#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

平成 30 年 6 月 1 4 日現在

機関番号: 32660

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2015~2017

課題番号: 15K05185

研究課題名(和文)一軸応力下における走査トンネル分光

研究課題名(英文)scanning tunneling spectroscopy under uniaxial stress

## 研究代表者

坂田 英明 (sakata, hideaki)

東京理科大学・理学部第一部物理学科・教授

研究者番号:30215636

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文):走査トンネル顕微鏡(STM)は、物質の表面を原子分解能を持って測定できるが、超伝導や電荷密度波の分域構造のような秩序状態を制御することができる静水圧下での測定は不可能である。本研究では、圧電素子を用いて一軸性の応力下での遷移金属ダイカルコゲナイド(TMDC)のような2次元物質のSTMによる観察が可能な装置の試作および観察を試みた。 試作した装置を用いて、室温から液体ヘリウム温度の間で、応力印加の下で、原子分解能を有する観察を行うことができたが、変位が小さいため、TMDCのスストができたが、変化のの分域構造に関する名とのVIRTを得ることができた。

でTMDCの分域構造に関する多くの知見を得ることができた。

研究成果の概要(英文):Application of pressure is one of promising techniques to control the physical properties of materials, such as superconductivity or domain structures of charge density wave states. Although scanning tunneling microscopy (STM) is a powerful technique which realizes the electronic states measurements with atomic resolution, the measurements under pressure is impossible. In this study, we developed STM which enables to measure two dimensional materials under uniaxial stress by using a piezoelectric actuator.

By gluing the two dimensional materials such as transition metal dichacogenides (TMDC) on a multilayer piezoelectric element, we succeeded to observe the surface structure with atomic resolution under the uniaxial stress from room temperature down to 4.2 K. Although the uniaxial stress applied to the samples was not enough to change the domain structures in TMDC, this study extended the understanding of domain structures in TMDC.

研究分野: 物性物理学

キーワード: 超伝導 走査トンネル顕微鏡 電荷密度波

## 1.研究開始当初の背景

物質中または物質表面において、競合する 相互作用により超伝導や磁性のような基底 状態が近接して存在する系が数多く存在す る。このような系では、圧力のような外的な 効果によりその基底状態を制御させること ができる。基底状態の電子状態については、 走査トンネル顕微鏡のよる観察が直接的な 情報を与えてくれるが、圧力下での走査トン ネル顕微鏡観察は皆無である。

## 2.研究の目的

本研究では、走査トンネル顕微鏡で観察中にその場で、圧電素子を用いて2次元的な試料の面内に一軸応力を印加する装置を作成し、基底状態が隣接していると考えられる試料の一軸応力印加による状態変化を微視的に直接観察することを目的とする。しかし、圧電素子による応力は小さいため、基底状態自体より、固体中の界面等の生成についても調べ、その変化を調べる。

## 3.研究の方法

- ・すでに所有している極低温走査トンネル顕 微鏡の試料ホルダーにおいて、試料に積層の 圧電素子を用いることにより応力を印加で きるように改造する。
- ・基底状態の境界に近い試料を、原子置換により準備、また準安定な界面を有する試料を 発見し、これらに一軸応力を印加し、変化を 調べる。
- ・試料としてはBiS<sub>2</sub>系超伝導体およびCDWを持つ遷移金属ダイカルコゲナイドを用いる。特に遷移金属ダイカルコゲナイドにおいては、CDW の分域構造に注目して、これに一軸応力を印加し、STM/STS により電子状態のその場観察を行う。

## 4. 研究成果

本研究は、まず圧電素子を用いて試料に一 軸応力を印加した状態で走査トンネル顕微 鏡観察を行えるような装置の製作を行った。 比較的大きな変位を確保できる積層型の圧 電素子に試料を張り付けることにより、室温 および液体ヘリウム温度の低温で応力印加 の元で試料観察ができるようなセッティン グ方法を考案し、圧電素子に加わる高電圧と、 トンネル顕微鏡の微小な電流が干渉しない ような絶縁方法、配線法を開発した。問題点 としては、試料より、試料を圧電素子に接着 している接着剤が弱く、試料の低温における 劈開が難しいということがあった。このため、 表面が非常に反応性の高い BiS。系の物質の 測定は行うことができなかった。このため、 比較的表面が安定な遷移金属ダイカルコゲ ナイドを主な測定対象とした。

積層型の圧電素子に、ストレインゲージを 接着するのに用いられている EA2A と呼ばれ る接着剤を用いて試料を接着することによ り、室温から液体ヘリウム温度まで、電圧印 加の元でも安定して原子分解能を有して、試 料表面の測定を行うことができた。試料表面 の欠陥等を利用して、実際に電圧印加により 圧電素子が変位していることも確認できた。

次に、本研究に適した遷移金属ダイカルコゲナイドにおけるCDWの分域壁について調べた。いくつかの遷移金属ダイカルコゲナイドにおいて、元素置換を行うと超伝導が出現することが報告されているが、超伝導が出現するときには分域構造が出現することを見出し、鉄置換した1T-TaS<sub>2-x</sub>Se<sub>x</sub>、2H-TaS<sub>2-x</sub>Se<sub>x</sub>について、実際に分域構造を観察し、その電子状態を明らかにすることができた。

これらの試料を用いて、一軸応力のもとでの試料表面の観察を行った。Fe 置換を行った

遷移金属ダイカルコゲナイド 1T-TaS。におい て、一軸応力のもとで表面観察を行った。一 軸応力印加のもとで、Fe 置換による分域構造 を観察することができ、圧電素子の変位によ る分域壁の移動を観察することができた。こ の大きさより、実際の圧電素子の変位を見積 もることができた。しかしながら、分域構造 自体に大きな変化を見るには至らなかった。 これは準安定あると考えていた分域が、Fe に よるピン止めを受けており、比較的安定状態 になっていたためと考えられる。また、Fe 置 換を行っていない 1T-TaS。において室温近く で存在する分域構造の応力下での測定も行 った。しかしながらこの分域構造に関しても 大きな変化を得るには至らなかった。これら の結果は、使用した圧電素子による変位が大 きく変化を起こすには不十分であるためと 考えられる。以上の結果を踏まえて、現在、 圧電素子、または別の機構を用いたより大き な変位を得られる装置を作成中である。

以上のように、本研究においては一軸応力による直接的な変化を見ることができなかったが、研究の過程において、遷移金属ダイカルコゲナイドの分域構造について新しい知見を多く得ることができた。

## 5 . 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者に は下線)

# [雑誌論文](計2件)

Yuita Fujisawa, Tatsunari Shimabukuro, Hiroyuki Kojima, Kai Kobayashi, Shun Ohta, Tadashi Machida, Satoshi Demura, and <u>Hideaki Sakata</u>

Appearance of a Domain Structure and Its Electronic states in Iron Doped 1T-TaS2 Observed by Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy JOURNAL OF THE PHYSICAL SOCIETY OF JAPAN 87 2017 113703

査読あり

10.7566/JPSJ.86.113703

Y Fujisawa, T Shimabukuro, H Kojima, K Kobayashi, S Demura and <u>H Sakata</u> Effect of Fe-doping on CDW state in 1T-TaS2 investigated by STM/STS Journal of Physics: Conference Series 871 2017 12003 査読あり 10.1088/1742-6596/871/1/012003

[学会発表](計16件)

藤澤唯太、島袋竜成、出村郷志、小林慎太郎、植田浩明、道岡千城、吉村一良、<u>坂田英明</u> 逐次相転移を示す CrSe2 の走査トンネル分光法による電子状態の測定日本物理学会2015年09月19日 関西大学

藤澤唯太、島袋竜成、出村郷志、小林慎太郎、植田浩明、道岡千城、吉村一良、<u>坂田英明</u> 遅次相転移を示す CrSe2 の走査トンネル分光 法による電子状態の測定 II 日本物理学会 2016 年 03 月 19 日 東北学院大学

島袋竜成、藤澤唯太、出村郷志、<u>坂田英明</u> 鉄置換した 1 T-TaS2 における STM/STS 測定 日本物理学会 2016 年 03 月 21 日 東北学院大学 岩崎貴洋、岩下純、岸本幸樹、中田光彦、藤田貴大、出村郷志、<u>坂田英明</u> 遷移金属ダイカルコゲナイド 1T-TaS2-xSex の単結晶合成及び物性評価 日本物理学会 2016 年 03 月 21 日 東北学院大学

坂井優斗、小野寺崇文、大槻恵史、藤澤唯太、出村郷志、<u>坂田英明</u> La(0,F)BiS2の単結晶育成及び物性評価 日本物理学会 2016 年 03 月 21 日 東北学院大学

小関紘矢,藤澤唯太,岩崎貴洋,吉村誠人, 出村郷志,<u>坂田英明</u> 一軸圧力下における STM 観察の試み 日本物理学会 2016 年 09 月 15 日 金沢大学

藤澤唯太,島袋竜成,小島寛之,小林開,出村郷志,<u>坂田英明</u> 走査トンネル分光による Ta1-xFexS2 の分域 構造の研究 日本物理学会 2016 年 09 月 13 日 金沢大学

藤澤唯太,島袋竜成,出村郷志,小林慎太郎, 植田浩明,道岡千城,吉村一良,<u>坂田英明</u> CrSe0.8S0.2の STM/STS による表面構造と電 子状態の研究 日本物理学会 2016年09月15日 金沢大学

藤澤唯太,島袋竜成,小島寛之,小林開,出

村郷志,<u>坂田英明</u> 走査トンネル分光による Ta0.99Fe0.01S2 の 分域構造の研究 II 日本物理学会 2017 年 03 月 18 日 大阪大学

太田竣,藤澤唯太,出村郷志,<u>坂田英明</u> 2H-TaS2-xSex における CDW の STM による実空 間観察

日本物理学会

2017年

2017年

小関紘矢,藤澤唯太,岩崎貴洋,吉村誠人,出村郷志,<u>坂田英明</u> 一軸圧力下における STM 観察の試み II 日本物理学会

藤澤唯太,小関紘矢,椎名雅彌,出村鄉 志,坂田英明

STM による 2H-NbSe2 表面における 1T 相の電子状態の研究

日本物理学会

2017年

藤井大智,藤澤唯太,秋山健太,岩崎貴洋,出村郷志,<u>坂田英明</u> 走 査 トン ネル 顕 微 鏡 / 分 光 法 に よ る 1T-TaS2-xSex の電子状態の観察 日本物理学会 2017 年

Yuita Fujisawa, Hiroya Koseki, Masaya Shiina, Shun Ohta, Satoshi Demura, <u>Hideaki</u> Sakata

Observation of surface 1T phase on 2H-NbSe2 by STM/STS

International symposium on Superconductivity(国際学会) Fujisawa Y., Iwasaki T., Iwashita J., Kishimoto K., Nakada M., Fujita T., Demura S., <u>Sakata H.</u>
Interference of 13 × 13 and 3 × 3 supermodulations in TaS2 probed by scanning tunneling microscopy
International conference on Low temperature Physics (国際学会)
2017年

Fujii D., Iwasaki T., Akiyama K., Fujisawa Y., Demura S., <u>Sakata H.</u>
Electronic state of domain structure in transition metal dichalcogenide 1T-TaS2-xSex observed by STM/STS International conference on Low temperature Physics (国際学会) 2017年

[図書](計0件) [産業財産権]

- 6.研究組織
- (1)研究代表者

坂田 英明 (SAKATA, Hideaki) 東京理科大学・理学部・教授 研究者番号:30215636

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

なし

(4)研究協力者

なし