

平成29年度  
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業  
戦略的基盤技術高度化支援事業

「100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置の開発」

研究開発成果等報告書

平成30年3月

担 当 局 東北経済産業局  
補助事業者 公益財団法人みやぎ産業振興機構

## 目 次

### 第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1-2 研究体制
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口

### 第2章 本論

- 2-1 超電導ソレノイドコイルの開発
- 2-2 超電導ソレノイドコイル用台車の開発
- 2-3 冷凍機の振動打消し装置の開発
- 2-4 加振器の開発
- 2-5 検出コイルの開発
- 2-6 温度可変機構の開発
- 2-7 磁気異方性測定装置の開発
- 2-8 球体加工装置の開発

### 第3章 全体総括

- 3-1 研究開発のまとめ
- 3-2 研究開発後の課題
- 3-3 事業化展開について
- 3-4 知的財産権について

## 第1章 研究開発の概要

### 【1-1】 研究開発の背景・研究目的及び目標

#### 1-1-1 背景

近年、電気自動車など高効率、高出力のモータに使用する希土類使用量の少ない永久磁石の開発が盛んに行なわれているが、現状の測定装置では高磁界発生に付随した諸所の能力が足りず、新たに開発されてくる永久磁石の特性を正しく測定することができない。

実際に40kOeの保磁力を有する永久磁石が開発されているが、この高保磁力を有する永久磁石を測定するためには、その2.5倍以上の高磁界を必要とし、100kOe以上の磁界を発生させる測定装置が必要であった。

100kOe以上の磁界を発生させるには、東北大学と古河電気工業株式会社とで共同開発(新エネルギー・産業技術総合開発機構 産業技術研究助成事業)したNb<sub>3</sub>Sn超電導線材の使用が不可欠で、これにより巻線後の熱処理が不要となり、臨界電流が飛躍的に向上し、100kOeの磁界を発生する超電導コイルの製作が可能となった。測定装置各部の低ノイズ化等を図り、無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置の開発を行うこととした。

#### 1-1-2 研究目的

100kOeの磁界を発生させる超電導コイルの開発と測定部の開発と、測定装置各部の低ノイズ化等を図り「100kOe無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置」を開発する。また、環境温度試験が可能となる温度可変機構部や磁気異方性トルクを測定する磁気異方性測定装置の開発も行う。

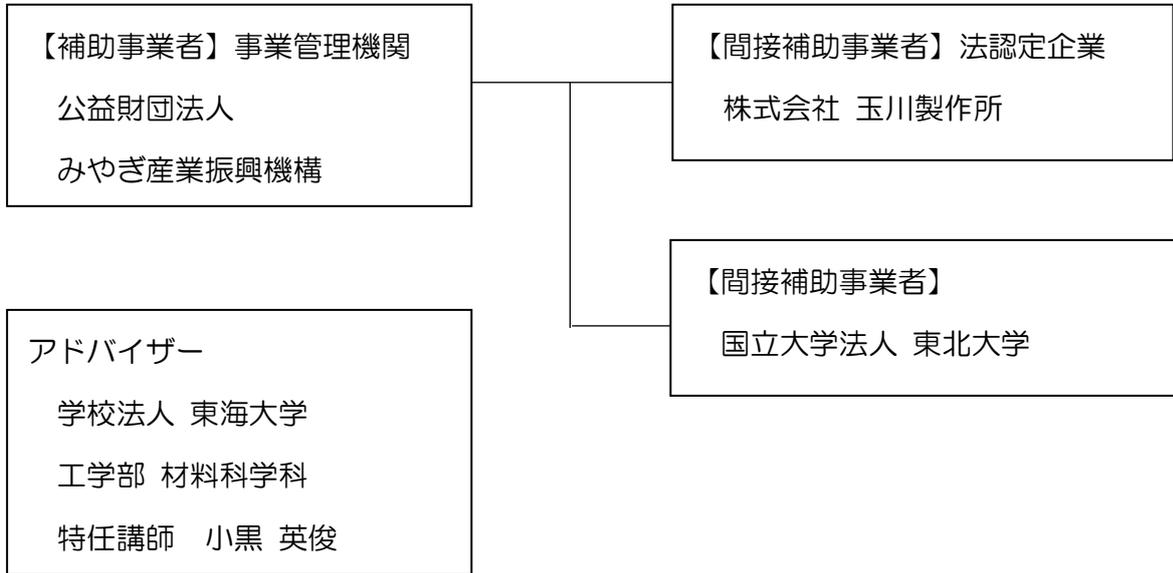
### 1-1-3 研究課題と目標

「100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置」の開発に必要な研究課題は下表の通りで、それぞれに対し目標を設定し取り組んだ。

研究課題	目標
【1-1】超電導ソレノイドコイルの開発	最大磁界：100kOe 以上 ボア径φ：70mm 中心均一度：±15mmにて0.1%以内
【1-2】超電導ソレノイドコイル用台車の開発	上下移動時間(それぞれ) 従来) 約180秒 目標) 約30秒
【1-3】冷凍機の振動打消し装置の開発	冷凍機振動由来ノイズ： 1/2 以下
【2-1】加振器の開発	周波数 従来) 82.5Hz 目標) 1000Hz 無反動機能の開発 加振器振動由来振動ノイズ 1/2 以下
【2-2】検出コイルの開発	ノイズレベル： 従来) $\pm 1 \times 10^{-5}$ emu 目標) $\pm 1 \times 10^{-6}$ emu
【2-3】温度可変機構の開発	温度範囲：-100℃~250℃ 安定度：±1℃
【2-4】磁気異方性測定装置の開発 球体加工装置の開発	トルク力： $1 \times 10^5$ dym・cm以上の測定 加工サイズ：7mm~30mm 加工時間：従来) 2週間程度/個(手作業) 目標) 12時間/個(自動)

【1-2】 研究体制

1-2-1 研究組織・管理体制



【研究員】

株式会社玉川製作所

氏名	所属・役職	備考
玉川 克紀	代表取締役	PL
武田 正美	技術設計部	
小原 浩一	製造部 工場長	
佐々木 信生	研究開発部 部長	
鈴木 康二	研究開発部	
熊谷 和也	研究開発部	
穴戸 稔	研究開発部	

国立大学法人 東北大学

氏名	所属・役職	備考
石山 和志	電気通信研究所 副所長	SL

【管理員】（事業管理機関）

公益財団法人みやぎ産業振興機構

氏名	所属・役職	備考
熊谷 実	産業育成支援部 部長	
清正 真砂	地域連携推進課 課長	
石川 仁	地域連携推進課 課長補佐	
菅原 崇	地域連携推進課 主査	
小野寺 桂三	地域連携推進課 技術力向上専門員	
八重樫 順一	地域連携推進課 技術力向上専門員	

【協力者】（アドバイザー）

氏名	所属・役職	備考
小黒 英俊	東海大学 特任講師	

### 【1-3】 成果概要

下記の研究課題を解決し、100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置および磁気異方性測定装置を開発、高保磁力の永久磁石の磁気特性やトルク力の測定を可能とした。

#### 【1-3-1】 超電導ソレノイドコイルの開発

Nb<sub>3</sub>Sn線材を用いて 100kOe の磁界発生が可能な超電導ソレノイドコイルの開発を行った。ボア径φ70mmとし、中心均一度を±15mmにて0.1%以内とし、被測定サンプル30mm立方体まで磁界勾配による力を受けずに加振できるものとした。通電試験を行い、100kOe の磁界発生を確認した。

#### 【1-3-2】 超電導ソレノイドコイル用台車の開発

高出力モータを新規に採用し上下動の移動速度を高速化した台車を開発、30秒以内に被測定サンプルが交換できる高さまで下降、同じく30秒以内で測定時規定位置まで上昇することを確認した。モータ部分にはシールド機構を取付け、高磁界から保護を行った。

#### 【1-3-3】 冷凍機の振動打消し装置の開発

冷凍機のシリンダの運動の振動解析を行い、各周波数成分、振幅と逆向き力が出せる加振器を製作し、シリンダに相当する重りを冷凍機のシリンダと反対向きに加振させ振動打消し装置を開発した。冷凍機振動に由来するノイズが非稼働時と比較して1/2以下になることを確認した。

#### 【1-3-4】 加振器の開発

ムービングコイルの長さ及び電流値、直流磁界の範囲をそれぞれ大きくして加振能力を高め、周波数を最大1000Hzとした加振器および4個のスピーカーを使用して加振方向とは逆の振動を発生させ加振器の振動を抑制する無反動機能を開発した。100kOeの高磁場下において磁化の大きな被測定サンプルでも0.1%以内の安定度で安定して加振ができること、さらに加振器振動に由来するノイズを1/2に低減する効果を確認した。

#### 【1-3-5】 検出コイルの開発

被測定サンプルの磁束を効果的に検出するためのシミュレーションを行い、コイルの配置や巻き数を決定、また、高精度プリアンプを導入し検出コイルを開発した。従来のノイズレベル $\pm 1 \times 10^{-5}$ emu から $\pm 1 \times 10^{-6}$ emu に減少したことを確認した。また温度測定に対応するため温度可変用検出コイルの開発も行った。

#### 【1-3-6】 温度可変装置の開発

デュワービンを外に熱が漏れにくい構造とし、さらに完全無誘導巻きとしてヒータ線を固定設置し、100kOe 内でも使用できる電気炉を製作し、システム面でもヒータの温度コントロールにおいて綿密な設計を行い、100kOe の高磁場下で $-100^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ の範囲で $\pm 1^{\circ}\text{C}$ の温度安定性を持続する温度可変装置の開発を行った。

#### 【1-3-7】 磁気異方性トルク計の開発

100kOe 発生超電導ソレノイドコイル内にて測定可能な磁気異方性測定装置の開発を行った。実際に 100kOe 下にて測定を行い、磁気異方性トルク力の測定が可能であることを確認した。

#### 【1-3-8】 球体加工装置の開発

コンピュータから制御された5軸フライス盤を利用し、球体加工装置を開発した。7mm $\sim$ 30mmの球体加工を可能とし、1球体の加工時間を12時間程度で可能であると確認した。

#### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

##### 【事業管理機関】

公益財団法人 みやぎ産業振興機構

産学連携推進課 八重樫順一

〒982-0011

宮城県仙台市青葉区上杉 1 丁目 14 番地 2 号

TEL : 022-225-6638 FAX : 022-263-6923

E-mail : koudo@joho-miyagi.or.jp

##### 【法認定企業】

株式会社 玉川製作所

販売促進課 上田美香

〒982-0014

宮城県仙台市太白区大野田三丁目 10-19

TEL : 022-247-5671 FAX : 022-249-3648

E-mail : sales@tamakawa.co.jp

## 第2章 本論

3年間の本補助事業によって「100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置」を開発し、高保磁力永久磁石の磁気特性の測定を可能とした。また磁気異方性測定装置の開発も行い、100kOe 発生ソレノイドコイル下でのトルク力の測定も可能となった。



写真1 100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置

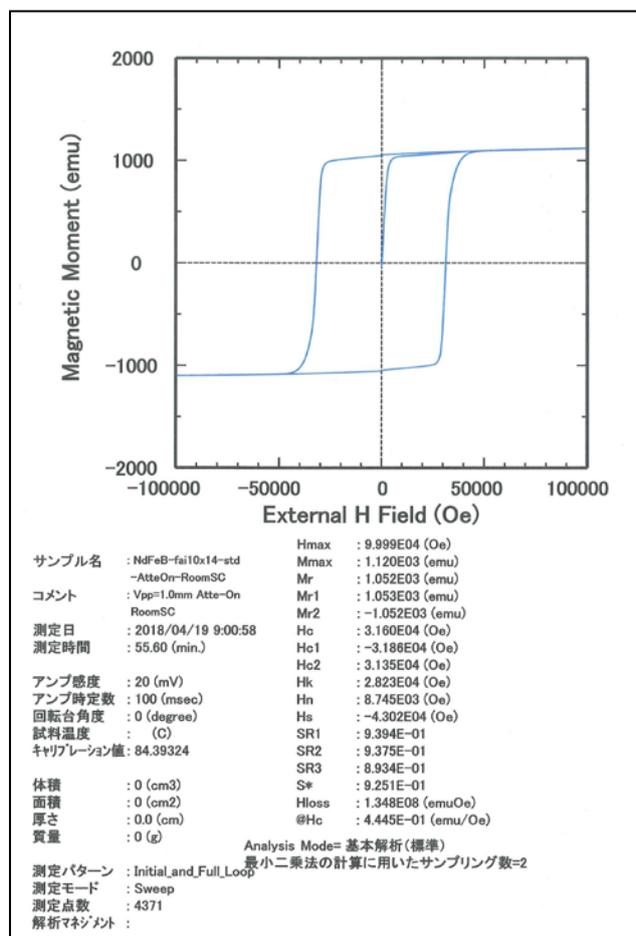


図1

測定サンプル：Nd-Fe-B

測定サンプル Hc：31kOe

## 【2-1】超電導ソレノイドコイルの開発

### [2-1-1]新しいNb<sub>3</sub>Sn 超電導線材の採用

東北大学と古河電気工業株式会社との共同研究開発(新エネルギー・産業技術総合開発機構 産業技術研究助成事業)により Nb<sub>3</sub>Sn 超電導線材の高強度化に成功、巻線後の熱処理が不要で臨界電流が飛躍的に向上した Nb<sub>3</sub>Sn 超電導線材を使用し超電導コイルを製作した。

100kOe と高磁界を発生させる超電導コイルに対応可能な線材として、高温超電導線材と Nb<sub>3</sub>Sn 線材のみが最適である。しかし、高温超電導線材は臨界温度、磁界ともに高く仕様としては適しているが、線長が長いものが市場に供給されておらず、単線をつなぎ合わせながら巻線を行いコイルを製作しなければならず、作業時間が多くなり製作コストが増す。また、mあたりの単価が2670円と高価で、100kOe 超電導コイル1個の製作に線材だけで5340万円と高額になるため採用に至らなかった。Nb<sub>3</sub>Sn 超電導線材は臨界磁界200kOe以上、臨界温度18.25Kと高く仕様としては高温超電導線材に劣らないが、外力に弱いいため巻線後に熱処理を行い歪を除く必要があるため、歩留りの低さから製作コスト的に使いづらい線材であった。しかし、今回の高強度化によって線材の状態で折り返し曲げるなどの前処理で巻線後の処理を必要としない、新しいNb<sub>3</sub>Sn 超電導線材が開発され、東北大学紹介のもと(株)玉川製作所にて購入が可能となり、採用に至った。

## [2-1-2] コイルの磁界発生分布、各部の発生力の解析

コイルの磁界発生分布、各部の磁界発生、伝導冷却部材用無酸素銅の熱伝導率を基にシミュレーションを行い最適化し、超電導コイルの設計を行った。

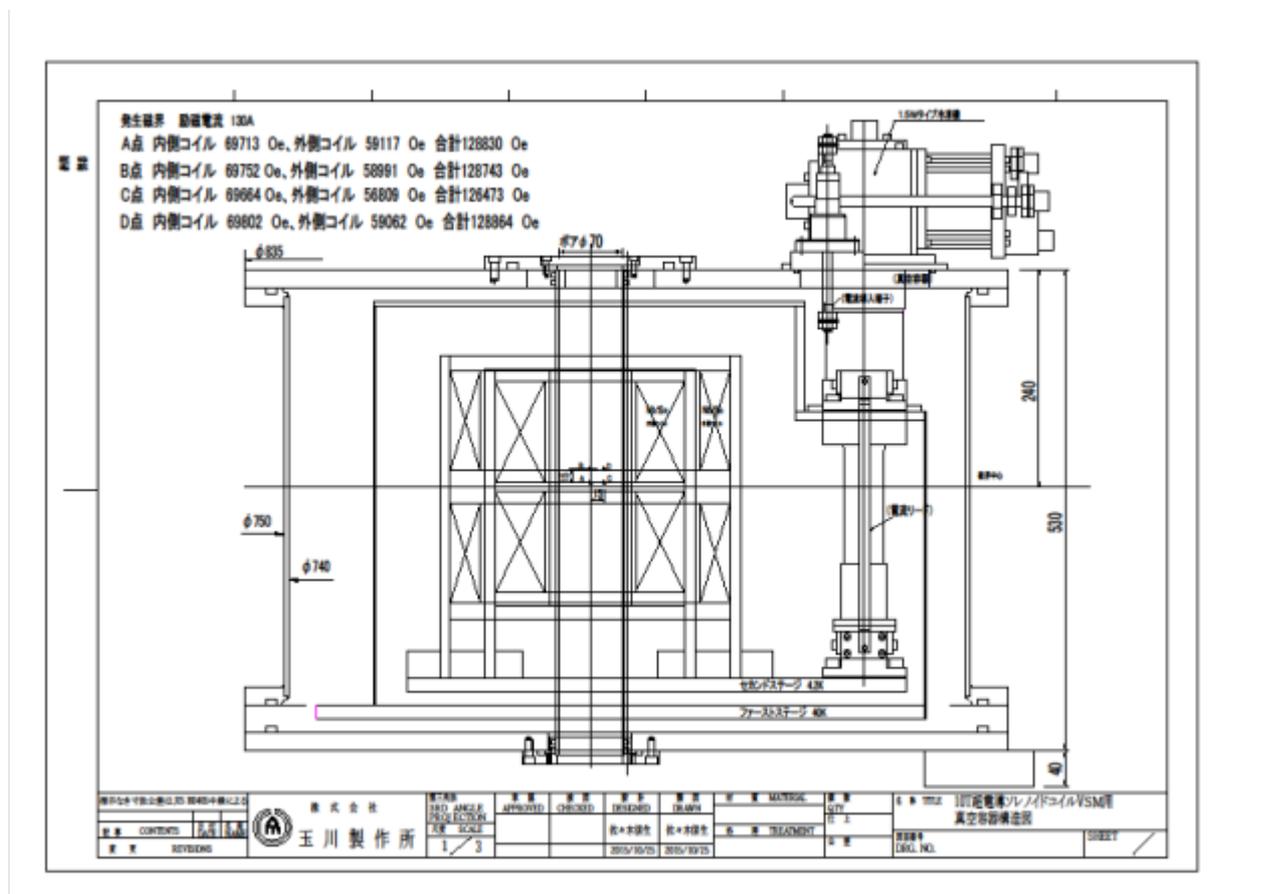


図1 超電導コイルの設計図

## [2-1-3] 超電導コイルの製作

上記[2-1-1]にて採用した $Nb_3Sn$ 超電導線材を使用して超電導コイルを製作した。クエンチ防止のため巻線時には線と線をできる限り密着させながら巻き、熱伝導性の優れた接着剤にて密閉固定を行った。また、[2-1-2]より無酸素銅の熱伝導率の計算を行い、加工研磨技術に優れた外注先を選定し伝導冷却部材を製作した。

熱の侵入を防ぐためスーパーインシュレーションを用いてコイルの周りを覆い、真空容器内にコイルを収めた。株玉川製作所の超電導コイル製作のノウハウを活かし、冷凍機の選定、真空容器内のコイルの冷却効率から、外部との断熱を考慮した構造、さらに100k Oe発生時に十分耐えうる強度となる構造設計、製作を行った。

#### [2-1-4]試験

超電導コイルを製作し、高真空排気装置による真空引き作業後、冷却試験を行い、十分な冷却を確認した。さらに、超電導コイル用バイポーラ直流定電源を接続し、通電試験およびクエンチトレーニングを行い、100 kOe の磁界発生を確認した。磁界発生を確認後、磁界掃引試験を実施し、磁化測定における掃引時間が最大 70kOe の1フルループ測定で 30 分以内、最大 100kOe の1フルループ測定で 60 分以内であることを確認した。



写真2 超電導コイルおよび台車

#### 【2-2】超電導ソレノイドコイル用台車の開発

従来の超電導コイル用台車は1上下動360秒を要し、測定時間増加の一因となっていたため、従来の性能を維持しつつ、10倍のトルクが得られる高入力モータを新たに採用し、高速上下動台車を製作した。また、実際の測定において、速度でも被測定サンプル位置に対し再現性が良く超電導コイルの中心が一致するように上下動の調整および試験作業を行った。1サンプル測定において、1上下動360秒が60秒へと改善され、70kOe までの測定の場合1日20個の測定とすると1時間40分の時間短縮となった。

## 【2-3】 冷凍機の振動打消し装置の開発

### [2-3-1] 冷凍機由来の振動分析

超電導コイルを冷却する冷凍装置は内部にあるピストン機構が常に振動しており、ノイズの発生源となっている。冷凍機の振動を加速度センサで測定しFFT解析を行い、0Hz～3kHz以上の全周波数域で振動加速度成分があることを確認した。使用した加速度センサの周波数帯域は0.5Hz～3kHzであるため、3kHz以上の振動加速度成分については精度が低い。しかしながら、磁気特性測定に直接影響があるのは、振動加速度( $m/s^2$ )ではなく振動変位(m)である。加速度波形を二階積分して変位波形を求めたところ、変位強度の主たる成分は10Hz以下の振動変位成分であった。冷凍機のピストン機構は上下(Z軸方向)に動いているため上下振動が強く、前後・左右方向の振動は、上下振動と比べると1/20程度の強度であった。これらをもとに除震コイルの加振能力を決定した。

上下除震コイルは3500N(10Hzにて3.5mmp-p、100Hzにて0.035mmp-p)、前後除震コイルおよび左右除震コイルは150N(10Hzにて3.5mmp-p、100Hzにて0.035mmp-p)とした。

### [2-3-2] 除振制御信号の生成

フィードフォワード方式の適応フィルタを用いて、除震制御振動の生成を行った。ADコンバータのサンプリング周期、適応フィルタのタップ数およびフィルタ係数の更新ステップサイズを変更し、振動打消しに最適な条件を求めた。サンプリング周波数 $512\mu s$ (サンプリング周波数1.953125kHz)、タップ数64、更新ステップサイズ0.0003にて、冷凍機の振動を-10dB(1/10以下)に低減させることができた。しかし、適応フィルタの安全性に課題があり、数分程度振動打消しが不完全となるケースがあった。対策として、適応フィルタで求めたフィルタ係数を複製し、別のFIRデジタルフィルタで制御信号を生成する方法を取った。

また、振動を検出するために加速度センサを使用しているが、磁場影響を確認するため、5kOeの磁場中での加速度センサ出力を測定した。測定結果により、振動がない状態で50mV程度の出力変動が見られ、冷凍機の振動波形出力と比較すると10%程度の出力変動が発生することとなる。このため加速度センサの磁場影響は無視できず、対策として鋼製のシールドケースを製作し、加速度センサを格納した。



写真3 振動打消し装置の実験の様子

### [2-3-3]振動打消し装置の製作

冷凍機周辺に水平方向  $x$  軸・ $y$  軸および鉛直方向  $z$  軸の加速度ピックアップを設置し、接続された3軸加速度計によりそれぞれの振動を測定させる。測定された振動を信号処理回路のAD変換部で取り込み、信号処理を行い、デジタルフィルタで元の振動を打ち消す波形を生成する。出力可変型の直流電源により励磁された3軸の加振器の電磁石内に置かれたムービングコイルに、その波形を周波数、過渡応答特性に優れたバイポーラ電源で増幅して通電する。ムービングコイルに接続された振動子が冷凍機と同期して振動することにより、冷凍機由来の振動を相殺する。振動打消し装置の開発により冷凍機由来のノイズを1/2まで減少することができた。



写真4 冷凍機振動打消し装置

## 【2-4】加振器の開発

### [2-4-1]周波数の変更（82.5Hz から 1000Hz）

現在の加振器は 82.5Hz、振幅 3mmp-p で周波数は固定となっており、ロックインアンプの時定数も加振器の周波数に制限されて 30msec より短くできず、1 サンプル測定に最短でも 100msec かかることになる。周波数を 1000Hz にすることにより、ロックインアンプの時定数を 3msec にでき 1 サンプル測定の時間を 10msec にすることができる。また、70kOe 1 フルループ 30 分の高速度測定の場合でも 10kOe あたり 4000 点のデータ読込処理も可能となり、磁化の急速な変化にも対応可能となった。

具体的には、直流磁界の中に置かれたムービングコイルの長さおよび電流値、直流磁界の範囲をそれぞれ大きくし加振能力を高め、周波数を最大 1000Hz とした加振器を製作し、100kOe の高磁場中において磁化の大きなサイズの測定サンプルでも 0.1% 以内の安定度で安定して加振できることを確認した。

### [2-4-2]無反動機構の製作

加振能力は周波数の二乗に比例して必要になるため振幅を 0.2mmp-p 以下と小さく抑えても現在の 150N では足りず、3 倍の 450N へ上げる必要があった、それに伴い、漏れ振動も大きくなることから、ムービングコイルと逆方向の振動を加振器上部で別の加振装置に発生させることによって、漏れ振動を打消し、振動ノイズを低減する加振器を開発した。4 個の振動スピーカーを使用して、加振方向とは逆の振動を発生させ加振器の振動を抑制する装置を製作し、加振器振動由来のノイズを 1/2 に低減する効果を実際の測定にて確認した。

## 【2-5】 検出コイルの開発

検出コイルは被測定サンプルからの交流信号を取り込むため、上下対称の2個のコイルが被測定サンプルを中心に取り付け、上下のコイルは逆向きに巻かれている。外部からの磁界による磁束の変化は上下のコイルで打ち消しが行われる。また、上下のコイルの中心に置かれた被測定サンプルの振動による磁束の変化は上下コイルで加算され、信号として現れる。上下のコイルはそれぞれ2万ターン以上巻かれており、被測定サンプルからの電気信号  $0.01 \mu\text{V}$  を読取る必要がある。そのため、前述のとおり外部磁界による磁界の変化を上下のコイルで打ち消しているが、完全に打ち消しができていないため、ノイズとして測定データへ悪影響を及ぼしている。

今までは上下のコイルの巻き数を揃え、電圧レベルだけをあわせて打ち消しをしていたが、上下コイルのわずかな形状の違いによる相違のズレがノイズとして現れてしまっていた。東北大学にて検出コイルの取付け位置、形状、巻き数についてシミュレーション解析を行い最適化を図り、(株)玉川製作所にてコイルを製作、ガラスエポキシ製の治具に取り付け固定し完成させた。また上下のコイルそれぞれに位相調整が可能な低ノイズの高精度ブリアンプを入れ、位相調整後に打ち消し低ノイズ化を図った。

単独ではノイズレベルが  $\pm 1 \times 10^{-5} \text{emu}$  であるものを  $\pm 1 \times 10^{-6} \text{emu}$  まで減少させ、測定速度を10倍にすることで、磁化から得られる電気信号を  $1 \times 10^{-6} \text{emu}$  レベルでの測定が可能となった。



写真6 検出コイル

## 【2-6】温度可変機構の製作

温度可変機構におけるデュワービンにはステンレス製の二重容器で中間を真空にし、外部に熱が漏れにくい構造とした。また、ヒータは管内部の測定サンプル側の磁場でヒータに電流が流れた場合、動かないよう完全無誘導巻きとして、ヒータ線を固定設置し、100kOe 内でも使用できる電気炉を製作した。電気炉電源は無誘導巻きヒータの定格を 10A、80V として製作した。また、サンプルホルダー内のスペースを広く確保するため、温度測定用の白金抵抗体は極細管型(保護管外径  $\phi$ 0.5mm、保護管長さ 40mm)を使用した。

システム面では、製作した電気炉に歪の少ない正弦波の交流電流を流し、振幅を調製することにより、ヒータ温度をコントロールさせた。既存の温度コントロール装置のように、電流に入り切りを行ったり、急激な変化をさせたりした場合には、その近くにある検出コイルにノイズとしてヒータの電流が誘導されてしまうため、高感度の VSM にするためのヒータの温度コントロールとして設計を行った。

ロータリーポンプで、サンプルホルダー内および真空ステンレスデュワービン内を  $1 \times 10^{-1}$  Torr まで真空排気を行い、液体窒素を充填し、100kOe の高磁場下での試験を実施し、 $-100^{\circ}\text{C} \sim -250^{\circ}\text{C}$  の範囲で  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  の温度安定性を持続することを確認した。

写真7 温度可変機構(左：デュワービン、右：電気炉)



### 【2-7】磁気異方性測定装置の開発

100kOe 発生ソレノイドコイル内にて被測定サンプルを 360° 回転させ磁気異方性トルクを測定する磁気異方性測定装置を設計、製作した。

実際の測定において、 $1 \times 10^5 \text{ d y m} \cdot \text{cm}$ 以上のトルク力を0度～360度にて測定可能であることを確認した。

### 【2-8】球体加工装置

コンピュータ制御された5軸フライス盤に加工物を固定し、上面を半球状に切削後、側面(4方向)から切削を行い、最後に切り離して球状に加工する。加工物の固定治具は球の寸法に合わせて取り外しを可能とした。また、真球度の評価については、位置検出用レーザを2方向から照射し、加工した球体との距離を測定する。球体を回転させて距離を測定することにより、球体の真球度の評価を行った。加工物の切削により発生した粉塵は集塵機によって吸収し回収を行う構造とした。7mm～30mmの球体加工を可能とし、1球体の加工時間を12時間程度で製作が可能であることを確認した。

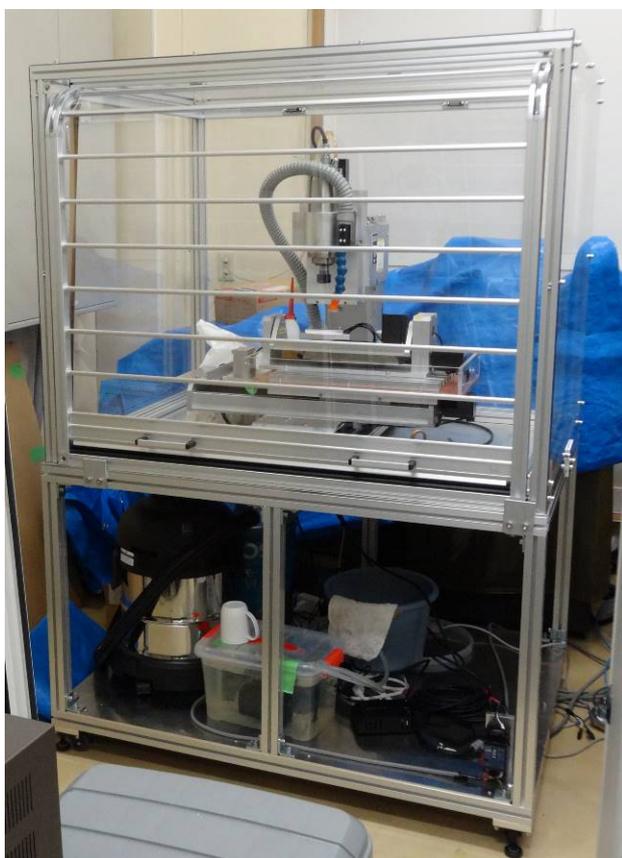


写真8 球体加工装置

### 第3章 全体総括

#### 【3-1】 研究開発成果のまとめ

本補助事業による研究開発によって「100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置」を開発し、各目標値の達成を確認した。

100kOe の磁界発生が可能な超電導コイルおよび測定システムを開発したことにより、40kOe の高保磁力を持つ永久磁石の磁気特性を飽和させた状態で測定することが可能となった。また、本事業で開発した 100kOe 超電導ソレノイドコイル内にて被測定サンプルを 360° 回転させ磁気異方性トルクを測定する、磁気異方性測定装置を設計、製作した。

#### 【3-2】 研究開発後の課題

事業目標としていた「100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置」は完成し、技術面では十分に市場への供給が可能となった。しかし、価格や納期の面においては市場からの需要をより満たす必要がある。価格面においては線材や冷凍機など外部要因が強いが、社内工程等を見直し製作時間の短縮に努め、価格を抑えていきたい。また、納期面については巻線に要する時間が長く、また担当者が巻線中は巻線専任となり効率が悪いため、以前より開発を進めていたものづくり中小企業・小規模事業者試作開発等支援事業にて製作した自動巻線機のみでの巻線が可能となるように調整作業を急ぐ。

#### 【3-3】 事業化展開について

事業終了後初期は 70kOe 発生超電導コイルを使用した(株)玉川製作所の社内設備である磁気特性装置にて受託測定していた分を「100kOe 無冷媒超電導ソレノイドコイル励磁方式磁気特性測定装置」へ移行し、新装置を評価して頂く。次の段階としては、受託測定から受けた改善要望等の追加研究開発事項があれば、その開発にあたりながら、開発成果をもとに販売モデルの設計試作を行う。実際の販売段階では一般企業でも購入可能な範囲での設定を行う。販売に至るまでの期間は各学会誌や展示会およびホームページ等にて新製品の宣伝を行い、周知徹底および受託測定を順次受け付ける。

【3-4】 補助事業の成果に係る知的財産権等について

補助事業期間中での特許申請は行わなかったが、今後一部技術については申請を行う予定である。100kOe 発生超電導ソレノイドコイルおよび検出コイルに関しては、技術的なノウハウとして社内に蓄積し非公開とする。