



(11) **EP 1 955 404 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
18.03.2009 Patentblatt 2009/12

(51) Int Cl.:
H01P 11/00 ^(2006.01) **H05H 7/20** ^(2006.01)
H01L 39/24 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **06818910.9**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2006/011464

(22) Anmeldetag: **29.11.2006**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2007/062829 (07.06.2007 Gazette 2007/23)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HOHLKÖRPERN FÜR RESONATOREN**

METHOD FOR PRODUCTION OF HOLLOW BODIES FOR RESONATORS

PROCÉDÉ DE FABRICATION DE CORPS CREUX POUR DES RÉSONATEURS

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI
SK TR**

(74) Vertreter: **UEXKÜLL & STOLBERG**
Patentanwälte
Beselerstraße 4
22607 Hamburg (DE)

(30) Priorität: **02.12.2005 DE 102005058398**
05.05.2006 DE 102006021111

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A2- 0 483 964 JP-A- 3 135 000
JP-A- 3 147 299 JP-A- 5 266 996

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
13.08.2008 Patentblatt 2008/33

(73) Patentinhaber: **Deutsches Elektronen-
Synchrotron DESY**
22607 Hamburg (DE)

- **DZENUS M ET AL: "Production of superconducting niobium cavities for CEBAF" PROCEEDINGS OF THE PARTICLE ACCELERATOR CONFERENCE. SAN FRANCISCO, MAY 6 - 9, 1991, NEW YORK, IEEE, US, Bd. VOL. 1 CONF. 14, 6. Mai 1991 (1991-05-06), Seiten 2390-2392, XP010049494 ISBN: 0-7803-0135-8**
- **KNEISEL P ET AL: "Preliminary Results From Single Crystal and Very Large Crystal Niobium Cavities" PARTICLE ACCELERATOR CONFERENCE, 2005. PAC 2005. PROCEEDINGS OF THE KNOXVILLE, TN, USA 16-20 MAY 2005, PISCATAWAY, NJ, USA, IEEE, 16. Mai 2005 (2005-05-16), Seiten 3991-3993, XP010892055 ISBN: 0-7803-8859-3 in der Anmeldung erwähnt**

(72) Erfinder:

- **SINGER, Xenia**
22549 Hamburg (DE)
- **SINGER, Waldemar**
22549 Hamburg (DE)
- **SCHWELLENBACH, Johannes**
51429 Bergisch Gladbach (DE)
- **PEKELER, Michael**
51429 Bergisch Gladbach (DE)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 955 404 B1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Hohlkörpern insbesondere für Hochfrequenzresonatoren.

[0002] Hochfrequenzresonatoren, die eine Vielzahl von Hohlkörpern umfassen, werden insbesondere bei Teilchenbeschleunigern eingesetzt, die elektrische Felder dazu verwenden, um geladene Teilchen auf hohe Energien zu beschleunigen.

[0003] In solchen Hochfrequenzresonatoren, auch Hohlraumresonatoren genannt, wird eine elektromagnetische Welle angeregt, die geladene Teilchen entlang der Resonatorachse beschleunigt. Das auf diese Weise beschleunigte Teilchen erfährt einen maximal möglichen Energiegewinn, wenn es den Resonator bezüglich der Phase und des Hochfrequenzfeldes so durchfliegt, dass es sich genau dann in der Mitte einer Hohlraumzelle befindet, wenn die elektrische Feldstärke dort ihr Maximum erreicht. Hierbei sind die Hohlraumzellenlänge und die Frequenz so angepasst, dass die Teilchen in jeder Zelle den gleichen Energiegewinn erfahren. Dabei haben supraleitende Resonatoren für die Bereitstellung großer Feldstärken den Vorteil, dass aufgrund des sehr geringen Hochfrequenzwiderstandes weit weniger Energie aufgewendet werden muss.

[0004] Eine Methode zur Resonatorherstellung war es lange Zeit, die aus einem polykristallinen Niob-Blech mittels Tiefziehen hergestellten sogenannten Halbhohlkörper miteinander durch Elektronenstrahlschweißen zu verbinden. Aus der DE 37 22 745 A1 ist außerdem ein Verfahren, bei dem Halbzellen aus beschichteten Blechen verbunden werden bekannt. Des Weiteren offenbart dieses Dokument einen danach hergestellten Resonator und insbesondere einen supraleitenden Hochfrequenz-Resonator aus Niob, der mit Kupfer beschichtet ist.

[0005] Ferner offenbart die US 5,500,995, mehrzellige Hohlraumresonatoren ohne Schweißnähte zu produzieren, indem auf eine formgebende, entfernbare Substanz, die als Unterlage dient, das gewünschte Material mittels Spinning-Technik aufgebracht und entsprechend verformt wird und die formgebende Substanz anschließend wieder entfernt wird.

[0006] In der EP 0 483 964 A2 werden Halbzellen aus einem supraleitenden Material beschrieben, die jeweils entlang eines Fügeflächen-Randbereichs mittels eines Laserstrahls zu einem Hohlkörper zusammengeschweißt werden.

[0007] Die bei den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren verwendeten Bleche sind mit einem geeigneten supraleitenden Material beschichtet oder bestehen vollständig aus diesem. Ein bevorzugtes Material ist hierbei das supraleitende Niob, da es zum einen sehr gut bearbeitet werden kann und zum anderen eine hohe kritische Temperatur $T_C \approx 9,2$ K und ein hohes kritisches Magnetfeld $H_C \approx 200$ mT (Temperatur bzw. Magnetfeld, oberhalb derer die Supraleitung zusammenbricht) be-

sitzt.

[0008] Nach dem Umformen wird das Material in herkömmlicher Weise weiterbehandelt, um eine Oberfläche mit möglichst geringer Rauigkeit zu erhalten, da es beim Umformen eines polykristallinen Material generell zu einer Aufrauung der Oberfläche kommt. Außerdem soll die innere Oberfläche frei von Verunreinigungen und Fremdpartikeln sein. Denn Oberflächendefekte sind u.a. dafür verantwortlich, dass die Supraleitung zusammenbricht, da die in der Oberflächenschicht des Supraleiters zirkulierenden Ströme, die ein äußeres Magnetfeld daran hindern, ins Innere einzudringen (Meißner-Ochsenfeld-Effekt), unterbrochen werden. Schließlich führt eine raue Oberfläche dazu, dass hier lokal sehr hohe Feldstärken auftreten, was ebenfalls unerwünscht ist.

[0009] Eine übliche Methode zur Oberflächenbehandlung ist ein chemisches (Beiz-)Verfahren mit einer Säuremischung, BCP genannt (Buffered Chemical Polishing), wobei HF (48%), HNO_3 (65%) und H_3PO_4 (85%) in einem Verhältnis von 1:1:2 verwendet werden. Da die Korngrenzen von polykristallinem Material jedoch stärker angegriffen werden als das Material der Körner selbst, liegt nach dieser Behandlung immer noch eine relativ raue Oberfläche vor. Außerdem ist diese Methode vergleichsweise zeitaufwendig. Eine Methode, die bessere Ergebnisse liefert, ist das Elektropolieren ("EP"), wobei HF und H_2SO_4 im Verhältnis 1:9 verwendet werden und ein elektrisches Feld angelegt wird. Durch das Elektropolieren wird eine sehr glatte Oberfläche auch bei polykristallinem Material erreicht, sodass im Falle von Hohlkörpern aus polykristallinem Niob mittels des Elektropolierens eine Rauigkeit von 250 nm erreicht werden kann.

[0010] Da die Supraleitung an den Korngrenzen eines polykristallinen Materials gestört wird, wurden in neuerer Zeit Versuche bezüglich der Verwendbarkeit von Niob-Ingots (Residual Resistivity Ratio RRR > 250) zur Produktion von Halbzellen mit positivem Ergebnis durchgeführt (P. Kneisel, G. R. Myeni, G. Ciovati, J. Sekutowicz und T. Carneiro; Preliminary Results From Single Crystals and Very Large Crystal Niobium Cavities; Proceedings of 2005 Particle Accelerator Conference, Knoxville, Tennessee, USA). Hierbei sind zur Herstellung eines kleinen Hohlraumresonators zwei Scheiben mittels einer Drahterodiermaschine aus einem grobkristallinen Niob-Ingot geschnitten und dann durch Tiefziehen in die gewünschte Form gebracht worden, ohne dass die kristallinen Eigenschaften verändert worden sind. Auch hier kam es jedoch an den Stellen, an denen die umgeformten kristallinen Scheiben zu einem Hohlkörper zusammengefügt wurden, zu Defektstellen.

[0011] Zusätzlich zu der möglichst defektfreien Kristallstruktur in den Hohlraumresonatoren, ist es für die Qualität supraleitender Hohlraumresonatoren sehr wichtig, dass auch an den Verbindungsstellen keine Supraleitungsverluste auftreten.

[0012] Ein weiterer Faktor, der sich störend auf die Supraleitung auswirkt, ist Wasserstoff, der im supraleitenden Material eingelagert ist. Dieses Problem wird her-

kömmlicherweise dadurch gelöst, dass eine Wärmebehandlung durchgeführt wird.

[0013] Ausgehend vom Stand der Technik ist es daher die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren bereitzustellen, bei dem die hergestellten Hohlkörper bzw. der gesamte Resonator verbesserte elektrische Eigenschaften aufweisen.

[0014] Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren gelöst mit den folgenden Schritten:

- Bereitstellen eines Substrats mit einem einkristallinen Bereich,
- Festlegen einer Schnittfläche durch das Substrat,
- Anbringen von Markierungen beidseitig der Schnittfläche,
- Herstellen von zwei Scheiben durch Schneiden entlang der Schnittfläche, wobei die Scheiben vollständig dem einkristallinen Bereich entnommen sind,
- Umformen der Scheiben zu Halbzellen, wobei die Halbzellen eine Fügefläche aufweisen,
- Zusammenfügen der Halbzellen zu einem Hohlkörper, wobei die Fügeflächen aneinander anliegen und wobei die Markierungen auf den Halbzellen auf beiden Seiten der Fügefläche so zueinander orientiert sind, wie auf beiden Seiten der Schnittflächen.

[0015] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird in einem ersten Schritt ein Substrat mit einkristallinem Bereich bereitgestellt, welcher in einer bevorzugten Ausführungsform aus supraleitendem Material ist. Ein bevorzugtes Material ist hierbei supraleitendes Niob, da es sehr gut formbar ist und außerdem eine hohe kritische Temperatur $T_C \approx 9,2 \text{ K}$ und ein hohes kritisches Magnetfeld $H_C \approx 200 \text{ mT}$ besitzt. Unter "supraleitendem" Material wird in diesem Zusammenhang ein Material verstanden, das bei geeigneten Umgebungsbedingungen und unterhalb einer kritischen Temperatur supraleitende Eigenschaften hat, also sprunghaft seinen elektrischen Widerstand verliert und unterkritische Magnetfelder aus seinem Inneren verdrängt. Ferner ist der einkristalline Bereich bevorzugt zylindrisch geformt, damit er leicht zugänglich ist.

[0016] In einem zweiten Schritt wird wenigstens eine Schnittfläche durch das Substrat festgelegt, und in einem anschließenden dritten Schritt werden beidseitig der Schnittfläche Markierungen angebracht. Bevorzugter Weise werden diese Markierungen gestanzt oder geprägt, da es sich bei supraleitenden Materialien um Metalle handelt, die eine harte Oberfläche besitzen. Die Markierungen sind derart ausgestaltet, dass in dem Substrat benachbarte Bereiche auch nach einer Trennung wieder identifiziert werden können und ihre ursprüngliche Orientierung zueinander wiederhergestellt werden

kann. Die Markierungen sind dabei bevorzugter Weise auf der Außenfläche bzw. auf der Umfangsfläche der Scheiben angebracht.

[0017] Nachdem die Markierungen angebracht worden sind, werden durch Schneiden entlang der Schnittfläche zwei Scheiben hergestellt, wobei die Scheiben ferner so aus dem Substrat geschnitten sind, dass sie lediglich einkristallines Material aufweisen. In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Scheiben ca. 5 mm dick und haben einen Durchmesser bzw. eine Ausdehnung in der Ebene der Schnittfläche von 200 mm.

[0018] In einem sich anschließenden Schritt werden die Scheiben zu Halbzellen umgeformt, wobei die Halbzellen eine Fügefläche aufweisen. Diese Fügeflächen dienen dazu, zwei Halbzellen zusammenfügen zu können. In einer bevorzugten Ausführungsform haben die Halbzellen ferner eine parallel zur Fügefläche verlaufende Abschlussfläche, welche es ermöglicht, dass die Halbzelle auch auf der der Fügefläche gegenüberliegenden Seite mit einer weiteren Halbzelle verbunden werden kann.

[0019] Das Umformen erfolgt bevorzugter Weise durch Drücken, Tiefziehen und gegebenenfalls Walzen, welches bekannte Metallverarbeitungstechniken sind. Die Fläche der Scheibe kann diesbezüglich zuvor vergrößert worden sein, was ebenfalls mit Hilfe der bereits erwähnten Techniken möglich ist.

[0020] Bei der Umformung umfasst eine bevorzugte Ausführungsform die Erstellung eines hohlen Kegelstumpfs, welcher zwei parallele offene Endflächen hat. Ferner sind die Halbzellen bevorzugt rotationssymmetrisch geformt, damit Halbzellen möglichst einfach miteinander verbunden werden können.

[0021] Alternativ kann das Umformen auch in der Weise erfolgen, dass die Erstellung eines Hohlkegels durch Tiefziehen oder Drücken gegen eine Form umfasst ist, wobei in einer weiter bevorzugten Ausführungsform der größte Durchmesser des Hohlkegels größer oder gleich dem Außendurchmesser der Halbzelle ist. Dies ermöglicht es, den Kegel später mit einer möglichst geringen Anzahl an Bearbeitungsschritten auf die gewünschte Form und Größe der Halbzelle zu bringen, ohne dass die einkristalline Struktur verloren geht.

[0022] Bei dem Umformungsschritt ist es möglich, dass eine Scheibe, bevor beispielsweise ein Hohlkegel oder ein Kegelstumpf geformt wird, mittels Walzen oder Drücken zu einer Scheibe umgeformt wird, die einen gegenüber der ursprünglichen Scheibe vergrößerten Durchmesser hat. Dies ermöglicht es, auch aus Scheiben, die aus einem Ingot mit einem kleinen Durchmesser stammen, einkristalline Halbzellen der gewünschten Größe zu formen.

[0023] In einem weiteren Schritt des Verfahrens werden die Halbzellen zu Hohlkörpern zusammengefügt, wobei die Fügeflächen aneinander liegen und die Markierungen auf beiden Seiten der Fügefläche so zueinander orientiert sind, wie auf beiden Seiten der Schnittflächen. Dies bedeutet, dass aus den Scheiben hergestellte

Halbzellen entlang der Fügeflächen so aneinander anliegen, wie dies im Substrat vor dem Schneiden der Schnittflächen der Fall war. Hierdurch wird die einkristalline Orientierung in beiden zu Hohlkörpern umgeformten Scheiben beibehalten.

[0024] Wegen der Empfindlichkeit von hochreinem Niob gegenüber Verunreinigungen jeglicher Art können die zu fügenden Flächen kurz vor dem Fügen gereinigt werden, was bevorzugt mit einer chemischen Beizbehandlung (mit BCP) geschieht.

[0025] Bevorzugt wird das Fügen durch Elektronenstrahlschweißen im Hochvakuum ($< 10^{-4}$ mbar) und gegebenenfalls bei definierter Restgaszusammensetzung durchgeführt. Diese Technik weist eine hohe Leistungsdichte auf, sodass Bauteile mit einer glatten Naht verschweißt werden können, die 5 bis 7 mm breit ist, da es zu einem lokal begrenzten Energieeintrag kommt.

[0026] In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Füge- und/oder Abschlussflächen chemisch behandelt. Dies wird bevorzugt durch eine Beizbehandlung, insbesondere mit BCP (1:1:2), durchgeführt. Hierdurch wird vermieden, dass Fremdmaterial im Bereich der Schweißnaht in das Material eingebracht wird.

[0027] Der Hohlkörper wird im Anschluss wärmebehandelt. Hierdurch werden noch bestehende Defekte und die Fugestellen ausgeheilt, der im Material enthaltene Wasserstoff wird ausgetrieben und der RRR Wert, der die Reinheit des bevorzugter Weise verwendeten Niobs beschreibt, wird somit erhöht.

[0028] Eine bevorzugte Ausführungsform der Wärmebehandlung umfasst im Falle eines aus Niob bestehenden Hohlkörpers einen ersten Aufheizungsschritt von 400°C bis 500°C für 2 bis 6 Stunden und einen zweiten Aufheizungsschritt von 750°C bis 850°C, bevorzugt 750°C bis 800°C. Das Ziel des ersten Aufheizungsschrittes ist es, die durch die Umformungen entstandenen Spannungen abzubauen und neu entstandene Kristallisationskeime zu eliminieren. Der zweite Aufheizungsschritt dient zur Entfernung vorhandenen Wasserstoffs aus dem Material und zur Relaxation des gesamten Hohlkörpers. Hierbei bleibt der Einkristall erhalten, da Kristallisationskeime zuvor eliminiert worden waren, sodass kein Kornwachstum durch die Wärmebehandlung auftreten kann.

[0029] Die Wärmebehandlung ist abhängig von dem Verformungsgrad ε des Materials, welcher in dem bevorzugten Ausführungsbeispiel mit Niob ca. 40% beträgt. Unter dem Verformungsgrad ε eines Materials wird in diesem Zusammenhang der prozentuale Anteil der Umformung verstanden. Der Verformungsgrad ε berechnet sich zu

$$\varepsilon = \frac{t_0 - t}{t_0} \cdot 100\%,$$

wobei t_0 die Dicke der unverformten Scheibe und t die Dicke der verformten Scheibe ist.

[0030] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es möglich, einen einkristallinen Resonator herzustellen, der einkristalline Hohlkörper bzw. Halbzellen umfasst. Solche einkristallinen Resonatoren haben hervorragende elektrische Eigenschaften. Insbesondere sind auch in der einkristallinen Oberflächenschicht des Supraleiters (Niob) zirkulierende Ströme vorhanden, die ein äußeres Magnetfeld daran hindern, ins Innere einzudringen, wodurch eine Supraleitung nicht gestört wird. Zusätzlich können bei einkristallinem Material deutlich geringere Rauigkeiten insbesondere der inneren Oberfläche erreicht werden, die im Fall von einer abschließenden BCP-Behandlung bei 25 nm liegen. Dies bedeutet eine Verbesserung um einen Faktor 10 gegenüber vergleichbarem polykristallinem Material nach einer aufwendigeren Nachbehandlung.

[0031] Die obige Aufgabe wird ferner durch ein Verfahren gelöst mit den folgenden Schritten:

- Herstellen einer Vielzahl von Hohlkörpern gemäß einem der Ansprüche 2 bis 18 und
- Fügen der Hohlkörper entlang der Abschlussflächen, wobei Halbzellen ursprünglich benachbarter Scheiben im Substrat verbunden werden und wobei die zu den Abschlussflächen benachbarten Markierungen so zueinander zugeordnet sind, wie auf beiden Seiten der Schnittfläche zwischen den Scheiben.

[0032] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird zunächst eine Vielzahl von Hohlkörpern hergestellt und diese anschließend entlang der Abschlussflächen zusammengefügt. Hierbei werden die Hohlkörper immer mit aus benachbarten Scheiben des Rohmaterials hergestellten Hohlkörpern verbunden, wobei die zu den Abschlussflächen benachbarten Markierungen so zueinander zugeordnet sind, wie auf beiden Seiten der Schnittfläche. Hierdurch wird gewährleistet, dass die einkristalline Struktur auch zwischen benachbarten Hohlkörpern erhalten bleibt. In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Oberfläche des Resonators behandelt. Dies wird bevorzugt durch ein chemisches Verfahren mit BCP (1:1:2) gemacht. Grundsätzlich kann das chemische Verfahren vor oder nach dem Fügen durchgeführt werden. Es ist sehr wichtig, eine innere Oberfläche des Resonatorhohlkörpers derart zu präparieren, dass sie frei von Verunreinigungen und Fremdpartikeln ist, um hohe elektrische Felder ohne Verluste zu erzeugen. Dies geschieht im Anschluss an oder auch ohne eine zuvor erfolgte Wärmebehandlung mit einem chemischen oder elektrischen Standardverfahren.

[0033] Im Folgenden wird die vorliegende Erfindung anhand einer lediglich eine bevorzugte Ausführungsform zeigenden Zeichnung erläutert. In der Zeichnung zeigen

- Fig. 1 eine Querschnittsansicht eines Substrats mit einem einkristallinen Bereich und festgelegten Schnittflächen,
- Fig. 2 eine Querschnittsansicht von Scheiben, die durch Schneiden entlang der Schnittfläche hergestellt worden sind,
- Fig. 3 eine Querschnittsansicht einer aus einer Scheibe durch Umformen hergestellten Halbzelle,
- Fig. 4A eine Querschnittsansicht von Scheiben, die durch Schneiden entlang der Schnittfläche hergestellt worden sind,
- Fig. 4B eine Querschnittsansicht einer Scheibe, die durch Umformen auf eine geeignete Größe gebracht worden ist,
- Fig. 4C eine Querschnittsansicht eines aus einer Scheibe durch Umformen hergestellten Kegels,
- Fig. 5 eine Querschnittsansicht eines Hohlkörpers aus zwei zusammengefügt Halbzellen, und
- Fig. 6 eine Querschnittsansicht eines Resonators, der aus einer Vielzahl an Hohlkörpern zusammengefügt ist.

[0034] In den Figuren sind die Schritte einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens dargestellt.

[0035] In Fig. 1 ist ein Substrat 1 mit einkristallinem Bereich (schraffiert) gezeigt, das zur Herstellung von Hohlkörpern für Resonatoren bereitgestellt wird. Der einkristalline Bereich hat vorzugsweise eine zylindrische Form, und das Material des Substrats ist bevorzugt aus Niob, da es gut bearbeitet werden kann und eine hohe kritische Temperatur $T_C \cong 9,2$ K und ein hohes kritisches Magnetfeld $H_C \cong 200$ mT besitzt. Anschließend werden drei nebeneinander liegende Schnittflächen 2, 2', 2'', die durch das Substrat 1 verlaufen, festgelegt. Beidseitig der Schnittfläche 2' sind Markierungen 3 und 3' auf der Oberfläche des Substrats 1 angebracht, was bevorzugt durch Stanzen oder Prägen realisiert wird. Die Markierungen 3, 3' sind so ausgestaltet, dass sie nach einer Umformung noch sichtbar sind. Eine der Schnittflächen 2, 2', 2'' kann auch ein Ende des Substrats 1 bilden, so dass nur zwei der Schnittflächen festgelegt werden müssen.

[0036] Daraufhin werden durch Schneiden entlang der festgelegten Schnittflächen 2, 2' und 2'' Scheiben 4 und 4' hergestellt (siehe Fig. 2), wobei die Scheiben 4, 4' vollständig dem einkristallinen Bereich entnommen sind. Letzteres bedeutet, dass die Scheiben 4, 4' nur einkristallines Material umfassen und evtl. vorhandene polykristalline oder amorphe Bereiche abgetrennt werden.

Bevorzugter Weise werden die Markierungen 3, 3' gestanzt oder geprägt, da es sich bei dem Material bevorzugt um ein Metall handelt, das eine harte Oberfläche besitzt. Die Markierungen 3, 3' sind derart ausgestaltet, dass in dem Substrat 1 benachbarte Bereiche auch nach einer Trennung wieder identifiziert werden können und ihre ursprüngliche Orientierung zueinander wiederhergestellt werden kann.

[0037] Beide Scheiben 4 und 4' sind bei dieser bevorzugten Ausführungsform ca. 5 mm dick und haben, da sie vorzugsweise aus einem zylindrischen Einkristall stammen, einen Durchmesser von 200 mm. Im Falle eines nicht-zylindrischen einkristallinen Bereichs haben die Scheiben 4 und 4' eine Ausdehnung in der Ebene der Schnittflächen 2, 2', 2'' von 200 mm.

[0038] In Fig. 3 ist eine erste Möglichkeit für den folgenden Schritt des Umformens der Scheibe 4 zu einer Halbzelle 5 dargestellt. Das Umformen der Scheibe 4 erfolgt bevorzugt durch Drücken, Tiefziehen und gegebenenfalls Walzen, wobei die in Fig. 3 im Querschnitt gezeigte Halbzelle 5 und eine in Fig. 5 im Querschnitt gezeigte Halbzelle 5' entsprechend gebildet werden. Auch ein Umformungszwischenschritt, bei dem die Fläche der Scheibe zunächst vergrößert wird und/oder die Erstellung eines hohlen Kegelstumpfes mit zwei parallelen offenen Endflächen, ist möglich. In bevorzugter Weise sind die Halbzellen 5, 5' rotationssymmetrisch. Die Halbzelle 5 weist ferner eine Fügefläche 6 und eine Abschlussfläche 7 auf. Dabei verlaufen die Fügefläche 6 und die Abschlussfläche 7 bevorzugt parallel zueinander. Die Markierung 3 ist so auf der Scheibe 4 angebracht, dass sie nach der Umformung einer Scheibe 4 zu einer Halbzelle 5 noch sichtbar ist.

[0039] In Fig. 4 ist eine zweite Möglichkeit für das Umformen der Scheiben 4, 4' dargestellt. Hier umfasst das Umformen die Erstellung eines Hohlkegels durch Tiefziehen oder Drücken, wobei das Drücken gegen eine Negativform erfolgt. Dabei ist es möglich, dass die Scheiben 4, 4', die anfangs einen Durchmesser a haben, vor der Umformung zu beispielsweise einem Kegel oder einem Kegelstumpf zunächst mittels Walzen oder Drücken zu Scheiben 4 umgeformt werden, die einen Durchmesser b haben, der größer ist als a. Dies ermöglicht es, auch aus Scheiben 4, 4' die aus einem Ingots mit einem kleinen Durchmesser stammen, Halbzellen 5, 5' der gewünschten Größe zu formen. Der größte Durchmesser c des Hohlkegels ist nach dem Umformen größer oder gleich dem Außendurchmesser der Halbzelle 5. Dies ermöglicht es, den Hohlkegel mit einer möglichst geringen Anzahl an Bearbeitungsschritten auf die gewünschte Form und Größe der späteren Halbzelle 5 zu bringen, ohne dass die einkristallinen Eigenschaften des Materials verloren gehen.

[0040] In Fig. 5 ist eine Querschnittsansicht eines Hohlkörpers 8 gezeigt, der aus zwei Halbzellen 5 und 5' mit Markierungen 3 und 3' entlang der beiden Fügeflächen 6 und 6' zusammengefügt worden ist, was vorzugsweise durch Elektronenstrahlschweißen im Hochvaku-

um ($< 10^{-4}$ mbar) und ferner bevorzugt bei einer definierten Restgaszusammensetzung geschieht. Mit dieser Technik können die Halbzellen 5 und 5' mit einer glatten Naht verschweißt werden, die 5 bis 7 mm breit ist, wobei es nur zu einem lokal begrenzten Energieeintrag kommt. Außerdem stellt diese Technik sicher, dass die Schweißnaht absolut dicht ist.

[0041] Hierbei sind die Fügeflächen 6 und 6' zweier Halbzellen 5 und 5' derart zusammengefügt worden, dass die Halbzellen 5 und 5' aus ursprünglich im Substrat 1 benachbarten Scheiben 4 und 4' nebeneinander angeordnet sind, wobei die zu den Fügeflächen 6 und 6' benachbarten Markierungen 3 und 3' so zueinander angeordnet sind, wie dies auf beiden Seiten der Schnittfläche 2 zwischen den Scheiben 4 und 4' der Fall war. Der aus den zusammengesetzten Halbzellen 5 und 5' bestehende Hohlkörper 8 weist zwei zueinander im Wesentlichen parallel stehende Abschlussflächen 7 und 7' auf. Der aus den Halbzellen 5, 5' hergestellte Hohlkörper 8 besteht über das gesamte Volumen, auch in dem Bereich der früheren Fügeflächen 6, 6', aus einkristallinem Material, so dass er gute elektrische Eigenschaften hat und in der Oberflächenschicht des Supraleiters (Niob) zirkulierenden Ströme fließen, die ein äußeres Magnetfeld daran hindern, ins Innere einzudringen, wodurch die Supraleitung gestört wird.

[0042] Bevorzugt werden die Fügeflächen 6 und 6' und/oder Abschlussflächen 7 und 7' vor dem Fügen gereinigt. Dabei werden diese Flächen zunächst gespült und in einem Ultraschallbad behandelt, dann vorzugsweise durch ein chemisches Verfahren mit BCP (1:1:2) gebeizt, um Kontaminationen in diesem Bereich zu entfernen, wiederum mit hochreinem Wasser gespült und abschließend im Reinraum getrocknet.

[0043] Anschließend kann in einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens eine spezielle Wärmebehandlung des Hohlkörpers 8 erfolgen, die ein Aufheizen über einen Zeitraum von zwei bis sechs Stunden bei 400°C bis 500°C und anschließend ein Aufheizen über einen Zeitraum von einer bis drei Stunden bei 750°C bis 850°C, bevorzugt 750° bis 800°C umfasst. Hierdurch werden noch vorhandene Defekte ausgeheilt. Das Ziel des ersten Aufheizungsschrittes ist es, die durch die Umformungen entstandenen Spannungen abzubauen und neu entstandene Kristallisationskeime zu eliminieren. Der zweite Aufheizungsschritt dient zur Entfernung vorhandenen Wasserstoffs aus dem Material und zur Relaxation des gesamten Hohlkörpers.

[0044] Die so hergestellten einkristallinen Hohlkörper 8 haben hervorragende elektrische Eigenschaften, wobei in der einkristallinen Oberflächenschicht des Supraleiters (Niob) zirkulierende Ströme vorhanden sind, die ein äußeres Magnetfeld daran hindern, ins Innere einzudringen, wodurch eine Supraleitung nicht gestört wird. Außerdem können durch das einkristalline Material deutlich geringere Rauigkeiten insbesondere der inneren Oberfläche erreicht werden, die im Fall von einer abschließenden BCP-Behandlung bei 25 nm liegen.

[0045] Fig. 6 zeigt eine Vielzahl Hohlkörpern 8, 8', 8'', die gemäß dem oben beschriebenen Verfahren hergestellt worden sind und analog zur Fügung zweier Halbzellen 5 und 5' zu einem Hohlkörper 8 an ihren Abschlussflächen 7', 7'', 7''', 7'''' zusammengefügt worden sind, vorzugsweise ebenfalls durch Elektronenstrahlschweißen. Das bedeutet, dass die zu den Abschlussflächen 7, 7', 7'', 7''', 7'''' benachbarten Markierungen 3, 3', 3'', 3''', 3'''' so zueinander angeordnet sind, wie auf beiden Seiten der Schnittflächen 2 und 2' zwischen den Scheiben 4, 4', aus denen die entsprechenden Halbzellen hergestellt wurden. Der durch das Zusammenfügen einer Vielzahl an Hohlkörpern 8, 8', 8'' hergestellte Resonator 9 kann poliert werden, bevorzugt durch eine chemische Verfahren mit BCP (1:1:2).

[0046] Es sei an dieser Stelle der Vollständigkeit halber erwähnt, dass es selbstverständlich auch möglich ist, zwei Halbzellen 5' und 5'' derart an ihren Abschlussflächen 7' und 7'' zusammenzufügen (s. Fig. 6), dass die benachbarten Markierungen 3' und 3'' der Halbzellen 5' und 5'' eine derartige Orientierung besitzen, wie dies auf beiden Seiten der Schnittfläche zwischen den entsprechenden Scheiben der Fall war. Es ist also denkbar, dass alternativ zunächst hantelförmige Hohlkörper gebildet werden, die dann zu dem Resonator 9 zusammengefügt werden.

[0047] Auf diese Weise kann ein einkristalliner Resonator 9 mit verbesserten elektrischen Eigenschaften hergestellt werden. Diese wirken sich derart aus, dass die Qualität der Supraleitung unter geeigneten Umgebungsbedingungen, wie z.B. einer geeigneten Temperatur, erheblich verbessert wird. Des weiteren liegt der Vorteil bei der Verwendung eines einkristallinen Resonators 9 darin, dass bereits durch das einfache chemische Beizverfahren eine viel bessere Oberflächenqualität (Glattheit) erreicht werden kann, auch im Vergleich zum Elektropolieren.

[0048] Dies bedeutet, dass es mittels eines einkristallinen Resonators 9 möglich ist, zum einen auf höhere Beschleunigungsfeldstärken zu kommen und zum anderen auch die Präparation zu vereinfachen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Hohlkörpern für Resonatoren, umfassend die folgenden Schritte:

- Bereitstellen eines Substrats (1) mit einem einkristallinen Bereich,
- Festlegen einer Schnittfläche (2) durch das Substrat (1),
- Anbringen von Markierungen (3, 3') beidseitig der Schnittfläche (2),
- Herstellen von zwei Scheiben (4, 4') durch Schneiden entlang der Schnittfläche (2), wobei die Scheiben (4, 4') vollständig dem einkristallinen Bereich entnommen sind,

- Umformen der Scheiben (4, 4') zu Halbzellen (5, 5'), wobei die Halbzellen (5, 5') eine Fügefläche (6, 6') aufweisen,
 - Zusammenfügen der Halbzellen (5, 5') zu einem Hohlkörper (8), wobei die Fügeflächen (6, 6') aneinander anliegen und wobei die Markierungen (3, 3') auf den Halbzellen (5, 5') auf beiden Seiten der Fügefläche (6, 6') so zueinander orientiert sind, wie auf beiden Seiten der Schnittflächen (2, 2').
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Halbzellen (5, 5') eine Abschlussfläche (7, 7') aufweisen, die parallel zu den Fügeflächen (6, 6') verläuft.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei das Substrat (1) ein supraleitendes Material aufweist.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das Substrat (1) Niob aufweist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei der einkristalline Bereich zylindrisch ist.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Markierungen (3, 3') gestanzt oder geprägt werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Scheiben (4, 4') ca. 5 mm dick sind und eine Ausdehnung in der Ebene der Schnittfläche (2, 2') von 200 mm haben.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei die Fläche der Scheiben (4, 4') nach dem Schneiden vergrößert wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei die Umformung durch Drücken, Tiefziehen und gegebenenfalls Walzen erfolgt.
10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei die Umformung eine Erstellung eines hohlen Kegelstumpfs mit zwei parallelen offenen Endflächen umfasst.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei das Umformen die Erstellung eines Hohlkegels umfasst.
12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei der größte Durchmesser des Hohlkegels größer oder gleich dem Außendurchmesser der Halbzellen (5, 5') ist.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, wobei die Halbzellen (5, 5') rotationssymmetrisch sind.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, wobei
- das Fügen durch Elektronenstrahlschweißen erfolgt.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, wobei die Fügeflächen (6, 6') und/oder die Abschlussflächen (7, 7') vor dem Fügen gereinigt werden.
16. Verfahren nach Anspruch 15, wobei die Fügeflächen (6, 6') und/oder die Abschlussflächen (7, 7') chemisch gebeizt werden.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, wobei eine Wärmebehandlung des Hohlkörpers (8) durchgeführt wird.
18. Verfahren nach Anspruch 17, wobei die Wärmebehandlung ein Aufheizen über einen Zeitraum von zwei bis sechs Stunden bei 400°C bis 500°C und anschließend ein Aufheizen über einen Zeitraum von einer bis drei Stunden bei 750°C bis 850°C umfasst.
19. Verfahren nach Anspruch 17, wobei die Wärmebehandlung ein Aufheizen über einen Zeitraum von zwei bis sechs Stunden bei 400°C bis 500°C und anschließend ein Aufheizen über einen Zeitraum von einer bis drei Stunden bei 750°C bis 800°C umfasst.
20. Verfahren zur Herstellung eines Resonators (9), umfassend die Schritte:
- Herstellen einer Vielzahl von Hohlkörpern (8, 8', 8''...) gemäß einem der Ansprüche 2 bis 19,
 - Fügen der Hohlkörper (8, 8', 8'') entlang der Abschlussflächen (7, 7', 7'', 7''', 7''''), wobei Halbzellen (5', 5'', 5''', 5'''') ursprünglich benachbarter Scheiben im Substrat (1) verbunden werden und wobei die zu den Abschlussflächen (7, 7', 7'', 7''', 7''''') benachbarten Markierungen so zueinander zugeordnet sind, wie auf beiden Seiten der Schnittfläche (2, 2') zwischen den Scheiben (4, 4').
21. Verfahren nach Anspruch 20, wobei der Resonator (9) gereinigt wird.
22. Verfahren nach Anspruch 21, wobei der Resonator (9) chemisch gebeizt wird.

Claims

1. Method for producing hollow bodies for resonators, comprising the following steps:
- providing a substrate (1) having a single-crystal region,

- defining a sectional face (2) through the substrate (1),
 - applying markings (3, 3') on both sides of the sectional face (2),
 - producing two discs (4, 4') by cutting along the sectional face (2), wherein the discs (4, 4') are completely removed from the single-crystal region,
 - shaping the discs (4, 4') into half cells (5, 5'), wherein the half cells (5, 5') comprise a joining face (6, 6'),
 - joining the half cells (5, 5') to a hollow body (8), wherein the joining faces (6, 6') abut one another and wherein the markings (3, 3') on the half cells (5, 5') are oriented relative to one another on both sides of the joining face (6, 6') as on both sides of the sectional faces (2, 2').
2. Method according to claim 1, wherein the half cells (5, 5') comprise a closing face (7, 7') which extends parallel to the joining faces (6, 6').
 3. Method according to either claim 1 or claim 2, wherein the substrate (1) comprises a superconductive material.
 4. Method according to any one of claims 1 to 3, wherein the substrate (1) comprises niobium.
 5. Method according to any one of claims 1 to 4, wherein the single-crystal region is cylindrical.
 6. Method according to any one of claims 1 to 5, wherein the markings (3, 3') are punched or stamped.
 7. Method according to any one of claims 1 to 6, wherein the discs (4, 4') are approximately 5 mm thick and comprise an extension in the plane of the sectional face (2, 2') of 200 mm.
 8. Method according to any one of claims 1 to 7, wherein the surface of the discs (4, 4') is increased after cutting.
 9. Method according to any one of claims 1 to 8, wherein shaping is achieved by pressing, cupping and optionally rolling.
 10. Method according to claim 9, wherein shaping comprises creating a hollow truncated cone using two parallel, open end faces.
 11. Method according to any one of claims 1 to 9, wherein shaping comprises creating a hollow cone.
 12. Method according to claim 11, wherein the largest diameter of the hollow cone is greater than or equal to the outer diameter of the half cells (5, 5').
 13. Method according to any one of claims 1 to 12, wherein the half cells (5, 5') are rotationally symmetrical.
 14. Method according to any one of claims 1 to 13, wherein joining is achieved by electron beam welding.
 15. Method according to any one of claims 1 to 14, wherein the joining faces (6, 6') and/or the closing faces (7, 7') are cleaned before joining.
 16. Method according to claim 15, wherein the joining faces (6, 6') and/or the closing faces (7, 7') are chemically pickled.
 17. Method according to any one of claims 1 to 16, wherein the hollow body (8) is thermally treated.
 18. Method according to claim 17, wherein the thermal treatment comprises heating over a period of time of from two to six hours at 400 °C to 500 °C and subsequently heating over a period of time of from one to three hours at 750 °C to 850 °C.
 19. Method according to claim 17, wherein thermal treatment comprises heating over a period of time of from two to six hours at 400 °C to 500 °C and subsequently heating over a period of time of from one to three hours at 750 °C to 800 °C.
 20. Method for producing a resonator (9), comprising the following steps:
 - producing a plurality of hollow bodies (8, 8', 8'') according to any one of claims 2 to 19,
 - joining the hollow body (8, 8', 8'') along the closing faces (7, 7', 7'', 7''', 7'''), wherein half cells (5, 5', 5'', 5''', 5''') of the originally adjacent discs are connected in the substrate (1), and wherein the markings adjacent to the closing faces (7, 7', 7'', 7''', 7''') are arranged relative to one another as on both sides of the sectional face (2, 2') between the discs (4, 4').
 21. Method according to claim 20, wherein the resonator (9) is cleaned.
 22. Method according to claim 21, wherein the resonator (9) is chemically pickled.

Revendications

1. Procédé de fabrication de corps creux résonateurs, comprenant les étapes suivantes :
 - préparer un substrat (1) avec une zone mono-

- cristalline,
 - définir une surface de coupe (2) à travers le substrat (1),
 - placer des repères (3, 3') des deux côtés de la surface de coupe (2),
 - réaliser deux disques (4, 4') par découpe le long de la surface de coupe (2), les disques (4, 4') étant prélevés entièrement de la zone monocristalline,
 - déformer les disques (4, 4') en demi-cellules (5, 5'), les demi-cellules (5, 5') présentant une surface d'assemblage (6, 6'),
 - assembler les demi-cellules (5, 5') en un corps creux (8), les surfaces d'assemblage (6, 6') s'appliquant l'une contre l'autre et les repères (3, 3') sur les demi-cellules (5, 5'), des deux côtés de la surface d'assemblage (6, 6'), étant orientés l'un vers l'autre de la même manière que sur les deux côtés des surfaces de coupe (2, 2').
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les demi-cellules (5, 5') présentent une surface de terminaison qui s'étend parallèlement aux surfaces d'assemblage (6, 6').
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, dans lequel le substrat (1) comporte un matériau supraconducteur.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le substrat (1) comporte du Niobium.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la zone monocristalline est cylindrique.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel les repères (3, 3') sont estampés ou gaufrés.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel les disques (4, 4') présentent une épaisseur d'environ 5 mm et s'étendent sur 200 mm dans le plan de la surface de coupe (2, 2').
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel la surface des disques (4, 4') est agrandie après la coupe.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel la déformation s'effectue par repoussage, emboutissage profond et le cas échéant par laminage.
10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel la déformation comprend la réalisation d'un tronc de cône creux avec deux surfaces de terminaison ouvertes parallèles.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, dans lequel la déformation comprend la réalisation d'un cône creux.
12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel le plus grand diamètre du cône creux est supérieur ou égal au diamètre extérieur des demi-cellules (5, 5').
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, dans lequel les demi-cellules (5, 5') présentent une symétrie de révolution.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, dans lequel l'assemblage s'effectue par soudage à faisceau d'électrons.
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, dans lequel les surfaces d'assemblage (6, 6') et/ou les surfaces de terminaison (7, 7') sont nettoyées avant l'assemblage.
16. Procédé selon la revendication 15, dans lequel les surfaces d'assemblage (6, 6') et/ou les surfaces de terminaison (7, 7') sont découpées chimiquement.
17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, dans lequel il est procédé à un traitement thermique du corps creux (8).
18. Procédé selon la revendication 17, dans lequel le traitement thermique consiste à chauffer pendant un intervalle de temps de deux à six heures à une température comprise entre 400°C et 500°C, puis à chauffer pendant un intervalle de temps de une à trois heures à une température comprise entre 750°C et 850°C.
19. Procédé selon la revendication 17, dans lequel le traitement thermique consiste à chauffer pendant un intervalle de temps de deux à six heures à une température comprise entre 400°C et 500°C, puis à chauffer pendant un intervalle de temps de une à trois heures à une température comprise entre 700°C et 800°C.
20. Procédé de fabrication d'un résonateur (9), comprenant les étapes suivantes:
 - fabriquer un grand nombre de corps creux (8, 8', 8'') selon l'une quelconque des revendications 2 à 19,
 - assembler les corps creux (8, 8', 8'') le long des surfaces de terminaison (7, 7', 7'', 7''', 7'''), des demi-cellules (5', 5'', 5''', 5''') de disques initialement voisins dans le substrat (1) sont reliées, et les repères, voisins aux surfaces de terminaison (7, 7', 7'', 7''', 7''') sont associés les uns aux autres comme sur les deux côtés

de la surface de coupe (2, 2') entre les disques
(4, 4').

21. Procédé selon la revendication 20, dans lequel le
résonateur (9) est nettoyé.

5

22. Procédé selon la revendication 21, dans lequel le
résonateur (9) est décapé chimiquement.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

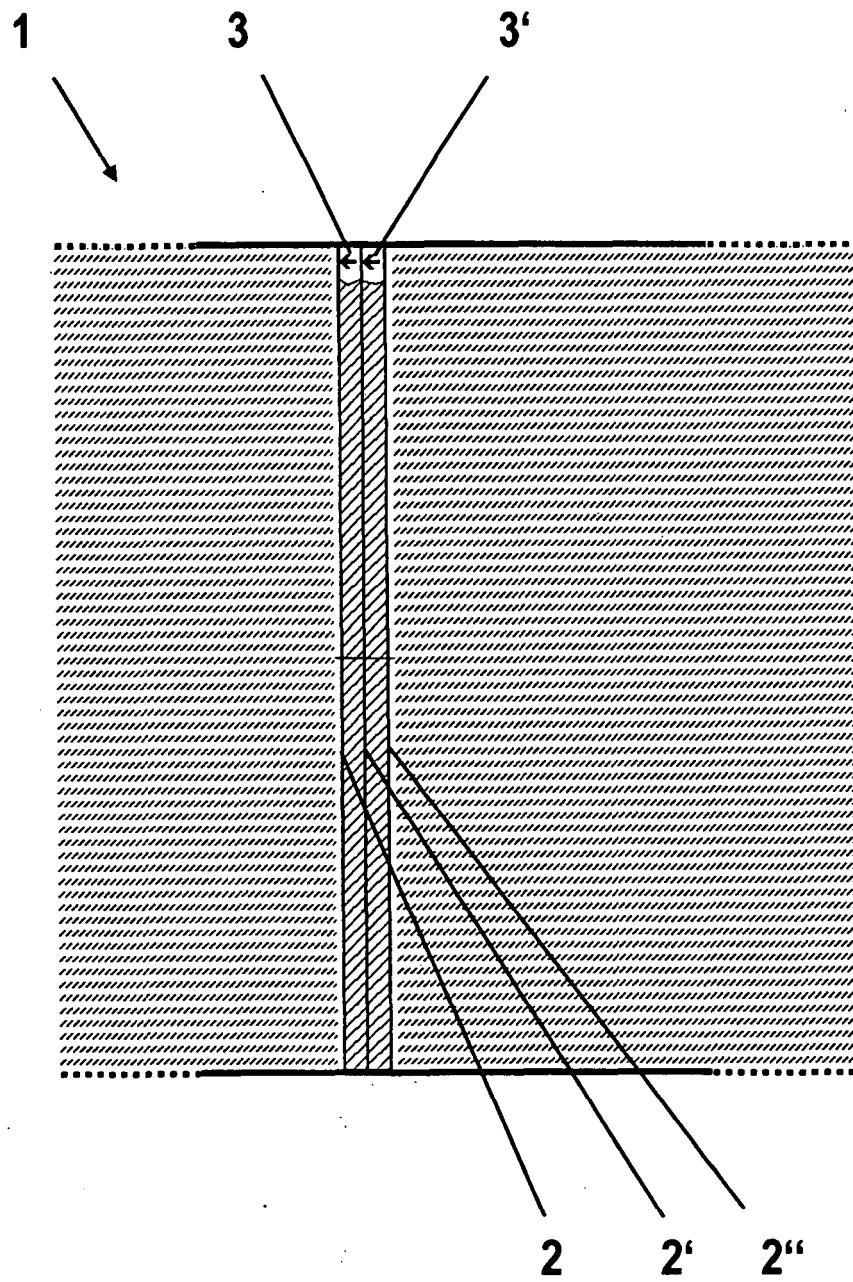


Fig. 1

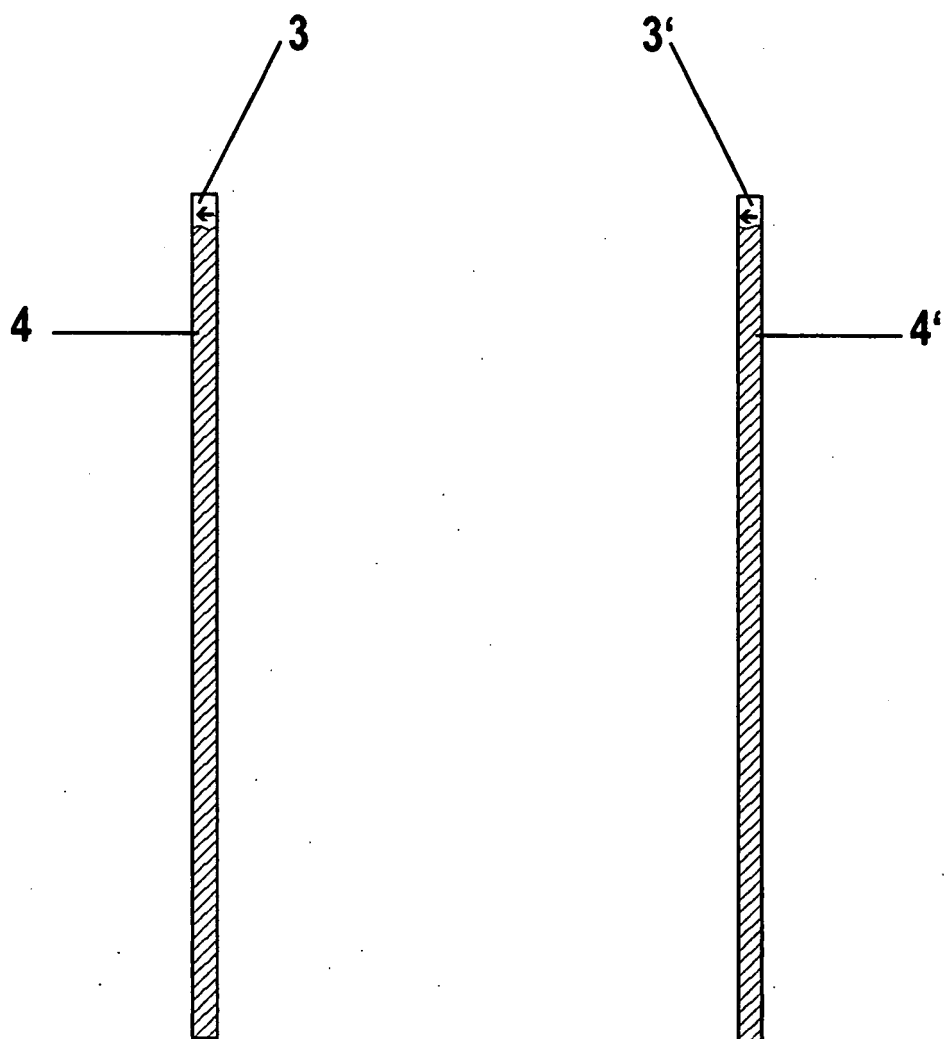


Fig. 2

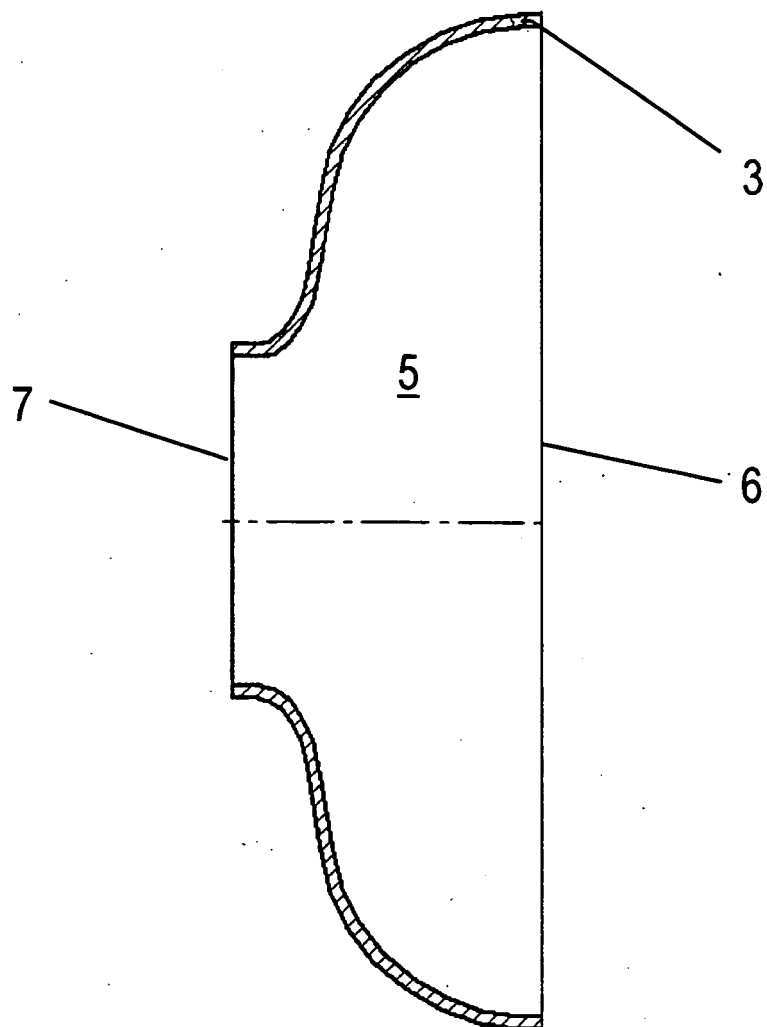
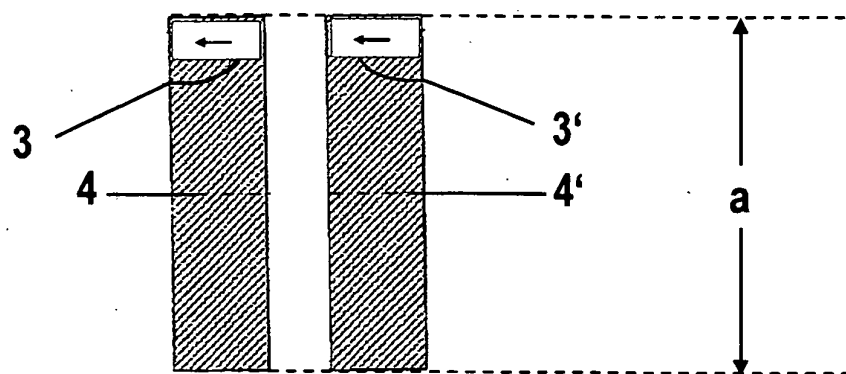
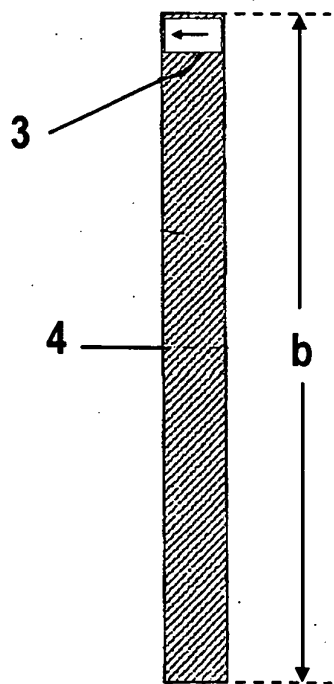


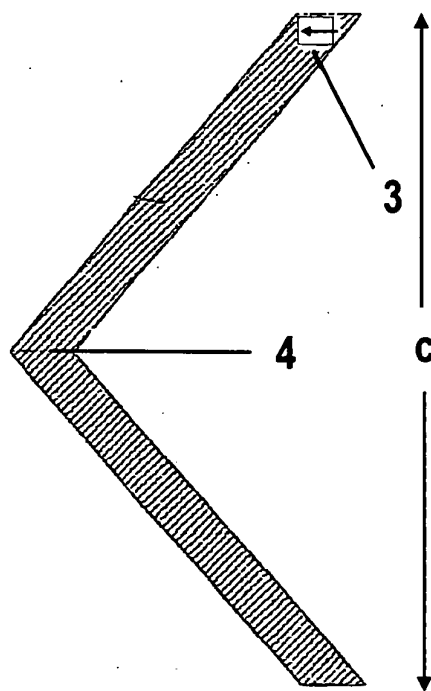
Fig. 3



A



B



C

Fig. 4

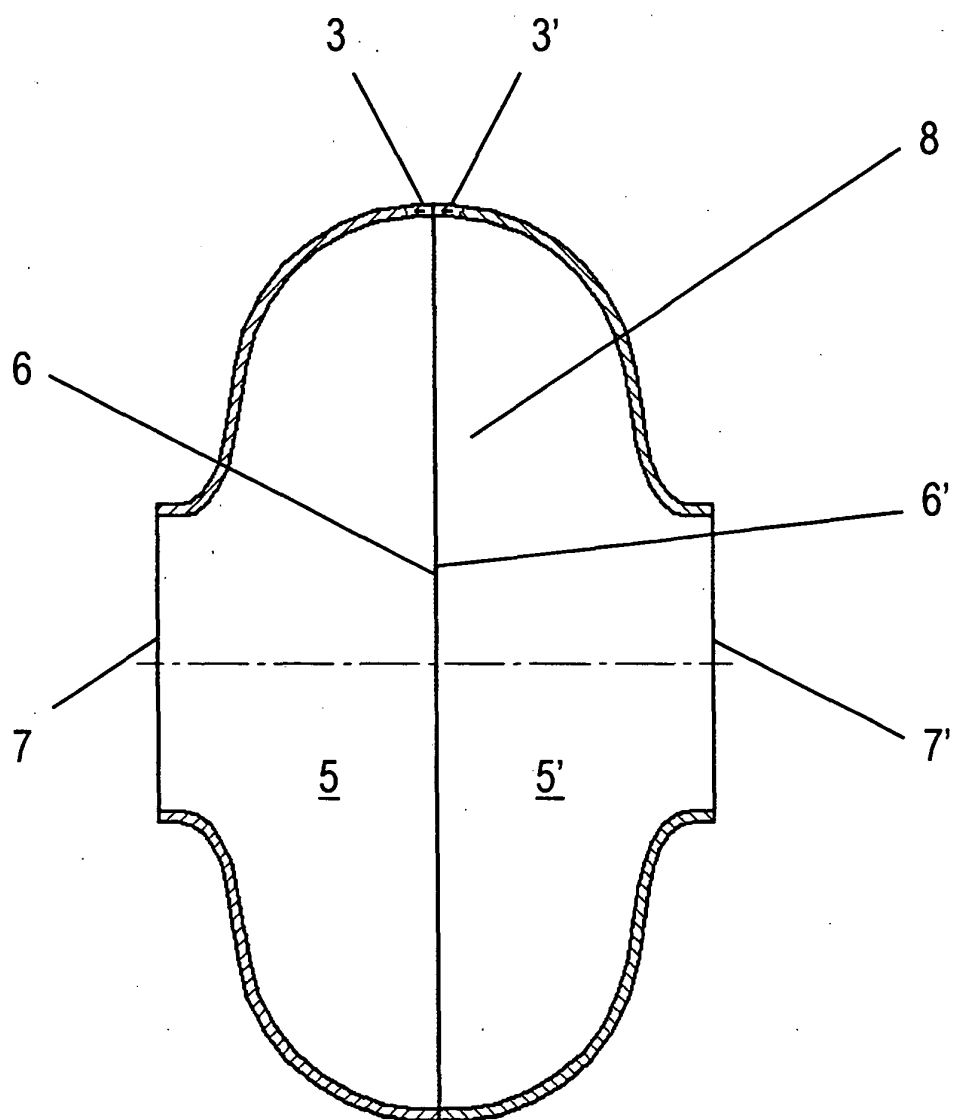


Fig. 5

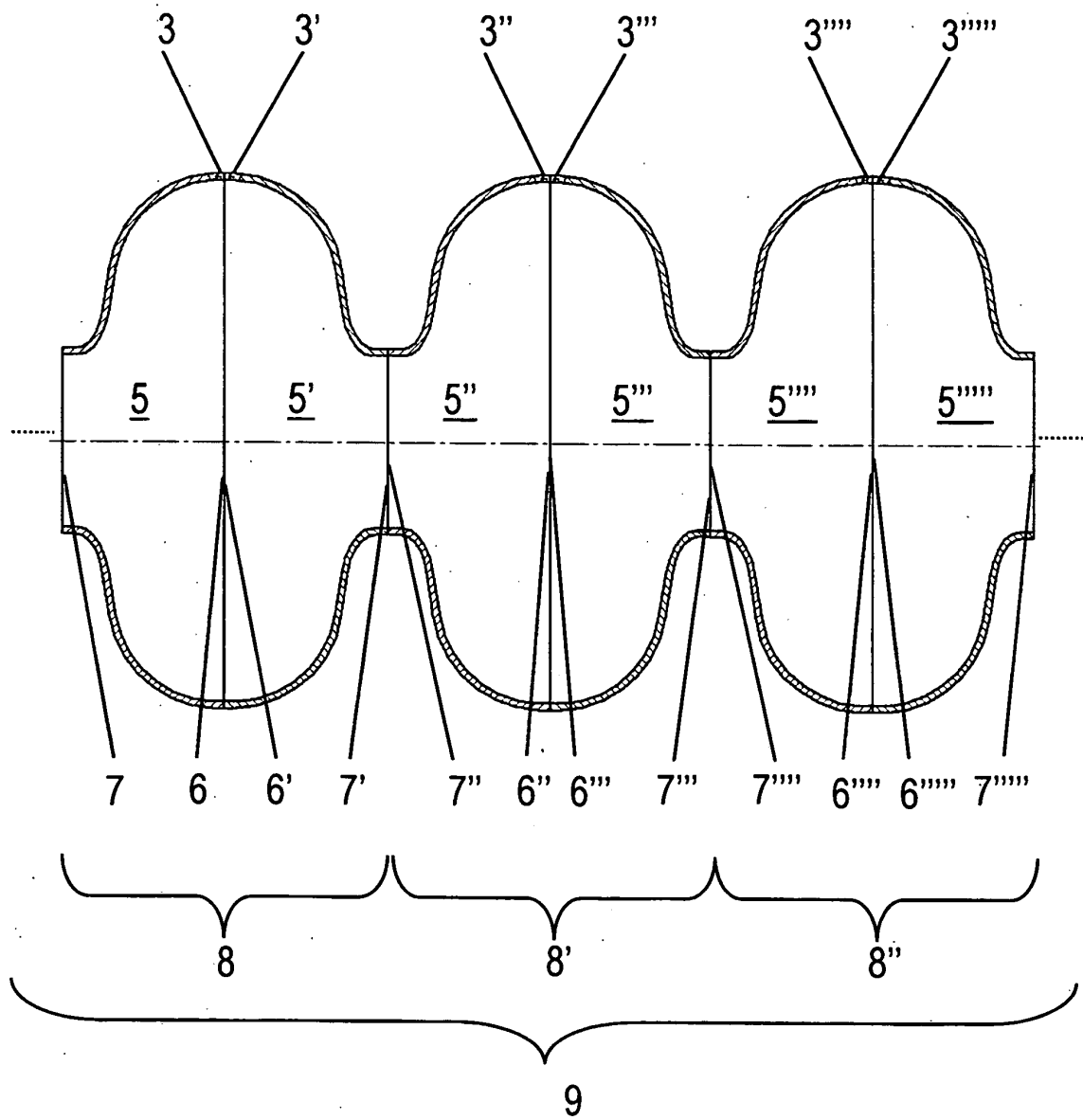


Fig. 6

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 3722745 A1 [0004]
- US 5500995 A [0005]
- EP 0483964 A2 [0006]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- P. KNEISEL ; G. R. MYENI ; G. CIOVATI ; J. SEKUTOWICZ ; T. CARNEIRO. Preliminary Results From Single Crystals and Very Large Crystal Niobium Cavities. *Proceedings of 2005 Particle Accelerator Conference*, 2005 [0010]