科学研究費助成事業

研究成果報告書



2版

今和 2 日現在 4 年 6月

機関番号: 13904
研究種目: 基盤研究(B) (一般)
研究期間: 2019~2021
課題番号: 19H02153
研究課題名(和文)磁気センサの高感度化と超低磁場MRI微小樹脂異物検査技術の開発
M
田中 三郎 (Tanaka, Saburo)
豊橋技術科学大学・エレクトロニクス先端融合研究所・教授
四 穴孝来早,10271602
「「「「「「「」」」」「「」」」」「「」」」」「「」」」」「「」」」」」「「」」」」
交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 13,300,000円

研究成果の概要(和文):近年、食品中のプラスチック小片により幼児の口内が傷つけられる事故があり、食品 中の樹脂異物の検出技術が望まれている。金属異物については磁気センサで検出することができるが、樹脂異物 は磁性がなく密度も低く、金属検出機やX線検査機では検出が難しい。 そこでMRI(磁気共鳴画像)技術を用いてプラスチック片などの非磁性異物を2次元イメージとして検出する技術 およびシステムを開発することを目的とし、その実現のために超伝導SQUID磁気センサを高感度化するととも に、画像高品質化技術を開発し、これまでの病院にある数T(テスラ)の医療用強磁場MRシステムの1万分の1程 度の超低磁場で検出可能な検査システムを構築した。

研究成果の学術的意義や社会的意義 食品工場では検査装置としては金属検出機やX線検査装置が一般的でMRIなど高度な装置は導入されていない。超 高感度磁気センサで水のプロトン振動を高感度で検出する超低磁場MRI食品異物検査法が実現して食品加工工場 に導入されれば、我が国の食品の安全性が向上し、世界的に安全な食品ということでより一層、日本製食品のプ ランド価値を高めることができる。この技術は食品分野以外にも例えば基礎科学分野も含め、次のような応用が 考えられる。

1.腕など生体部位の局所MRI検査 2.ペットなど小動物の簡易MRI検査 3.薬内に含まれる微小樹脂異物検査 4. イベント会場等での手荷物簡易検査 5.化学物質のJカップリング評価

研究成果の概要(英文):Recently, there have been accidents in which infants' mouths have been injured by small pieces of plastic in food, and technology for detecting resin foreign bodies in food is desired. Metallic foreign matter can be detected by magnetic sensors, but resin foreign matter is not magnetic and has low density, making it difficult to detect with metal detectors or X-ray inspection machines. The purpose of this project is to develop a technology and system to detect non-magnetic foreign

bodies such as plastic pieces as two-dimensional images using MRI (magnetic resonance imaging) technology. (To achieve this, we developed a high-sensitivity superconducting SQUID magnetic sensor and image quality enhancement technology, and constructed an examination system capable of detecting non-magnetic foreign bodies at an ultra-low magnetic field of about 1/10,000 of the high-field MR systems for medical use that are currently available in hospitals.

研究分野: 超伝導エレクトロニクス

キーワード: SQUID ジョセフソン接合 異物検査 超低磁場MRI YBCO

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1.研究開始当初の背景

食品工場で広く導入されている X 線検査機では、透過 X 線の強弱からガラス片など非金属異物の検出が可能であるが、プラスチックは密度が低いため検出が難しい(図1参照)。また、近年開発が進んできた CCD カメラ検査機では表面しか検査ができず、近赤外検査機では食品による散乱があり、何れの方法でもハードルは高い。一方、我々は核磁気共鳴(NMR)技術に注目し、数年前から研究を進めてきている。病院にある医療用高磁場磁気共鳴画像装置(MRI)では数 T(テスラ)の強力な静磁場中で勾配磁場を印加して、体組織中のプロトン 1H+の磁気共鳴信号を巻線コイルで検出している(図2(a))。磁気共鳴信号の周波数 f(共鳴周波数)は静磁場強度 Bに比例(f B)して大きくなることが知られている。また、検出用巻線コイルの感度(出力電圧 V)は周波数 fに比例(V f)するので、従来法では強力な静磁場 B を印加することで共鳴周波数 f を高周波化して高い感度を得ている。結果的に装置が大きくなり、また、磁気漏洩を防止するための高価な磁気シールドルームが必要になるなどの課題があり、そのままではコストが高く、異物検査装置には適用できず、食品業界では小型でコストが低い樹脂異物の検出技術が望まれている。

一方、我々の提案する方法(図2(b))では、巻線コイル検出器の替わりに高温超伝導 SQUID 磁気センサ(液体窒素温度77K で動作する磁気センサで、地磁気の10億分の1の検出感度を 有する)を用いる。このセンサは周波数依存性が少なく、数十 Hz から数百 kHz まで感度が一 定で極めて高感度な磁気センサである。従って、高感度で低周波数の信号を検出できるので、低 い静磁場においても、高感度で磁気共鳴信号を検出することが出来る。その結果、装置の小型化 が可能となる。強磁場 MRI ではその大きな磁場を発生させるだけで何千万円もの費用がかかる が、それが数十分の一で済むメリットは大きい。



2.研究の目的

本研究では実用上危険とされている 1mm 以上の硬質プラスチックなど、樹脂異物片の検出 が可能な食品用異物検査装置の開発を目指して、それに必要な要素技術として、下記(1)および(2)を開発し、(3)を最終目標とした。

- (1)低ノイズジョセフソン接合を開発して低ノイズ高温超伝導 SQUID 磁気センサを実現
- (2) 超低磁場 MRI 高感度検出技術
- (3) 1mm 以上の検出が可能な樹脂異物検出システムの構築
- 3.研究の方法
- 3.1 低ノイズ化の検討

PLD 法による YBCO 成膜の条件出しと FIB により超伝導薄膜がダメージを受け る領域の推定を行い、低ノイズ化の検討と して、ジョセフソン接合および SQUID の 作製とアンチドットの導入を試みた。PLD 装置による成膜条件の検討および薄膜の 電気的特性の評価と表面形状の評価を行 い、FIB 照射量と薄膜の常伝導化範囲につ いての条件出しとジョセフソン接合およ び SQUID の作製と特性評価を行った。本 研究では、KrF エキシマレーザーをエネル ギー源とする PLD 法(Pulsed Laser Deposition)により、YBCO 薄膜の成膜を 行った。図 3 に PLD 装置の全体構成を示 す。YBCO 薄膜の成膜温度の最適値は成膜





3.2 MRI 装置の試作

本研究では、繰り返し時間が最も短くなると考えられる部分的飽和法を応用した方法でT1強調画像を取得した。本技術では、特定の分極時間TPにおいてMR信号を解析することでT1強調画像を得る。撮像に使用したスピンエコーパルスシーケンスを図5に示す。最初にサンプル(図6)を210 mTの分極磁場により一定時間分極する。分極磁場印加後からデータ取得が終わるまでの間、ラーモア周波数fL = 4 kHzに対応する静磁場94 μ Tを印加した。分極磁場が十分に立ち下がった後(30 ms)90°パルスを印加した。制御を簡単にするため、90°パルス印加後から一定強度の読み出し勾配磁場(Gr (G_Y) = 0.37 mT/m)を印加した。同時に位相エンコード勾配磁場(G_p (G_z))を一定時間(50 ms)印加した。このとき、勾配磁場出力の制限から、視野範囲FOV

は 64 mm²とした。位相エン コード勾配の印加後、 180°パルスを印加した。 このとき、エコー時間TEは 50 msとした。その後、ス ピンエコー信号は磁束ト ランスを介して SQUIDによ って計測された。データ取 得時間 Tacq は 32 ms(Tacq = 1 ms × 32 point、 Tdwell = 1 ms)とした。 以上の手順により、k 空間 の単ーラインがサンプリ



ングされる。同様の手順を異なる勾配磁場 Gp(±0.016 mT/mの倍数)で16回繰り返した。繰り返し時間 T_Rは分極時間 T_P との Duty 比(T_P / T_R < 0.5) および、パルス電磁石電源の立ち上がり遅延時間の二つによって制限される。T_P = 2.0 s、0.5 s、0.125 sのとき、繰り返し時間はそれぞれ TR = 4.0 s、1.0s、0.5s とした。見た目の分解能 を向上させるために 64 × 64 点のゼロフィリングを行った。最後に Prospa(Magritek、New Zealand)内の 2D-FFT プログラムを使用して 2-D MR 画像を再構成した。

4.研究成果

4.1 低ノイズ化の検討

FIB による Ga イオンのライン状照射後のマイクロチャネルの V-I 測定を行い、照射前 JC との 比 J_c/J_{co}を確認した。図 7 に Au 保護層を 20 nm 積層した膜厚 50 nm の YBCO 薄膜の J_c/J_{co} を示 す。図に関する実験から、J_c ≈ 5 MA/cm²の Au(20 nm)/YBCO(50 nm)/STO に FIB を照射すると、

照射量 2×10¹⁷ ions/ cm²で非線形の抵抗を 示し、5×10¹⁷ ions/cm² で完全に常伝導化す ることが明らかにな っている。そこで FIB 照射では 5×10¹⁷ ions/cm² と 2×10¹⁷ ionsの照射量で2段階 (図 8)の照射を行っ た。接合の SEM 像を図 9 に示す。接合幅 W₀ =



40 nm のチャネルに対し、20 GHz (23dBm)のマイクロ波照射によるナノブリッジの観測を試みた。図 10 に示すように、シャピロステップが観測された。20 GHz のマイクロ波を照射した際のシャピロステップの理論電圧ΔV は、プランク定数 h と電気素量 e およびマイクロ波周波数 f_{rf} を用いてΔV = (h/2e) f_{rf} と表される。 f_{rf} = 20 GHz の際の理論ステップ電圧は 1 段目が 41.4 μ V、

2段目が82.7 µVとなる。 図のシャピロステップを 確認すると、10 uV 程度の 誤差はあるものの、おおよ そ理論値に近い電圧値に ステップが見られる。この 結果から、作製したナノブ リッジがジョセフソン接 合として機能していると 考えられる。次に本手法で 作製した接合を SQUID に適 用した。その結果、温度 77K で接合幅 Wo = 280 nm の SQUID は、21c=3.9 µA を示 し、外部磁場を印加する と、 $V-\Phi$ 曲線と見られる Φ_0 周期の波形が現れた。図11 に V-I 特性および V-Φ特性 を示す。1 Ω程度の R_Nが確 認でき、V-Φ曲から、ΔV = 2.9 μVppが得られた。アン チドットに関しては膜厚 200 nmの YBCO 薄膜を成膜



して SQUID に加工し、照射量 5×10¹⁸ ions/cm²と1×10¹⁹ ions/cm²、間隔 1µm の正方格子状アン チドットパターンを導入したところ、66µT の磁場を印加して冷却した際の低周波ノイズの上昇 が、アンチドット未導入のチャネルと比較して 1/10 程度に抑えられた。

4.2 MRI 装置の試作

超低磁場 MRI 装置の概略を図 12、装置の外観を図 13 に示す。本システムは液体窒素冷却され た分極磁場コイル(B_P)、ヘルムホルツ型の測定磁場コイル(B_m)2 組の勾配磁場コイル(G_Y 、 G_Z)、ヘルムホルツ型の AC コイル(B_{AC})、ピックアップコイルと HTS-SQUID から成る。静磁場コ イルと分極コイルは同軸に配置しており、分極磁場立下げ時の非断熱過程での磁化の緩和を回 避している。サンプルに印加できる磁場を大きくするため、分極コイルは液体窒素冷却を行った。 ソレノイド型の分極コイルは特別に設計した ϕ 51 mm×L 234 mmの室温ボアを持つクライオスタ ットの内側(ID.min ϕ 150 mm)に設置した。勾配磁場 G_Z は反対方向に電流を流す円形コイル対 から発生させた。円形コイルの直径は ϕ 270 mmとした。勾配磁場 G_Y は4つの鞍型コイル(直径 ϕ 49.5 mm)から構成される単純な Golay コイルから発生させた。ピックアップコイルが挿入され た G_Y コイルは室温ボアの中心に設置した。ピックアップコイルは AC コイルと静磁場コイルに対 して直交するように配置した。AC コイルはマッチング回路を介して AC パワーアンプに接続し た。SQUID は環境磁場ノイズの影響を低減するため、BSCCO 製超伝導シールドの中に設置した。 SQUID と超伝導シールドは厚さ5 mmのアルミ製電磁シールド内に収められたガラスデュワー内 の液体窒素(77 K)で冷却を行った。信号はフィルターを通過させ(Stanford Research System、



SR650、HPF = 3.0 kHz、LPF = 5.0 kHz、Gain= +40 dB) Nuclear Magnetic Resonance (NMR) スペクトロメータ(Kea2、Magritek、New Zealand)で記録を行った。

サンプルには4つのセル(\$8 mm x 19 mmt、0.95cc/cell)があり、右上と左下には水が満たされ、右下と左上には異物に見立てた油(Johnson's、baby oil)が満たされている。このサンプルを用いて、異なる分極時間で撮影した画像を評価した。なお、短い分極時間では SNR が低下するため、分極時間 TP=2.0s に合わせて、NEX(Number of excitations)=8の平均化を行った。



温度をそれそれ 10, 20, 30, 35, 40, 50, 60 と恒温槽で 1 時間保温した後、図 15 と同様 に T1 緩和時間を測定した。図 17 に水サンプ ル温度と T1 の関係を示す。図より、サンプ ルの温度が高くなるに伴い T1 緩和時間が長 くなった。T1 は温度 1/T に対して直線的に 変化すると強磁場法で報告されており、この 結果と一致する。以上のことから、本研究の 装置で水サンプルの T1 緩和時間の温度依存 性を取得できたといえる。



5.主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計12件(うち査読付論文 12件 / うち国際共著 2件 / うちオープンアクセス 2件)

1.者省名 Kanji Hayashi, Teppei Ueda, Ryo Ohtani, Seiichiro Ariyoshi, and Saburo Tanaka	4.
2.論文標題	5 . 発行年
Fabrication of HTS Low-noise Nanobridge Josephson Junction by Gallium FIB	2021年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
IEEE Transactions on Applied Superconductivity	110164_1-4
」 掲載論文の№(デジタルオブジェクト識別子)	<u> </u>
10.1109/TASC.2021.3072009	有
「オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-

1. 者者名	4. 奁
R Ohtani, K Hayashi, M Sagawa, S Ariyoshi and S Tanaka	1975
2.論文標題	5.発行年
Estimation of Critical Current of HTS RF-SQUID	2021年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
Journal of Physics: Conference Series	012022_1-4
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1088/1742-6596/1975/1/012022	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	

1.著者名	4.巻
K. Hayashi, T. Ueda, R. Ohtani, S. Ariyoshi and S. Tanaka	12044
2 . 論文標題	5 . 発行年
A Study of the HTS Josephson Junction Formed by a Ga Focused Ion Beam	2020年
3.雑誌名	6 . 最初と最後の頁
Journal of Physics: Conference Series	1-5
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1088/1742-6596/1590/1/012044	有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著

1.著者名	4.巻
K. Demachi, K. Hayashi, S. Adachi, K Tanabe, and S. Tanaka	2902772
2.論文標題	5 . 発行年
T1 Weighted-Image by Ultra Low Field SQUID-MRI	2019年
3. 雑誌名	6.最初と最後の頁
IEEE Trans. Appl. Supercond.	1-5
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
10.1109/TASC.2019.2902772	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-

〔学会発表〕 計20件(うち招待講演 3件/うち国際学会 14件)

1 . 発表者名 Kanji Hayashi, Ryo Ohtani, Yuki Tottori, Seiichiro Ariyoshi and Saburo Tanaka

2 . 発表標題

Flux Noise Reduction of HTS SQUID Using Josephson Junctions Made by FIB

3.学会等名 MMM-Intermag Conference 2022(国際学会)

4 . 発表年

2022年

1 . 発表者名 林 幹二、大谷 涼、有吉 誠一郎、田中 三郎

2.発表標題

FIBによる高温超伝導ナノブリッジジョセフソン接合作製法の検討

3.学会等名第82回応用物理学会秋季学術講演会

4 . 発表年 2021年

1.発表者名 田島 惇平,林 幹二,田中 三郎

2 . 発表標題

超低磁場SQUID-NMR法によるT1緩和時間の温度依存性評価

3.学会等名第69回応用物理学会春季学術講演会

4 . 発表年

2022年

1.発表者名
 林 幹二,大谷 涼,鳥取 優樹,有吉 誠一郎,田中 三郎

2.発表標題

Ga-FIBを用いて作製したHTS-SQUIDに関する研究

3 . 学会等名

第69回応用物理学会春季学術講演会

4.発表年 2022年

1.発表者名

大谷 涼,林 幹二,佐川 優,有吉 誠一郎,田中 三郎

2.発表標題

高温超伝導RF-SQUIDのICの非破壊評価

3.学会等名第81回応用物理学会秋季学術講演会

4 . 発表年

2020年

1.発表者名

Kanji Hayashi, Teppei Ueda, Ryo Ohtani, Seiichiro Ariyoshi, and Saburo Tanaka

2.発表標題

Study of Fabrication Method of HTS Nano-bridge Josephson Junction by Gallium FIB

3.学会等名

Applied Superconductivity Conference 2020 (ASC2020)(国際学会)

4.発表年 2020年

1.発表者名

Kanji Hayashi, Teppei Ueda, Ryo Ohtani, Seiichiro Ariyoshi and Saburo Tanaka

2.発表標題

A Study of the HTS Josephson Junction Formed by a Ga Focused Ion Beam

3 . 学会等名

32th International Superconductivity Symposium (ISS2019)(国際学会)

4 . 発表年 2019年

1.発表者名

T. Ueda, K. Hayashi, R. Ohtani, S. Ariyoshi and S. Tanaka

2.発表標題

Property of HTS Josephson Junction irradiated by Ga Focused Ion Beam

3 . 学会等名

10th East Asia Symposium on Superconductor Electronics (EASSE2019)(国際学会)

4 . 発表年 2019年

〔図書〕 計3件	
1.著者名	4 . 発行年
Saburo Tanaka 他	2021年
2 . 出版社	5.総ページ数
CRC Press	1776
3.書名	
Handbook of Superconductivity: Theory, Materials, Processing, Characterization and Applications	
(3-Volume Set)	

1.著者名	4.発行年
田山三郎 他210名	2020年
	20204
2.出版社	5.総ページ数
NTS	1489
2 == 4.4	
3. 青石	
「2020版 薄膜作製応用ハンドブック」、4編1章4節1項、"量子効果デバイス - SQUID"	

〔出願〕 計2件

産業財産権の名称	発明者	権利者
超伝導磁気センサ用冷却装置及びその制御方法	田中三郎	国立大学法人豊
		橋技術科学大学
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、2020-180848	2020年	国内

〔取得〕 計0件

〔その他〕

6 . 研究組織

-

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	有吉 誠一郎 (ariyoshi seiichiro)	豊橋技術科学大学・エレクトロニクス先端融合研究所・准教 授	
	(20391849)	(13904)	

7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8.本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------

ロシア連邦	Moscow Institute of Phys &	NRC Kurchatov Institute	
	Tech (MIPT)		