



高温超伝導体による磁束計の基礎検討

メタデータ	言語: jpn 出版者: 室蘭工業大学 公開日: 2014-03-04 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 和田, 尚人, 中根, 英章 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10258/588

高温超伝導体による磁束計の基礎検討

その他（別言語等） のタイトル	Magnetometer using High Temperature Superconductor
著者	和田 尚人, 中根 英章
雑誌名	室蘭工業大学研究報告. 理工編
巻	42
ページ	1-20
発行年	1992-11
URL	http://hdl.handle.net/10258/588

高温超伝導体による磁束計の基礎検討

和田 尚人, 中根 英章 (室蘭工業大学 電気電子工学科)

Magnetometer using High Temperature Superconductor

Hisato WADA and Hideaki NAKANE

Faculty of Eng., Muroran Institute of Technology

Abstract

A new magnetometer was constructed using a high temperature superconducting bulk core ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$) in the liquid nitrogen. The permeability of bulk core changes with applying a coil-current magnetic field or an external magnetic field due to flux penetration effect. Sensitive nonlinear inductance characteristics of high temperature superconducting bulk core with tightly wound coils was utilized for fluxgate magnetic-field sensors. The sensor is used for second-harmonic type.

第1章 序 論

磁気と人類のかかわりは古く、紀元前から磁石の存在が知られている。日常生活にも磁気を応用したものは数多く存在し、磁気に関する研究も数多く進められている。その中でも現在もなお幅広く研究されているものに磁場を精密に測定するための磁気センサがある。中でも微小磁場を測定するための磁気センサの開発は従来からの課題の一つである。

現在、最も感度のよい磁気センサとしては超伝導量子干渉素子 (SQUID : Superconducting Quantum Interference Device) がある。SQUIDの感度は $10^{-6} \sim 10^{-9}$ [G] であるといわれている (Fig. 1)。しかし、SQUIDは磁束の相対的変化のみを検出できる計測装置であるため、磁場の絶対的な大きさと方向を知ることができない。また、SQUIDの持つ課題の一つは動作温度が4.2 [K] と低いことである。そのために液体ヘリウムを用いることによりコストが高く取り扱いが難しい。

本研究においては、高温超伝導体を用いた磁束計の検討を行なった。今日の磁気センサの中でSQUIDに次いで感度の高いものに磁性体を用いるフラックスゲート型磁束計がある。フラックスゲート型磁束計の感度は最新のもので $1 \sim 10^{-5}$ [G] である (Fig. 1)。フラックスゲート型磁束計の測定範囲とSQUIDの測定範囲の中間部 ($10^{-3} \sim 10^{-6}$ [G]) を測定できる簡便な装置は今までなかった。しかし、この領域には肺や肝臓などの生体磁気信号や、非破壊検査などに必要とされる磁気信号があり、そのような測定装置が望まれていた。今回、フラックスゲート型磁束計の原

理を利用し、高温超伝導体を用いた感度の良い磁束計を実現しようとするものである。この磁束計は、磁性体を用いた従来のフラックスゲート型磁束計以上の感度を目指すものである (Fig. 1)。また、SQUIDでは測定できない磁場の絶対的な大きさと方向を求めることができるという特徴がある。

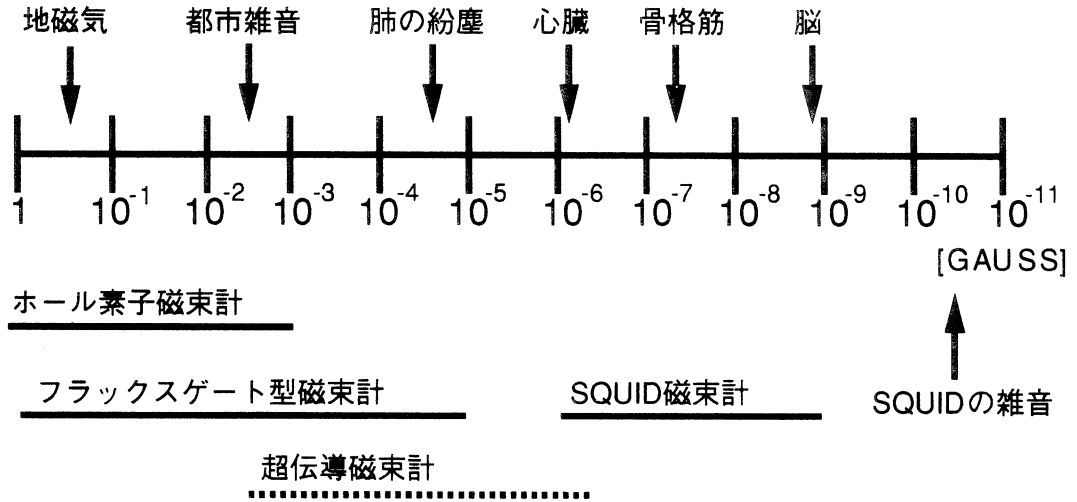


Fig. 1 磁気センサの感度

酸化物超伝導体に磁場を印加すると、通常の金属超伝導体と同様に特定の磁場 (HC_1) 以上で内部に磁場が入り込み、超伝導体特有の完全反磁性状態が崩れてくる。この際、酸化物超伝導体が焼結物であると、 HC_1 より小さい磁場中で少しずつ磁束が入り始める。内部に侵入した磁束は量子磁束 Φ_0 ($\Phi_0 = 2.07 \times 10^{-15} \text{Wb}$) 単位でトラップ磁束となる (Fig. 3-1)。この弱磁場中のトラップ磁束は外部磁場により移動することができる。これは、強磁性体材料における磁気スピンの向きが外部磁界により偏向するのと相似関係にあると言ってよい。酸化物超伝導体におけるこのような現象の特徴は強磁性体中の現象と異なり、極めて小さな外部磁場において発生することである。そのため従来のフラックスゲート型磁束計よりも感度が上がることが期待される。また、高温超伝導体を用いることの利点に、液体窒素 (77°K) で超伝導状態になる点がある。これにより、安価で取り扱いが簡単な装置にすることができる。

微小磁場を測定するための磁気センサは、医療分野での応用が考えられる。生体磁場を検出することにより、より細かい体の異常を知ることができる。放射線を発したり、強い磁場をかけるのではなく、体内で発している磁界をそのまま測定することにより、安全な医療機器への応用が期待される。脳や、心臓で発生する磁界は、変動しているためにその変化をSQUIDによって求めることができる。しかし、肺の中の磁性体粉塵や肝臓の場合は直流磁界であるためそのままではSQUIDで検出することができず本研究で取り扱うような磁束計が必要となる。さらに、原子力の

配管や鉄骨構造材のように破壊検査ができず、遠隔計測が必要な分野においても微小直流磁界の計測技術が望まれている。本研究はその基礎となる技術を検討するものである。

非破壊検査技術の分野においては、J. R. Buckley等が鉄材中の幅 6 mm、深さ 6 mmの溝を感知できることを報告している。また、Meir Gershensonは、この型の磁束計の装置自体の雑音は 1.7×10^{-5} [G] と報告している。この値は従来のフラックスゲート型磁束計よりも低い値である。

第 2 章 超伝導体の作製と特性

この研究では、高温超伝導体の中でも $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ を用いて測定を行なった。 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ を用いる利点としては次のことがあげられる。

- 作製方法が簡単である。
- 超伝導特性がはっきりと現れ、安定している。
- T_c が90~95 [K] であるため、液体窒素温度 (77K) で充分超伝導状態になる。

これらのことにより $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ を用いることにした。

以下に作製の手順について記す

2-1 超伝導体 ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$) の作製

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ の作製方法としては、蒸発乾固法、共沈法、ゲル法等の方法がある。その中でも、簡単に作製できるものとして蒸発乾固法で行なった。

[蒸発乾固法]

- 10mmolの硝酸イットリウム [$\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$]
- 20mmolの硝酸バリウム [$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$]
- 30mmolの硝酸銅三水合物 [$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$]

を200mlのイオン交換水に溶解させる。さらに200mmolのエチレングリコールを加え攪拌する。この溶液の入ったビーカーをガスバーナーを用いて加熱した。溶媒をすべて蒸発させ、残留物を乳ばちで粉砕した。その後、950°Cの電気炉で約5時間空気中で焼成した。焼成物は、その後自然冷却の後、取り出した。焼成物を再び乳ばちで粉砕し、 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ の粉末を得た。

2-2 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ の抵抗-温度特性

2-1の方法により作製した粉末を、圧縮し(試料圧力 2.0×10^3 [kg/cm²]) 固めそれを再び電気炉を用いて950 [°C] で約4時間空気中で焼結した。長さ9.8mm、幅1.8mmの小片に焼結させたものを用いて抵抗温度特性を測定した。測定は4端子法で行なった。

Fig. 2-2-1に測定装置の概要を示す。両端より定電流電源を用いて1 mAの電流を流し、中間の2点での電位差を測定した。測定範囲は、液体窒素温度77 [K] より、273 [K] の間で行なった。測定は、試料を一度77 [K] まで下げ、その後温度を上昇させたときの電位差の変化を測定した。温度の測定には半導体温度センサと銅コンスタンタン熱電対を用いた。半導体温度センサ

(ANALOG DEVICES社製 AD590) には 6 [V] の電圧を印加し、その時の電流値が絶対温度として 1 [$\mu\text{A}/\text{K}$] で読み取れるものを用いた。

Fig. 2-2-2のグラフは測定結果であり、横軸に温度 [K]、縦軸に電位差 [μV] を示している。グラフより、92 [K] の値から電位差に変化が現れてきているのが読み取れる。91 [K] 以下の

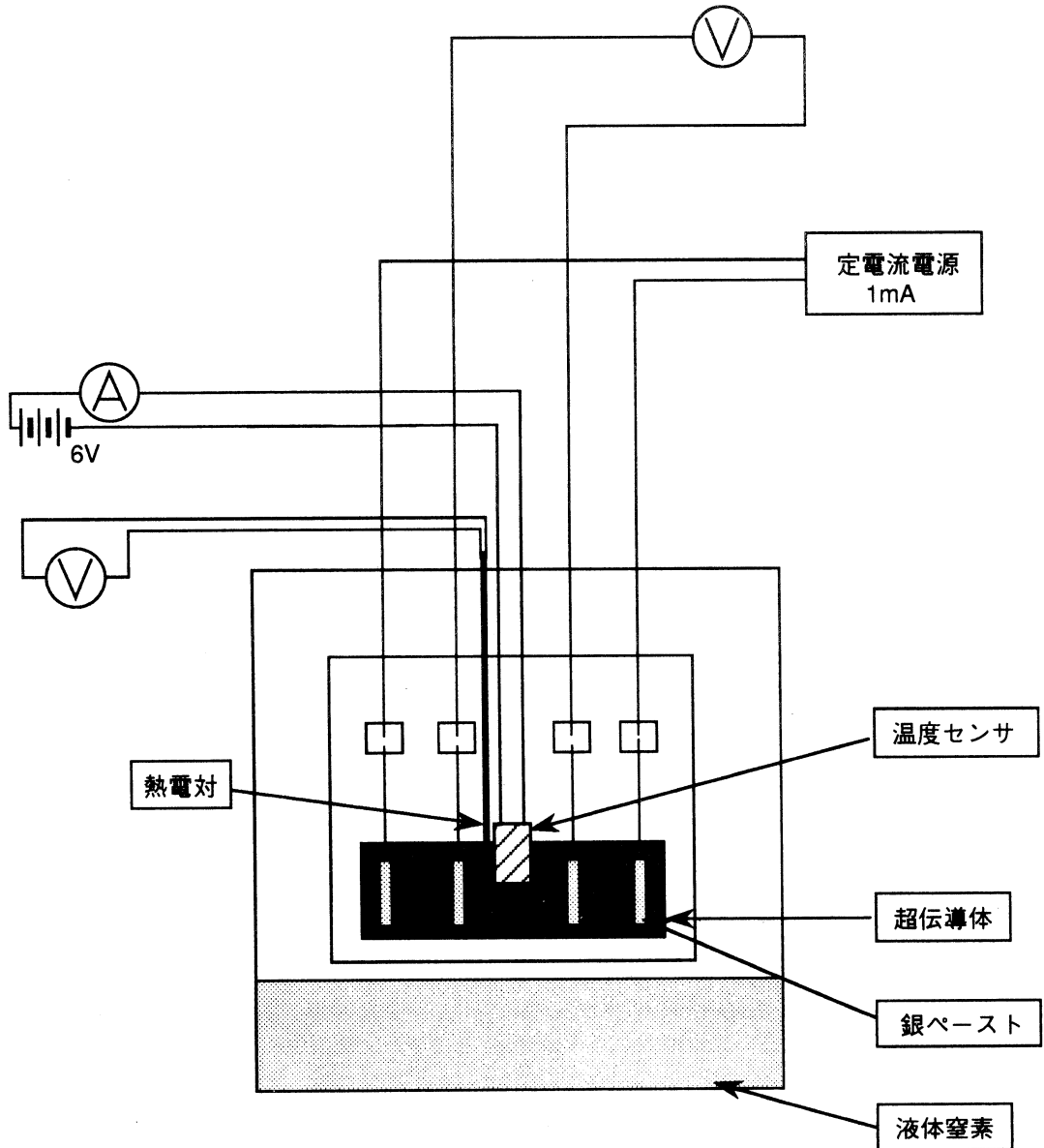


Fig. 2-2-1 抵抗温度特性測定装置の概略図

温度では電位差は 0 であり, 92 [K] から電位差が現れ, 92 [K] の T_c (T_c onset) を確認した。

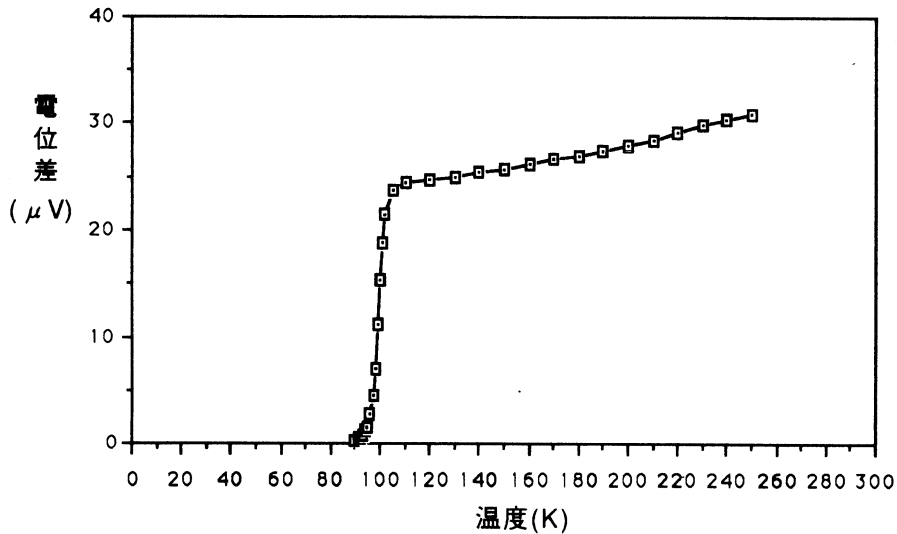


Fig. 2-2-2 超伝導体の抵抗-温度特性

2-3 $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ の超伝導特性

2-2で用いた小片と同じく製造した小片の帯磁率の温度変化を測定した。測定装置は, QUANTUM DESIGN社製のSQUID帯磁率測定装置である。この装置は, 温度の下限が2.0 [K] であり, 磁場の上限が50000 [G] である。試料の大きさとしては数mg程度のものでも測定が可能である。

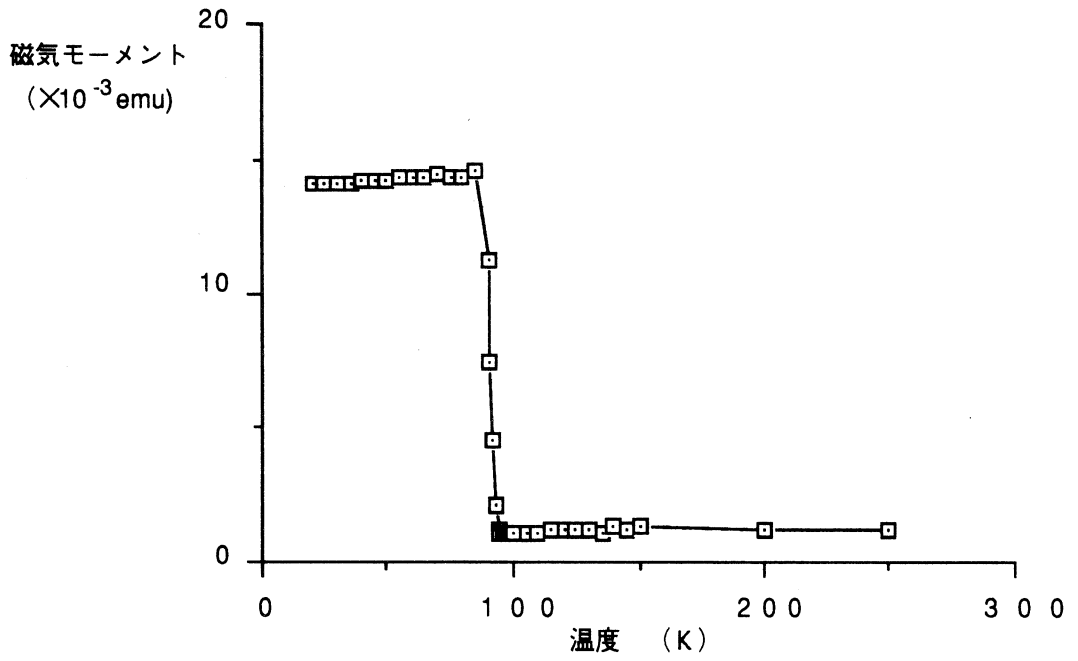
今回の測定は, 0 [G], 10 [G], 100 [G] での温度変化に対する磁気モーメントを測定し, T_c の変化を求めた。(Fig. 2-3-1)

Fig. 2-3-1(a), (b), (c)のグラフは, 横軸は温度 [K], 縦軸は磁気モーメント [emu] を示している。グラフより, 外部磁場を印加していない時 (0 [G]) と, 外部磁場を印加している時 (10 [G], 100 [G]) では, 磁気モーメントは反転していることがわかる。これは装置の残留磁気によるものであり, 本来は10 [G], 100 [G] のような変化をするものと考えられる。

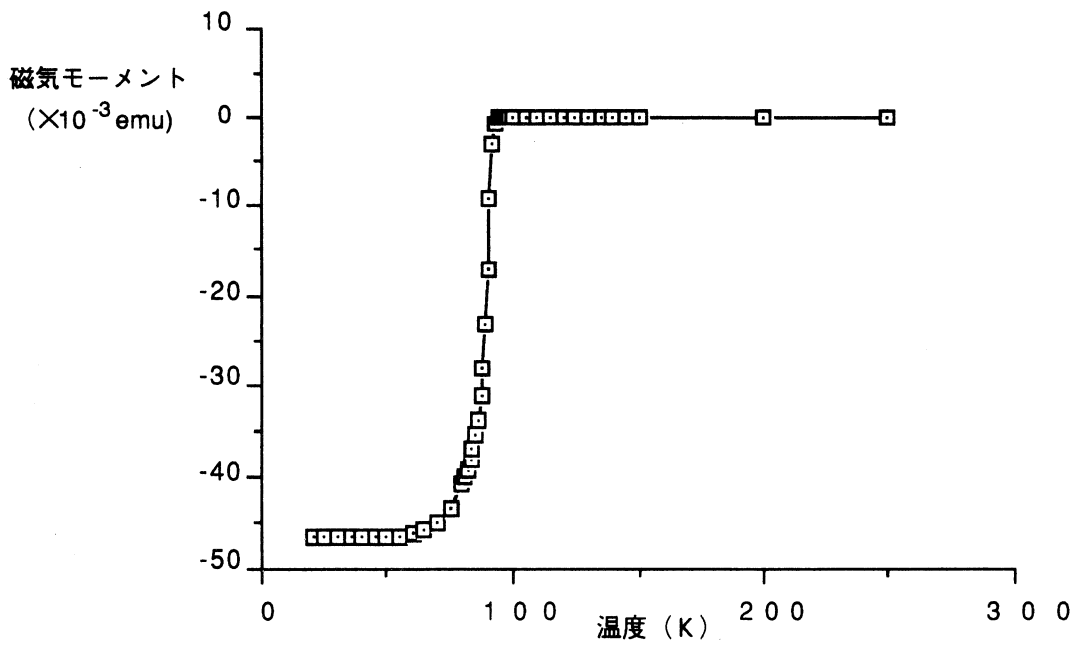
Fig. 2-3-1(d)のグラフは, 横軸は印加磁界 [G], 縦軸は T_c [K] を示したグラフである。このグラフより, 外部磁場を印加することによって T_c が低下するのが分かった。

次に, 一定温度 (77°K) で磁場を変化させ, そのときの磁気モーメントの変化を求めた。(Fig. 2-3-2)

Fig. 2-3-2の2つのグラフは, 横軸は印加磁界 [G], 縦軸は磁気モーメント [emu] である。これは, 1連の測定結果であるが測定結果全体のグラフでは H_{c1} を求めることができないため, H_{c1} 付近でのグラフを抜き出した。(Fig. 2-3-2(a)) また, この測定装置は 5.0×10^4 [G] までの磁界しか印加できないため, H_{c2} はグラフを線形に外挿し, 磁気モーメントが 0 となる点を読み

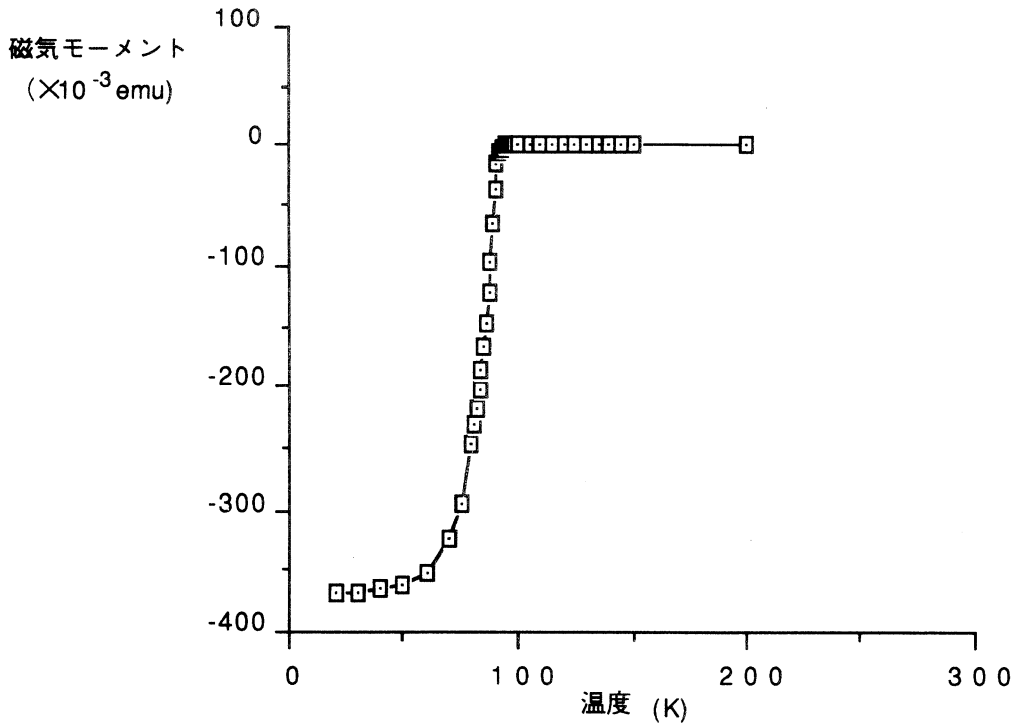


(a) 0 gauss

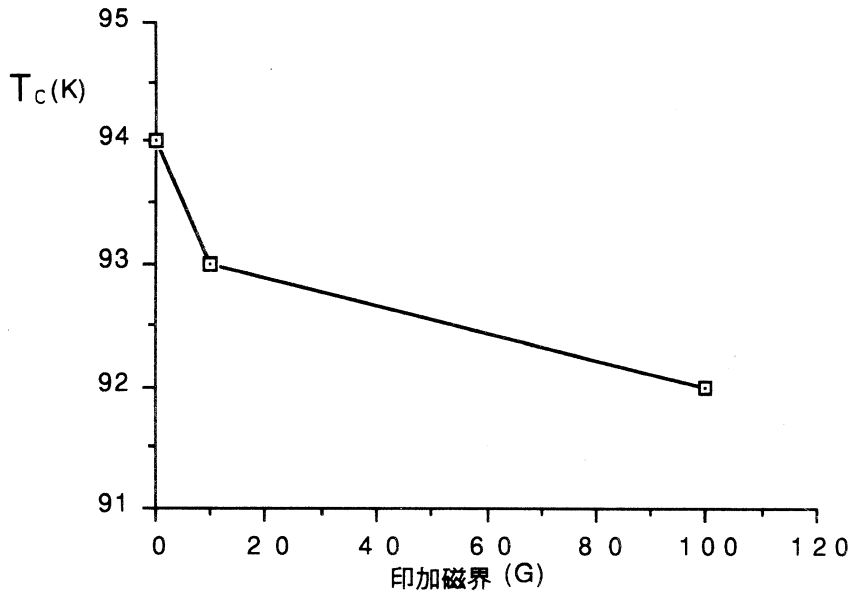


(b) 10 gauss

Fig. 2-3-1 帯磁率の温度特性

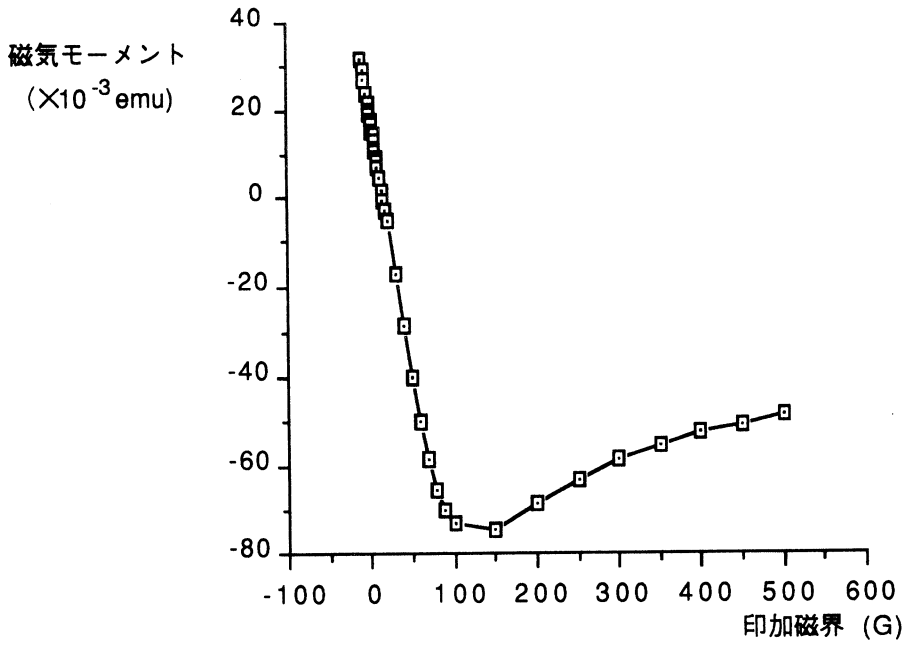


(c) 100 gauss

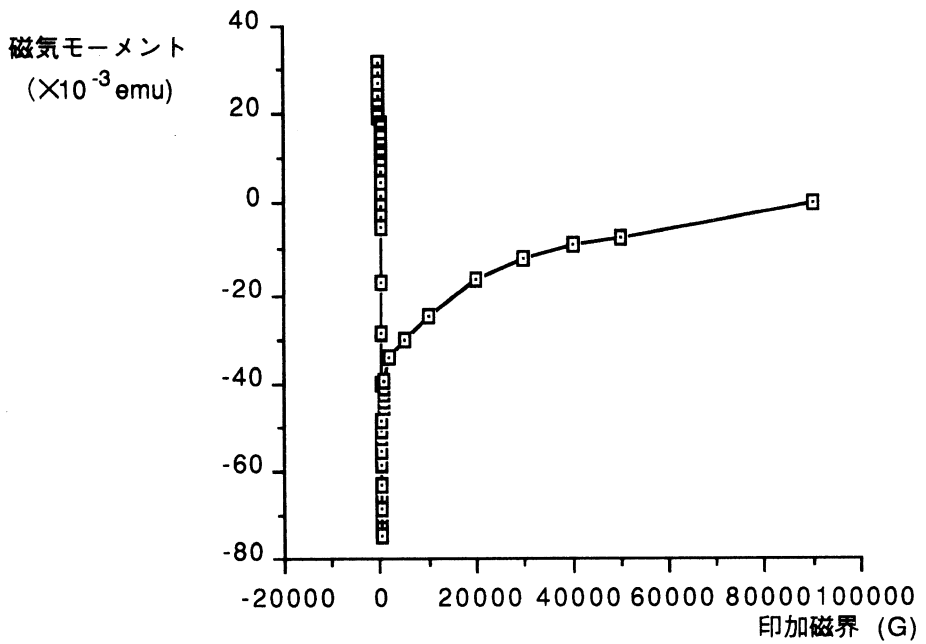


(d) T_c の変化

Fig. 2-3-1 帯磁率の温度特性



(a).



(b)

Fig. 2-3-2 超伝導特性

取った。(Fig. 2-3-2(b)) H_{c1} はグラフより線形性の崩れるところが本来の値となるが、数値が小さいため今回は磁気モーメントの最も下がった値を読んだ。そのため正確な H_{c1} よりは大きな値となっている。

$$H_{c1} = 150 \text{ [G]}$$

$$H_{c2} = 9.0 \times 10^4 \text{ [G]} \text{ となった。}$$

第3章 測定原理と実験装置

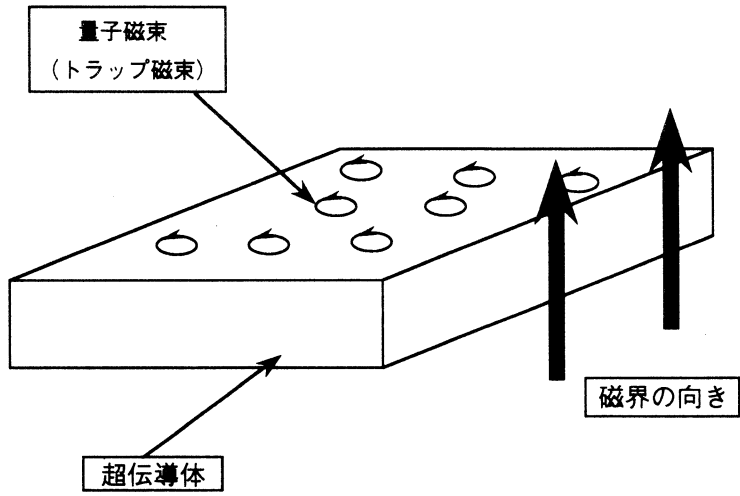
3-1 測定原理

本研究における磁気センサは、フラックスゲート型磁束計に似ている。フラックスゲート型磁束計は、強磁性体の非線形な磁化の結果として生じる第2次高調波を用いている。この超伝導磁束計は、第二種超伝導体に見られる非線形な磁化が強磁性体のそれと似ていることによる。

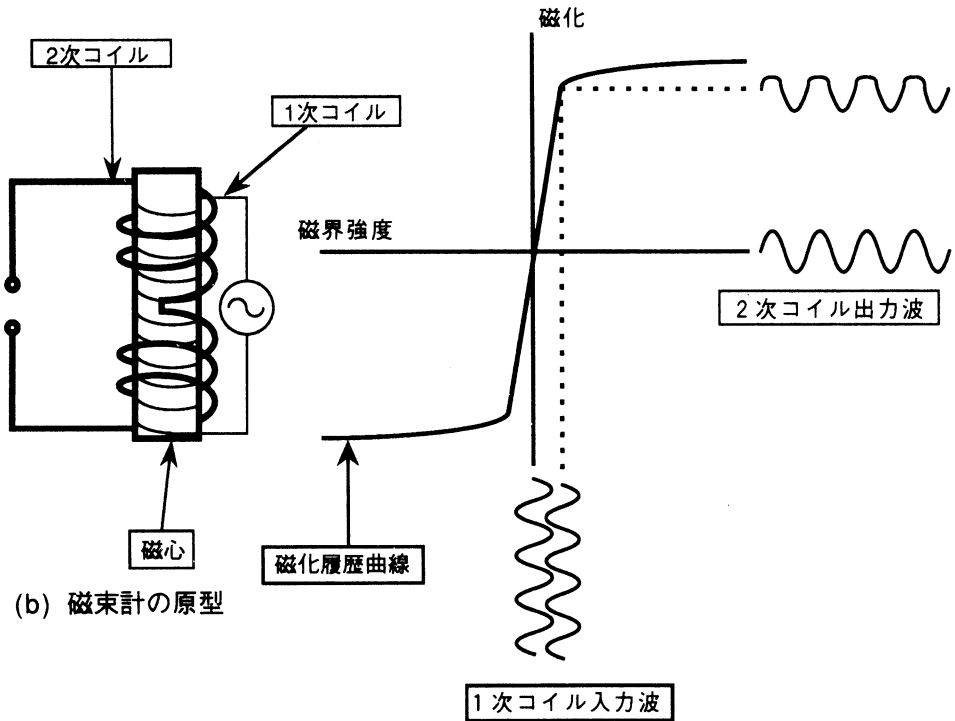
従来のフラックスゲート型磁束計の原理は、磁性材料を交流磁界で対称かつ周期的に励磁して被測定磁界に置けばその透磁率及び磁束の波形が変化することを利用している。これは、無磁界中では磁性体の磁気曲線が正弦波外部磁界によって対称に振られるが、測定磁界中では対称性が破れ、第2次高調波が現れる。この現象を用いて比較的弱い磁界を測定する方法がフラックスゲート型磁束計である。

本研究で用いる超伝導体は、 $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ の酸化物超伝導体である。これは通常の金属超伝導体と同様に特定の磁場 (H_{c1}) 以上で内部に磁場が入り込み、超伝導体特有の完全反磁性状態が崩れてくる。この際、酸化物超伝導体の焼結物であると、 H_{c1} より小さい磁場中で少しずつ磁束が入り始める。内部に侵入した磁束は量子磁束 Φ_0 ($\Phi_0 = 2.07 \times 10^{-15} \text{ Wb}$) 単位でトラップ磁束となる (Fig. 3-1(a))。この弱磁場中のトラップ磁束は外部磁場により移動することができる。これは、強磁性体材料における磁気スピンの向きが外部磁界により偏向すると相似関係にあると言ってよい。酸化物超伝導体におけるこのような現象の特徴は強磁性体中の現象と異なり、極めて小さな外部磁場において発生することである。そのため従来のフラックスゲート型磁束計よりも感度が上がることが期待される。

この磁束計で実際に測定するのは、検出コイルに現れる第2次高調波である。この第2次高調波の発生原理は次のようなものである。磁心に1次コイルとその上に2次コイルを巻く (Fig. 3-1(b))。2次コイルは一方向にコイルを巻き、途中よりそれとは正反対の方向にコイルの巻く向きを変える。コイルは互いに逆向きに同数巻かれたものがつながった形になる。1次コイルは超伝導体に励振磁界を印加するものであり、2次コイルは超伝導体内部の磁束の変化を読み出すものである。1次コイルの励振磁界が2次コイルに直接結合するのを防ぐため、途中から逆向きにしている。1次コイルに励振磁界を印加すると、Fig. 3-1(a)より、磁心の磁化特性がFig. 3-1(c)となる。これは、横軸が磁界強度であり、縦軸が磁化である。外部磁界を印加しないときは、



(a) 超伝導体内のトラップ磁束



(b) 磁束計の原型

(c) 第2次高調波発生原理

Fig. 3-1 実験原理

1次コイルの入力に対する2次コイルの出力は奇関数である。これに対し、外部磁界を印加したときには2次コイルの出力は偶関数成分が生じる。これが第2次高調波として現れる。この第2次高調波の変化が、外部磁界の変化を示し、磁束計としての機能をすることになる。

3-2 実験装置

磁気的な影響をできるだけ少なくするために試料ホルダーその他を木材もしくはアルミによって製作した。外部より磁場を加えるには、ヘルムホルツコイルを用いた。

ヘルムホルツコイルの半径 $a=0.24$ [m] 巻数 $n=250$ 回 (Fig. 3-2(b))

これにより中心磁場が

$$H=0.746 i \text{ [G]} \quad (i \text{ は電流値})$$

で得られる。

ヘルムホルツコイルに流す電流は、直流では電源 (Metromix社412-125) により最大9.0 [A] 流すことができる。このときの直流磁場は最大6.7 [G] であった。

また、交流では交流増幅器 (最大出力100W) により最大1.6 [A] 流すことができ、この時の交流磁場は最大1.2 [G] であった。

超伝導体の試料は、直径1.2cm、高さ2.5cmの円柱状のものを用いた。これに、1次コイル (励振用) ;200回、2次コイル (検出用) ;50×2回を巻いた。(Fig. 3-2(c))

OSCILLATORより正弦波電流 (f_0) を1次コイルに印加する。この時、OSCILLATORの負荷駆動能力が小さいためAMPで増幅した。2次コイルに現れる信号とLOCK-IN-AMPで2次高調波 ($2f_0$) のみを取り出す。この時、OSCILLATORより現れる基準信号 (f_0) をFUNCTION GENERATORに印加して $2f_0$ を発生し、参照信号としてLOCK-IN-AMPに入力し、2次コイルからの $2f_0$ 成分を検出する。その差を検出する。測定時に、励振電圧と検出信号をOSCILLOSCOPEで読み取った。(Fig. 3-2(c))

第4章 実験方法と結果

4-1 直流磁界の変化

ヘルムホルツコイルによって直流磁界を地磁気と反対方向に0~6.5 [G] 印加して測定を行った。

このとき励振用コイルは1kHzの周波数の交流を20 [mV] ~0.2 [V] の間で電圧を変化させた (励振磁界 12.4×10^3 [A/m] ~ 124.4×10^3 [A/m])。このときの第2次高調波成分の電圧を測定した。全体的に地磁気を打ち消す方向に磁界がかかっているときは検出電圧の差が大きくなった。(Fig. 4-1-1)

Fig. 4-1-1の2つのグラフは励振電圧が異なるのみで、同じグラフである。このグラフは、横軸が印加磁界 [G]、縦軸が検出電圧 [μ V] である。グラフの全体に共通する点は、0 [G] ~

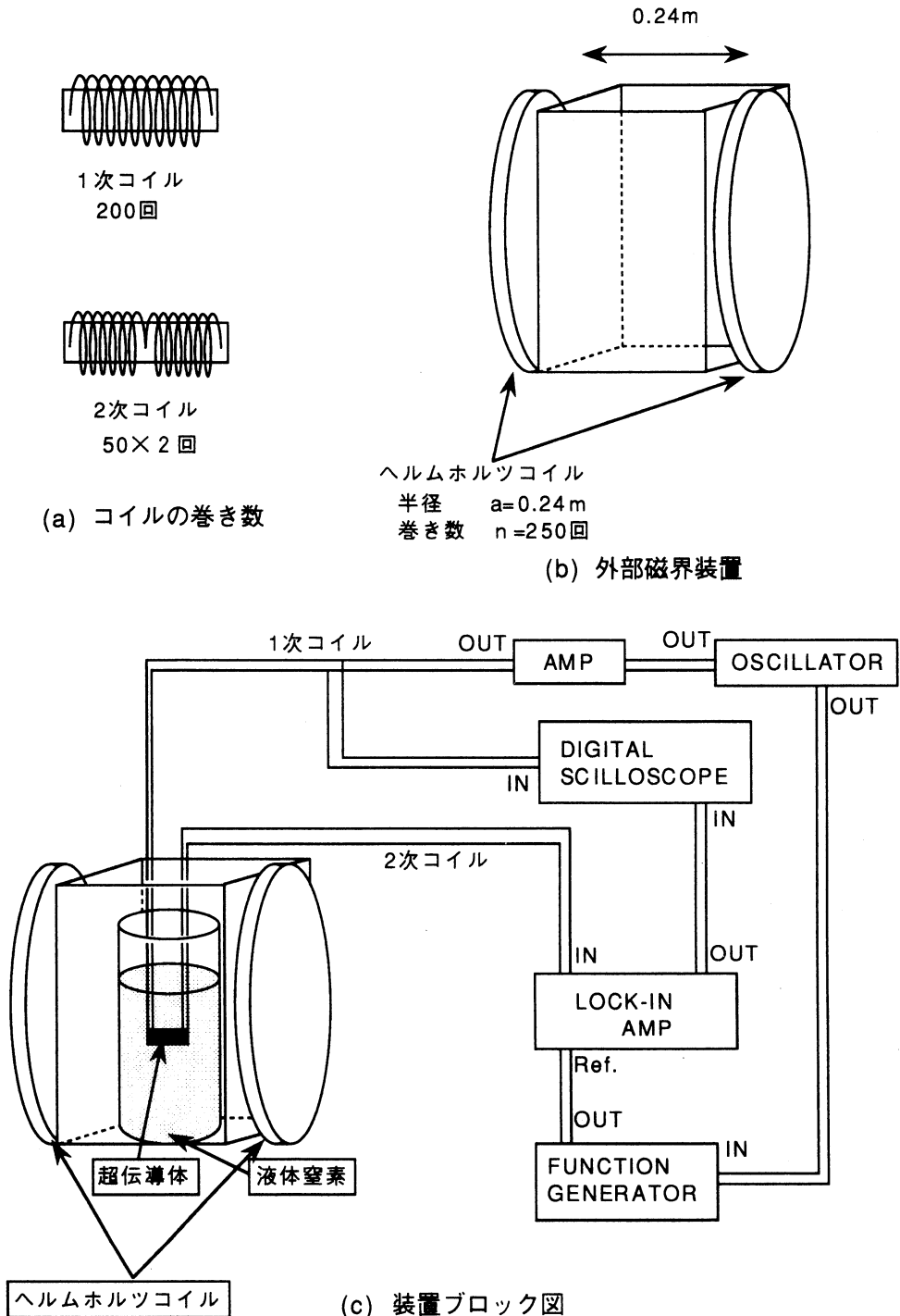


Fig. 3-2 実験装置

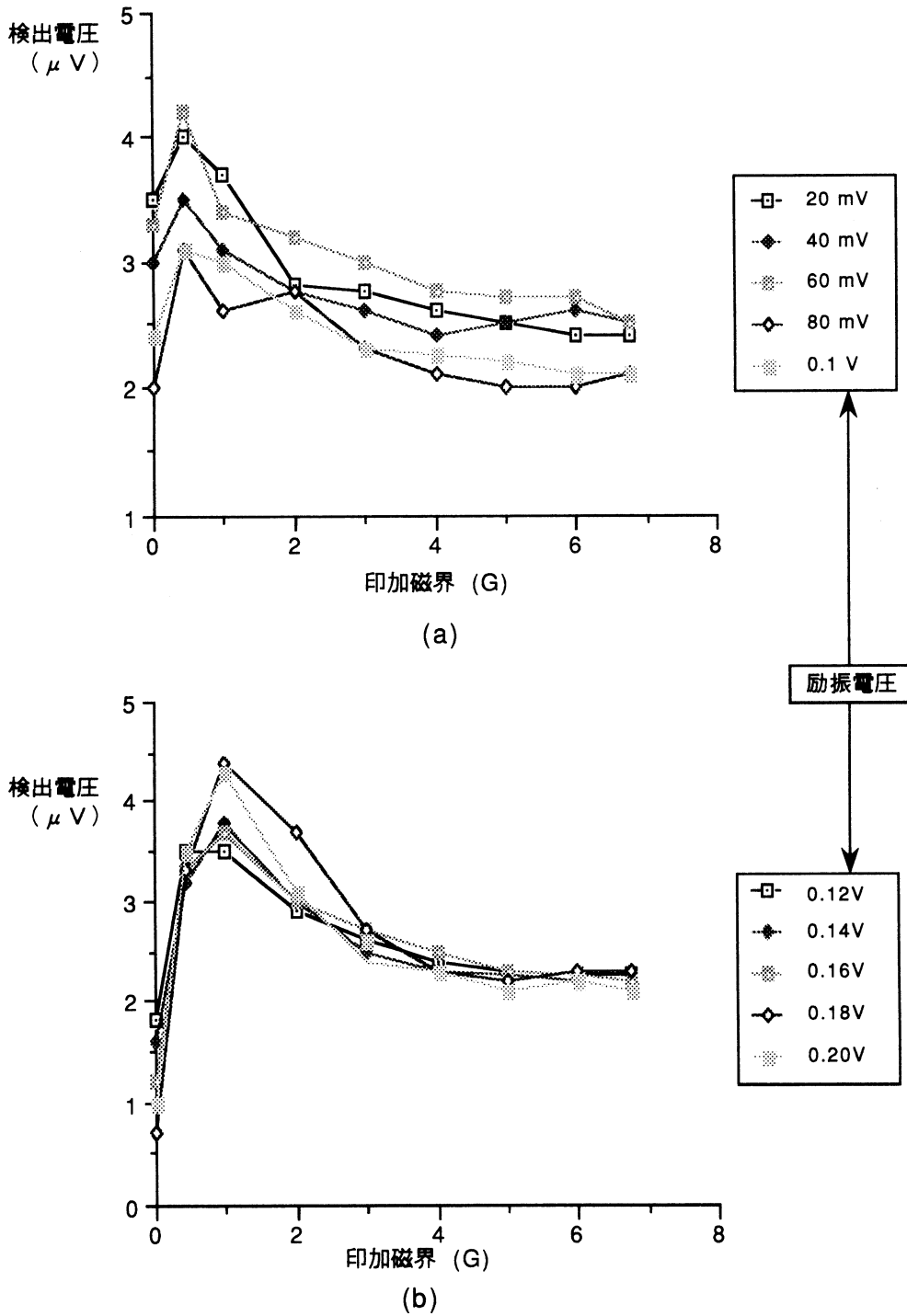
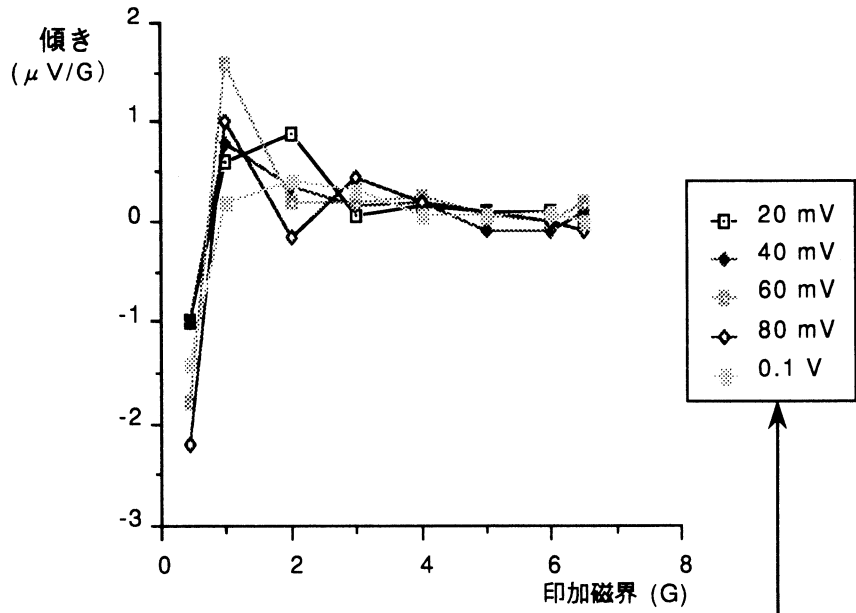
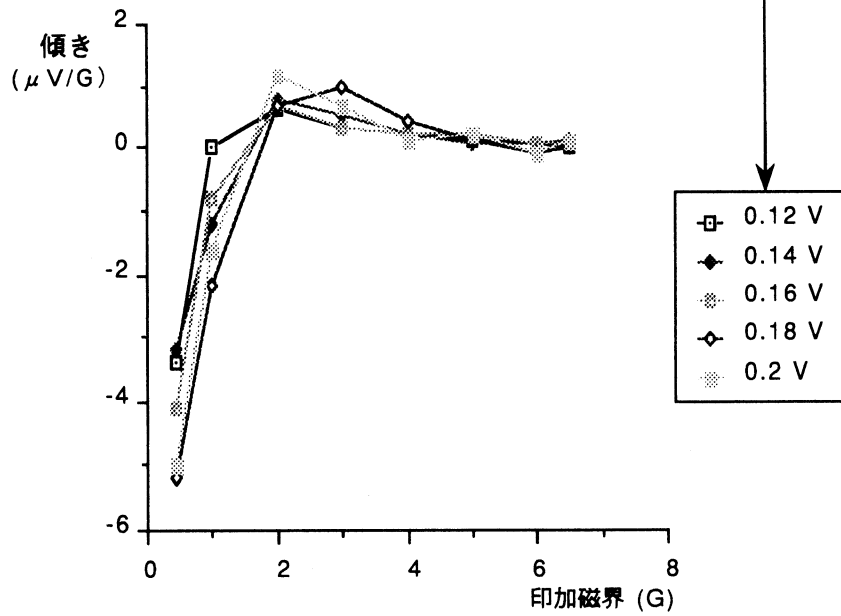


Fig. 4-1-1 直流磁界での測定結果



(a)



(b)

Fig. 4-1-2 出力電圧の変化 (傾き)

0.5 [G] での変化が最も大きいことである。この時、検出電圧は増加し、それ以降では検出電圧は減少し、また、6.5 [G] の磁界を印加したときには、全体的にほぼ同じ値であった。

0.5 [G] の磁界を印加した時に最も検出電圧が大きかったことと、地磁気 (0.3 [G] ~0.5 [G]) を打ち消した 0 [G] 付近の領域で感度が高くなることを示している。また、6.5 [G] の外部磁界を印加したときには、超伝導体内部のトラップ磁束が飽和したため、全体的にほぼ同じ値の検出電圧となった。0.2 [V], 0.18 [V] のとき特に 0 [G] ~0.5 [G] での変化が大きかったが、3 [G] 以上の磁界に対しては他の場合と同様に変化が見られなかった。

次に、磁界の変化に対してのグラフの傾きを調べた (Fig. 4-1-2)。この傾きの大きなものほど磁束計としての感度が高いと言える。

グラフは、横軸は印加磁界 [G] であり、縦軸は傾き [$\mu\text{V}/\text{G}$] である。このグラフから、0 [G] ~1.0 [G] までは傾きの変化が大きいが、それ以上の磁界では変化が小さい。このことは、微小磁場の検出に有効なことを示している。励振電圧が0.18 [V] の時、傾きが最大であった。このときの傾きは、5.0 [$\mu\text{V}/\text{G}$] であった。

4-2 交流磁界での変化

ヘルムホルツコイルに100Hzの交流磁界を0.1~1.2 [G] 印加して測定を行なった。この時、励振用コイルに10kHzの交流を0.1 [V] ~3.0 [V] の間で変化させた (励振磁界 62.2×10^3 [A/m] ~ 1.8×10^6 [A/m])。この時の第2次高調波成分の電圧を測定した。(Fig. 4-2-1)

Fig. 4-2-1のグラフは、横軸は印加磁界 [G]、縦軸は検出電圧 [V] である。励振用コイルに印加する電圧は、0.8 [V] をピークに感度が低下した。印加電圧が0.1 [V], 0.3 [V], 3.0 [V] では検出電圧はほぼ一定となった。また、0.7 [V], 0.8 [V], 0.9 [V] での検出電圧は同様の変化を示した。0.7 [V], 0.8 [V] では0.7 [G] 以上の磁界がかかると内部にトラップ磁界が発生するため磁場が入り込めなくなる。そのために検出電圧の変化が小さくなった。

次に、磁場の変化に対してのグラフの傾きを調べた結果をFig. 4-2-2に示す。この傾きが大きいものほど外部磁界に対しての感度が優れていると言える。グラフは、横軸は印加磁界 [G] であり、縦軸は傾き [V/G] である。この測定では、直流磁界の測定時とは異なり、出力電圧を外部出力端で読み取ったため、出力電圧が2万倍されている。この測定では、直流磁界の時と同様に地磁気付近までの磁界に対して敏感に反応した。また、励振電圧は大きすぎると感度が低下した。この測定でも、小さな磁場の時に、検出する信号の傾きが大きかった。地磁気付近での微小磁場を測定するのに有効なことを示している。励振電圧が0.8 [V] の時、傾きが最大であった。このときの傾きは、4.0 [V/G] であった。

4-3 磁気ノイズスペクトラム

外部磁界を印加せず、検出コイルより現れる信号についてSPECTRUM COMPARATOR (小野測器CF310) で周波数スペクトラムを分析した。(Fig. 4-3)

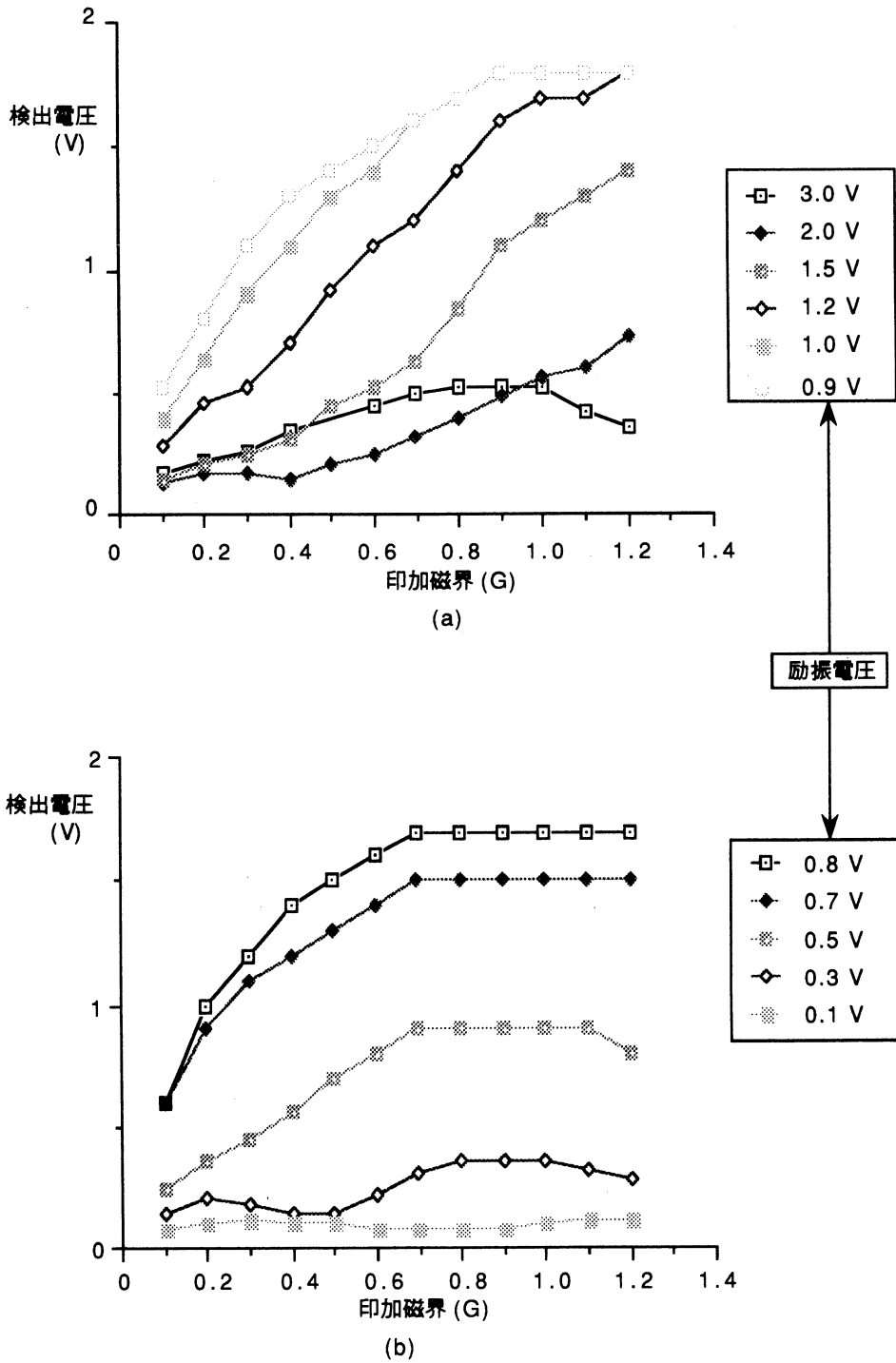


Fig. 4-2-1 交流磁界での測定結果

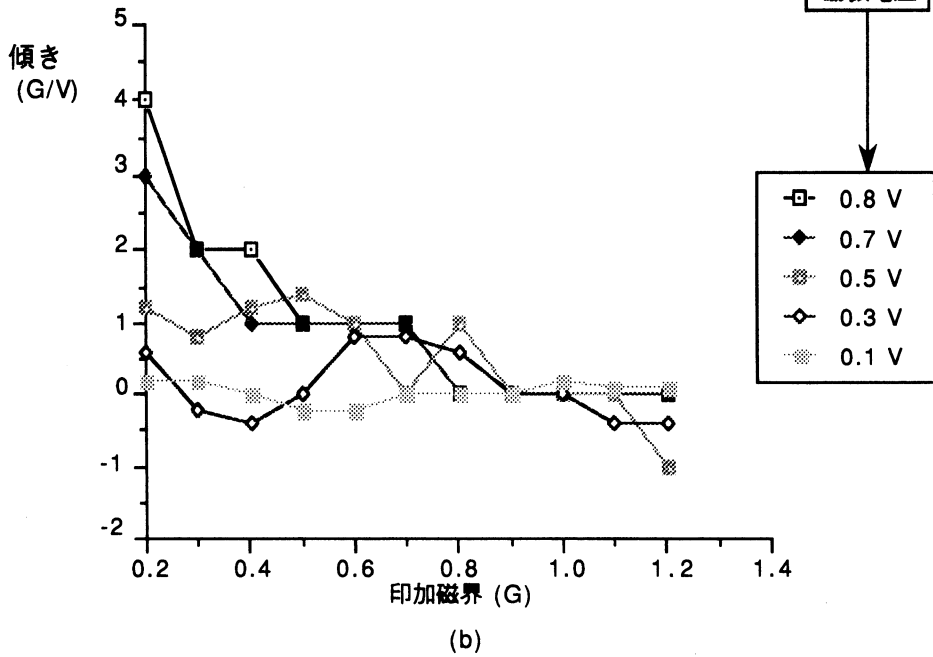
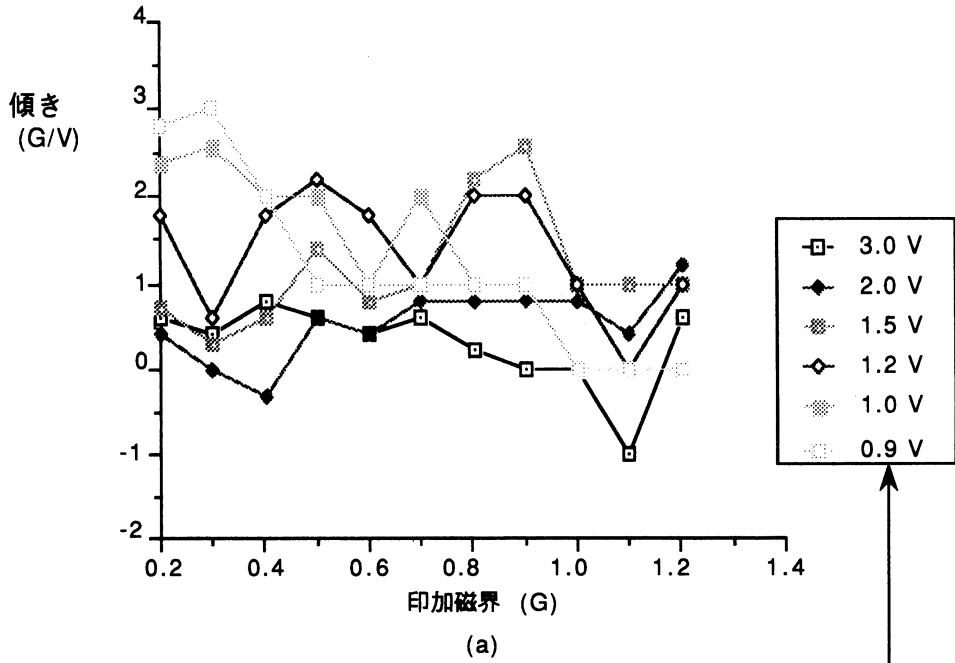


Fig. 4-2-2 出力電圧の変化 (傾き)

写真の横軸は周波数の対数をとったものであり、これは2.5Hz～500Hzの周波数帯域を測定した。縦軸は、検出電圧をdBにしたものである。

写真の左側の信号は地磁気である。これより、測定される雑音として最大のものは、地磁気の直流成分である。地磁気の直流成分から一様に現れている信号は $1/f$ 雑音である。これら以外に所々現れている雑音は、50Hzの高調波である。50Hzの高調波は、観測できたもので最大250Hzであった。

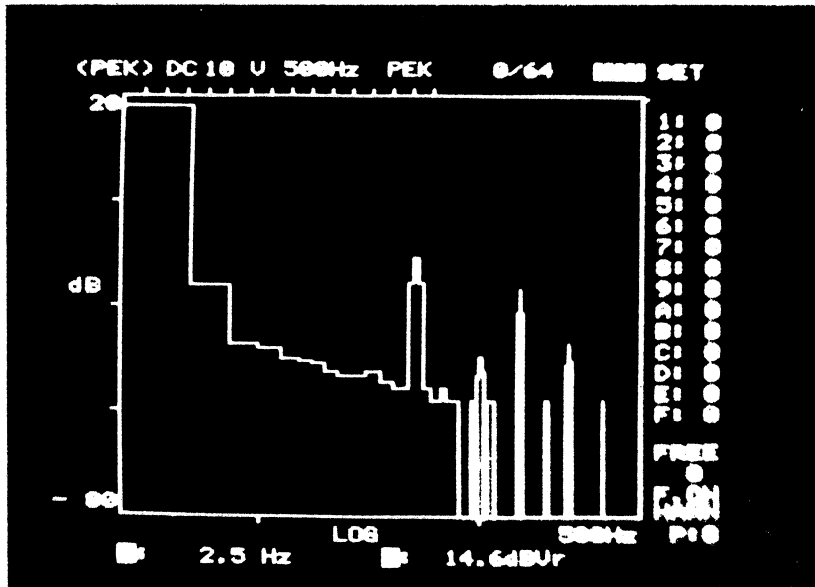


Fig. 4-3 磁気ノイズスペクトラム

4-4 長時間安定性

外部磁界を印加しない状態で検出コイルからの出力電圧をレコーダーに入れ、24時間の連続測定を行ない、安定性を検討した。

測定の結果24時間全体としては、一定の地磁気のみであるが、部分的に他の雑音が入り込むことがある。この雑音は、長時間入るのではなく、短時間のものが数多く入った。これは、電源ノイズと思われるがその原因究明にはいたっていない。

第5章 考 察

これまでの測定より、以下のことをまとめることができる。

- 市販されているフラックスゲート型磁束計より高い感度であることがわかった。
市販されているセンサーの感度は、2.0 [V/G] であるのに対し、今回の実験では、最大4.0 [V/G] の感度を示した。

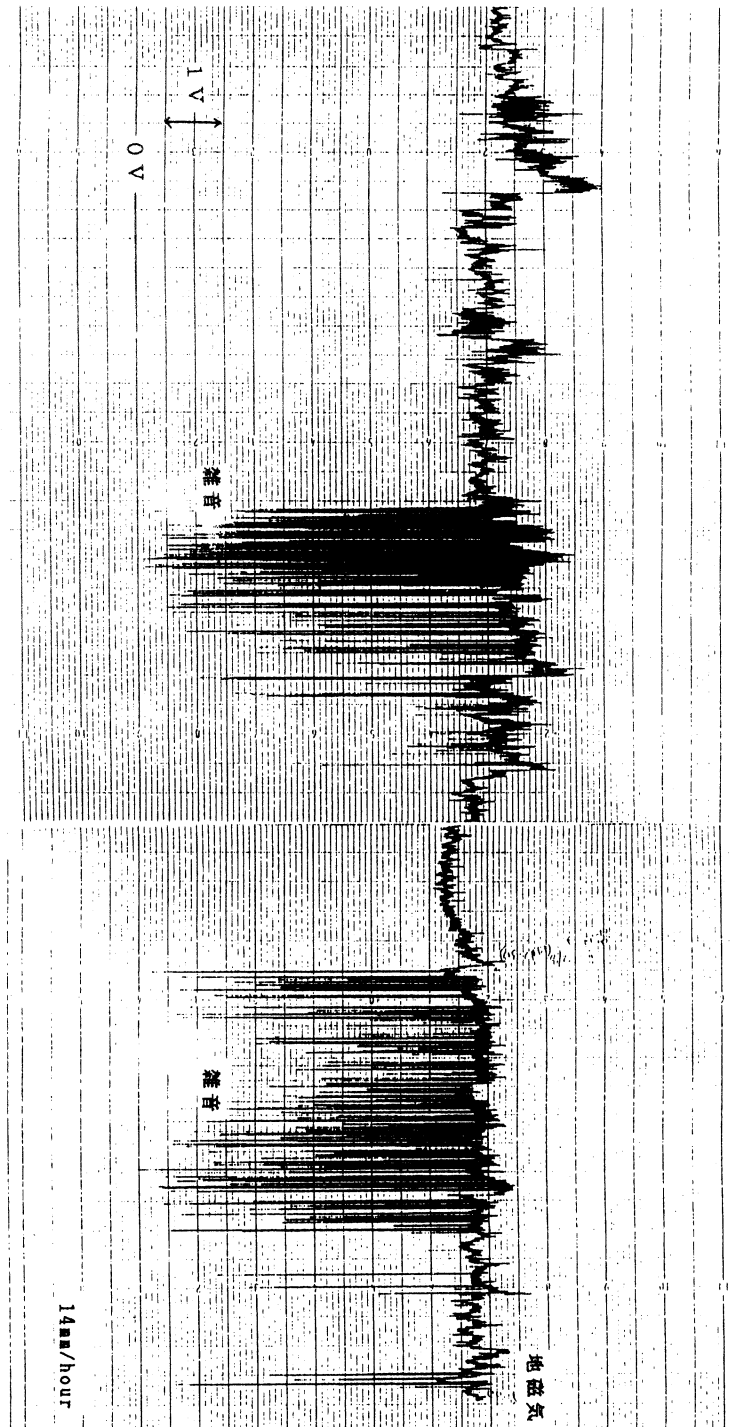


Fig. 4-4 長時間測定の結果

- 磁界が小さいほど感度が高かった。

地磁気付近 (0.1 [G] ~0.8 [G]) までの信号に対してはほぼ一定の感度で反応する。
それ以上の磁場では、磁束がトラップするため感度が低下した。

- 交流磁場に対する周波数特性が良い。

周波数特性の精密な測定は行なっていないが、商用電源 (50Hz) の5倍高調波まで検出しており、変調周波数を上げればさらに向上すると考えられる。

また、今後の課題として以下の改良によって感度をあげることができる。

- 地磁気、雑音の影響を最小限のものにする。

広い場所、磁性材料のないところで測定を行なう、
磁気シールドを施す

- 信号のフィードバックを行なう

低磁界中の高感度特性のままダイナミックレンジを広げることができると考えられる。

これらのことにより市販されているフラックスゲート型磁束計より感度が向上すると考えられる。

参 考 文 献

- 1) 酸化物超伝導体の化学：笹木 和雄・北沢 宏一編 講談社 (18. 硝酸塩法による粉末製造：西岡 洋一)
- 2) J. R. Buckley, Neeraj Khare, G. B. Donaldson, A. Cochran and Zhu Hui
USE OF A BULK HIGH TC MAGNETOMETER FOR NON DESTRUCTIVE EVALUATION
IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 27, NO. 2, P3501, MARCH 1991
- 3) J. C. Gallop, S. Lilleyman, W. J. Radcliffe and M. Stewart
A NOVEL HTS MAGNETOMETER, EXPLOITING THE LOW j_c OF BULK YBCO
IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 25, NO. 2, P896, MARCH 1989
- 4) Meir Gershenson
HIGH TEMPERATURE SUPERCONDUCTIVE FLUXGATE MAGNETOMETER
IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 27, NO. 2, P3055, MARCH 1991
- 5) 磁気工学の基礎 I：太田 恵造 著 共立全書
- 6) 超電導入門：A. C. ローズ-インネス, E. H. ロディリック 著 島本 進, 安河 内昂 訳