

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 22 日現在

機関番号：24403

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2013

課題番号：25600018

研究課題名(和文)3次元磁場ベクトル測定用SQUID素子の創成と低雑音化

研究課題名(英文)Low-noise measurement of magnetic field vector using 3D SQUID sensors

研究代表者

石田 武和(Ishida, Takekazu)

大阪府立大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：00159732

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文)：Nb多層配線プロセスを改良し、ピックアップコイルを3次元化したSQUIDの作製プロセスを構築した。SQUID顕微鏡のための磁場検出素子は、産総研のクリーンルームCRAVITYで製作を行った。特に、グラジオメーター形式を採用して低雑音化を図った素子や多層プロセスを利用して3次的にコイルを配置したベクトル磁場測定用のSQUID素子も製作した。また、SQUID素子の実装技術についても開発を行った。理論面からは、3次元走査型SQUID顕微鏡の特異値分解を用いた画像解析アルゴリズムの開発を行った。これにより、新しい産業の創成や先端研究分野でのイノベーションを支援できる萌芽段階の開発となった。

研究成果の概要(英文)：We developed a modified Nb-based fabrication process for SQUID sensors with three dimensional pickup coils. We cover the design of one SQUID sensor as well as the three-dimensional SQUID sensors for probing a vector magnetic field in a small region. We also performed the development of image analysis algorithm utilizing singular value decomposition method. We consider that our development is surely going to contribute a novel innovation in the near future.

研究分野：総合理工

科研費の分科・細目：ナノ・マイクロ科学 ・ ナノ構造物理

キーワード：電子デバイス ベクトルSQUID素子 超伝導材料・素子 超精密計測 マイクロ・ナノデバイス 磁気記録 電子デバイス・機器

## 1. 研究開始当初の背景

空間磁場分布を知る手法はスピントロニクス発展とも相まって、ナノサイズの磁性体、または磁性現象に付随して、基礎・応用の面から研究のニーズが高まっている。例えば、強磁性ナノワイヤにおける磁壁の電流制御による AFM(原子間力顕微鏡)磁壁像 (E. Saito et al., Nature **432**(2004)203) が報告されている。研究代表者は、これまで、SQUID 顕微鏡を利用して 2 次元磁場分布の研究 (T. Ishida et al., SUST **14**(2001) 1128) を推進してきた。従来の顕微鏡はコイルサイズが十分小さく出来ないため、解像度は  $10\ \mu\text{m}$  程度に留まっていた。この方法は、センサーコイル事態のミクロな形状因子や、コイルと試料との隔たり等を精密に解析し、数値化することによって、高精度な画像の逆変換 (M. Hayashi et al., Appl. Phys. Lett. **100** (2012) 182601.) で、鮮明な画像を得ており、コイルサイズの制限を超えて  $2\ \mu\text{m}$ (走査ステップと因子 2 程度) の分解能を実現しており特許(登録特許 4775632)、出願中(特願 2011-197707)でもある。

## 2. 研究の目的

超伝導デジタル回路用に開発され、多数の集積回路作製の実績がある Nb 多層回路プロセスを改良し、互いに垂直な 3 つのピックアップコイルを SQUID と同一基板上の積層構造で実現する 3 次元 SQUID を作製するためのプロセスを開発する。また、産総研の Nb プロセスを用いて SQUID 素子を作製し、3 次元 SQUID 顕微鏡の実現に向けたデータの収集を行う。

また、3 チャンネルの測定システムを構築するために 3 CH の読み出しのできる SQUID 測定回路を使ったシステムを構築する。

更に、計測システムとしての完成度を上げるために、3 次元磁束観測に関する読み出し信号の物理的な補正に関してアルゴリズムの開発を行う。

## 3. 研究の方法

超伝導デジタル回路用 Nb 多層配線プロセスを適用して作製が可能な 3 次元磁場ベクトルが測定可能な SQUID 検出素子の構造

を検討する。このデバイスを作製するために、ジョセフソン接合の臨界電流密度などのプロセスパラメータを決定し、各層の成膜方法やエッチング方法などのプロセスの詳細設計を行う。また、産総研の Nb プロセスはデジタル回路用に開発されたものであるため、SQUID に適用した場合の基礎データを収集するために、実際に SQUID を作製し、性能評価を行う。

超伝導デジタルエレクトロニクス設計は、大阪府立大学で担当する。

測定の解析ソフトウェアは物理学の法則に基づく画像処理プログラムの開発を秋田大学が担当する。秋田大学グループの保有するワークステーションを用いて、プログラムの開発を行い、実験データとの比較によりその高精度化を行う。

## 4. 研究成果

図 1 に検討したデバイス構造の一例を示す。熱酸化したシリコン基板上に 5 層の Nb、Nb/AlO<sub>x</sub>/Nb ジョセフソン接合、Mo 抵抗および層間絶縁用の SiO<sub>2</sub> 層から構成される。下部 3 層の Nb 層は Caldera 平坦化と呼ばれる平坦化処理を行うことにより、段差のない平坦な表面が実現できる。ジョセフソン接合と Mo 抵抗を含む上部 2 層の Nb 層は平坦化処理を施さない。SQUID の重要なパラメータとなるジョセフソン接合の臨界電流値は、Al 酸化時のガス圧と酸化時間による臨界電流密度の調整とジョセフソン接合の面積により決定する。また、SQUID およびピックアップコイルのインダクタンスは、Nb 配線の幅と長さ、Nb 配線下層の SiO<sub>2</sub> 膜厚で制御される。図 1 の構造では、第 1 層と第 5 層の Nb 層間に厚さ 2700nm の SiO<sub>2</sub> を配置することができる。この厚さ 2700nm の SiO<sub>2</sub> を使用することで Z 方向のピックアップコイルを作製することができる。これと第 5 層を用いて作製される平面的な X 方向と Y 方向を組み合わせることで、SQUID と同一基板上に 3 次元のピックアップコイルを有する 3 次元 SQUID を構築することが可能となる。産総研では 10 層の Nb 層を用いた多層デバイスの作製経験があり、図 1 に対して Nb 層を 1 層増やして 6 層とすることで、最上層と最下層間の SiO<sub>2</sub> 膜厚を 3700nm に増加することが可能となり、より効果的に

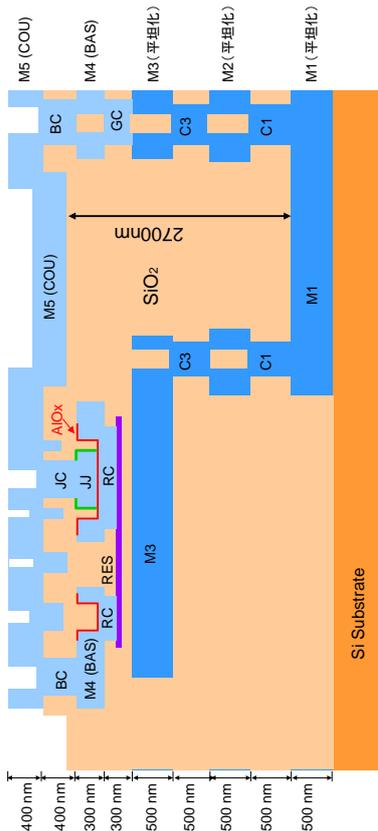


図1 平坦化を取り入れたNb5層構造を用いた3次元SQUIDのデバイス構造の一例を示す。向かって右側が基板で左へ多層プロセスを進めて行く方式となっている。

3次元SQUIDが作製できる見通しも得られた。

産総研のNbプロセスを用いて作製するSQUIDとインダクタンスの評価を行うために産総研標準プロセスと呼ばれるプロセスを用いてデバイス作製を行った。標準プロセスではジョセフソン接合の臨界電流密度は $2.5\text{kA}/\text{cm}^2$ が用いられているが、検討の結果SQUID臨界電流密度の最適値は $320\text{A}/\text{cm}^2$ と極めて小さいことがわかった。この値を実現するために、酸化時のガスを1%酸素+99%Arから100%酸素に代えて、複数回の試作により酸化条件の最適化を行った。図2に作製したSQUIDのレイアウト図を示す。現有装置との適合性を重視した回路と低雑音化を目指してSQUIDループをラジオメーター型にした回路を作製した。また、下段中央のチップはプロセス評価チップであり、臨界電流密度やシート抵抗などのパラメータや層間リーク、線間リークなどの欠陥が測定できる。試作したデバイスは、欠陥も少なくパラメータも良好な値が得られた。

本成果により、Nb多層プロセスを用いてSQUIDと同一基板上に3次元ピックアップコイルを有する3次元SQUIDが作製できる

見通しが得られた。3次元SQUIDを用いればより高性能のSQUID磁場顕微鏡の現実のものとなり、今後の科学技術に対する大きな貢献が期待できる。

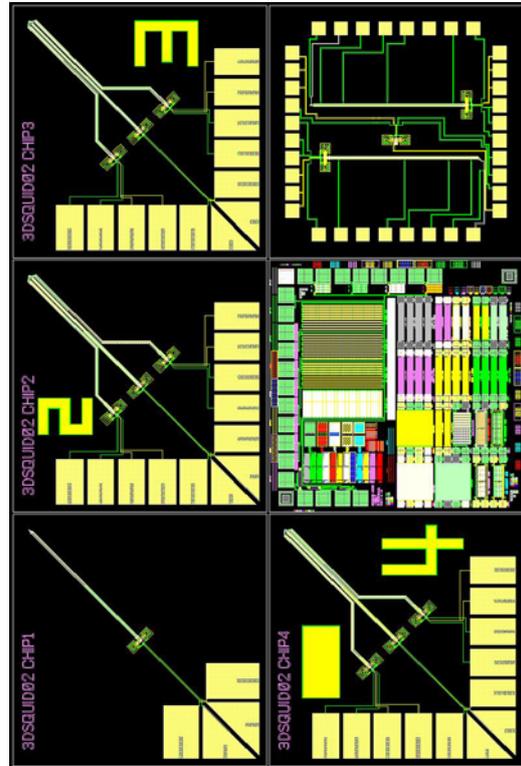


図2 試作したSQUIDのCAD状でのレイアウト図を示す。

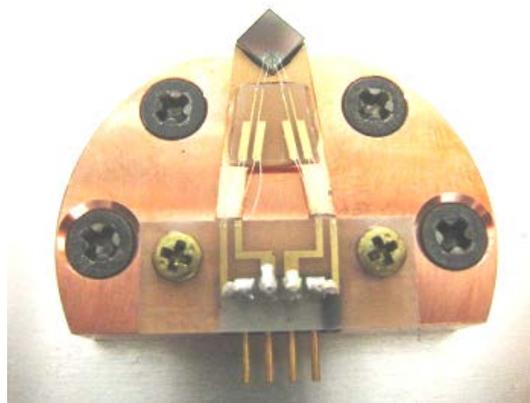


図3 独自に製作したSQUID顕微鏡用素子の無酸素銅製ホルダーへの実装写真。ラジオメーター形式でノイズ低減を図っている。

図3に実際の製作したSQUID素子の実装写真を示す。研究室で所有するSQUID顕微鏡に実装して試験するが、製作が年度末になったため、今後試験することになってい

る。

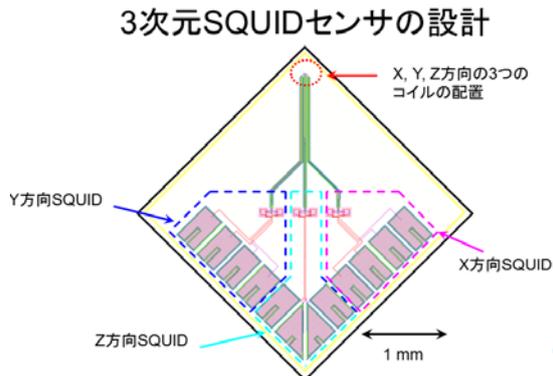


図4 3次元SQUID素子の概念図。  
GRAVITYのプロセスで実際に製作した。

更に、先駆的な3次元のベクトル局所磁場の測定が可能なベクトルチップも製作した。また、実装に必要な部品類も新規に設計・製作した。3チャンネルの素子を駆動するために必要な超伝導エレクトロニクスも準備できた。

磁束量子の観察など、実際の磁束像に関しては、画像解析の手法を発展させることができた。3次元磁束の画像解析に関しては他に類がなく、先駆的なものといえる。また本研究により、観測対象の可能な磁化分布を考慮する事により、高精度化できる見通しも立てることができた。

#### 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)

- ① Ho T. Huy, M. Hayashi, M. Kato, N. V. Hieu, T. Ishida, Vortex doping into superconducting Mo<sub>80</sub>Ge<sub>20</sub> Square Network、IEEE Transaction on Magnetics、査読有、Vol. 50 (No. 6) June 2014 DOI 10.1109/TMAG.2014.2304980.
- ② Ho T. Huy, M. Kato, T. Ishida, Vortex states in de facto mesoscopic Mo<sub>80</sub>Ge<sub>20</sub> pentagon plates、Supercond Sci Technol、査読有、Vol.26、2013、065001(11p).

[学会発表] (計 7件)

- ① 林正彦、SQUID顕微鏡の画像解析—特異値分解の応用—、東北大学金属材料研究所 共同利用研究会「超伝導ナノ構造の転移温度上昇と磁束構造」、2014年2月7日、東北大学金属材料研究所.
- ② 宮嶋茂之、岡本拓人、松本仁志、林正彦、前澤正明、日高睦夫、石田武和、走査型SQUID顕微鏡のためのSQUID素子の設計及び評価、日本物理学会第69回年次大会、2013年3月27日、東海大学 湘南キャンパス.
- ③ 岡本拓人、Ho Thanh Huy、松本仁志、加藤勝、林正彦、石田武和、走査型SQUID顕微鏡によるstar型Mo<sub>80</sub>Ge<sub>20</sub>における渦糸分布観測、日本物理学会第69回年次大会、2013年3月28日、東海大学 湘南キャンパス.
- ④ 宮嶋茂之、岡本拓人、松本仁志、林正彦、前澤正明、日高睦夫、石田武和、高感度、高空間分解能を有する走査型SQUID顕微鏡の開発、第61回応用物理学会春季学術講演会、2014年3月19日、青山学院大学 相模原キャンパス.
- ⑤ T. Okamoto, Ho T. Huy, M. Kato, T. Ishida、Vortex Distribution in Star-Shaped Mo<sub>80</sub>Ge<sub>20</sub> Plates Measured by Scanning SQUID Microscopy.、26th International Symposium on Superconductivity、2013年11月18日~20日、タワーホール船堀、東京.
- ⑥ 岡本拓人、Ho Thanh Huy、松本仁志、加藤勝、林正彦、石田武和、走査型SQUID顕微鏡によるSTAR型Mo<sub>80</sub>Ge<sub>20</sub>における渦糸分布観測、金研共同利用ワークショップ「超伝導体における渦糸状態の物理と応用(2013)」(第21回渦糸物理国内会議)、2013年12月12日~14日、東北大学金属材料研究所.
- ⑦ 石田武和、走査型SQUID顕微鏡の製作、金研共同利用ワークショップ「超伝導体における渦糸状態の物理と応用(2013)」(第21回渦糸物理国内会議)、2013年12月12日~14日、東北大学金属材料研究所.

[図書] (計 0件)

[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://www.pe.osakafu-u.ac.jp/pel/index.html>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

石田 武和 (Ishida, Takekazu)  
大阪府立大学・工学(系)研究科(研究院)  
・教授  
研究者番号：00159732

### (2) 研究分担者

日高 睦夫 (Hidaka, Mutsuo)  
独立行政法人産業技術総合研究所・ナノ  
エレクトロニクス研究部門・上級主任研  
究員  
研究者番号：20500672

林 正彦 (Hayashi, Masahiko)  
秋田大学・教育文化学部・准教授  
研究者番号：60301040

### (3) 連携研究者

宮嶋 茂之 (Shigeyuki Miyajima)  
大阪府立大学・工学研究科・特認助教  
研究者番号：50708055

ホタン ヒュイ (Ho Thanh Huy)  
大阪府立大学・工学研究科・客員研究員  
研究者番号：40714382

前澤 正明 (Masaaki Maezawa)  
独立行政法人産業技術総合研究所・ナノ  
エレクトロニクス研究部門・主任研究員  
研究者番号：40357976