

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 3 年 6 月 16 日現在

機関番号：13302

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2020

課題番号：19K15444

研究課題名(和文)真空搬送型走査ダイヤモンド磁気イメージングプローブ機構の開発

研究課題名(英文)Development of vacuum-transferable scanning diamond magnetic imaging probe system

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)：搬送型の走査ダイヤモンドNV(窒素空孔複合体)中心プローブ用試料ホルダーの機構を開発し、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。具体的には、プッシュプル型であるSMPM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勘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。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ダイヤモンド中のNV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を有し、さらには、温度、電場も計測可能であり、幅広い分野で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、構造などを様々な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。本研究は、超高真空・極低温というノイズの少ない環境下でNV中心による物性計測の基礎を確立し、応用へフィードバックするという意義がある。

研究成果の概要(英文)：We have developed a sample holder transferable in a vacuum chamber for scanning diamond NV (nitrogen-vacancy) center probe to realize magnetic imaging. This setup enables us preparing a clean surface under ultra-high vacuum and scanning at low temperature. A push-pull type SMPM microwave connector was incorporated into the sample holder, which can be transported to the scanning probe head at low temperatures without breaking the vacuum. The microwave connector on the sample holder can be fitted with the receptacle of microwave connector to feed microwaves to the sample holder. The diamond NV center probe was attached to the end of the atomic force microscope (AFM) probe based on a tuning fork type, and AFM topographic and magnetic images can be obtained simultaneously.

研究分野：ナノ磁気共鳴イメージング

キーワード：プローブ顕微鏡 NV中心 磁気共鳴 ダイヤモンド

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 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(窒素 空孔複合体)中心プローブ用試料ホルダーの機構を開発し、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。具体的には、プッシュプル型である SMPM 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勘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

(1) マイクロ波印加用搬送型プローブ・サンプルホルダーの開発

図 1 (a)に示すように、マイクロ波が印加可能な搬送型試料ホルダーを作成する。これにより、超高真空槽内でシリコンや金属表面を原子レベルで清浄化した後、真空を破ることなく走査プローブヘッドへと搬送し、且つ、マイクロ波を試料へと導入可能となる。走査プローブ先端に配置されたダイヤモンド NV 中心には試料に近接した際にマイクロ波が照射され、光学的電子スピン共鳴が励起される。北陸先端科学技術大学院大学にて室温・大気中で性能を評価(磁気ドメインの観察)した後、ユニソク社にて、極低温・走査プローブ顕微鏡ヘッドへ取り付け改良し性能を評価(磁気ドメインの観察)する。本開発における問題は、マイクロ波コネクタの嵌合の再現性と柔軟なマイクロ波ケーブルを用いることにある。特に、サンプルホルダーはピエゾスキャナーとピエゾモーターに接続しており、マイクロ波ケーブルが柔らかくない際には、これらのピエゾが動かなくなることが懸念される。これまでに、プッシュプルタイプで小型の SMPM コネクタと柔軟なマイクロ波ケーブルを採用し、特注品の制作を進めている。

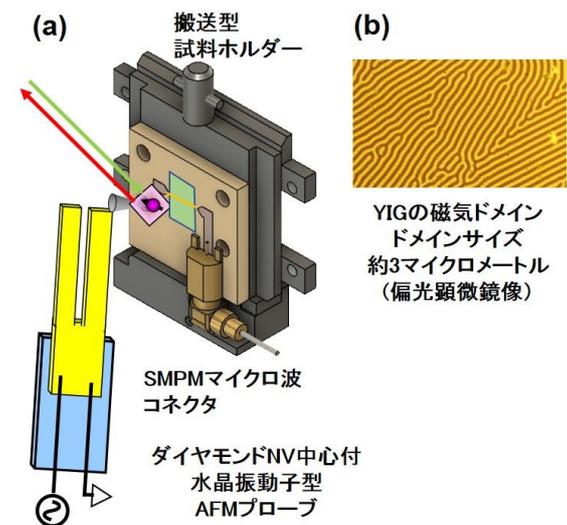


図1、ダイヤモンド NV 中心走査プローブ(水晶振動子 AFM 機構を含む)を用いた磁性体試料の磁気ドメインの観察

(2) 走査ダイヤモンド NV 中心プローブ磁気センシング制御機構の構築

上記の走査 NV 中心プローブホルダー搬送機構の設計に加えて、光学系 (ODMR 計測を含む) と

走査プローブ系を複合した計測制御装置の構築を北陸先端科学技術大学院大学にて行う(図2)。その際に、LabVIEWを用いたプログラム御機構のソフトウェアを開発する。これらは、ダイヤモンド NV 中心からの光学的磁気共鳴(ODMR)計測(蛍光カウンティング、レーザーパルス制御、マイクロ波周波数掃引、マイクロ波パルス制御)と走査ダイヤモンド NV 中心プローブの制御(AFM制御、熱ドリフト制御)を含み、さらに、両者を同期して制御する。この際の AFM 機構は水晶振動子を用いた AFM 機構が採用され、この水晶振動子 AFM 機構は、研究代表者が所属する安研究室において開発済みである。

(3)ダイヤモンド NV 中心走査プローブ機構を用いた磁性体試料の磁気ドメインの観察

構築した走査ダイヤモンド NV 中心プローブ磁気センシング制御機構を用いて、磁性体試料の磁気ドメインを観察し、装置の性能評価を行う(図1(b))。走査プローブには既に、安研究室で開発された水晶振動子型 AFM 機構が整備されている。

上記の(1)-(3)の研究は平成31年度から並行して進展させ、それぞれの項目で得られた知見、課題をフィードバックして研究を推進し、令和2年度には、より高感度と高空間分解能の磁気計測の実現に向けて注力した。

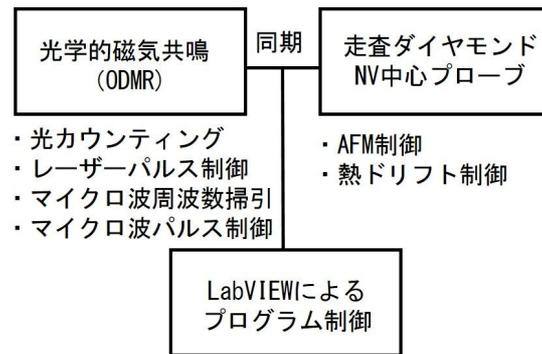


図2、光学的磁気共鳴と走査ダイヤモンド NV 中心プローブの複合装置を LabVIEW により制御する概念図

4. 研究成果

(1) 装置開発

マイクロ波を印加可能なサンプルホルダー機構を開発した(図3)。マイクロ波の導入には押しプル型の SMPM 同軸コネクタをガラスエポキシ基板上に配し、サンプルの表面上に金属ワイヤを這わせることで実現する。

プローブホルダーに NV 中心を含有したダイヤモンド AFM プローブを搭載した(図4)。

FIB 加工によるダイヤモンド NV 中心プローブの作成。NV 中心を含有するダイヤモンド粒子(粒径 $\sim 50\mu\text{m}$)を、Focused Ion Beam (FIB)装置により先鋭化し、水晶振動子型 AFM プローブの先端に取り付けて使用した(図5)。ドーナツ状のパターンを用いて Ga+イオンを照射することにより、先端部の NV 中心の加工を回避している。

共焦点顕微鏡を構成する光学系を装置に複合した。これらは、レーザー源、ダイクロイックミラー、対物レンズ、ノッチフィルター、光検出器(APD)などから構成され、プローブ先端に精密に位置合わせするためのガルバノミラー機構も組み込まれている。

統合コントローラとして national Instruments 社の FPGA デバイス(NI USB-7845R)を使用し、LabVIEW FPGA 開発モジュールを用いて制御・測定プログラムを作成した。FPGA デバイスの高速な

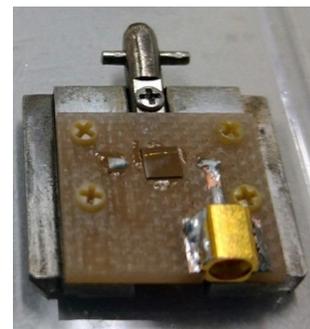


図3、マイクロ波を印加可能な同軸コネクタ(SMPM)を備えた、搬送可能なサンプルホルダー機構

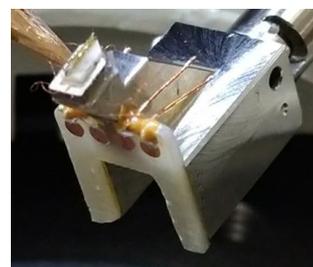


図4、搬送可能な水晶振動子型 AFM プローブホルダー機構に搭載した、ダイヤモンド NV 中心プローブ。

信号処理により、AFM の Z フィードバック及び XY スキャン制御を実現した。その他、ガルバノミラーによる、プローブの蛍光スキャン及び熱ドリフトの位置トラッキング、マイクロ波源の周波数引掃と同期した ODMR 測定などの制御を行った。

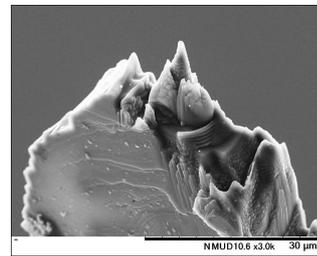


図5、FIB 加工によって先鋭化されたダイヤモンドプローブの SEM 像

(2) 磁性体サンプルからの漏洩磁場の測定

サンプルとしては、ラバーマグネットシート(ゴムにフェライト粉末を混合し、シート状に整形したもの)を 0.2 mm 程度の厚さに削った後、表面を熱塑性樹脂(エチレン・酢酸ビニル樹脂、石油樹脂)でコートして用いた(図6)。

サンプル表面に対しプローブを Z フィードバックさせながらスクアナを XY 平面に走査し、異なる位置で ODMR 測定を行った(図7)。各スペクトルのゼーマン分裂の幅がスキャン位置に応じて連続的に変化しており、サンプルの磁場分布が一様ではないことを示している。

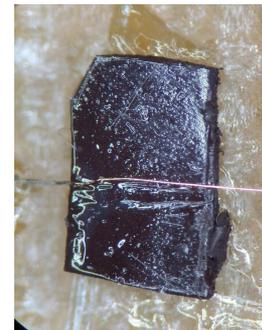


図6、ラバーマグネットシートを用いた磁性体サンプル

(3) 今後の展望

得られたスペクトルのゼーマン分裂の幅から磁場強度を見積り、ダイヤモンド NV 中心プローブの磁場感度を評価する。より高いスキャン解像度で ODMR 測定を実施し、各測定点における磁場強度をプロットすることで、磁気イメージングを行う。

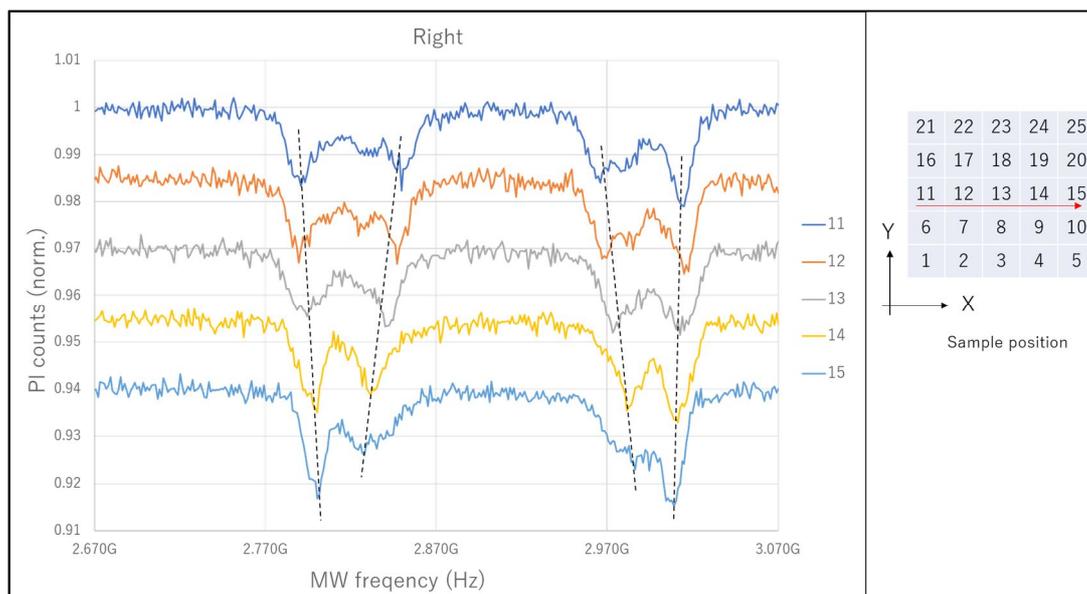


図7、サンプルを X 軸方向に走査し、異なる位置で測定した ODMR 信号。ゼーマン分裂の幅が連続的に変化している。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 林 都隆、中下 賢一、王 睿、安 東秀
2. 発表標題 FPGA制御によるダイヤモンドNV中心とAFMを複合した磁気イメージング顕微鏡の開発
3. 学会等名 第80回応用物理学会秋季学術講演会（国際学会）
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 林 都隆、中下 賢一、王 睿、安 東秀
2. 発表標題 FPGA制御による走査ダイヤモンドNV中心-AFM 磁気イメージング顕微鏡の開発
3. 学会等名 NANOSPEC 2021 SPring-8ユーザー協同体 顕微ナノ材料科学研究会 日本表面真空学会 放射光表面科学研究部会 プローブ顕微鏡研究部会 合同シンポジウム
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
---------	---------