

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 4 日現在

機関番号：14501

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25610075

研究課題名(和文)サイクロトロン共鳴力顕微鏡の開発

研究課題名(英文)Development of cyclotron resonance force microscopy

研究代表者

大道 英二(Ohmichi, Eiji)

神戸大学・理学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：00323634

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では微小試料のサイクロトロン共鳴信号をマイクロカンチレバーにより高感度に検出することを開発目的とする。サイクロトロン共鳴に伴う反磁性成分の成果をカンチレバーにはたらく力の変化として検出する。本研究ではこの目的のために磁場発生用磁石、磁石電源、サンプルホルダーを新規に作製し、その特性評価を行った。自作磁石を用いて0.2 Tの磁場を発生し、テストとして有機超伝導体試料の磁気トルク測定を行ったところ、過去の結果と一致する結果を得た。続いて、グラファイトを用いたサイクロトロン共鳴測定を試みた。その結果、反磁性に伴う信号変化は得られたが、サイクロトロン共鳴信号の検出には至らなかった。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study is to develop cyclotron resonance technique of tiny samples using a microcantilever. In this method, diamagnetic components associated with cyclotron resonance is detected as a force change acting on the sample-mounted cantilever. For this purpose, we developed a solenoid magnet, a power supply, and a sample holder, and characterize their specifications. A magnetic field of 0.2 T was successfully generated with the magnet. In addition, magnetic torque signals of an organic superconductor, consistent with previous reports, were observed. Subsequently, cyclotron resonance measurements of graphite were carried out. Cyclotron resonance signal of graphite was not observed, though its diamagnetic signals were observed.

研究分野：固体物理

キーワード：サイクロトロン共鳴 カンチレバー ミリ波

1. 研究開始当初の背景

マイクロカンチレバーと呼ばれる微小な片持ち梁を用いた走査型プローブ顕微鏡 (SPM) が近年ナノテクノロジーの分野で急速に普及している。カンチレバーと試料表面での相互作用をカンチレバーの変位に変換し、ナノメートルレベルの空間分解能で様々な物理量 (凹凸、磁気、電荷) の空間分布を与えることができる。特に、磁気共鳴力顕微鏡 (MRFM) と呼ばれる手法では電子スピン共鳴、核磁気共鳴信号を空間マッピングできることから、ナノ磁気共鳴イメージング (nano-MRI) として注目を集めている。

2. 研究の目的

本研究では新しい SPM としてサイクロトロン共鳴 (CR) 信号を用いた実験的手法を提案する。サイクロトロン共鳴とは磁場中の電子のサイクロトロン運動と電磁場との相互作用に基づく共鳴現象の一種である。実験結果から得られる電子の有効質量は、バンド構造を決めるもっとも基本的な物理量である。また、有効質量は半導体の伝導特性における移動度を決める重要な物理量の一つでもある。本研究ではカンチレバー上に乗せた試料のサイクロトロン共鳴信号をカンチレバーにはたらく力として検出し、サイクロトロン共鳴力顕微鏡 (Cyclotron resonance force microscopy: CRFM) を提案する。また、その実験的実証のために必要な測定系の開発を行う。

磁場中に置かれた電子は印加磁場に垂直な平面で円運動を行う (サイクロトロン運動)。サイクロトロン運動は電子のエネルギーに対応した半径で周回運動をおこなうが、ここに電磁波を印加すると異なる軌道状態間で遷移する。この現象をサイクロトロン共鳴と呼ぶ。サイクロトロン共鳴は一般的には電磁波強度の減衰として検出される。しかし、電子の軌道半径が変化することを考慮すると系の軌道反磁性も同時に変化することがわかる。従って、磁気共鳴の際の磁化変化を測定する MRFM 測定と同様の原理で反磁性成分の変化としてサイクロトロン共鳴を検出することができると考えられる。しかし、これまでサイクロトロン共鳴をカンチレバーにより検出した例は報告されていない。

その理由として、有効質量が小さい半導体試料などではサイクロトロン共鳴に必要な電磁波領域がミリ波、テラヘルツ波領域に到達するため既存の装置とは相いれない点が挙げられる。すなわち、高周波の電磁波は同軸ケーブルなどで伝送することができず、自由空間を伝搬させる必要がある。また、この領域では高出力の光源が存在しないため、測定に必要な電磁波強度を得ることは容易で

はない。また、反磁性成分の大きさは一般的に小さく、従来の MRFM など比べても測定感度の面から不利である。そこで本研究では微小なサイクロトロン共鳴力顕微鏡の作製にむけた測定系を新たに構築し、サイクロトロン共鳴信号の検出を目指す。

3. 研究の方法

これまでの開発ではカンチレバーを用いて 0.37 THz での電子スピン共鳴 (ESR) 測定に成功している。この方法では試料を張り付けたカンチレバーに対し電磁波を照射しながら磁場を掃印し、ESR 共鳴条件を満たす磁場でカンチレバーにはたらく磁気的な力の変化を検出する方法である。この方法では、電磁波をライトパイプで試料空間まで導入しているため電磁波の波長に対する制限がなく、広い範囲の周波数を用いた測定が行える。また、 piezoelectric 抵抗型カンチレバーを用いており、カンチレバーの根元に作りこまれた piezoelectric 抵抗の変化として、カンチレバーの微小な変位を検出できる。そのためコンパクトかつ簡便な測定系を構築することができる。

サイクロトロン共鳴は異なる軌道状態間の遷移であり反磁性成分の変化を伴う。そのため、これまでに開発してきた ESR 装置と同様のセットアップで測定を行うことが可能である。共鳴条件にもよるが有効質量が $0.1 m_0$ の場合、 $B=0.5$ T の印加磁場のもとでは電磁波の共鳴周波数が 140 GHz になる。そのため、ガン発振器を光源として用いる。ガン発振器は取扱いが簡便で数十 mW という比較的高い発振強度を得ることができる。

4. 研究成果

サイクロトロン共鳴測定では ESR 測定と同様に光変調法を採用した。局所発振器から Gunn 発振器の電源ボックスに on-off の外部変調をかけることにより Gunn 発振器の出力を矩形波変調する。Gunn 発振器から出た電磁波はライトパイプを通りカンチレバーに照射される。局所発振器の信号はロックインアンプにも参照信号として入力する。そのため、参照信号と同期したカンチレバーからの出力信号を検出することができる。

磁場中では piezoelectric 抵抗自身の磁気抵抗による抵抗値の変化を考慮しなくてはならない。そのため、見かけ上のバックグラウンドを打ち消す必要がある。そこでカンチレバーの測定用レバーと補償用レバーでホイートストンブリッジ回路を形成して測定を行った。カンチレバーからの出力電圧がゼロになるように可変抵抗の値を調整することで、試料の磁化に起因する piezoelectric 抵抗の抵抗値の変化のみを検出することができる。

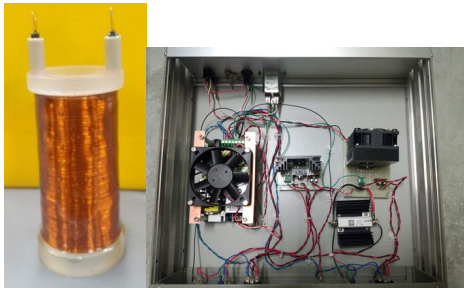


図 1 : 作製したソレノイド磁石 (左) と磁石用電源 (右)

本研究では低磁場領域での測定が主となるため、銅線を用いたソレノイド型磁石ならびに磁石用電源を自作した(図 1)。磁石はスタイヤスト 1266 で作製したボビンに 0.3 mm の銅線を巻き付けて作製した。また、電圧-電流変換回路を用いて、外部制御可能な磁石用電源を作成した。オペアンプには市販のパワーアンプを用いた。実際に動作を確認したところ、約 5 A で 2000 gauss の磁場を発生することに成功した。また、測定に向けてサンプルホルダーの自作を行った。

実際に測定系が作動するかを確認するため、有機超伝導体の一種である κ -(BEDT-TTF)₂Cu(NCS)₂ の単結晶を用いて測定を行った。この試料を選んだ理由としては、第一臨界磁場及び第二臨界磁場が本装置で発生できる 2000 gauss の範囲内にあり、ヒステリシスの全貌を観測できることが挙げられる。試料はおよそ 200×200×50 μm^3 程度の大きさである。試料を取り付けた際のカンチレバーの固有振動数は 4.5 kHz 程度であった。また、試料の面に垂直な方向は、マグネットコイルがつくる磁場の方向に対して 10 度ほど傾けた。これにより磁気トルク測定信号を大きくすることができる。

測定は 4.2 K で行った。また、カンチレバーへのバイアス電流は 10 mA とした。磁気トルクの測定結果を示す。また、縦軸を磁場の値で割り、磁化としてプロットしたものと合わせて図示する(図 2)。超伝導体に典型的なヒステリシスが観測され、300 gauss 付近で第一臨界磁場、900 gauss 付近で第二臨界磁場が確認できた。この値は過去の実験結果と比べるとおよそ一致していることが分かった。

実際に測定装置が正常に作動することが確認されたので、グラファイト単結晶を試料としてサイクロトロン共鳴の観測実験を行った。試料はおよそ 150×200×50 μm^3 程度の大きさである。試料を取り付けた際のカンチレバーの固有振動数は 6 kHz 程度であった。また、試料の面に垂直な方向は、マグネットコイルがつくる磁場の方向に対して約 37°傾けて測定を行った。

まず、電磁波を当てずに磁場を印加して、

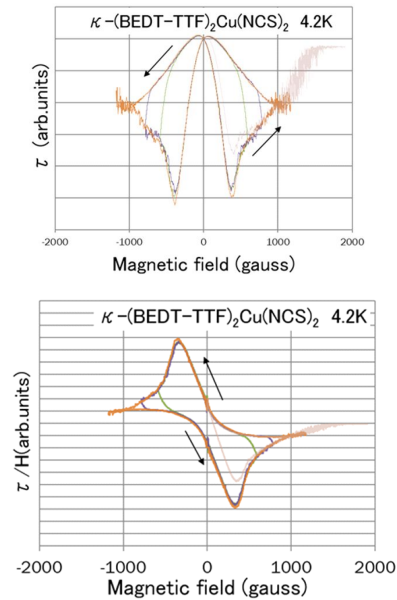


図 2 : κ -(BEDT-TTF)₂Cu(NCS)₂ 単結晶の磁気トルク測定。生データ(上)と磁化カーブ(下)

磁気トルク測定を行った。測定温度は 4.2 K、カンチレバーへのバイアス電流は 2 mA であった。 κ -(BEDT-TTF)₂Cu(NCS)₂ の場合と違い、ロックインアンプを用いて測定を行った。ロックインアンプの時定数は 1 sec、変調周波数は 71 Hz であった。この測定では反磁性成分に伴う信号は得られたが、信号が小さくあまり高い信号雑音比を得ることができなかった(図 3)。続いて、電磁波を照射しながら測定を行ったがサイクロトロン共鳴による信号は観測できなかった。

グラファイトのサイクロトロン共鳴が観測されなかった原因についてはグラファイトのキャリア数の問題が挙げられる。グラファイトは半金属であり、もともと伝導に寄与しているキャリア数は金属に比べると少ない。そのため、サイクロトロン共鳴に寄与できるキャリア数が少なく信号強度が小さい可能性がある。また、サイクロトロン共鳴に

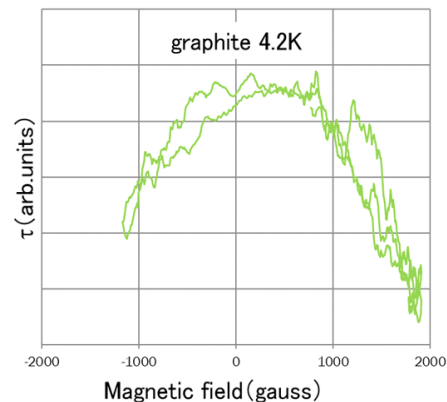


図 3 : グラファイトの磁気トルク測定結果

伴うトルクの変化は反磁性によるものであるが、一般に反磁性シグナルは小さく信号強度が雑音レベルに埋まってしまったことも原因に挙げられる。今後、カンチレバーを用いてサイクロトロン共鳴を観測するためには他の試料についても検討する必要がある。

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)

6．研究組織

(1)研究代表者

大道 英二 (Ohmichi Eiji)

神戸大学・大学院理学研究科・准教授

研究者番号：00323634