

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 28 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2010～2012

課題番号：22340082

研究課題名（和文）

強磁性共鳴を用いた磁気交換力顕微鏡の原子分解能観察条件の研究

研究課題名（英文）

Research of the atomic resolution observation conditions of the magnetic exchange force microscopy using ferromagnetic resonance

研究代表者

李 艶君 (LI YANJUN)

大阪大学・工学研究科・准教授

研究者番号：50379137

研究成果の概要（和文）：

個々の原子によって構築されたナノ構造体の磁氣的性質を理解するために最も重要なものは、原子の磁気モーメント（スピン）間の磁気交換相互作用である。これを直接測定できる革新的な手法として、磁気交換力顕微鏡が注目されている。本研究は、『強磁性共鳴を用いて、物質表面に作用する磁気交換力を原子分解能で観察できる磁気交換力顕微鏡を開発する』ことを課題として提案した。

研究成果の概要（英文）：

Spin (magnetic moment) is very important factor to understand the magnetic property of the nano structure. Magnetic exchange force microscopy (MExFM) has an ability to measure it (spin), but it can't directly separate the surface topography and spin information. To solve this problem, we proposed MExFM using the ferromagnetic resonance principle (FMR) to realize the separation of topography and spin information with atomic resolution.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	7,800,000	2,340,000	10,140,000
2011年度	3,900,000	1,170,000	5,070,000
2012年度	2,400,000	720,000	3,120,000
年度			
年度			
総計	14,100,000	4,230,000	18,330,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎 薄膜・表面界面物性

キーワード：磁気交換力顕微鏡、強磁性共鳴、磁気変調、磁気モーメント、マイクロ波吸収、

1. 研究開始当初の背景

革新的なスピントロニクスデバイスの概念の実現は、原子スケールの磁氣的性質を

解析し、思い通りに作り上げる能力に大きく依存する。個々の原子によって構築されたナノ構造体の磁氣的性質を理解するために最

も重要なものは、原子の磁気モーメント間の磁気交換相互作用である。磁気交換相互作用を直接測定できる革新的な手法として、磁気交換力顕微鏡が注目されている（図1）。この手法は、原子分解能が達成可能な非接触原子間力顕微鏡（NC-AFM）の探針として磁性体を用い、磁性体探針・磁性体試料間に働く磁気交換力を検出する。

磁気交換力顕微鏡の実現の可能性は、かなり前に理論的に示されていたが、最近、ようやく、ドイツの研究グループにより実験的に示された（Nature, 446, 522, 2007）。彼らは、強磁場を用いて磁性体探針の磁化方向を一方向に揃えることにより、試料の反強磁性的な配列を画像化することに成功した。しかし、得られた画像は、表面の結晶構造と磁気信号の混じったものであり、また、装置のノイズレベルをわずかに上回る程度のものである。

申請者らは、過去17年以上にわたり、原子間力顕微鏡に関する先駆的な研究を推進してきた。具体的には、引力を用いて表面の構造を原子レベルで観察する非接触原子間力顕微鏡の超高感度化・超高分解能化に関する研究を推進し、真の原子分解能観察を世界に先駆けて実現するとともに（Science, 270, 1646, 1995）、力学的に原子種を同定できることなどを明らかにしてきた（Phys. Rev. Lett., 83, 5023, 1999）（Phys. Rev. Lett., 96, 106104, 2006）。

最近、申請者らは、磁気交換力顕微鏡において、磁気交換力だけを分離測定する方法として強磁性共鳴を利用するという着想に至った（図2）。すなわち、強磁性体をコートした探針の先端に変調されたマイクロ波

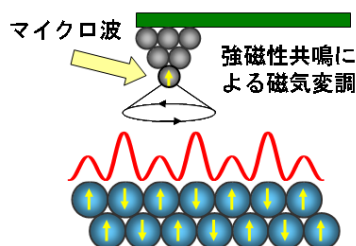


図2 強磁性共鳴を用いた磁気交換力顕微鏡の概念

を照射し、探針の磁化状態を強磁性共鳴により変調し、探針・試料間相互作用力の変調成分を抽出することにより、磁気交換力だけを分離測定するというアイデアである。

2. 研究の目的

本研究は、『強磁性共鳴を用いて、物質表面に作用する磁気交換力を原子分解能で

観察できる磁気交換力顕微鏡を開発する』ことを課題として提案する。また特に重要な研究目標として、『上記課題を実現するための測定条件を理論的・実験的に解明する』。

具体的な研究課題は、以下の3点である。

- 1) 強磁性共鳴を用いて、顕微鏡探針の磁化

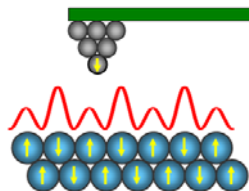


図1 磁気交換力顕微鏡の概念

状態を効率よく変調できるように、マイクロ波を顕微鏡探針に照射する機構を現有の極低温・超高真空原子間力顕微鏡に付加する。

- 2) 探針・試料間相互作用力から磁気交換力を分離測定するための測定条件を理論的・実験的に明らかにする。

- 3) 磁気交換力を原子分解能で観察できることを実証するとともに、原子スケールでの新規なスピン物性を探索する。

3. 研究の方法

平成22年度は、まず、磁気交換力を最も高感度に測定するための観察条件を理論的に検討する。次に、磁気交換力を超高分解能に検出するため、先鋭で清浄な磁性体探針を実現する。また、強磁性共鳴を利用して探針の磁化状態を変調するため、マイクロ波を探針先端に高効率に照射できるようにする。さらに、磁性体探針によるマイクロ波吸収の周波数特性を測定し、磁性体探針の強磁性共鳴の条件を明らかにする。平成23年度以降は、まず、磁性体探針・磁性体試料間の相互作用から磁気交換力だけを分離測定できることを実験的に明らかにする。次に、周波数シフト曲線に対する信号対雑音比を求め、磁気交換力を最も高感度に測定できる観察条件を実験的に明らかにする。また、原子分解能で磁気交換力を測定できることを実証する。さらに、磁性ナノ構造体を試料として取り上げ、新規な磁気物性の探索を行う。

4. 研究成果

1) 磁気交換力の最適観察条件の理論的検討

磁性体探針・磁性体試料間に働く磁気交換力は、カンチレバーの共振周波数のシフトとして測定される。その周波数シフトの大きさは、磁気交換力が短距離相互作用力であるため、カンチレバーのばね定数、機械的共振周波数、振動振幅などの観察条件に大きく依存する。例えば、探針先端と試料表面の最近接距離が等しいとする。カンチレバーの振動振幅が減少すると、探針と試料とが相互作用する時間が増加し、周波数シフトは増加する。

一方、カンチレバーの振動振幅が減少すると、カンチレバーの振動運動に対する熱エネルギーの擾乱が増加し、周波数シフトのノイズは増加する。このため、磁気交換力を最も高感度に測定できる最適なカンチレバーの振動振幅が存在する。ここでは、磁気交換力を最も高感度に測定するための様々な観察条件を理論的に解明した。

2) 先鋭で清浄な磁性体探針の実現

磁気交換力を高分解能に検出するためには、先鋭で清浄な磁性体探針を実現する必要がある。そこで、現有の極低温・超高真空原子間力顕微鏡に装備している Ar スパッタ

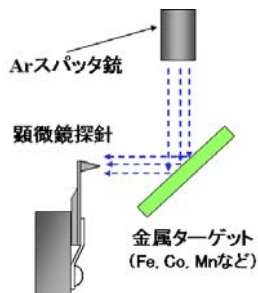


図3 磁性体探針の作製

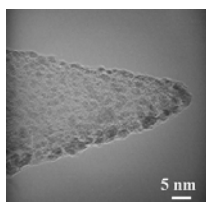


図4 探針先端形状のTEMによる評価

銃を用いて、シリコン(Si)探針に磁性体を先鋭にコートできるようにした(図3)。なお、磁性体としては、Feを取り上げた。また、探針先端の形状のチェックには、透過型電子顕微鏡(TEM)を使用した(図4)。

3) マイクロ波を探針先端に効率的に照射する機構の構築

強磁性共鳴を利用して探針の磁化状態を変調するためには、マイクロ波を探針先端に高効率に照射する必要がある。そこで、現有の極低温・超高真空原子間力顕微鏡にXYステージと直線導入機とからなる3軸移動機構を取り付け、マイクロ波のループアンテナを探針先端近傍に接近できるようにした。なお、マイクロ波信号発生器としては現有のものを使用し、その真空チャンバーへの導入は、マイクロ波用の信号導入端子を使用した。

4) 磁性体探針の強磁性共鳴条件の解明

強磁性共鳴を利用して探針の磁化状態を変調するためには、照射するマイクロ波の周波数を強磁性共鳴が生じさせる周波数に設定する必要がある。そこで、磁性体探針によるマイクロ波吸収の周波数特性を測定し、磁性体探針の強磁性共鳴の条件を明らかに

した。

5) 探針・試料間相互作用から磁気交換力だけを分離測定できることを実証

強磁性共鳴を利用して探針の磁化状態を変調することにより、磁気交換力も変調される。カンチレバーの周波数シフトに現れるこの変調成分をロックインアンプで検出することにより、磁気交換力だけを分離測定できることを実証した(図5)。なお、試料表面としては、反強磁性のイオン結晶であり、隣接原子のスピンの反平行に配列する酸化ニッケルNiO(001)表面を用いた。

6) 磁気交換力の最適観察条件の実験的検討

磁気交換力を最も高感度に測定するための観察条件を実験的に解明した。具体的には、測定された周波数シフト曲線より、様々なばね定数、機械的共振周波数、振動振幅に対する周波数シフト曲線を理論的に導出した。この周波数シフト曲線に対する信号対雑音比を求め、最も感度の良くなる観察条件を明らかにした。

7) 原子分解能で交換力だけを分離観察できる磁気交換力顕微鏡の実現

磁性体表面をイメージし、開発した磁気交換力顕微鏡が、表面の個々の原子の結晶構造と交換力を原子分解能で観察できることを実証した(図5)。なお、試料表面としては、酸化ニッケルNiO(001)表面を用い、反強磁性的なスピン配列(隣接原子のスピンの反平行に配列)がイメージされることを確認した。

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13件)

- 1) Z. Ma, L. Kou, Y. Naitoh, Y. J. Li and Y. Sugawara, "The stray capacitance effect in Kelvin probe force microscopy using FM, AM and heterodyne AM modes", *Nanotechnol.*, 査読有, **24**, 225701(1-8), 2013. DOI:10.1088/0957-4484/24/22/225701.
- 2) Y. J. Li, S. Jarvis, Y. Naitoh, Y. Sugawara, and L. Kantorovich, "Complex Design of Dissipation Signals in Non-Contact Atomic Force Microscopy", *J. Bamidele, Phys. Chem. Chem. Phys.*, 査読有, **14**, 16250-16257, 2012. DOI: 10.1039/c2cp43121.
- 3) Y. Naitoh, T. Kamijo, Y. J. Li and Y. Sugawara, "Quantification of atomic-scale elasticity on Ge(001)-c(4×2) surfaces via noncontact atomic force microscopy with a tungsten-coated tip", *Phys. Rev. Lett.*, 査読有, **109**, 215501(1-5), 2012. DOI: 10.1103/PhysRevLett.109.215501.

- 4) J. Bamidele, Y. Kinoshita, R. Turanský, S. H. Lee, Y. Naitoh, Y. J. Li, Y. Sugawara, I. Štich, and L. Kantorovich, "Chemical tip fingerprinting in scanning probe microscopy of an oxidized Cu(110) surface", *Phys. Rev. B*, 査読有, **86**, 155422(1-8), 2012.
DOI: 10.1103/PhysRevB.86.155422.
- 5) Y. Sugawara, L. Kou, Z. Ma, T. Kamijo, Y. Naitoh, and Y. J. Li, "High potential sensitivity in heterodyne amplitude modulation Kelvin probe force microscopy", *Appl. Phys. Lett.*, 査読有, **100**, 223104(1-4), 2012.
DOI: 10.1063/1.4723697.
- 6) Y. J. Li, K. Tenjin, Y. Kinoshita, Z. Ma, L. Kou, Y. Naitoh, M. Kageshima and Y. Sugawara, "Force Mapping on NaCl(100)/Cu(111) Surface by Atomic Force Microscopy at 78 K", *Jpn. J. Appl. Phys.*, 査読有, **51**, 035201(1-5), 2012.
DOI: 10.1143/JJAP.51.035201.
- 7) Y. Kinoshita, Y. Naitoh, Y. J. Li, and Y. Sugawara, "Fabrication of Sharp Tungsten-coated Tip for Atomic Force Microscopy by Ion-beam Sputter deposition", *Rev. Sci. Instrum.*, 査読有, **82**, 113707(1-5), 2011.
DOI: 10.1143/JJAP.51.035201.
- 8) Y. Aburaya, H. Nomura, M. Kageshima, Y. Naitoh, Y. J. Li and Y. Sugawara, "Switching surface polarization of atomic force microscopy probe utilizing photoisomerization of photochromic molecules", *J. Appl. Phys.*, 査読有, 109, 064308(1-8), 2011.
DOI: 10.1063/1.3552926.
- 9) Y. Naitoh, Z. Ma, Y. J. Li, M. Kageshima and Y. Sugawara, "Simultaneous observation of surface topography and elasticity at atomic scale by multifrequency frequency modulation atomic force microscopy", *J. Vac. Sci. Technol. B*, 査読有, **28**, 1210-1214, 2010.
DOI: 10.1116/1.3503611.
- 10) N. Kobayashi, Y. J. Li, Y. Naitoh, M. Kageshima and Y. Sugawara, "High force sensitivity in Q-controlled phase-modulation atomic force microscopy", *Appl. Phys. Lett.*, 査読有, **97**, 011906(1-3), 2010.
DOI: 10.1063/1.3457431.
- 11) Y. J. Li, K. Takahashi, N. Kobayashi, Y. Naitoh, M. Kageshima, and Y. Sugawara, "Multifrequency High-Speed Phase-Modulation Atomic Force Microscopy in Liquids", *Ultramicroscopy*, 査読有, **110**, 582-585, 2010.
DOI: 10.1016/j.ultramic.2010.02.014.
- 12) T. Ogawa, S. Kurachi, M. Kageshima, Y. Naitoh, Y. J. Li and Y. Sugawara, "Step Response Measurement of AFM Cantilever for Analysis of Frequency-Resolved Viscoelasticity", *Ultramicroscopy*, 査読有, **110**, 612-617, 2010.
DOI: 10.1016/j.ultramic.2010.02.020.
- 13) Y. Naitoh, Y. J. Li, H. Nomura, M. Kageshima and Y. Sugawara, "Effect of Surface Stress around the S_A Step of Si(001) on the Dimer Structure Induced by Noncontact Atomic Force Microscopy at 5 K", *J. Phys. Soc. Jpn.*, 査読有, **79**, 013601 (1-4), 2010.
DOI: 10.1143/JPSJ.79.013601.
- [学会発表] (計 12 件)
(国際会議) (10 件) そのうち(招待講演 1-4)
- 1) Y. Sugawara and Y. J. Li, "Atom Manipulation and Force Spectroscopy on Cu(110)-O Surface with Low-Temperature AFM", Annual Meeting of The Chinese Vacuum Society (CVS-2012), Lanzhou, China, (September 21-24, 2012).
- 2) Y. J. Li, S. Oozawa, Y. Naitoh and Y. Sugawara, "Identification of Al Atoms with Different Coordination on Al₂O₃/NiAl(110) Surface with NC-AFM", The 10-th Japan-Russia Seminar on Semiconductor Surfaces, University of Tokyo, Japan, (28-30 September, 2012) .
- 3) Y. J. Li and Yeek Energy Materials Nanotec. Sugawara, "Identification of Aluminum Atoms with Different Coordination on Al₂O₃/NiAl(110) Surface by NC-AFM with a stiff Si tip", 2012 EMN Open Access W hnology, Chengdu, China , (23-26, October, 2012) .
- 4) Y. J. Li and Y. Sugawara, "Atom Manipulation and Force Spectroscopy on Cu(110)-O Surface with Low Temperature Noncontact AFM", International Symposium on Test and Measurement (ISTM), Suzhou, China (August 4-7, 2011).
- 5) Y. J. Li, K. Tenjin, Y. Naitoh, M. Kageshima and Y. Sugawara, "Force Mapping on NaCl (100)/Cu (111) Surface by AFM", The 12th International Scanning Probe Microscopy Conference Sapporo 2010, Japan, (May 10-12, 2010).
- 6) Y. J. Li, K. Takahashi, Y. Naitoh and Y. Sugawara, "Development of Multifrequency High-speed PM-AFM in CA mode with the capability of imaging topography, energy

dissipation and elasticity in liquids”, 18th International Vacuum congress (IVC18), Beijing, China, (August 23-27, 2010).

- 7) Y. J. Li, Y. Tsukuda, Y. Naitoh and Y. Sugawara, “Stable Contrast Mode on TiO₂ (110) Surface using AFM with Tungsten-coated Tips”, 14th International Conference on Noncontact Atomic Force Microscopy 2011, Lindau, Germany, (September 18-22, 2011).
- 8) Y. Sugawara, Y. Kinoshita, Y. Naitoh, and Y. J. Li, “Tip-induced heating of Co atoms on Cu (110)-O surface with low-temperature AFM”, 14th International Conference on Noncontact Atomic Force Microscopy 2011, Lindau, Germany, (September 18-22, 2011).
- 9) Y. J. Li, O. Shuhei, Y. Naitoh and Y. Sugawara, “Identification of Al Atoms with Different Coordination on Al₂O₃/NiAl(110) Surface with NC-AFM”, NC-AFM 2012, Cesky Krumlov, Czech Republic, (2-6, July, 2012).
- 10) Y. J. Li, T. Kamijo, L. L. Kou, Z. M. Ma, Y. Naitoh, and Y. Sugawara, “Atomic Scale Surface Potential measurement on TiO₂ (110) Surface with Kelvin Probe Force Microscopy Using Ir-tip” International Conference on Nanoscience & Technology (ICN+T 2012), Paris, France, (23-27, July, 2012).

(国内会議) (2件)

- 1) 李艶君, “低温 NC-AFM を用いた Cu(110)-O 表面での原子操作と 2 次元フォース分光”, SPM 研究会 豊田中央研究所 12 月 2 日 (2011) .
- 2) 李艶君, “AFM による Al₂O₃ 薄膜表面での配位数の異なる Al 原子の識別”, 大阪大学 (吹田キャンパス) 1 月 23 日 (2013)

[図書] (計 2 件)

- ① 菅原康弘、李艶君、内藤賀公、“プローブ顕微鏡用高速アクチュエータの開発”、エヌ・ティー・エヌ、新アクチュエータ開発の最前線、pp. 131-135, 2011.
- ② Y. Sugawara, Y. J. Li, Y. Naitoh and M. Kageshima, “Development of High-Speed Actuator for Scanning Probe Microscopy”, Springer, Next Generation Actuators Leading Breakthroughs, 2010, pp.45-54, 2010.

[産業財産権]

- 出願状況 (計 0 件)
- 取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://nanophysics.ap.eng.osaka-u.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

李 艶君 (LI YANJUN)
大阪大学・工学研究科・准教授
研究者番号：50379137

(2) 研究分担者

菅原 康弘 (SUGAWARA YASUHIRO)
大阪大学・工学研究科・教授
研究者番号：40206404