

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3794591号
(P3794591)

(45) 発行日 平成18年7月5日(2006.7.5)

(24) 登録日 平成18年4月21日(2006.4.21)

(51) Int. Cl.	F I	
HO 1 F 6/06 (2006.01)	HO 1 F 5/08	B
CO 1 G 1/00 (2006.01)	CO 1 G 1/00	S
C 3 OB 29/22 (2006.01)	C 3 OB 29/22	5 O 1 N
HO 1 B 12/04 (2006.01)	HO 1 B 12/04	
HO 1 F 6/00 (2006.01)	HO 1 F 7/22	Z A A C

請求項の数 5 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願平6-58283	(73) 特許権者	000006655
(22) 出願日	平成6年3月4日(1994.3.4)		新日本製鐵株式会社
(65) 公開番号	特開平7-245211		東京都千代田区大手町2丁目6番3号
(43) 公開日	平成7年9月19日(1995.9.19)	(74) 代理人	100094972
審査請求日	平成12年7月7日(2000.7.7)		弁理士 萩原 康弘
審判番号	不服2003-17592(P2003-17592/J1)	(72) 発明者	森田 充
審判請求日	平成15年9月11日(2003.9.11)		神奈川県川崎市中原区井田1618番地
		(72) 発明者	澤村 充
			神奈川県川崎市中原区井田1618番地
			新日本製鐵株式会社 先端技術研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超伝導マグネットの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

RE(REはYを含む希土類元素およびそれらの組み合わせ)、Ba、Cuの酸化物を含む前駆体から成形体を作製し、成形体を渦巻状のコイル形状に加工した後、支持材上に、該コイル状前駆体のRE組成のTf(REBa₂Cu₃O_{7-x}相の生成温度)より高いTfのRE組成の前駆体、該コイル状前駆体のRE組成のTfより低いTfのRE組成の前駆体、該コイル状前駆体の順に積み重ね、さらに、該コイル状前駆体のRE組成のTf以上のRE組成の前駆体を該コイル状前駆体を覆うように配置し、これらをRE₂BaCuO₅相と液相からなる半熔融状態に加熱し、次に種結晶により結晶方位を制御し、酸化性雰囲気中で徐冷して単結晶状のREBa₂Cu₃O_{7-x}相中にRE₂BaCuO₅が微細分散した組織を有するコイル状成形体の超伝導材料としてから、該コイル状成形体をスライス加工することを特徴とする超伝導マグネットの製造方法。

10

【請求項2】

前記スライス加工時に、コイル形状の間隙を樹脂により補強することを特徴とする請求項1に記載の超伝導マグネットの製造方法。

【請求項3】

請求項1又は2に記載の方法により作製された渦巻状のコイルを渦巻の方向(右巻きまたは左巻き)が交互になるように積層し、各コイルを電氣的に接続することを特徴とする超伝導マグネットの製造方法。

【請求項4】

積層されたコイル全体が超伝導体になるように、コイル導体のTfより低いTfを有する超

20

伝導相である $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 相によりそれぞれの渦巻状のコイルの端部間を接続することを特徴とする請求項3に記載の超伝導マグネットの製造方法。

【請求項5】

請求項1ないし4のいずれかに記載の方法によって形成されたコイルの始端と終端とを単結晶状の $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 相中に $\text{RE}_2\text{BaCuO}_5$ が微細分散した組織を有する超伝導材料により接続することを特徴とする超伝導マグネットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は実質的に $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ($0 < x < 0.3$) (REはY、La、Nd、Sm、Eu、Gd、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luのいずれかの元素またはこれらの組み合わせ)と $\text{RE}_2\text{BaCuO}_5$ とからなる酸化物超伝導材料を用いた超伝導マグネットの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

現在超伝導マグネットとして実用化になっているのは、Nb-Ti系の超伝導線材をコイルに巻いたものが中心である。他には Nb_3Sn や V_3Ga 系の超伝導材料が線材化され、コイル化することによって高磁界用超伝導マグネットとして用いられている。これらの金属系超伝導マグネットは臨界温度が低いため液体ヘリウム等により極低温に冷却する必要がある。超伝導マグネットは磁場発生装置として優れた特性を持ちながら、この極低温での冷却の必要性から幅広く普及されるに到っていない。

【0003】

一方、酸化物高温超伝導体の発見以後、安価で取扱いが容易な液体窒素により冷却し使用できる77K以上の臨界温度を有する酸化物超伝導物質を用いたマグネットの研究開発が盛んに行われている。現在主流となっているのは、Bi系材料をAgのシース中に詰め、これをテープ状に加工することによって、配向した超伝導材料を含む銀シーステープ材を作製し、コイルに巻く方法である。しかしながら、このようなテープ材は77Kにおいて十分な臨界電流密度(J_c)が得られておらず、実用には至っていない。

【0004】

このような、酸化物超伝導体を線材化した後、コイル化する一般的なマグネット作製方法に対し、酸化物超伝導体の短所である脆さにもなう難加工性を考慮して、塑性変形加工せずに、熱処理によってコイル形状の焼結体を作製しマグネットとして用いることも検討されている(特開昭63-261808号公報)。しかしながら、焼結体(特にY系)は基本的に多くの粒界を含み、これが超伝導の弱結合となり高い臨界電流密度を得ることはできない。そのため、焼結体によるマグネットでは、超伝導状態を維持しながら高磁場を発生することは困難な状況にある(特開昭63-261808号公報)。

【0005】

現在のところ、77Kにおいて高磁場中においても高い J_c を有するマグネットの材料として使用可能なバルク材料は、単結晶状の $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 中に $\text{RE}_2\text{BaCuO}_5$ が微細分散した材料(いわゆるQMG材料)のみである。QMG材料は現在Pt添加法やSeedingにより大型の単結晶材料の製造が可能になってきている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

QMG材料を用いたマグネットは実開平4-15811号においてはじめて考案された。これは円筒形のQMG超伝導体に切れ込み加工することによりソレノイド状のコイルを形成するものである。マグネットの発生する磁界は、通電電流とコイル定数の積で与えられる。コイル定数は巻き数や巻き方によって変化し、臨界密度以下で使用する時は、巻き数等を大きくしコイル定数を大きくすることによって、低い通電電流で大きな磁界が得られることになる。実開平4-15811号公報中の図からもわかるように、このようなソレノイド状のマグネットは、形状付与の観点から、線径を小さくし巻き数を増加させてコイル定数を大きくすることは難しい。そこで円筒に切れ込み加工したソレノイド型コイルではなく、QMG材を

10

20

30

40

50

用いたコイル定数の大きい新しいタイプのマグネットの製造法の開発が課題となっていた。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は前記課題を解決するものであって、RE(REはYを含む希土類元素およびそれらの組み合わせ)、Ba、Cuの酸化物を含む前駆体から成形体を作製し、成形体を渦巻状のコイル形状に加工した後、支持材上に、該コイル状前駆体のRE組成のTf(REBa₂Cu₃O_{7-x}相の生成温度)より高いTfのRE組成の前駆体、該コイル状前駆体のRE組成のTfより低いTfのRE組成の前駆体、該コイル状前駆体の順に積み重ね、さらに、該コイル状前駆体のRE組成のTf以上のRE組成の前駆体を該コイル状前駆体を覆うように配置し、これらをRE₂BaCuO₅相と液相からなる半溶融状態に加熱し、次に種結晶により結晶方位を制御し、酸化性雰囲気中で徐冷して単結晶状のREBa₂Cu₃O_{7-x}相中にRE₂BaCuO₅が微細分散した組織を有するコイル状成形体の超伝導材料としてから、該コイル状成形体をスライス加工することを特徴とする超伝導マグネットの製造方法である。また、ここにおいてスライス加工時に、コイル形状の間隙を樹脂により補強することも特徴とする。

10

【0008】

また上記の方法により作製された渦巻状のコイルを渦巻の方向(右巻きまたは左巻き)が交互になるように積層し、各コイルを電氣的に接続することを特徴とする超伝導マグネットの製造方法である。ここにおいて積層されたコイル全体が超伝導体になるように、コイル導体のTfより低いTfを有する超伝導相であるREBa₂Cu₃O_{7-x}相によりそれぞれの渦巻状のコイルの端部間を接続することも特徴とする。また前記のいずれかの方法によって形成されたコイルの始端と終端とを単結晶状のREBa₂Cu₃O_{7-x}相中にRE₂BaCuO₅が微細分散した組織を有する超伝導材料により接続することを特徴とする超伝導マグネットの製造方法である。

20

【0009】

【作用】

本発明の超伝導用マグネットに使用する材料は単結晶状のREBa₂Cu₃O_{7-x}相中にRE₂BaCuO₅が微細分散した組織を有するものである。ここで単結晶状というのは完璧な単結晶でなく小傾角粒界など実用に差支えない欠陥を有するものも包含するという意味である。REBa₂Cu₃O_{7-x}相(123相)およびRE₂BaCuO₅相(211相)におけるREはY、La、Nd、Sm、Eu、Gd、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luからなる希土類元素およびそれらの組み合わせで、LaとNdを含む123相は1:2:3の化学量論組成からはずれ、REのサイトにBaが一部置換した状態になることもある。また211相においてもLa、NdはY、Sm、Eu、Gd、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luとは幾分異なり、金属元素の比が非化学量論的組成であったり結晶構造が異なっていることが知られている。

30

【0010】

また123相は211相とBaとCuとの複合酸化物からなる液相との包晶反応、
211相+液相(BaとCuの複合酸化物) 123相
によりできる。そしてこの包晶反応により123相ができる温度(Tf:123相生成温度)はほぼRE元素のイオン半径に関連し、イオン半径の減少に伴いTfも低くなる。

40

【0011】

単結晶状の123相中に211相が微細分散したQMG材料は123相が結晶成長する際、未反応の211粒が123相中に取り残されるためにできる。すなわち、QMG材料は、
211相+液相(BaとCuの複合酸化物) 123相+211相
で示される反応によりできる。

【0012】

QMG材料中の211相の微細分散は、Jc向上の観点から極めて重要である。PtまたはRhの少なくとも一方を微量添加することで、半溶融状態(211相と液相からなる状態)での211相の粒成長を抑制し、結果的にQMG材料中の211相を微細化する。添加量は微細化効果が現れる量および材料コストの観点からPtで0.2~2.0wt%、Rhで0.01~0.5wt%が望ましい。添加さ

50

れたPtまたはRhは123相中に一部固溶する。また固溶できなかった元素はBaやCuとの複合酸化物を形成し材料中に点在することになる。

【0013】

本発明の製造方法で得られる超電導マグネットはある平面内に多数渦巻状(蚊取線香状)に巻いた形状にQMG材を加工し、細線化を図りコイル定数の大きなマグネットを作製する。またはさらに渦巻状QMG材を積層することによって、ソレノイド型のコイルでは困難であったコイル定数(または巻き数)の大きいマグネットを作製することができる。

【0014】

具体的には、まずコイルを構成する超伝導体は磁場中においても高い臨界電流密度(J_c)を有する必要がある。この条件を満たすには、超伝導的に弱結合となる大傾角粒界を含まない単結晶状の123相である必要がある。さらに高い J_c 特性を有するためには磁束の動きを止めるためのピンニングセンターが必要となる。このピンニングセンターとして機能するものが微細分散した211相であり、より細かく多数分散していることが望ましい。先に述べたようにPtやRhはこの211相の微細化を促進する働きがある。また211相は劈開しやすい123相中に微細分散することによって、超伝導体を機械的に強化しバルク材料として成り立たす重要な働きをもしている。

【0015】

このような超伝導体(QMG材料)を図1に(a)平面図、(b)側面図を示したように渦巻加工したコイル1にすることによってコイル定数の大きいマグネットが比較的容易にできる。図1では比較的コイル内径が小さい物を一例として示したが、内径の比較的大きな渦巻形状の物についても全く同様に考えることができる。内径が比較的大きな物はコイルの巻き数が減少し発生磁場が減少するが、その一方でより均一で広い磁場空間が得られる利点がある。また、コイルの発生磁界が約20kガウス以下の場合、ボアに鉄芯を入れることにより特性が改善されることは、銅コイルと鉄芯からなる電磁石の例からも明らかである。また、図1にはほぼ同心円状のコイル形状を示したが、楕円状や四角や六角等の形状の物についても全く同様に考えられることは明らかである。

【0016】

QMG材料中には大傾角粒界はないが数度の小傾角粒界を伴う結晶方位の揺らぎがある。この揺らぎは結晶の成長方向に依存し、a軸方向に成長した部分は比較的大きな揺らぎの分布を有し、数ミリ角の領域で約 ± 6 度、比較的広い領域について調べたものは36度程度との報告がある(Proceedings of 5th U.S.-Japan workshop on high Tc superconductor およびAdvances in Superconductivity II, Springer-Verlag Tokyo 1990)。ここで述べる単結晶状の123相はこのような小傾角粒界を伴っている。

【0017】

次に123相の結晶構造は2次元的であり、a-b面で劈開しやすい性質を持っている。したがってa-b面でクラックが発生し易く、現在このようなクラックを完全に無くすことはできていない。このクラックが超伝導電流の流れに悪影響を与えないようにするためには、クラックと電流が平行、すなわち図2のように結晶のc軸が電流と絶えず垂直になっていることが理想である。しかしながらコイル導体中には、c軸の方位に40度程度の揺らぎがあるため、ある平面内に渦巻状にコイルを巻いたときのその平面の法線Nに対し図2に示すようにc軸の方向3は ± 20 度以内であることが望まれる。

【0018】

また、コイルに通電し励磁した場合コイルの内側の導体は、外側の導体に対してより大きな磁界に曝されることになる。また J_c は磁場の増加に伴い減少するのが一般的である。したがって、同じ断面積を有するコイルに通電した場合、内側の導体が先に臨界状態に達し、超伝導が壊れコイル自身を損傷することになる。したがって、 J_c の磁場特性に合わせ、より内側の導体の断面積がより太くなっていることが望ましい。

【0019】

またさらに、磁場を発生している超伝導体は電磁相互作用により内側から外側へ向かう力(ローレンツ力)を受ける。この力が導体の強度を超えた場合、導体を破壊する。そこ

10

20

30

40

50

でコイルの破壊を防ぐためには、導体同士を機械的に結合し補強することが必要である。そのためには、隣合う導体の隙間を非超伝導物質により埋め、導体同士を固定することが有効である。このとき導体を結合する非超伝導物質は、導体と近い熱膨張係数を有することが望ましい。熱硬化性の樹脂などはこの一例といえる。

【0020】

続いて、上記渦巻状コイルを積層して端部間と接続し、それぞれの渦巻状コイルが発生する磁場が互いに強め合うように通電することによって、より強い磁場を発生するマグネットができる。同数の渦巻状コイルを積層するさい、各渦巻状コイルの隙間を小さくするべく互いに近づけた方がより高い最高発生磁場が得られる。このためには図3のように渦巻の方向が同じになるよう積層し電流2を内側から外側(または外側から内側)になるように揃え、コイル1間を導体4で接続する方法が考えられる。しかし、図4に(a)積層前、(b)積層後を示したように渦巻コイル1の渦の方向(右巻きまたは左巻き)を交互に逆にして積層し、かつコイル1の内と外の端を交互に接続することによって図3では必要であったコイルをつなぐ導体が不要となり、その厚さの分コイルを密に積層できる。図4(a)において5が接続部分である。

10

【0021】

積層された渦巻コイルの中央部に位置するコイルは、端に位置するコイルに比べ高い磁場に曝されることになる。したがって、同じ断面積を有する積層コイルに通電した場合、中央部のコイルが先に臨界状態に達し、超伝導が壊れコイル自身を損傷することになる。したがって、 J_c の磁場特性に合わせ、より中央部のコイルの断面積がより太くなっていることが理想的である。そのためには中央部分の渦巻コイルの層の厚さが端部の渦巻コイルの層の厚さより厚くなっていることが望ましい。

20

【0022】

積層を行った場合、上記のように各渦巻コイルの端部間を接続する必要があるが、QMG材を冷却し通電した状態において、この接続部での発熱を零または極力小さくすることが望ましい。発熱が大きい場合、消費電力や冷媒の消耗が大きくなるだけでなく熱が超伝導導体の超伝導特性を低下させ、さらにはクエンチを引き起こし導体自身を焼損させてしまう。このような要請から接続には、接触抵抗の低い電極を形成し、電気伝導度の大きい金属により接続する必要がある。

【0023】

接続部の発熱を完全に零にするには、接続部の電流の経路がすべて超伝導体である必要がある。さらに始端と終端とを単結晶状のQMG材料により接続することによってマグネット全体を単結晶になるようにし、この超伝導体からなる閉回路に電流導入端子および超伝導スイッチを取り付けることによって永久電流モードで動作するマグネットができる。

30

【0024】

本発明の超伝導マグネットの製造方法であるが、コイル形状を得るには、前駆体をコイル形状に加工した後結晶化させる方法(FG法)がある。

【0025】

FG法の例を示すと、まずRE、Ba、Cuの酸化物を211相:123相が所定の比になるように混合する。このときPt、Rhを添加すると最終組織の211が微細化する。この混合粉末を金型等により加工成形し前駆体を作製する。この前駆体は圧粉体であるため結晶化したQMG材とは異なりドリルや鋸を用い加工が容易にできる。例えば図5のように、切れ込み7を入れて円柱状の前駆体6を糸鋸によりコイル状に加工することができる。このとき図6の(a)全体図、(b)一部を拡大した平面図に示したように一部切り残した部分8をつくることで半溶融時の変形を少なくすることができる。

40

【0026】

加工された前駆体6は図7のように他のRE組成を有する前駆体9、10、11と重ねられ炉内に配置される。このとき、コイルの隙間に雰囲気が入り出ることができるようになっていることから、種結晶から成長する結晶が外側のコイルにまで最短距離で届くように、コイル状

50

前駆体6の上部を覆っていることが望ましい。また前駆体9は結晶成長の観点から、コイル状前駆体6のRE組成のTf以上のRE組成からなっていることが望ましい。

【0027】

また前駆体10はコイル状前駆体6のRE組成のTfより低いTfのRE組成であり、前駆体11はコイル状前駆体6のRE組成のTfより高いTfのRE組成であることが望ましい。半熔融状態で長時間に保持するためには支持材20との反応を最小限にしかつ種結晶以外からの結晶成長を抑制する必要がある。冷却過程において前駆体11はTfが高いため比較的すばやく結晶化し支持材20との反応を防止する。前駆体10はTfが低いため前駆体11からの結晶成長を防止する。

【0028】

Seedingは前駆体6のTf以上、種結晶のTf以下で行われる。このとき種結晶はより大きい方が効率的であり望ましい。前駆体9はコイル状前駆体6と同じRE組成であっても良い。種結晶から成長したQMG結晶は前駆体9を結晶化しさらにコイル状前駆体6を結晶化し、コイル状のQMG結晶ができる。

【0029】

コイル状結晶は室温まで冷却された後、ダイヤモンドブレード等により所定の厚さにスライスされる。このとき図6に示したような切り残した部分があるものはスライスするさい機械的ダメージが少ない。切り残した部分を設けない場合、樹脂等により導体間を補強した後スライス加工することが望ましい。

【0030】

FG法の利点はコイル加工が成形体(圧粉体)に対して行われるため、高価な加工装置を必要とせず、安価な工具により容易に作製されることにある。また、結晶成長後にコイル形状(パネ形状)を有しているために、機械的歪を緩和し、ひび割れが入りにくいことなどがある。

【0031】

上記のようにFG法により作製された渦巻状導体に通電するには、電極を設ける必要がある。電極の接触抵抗はより小さいことが望ましい。電極作製の一例をあげると、所定の位置にAgペーストを塗布した後700 から超伝導体の分解温度以下の温度域に昇温した後降温する。この降温の際に、酸素富化処理をかね酸化性雰囲気(望ましくは純酸素中)で徐冷することは、プロセスの効率上望ましい。このようにして電極を有する渦巻状のQMG超伝導コイルができる。

【0032】

このような渦巻状コイルは取扱いにおける外力やローレンツ力に耐えるため機械的に補強する必要がある。補強には隣合う導体間を結合させることが有効である。補強の一例としては熱硬化樹脂など、硬化時の体積変化の少ない接着剤や熱膨張率がQMG材に近いものが望ましい。また積層されたマグネットに関しても上記の理由から各層間を固定(補強)することが望ましい。

【0033】

また、各層を超伝導体で接続するには、各層の結晶方位を合わせる必要がある。結晶方位がほぼ合った状態で互いの接続位置を決定する。コイル接続部分12を図8(a)のように加工し、くぼみ14の部分に超伝導体のTf(Tfc)より低いTf(Tfz)のRE組成の前駆体13を図8(a)のように配置する。これを前駆体13が半熔融状態になりかつコイルが分解しない温度 $T(Tc > T > Tfz)$ にまで加熱する。その後Tfz近傍で徐冷することによって互いに向き合う各層から図8(b)およびこれの部分拡大図(c)のように前駆体13は123相の結晶16が成長し(図では中心部分に結晶成長の残り部分がある)超伝導体15となり、これにより接続された多層コイルができる。

【0034】

またさらに1または複数の渦巻状コイルによって形成されたコイルの始端と終端とを結ぶ超伝導体を上記と同様に、導体中のくぼみに前駆体13を配置し熱処理することで、各層の接続およびコイルの始端と終端が超伝導体で接続された、超伝導の閉ループを有するマ

10

20

30

40

50

グネットができる。

【0035】

【実施例】

実施例1

市販されている純度99.9%の各試薬 Y_2O_3 、 BaO_2 、 CuO をY:Ba:Cuの金属元素のモル比が25:35:49(すなわち最終組織の123相:211相のモル比が75:25)になるように混合した。さらにRhを0.2重量%添加した。混合粉は一旦830℃で8時間仮焼され、さらに粉碎された。仮焼粉碎粉は内径85mmの円筒状金型により厚さ約25mmの円盤状に成形された。また上記Y系成形体と同様の方法により厚さ4mmのSm系とDyおよびYb系円盤状成形体を作製した。さらにY系成形体については、等方静水圧プレスにより圧縮加工された。このY系前駆体は図6のよう

10

【0036】

これらの前駆体は図7に示すように Al_2O_3 の支持材20の上にSm系、Yb系、Y系、Dy系の順番で下から重ね炉内に配置した。このとき、雰囲気がコイルの内部全体に行き渡るようにYb系前駆体に切れ込みを設けた。これらの前駆体は大気中において1160℃まで8時間で昇温、40分保持された後、1040℃まで1時間で降温し1時間保持した。その間予め作製しておいたNd系の種結晶(QMG結晶)を用いてSeedingを行った。種結晶の方位はc軸が円盤状の前駆体の法線になるように、劈開面を前駆体の上にのせた。その後1015~975℃まで150時間

20

【0037】

この結晶をダイヤモンドブレードを用い切断(スライス)することによって厚さ約4mmの渦巻コイル状のQMG材を得た。さらにコイルの両端に図10のようにAgペースト18を塗布し880℃に加熱した。880℃で10分保持した後、続いて酸素を炉内に流し650℃から350℃まで50時間かけて冷却し酸素富化処理を行った。室温に冷却した後、エポキシ樹脂17を用いて図10のように補強した。

【0038】

このようにして、線の断面積が約3.5mm(幅)×4.0mm(厚さ)の8回巻きのコイルを作製した。そして、このコイルのAg電極に超音波半田を用い銅製の電流端子を接続した。これを液体窒素温度(約77K)に冷却し500Aの電流を流したところ、中心部で約0.90kガウスの磁場を発生することに成功した。

30

【0039】

実施例2

実施例1のY系前駆体のRE組成、前駆体9(図7参照)のRE組成、添加条件、徐冷条件およびコイルの厚さを表1のように変えて同様に実験を行った。この表に示したように各RE組成の超伝導マグネットはクエンチすることなくY系とほぼ同等の磁場を発生した。

【0040】

【表1】

40

RE 組成	添加条件	前駆体 9 の RE 組成*	徐冷条件	コイルの厚さ (mm)	500A 通電時の発生磁界(kG)
Dy	Pt0.4wt%	Dy	1015~975℃ 0.2℃/hr	3	0.91
Ho	Pt0.4wt%	Y	1000~965℃ 0.3℃/hr	3	0.93
Er	Rh0.1wt%	Ho	980~945℃ 0.25℃/hr	3.5	0.89
Dy(50)·Ho(50)	Pt0.4wt%	Dy	1015~975℃ 0.4℃/hr	3.5	0.91
Ho(20)·Y(80)	Rh0.2wt%	Y	1005~970℃ 0.15℃/hr	4	0.90

* 図 7 参照

【0041】

実施例 3

実施例 1 で作製した Y 系渦巻状コイルを図 11 の (a) 積層前、(b) 積層後の斜視図に示すように 4 枚積層した。この時 1 層目と 3 層目のコイル 1A、1C は上から見て時計回りに電流が流れたときに中心から外へ流れる向きになっており、また 2 層目と 4 層目のコイル 1B、1D は外から中心に向かうように積層した。そして 1 層目のコイル 1A 中心部の電極と 2 層目のコイル 1B の中心部の電極 21A とを低融点の半田 (商品名: セラソルザー) を用い超音波半田ごてにより接続した。また同様に 2 層目のコイル 1C の外側の電極と 3 層目のコイル 1D の外側の電極 21B とを、3 層目の内側の電極と 4 層目の内側の電極とをそれぞれ接続した。そして 1 層目と 4 層目の外側の電極を直流電源の電流リードに接続した。さらに層間をエポキシ樹脂により固定した。

【0042】

この 4 層マグネットを液体窒素中に浸し、マグネットが 77K まで十分冷却された後、500A 通電した。層間の電極部で幾分窒素の沸騰が大きくなったものの、マグネットは軸上で図 12 のグラフのような磁界分布を発生した。

【0043】

実施例 4

実施例 3 で作製した 4 層マグネットを 10k ガウスの外部磁場中に配置し、液体窒素を投入し 77K に冷却した。そして外部磁場と同じ方向に磁場が発生するように通電した。このとき 245A 通電した時に超伝導体の一部が焼損した。焼損した部分は第 2 層目の中間から 2 巻目であり、超伝導相 (123 相) は熱により完全に分解していた。

【0044】

そこで渦巻の形状を図 13 のように線の幅を中心部 5mm、中間部 4.5mm、外周部 4mm とし、他の条件を実施例 1 と同様にして渦巻状コイルを作製した。このときコイルの厚さを 4mm と 3.5mm の 2 種類にした。そして 1 層目と 4 層目を厚さ 3.5mm にし、2 層目と 3 層目を厚さ 4mm のものを用いた。実施例 5 と同様に 4 つの層を接続し、補強した。

【0045】

この 4 層マグネットを 10k ガウスの外部磁場中に配置し、液体窒素を投入し 77K に冷却した。そして外部磁場と同じ方向に磁場が発生するように通電した。このとき 400A 通電することができ中心部において外部磁場と合わせて 13.8k ガウスを記録した。このことから、中心部でより大きい断面積を有するマグネットが断面積がすべて同じものに比べ優れていることがわかった。

【0046】

実施例 5

Agペーストによる電極作製工程およびエポキシ樹脂による補強工程を省いた他は実施例1と同じ方法で作製したY系渦巻状コイルを厚さ0.2mmのPt製のスペーサーを配し先の図11(b)に示したものと同様に4枚積層した。この時1層目と3層目のコイル1A、1Cは上から見て時計回りに電流2が流れたときに中心から外へ流れる向きになっており、また2層目と4層目のコイル1B、1Dから外から中心に向かうように積層した。そして1層目の中心部の端と2層目の中心部の端とを図14のように加工し、Yb系前駆体13を配置した。また同様に2層目の外側の端と3層目の外側の端の間、3層目の内側の端と4層目の内側の端の間においても同様の加工およびYb系前駆体の配置を行った。またAgペーストを1および4層目の外側の端に塗布した。

【0047】

10

このように積層されたコイルおよび前駆体は炉内に配置され、大気中で960 まで8時間で昇温された。この温度で5分保持された後、930 まで2時間で冷却、さらに870 まで120時間かけて冷却した。さらに酸素気流中で700 から350 まで60時間かけて冷却した後、室温まで冷却した。炉内から慎重に取り出した後、補強のためにエポキシ樹脂を導体間および層間の一部に充填し硬化させた。十分硬化させた後、スペーサーのPt板を抜き取った。また1層目と4層目の外側のAg電極に直流電源の電流リードを低融点半田を用いて接続した。

【0048】

この4層マグネットを液体窒素中に浸し、マグネットが77Kまで十分冷却された後、500A通電した。層間の接続部で窒素の沸騰にはほとんど変化がなかった。マグネットは、軸上

20

【0049】

実施例6

Agペーストによる電極作製工程およびエポキシ樹脂による補強工程を省いた他は実施例1と同じ方法で作製したY系渦巻状コイルおよび板状のY系QMG材料を図16のように厚さ0.2mmのPt製のスペーサーを層間に配し4枚積層した。この時1層目と3層目のコイル1A、1Bは上から見て時計回りに電流が流れたとき中心から外へ流れる向きになっており、また2層目と4層目のコイル1B、1Dは外から中心に向かうように積層した。そして1層目の中心部の端と2層目の中心部の端とを先の図14と同様に加工し、Yb系前駆体を配置した。また同様に2層目の外側の端と3層目の外側の端の間、3層目の内側の端と4層目の内側の端の間におい

30

【0050】

また図16および図17に示したように1および4層目の外側の端部と板状QMG材料の両端部においても同様のくぼみ加工14およびYb系の前駆体13を配置した。このとき、板状QMG材料19は1および4層目のQMGコイル材1A、1Dと結晶方位がほぼ一致するように配置した。またAgペースト18を1および4層目の外側の端に塗布した。

【0051】

このように積層されたコイルおよび前駆体は炉内に配置され、大気中で960 まで8時間で昇温された。この温度で5分保持された後、930 まで2時間で冷却さらに870 まで120時間かけて冷却した。さらに酸素気流中で700から350 まで60時間かけて冷却した後、室温まで冷却した。炉内から慎重に取り出した後、補強のためにエポキシ樹脂を導体間および層間の一部に充填し硬化させた。十分硬化させた後、スペーサーのPt板を抜き取った。接続された板状QMG材料に発熱体としてマンガン線を50回巻き付け、エポキシ樹脂により固定し、超伝導スイッチを作製した。また1層目と4層目の外側のAg電極に直流電源の電流リードを低温半田を用いて接続した。

40

【0052】

この4層マグネットを液体窒素中に浸し、マグネットが77Kまで十分冷却し、マンガン線に8A通電し一部常伝導状態にした後、マグネットに500A通電した。その後マンガン線への通電をやめ、マグネットへの通電を100A/minで減らしゼロにした。マグネットは、通電電流をゼロにしてから約30秒後、軸上で図18のような磁界分布を発生した。これにより

50

永久電流モードでの動作が確認された。

【0053】

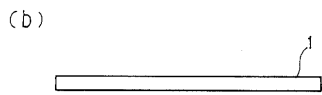
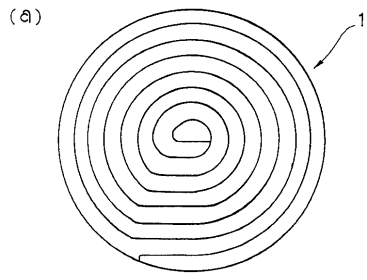
【発明の効果】

以上詳述したごとく本発明は、高品位の酸化物超伝導マグネットを可能にするもので各種分野での応用が可能であり、極めて工業的效果が大きい。具体例としては、実験用各種マグネット、モーター内の励磁用マグネット、加速器用マグネット、核磁気共鳴用マグネット等があげられる。

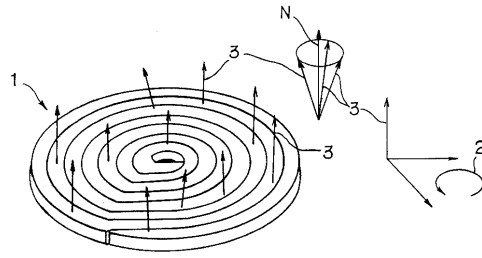
【図面の簡単な説明】

- 【図1】 渦巻状コイルの外観を示す(a)平面図および(b)側面図
- 【図2】 渦巻状コイルの形状と結晶方位との関係を示す図 10
- 【図3】 渦巻状コイルの積層方法の例を示す図
- 【図4】 渦巻状コイルの積層方法の例を示す図で、(a)積層前、(b)積層後を示す
- 【図5】 前駆体の加工方法の例を示す図
- 【図6】 前駆体の加工方法の例を示す図で、(a)全体図、(b)一部を拡大した平面図
- 【図7】 炉内に配置された前駆体を示す図
- 【図8】 超伝導接合の方法の例を示す図で、(a)コイルの接合部における加工、(b)熱処理後の接合部分、(c)図(b)の一部拡大を示す
- 【図9】 渦巻コイルのAgペーストおよび補強用樹脂の一例を示す図
- 【図10】 熱硬化性樹脂で補強された渦巻コイルの例を示す図
- 【図11】 渦巻状コイルの積層方法の例を示す図で、(a)積層前、(b)積層後を示す 20
- 【図12】 本発明の超伝導マグネットの軸上の磁場分布の例を示すグラフ
- 【図13】 外側の導体の断面積が内側の導体の断面積に比べ小さくなっている渦巻コイルの例を示す図
- 【図14】 超伝導接合方法の例を示す図
- 【図15】 本発明の超伝導マグネットの軸上の磁場分布の例を示すグラフ
- 【図16】 超伝導接続された積層コイルを示す図
- 【図17】 図16の積層コイルの一部分の超伝導接合方法を示す図
- 【図18】 本発明の超伝導マグネットの軸上の磁場分布の例を示すグラフ
- 【符号の説明】
- 1、1A、1B、1C、1D コイル 30
- 2 電流
- 3 c軸の方位
- 4 導体
- 5 接続部分
- 6、9、10、11、13 前駆体
- 7 切れ込み
- 8 切り残した部分
- 12 接続部分
- 14 くぼみ
- 15 超伝導体 40
- 16 123相の結晶
- 17 エポキシ樹脂
- 18 Agペースト
- 19 QMG材料
- 20 支持材
- 21A、21B 電極
- N コイルを形成する面の法線

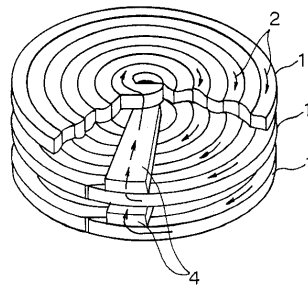
【 図 1 】



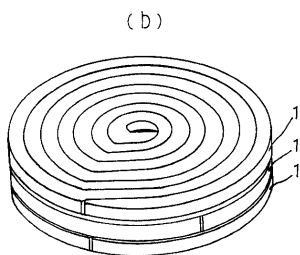
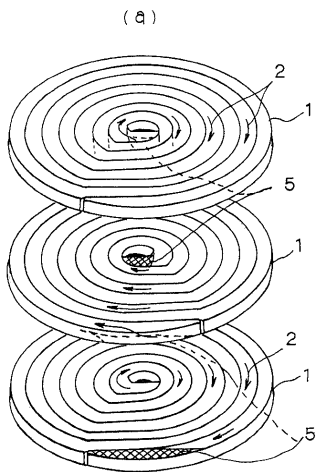
【 図 2 】



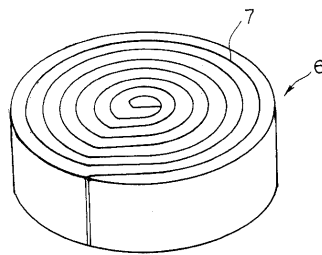
【 図 3 】



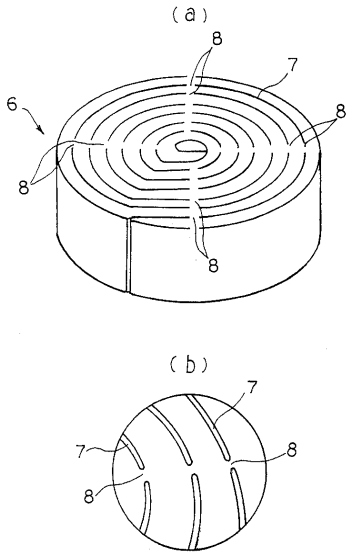
【 図 4 】



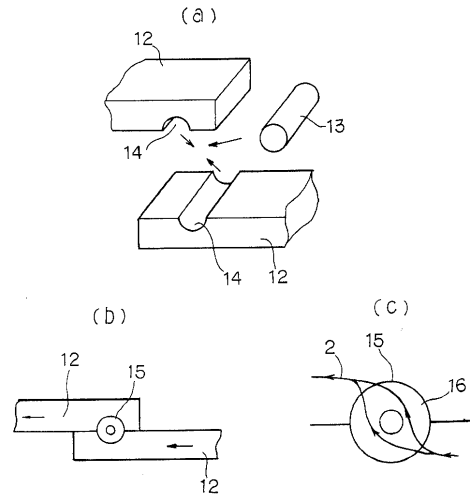
【 図 5 】



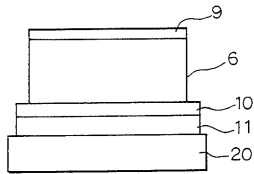
【 図 6 】



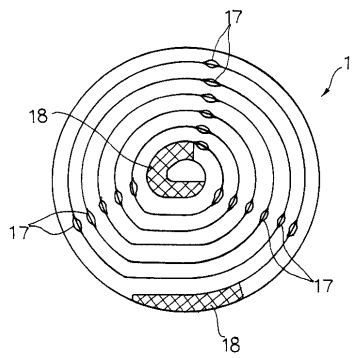
【 図 8 】



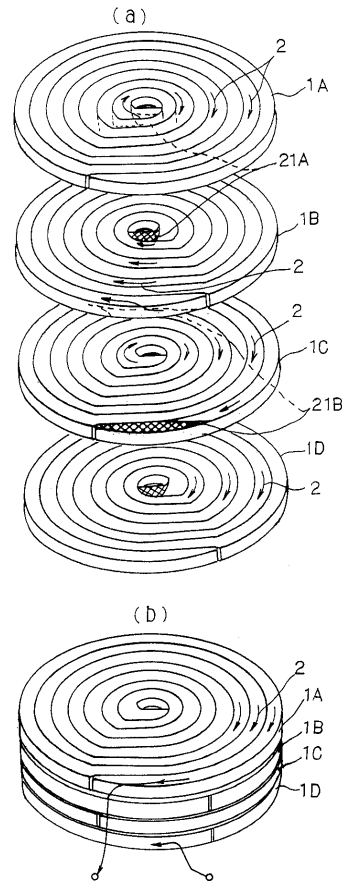
【 図 7 】



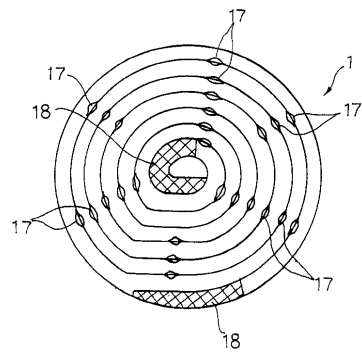
【 図 9 】



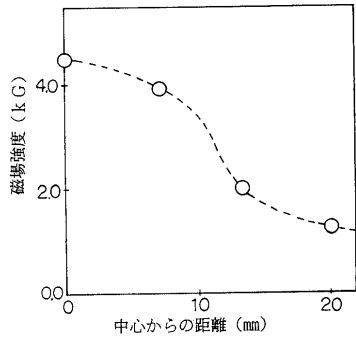
【 図 11 】



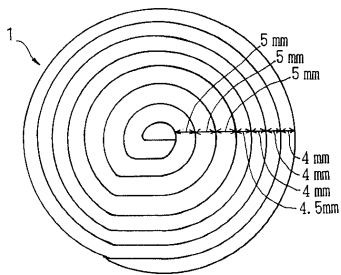
【 図 10 】



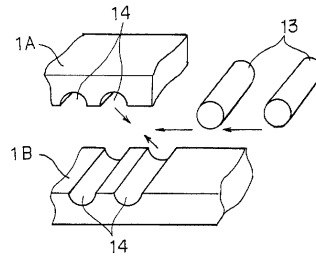
【 図 1 2 】



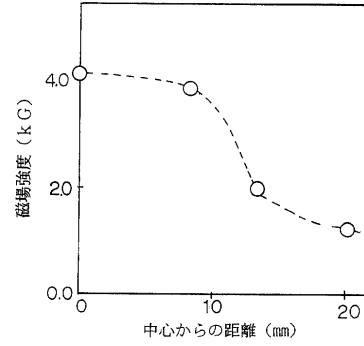
【 図 1 3 】



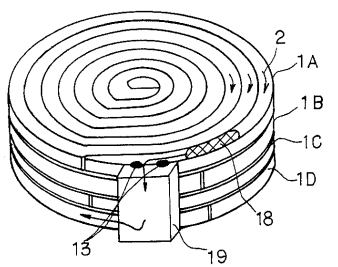
【 図 1 4 】



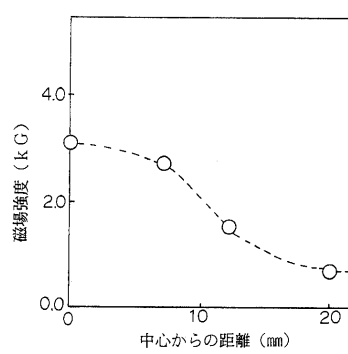
【 図 1 5 】



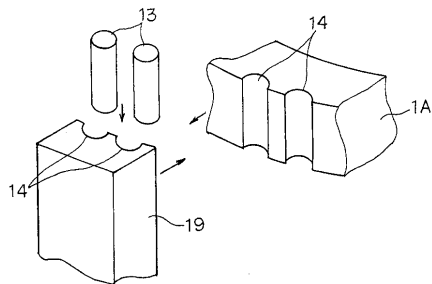
【 図 1 6 】



【 図 1 8 】



【 図 1 7 】



フロントページの続き

合議体

審判長 松本 邦夫

審判官 浅野 清

審判官 橋本 武

- (56)参考文献 特開平5 - 279031 (JP, A)
実開平4 - 12612 (JP, U)
特開平4 - 106906 (JP, A)
特開平4 - 363883 (JP, A)
特開平2 - 153803 (JP, A)
特開平5 - 82330 (JP, A)
特開昭64 - 64303 (JP, A)