

## 走査型磁気顕微鏡を用いた超伝導テープ線材の局所電流分布計測におけるセンサー試料間距離の導出法に関する検討

塩原，敬

九州大学大学院システム情報科学府電気電子工学専攻博士後期課程

奥村，慶太郎

九州大学大学院システム情報科学府電気電子工学専攻修士課程

東川，甲平

九州大学大学院システム情報科学府電気システム工学部門

木須，隆暢

九州大学大学院システム情報科学府電気システム工学部門

<https://doi.org/10.15017/26518>

---

出版情報：九州大学大学院システム情報科学紀要. 18 (1), pp.19-24, 2013-01-25. 九州大学大学院システム情報科学府

バージョン：

権利関係：

# 走査型磁気顕微鏡を用いた超伝導テープ線材の局所電流分布計測における センサー試料間距離の導出法に関する検討

塩原敬\*・奥村慶太郎\*\*・東川甲平\*\*\*・木須隆暢\*\*\*

## Estimation Method of the Distance between the Sensor and the Sample in Local Current Distribution Measurement in Superconducting Tape based on Scanning Hall-probe Microscopy

Kei SHIOHARA, Keitaro OKUMURA, Kohei HIGASHIKAWA and Takanobu KISS

(Received November 22, 2012)

**Abstract:** Scanning Hall-probe microscopy is a very powerful technique for the characterization of local properties in superconducting tape. On the other hand, the quantitative results can only be obtained with a known distance between the Hall-sensor and the sample. In this study, we have proposed an estimation method of such a distance without any gap sensor. Considering the boundary condition that current should be zero outside of the sample, we have succeeded in estimating such a distance only from a measured distribution of magnetic field. This method will be a key technology for the characterization of long superconducting tapes by reel-to-reel magnetic microscopy where there would be some possibility of fluctuation of the distance due to vibration at a high-speed measurement.

**Keywords:** Characterization of superconducting materials, Visualization of critical current distribution, Scanning Hall-probe microscopy, Superconducting coated conductor

### 1. はじめに

超伝導線材は、省エネルギー化や CO<sub>2</sub> 削減に大きく貢献できる技術として、送電ケーブル、風力発電機、電動機等への応用が期待されている<sup>1)</sup>。しかし、現在実用化されている Nb-Ti 等の金属系超伝導線材は、液体ヘリウム冷却 (4.2 K) などの非常に高コストな冷却システムを必要とし、産業用としての更なる普及が困難な状況にある。近年、この問題に対して、安価な液体窒素 (77 K) 冷却で超伝導状態となる高い臨界温度 ( $T_c$ ) を有し、高磁場・高臨界電流密度特性を有する希土類系高温超伝導線材の研究開発が国内外で精力的に進められている<sup>1)</sup>。希土類系高温超伝導線材の作製プロセスは多岐に亘っており、主となる超伝導層の作製方法にも、パルスレーザ蒸着 (PLD) 法、塗布熱分解 (MOD) 法や有機金属気相化学蒸着 (MOCVD) 法等があり、世界中で熾烈な研究開発競争が繰り広げられている<sup>2)</sup>。

一方、超伝導線材の機器応用に際しては、km 長級の長尺線材が必要となるが、特に欠陥等に起因する特性の局所不均一性により試料が焼損してしまう可能性もあることから、線材作製プロセスにおいては、超伝導特性の均一性の確保が極めて重要な開発項目となっている<sup>2)</sup>。従って、局所不均一性の発生メカニズムを解明するため、欠陥の分布、種類等を把握することは、線材作製プロセス開発にとって重要な情報となる。これまで、長尺線材の臨界電流 ( $I_c$ ) の評価方法としては、四端子法による直接通電法等が一般的に用いられているが、この評価手法では電圧端子間で平均化された情報しか取得できないため、局所特性の把握は困難

である。一方、長手方向の局所  $I_c$  分布の評価手法として固定式多チャンネルホール素子を用いて線材の磁化を測定する手法 (TAPESTAR<sup>TM</sup>) が挙げられる<sup>3)</sup>。しかしながら、この手法では線材長手方向の 1 次元の  $I_c$  分布の評価は可能であるが、線材幅方向の分布に関しては評価ができないという問題がある。更に、線材長手方向及び幅方向の 2 次元での均一性評価手法としては磁気光学イメージング (Magneto-Optic Imaging, MOI) が挙げられるが、この手法では局所欠陥の検出は可能であるが、測定速度が遅く、臨界電流値の定量評価にはセンサ膜の校正が必要であるという問題がある。このように、現状の評価技術においては、充分な空間分解能を有し、且つ高速に 2 次元面内の局所特性の評価を行える技術が確立されていない。線材特性向上のためのフィードバックならびに実用長尺線の品質管理の観点から考えると、線材の臨界電流の定量的評価のみならず、局所欠陥の検出や試料不均一性についての情報を高速に得られる事が極めて有用となる。

そこで我々は、高感度な微小ホール素子を磁気センサとして使用し、高速走査することで定量的な 2 次元分布を非接触かつ高空間分解能で得られる走査型ホール素子顕微鏡 (scanning Hall-probe microscopy: SHPM) を用いた手法を提案している<sup>4)</sup>。本手法は、計測した 2 次元磁場分布から Biot-Savart 則の逆問題をフーリエ変換を用いて解くことにより、線材内の 2 次元臨界電流密度分布を得るという手法である。ただし、上記の測定では、ホール素子と線材表面間の距離 (Lift-off 距離) が既知である必要がある。固定基板上に線材を設置して測定することが可能な短尺線材に関しては、測定時の振動やドリフトなどを無視することができるため、Lift-off 距離を一定の値として定量評価することができた。しかし、長尺線材評価において、長尺線材を長

平成 24 年 11 月 22 日受付

\* 電気電子工学専攻博士後期課程

\*\* 電気電子工学専攻修士課程

\*\*\* 電気システム工学部門

手方向に搬送させながらホール素子を幅方向に高速走査させるリール式走査型ホール素子顕微鏡<sup>5)</sup> (Reel-to-Reel Scanning Hall-Probe Microscopy: RtR-SHPM) を使用する場合、Lift-off 距離の経時の変化を無視できない可能性があり、Lift-off 距離を一様な値と仮定することが出来ない。また、距離計で Lift-off 距離を評価、制御することも考えられるが、高速測定を実現するためには、距離計を用いずに Lift-off 距離を導出する手法が求められている。

そこで本研究では、測定対象物の外部では電流が流れないという条件に着目し、距離計を用いずに Lift-off 距離を導出する手法を提案する。測定した磁界分布のみから、Lift-off 距離を定量的に評価し、さらに電流分布の解像度を定める Cut-off 波長の導出まで自動導出可能なプログラムを開発することで、実用超伝導線材の局所特性評価手法として有望な RtR-SHPM の核となる基盤技術を確立する。

## 2. 原理及び理論解析

### 2.1 局所臨界電流密度 ( $J_c$ ) 分布評価原理

中心到達磁界以上の充分大きな磁界を印可することにより、テープ線材を磁化し、外部磁界を除去した場合、線材に捕捉された磁束は周回電流（磁化電流）によって保たれる。臨界状態モデルによればこの電流は線材が超伝導状態を保てる上限で流れるため、結果的にこの磁化電流より臨界電流密度 ( $J_c$ ) 分布を得る事ができる<sup>6)</sup>。走査型ホール素子顕微鏡によれば、テープ形状の超伝導線材の表面 ( $x$ - $y$  平面) に対して垂直な ( $z$ ) 成分の磁界 ( $B_z$ ) の 2 次元分布を得ることができる。ここで、本測定で得た磁界分布に対して(1), (2)式のように波数空間で逆問題を解く<sup>3)</sup>。

$$j_x(k_x, k_y, z_0) = -\frac{2i}{\mu_0 d} \frac{e^{kz_0}}{k} k_y b_z(k_x, k_y, z_0) \dots \dots \dots (1)$$

$$j_y(k_x, k_y, z_0) = \frac{2i}{\mu_0 d} \frac{e^{kz_0}}{k} k_x b_z(k_x, k_y, z_0) \dots \dots \dots (2)$$

ここで、 $j_x, j_y$ : それぞれシート電流密度ベクトルの  $x, y$  成分の 2 次元フーリエ変換、 $\mu_0$ : 真空中における透磁率、 $d$ : 電流が流れるテープ面の厚さ、 $i$ : 虚数単位、 $k$ : 波数ベクトルの大きさ、 $k_x, k_y$ : それぞれ  $k$  の  $x, y$  成分 ( $k = \sqrt{k_x^2 + k_y^2}$ ),  $z_0$ : Lift-off 距離、 $b_z$ : 磁界の 2 次元フーリエ変換である<sup>7)</sup>。

両式にフーリエ逆変換を行う事で実空間での臨界電流密度分布に対応するシート電流密度分布が得られる。ここで、測定で得られた磁界分布から電流密度分布を求める際に Lift-off 距離が両式の指数項にあることから、この Lift-off 距離の把握が本手法の定量性確保の鍵を握っていることが分かる。

また、実際の計測では測定した磁界分布にノイズが含ま

れる。このノイズ成分も両式の指数項により増幅され、高調波成分ほどその影響は大きくなる。そのため、ローパスフィルタとして窓関数を両式にかけ、ノイズによって増幅された高調波成分を切り捨てる必要がある。本測定ではハニング窓を使用した。ハニング窓関数は次式で表される。

$$w(k) = \begin{cases} \frac{1}{2} \left( 1 + \cos\left(\frac{\pi k}{k_{\text{cut-off}}}\right) \right) & \text{for } (k \leq k_{\text{cut-off}}) \\ 0 & \text{for } (k > k_{\text{cut-off}}) \end{cases} \dots \dots \dots (3)$$

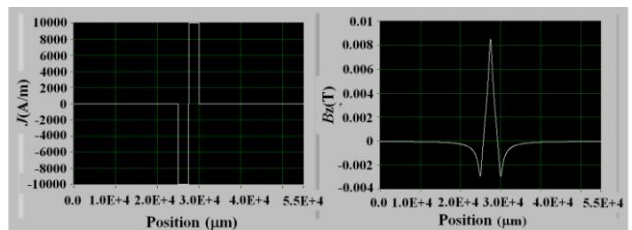
ここで、 $k_{\text{cut-off}}$  は Cut-off 波数であり、 $\lambda_{\text{cut-off}} = 2\pi / k_{\text{cut-off}}$  で表される Cut-off 波長が電流密度分布評価結果の解像度を決定する。ハニング窓をかけた両式の結果にフーリエ逆変換を行うことで、試料内のシート電流密度ベクトル ( $J_x, J_y$ ) 分布を得ることができる。

### 2.2 距離計を用いない Lift-off 距離評価手法と Cut-off 波長自動決定アルゴリズム

#### 2.2.1 Lift-off 距離評価の原理

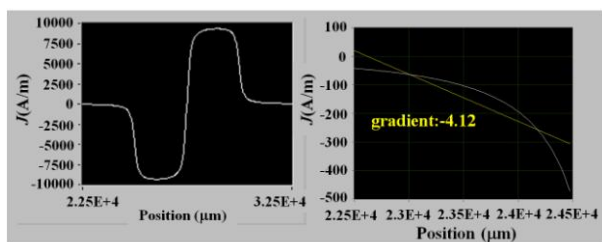
これまで Lift-off 距離の評価は、光学顕微鏡等で直接観測するか、ホールセンサ停止時に距離計によって評価するかしか方法がなかった。一方、前述の手順によって評価されるシート電流密度分布においては、線材外部の空間では電流が流れないはずである。すなわち、線材幅方向における 1 次元シート電流密度分布において、線材外部では値が 0 で傾きも 0 となるはずである。この条件は、Biot-Savart 則の逆問題の計算とは別に与えられる条件であるため、本条件によって Lift-off 距離を一意に決められる可能性がある。

例えば、線材内に誘起される理想的な磁化電流を模した矩形波の電流密度分布を Fig.1(a) のように仮定し、Lift-off 距離を 300  $\mu\text{m}$  として Biot-Savart 則を用いて得られた磁場分布を Fig.1(b) に示す。この磁場分布を測定結果と想定し、Biot-Savart 則の逆変換にて電流密度分布を求めることを考える。Fig.2 に様々な Lift-off 距離 (200, 300, 400  $\mu\text{m}$ ) を仮定して求められた 1 次元の電流密度分布を示す。また、Lift-off 距離をパラメータとして線材外部の領域に対して線形近似を行いその近似曲線の傾きとの関係を Fig.3 に示す。Fig.3 から、傾きが 0 となる Lift-off 距離が一点にて求ま

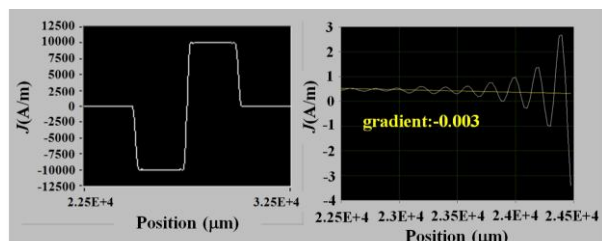


(a) Assumed sheet current density distribution. (b) Magnetic field distribution. (Lift-off = 300  $\mu\text{m}$ )

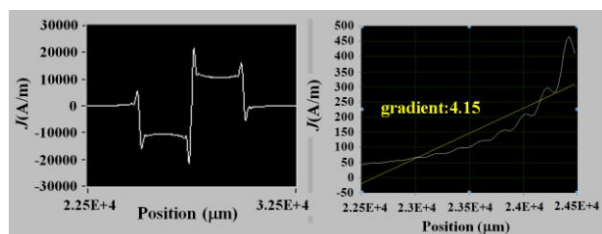
Fig.1 Assumed ideal remanent state



(a) Lift-off = 200 μm, Cut-off = 200 μm.



(b) Lift-off = 300 μm, Cut-off = 200 μm.



(c) Lift-off = 400 μm, Cut-off = 200 μm.

Fig. 2 Sheet current density distribution estimated for various Lift-off distance.

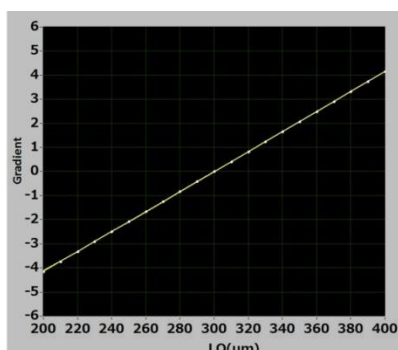
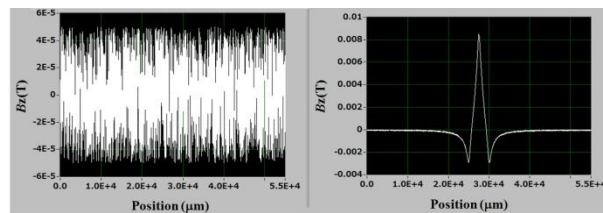


Fig. 3 Relation between the Lift-off distance (LO) and the gradient outside of superconducting tape.

り、実際の Lift-off 距離 (= 300 μm) と対応することが明らかとなった。これは、距離計等を用いなくても測定した磁場分布のみから Lift-off 距離の評価が可能となる重要な知見であるといえる。

### 2.2.2 Cut-off 波数の決定法

上記はノイズを含まない理想的な磁場分布を仮定した検討であったが、実際にはノイズが含まれるためこの影響を把握しておく必要がある。そこで、Fig.4(a)に示すホワイトノイズ (振幅 0.1 mT) を合成した波形を Fig.4(b)に示し、これを実測結果と想定することを考える。このときの電流密度の波数スペクトルをノイズがない場合と比較して Fig.5



(a) White noise (b) Synthesized wave pattern  
Fig. 4 magnetic field distribution including white noise.

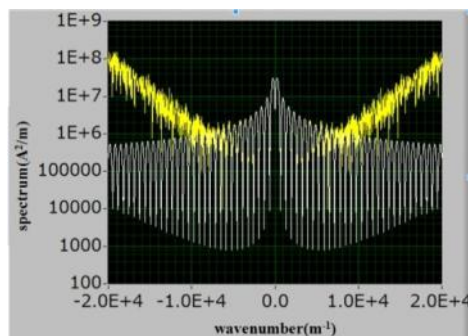
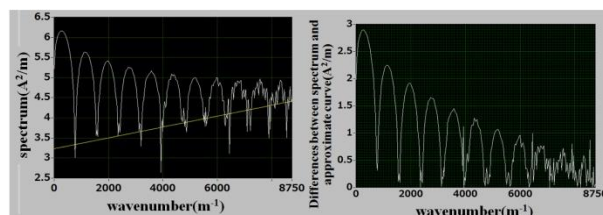


Fig.5 Spectrum of  $J$  estimated from remanent field at a Lift-off distance of 100 μm:  
White curve: without noise on the field distribution,  
Yellow curve: with noise (amplitude: 0.1 mT) on it.



(a) Spectrum with approximate (b) Difference between spectrum and approximate curve.  
Fig. 6 Spatial spectrum of sheet current density distribution.

Fig.5 からノイズが高調波成分ほど増幅されている様子が分かり、式(1)、(2)からもこのノイズによる高調波成分の増幅は片対数グラフにおいて直線で近似できることがわかる。ここから Cut-off 波数を決定するために、片対数グラフにて直線近似を行い、このスペクトルと近似曲線を比較したものを Fig.6に示す。この近似曲線と  $J$  のスペクトルに差がない部分についてはノイズが増幅されているものと言える。一方、この差が大きくなる (乖離する) 部分についてはノイズが増幅されたものではなく、真に必要な情報であると考えられる。そこで、この乖離する部分で Cut-off 波数を決定する。

本計測手法においては、スペクトルと近似曲線の乖離し始める点を、差が一桁となる所でまず検知する。この時の波数を  $k_t$  とする。ただし、このズレ始めの点以降にも若干信号が残っている可能性があるため、上記  $k_t$  に対して  $k_{cut-off}$  を  $k_t$  の 1~5 倍まで設定した場合の 1 次元電流密度分布を評価した。その結果を Fig.7 に示す。本結果より、 $k_{cut-off} = 2k_t$  でも十分な S/N 比と保った波形であるとみなし、これを Cut-off 波長の決定法とした。

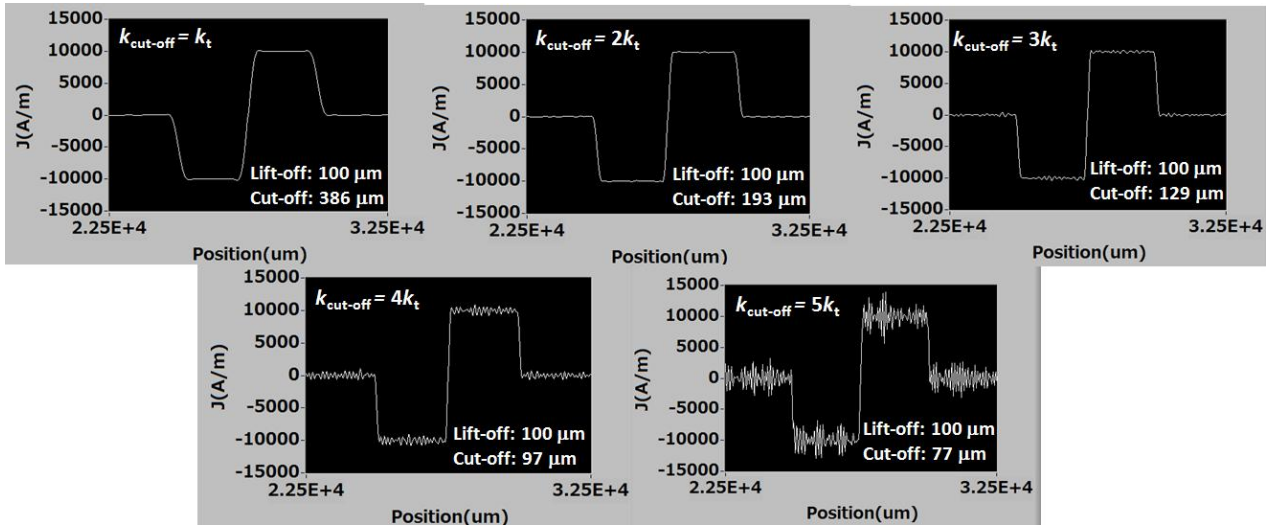


Fig. 7 Sheet current density distribution calculated for various Cut-off wavelengths.

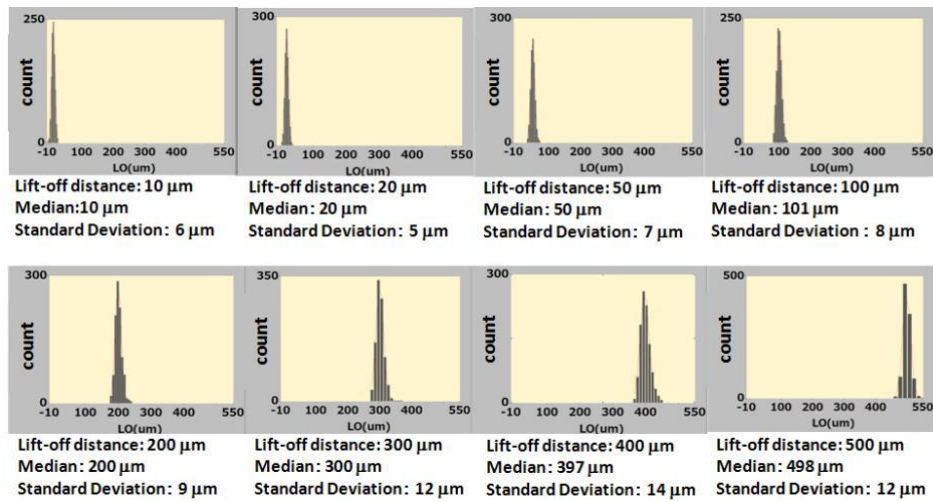


Fig.8 Dependence of the estimated Lift-off distance (LO) on the given Lift-off distance.

### 2.2.3 ノイズを含んだ磁場分布に対する Lift-off 距離評価

以上の Lift-off 距離ならびに Cut-off 波数の導出法により、実測結果を想定するノイズを含んだ磁場分布から Lift-off 距離の評価を試みた。様々な Lift-off 距離を想定した磁場分布に 0.1 mT の振幅のノイズを重畳させ、その磁場分布から Lift-off 距離を評価した結果を Fig.8 に示す。なお、ノイズにはランダム性があるため、それぞれに対して 1000 回の計算を施行し、ヒストグラム及びガウス分布によるフィッティング結果を得た。また、与えた Lift-off 距離と評価した Lift-off 距離の中央値の比較を Fig. 9 に示す。ここで、各 Lift-off 距離におけるエラーバーは標準偏差を表している。この結果より、ノイズによって多少のばらつきが発生するものの、その中央値は実際の Lift-off 距離とよく一致しており、本手法の有効性が確認できる。さらに、様々なノイズ振幅に対して評価した結果を Fig.10 に示す。また、ノイズ振幅と標準偏差の関係を Fig.11 に示す。この結果より、ノイズが大きいほど評価結果のばらつきは大きくなるもの

の、中央値は正しい値で得られることも分かった。以上より、本手法の定量性と雑音に対するロバスト性が確認できる。

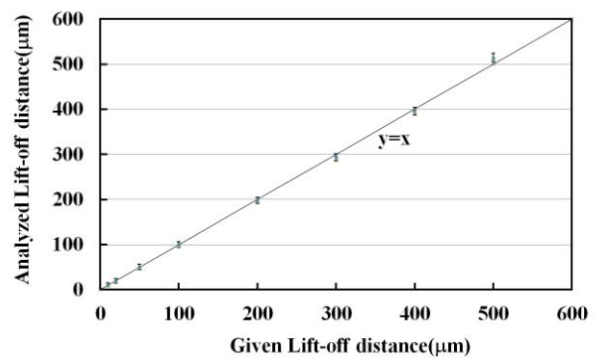


Fig.9 Relationship of Lift-off distance between simulated one and given one.

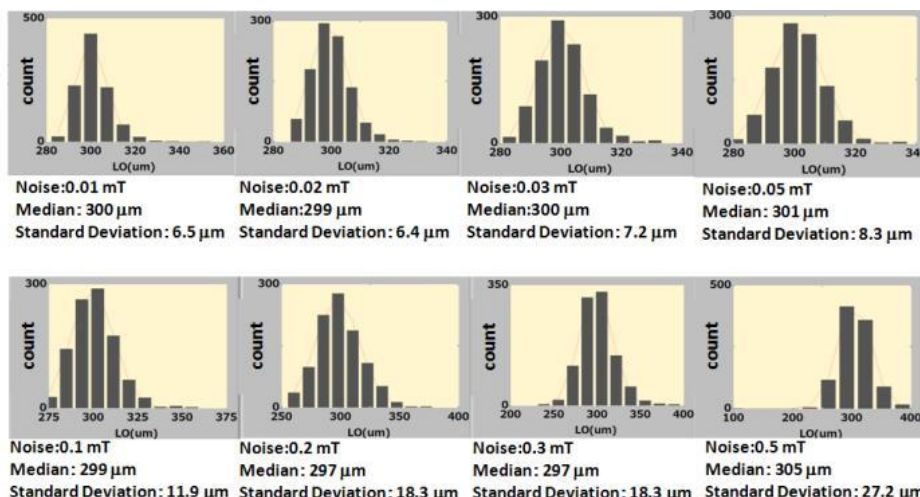
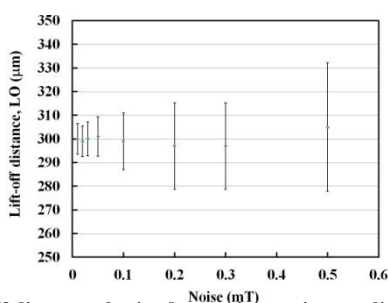
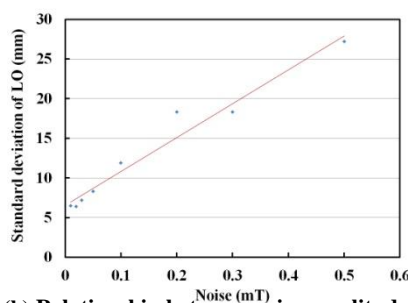


Fig.10 Obtained Lift-off distance (LO) at various noise amplitude superposed on the magnetic field distribution.



(a) Lift-off distance obtained at various noise amplitudes. Error bar means standard deviation.



(b) Relationship between noise amplitude and the standard deviation of the Lift-off distance.

Fig.11 Influence of noise on the error of the analysis.

### 3. 実測結果への本手法の適用

#### 3.1 実験装置及び実験条件

さらに実験によって本手法の妥当性の検証を行った。使用した SHPM の外観写真及び概略図を Fig.12 に示す。液体窒素槽からの伝導冷却により 79 K に冷却された線材の残留分布をホール素子の表面走査によって取得する。本測定のような固定短尺線材の測定では、Fig.13 に示すようにプリズムミラーによる Lift-off 距離の直接観測が可能であり、2種類の Lift-off 距離（高 Lift-off 距離:190 μm, 低 Lift-off 距離:25 μm）での測定を行った。その Lift-off 距離を用いて得られたシート電流密度分布の評価結果を Fig.14 に示す。Lift-off 距離の相違によって定まる Cut-off 波長が異なるため解像度は異なるものの、両者とも同様の強度を有しており、Lift-off 距離さえ把握できれば本手法による超伝導線材の局所特性の定量評価が可能となることを示している。

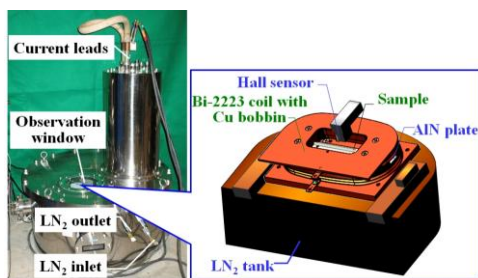


Fig.12 Schematic of SHPM.

#### 3.2 本評価手法による結果

本実測結果の解析に今回開発した距離計を用いずに Lift-off 距離を評価可能な手法を適用した結果を Fig.15 に示す。いくつか結果があり、ヒストグラムとして表示しているが、これは線材長手方向の各位置によって得られた結果である。また、Fig.16 にプリズムミラーの光学顕微鏡観察によって得られている実際の Lift-off 距離との比較結果

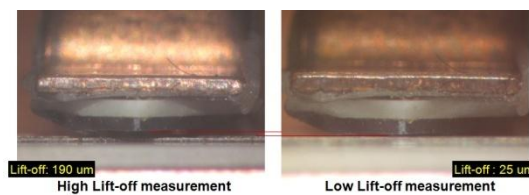


Fig.13 Optical observation of Lift-off distance. Red line is level of the active area of the Hall sensor

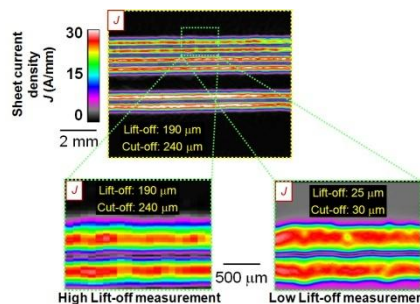


Fig.14 2D sheet current density distribution estimated by the conventional technique.

を示す。本測定は固定基板に対して高精度な走査機構を用いた測定であるため、ばらつきは測定磁界中のノイズの影響と考えられるが、やはりその中央値は実際の Lift-off 距離に近い値を示している。その誤差は 10-20  $\mu\text{m}$  程度であるが、最終的な適用先として想定している RtR-SHPM での Lift-off 距離は 200-300  $\mu\text{m}$  程度であり、数%の誤差で Lift-off 距離を評価できる可能性が示された。これは、長尺線材測定の際の Lift-off 距離の揺らぎを評価する上で十分に小さい値であると言える。

また、本評価手法の有効性を確認すべく、210 mm 長 10 mm 幅の線材の評価も行った。まず、Fig.17(a)に Lift-off 距離ならびに Cut-off 波長を一定の値 (Lift-off 距離= 400  $\mu\text{m}$ , Cut-off 波長= 600  $\mu\text{m}$ ) とする従来手法によって得られたシート電流密度分布を示す。一見すると、局所的に高いシート電流密度を有している領域のあるような特性の不均一な線材に見える。一方、今回開発した解析手法によれば、Lift-off 距離の長手方向分布は Fig.17(c)のように見積もられ、それを考慮して得られた線材のシート電流密度分布を Fig.17(b)に示す。線材特性は比較的均一なものとして可視化されており、従来手法によって得られたシート電流密度分布の不均一性は、線材特性の不均一性に起因するものではなく、線材長手方向の Lift-off 距離の揺らぎに起因するものであることが分かる。このように、本研究で開発した評価手法を用いて、線材長手方向に対する Lift-off 距離の揺らぎを確認することができた。また、同時に、より正確な線材のシート電流密度分布が得られた。本解析手法により、RtR-SHPM による km 級長尺線材の評価で Lift-off 距離の経時的な変化があった場合でも、正確な Lift-off 距離が導出できるとともに、シート電流密度の定量的評価が可能となる。

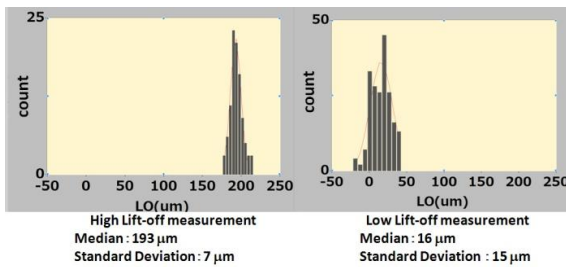


Fig.15 Histogram of estimated Lift-off distance for experimental data by the new analysis technique.

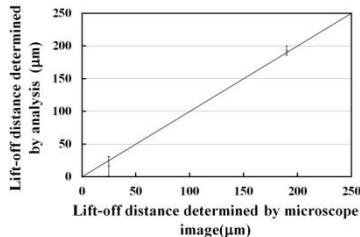


Fig.16 Comparison of Lift-off distance between the optical observation and the analysis.

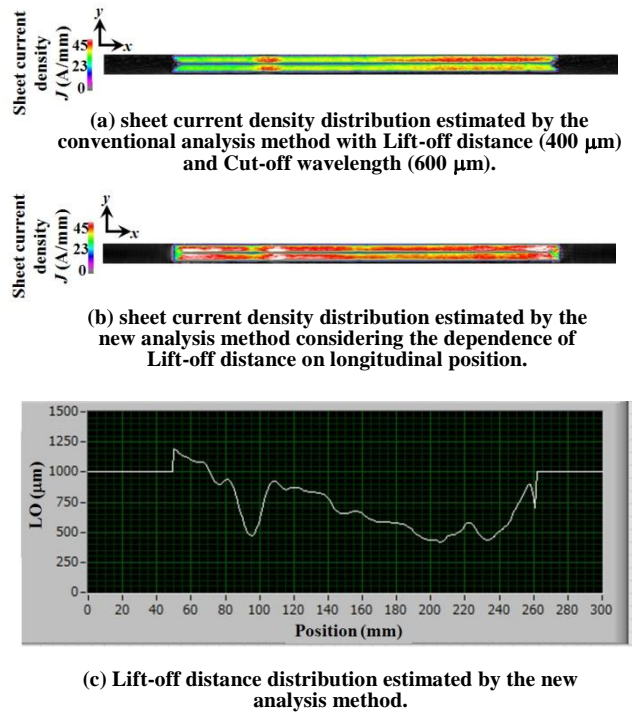


Fig.17 Comparison between conventional and the new methods.

#### 4. ま と め

超伝導線材の局所不均一性評価技術として期待される SHPM について、その定量評価の前提となるセンサー試料間距離 (Lift-off) 距離を、距離計等を用いずに評価可能な解析手法を提案した。RtR-SHPM による実用長の線材の高速計測では、Lift-off 距離の経時変化を定量把握することが必要であり、距離計の取り付けは困難であったが、本解析手法により上記の問題を解決できる。すなわち、本解析手法は、超伝導線材の局所特性評価における基板技術になると期待される。今後は、RtR-SHPM による実用長の線材の計測結果について本手法を適用する予定である。

#### 参 考 文 献

- 1) Y. Shiohara et al., *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 21, p. 034002, 2008-2.
- 2) T. Izumi et al., *Physica C*, vol. 463-465, pp.510-514, 2007-5.
- 3) <http://www.theva.com/prod/tapestar>
- 4) K. Shiohara et al., *Physica C*, vol. 471, pp. 1041-1044, 2011.
- 5) K. Higashikawa et al., *Physics Procedia*, 27, 228-231, 2012.11.
- 6) C. P. Bean, *Phys. Rev. Lett.*, 8, 250-253, 1962
- 7) B. J. Roth et al., *J. Appl. Phys.* 65 (2001) 361.