Разработка усовершенствованных сверхпроводящих градиентометров для биомагнитных СКВИД применений

Н.Н. Будник¹, Ю.Д. Минов¹, В.Ю. Ляхно², В.А. Десненко², А.С. Линник², А.Б. Шопен³

¹Институт кибернетики им. В.М. Глушкова НАНУ, пр. Глушкова, 40, г. Киев, 03187, Украина E-mail: budnyk@meta.ua

² Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины пр. Науки, 47, г. Харьков, 61103, Украина

³ООО «НПП Пластар», ул. Разина, 8, пгт. Золочев, 62203, Харьковская область, Украина

Статья поступила в редакцию 7 ноября 2017 г., опубликована онлайн 25 января 2018 г.

Для проведения биомагнитных измерений СКВИД магнитометры оснащаются сверхпроводящими градиентометрами, которые должны обеспечивать высокие значения отношения сигнал-шум на низких частотах, достаточную механическую прочность и стабильность свойств при многократных термоциклах, а также низкий уровень собственных магнитных шумов. Представлена конструкция градиентометра для проведения магнитных кардиографических измерений из композиционного материала с углеродными волокнами. Термический коэффициент линейного расширения (ТКЛР) углеволокнистого композиционного материала (углепластика) подбирается соответствующим коэффициенту материала сверхпроводящего провода витков градиентометра. Это достигается благодаря различию в ТКЛР углеволокна в продольном и поперечном направлениях и обеспечивается вариацией в направлениях укладки волокна в композите. Представлены данные по измерениям магнитной проницаемости углекомпозита, которая оказалась в 6 раз меньше, чем у графита. Данная конструкция обеспечивает высокую степень балансировки градиентометра и запатентована наряду с другими специальными методами.

Для проведення біомагнітних вимірювань СКВІД магнітометри обладнуються надпровідними градієнтометрами, які повинні забезпечити високий рівень відношення сигнал-шум на низьких частотах, достатню механічну міцність та стабільність властивостей за багаторазовими термоциклами, а також низький рівень власних магнітних шумів. Надано конструкцію градієнтометра для проведення магнітних кардіографічних вимірювань з композиційного матеріалу, що складається з вуглецевого волокна. Термічний коефіцієнт лінійного розширення (ТКЛР) вуглеволокнистого композиційного матеріалу (вуглепластику) підбирається відповідним до коефіцієнту матеріалу надпровідного дроту витків градієнтометру. Це досягається завдяки різниці в ТКЛР вуглецевого волокна у повздовжньому та поперечному напрямках та забезпечується варіацією у напрямках розташування волокна у композиті. Наведено дані щодо вимірювань магнітної сприйнятливості вуглекомпозита, яка виявилася у 6 разів нижча, ніж у графіту. Ця конструкція забезпечує високу ступінь балансування градієнтометру та запатентована також з іншими спеціальними методами.

PACS: 07.55.Ge Магнитометры для измерений в магнитных полях;

85.25.Dq Сверхпроводящие квантовые интерференционные приборы (СКВИДы).

Ключевые слова: СКВИД градиентометр, магнитная восприимчивость, термический коэффициент линейного расширения, углепластик.

Введение

Современные СКВИД магнитометры обладают предельной чувствительностью к изменению магнитного потока, которая определяется собственными шумами СКВИДа и коэффициентом передачи сигнала от образца в трансформатор магнитного потока и далее в интерферометр. Такие трансформаторы магнитного потока, часто называемые антеннами, могут быть выполнены в виде сверхпроводящих градиентометров — последова-

© Н.Н. Будник, Ю.Д. Минов, В.Ю. Ляхно, В.А. Десненко, А.С. Линник, А.Б. Шопен, 2018

тельным соединением нескольких катушек, изготовленных из провода (аксиальные) или пленок, нанесенных на подложку (планарные) [1]. Они позволяют улучшить отношения сигнал/шум на входе магнитометра и обеспечить разрешающую способность по магнитному полю в диапазоне пико- и фемтотесла.

Для близких объектов измерений, расстояние R к которым порядка расстояния между катушками (база градиентометра), ослабление полезного сигнала незначительное, а сигнал от далеких источников магнитных помех ослабляется как $1/R^{(3+M)}$, где M — порядок градиентометра, R — расстояние к источнику помех (рис. 1).

При проведении измерений биологических объектов, в частности при измерении кардиологических спектров, полезный магнитный сигнал от измеряемых объектов сосредоточен в низкочастотном диапазоне 0,1–100 Гц. Общее шумовое окружение, в котором выполняются измерения реальных объектов, определяется наличием индустриальных источников (радиостанции, мобильная связь, электростатические разряды, другие источники электромагнитных полей и волн) магнитных помех. Они во много раз превышают полезный сверхслабый магнитный сигнал, и их значительное ослабление (в 1000 раз и больше) достигается лишь при достаточно точном изготовлении градиентометра, а также определяется его конструкцией и конструкционными материалами [2].

Конструктивные особенности градиентометра

Конструкция проволочного градиентометра 2-го порядка [3] показана на рис. 2 и включает цилиндрический корпус 1, приемную 5 и две компенсационные катушки 2 и 4, намотанные на цилиндрический корпус цельным отрезком сверхпроводящего провода и соединенные с помощью прямого и обратного отрезков провода 3, смотанных вместе и вложенных в вертикальную проточку. Компенсационная катушка 4 выполнена двухвитковой и размещена посредине корпуса, а приемная и вторая компенсационные катушки выполнены одновитковыми и находятся на противоположных концах корпуса.

Витки всех катушек размещены в кольцевых проточках, плоскости которых инструментально перпендикулярны оси корпуса градиентометра. Витки катушек должны быть разнесены на расстояние не меньше, чем половина их радиуса. В данной конструкции это расстояние B = 60 мм при диаметре средней линии измерительных витков D = 20 мм. Такая конструкция обеспечивает начальный разбаланс 400–800 (200–400) ррт для вертикальной (горизонтальной) компоненты поля. Преимуществом такой конструкции является достаточный (около 20 ррт после механической балансировки) уровень ослабления магнитных помех по вертикальной компоненте магнитного поля, которая содержит полезный сигнал [4].



Рис. 1. Различные типы градиентометрических антенн: магнитометр (а); градиентометр первого порядка (б); симметричный градиентометр 2-го порядка (в); несимметричный градиентометр 2-го порядка (г); планарный градиентометр первого порядка (д).



Рис. 2. Вид градиентометра 2-го порядка с углепластиковым каркасом.



Рис. 3. Измеренный логарифмический спектр плотности шумового потока для 9-канального магнитного кардиологического сканера CARDIOMOX MCG9 (Oxford Science Park, 16 августа 2017).

В корпусе антенны имеются также три отверстия, необходимые для установки механизма балансировки градиентометра по трем осям с юстировочными элемента из свинца. Процедура балансировки состоит в смещении указанных элементов относительно витков антенны до совпадения их эффективных площадей.

Данная конструкция позволяет не только уменьшить магнитный шум по вертикальной составляющей, но и градиент шумов от удаленных источников. Это выражается в уменьшении частоты среза шума типа 1/f в спектре выходного сигнала магнитометра с 10 Гц до 0,4 Гц. На рис. 3 приведена зависимость спектральной плотности фонового излучения окружения, измеренного в стеклопластиковом криостате с помощью градиентометра 2-го порядка на базе кардиомагнитного комплекса САRDIOMOX MCG9. На рис. 4 представлен более подробный спектр фонового сигнала в области низких частот для иллюстрации области проявления 1/f шума.

При разработке корпусов антенн в качестве конструкционных возможно использование целого ряда материалов, однако уже накоплен значительный экспериментальный опыт и определены требования к свойствам конструкции градиентометра. Так, практика использования корпусов из различных видов текстолитов, пластиков или плотного графита выявила ряд недостатков. Это прежде всего низкая механическая прочность корпуса антенны и изменение балансировки антенны при термоциклировании из-за различного поведения термического коэффициента линейного расширения (ТКЛР) материала корпуса и провода при охлаждении. Поэтому в данной работе предлагается конструкция градиентометра, которая одновременно обеспечивает механическую прочность, высокую степень ослабления магнитных помех и стабильность характеристик при многократных циклах охлаждения–отогрева во время эксплуатации.

Определяющие свойства композита

Углеродным волокнам присущи экстремально высокие значения модуля упругости и прочности, химическая и термическая стойкость, низкий коэффициент линейного термического расширения, специфические трибологические свойства, повышенные (по сравнению с другими волокнами) тепло- и электропроводность и ряд других ценных свойств. Комплекс их полезных характеристик определяется и природой исходного материала, и разнообразием структурных особенностей [5]. Величина удельного электрического сопротивления в зависимости от условий получения может меняться на девять порядков. Термический коэффициент линейного расширения может принимать не только положительные, но и отрицательные значения. Это объясняется тем, что углеродные волокна сами имеют слоистую структуру. Эти слои преимущественно ориентированы вдоль волокна, т.е. аналогично графиту в направлении, перпендикулярном главной кристаллографической оси, что



Рис. 4. Линейный измеренный спектр плотности шумового потока для CARDIOMOX MCG9 (Oxford Science Park, 16 августа 2017).

приводит к отрицательному значению ТКЛР вдоль волокна. В поперечном направлении у углеродного волокна, как и у графита, ТКЛР вдоль кристаллографической оси положителен и больше абсолютного значения ТКЛР волокна в продольном направлении.

Используя простую структуру композита, его можно представить многократным повторением двух слоев с различным направлением укладки армирующих волокон (рис. 5), а общий ТКЛР определяется уравнением совместной деформации обоих слоев. При этом каждый слой имеет свойства однонаправленного композита. С изменением температуры композитного материала благодаря совместной деформации слоев в нем возникают напряжения, в одном слое — сжатие, а в другом — растяжение. Линейная деформация материала в каждом слое описывается законом Гука, а объемное содержание связующего и волокон в каждом слое обеспечивается технологическим оборудованием и одинаково в поперечном сечении композита. Тогда разное количество волокон в слоях обеспечит разные толщины этих слоев.

Для каждого слоя композита с упорядоченным направлением волокон можно записать выражения [6] для ТКЛР вдоль α_{\parallel} и поперек α_{\perp} их ориентации:

$$\alpha_{\parallel} = \alpha_f + (\alpha_m - \alpha_f) / \left[1 + \left(\frac{\nu_f}{1 - \nu_f} \right) \frac{E_f}{E_m} \right], \qquad (1)$$

$$\alpha_{\perp} = \alpha_m - \left(\alpha_m - \alpha_f\right) \left\{ \left[2(1 + \mu_m)(\mu_m^2 - 1)C \right] / \left(\frac{1 + 1, 1\nu_f}{1, 1\nu_f - 1} - \mu_m + 2\mu_m^2 C \right) - \left(\nu_m \frac{E_f}{E_m}\right) / \left(\frac{1}{C} + \frac{E_f}{E_m} \right) \right\}.$$
(2)

Константа *C* в (2) для цилиндрических волокон равна $C = 1, 1v_f (1-1, 1v_f)$ и $\alpha_m, \alpha_f, E_m, E_f, v_m, v_f$ — ТКЛР, модули Юнга, объемное содержание в композите полимерной матрицы (индекс *m*) и волокон (индекс *f*) соответственно, μ_m — коэффициент Пуассона полимерной матрицы.

Отсюда видно, что ТКЛР композита регулируется как относительным содержанием связующего в материале и его типом, так и относительным количеством армирующих волокон в слоях и их ориентацией. Для цилиндрического каркаса антенны рассчитывают суммарные ТКЛР композитного материала с кратным количеством слоев с однонаправленными волокнами. При ортотропном армировании, когда ориентация волокон в одном слое совпадает с осью каркаса, а в другом слое обеспечено поперечное его армирование, результирующий α_{C1} будет задавать деформацию в



Рис. 5. Фото скола углепластика на интерфейсе двух слоев с различным направлением углеродных волокон. Выполнено с помощью растрового электронного микроскопа РЭМ-106И.

радиальном направлении, а α_{C||} осевую и угловую деформации.

Исходя из необходимости изготовления каркаса с толщиной стенки не больше 1,0 мм, был отработан технологический процесс с использованием эпоксидной смолы типа ЭД-22, армированной высокопрочными углеродными волокнами типа ВМН-4. Используя справочные данные по свойствам этих материалов [5,7], имеем для углеродных волокон: $E_{\parallel} = 240$ ГПа, $\alpha_{\parallel} = -0.9 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$, $E_{\perp} = 6.7$ ГПа, $\alpha_{\perp} = 75 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Тогда по теореме о совместности деформаций, составив систему линейных уравнений для двух слоев с однонаправленными волокнами, получим зависимость компонент результирующего термического коэффициента от относительных толщин этих слоев, т.е. от количества нитей в разных направлениях (рис. 6).

Поскольку разбаланс градиентометра происходит при смещении поперечных витков антенны, следова-



Рис. 6. Расчетная зависимость результирующего ТКЛР композита вдоль оси каркаса от отношения толщин слоев с продольной и поперечной ориентациями углеродных волокон.

тельно, необходимо добиться равенства термических деформаций корпуса в угловом и осевом направлении ($\alpha_{C\parallel}$) и материала провода $\alpha_{\rm Nb} = 7,1\cdot 10^{-6}\,{\rm K}^{-1}$ [8]. Видно, что выбор таких материалов обеспечивает значительную технологическую гибкость в подборе количества волокон в матрице и их отношения в разных слоях композитного материала для выравнивания ТКЛР композита и материала провода.

Магнитные свойства углепластика

Проведенные экспериментальные исследования показывают, что сочетание этих типов материалов в композите обеспечивает уменьшение его магнитной восприимчивости. На рис. 7 показаны зависимости магнитной восприимчивости графита (треугольники) и углепластика (кружки) в диапазоне температур 5–50 К. Измерения проведены с помощью лабораторного сасептометра с чувствительностью к магнитному моменту не хуже 4·10⁻¹⁰ A·м², который позволяет проводить прецизионные измерения с помощью СКВИД магнитометра СГМ-5 [9].

Измерения для углекомпозита проводили в сравнении со значениями магнитной восприимчивости для графита, взятого из каркаса используемого ранее градиентометра.

На рис. 7 видно, что при уменьшении температуры магнитная восприимчивость обоих материалов увеличивается и при T = 5 К становится равной $-2,27 \cdot 10^{-5}$ (ед. СИ) у графита, а у углепластика $+3,89 \cdot 10^{-6}$ (ед. СИ). Следовательно, экспериментальные данные указывают, что графит является диамагнетиком, а композитный материал — парамагнетиком, но восприимчивость композитного материала по абсолютному значению приблизительно в 5,8 раз меньше. По мнению авторов, это объясняется взаимной компенсацией парамагнетизма эпоксидной смолы и диамагнетизма углеродных волокон.



Рис. 7. Зависимость магнитной восприимчивости от температуры в постоянном магнитном поле B = 20 мТл для графита (**Δ**) и углепластика (**О**). χ измеряется в ед. СИ.



Рис. 8. Зависимость производной магнитной восприимчивости от температуры для графита (▲) и углепластика (**O**) в постоянном магнитном поле 20 мТл.

Таким образом, при применении композитного материала для каркаса градиентометра магнитные искажения полезного сигнала будут в несколько раз слабее. Кроме того, будут меньше внутренние магнитные шумы каркаса, вызванные флуктуациями температуры при кипении жидкого гелия, согласно рис. 8, где показана температурная зависимость производных магнитной восприимчивости обоих материалов.

Проведем количественную оценку магнитных помех, которые генерируется каркасом антенны на основе расчета флуктуаций магнитного момента dM от материала объемом V в магнитном поле H при вариациях температуры dT:

$$dM = \frac{d\chi}{dT} V H dT \,. \tag{3}$$

Для материала объемом 1 см³ при температуре T = 4,2 К и колебаниях температуры за счет кипения гелия $dT = 10^{-4}$ К в магнитном поле Земли H = 50 мкТл получаем из экспериментальных данных, приведенных на рис. 8, для графита $d\chi/dT = -1,13\cdot10^{-5}$ К⁻¹ и углепластика $d\chi/dT = -0,9\cdot10^{-5}$ К⁻¹. Отсюда, согласно выражению (3), флуктуация магнитного момента $dM \approx \approx -5,65\cdot10^{-20}$ Вб·м и $dM \approx -4,5\cdot10^{-20}$ Вб·м. Следовательно, магнитные помехи от углепластика в 1,3 раза меньше, чем у графита.

Конкретная реализация

Технология изготовления каркаса градиентометра из углепластика отработанна для применения в четырех 9канальных кардиомагнитных сканерах CARDIOMOX MCG9, созданных на протяжении 2015–2017 гг. в ИК им. В.М. Глушкова НАНУ (г. Киев) по проекту Р624 УНТЦ. В устройстве использован ряд уникальных разработок, защищенных международными и национальными патентами [10–16].

Выводы

Основным преимуществом данной конструкции является практическое отсутствие механических деформаций и сдвигов измерительных витков, вызванных тепловым расширением материалов. Это обеспечивает неизменность положения и площадей катушек градиентометра, что, в свою очередь, гарантирует стабильность степени разбаланса антенны в результате многоразовых термоциклов между температурами жидкого гелия и комнатной.

Создаются условия для достижения начального разбаланса по аксиальной компоненте поля 800 ppm, а в поперечном направлении 400 ppm, что достаточно для сверхчувствительных измерений в неэкранированных условиях без применения дополнительных средств подавления помех (адаптивная компенсация помех, магнитоэкранированная комната или камера). Дополнительным преимуществом композита является его лучшие магнитные свойства (в 6 раз меньшая магнитная восприимчивость), что обеспечивает меньшие искажения полезного сигнала.

Значение удельного объемного электрического сопротивления углепластика, измеренное четырехзондовым методом, оказалось равным $3,5 \cdot 10^{-4}$ Ом · м. Это примерно в 20 раз выше, чем у используемого ранее графита, что обеспечит существенное поглощение высокочастотных помех электромагнитного поля.

- Silvano D'Angelo, Ivo Modena, and Gian L. Romani, *Patent US 4* 523, 147 (1985).
- 2. A. Bakharev, Int. Patent Application WO 2002027332 (2002).
- 3. Ю.Д. Мінов, М.М. Будник, ТОВ Київська медична група, Патент України на винахід UA, 16882 (2006).
- Yu.D. Minov and M.M. Budnyk, Int. Patent Application WO, 2012173584 (2012).
- А.И. Мелешко, С.П. Половин, Углерод, углеродные волокна, углеродные композиты, Сайнс-Пресс, Москва (2007).
- 6. А.Б. Круглов *Теплофизические свойства стекло*эпоксидов и эпоксидных смол при криогенных температурах, Дисс. канд. физ.-мат. наук, Москва (2007).
- 7. Углеродные волокна, С. Симамур (ред.) Мир, Москва (1987).
- М.П. Малков, И.Б. Данилов, А.Г. Зельдович, А.Б. Фрадков, Справочник по физико-техническим основам криогеники, Энергоатомиздат, Москва (1985).
- 9. А.В. Федорченко, В.Ю. Ляхно, В.И. Шнырков, *ВАНТ, Сер.* Физика рад. поврежд. и рад. матер. **1**(65), 150 (2010).
- V.M. Sosnytskyy, Yu.D. Minov, and M.M. Budnyk, *Int. Patent Application, WO2013115749* (2013).
- 11. В.М. Сосницький, Ю.Д. Мінов, М.М. Будник, *Патент України на винахід, UA 102163* (2013).

- Yu.D. Minov, M.M. Budnyk, V.Yu. Lyakhno, O.B. Shopen, and O.B. Kivirenko, *Int. Patent Application, WO 2016114742* (2016).
- Ю.Д. Мінов, М.М. Будник, В.Ю. Ляхно, О.Б. Шопен, О.Б. Ківіренко, Патент України на винахід, UA 112235 (2016),
- M. Budnyk, N. Dudchenko, O. Stavynska, Yu. Alekseytsev, O. Dudchenko, I. Chaikovsky, Yu. Minov, P. Sutkovyi, P. Shpylyovy, and T. Ryzhenko, *Mater. Werkstoff.* 40, 302 (2009).
- M. Budnyk, O. Zakorcheny, V. Budnyk, V. Koshelnyk, V. Lukashyk, Yu. Minov, P. Sutkovyi, and T. Ryzhenko, *IFMBE 28 Proceedings Series*, Springer Verlag, Berlin (2010).
- M. Budnyk, V. Sosnytskyi, I. Voitovych, V. Maiko, Yu. Minov, P. Sutkovyi, O. Zakorchenyi, T. Ryzhenko, and V. Budnyk, Proc. IEEE 6th Workshop «Intelligent Data Acquisition & Advanced Computing Systems IDAACS» 2011, Prague (2011).

Development of improved superconductive axial gradiometers for SQUID biomagnetic application

M.M. Budnyk, Yu.D. Minov, V.Yu. Lyakhno, V.A. Desnenko, A.S. Linnik, and O.B. Shopen

SQUID magnetometers for biomagnetic measurements are equipped with superconductive gradiometers that must have high SNR at low frequencies, mechanical strength and sustained performance during numerous thermal cycling, with low own magnetic noise. This paper describes the design of the gradiometer intended to operate in magnetic cardiography studies and is made of a composite material reinforced with carbon fibers. Coefficient of thermal expansion (CTE) of proposed carbon-filled plastic can be precisely adjusted to match to that of the detector coils wire. This is guaranteed due to different CTEs for carbon fibbers in their longitudinal and cross directions by putting the filaments in various orientations when forming the composite. The data of measurements of magnetic susceptibility of carbon-filled plastic are reported showing it is about 6 times smaller as compared to that of graphite. The gradiometer design provides its high balance due to advanced patented methods.

PACS: 07.55.Ge Magnetometers for magnetic field measurements; 85.25.Dq Superconducting quantum interference devices (SQUIDs)

Keywords: SQUID gradiometer, magnetic susceptibility, coefficient of thermal expansion, carbon-filled plastic.