

平成 22年 5月 30日現在

研究種目：若手研究 (A)

研究期間：2008～2009

課題番号：20684015

研究課題名 (和文) SQUID 磁束計によるナノ磁性ダイナミクスの直接観察

研究課題名 (英文) Direct observation of dynamics on nanoscale magnets: Development of SQUID magnetometers

研究代表者

山口 明 (YAMAGUCHI AKIRA)

兵庫県立大学・大学院物質理学研究科・准教授

研究者番号：10302639

研究成果の概要 (和文)：マイクロメータ・ナノメータサイズの磁性微粒子・磁性構造体の磁化の動きを直接観測する目的で、超伝導磁束干渉素子 (Superconducting Quantum Interference Device、以下SQUIDと略する) という高感度素子による磁束計の開発を行った。高温超伝導体 (YBCO) と低温超伝導体 (Nb) とを使ったマイクロメータサイズの大きさのSQUIDと3軸任意の方向から磁場印加可能な磁束計を開発し、分子磁性体微結晶の磁化反転における量子効果などを観測することができた。

研究成果の概要 (英文)：We have developed of micro superconducting quantum interference device (micro-SQUID) magnetometers for investigation of quantum effect in magnetization reversal of micro or nm-sized magnetic materials. Both high- and low-temperature superconductor (HTS and LTS) based micro-SQUID magnetometers were fabricated and a three-dimensional magnetic coil system was constructed for this purpose. Magnetization measurements of a micro-crystal of several molecular-based magnets were carried out.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
20年度	11,800,000	3,540,000	15,340,000
21年度	7,600,000	2,280,000	9,880,000
年度			
年度			
年度			
総計	19,400,000	5,820,000	25,220,000

研究分野：数物系科学

科研費の分科・細目：物理学・物性II

キーワード：

- ①磁性
- ②超伝導材料・素子
- ③マイクロ・ナノデバイス
- ④低温物性

1. 研究開始当初の背景

マイクロメータ、ナノメータサイズの磁性微粒子や構造体の磁化過程が盛んに調べら

れている。「マイクロメータ領域の磁性構造体における磁壁ドメインのダイナミクス」、あるいは、「ナノメータサイズ磁性微粒子の

量子的な磁化反転機構」など、多粒子のアンサンブル平均を測定していただだけでは解らない、マイクロな領域で起きていることをダイレクトに解明する必要性が高まっていた。

2. 研究の目的

粒子1個の磁性体の測定を指向した超伝導磁束干渉素子 (SQUID) を開発し、マイクロ・ナノメートルスケール磁性体の磁化過程のダイナミクスを測定することを目的とした。様々な、サイズ・種類の磁性体を単一微粒子で簡便に、汎用性の利く方法で測る技術確立し、新規なナノスケール磁性ダイナミクス現象の発見を行うことが目標であった。

3. 研究の方法

高温超伝導素子は YBCO 薄膜からなり、北海道大学電子科研栗城グループにて成膜・マイクロファブリケーションを行い作成した。Nb 素子は産業技術総合研究所柏谷グループにより FIB を使って作成していただいた。3 軸任意方向磁場印加用超伝導マグネットは、超伝導線を銅ボビンに研究室で巻き作成した。1 軸ソレノイド型、2 軸ヘルムホルツ型であり、最大電流 10A で、印加可能磁場はそれぞれ、8000 Oe, 1230 Oe, 960 Oe である。高温超伝導素子、低温超伝導素子は、この 3 軸マグネットを備えた、4K 冷凍機 (ディップスティック型) の内部の真空層内に置かれる。研究の後半では、低温超伝導素子を希釈冷凍機 (最低温度 10mK) 内部におき、1 軸 8 T 超伝導マグネットで磁場を印加できるようにして測定を行うことにした。ただし、実際に使用したのは 0.7K、磁場 1.5 までである。マイクロ微結晶や磁性微粒子は SQUID 素子にできるだけ近く置かれる必要がある。キーエンス社製の 5000 倍まで拡大可能なデジタルマイクロスコープを備品として購入し、顕微鏡下で、試料を突付いて移動するため、XYZ ステージ 2 台を備えたサンプルマウントシステムを構成した。SQUID 測定回路は、高温超伝導 SQUID では、Flux Locked Loop と呼ばれる SQUID の出力に併せて磁場を帰還する方法と、ダイレクトに SQUID トンネル臨界電流を検出する I_c 検出法を適宜使い分けた。低温超伝導 SQUID では、電流のスweep に対して、臨界電流のヒステリシスが大きく Flux Locked Loop は利用できない。測定の最期の方では、臨界電流の検出に FPGA を使ったデジタル検出システムも構築した。これは、臨界電流を超えたあと、電流を即座に切替えるための回路であり、常伝導状態のジュール熱による余分な発熱を抑えることができた。

その他に、低温で試料を操作できるピエゾステージシステムの設計および、備品購入などの準備を開始した。

4. 研究成果

① 高温超伝導 SQUID による定量的な磁化の測定

高温超伝導素子を使った研究では、3 軸マグネットを使った分子性磁性体の磁気異方性の測定を行った。保磁力の異方性を測ることが出来た。また、試料から出てくる磁場を数値計算により見積もり、試料磁化の絶対値を求めることを試みた。磁化の値が既知のサンプル試料を用いて SQUID による磁場測定を行った。また、同時に、磁化によって SQUID が検知すべき磁場計算し比較を行った。実験で測定された磁化と、磁場値ははよく一致しており、サンプルの形状さえわかれば、SQUID により磁化の定量的な見積もりができることを証明した。

② 超微細 SQUID 素子による磁化測定

ナノメートルスケールの測定にむけて、より小さなサイズの素子による磁束計の構築を行った。試料を置かないで SQUID 面に垂直に磁場をかけた際の SQUID のモジュレーションは高温超伝導 SQUID に比べ、素子サイズぶんだけ変化したということで理解された。

次に、タンタル (超伝導体)、ニッケル (強磁性体)、分子性磁性体 (強磁性体) などのサンプルを置き、測定を行った。特にタンタルでは 1 磁束量子以下の磁場変化を明確に捕らえることができ、このような超微細な SQUID ループをもつ素子でも測定できることを証明した。

③ Mn12 単分子磁石の磁化量子トンネリングの測定による磁化測定

ナノスケールマグネットとして有名な分子性磁性体 Mn12 クラスターの測定を行った。Mn12 クラスター結晶を SQUID の出来るだけ近くに置いたあと、希釈冷凍機に設置し温度を 0.7K まで冷却した。はじめに FPGA を使わない一定カレントで電流を挿引する方法で実験を試みたが、常伝導状態での発熱が大きすぎて、試料温度が約 1.5K 付近まで上昇してしまった。このときは試料の磁化曲線にヒステリシスは観測されるものもその大きさは小さかった。

次に測定系の改良を行ったところ、今度は、発熱が抑えられ、0.7K まで温度を下げることに成功した。図 1 にその際の磁化曲線を示す。青と赤はそれぞれ、磁場挿引の方向が、増加と減少、で大きなヒステリシスがあることがわかる。これは、低温で、Mn12 クラスターの磁化がその 1 軸異方性により低温で凍結される「ブロッキング現象」によるものである。さらに、良く見ると磁化曲線に小さなステッ

プのような見えることがわかる。もう少し分かり易いように図1の磁化曲線の微分をとったものが図2で、幾つかのピーク構造が見られていることが分かる。これは、この磁場で磁化が急激に反転することを意味しており、磁化の量子トンネリング現象として知られているものである。磁化の量子トンネリングは、量子力学的効果により、磁化がエネルギー障壁を乗り越える現象で、純粋な量子効果である。このような結晶の量子効果を超微小SQUID素子で見られたことは大きな成果である。今後、走査型のSQUID顕微鏡を作る際に有利であるからである。

以上、高温超伝導体、低温超伝導体を使ったマイクロSQUID磁束計の開発を進めることができた。

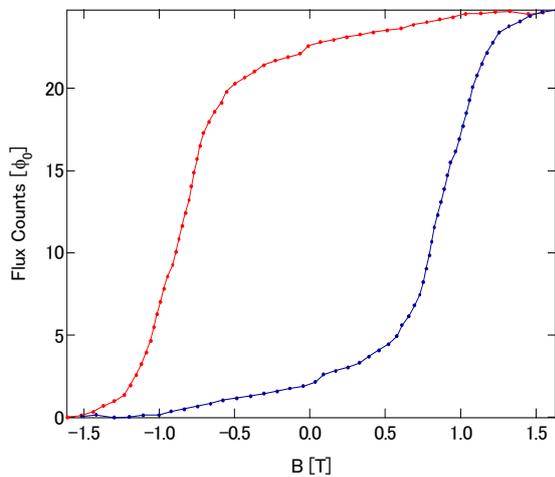


図1：Mn12 クラスターの磁化曲線 (0.7K)。下の線は磁場増加方向。上の線は磁場減少時

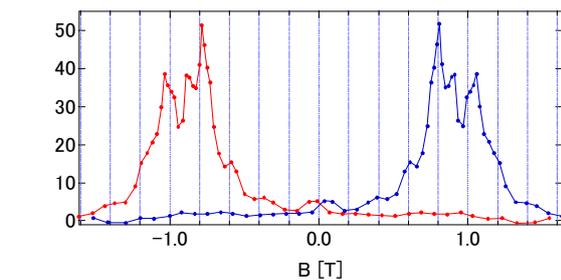


図2：Mn12 クラスターの磁化曲線の微分 (0.7K)。左のピークは磁場増加方向。右は磁場減少時

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4件)

- ① K. Takeda, H. Mori, A. Yamaguchi, H. Ishimoto, T. Nakamura, S. Kuriki, T. Hozumi, and S. Ohkoshi, “ High

temperature superconductor micro-superconducting-quantum-interference-device magnetometer for magnetization measurement of a microscale magnet ”、Review of Scientific Instruments、査読有 79, 033909(2008)、page 1-7

- ② A. Yamaguchi, K. Takeda, T. Matsumoto, G. Motoyama, H. Kashiwaya, S. Kuriki, S. Kashiwaya, S. Ohkoshi, A. Sumiyama, ” Development of Micro-SQUID Magnetometers for Investigation of Quantum Tunneling of Magnetization in Nanometer-Size Magnetic Materials”、Journal of Low Temperature Physics、査読有、158(2010)、page 704-709

- ③ K. Takeda, H. Tokoro, A. Yamaguchi, and S. Ohkoshi, “Absolute quantization of magnetization of individual micron-sized magnets using a high-temperature superconductor micro-SQUID magnetometer”、Supercond. Sci. Technol.、査読有、23 (2010)、page 045006/1-5

- ④ K. Takeda, H. Tokoro, F. Hakoe, A. Yamaguchi, H. Mori, H. Ishimoto, T. Nakamura, S. Kuriki, and S. Ohkoshi, “ High temperature superconductor micro-SQUID magnetometer for molecular-based magnet ”、Polyhedron、査読有、28 (2009)、page 1746-1749

[学会発表] (計4件)

- ① 山口明, 松本哲郎, 武田啓司, 本山岳, 柏谷聡, 大越慎一, 住山昭彦, ” ナノスケール磁性体の磁化反転測定のための μ -SQUID 磁束計の開発” 日本物理学会2009秋季大会、2009年9月27日、熊本大学

- ② 武田啓司, 所裕子, 山口明, 大越慎一, ” μ -SQUID による $\text{RbMn}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ の微小単結晶の磁化測定” 日本物理学会2009秋季大会、2009年9月27日、熊本大学

- ③ A. Yamaguchi, ” Development of Micro-SQUID Magnetometers for Investigation of Quantum Tunneling of Magnetization in Nanometer-Size Magnetic Materials” International Symposium on Quantum

Fluids and Solids、2009年8月7日、
米国、ノースウエスタン大学

- ④ 谷礼王馬, 和田雅人, 山口明, 松本哲郎
A, 武田啓司, 本山岳, 柏谷聡, 大越慎
一, 住山昭彦, “低温マイクロ SQUID 磁
束計を使った分子性磁性体の測定”
日本物理学会 2010 春季大会、2010 年
3 月 22 月、岡山大学

[その他]

ホームページ等

http://www.sci.u-hyogo.ac.jp/material/low_temp/yamaguchi/yamaguchi.html

6. 研究組織

(1) 研究代表者

山口 明 (YAMAGUCHI AKIRA)

兵庫県立大学・大学院物質理学研究科・
准教授

研究者番号：10302639

(2) 研究分担者

()

研究者番号：

(3) 連携研究者

()

研究者番号：