

В. Ю. ЛЯХНО, С. И. МЕЛЬНИК, канд. техн. наук, Ю. В. ФОМЕНКО,
В. И. ШНЫРКОВ, д-р физ.-мат. наук

СТЕКЛОПЛАСТИКОВЫЙ КРИОСТАТ ДЛЯ МАГНИТНОГО МИКРОСКОПА НА ОСНОВЕ ВТСП СКВИДов

Введение

В сканирующем микроскопе на основе ВТСП СКВИДов выходной сигнал, пропорциональный профилю магнитного поля над образцом, записывается при сканировании параллельно плоскости чувствительного элемента. СКВИДы с азотным уровнем охлаждения – очень чувствительные приборы, и даже при малых размерах контура квантования их разрешение по магнитному полю составляет $\sim 10\text{-}50 \text{ нТлГц}^{1/2}$ в области белого шума [1]. Использование входных антенных устройств [2, 3] позволяет на порядок увеличить чувствительность по магнитному полю. Применение матричных приемников приводит к сокращению времени сканирования объекта, поэтому такие устройства рассматриваются как наиболее перспективные для развития магнитного контроля в промышленности.

Первый магнитный микроскоп [4] и его последующие версии [5 – 7] можно разделить на две группы: (i) – магнитные микроскопы, в которых образец находится внутри криостата, т.е. при 77 К и (ii) – системы, измеряющие магнитные поля образцов, находящихся при комнатной температуре. В первом случае объем с измеряемым образцом может быть достаточно хорошо защищен экранами от шумов создаваемых криостатом. В такой конструкции расстояние h между образцом и СКВИДом легко сделать меньше диаметра чувствительного элемента. Во втором случае к криостатам для сканирующего микроскопа предъявляются особые требования. Например, спектральная плотность собственных шумов криостата $S_B^{1/2}(\omega)$ должна быть меньше чувствительности отдельного канала, а расстояние h от СКВИД-магнитометра (находящегося при 77К) до образца, расположенного при комнатной температуре, должно быть минимизировано для увеличения пространственного разрешения микроскопа. Последнее условие становится особенно важным при создании матричных приемников, поскольку с увеличением площади занимаемой матрицей, возрастают механические напряжения в материале окна, разделяющего области с 77 и 300 К.

Обратная задача восстановления распределения токов по результатам сканирования является некорректной. Это связано, в первую очередь, с недостатком информации (двумерное поле результатов сканирования представляет собой лишь одну из проекций трехмерного распределения токов в общем случае). Но даже если плоскости протекания токов заданы, наличие шумов не позволяет найти однозначное решение и требует применения методов регуляризации. В некоторых практически важных задачах, например, если распределение магнитного поля связано с токами, текущими в одной плоскости, можно определить их расположение и интенсивность из магнитных измерений. Такие задачи возникают при локализации дефектов (неразрушающий контроль) в радиоэлектронных платах и при исследовании восприимчивости (медицинская диагностика) биологических объектов. В СКВИД-микроскопе на основе матрицы приемников расстояние до объекта, как правило, больше диаметра отдельного магнитометра, а длина волны на измерительной частоте намного превышает все характерные размеры. Поэтому каждый канал ВТСП СКВИДа можно рассматривать как точечный магнитометр. При этих предположениях уменьшение расстояния h до токовых линий за счет специальной конструкции криостата увеличивает отношение сигнал/шум и пространственное разрешение отдельных токовых путей. Для одноканальных микроскопов при небольших диаметрах окна [8] можно реализовать очень малые значения $h \leq 40 \text{ мкм}$. В магнитных микроскопах на основе матрицы ВТСП СКВИДов значение h приходится увеличивать криостата из-за пропорционального числу каналов увеличения площади измерительного окна.

В данной работе обсуждаются особенности конструкции и характеристики криостата для многоканального сканирующего микроскопа на основе матрицы ВТСП СКВИДов с площадью окна $78,5 \text{ мм}^2$. Особое внимание уделяется уменьшению шума криостата и минимизации дистанции между чувствительными элементами и образцом. Показано, что использование в двумерной задаче специальных алгоритмов обработки сигнала, позволяет получать пространственное разрешение значительно меньшее, чем значение h .

Стеклопластиковый криостат для многоканального СКВИД-микроскопа

На рис. 1 показана конструкция стеклопластикового азотного криостата с объемом жидкого азота 1,2 л.

Матрица чувствительных элементов (1) располагается в вакуумном зазоре на плоской поверхности сапфирового стержня (2) связанного непосредственным тепловым контактом с жидким азотом. Суммарная площадь, занимаемая матрицей СКВИДов, в данной конструкции ограничена 10 мм диаметром сапфирового окна (3), находящегося при комнатной температуре. Толщина сапфирового окна равна 300 мкм. При использовании сапфира, упрочненного лазерной обработкой поверхности, эту толщину можно уменьшить до 150 мкм. Сильфон (4) внутренним диаметром 85 мм и три юстировочных винта (5) служат для перемещения по вертикали и жесткой фиксации поверхности сапфирового окна относительно СКВИДов. Горловина диаметром 20 мм (6), основной азотный бак (7) и палец криостата (8) изготовлены методом намотки стеклопластика. Для уменьшения теплопритока к азотной емкости в вакуумной части криостата расположен один тепловой экран (9) и 40 слоев суперизоляции (10) состоящей из алюминизированного майлара, разделенного слоями базальтовой бумаги. Измерительные провода к СКВИДам проходят в вакуумной части криостата и имеют хороший тепловой контакт с горловиной, азотным баком и сапфировым стержнем. В нижней части бака для поддержания высокого вакуума между слоями суперизоляции расположен концентрический угольный насос (11).

Используя уравнение, описывающее теплоприток за счет излучения в единицу времени Q к азотной емкости площадью S ,

$$Q = \alpha_{avr} \cdot \sigma_{SB} \cdot (T_1^4 - T_2^4) \cdot S, \quad (1)$$

получим, что один тепловой экран с температурой $T \approx 100 \text{ К}$, установленный в вакуумном промежутке, уменьшает теплоприток к криогенному баку почти в 100 раз. Здесь α_{avr} – приведенный коэффициент теплового излучения, σ_{SB} – постоянная излучения для абсолютно черного тела. Обычно такой экран представляет собой полированный металлический цилиндр, закрепленный на горловине криостата в области, имеющей температуру 100 К. Однако среднеквадратичный шумовой поток, соответствующий шуму Найквиста в экране с индуктивностью L при энергии тепловых флуктуаций $k_B T$,

$$\langle \Phi_N^2 \rangle \approx k_B T L \quad (2)$$

и, как правило, сравним с характерной чувствительностью ВТСП СКВИДов. Кроме того, точки, наведенные в таких экранах при их перемещении в магнитном поле Земли, приводят к дополнительному шуму и появлению градиентных помех.

Для уменьшения этих эффектов тепловой экран в криостате для СКВИД-микроскопа выполнен в виде цилиндра образованного вертикальными отрезками медного провода диаметром 0,5 мм. Каждый слой стандартной экранно-вакуумной изоляции, изготовленный на основе лавсановой пленки (12 мкм) покрытой с двух сторон тонкой $\sim 100 \text{ нм}$ алюминиевой пленкой, является источником теплового шума, суммируя который по N слоям, получим

$$\Phi_N^2(\omega) = \sum_{n=1}^N L_n^2 \cdot 4k_B T R_n / (R_n^2 + \omega^2 L_n^2). \quad (3)$$

Для уменьшения этого шума алюминиевая пленка разрезана на диполи небольшого ($\sim 1-3 \text{ мм}$) размера. Для оценки увеличения α_{avr} были измерены коэффициенты диффузного

и зеркального отражения, в коротковолновой области спектра. На рис. 2 показан суммарный коэффициент отражения майлара с нанесенным отражающим покрытием из алюминия для трех образцов: 1 – майлар в исходном состоянии; 2 – майлар с разрезанной пленкой алюминия. размер диполей ~ 8-10 мм; 3 – размер диполей 1-3 мм.

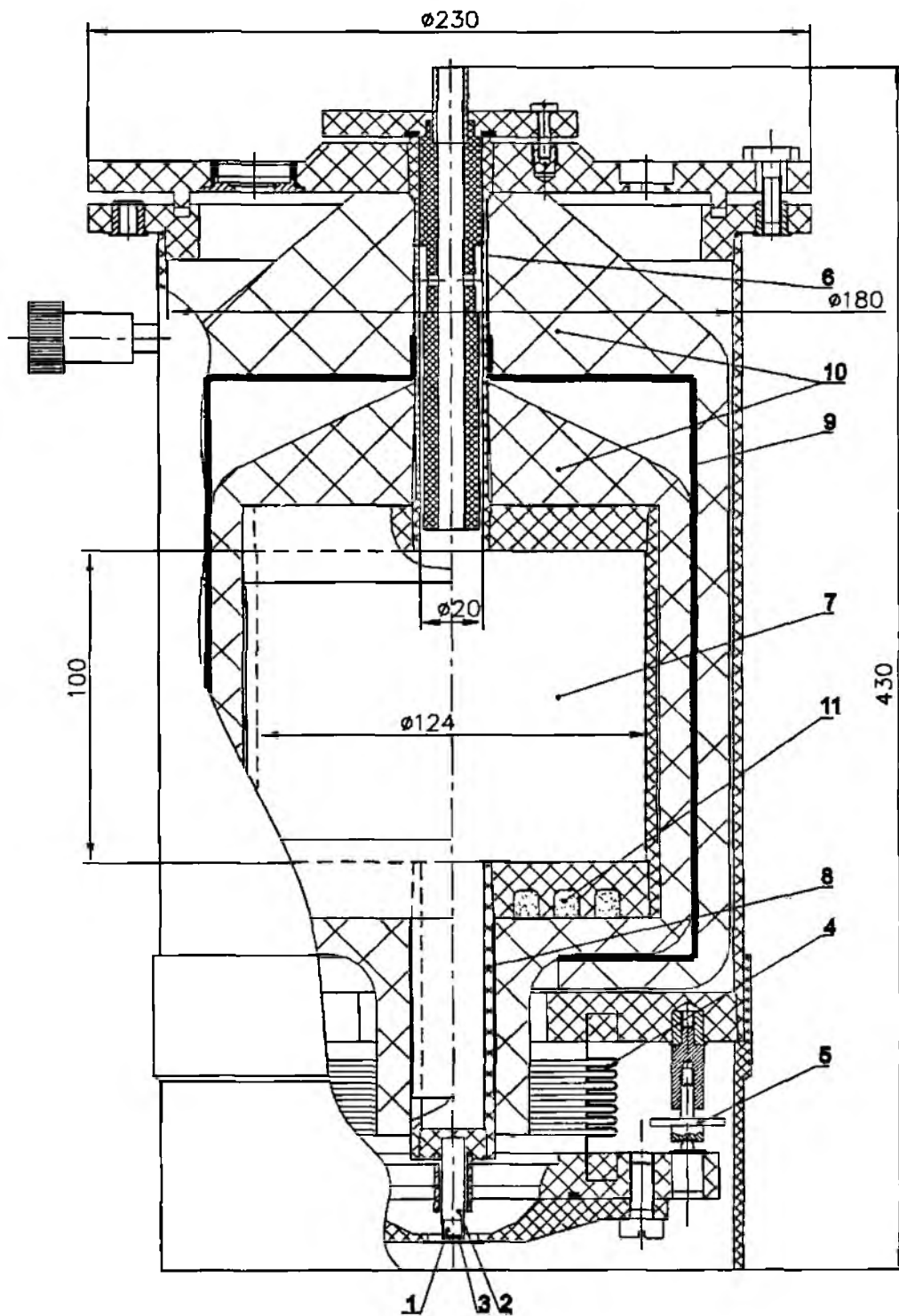


Рис. 1

Измерения проводились на сканирующем двулучевом спектрометре Lambda35 Perkin Elmer, снабженном полностью отражающей оптической системой. Использованный монохроматор – голографическая дифракционная вогнутая решетка с 1053 линиями/мм в центре. Два источника излучения, дейтериевая и галогеновая лампы, охватывают рабочий диапазон длин волны спектрометра. Измерение диффузного отражения проводили с помощью допол-

нительной приставки конструкции фирмы Spectralon методом интегрирующей сферы с использованием детектора фирмы Hamamatsu S1227-66BQ.

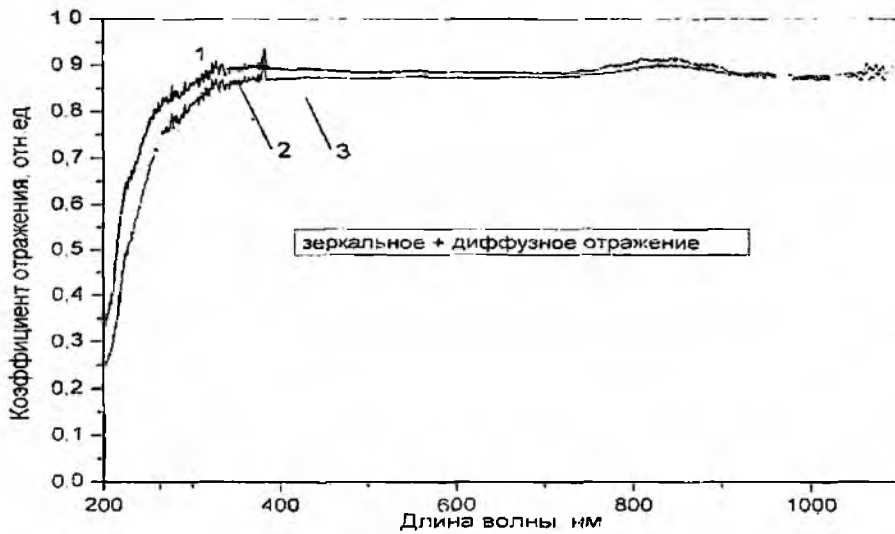


Рис. 2

Из представленной зависимости видно, что даже при среднем размере диполей $\sim 1-3$ мкм, эффективность отражения в коротковолновой области уменьшается до 10 % по отношению к исходному состоянию. Поэтому при конструировании криостата для СКВИД-микроскопа было выбрано компромиссное требование $S_N^{1/2} \leq S_{SQ}^{1/2} / \pi$. Здесь S_N – спектральная плотность шума суперизоляции, а S_{SQ} – спектральная плотность шума отдельного канала СКВИДа на частоте измерения. Для оценки шума был изготовлен образец, состоящий из теплового экрана и 30 слоев суперизоляции, разрезанной на диполи порядка 1 мкм. Образец размещался в 30 мм от приемной антенны СКВИДа, измеряющего вертикальную компоненту магнитного поля. Измерения, проведенные при $T = 4.2$ К с использованием стандартного ВЧ СКВИДа, показали, что в области достаточно низких частот ($f \geq 3$ Гц) суммарный шум такого пакета суперизоляции не превышает $8 - 12 \text{ фТл/Гц}^{1/2}$. Поскольку шумовой сигнал представляет собой среднеквадратичное значение суммы сигналов от образца, СКВИДа, стеклопластикового криостата и внутренних шумов экранов, то можно считать, что такой образец теплового экрана и суперизоляции дает вклад в вертикальную компоненту поля значительно меньше чувствительности канала на основе ВТСП СКВИДа.

Сильфон с индуктивностью $L \approx 7 \cdot 10^{-8}$ Гн, предназначенный для перемещения по вертикали сапфирового окна относительно матрицы ВТСП СКВИДов [9], расположен в непосредственной близости от измерительной матрицы. Для уменьшения собственных шумов сильфон изготовлен из хромоникелевого сплава X18H10T. Его удельное сопротивление $8,5 \cdot 10^{-7}$ Ом*м при $T=300$ К. Шумовой поток, связанный с тепловыми флуктуациями в сильфоне в 25-30 раз меньше шума отдельного канала ВТСП СКВИДов.

Если электронную теплопроводность экрана заменить на фононную [10], а сильфон выполнить из диэлектрика, то значение шумов криостата будет $5-10 \text{ фТл/Гц}^{1/2}$.

На рис. 3 представлена зависимость скорости испарения жидкого азота от времени полученная после заправки криостата, элементы которого в начальный момент находились при комнатной температуре. Полное испарение 1,2 л жидкости составляет 75 ч. После первой заправки криостата жидким азотом, время выхода на равновесную скорость испарения составляет 2 ч.

Характерное время неравновесных процессов, связанных с охлаждением теплового экрана, адсорбционного насоса и установлением равновесного давления между слоями суперизоляции, составляет 2 ч. Дополнительные измерения показали, что этот временной интервал

определяется низкой скоростью откачки газа из межслойного пространства, заполненного базальтовой бумагой. При дозаправке «холодного» криостата время выхода на стационарный режим сокращается до 10 – 15 мин. Для уменьшения сопротивления откачки в каждом слое суперизоляции сделаны отверстия, уменьшающие площадь отражения майлара до 5 %. При давлении $\sim 10^{-2}$ Па теплопроводность за счет остаточного газа составляет $0,1 \text{ мкВт/смК}$ и растет пропорционально давлению [11]. Анализ переходной области ясно указывает, что существенное понижение давления (до $\sim 10^{-2}$ Па) между слоями суперизоляции происходит достаточно медленно, что согласуется с экспериментами [12, 13].

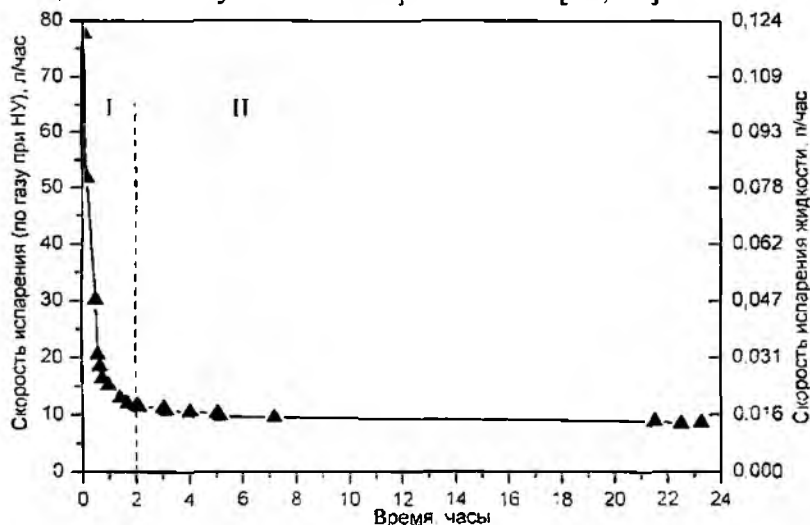


Рис.3

Основной теплоприток к криостату происходит в области сапфирового окна и нижнего фланца криостата. В этом месте отсутствует тепловой экран, а число слоев суперизоляции в 5 раз меньше чем в основном пакете. Поскольку расстояние от сапфирового держателя СКВИДов до поверхности сапфирового окна меньше 100 мкм, то в этом месте отсутствуют все виды экранов. Эти два обстоятельства приводят к интенсивному радиационному нагреву и практически полностью ($\sim 80\%$) определяют скорость испарения жидкого азота. Распределение температуры на внешней поверхности нижнего фланца криостата в стационарном режиме испарения показано на рис. 4. Хорошо видны зоны переохлаждения нижней части (дна) криостата. Изотермические линии соответствуют различным физическим температурам поверхностей сапфирового окна, стеклопластика и сильфонного механизма. Также представлена зависимость температуры нижнего фланца от координаты по произвольному отрезку на поверхности, имеющего на концах $T=21,2$ и $20,9 \text{ C}^0$.

Экспериментальная визуализация и анализ тепловых полей на внешней поверхности криостата выполнен с помощью тепловизионного программно-аппаратурного комплекса ТК1. Спектральный диапазон чувствительности излучения данного прибора составляет 8-13 мкм, в качестве чувствительного элемента – узкозонный полупроводник CdHgTe, охлаждаемый до температуры жидкого азота. Оптическая часть состоит из Ge линзового объектива и входного окна. Измерения проводились в стационарном режиме, внешняя оболочка находилась при температуре окружающей среды помещения, криостат находился в рабочем положении, а съемка велась под углом к плоскости нижнего фланца. В этом интервале температур прибор обеспечивает чувствительность не хуже $0,1 \text{ C}^0$.

Поскольку расстояние между внешней поверхностью сапфирового окна и образцом составляет $\sim 100 \text{ мкм}$, то для данного криостата получим $h \leq 500 \text{ мкм}$ при толщине сапфира 300 мкм. С таким окном может быть интегрирована матрица 19 приемников, с шагом $\sim 2,5 \text{ мм}$ и диаметром концентраторов от 250 мкм до 1,5 мм. Если отношение сигнал/шум для удаленных источников не позволяет идентифицировать отдельные токовые пути, то для увеличения пространственного разрешения можно воспользоваться специальными методами фильтрации [14].

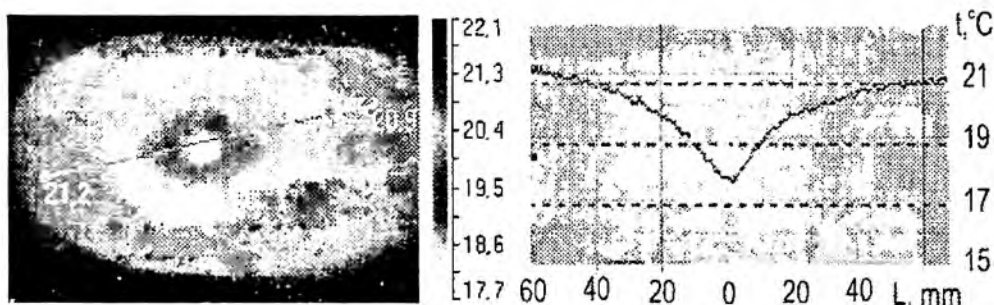


Рис. 4

Информационный метод реконструкции токов

Полученный в результате сканирования сигнал связан с распределением токов в некотором слое интегральным уравнением Фредгольма первого рода

$$F_h(x, y) = G_h(x, y) * I(x, y) + N(x, y), \quad (4)$$

где: $F_h(x, y)$ – результат сканирования датчиком, приемная антенна которого расположена на высоте h над объектом контроля; $G_h(x, y)$ – передаточная функция датчика, которая зависит как от его положения над объектом, так и от геометрических параметров приемной антенны; $I(x, y)$ – двумерное распределение плотности токов на поверхности объекта; $N(x, y)$ – аддитивный шум. Основным методом решения указанных уравнений является метод интегрального преобразования. В результате двумерного преобразования Фурье получим

$$F(w_x, w_y) = G_h(w_x, w_y) \cdot I(w_x, w_y) + N(w_x, w_y), \quad (5)$$

где: $F(w_x, w_y)$ – образ двумерной координатной зависимости интегрального магнитного потока через приемную петлевую антенну; $I(w_x, w_y)$ – образ двумерного распределения токов; $G_h(w_x, w_y)$ – образ ядра интегрального преобразования (передаточная функция); $N(w_x, w_y)$ – Фурье-образ аддитивного шума.

Решение задачи сводится к вычислению карты токов из уравнения (5) и нахождению его обратного преобразования Фурье. При этом мы сталкиваемся с возникновением неустойчивости, связанной как с наличием шумов, так и с погрешностями, возникающими при вычислении передаточной функции. Решение может быть записано в виде

$$I(w) = \left(\frac{1}{1 + \alpha(w)} \right) \cdot \frac{G^*(w) \cdot F(w)}{G^*(w) \cdot G(w)},$$

где

$$\alpha(w) = \frac{N(w)}{G(w) \cdot I(w)}. \quad (6)$$

При определении спектра шумовой составляющей можем измерить только спектральную мощность шума, а фазы остаются неопределенными. В связи с этим параметр регуляризации $\alpha(w)$ выбирают и оптимизируют из общих соображений. Основной проблемой, возникающей при решении обратной задачи рассматриваемого типа, является выбор критерия регуляризации. В известных методиках для этого используют априорные знания о сигнале и о шумовой составляющей [15]. В этом случае при обработке сигналов фактически минимизируют сложность описания множества экспериментальных результатов, заданных с некоторой точностью. При этом априорная информация о характере сигнала учитывается при выборе алгоритма описания. В качестве универсального критерия оптимизации решения обратной задачи можно использовать принцип минимальной алгоритмической сложности описания множества экспериментальных результатов [16]. Для оценки сложности описания подсчитывают количество информации (в битах), которую необходимо подать на вход выбранного алгоритма описания для получения точного измеренного массива данных на выходе. Если объектом

является многослойная плата, то такой информацией может служить информация о профиле токоведущего слоя, его ширине, глубине залегания отдельных слоев и т.п.

На рис. 5, а приведены сигнал СКВИД-магнитометра и результаты реконструкции поля токов для тестового образца, содержащего три токовые дорожки шириной 200 мкм, удаленные на 300 мкм друг от друга. Датчик размером 250x250 мкм² находился на расстоянии 500 мкм от поверхности образца. Амплитуда аддитивного шума была задана равной 3 % от максимума сигнала. Удаленность источников магнитного поля и шум установки не позволяют идентифицировать три токовые дорожки непосредственно из измеренной зависимости. Результаты реконструкции поля токов, полученные после применения стандартного алгоритма регуляризации, а также с помощью информационного критерия, представлены на этом же рисунке. В последнем случае была использована дополнительная информация о том, что поле токов – ступенчатая функция. Из этих результатов видно, что если существует предварительная информация об измеряемом объекте, то можно получить разрешающую способность прибора меньше, чем характерное расстояние h . На реконструированном профиле погрешность восстановления ширины токовых дорожек тестового образца составляет 60 мкм. Для сравнения на рис. 5, б приведен результат компьютерного моделирования сигнала и его расшифровки для одноэлементного датчика малой площади 60x60 мкм² при $h=100$ мкм. При аддитивном вкладе шумов отношение сигнал/шум может заметно ухудшиться из-за снижения чувствительности канала, но уменьшение расстояния до объекта позволяет сохранить высокое пространственное разрешение. Полученный результат расшифровки соответствует амплитуде шума, равной 20% от максимума сигнала. На обоих рисунках: кривая 1 – зависимость выходного сигнала одноканального СКВИД-микроскопа от перемещения (координаты) измеряемого образца, кривая 2 – восстановленный образ токового объекта при использовании стандартного алгоритма регуляризации, кривая 3 – восстановленный образ объекта при использовании информационного критерия.

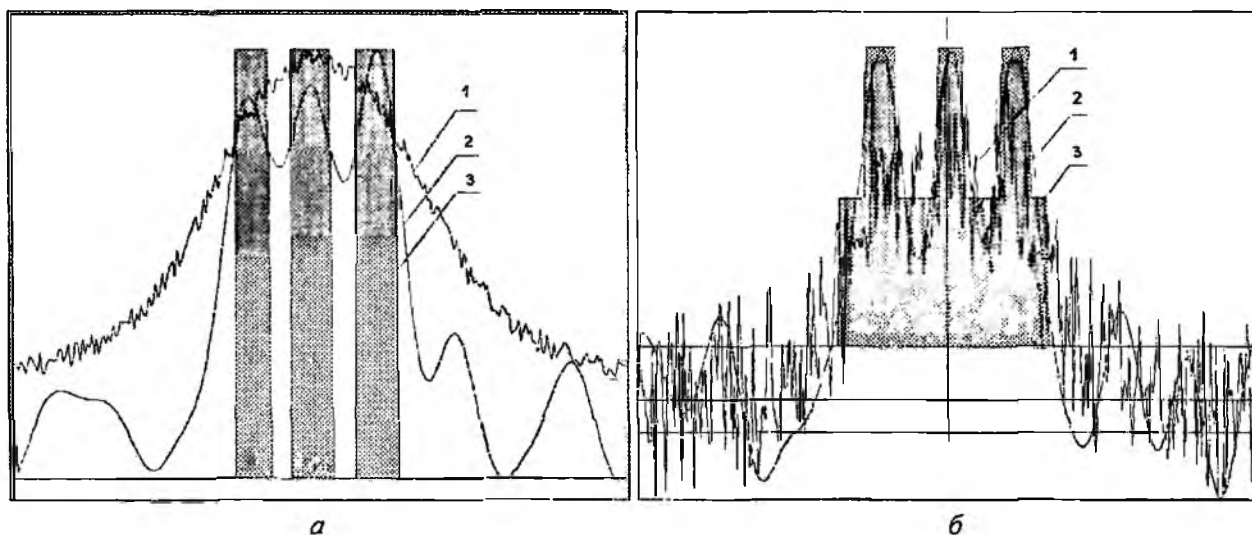


Рис. 5

Выводы

Изготовлен и исследован стеклопластиковый криостат для охлаждения до азотных температур матрицы ВТСП СКВИДов магнитного микроскопа. При объеме 1,2 литра криостат обеспечивает 75 часовой ресурс работы. Время выхода криостата на рабочий режим равно 2 часам и определяется скоростью откачки межслойного пространства суперизоляции и установлением равновесного распределения температуры каждого слоя.

Спектральная плотность собственных шумов криостата составляет $S_N^{1/2} \approx 50 \text{ фТ/Гц}^{1/2}$ и в основном определяется шумами сильфонного механизма перемещения сапфирового окна относительно матрицы СКВИДов.

Матричный магнитный микроскоп на основе рассмотренного криостата с расстоянием до радиоэлектронной платы 500 мкм может иметь пространственное разрешение порядка 60 мкм для размера СКВИДа с концентратором магнитного потока $250 \times 250 \text{ мкм}^2$.

Список литературы: 1. *V.I. Shnyrkov*. High-Temperature RF SQUIDS // Handbook of High-Temperature Superconductor Electronics, edited by N. Khare, Marcel Dekker, Inc., New York-Basel, 2003. P. 193-232. 2. Same Handbook, pp. 233-277. 3. *Y. Zhang*. M. Muck, at el. Sensitive rf-SQUIDS and magnetometers operating at 77K // IEEE Trans. Appl. Supercond. 3. 1993. P 2465-2468. 4. *R. C. Black, A. Mathai, F.C. Wellstood, E. Dantsker, A.H. Miklich, D.T. Nemeth, J.J. Kingstone, J. Clarke*. Magnetic microscopy using a liquid nitrogen cooled $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ superconducting quantum interference device // Appl. Phys. Lett., 62, 1993. P. 2128-2130. 5. *S.A. Gudoshnikov, I.I. Vengrus, K.E. Andreev, O.V. Smigirev*. Magnetic microscope based on YBCO bicristal thin de SQUID operating at 77 K // Cryogenics. 34. 1994. P. 883-886. 6. *F.C. Wellstood, Y. Gim, A. Amar, R.C. Black, A. Mathai*. Magnetic microscopy using SQUIDS // IEEE Trans. Appl. Supercond. 7. 1997. P. 3134-3138. 7. *T.S. Lee, E. Dantsker, J. Clarke*. High-transition temperature SQUID microscope // Rev. Sci. Inst. Vol. 67. 1996. P. 4208. 8. *T.S. Lee, Y.R. Chemla, E. Dantsker, J. Clarke*. High-Tc SQUID microscope for room temperature // IEEE Trans. Appl. Supercond. 7. 1997. P. 3147-3150. 9. *S.M. Lee, H.J. Lee, D.J. Choi, H.N. Lee, B. Oh*. A Four Channel HTS SQUID NDE System // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 13, n-2, 2003. P.203-206. 10. *V.I. Shnyrkov, P.V. Zinovyev, P.N. Zheltov*. High Efficiency FRP Dewar for Bimagnetism // Proceed. BIOMAG 2002, 13-th Intern. Confer. on Biomagnetism, Jena Germany, August 10-14, 2002. P.955-957. 11. *R.G. Scurlock, B. Squill*. Development of multiplayer insulations with thermal conductivities below $0.1 \mu\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Cryogenics, 13, 1976. P.303-311. 12. *J.W. Price*. Measuring the gas pressure within high performance insulation blankets // Adv. Cryogen Eng., 13, 1968. P. 662-670. 13. *S.L. Barat, K. G. Narayankhedkar, T.P. Lukose*. Experimental investigations of multiplayer insulation // Cryogenics, 30, 1990. P.711-719. 14. *S. Chatrathorn, E.F. Fleet, F.C. Wellstood*. Relationship between spatial resolution and noise in scanning superconducting quantum interference device microscopy // Jour. of Appl. Phys., 92, 2002, 4731-4740. 15. *M. Bertero, F. Maggio, E.R. Pike and D.Fish*. Assessment of Methods Used for HST Image Reconstruction rlw@sundog.stsci.edu Mon Apr 18 15:41:56 EDT 1994. 16. *A.M. Urmanov, Hamparsum Bozdohan, A.V. Gribok, J. Wesley Hines and Robert E. Uhrig* Information Complexity Based Regularization Parameters Selection Method for Regularized Ill-Posed Problems urmanov@utk.edu

Физико-технический институт низких температур
им. Б. И. Веркина НАН Украины,
Харьковский национальный
университет радиоэлектроники

Поступила в редколлегию 15.08.2007