

令和 6 年 6 月 12 日現在

機関番号：13302

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2021～2023

課題番号：21K04878

研究課題名(和文) 超高真空・極低温下で動作する走査ダイヤモンドNV中心プローブの開発

研究課題名(英文) Development of scanning diamond NV center probe operating in ultra-high vacuum and cryogenic temperatures

研究代表者

林 都隆 (Hayashi, Kunitaka)

北陸先端科学技術大学院大学・先端科学技術研究科・研究員

研究者番号：60836857

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：これまでに開発した原子間力顕微鏡(AFM)機構とFPGA統合コントローラ及び制御プログラム、超高真空・極低温下で動作可能な搬送型の走査ダイヤモンドNV(窒素空孔)中心プローブ機構とマイクロ波印加が可能な搬送型試料ホルダー機構を用いて、室温・大気中にて磁性体試料の磁気構造を観測した。走査ダイヤモンドNV中心プローブには、柱状のダイヤモンドを集束イオンビーム(FIB)を用いて、先端が $1.3\mu\text{m}$ になるよう先鋭化して用いた。磁性体試料はコバルト鉄(CoFe)薄膜の島構造を用いた。試料面を走査し取得したODMRスペクトルから特定周波数の蛍光強度をマッピングして磁場イメージを取得した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまでの開発で得られた知見に加え、新たに開発した走査ダイヤモンドNV中心プローブの手法によって、磁場分布を持った磁性試料の磁場イメージングを、既存の測定装置と比較・検証できるレベルで確立できたことは、さらなる感度・空間分解能向上や超高真空・極低温というノイズの少ない環境下での動作の検証に必要な足掛かりであり、今後の研究を推進するうえで重要な意義がある。

研究成果の概要(英文)：The magnetic structure of magnetic samples was observed at room temperature and in air using an atomic force microscope (AFM) mechanism, an FPGA integrated controller and control program, a transportable scanning diamond NV (nitrogen-vacancy) center probe mechanism that can operate in ultrahigh vacuum and cryogenic conditions, and a transportable sample holder mechanism developed previously.

For the scanning diamond NV center probe, columnar diamond was sharpened to a tip of $1.3\mu\text{m}$ using a focused ion beam (FIB). The magnetic sample was a thin film island structure of cobalt iron (CoFe). The magnetic field image was obtained by mapping the fluorescence intensity at specific frequencies from the ODMR spectrum acquired by scanning the sample surface.

研究分野：スピントロニクス

キーワード：ダイヤモンドNV中心 走査プローブ顕微鏡 局所磁場計測・イメージング 超高真空・極低温

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

ダイヤモンド中の NV(窒素 空孔複合体)中心は室温・大気中で単一スピンを検出できる程の高い磁場感度と空間分解能(ナノメートルスケール)を有すること、さらには、磁場(スピン)だけでなく、温度、電場も計測可能であり、物理、材料、化学、生命科学の分野で注目を集め、研究が広がっている。このように、室温・大気中・さらには液中で計測が可能なのは特筆すべき利点である。一方で、このような環境下では不純物や複雑な環境によるノイズが大きいことも事実であり、核心をなす信号、物理原理、構造などをたくさんのノイズが存在する環境からどうやって効率よく抽出するかということが、今後の課題である。

2. 研究の目的

搬送型の走査ダイヤモンド NV 中心プローブ機構及び試料ホルダー機構を開発し、超高真空・極低温下で清浄な表面を作成・保存した状態で磁気イメージングを実現する。嵌合・離脱が可能な同軸マイクロ波コネクタを採用して試料ホルダーに組み込み、真空を破らずに極低温下の走査プローブヘッドへと搬送し、同時に受け側のマイクロ波コネクタと嵌合しマイクロ波を試料ホルダーへ印加可能な機構を設計する。ダイヤモンド NV 中心プローブは水晶振動子型の原子間力顕微鏡(AFM)機構を有したプローブ機構先端へ取り付けられ、AFM 像と磁気像を原子分解能で取得する。

3. 研究の方法

これまでに開発・整備した搬送型の水晶振動子型走査ダイヤモンド NV 中心プローブ機構及び試料ホルダー機構、ガルバノミラーを搭載した光学系、それらと超高真空・極低温下で動作する AFM 機構を同期して制御する FPGA 統合コントローラと LabVIEW プログラムに加えて、新たに集束イオンビーム(FIB: Focused Ion Beam)加工によって先鋭化して制作した走査ダイヤモンド NV 中心プローブを使用し、コバルト鉄(CoFe)薄膜の島構造試料の磁気ドメイン構造をイメージングする。

(1) FIB 加工によって先鋭化したダイヤモンド NV 中心プローブの開発

ダイヤモンド NV 中心プローブには、柱状(直径約 4 μm)に成長させたダイヤモンドピラーを図 1(a)のように FIB 装置により、先端径が 1.3 μm に先鋭化し、タングステンワイヤーに取り付け水晶振動子型 AFM プローブとして使用した。ダイヤモンドピラーにはあらかじめ表面近傍に NV 中心の層が形成されており、FIB 加工する際は照射される Ga⁺イオンによる先端部の NV 中心層への影響を避けるよう工夫した。具体的には、PVA (polyvinyl alcohol)水溶液を塗布した

後に乾燥することで保護層を形成し、スパッタリングによって金属膜(Pt-Pd, 膜厚約 200 nm)でコーティングした。加工時は側面方向から削るが、Ga⁺イオンの入射軸に対して先端面をやや背けるように傾けて配置した。金属膜は王水、PVA は温水によって溶解し除去し

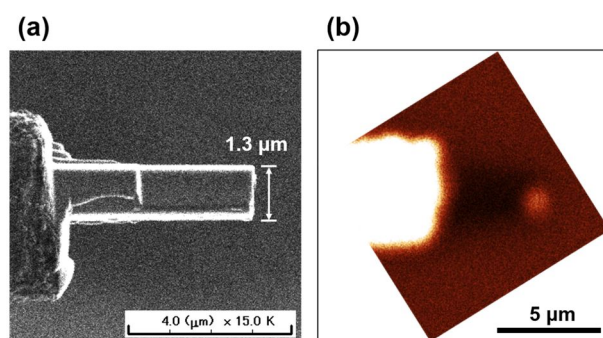


図1、FIB 加工によって先鋭化されたダイヤモンド NV 中心プローブ。(a) 側面からの走査イオン顕微鏡像。(b) ガルバノミラー共焦点光学系を用いたレーザーキャンによって取得した蛍光像。

た。図 1 (b)に示すダイヤモンド NV 中心プローブの蛍光像には加工した先端部に蛍光が確認でき、試料近接時にこの箇所の光学的磁気共鳴(ODMR)を測定することで試料表面上の漏洩磁場の情報を得る。

(2) 磁性体試料

観測する磁性体試料としてガリウムヒ素基板上に成膜されたドット状の CoFe (膜厚 35 nm) の島構造を、マイクロ波印加用の銅ワイヤー(直径 30 μm)を上面に配して使用した(図 2 (a, b))。CoFe 島はそのままでは磁場分布を持たないため、ホルダー背面に磁石 (55 mT)を配し試料面に対して垂直方向にバイアス磁場をかけて使用した。

図 2 の(c)及び(d)に示した市販の AFM (Hitachi, SPA-400)にて磁性膜を塗布した磁気力顕微鏡(MFM)カンチレバーを用いて取得した CoFe 島構造のトポグラフィー像と磁気力像から、CoFe 島構造には複雑な磁気ドメイン構造があることがわかる。

(3) 走査ダイヤモンド NV 中心プローブを用いた磁性試料の磁気ドメイン観察

走査ダイヤモンド NV 中心プローブの性能評価として、室温・大気中の環境において磁性体試料の磁気ドメイン観察を行う。

AFM 機構で Z フィードバック制御を行い試料表面にプローブを近接させ、印加するマイクロ波周波数に対する NV 中心蛍光スペクトルを取得する(ODMR 法)。試料を XY 平面に走査し、測定点毎に ODMR スペクトルから特定のマイクロ波周波数における蛍光強度を抽出し、マッピングすることで試料の磁場強度イメージングを実現する。

4 . 研究成果

(1) 磁性体試料の磁気ドメイン観察

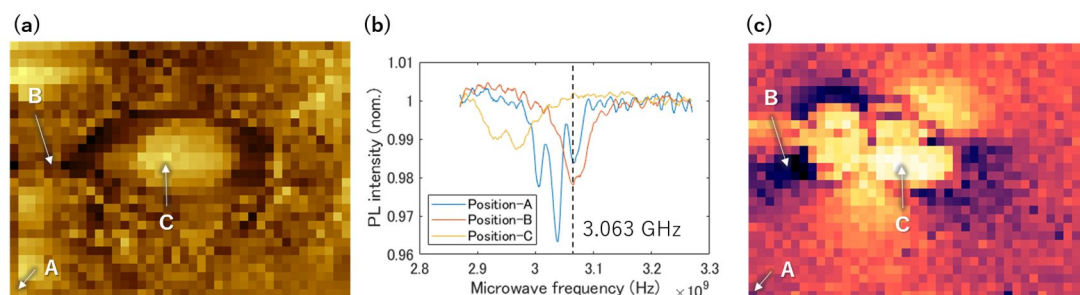


図 3. (a) 各測定点(30 \times 40)で ODMR 計測を行った際に同時に取得したトポグラフィー像。(b) (a)中で図示した位置 A~C での ODMR スペクトル。(c) 各測定点における ODMR スペクトルよりマイクロ波周波数 3.063GHz におけるの蛍光強度を抽出した漏洩磁場イメージ。

図 3 (a)に磁性体試料のトポグラフィー像を示す。図中に図示した位置 A は島構造から離れた位置にあり、この位置での ODMR スペクトル(図 3 (b))の最も高周波側のディップである 3.063 GHz で抽出した蛍光強度マップを図 3 (c)に示す。図 2 (d)と比較すると、島構造の円周方向に明

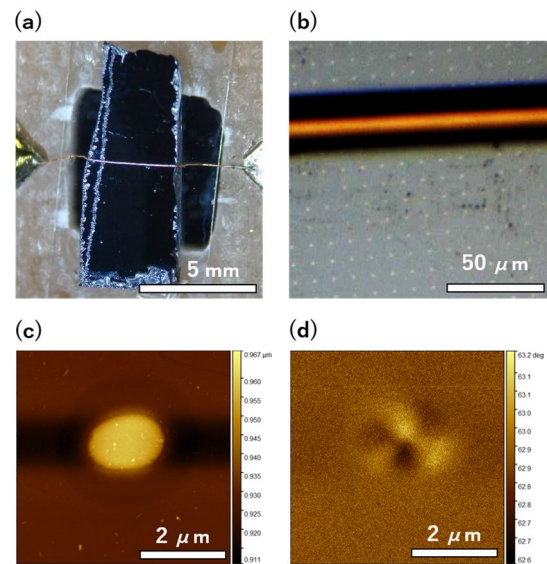


図 2. (a) 試料ホルダーに取り付けられた磁性体試料の上面には、マイクロ波印加用のワイヤーが配されている。ホルダー背面には磁石が取り付けられ、試料面に垂直に磁場がかけられている。(b) ワイヤー付近の顕微鏡像。ドット状の島構造が成膜されている。(c, d) 市販の AFM にて MFM プロブを用いて観測したトポグラフィー像(c)及び磁気力像(d)。

暗の変化が3度繰り返している点が類似している。また、図3(b)より位置CのODMRディップは位置Bのものよりも低周波側にあることから、NVプローブが感じる漏洩磁場の強度がより低いことを示しており、図3(c)は試料の漏洩磁場の強度変化を表している。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 0件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 貝沼 雄太, 王 睿, 伊藤 真弓, 林 都隆, 安 東秀	4. 巻 第147号
2. 論文標題 レーザ加工と集束イオンビーム加工を用いた走査ダイヤモンドNV中心プローブの作製	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Japan New Diamond Forum会誌 : NEW DIAMOND	6. 最初と最後の頁 20, 24
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
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 -

〔学会発表〕 計23件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 5件）

1. 発表者名 蔭山 隆史, Dwi Prananto, 林 都隆, 安 東秀
2. 発表標題 スピン波駆動NVスピン系における非平衡ダイナミクスの観測
3. 学会等名 第70回応用物理学会春季学術講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 蔭山 隆史, Dwi Prananto, 林 都隆, 安 東秀
2. 発表標題 スピン波励起過程のNV状態のデコヒーレンス
3. 学会等名 令和4年度(2022年)応用物理学会北陸・信越支部学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Kasane Noda, Chiyaka Tachioka, Yuta Kainuma, Kunitaka Hayashi, Seong-Woo Kim, Koji Koyama, Toshu An
2. 発表標題 Development of a scanning diamond NV-center probe microscope operating in a liquid phase
3. 学会等名 The 22nd International Vacuum Congress (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 蔭山 隆史、貝沼雄太、出口碧惟、林都隆、Dwi Prananto, 安東秀
2. 発表標題 スピン波によるダイヤモンド島中のNV中心の状態制御
3. 学会等名 第83回応用物理学会秋季学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Dwi Prananto, Yuta Kainuma, Kunitaka Hayashi, Norikazu Mizuochi, Ken-ichi UchidaToshu An
2. 発表標題 Detection of thermal magnon current mediated by coherent magnon via spin qubits in diamond
3. 学会等名 第83回応用物理学会秋季学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Kasane NODA Tachioka, Kainuma, Hayashi, Seon-Woo Kim, Koji Koyama, Toshu An
2. 発表標題 Development of NV-AFM probe working in a liquid phase
3. 学会等名 15th International Conference on New Diamond and New Carbons 2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 林 都隆、出口 碧惟、Zhang Siyue、中下 賢一、金 聖祐、小山 浩司、三浦 健、鈴木 利明、岩谷 克也、貝沼 雄太、赤堀 誠志、安 東秀
2. 発表標題 斜入射型共焦点走査ダイヤモンドNV中心磁気イメージングプローブの開発
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 Kunitaka Hayashi, Aoi Ideguchi, Kenichi Nakashita, Yuta Kainuma, Toshu An
2. 発表標題 Development of an UHV-LT scanning magnetic imaging microscope using diamond NV-center probe
3. 学会等名 The 9th International Symposium on Surface Science (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 K. Hayashi, R. Wang, K. Nakashita, Y. Kainuma, M. Ito, T. An
2. 発表標題 Fabrication of NV centers-hosted diamond tip via FIB for scanning probe
3. 学会等名 14th International Conference on New Diamond and New Carbons 2020/2021 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 林 都隆、出口 碧惟、貝沼 雄太、金 聖祐、小山 浩司、赤堀 誠志、安 東秀
2. 発表標題 FIB加工-走査ダイヤモンドNV中心プローブを用いた漏洩磁場イメージング
3. 学会等名 令和3年度応用物理学会北陸・信越支部学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 出口 碧惟、貝沼 雄太、林 都隆、安 東秀
2. 発表標題 エレクトロニックグレードダイヤモンドとFIB加工を用いた走査NV中心プローブの開発
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 野田 かさね、館岡 千椰佳、貝沼 雄太、林 都隆、金 聖祐、小山 浩司、安 東秀
2. 発表標題 液中で動作する走査ダイヤモンドNV中心プローブ顕微鏡の開発
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 館岡 千椰佳、Pawan Kumar、出口 碧惟、金 聖祐、小山 浩司、林 都隆、貝沼 雄太、安 東秀
2. 発表標題 走査ダイヤモンドNV中心プローブの開発と磁気カードの漏洩磁場解析
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 Yuta Kainuma, Aoi Ideguchi, Kunitaka Hayashi, Toshu An
2. 発表標題 A scanning NV center magnetometry probe fabricated by a focused ion beam
3. 学会等名 APS March Meeting 2022
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 貝沼 雄太、林 都隆、安 東秀
2. 発表標題 走査ダイヤモンドNV中心磁気プローブによる磁気ドメインイメージング
3. 学会等名 令和3年度応用物理学会北陸・信越支部学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 出口 碧惟、林 都隆、安 東秀
2. 発表標題 集束イオンビーム(FIB)を用いた走査NV中心プローブの開発
3. 学会等名 令和3年度応用物理学会北陸・信越支部学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 野田 かさね、舘岡 千柳佳、貝沼 雄太、林 都隆、安 東秀
2. 発表標題 液中で動作する走査ダイヤモンドNV中心プローブの開発
3. 学会等名 令和3年度応用物理学会北陸・信越支部学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 舘岡 千柳佳、 Pawan Kumar、出口 碧惟、金 聖祐、小山 浩司、林 都隆、貝沼 雄太、安 東秀
2. 発表標題 走査ダイヤモンドNV中心プローブによる磁気カードの漏洩磁場解析
3. 学会等名 令和3年度応用物理学会北陸・信越支部学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 貝沼 雄太、林 都隆、舘岡 千柳佳、出口 碧惟、安 東秀
2. 発表標題 FIB加工を用いた走査ダイヤモンドNV中心プローブの開発
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 出口 碧惟、貝沼 雄太、林 都隆、安 東秀
2. 発表標題 エレクトロニックグレードダイヤモンドを用いた走査NV中心プローブの開発
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 野田 かさね、館岡 千柳佳、貝沼 雄太、林 都隆、安 東秀
2. 発表標題 バイオイメージングに向けた走査ダイヤモンドNV中心プローブの開発
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 館岡 千柳佳、 Pawan Kumar、出口 碧惟、金 聖祐、小山 浩司、林 都隆、貝沼 雄太、安 東秀
2. 発表標題 走査ダイヤモンドNV中心磁気イメージングプローブの開発
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 Y. Kainuma , R. Wang , K. Hayashi , K. Nakashita , M. Ito , T. An
2. 発表標題 Fabirication of a scanning diamond NV center probe using laser processing
3. 学会等名 14th International Conference on New Diamond and New Carbons 20202/2021 (国際学会)
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔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
--	---------------------------	-----------------------	----

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
---------	---------