zudem sind diese Platten sehr teuer und die die Weiterführung dieser Technik wurde eingestellt. Es wurde daraufhin die Nutzbarkeit von Standard Hartmetall Wendeschneidplatten (HM) untersucht. Bei der Nutzung von HM Platten ist darauf zu achten, dass keinerlei Spanleitstufen oder Spanbrecher vorhanden sind. Auch die Beschichtung soll möglichst gering sein, da jede Schicht die Schneidkante abstumpft und somit das Zerspanen erschwert. Am Ende stellte sich eine normale HM Platte für die Aluminium-Zerspanung als am Besten geeignet heraus. Diese Platte bietet zwar nicht die optimalen Schneidbedingungen und hat auch einen gewissen Verschleiß, ist aber im Kosten/Nutzen Verhältnis am Besten geeignet. Es wurde ferner festgelegt, dass nur ungebrauchte Platten eingesetzt werden dürfen. Die letztlich verwandten Schnittdaten sind in der Tabelle 1 aufgeführt.

Wendeschneidplatte	DCGX 07
Schnittgeschwindigkeit V_c	250 – 300 m/min
Vorschub f	0,03 – 0,05 mm/U
Schnitttiefe a_p	Max. 0,2 – 0,3 mm
Kühlschmierstoff	1. FMS cool 250 ca. 6 % 2. Oemeta Unimet AS220 R ca. 15 %

Tabelle 1: Schnittdaten zur Niob Bearbeitung

Niob neigt bei der Bearbeitung sehr schnell dazu einen Grat aufzuwerfen, welcher auch nur schwer zu entfernen ist. Es ist somit sinnvoll, das Entgraten in der programmierten Kontur zu berücksichtigen.

Drehvorrichtung

Das Aufspannen der Halbzellen für die Drehbearbeitung stellt wegen der leichten Verformbarkeit eine weitere Herausforderung da. Die Halbzelle lässt sich auf Grund ihrer Form nicht in ein Dreibackenfutter spannen. Es wurde eine Vorrichtung entwickelt in der die Halbzelle ausgerichtet und eingespannt wird. Die in die Vorrichtung eingespannte Halbzelle lässt sich auf Umschlag in die Drehmaschine einspannen. Somit ist es möglich, den Bereich der Iris und des Äquators zu fertigen ohne die Halbzelle aus der Vorrichtung

nehmen zu müssen. Eine optimale Ausrichtung von Iris zu Äquator ist somit gegeben (Abb.: 5 + 6).



Abbildung 5: Endhalbzellendrehvorrichtung



Abbildung 6: Drehvorrichtung zusammgebaut

Nach der Bearbeitung wird darauf geachtet, dass die fertige Kontur keinerlei Kontakt mehr zu anderen Materialien hat. Auch das Ablegen auf der Schweißkante muss unbedingt vermieden werden, da die Gefahr besteht, dass sich Fremdstoffe in das weiche Niob eindrücken können. Es hat sich herausgestellt, dass einfache Kunststoffringe als geeignete Ablage genutzt werden können.

Bei Halbzellen aus großkristallinem Niobmaterial ist die Herstellung einer guten Rundheit deutlich schwieriger. Die wenigen Korngrenzen verspannen sich bereits beim Tiefziehen deutlich. Auch nach einer Kalibrierung verbleibt eine starke Formabweichung. Im Gegensatz zu feinkristallinem Niob, wo es auch zu elliptischen Formabweichungen kommen kann, treten an den Korngrenzen sprunghafte Abweichungen auf. Beim Spannen in die Drehvorrichtung muss daher mit äußerster Vorsicht gearbeitet werden. Die Zelle wird hierbei in eine runde Form gedrückt und der Rezzess gedreht. Beim Herausnehmen aus der Vorrichtung wird sich die Halbzelle wieder in die ursprüngliche Form zurückbewegen. Ein Zusammenstecken der Halbzellen mit einem gedrehten Rezzess ist dann sehr

schwierig. Diese Unregelmäßigkeiten führten dazu, dass die Halbzellen mit gedrehtem Rezess teilweise nicht montierbar waren.

Ein Stumpfstoß ohne Rezess ist in diesem Fall vorzuziehen. Wesentlich ist jedoch darauf zu achten, dass eine gleichmäßige Wandstärke erreicht wird, da sonst die Gefahr besteht, dass beim Schweißen eine unzureichende Durchschweißung oder im umgekehrten Fall gar ein Loch entsteht.

Trotz der Schwierigkeiten war es möglich, mehrere Einzeller aus großkristallinem Niob herzustellen und zu testen [2, 3, 6].

Kühlschmierstoff

Wegen der exponentiell ansteigenden Affinität des Niobs zu Sauerstoff und anderen Gasen bei erhöhten Temperaturen, muss ein Erhitzen des Werkstückes bei der Bearbeitung vermieden werden. Bei erhöhten Temperaturen bilden sich unter anderem unerwünschte Nioboxyde, welche einerseits zur Versprödung und andererseits zur Verschlechterung der supraleitenden Eigenschaften führen. Die maximale Temperatur wurde daher auf 80°C festgelegt.

Die Schmierwirkung des Kühlschmierstoffes (KSS) ist wegen der schlechten Zersparbarkeit des Niobs ein wichtiger Faktor. Alte Behauptungen Isopropanol o.ä. könne als KSS genutzt werden haben sich hier als nicht zutreffend herausgestellt.

Vor der Freigabe eines KSS wurden Nioblachproben mit den KSS der Firma Ometa und der Firma FMS gefertigt und anschließend verschweißt. Es folgte eine erfolgreiche Untersuchung hinsichtlich der RRR Wertes des geschweißten Niobs [7]. Somit war der Einfluss des KSS auf das Niob untersucht und das KSS qualifiziert. Alle folgenden Einzeller wurden mit diesen KSS bearbeitet.

Um sicherzustellen, dass keine Fremdstoffe durch das Kühlmittel oder durch den Kühlmittelkreislauf der Maschine auf das Niob gelangen können, wurde eine autarke KSS -Versorgung bereitgestellt, in welcher nur ungebrauchtes KSS in sauberen Leitungen auf die Bauteile gelangen kann. Das ausgelassene KSS wird anschließend in einen Sammeltank geführt und nicht in die Versorgung zurückgeführt.

Nach der Bearbeitung werden alle Bauteile in einem Laborreiniger oder einem Ultraschallbecken entfettet und gereinigt.

II.C.6. Formprüfung

Für das Zusammenstecken der Halbzellen mit gedrehtem Rezess ist es wichtig zu wissen, inwieweit die Rundheit im Äquator- und Irisbereich

von der Sollform abweichen. Eine Rundheitsabweichung von 0,2 mm bis 0,4 mm ist anzunehmen. In den meisten Fällen ist von einer leichten Ellipse auszugehen. Durch die graphische Darstellung der „Unrundheit“ ist ein deckungsgleiches Auflegen der ellipsenförmigen Halbzellen möglich, und der Rezess kann problemlos zusammengesteckt werden. Auch die Wandstärke wird in diesem Zusammenhang geprüft, da eine Abweichung der Wandstärke bereits ab 0,1 mm bei dem EB-Schweißen kritisch ist.

Bei Blechen aus großkristallinem Niob ist die Formprüfung umso wichtiger, da die Formabweichung der Halbzellen deutlich gravierender ist als bei Blechen aus feinkristallinem Niob. Die gemessene Abweichung bei Halbzellen aus großkristallinen Niob betrug bis zu 1,6 mm (Abb.: 7). Sollen solche Halbzellen verschweißt werden, kann durch die Rundheitsmessung eine geeignete Passlage gefunden werden. Es wird empfohlen, dabei zwei Bleche zu nutzen, welche bereits im Ingot nebeneinander lagen. Dann sind die Unregelmäßigkeiten der Kristalle auf beiden Blechen ähnlich und ein Zusammenstecken wird erleichtert.

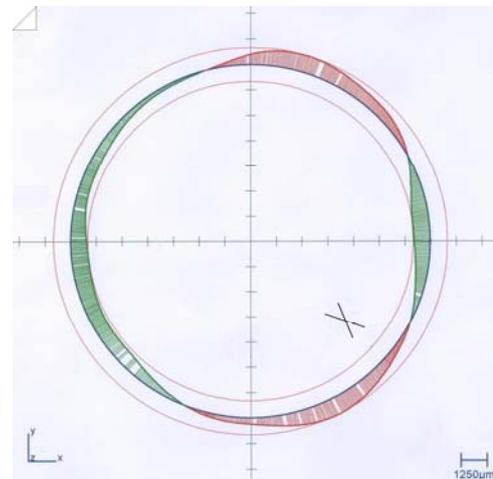


Abbildung 7: Beispiel einer grafische Darstellung der Rundheit von großkristallinem Niob

II.C.7. Elektronenstrahlschweißen

Die bereits in der mechanischen Bearbeitung geltende Vorgabe, dass die Schweißbereiche nicht in Kontakt mit anderen Materialien in Berührung kommen dürfen, gilt auch für alle vorbereitenden Handhabungen zum Schweißen. Alle Vorrichtungen des Beizens, des Transportes und Lagerung wurden dahingehend konstruiert.

Elektronenstrahlschweißanlage [8]

Am DESY in Hamburg wurde 2001 eine Elektronenstrahlschweißanlage (ESSM) in Betrieb

genommen. Diese Maschine wurde im Hinblick auf das zu erwartende Einzeller-Testprogramm und den daraus resultierenden Anforderungen für die bei DESY geforderten Ultrahochvakuumbedingungen (UHV) ausgelegt.

Das Schweißen der kritischen Nähte sollte bei einem Totaldruck von ca. $1,0 \times 10^{-6}$ mbar durchgeführt werden. Erreicht wird dieser, für Elektronenstrahl-schweißanlagen niedrige Vakuumdruck, mit zwei Refrigerator Kryopumpen, welche jeweils ein Saugvermögen von 10.000 l/s erreichen.

Die Manipulatoren innerhalb der Schweißkammer dürfen in diesem Vakuumbereich nicht mit Schmierstoffen arbeiten. Es war daher eine speziell abgestimmte Konstruktion der Manipulatoren notwendig. Auf die Vermeidung vom virtuellen Lecks, wie Sacklochbohrungen oder große anliegende Flächen, wurde besonders geachtet. An wenigen Stellen, wie z.B. an Kugellagern, konnte auf eine Schmierung nicht verzichtet werden. Dort wurde ein spezielles Vakuumfett mit niedrigem Dampfdruck verwendet. Es wurden ausschließlich hochlegierte Chrom-Nickel-Stähle, Aluminium und Bronze verarbeitet. Die Motoren müssen extern oder gekapselt arbeiten. Alle Bauteile wurden vor dem Einbau gründlich entfettet und ausgeheizt.

Sämtliche Vorbereitungen für das Schweißen müssen ebenfalls den hohen Reinheitsanforderungen der UHV-Regeln entsprechen. Es wird darauf geachtet, dass ab der Reinigung nach der spanenden Bearbeitung sowohl für die Vorrichtungen als auch für die zu verschweißenden Teile, die Kette der UHV Reinheitsanforderungen nicht unterbrochen wird.

Nur durch die strenge Einhaltung dieser Vorgaben kann auch nach vielen Jahren Betrieb der Anlage der Status einer vakuumtechnisch sauberen und ölfreien Anlage gehalten werden (Abb. 8).

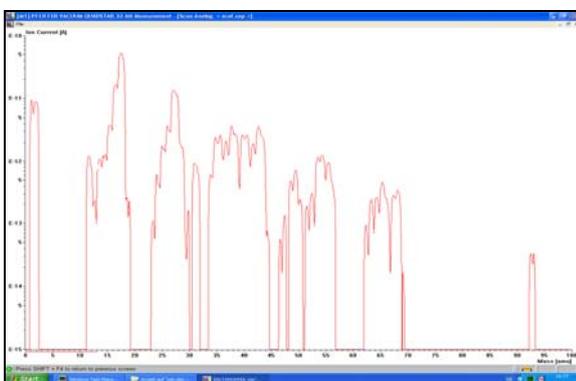


Abbildung 8: Restgasanalyse ESSM 2009

Die Restgasanalyse von der Arbeitskammer der ESSM zeigt bei einem Druck $< 1,0 \times 10^{-6}$ mbar keine

Massen > 44 , die 1/100 des größten Partialdruckes erreichen.

Chemisches Reinigen der Schweißnahtbereiche

Die Schweißkanten werden mit der in Kapitel II.C.3 beschriebener Prozedur gebeizt. Dafür werden die Schweißkanten ca. 20 mm eingetaucht und 5 min (Abtragsrate ca. $5 \mu\text{m}$) in der Säure gehalten. Ein Magnetrührer mischt permanent die Säure. Nach dem Beizen wird das jeweilige Bauteil in mehreren Stufen in Reinstwasser gewaschen bis der Wert von $16 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ im Ablauf des Spülwassers erreicht ist.

Trocknen

Nach der chemischen Behandlung und dem Spülen im Reinstwasser sind die Bauteile nass. Vor dem Einbau in die ESSM ist sicher zustellen, dass die zu verschweißenden Bauteile trocken sind. Hierfür wurden zwei Verfahren etabliert

- Trocknen 1):

Abblasen der Flächen mit gefiltertem Stickstoff

- Trocknen 2):

Trocknen in einem Vakuumtrockenschrank mit den Parametern:

Temperatur	60°C
Druck	2 mBar
Dauer	ca. 10 min.

Transport

Der folgende Transport zwischen Chemielabor und ESSM findet in einem evakuierbaren, geeigneten Behälter statt. Die Bauteile werden während des Transports so fixiert, dass die Schweißkanten nicht in Kontakt mit der Haltevorrichtung sind und die Innenseite der Halbschale nicht beschädigt wird (Abb. 9).



Abbildung 9: Halbschale und Endrohr mit Vorrichtung

Lagern „168 Stunden Regel“

Laut geltender Spezifikation mussten die gebeizten Niobteile innerhalb von acht Stunden verschweißt werden und dürfen nicht länger dem Luftsauerstoff ausgesetzt sein. Werden ca. acht Stunden überschritten, bildet sich vermehrt Nioboxyde, welche sich im Schweißgut einlagern und sich ungünstig auf die Wärmeleitung (RRR) und somit auf die supraleitenden Eigenschaften auswirken können [9]. Ein erneutes Beizen müsste bei einem Überschreiten der acht Stunden durchgeführt werden. Diese zeitliche Abhängigkeit erfordert ein hohes Maß an Betriebsmittelplanung. Alle vorbereitenden Arbeiten zum Schweißen müssen innerhalb einer Tagesschicht erfolgen.

Um diese Abhängigkeit zu reduzieren, wurden Testresonatoren gefertigt, die nach dem Beizen der Iris- und Äquatorbereiche eine Woche (168 Stunden) in einem Vakuumschrank (2 mBar) bzw. in einem Stickstoffschrank eingelagert und erst dann verschweißt wurden. Damit sollte es möglich werden, am Wochenbeginn das gesamte Wochenpensum der zu schweißenden Teile zu beizen, nach Bedarf aus dem Lagerschrank zu entnehmen und zu verschweißen.

Die Gesamtkontamination an der Umgebungsluft wurde nach wie vor auf acht Stunden minimiert.

Montage + Schweißung

Die Montagen der Schweißstöße finden in einem lokalen Reinraum der Klasse ISO 4 statt, damit möglichst keine Partikel zwischen die Kanten der Bauteile gelangen können und während des Schweißens nicht im Schweißnahtbereich eingeschlossen werden (Abb. 10). Die Elektronenstrahlschweißanlage selber befindet sich nicht in einem Reinraum, wohl aber in einer sauberen Umgebung.



Abbildung 10: Lokaler Reinraum mit Montageplatz, Vakuumtransportbehälter und N₂ Lagerschrank

Im Folgenden ist der Ablauf einer Schweißung am Beispiel einer Äquatornaht beschreiben.

- Entnahme aus dem Transportbehälter bzw. des Vakuum- oder Stickstoffschranks
- Abblasen aller Komponenten mit ionisiertem Stickstoff
- Einbau in Heftschweißvorrichtung unter der Berücksichtigung der Rundheit
- Einbau in die ESSM (ohne Reinraum)
- Abblasen der Schweißbereiche mit ionisiertem Stickstoff
- Schließen der Schweißkammer
- Evakuieren auf $1,0 \times 10^{-6}$ mBar.
- Justieren des Stoßes
- Acht Heftnähte (Länge: 20mm) gleichmäßig auf dem Umfang
- Abkühlen, Belüften und Öffnen
- Demontage aus der ESSM und Ablegen im Reinraum
- Demontage der Heftvorrichtung
- Montage der Hauptschweißvorrichtung und des Strahlfängers
- Einbau in die ESSM (ohne Reinraum)
- Abblasen der Schweißbereiche mit ionisiertem Stickstoff
- Schließen der Schweißkammer
- Evakuieren auf $1,0 \times 10^{-6}$ mBar.
- Justieren des Stoßes
- Vorschweißen mit 50% Schweißstrom, Hauptschweißen mit 100% Schweißstrom
- Abkühlen, Belüften, Demontage

Die Vorrichtungen zum Schweißen von Strahlrohren oder der Versteifungsringe stellen keine besondere Herausforderung da, so dass diese nicht weiter beschrieben sind.

• Iris

Um die geforderte Oberflächenqualität zu sichern und das Risiko eines Loches zu minimieren, wird die Iris zuerst von innen unter einem Winkel von 45° mit einer Eindringung von ca. 70 % geschweißt. Es folgt ein Umbau und die Iris wird unter einem Winkel von 0° von außen, mit einer Eindringung von ca. 55 % geschweißt. Die Vorrichtung (Abb. 11/12) sieht vor, das Strahlrohr auf eine Grundplatte zu schrauben und die Halbzelle, mit vier außen liegenden Niederhaltern auf das Strahlrohr zu drücken. Die Niederhalter sind dort, wo sie an die Halbzelle greifen mit Niobplatten versehen, um eine mögliche Kontamination mit Fremdmetallen im Äquatorbereich zu vermeiden.



Abbildung 11: Iris Heft- und Schweißvorrichtung für innen liegende Schweißlage



Abbildung 12: Schweißvorrichtung mit eingebauter Halbzelle und Strahlrohr unter 45°

Für die Iris-Schweißlage von außen wird die Vorrichtung entfernt und das „halbe Cavity“ direkt an den Antrieb montiert.

• Äquator

Für die optimale Montage der beiden halben Einzeller wurde eine Heftvorrichtung (Abb. 13) entwickelt, die es ermöglicht den Rezzus mit einer definierten Kraft an acht Punkten zusammen zu drücken. Anschließend wird eine Gewindestange mit einem Strahlfänger durch das Cavity gesteckt und damit am Antrieb für die Rotation des Cavities befestigt. Auf der Losseite wird das Gewicht des Cavities von zwei verstellbaren Kugellagern abgefangen.

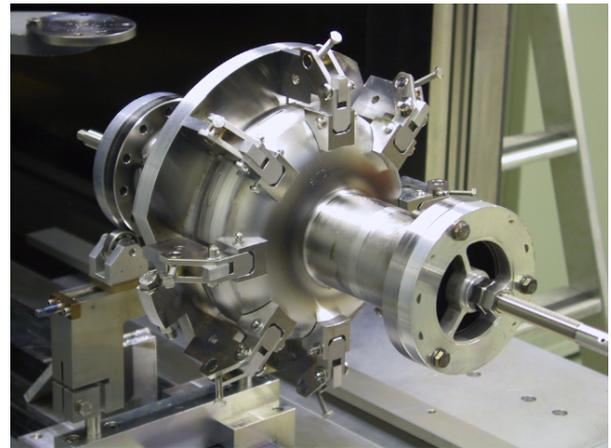
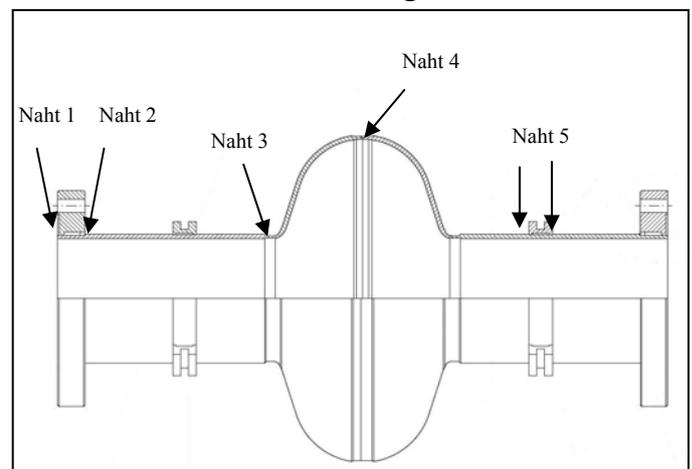


Abbildung 13: Äquator Heftschweißvorrichtung

Nach dem Heften wird die Vorrichtung demontiert und die eigentliche Naht geschweißt. Der Äquator wird erst mit 50 %, dann mit 100 % des Strahlstromes von außen verschweißt. Das Schweißen des Äquators, erst von Innen und dann von Außen ist auf Grund der fehlenden Zugängigkeit des Schweißstoßes nicht möglich.

Schweißfolge



- Naht 1. 2x Flansch auf Rohr, Vakuumseite
- Naht 2. 2x Flansch auf Rohr, Stütznaht
- Naht 3. 2x Strahlrohr an Halbzelle (Iris)
- Naht 4. 1x „halbes Cavity“ an „halbes Cavity“ (Äquator)
- Naht 5. 4x Befestigungsringe, beidseitig

Schweißparameter

	Naht 1		Naht 2		Naht 3			Naht 4		Naht 5	
Zusatz			In Segmenten		Von innen		Von außen		Von außen		
Maximale Dauer an Luft nach Beizen (h)	200		200		8		8		8		200
Schweißvorgang*	F	V	F	K	-	68%	-	56%	50%	100%	100%
Winkel (°)	45	45	45	45	-	45	-	0	0	0	37
Beschleunigungsspannung (kV)	150	150	150	150	-	150	-	150	150	150	150
Strahlstrom (mA)	4	5	4	8	-	8	-	7	7	13	10
- Wedelung (Form)	-	-	-	Kreis	-	Kreis	-	Kreis	Kreis	Kreis	Kreis
- Frequenz (Hz)	-	-	-	4000	-	4000	-	4000	4000	4000	4000
- Amplitude (mm)	-	-	-	1,5	-	1,5	-	1,5	1,5	1,5	1
Fokuslage eingestellt (Δ Fokus. opt.)	-15	-40	-15	-40	-	-25	-	-25	-45	-45	-35
Schweißgeschw. (mm/sec)	8	5	8	6	-	6	-	6	6	6	7
Strahlablenkung DC (mm)	-	-	-	1,5	-	0	-	0,25	-	-	0,3
Einlauf (Winkel)	45	45	5	5	-	5	-	10	5	5	3
Überlappung (Winkel)	10	10	-	-	-	5	-	5	5	5	-
Absenkung (Winkel)	40	40	3	3	-	25	-	30	25	25	2
Schweißgeneratordruck (mBar)	$< 1 \times 10^{-7}$										
Arbeitskammerdruck (mBar)	$< 5 \times 10^{-5}$				$< 1 \times 10^{-6}$				$< 1 \times 10^{-6}$		$< 5 \times 10^{-5}$
Abkühlzeit (min)	10	10	10	10	-	120	-	120	-	120	10

* F: Fixierungsnaht, V: Vakuumnaht, K: Kosmetiknaht, n%: % des theoretisch benötigten Stroms für volles Durchschweißen

II.C.8. Fertigungskontrolle

Nach der Fertigstellung findet eine standardisierte Fertigungskontrolle statt. Es werden alle relevanten mechanischen Maße, sowie die Frequenz aufgenommen und gespeichert. Da auch bei einigen Zwischenschritten z.B. vor dem Äquatorschweißen Längenmessungen durchgeführt wurden, konnte ein gemittelter Schweißschumpf bestimmt werden. Dieser ist nötig um eine gute Voraussage zu erzielen, auf welche Länge das Cavity gefertigt sein muss, um die endgültige Frequenz einzuhalten. Die Schweißnähte werden mittels Endoskop begutachtet und Auffälligkeiten als Foto gespeichert (Abb. 14). Falls im Hochfrequenz (HF)-Kalttest Auffälligkeiten lokalisiert werden („T-Mapping“ [10], können die Ergebnisse auf Korrelation überprüft werden

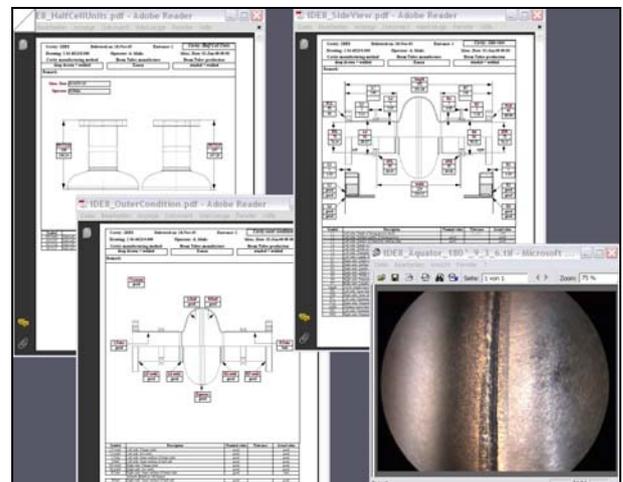


Abbildung 14: Beispiel der Eingangskontrolle (1DE8)

II.C.9. Dokumentation

Es wurde eine Prozessdokumentation in Form von Laufkarten (Abb. 15) erstellt, in welcher die wesentlichen Arbeitsschritte zusammengefasst sind. Diese müssen nach Beendigung der jeweiligen Arbeit ausgefüllt und an den nächsten Arbeitsschritt übergeben werden. Alle Bauteile sind mit einer Nummer gekennzeichnet und sichern somit die lückenlose Rückverfolgbarkeit. In dieser Dokumentation werden ebenfalls die Protokolle sämtlicher Zwischenprüfungen wie z.B. der

Formprüfung zusammengefasst und in der DESY Datenbank archiviert.

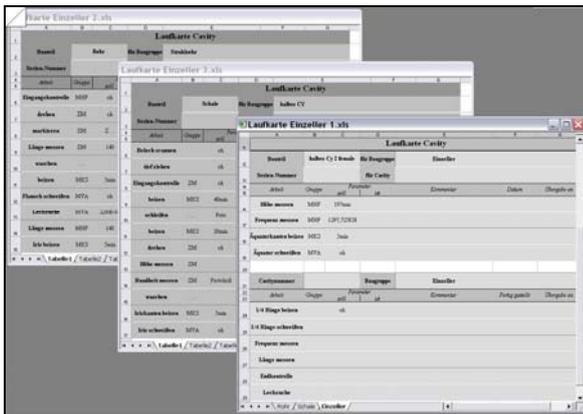


Abbildung 15: Beispiel Laufkarten

III. Oberflächenbehandlung

Nach der mechanischen Fertigstellung und erfolgter Eingangskontrolle müssen die Resonatoren vor dem erstmaligen Hochfrequenz-Kalttest einer Oberflächenbehandlung unterzogen werden. In der Regel werden zunächst ca. 80µm der Innenoberfläche durch chemisches Beizen („BCP“) abgetragen. Dies erfolgt entweder bei DESY oder bei Research Instruments GmbH (früher ACCEL Instruments GmbH). Anschließend werden die Resonatoren bei 800°C für 2 h zur Wasserstoffentgasung und mechanischen Entspannung gegläht. Der abschließende Abtrag von ca. 100 µm erfolgt durch Elektropolitur (EP) bei Henkel Lohnpoliertechnik GmbH. Die Industrialisierung der Elektropolitur diente der Vorbereitung der Serienbehandlung von neunzelligen Resonatoren und verlief problemlos. Die Endbehandlungen finden in einem Reinraum ISO Klasse 5 und besser statt. Die Resonatoren werden mehrfach mit Reinstwasser bei einem Druck von ca. 100 bar gereinigt (HD-Spülung), ultrahochvakuumdicht montiert, evakuiert und leckgesucht. Anschließend verlassen sie den Reinraum und sind für den HF-Kalttest bereit.

Um die maximale Beschleunigungsfeldstärke bei höchster Güte von nach dem Stand der Technik hergestellten und behandelten Resonatoren zu erreichen, ist ein Niedertemperaturheizen unter Vakuum oder Schutzgas bei 120°C - 130°C notwendig [11, 12]. Dieses kann vor oder nach einem ersten HF-Kalttest erfolgen.

Je nach Zweck der Testreihe oder Messergebnis sind vor einem weiteren HF-Kalttest weitere Oberflächenreinigungen angewandt worden:

- i) lediglich HD-Reinstwasserspülung,
- ii) Reinigung mit CO₂ Schnee [13],

- iii) BCP Abtrag von ca. 10 µm + HD-Reinstwasserspülung,
- iv) EP Abtrag von > 10 µm + HD-Reinstwasserspülung.

IV. Testergebnisse

Die im Rahmen des Einzeller-Testprogramms erzielten Ergebnisse sind in [2, 3, 13] zu finden. Es sollen hier nur zwei Messreihen exemplarisch dargestellt werden.

IV.A. Qualifizierung der Fertigung

Zur Qualifizierung der Fertigungsabläufe wurden die drei ersten Resonatoren aus bekanntem Niobmaterial (Heraeus RRR300) hergestellt (1DE1, 1DE2 und 1DE3). Die Resonatoren wurden der erprobten Endbehandlung unterzogen und getestet. Im vertikalen HF-Kalttest wurden bei jedem Cavity Beschleunigungsgradienten von über 30 MV/m erreicht (Abb. 16). Die Fertigung war somit qualifiziert.

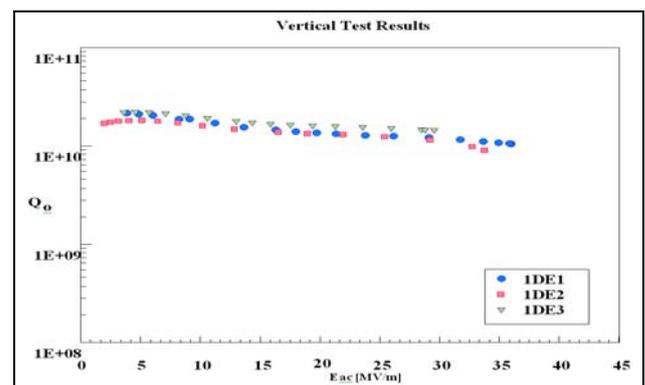


Abbildung 16: Ergebnis aus Kalttest

IV.B. „168h Regel“ Resonatoren

Es wurden fünf Resonatoren aus bekanntem Niobmaterial (Heraeus RRR300) gefertigt und mit der erprobten Präparation endbehandelt. Das erste Cavity (1DE7) galt dabei als Referenzcavity und wurde nach der bis dahin geltenden Spezifikation gefertigt. Das bedeutet, es sind zwischen dem Beizen und dem Verschweißen weniger als 8 Stunden vergangen.

Die Halbzellen der Cavities 1DE8 und 1DE9 wurden nach dem Beizen für 168 Stunden in einem Vakuumschrank bei 2 mBar eingelagert. Die Halbzellen von 1DE10 und 1DE11 wurden in einem Stickstofflagerschrank eingelagert.

Alle Resonatoren zeigten auf Anrieb zum Referenzcavity vergleichbare Feldstärken und Güten (Abb. 17). Die „168 Stunden“ Regel ist somit qualifiziert. Die Möglichkeit Bauteile nach dem Beizen einzulagern und „Just in Time“ zu

verschweißen ermöglicht eine deutlich flexiblere Arbeitsplanung.

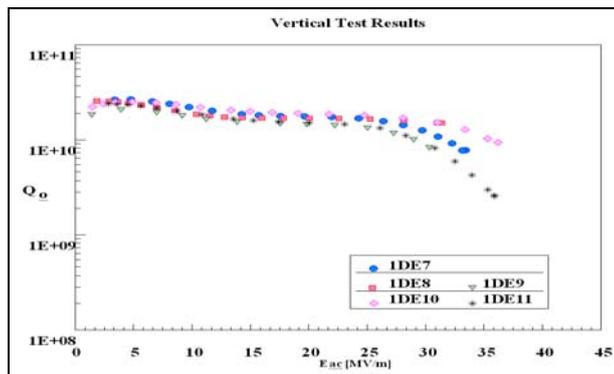


Abbildung 17: Ergebnis aus Kalttest

V. Zusammenfassung

Es wurden bislang 25 DESY Standardeinzeller erfolgreich hergestellt und getestet. Alle Einzeller erreichten Feldstärken von über 30 MV/m bis zu 42 MV/m bei hohen Güten.

Die Fertigung ist problemlos und weitere Resonatoren können jederzeit reproduzierbar hergestellt werden. Im Laufe des Programms wurden noch zahlreiche Details im Ablauf der spannenden Bearbeitung, des Transportes, des Beizens und des Schweißens verbessert, die es ermöglichten die Einzeller reibungsloser und schneller zu fertigen.

Insbesondere konnte die „168 h-Regel“ qualifiziert werden, die es ermöglicht Bauteile nach dem Beizen einzulagern und „Just in Time“ zu verschweißen. Dies ermöglicht im Hinblick auf die Serienfertigung des Europäischen XFEL eine deutlich flexiblere Arbeitsplanung.

Mit den erlangten Kenntnissen können weitere Prototyp-Resonatoren hergestellt werden. So wurden zum Beispiel ein 0,6-zelliger und ein 1,6-zelliger Spezialresonator als sogenanntes „Gun-Cavity“ [14] gefertigt und erfolgreich getestet.

Danksagung

Herzlich bedanken wir uns bei J. H. Thie, D. Klinker und J. Everet für die Konstruktion diverser Vorrichtungen.

Unser Dank geht an N. Steinhilber-Kühl und R. Vogt für die Beratung und Durchführung der chemischen Schweißnahtvorbereitung.

Ferner bedanken wir uns für die Fertigungskontrolle und Archivierung der während der Fertigung angefallenen Daten bei A. Pörschmann.

Ein besonderer Dank geht an J. Ziegler für die zahlreichen Reinraumbehandlungen, HF-Kalttestvorbereitungen und die Durchführung der HF-Kalttests.

Referenzen

- [1] Editors: M. Altarelli et al., “The European X-Ray Free Electron Laser, Technical Design Report”, DESY XFEL Project Group and European XFEL Project Team, DESY, www.xfel.eu
- [2] D. Reschke et al. „Status of the XFEL Test Cavity Program”, LINAC2006, Knoxville, Tennessee, USA (2006)
- [3] A. Brinkmann, et al.; “Progress of the Test Cavity Program for the European XFEL“ SRF2007, Beijing, China
- [4] DESY, MVS, Technical Note 05-02
- [5] A. Brinkmann, W. Singer, „Nondestructive Testing of Niobium Sheet for SRF Cavities using Eddy Current and SQUID Flaw Detection“, LINAC2008, Victoria, BC, Canada (2008)
- [6] W. Singer, et al. „Large Grain Superconducting rf Cavities at DESY“, *ibid.* Ref 2
- [7] W. Singer, X. Singer, J. Tiessen „RRR Degradation and Gas Adsorption in the Elektron Beam Welding Area of High Purity Niobium“ TESLA Report 2003-07
- [8] V. Fonseca-Sousa, D. Proch, A. Schmidt, J. Tiessen, D. Vermeulen „EB Welding of Prototype Components“ CARE-Report-2008-025-SRF
- [9] Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, System-Nr. 49: Niob (1969)
- [10] D. Reschke, „Analysis of Quenches using Temperature Mapping in 1.3 GHz SCRF Cavities at DESY“, *ibid.* Ref 5
- [11] G. Ciovati et al., „High field Q-slope and the baking effect: Review of recent experimental results and new data on Nb heat treatments” and references therein, PRST-AB 13, 022002 (2010)
- [12] D. Reschke, J. Ziegler, “Open 120°C Bake in Ar-Atmosphere: A Simplified Approach for Q-drop Removal”, *ibid.* Ref. 5
- [13] D. Reschke et al., “Dry-Ice Cleaning: The most effective cleaning for SRF cavities?”, *ibid.* Ref. 3
- [14] J. Secutowicz et al. “Status of Nb-Pb Superconducting RF-Gun Cavities” PAC07, Albuquerque, New Mexico, USA (2007)