

平成 29 年 5 月 23 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26286051

研究課題名(和文) 強磁性共鳴を用いた磁気交換力顕微鏡によるナノ磁性体の交換相互作用に関する研究

研究課題名(英文) Study on exchange interaction of the nanomagnetic materials by using the magnetic exchange force microscopy with ferromagnetic resonance

研究代表者

李 艶君 (Li, Yanjun)

大阪大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：50379137

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 11,600,000円

研究成果の概要(和文)：磁性体の物性は、電子のスピンが持つ磁気モーメントによって大きく影響を受ける。従って、新しい機能を有するナノ磁性体を思い通りに設計するには、スピン間の交換相互作用の理解が本質的に重要である。

本研究は、強磁性共鳴を用いた磁気交換力顕微鏡を駆使して、絶縁体表面上に構築されたナノ磁性体の原子スケールの交換相互作用を測定し、ナノ構造体を構成する原子数や次元、構造が交換相互作用にどのように影響するかを解明することを目的とする。研究の成果としては、1)磁気交換力顕微鏡の超高感度化と超高分解能化を実現した。2)カンチレバーの周波数シフトに含まれる変調成分から交換力を導出する方法を開発した。

研究成果の概要(英文)：The properties of the magnetic materials are greatly affected by the magnetic moment with electronic spin. Therefore, understanding of the exchange interaction between the spin is important essentially to design the nanomagnetic body as a new function. In this study, we use the magnetic exchange force microscopy with the ferromagnetic resonance to measure the exchange interaction of a nanomagnetic body built on the insulator surface with the atomic-scale and elucidate it how to influence exchange interaction by atomicity and a dimension, structure of nanostructure. As a result, first, we realized magnetism exchange force microscopy with the highest resolution and highest sensitivity. Second, we developed a method of deriving an exchange force from the modulation frequency included in the frequency shift of the cantilever.

研究分野：走査型プローブ顕微鏡

キーワード：強磁性共鳴 磁気交換力顕微鏡 磁気モーメント 超高感度化 超高分解能化

## 1. 研究開始当初の背景

ナノ磁性体の物性解明は、センサー、デバイスへの応用に際して極めて重要である。原子数個から数十個からなるナノ磁性体は、強い量子サイズ効果を示し、閉じ込められた電子のエネルギー状態とスピン状態は、バルク材料のものとは全く異なる。磁性体の物性は、電子のスピンが持つ磁気モーメントによって大きく影響を受ける。従って、新しい機能を有するナノ磁性体を思い通りに設計するには、スピン間の交換相互作用の理解が本質的に重要である。

この交換相互作用を原子スケールで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。この顕微鏡は、原子分解能で表面観察できる非接触原子間力顕微鏡の探針として磁性体探針を用い、磁性体探針・磁性体試料間に働く交換力を検出する。ここで、交換力とは、探針先端の電子軌道と試料表面の電子軌道の重なりにより生じる力(化学結合力)の一種であり、スピン配置が並行(同じ向き)と反平行(逆向き)の場合の力の差となる。

磁気交換力顕微鏡を用いて原子分解能で磁性体表面のスピンを観察できることが2007年にドイツの研究グループにより実証されている(*Nature*, 446, 522, 2007)。しかし、得られた画像は、交換力だけでなく、スピンに関係しない化学結合力や静電気力も重畳したものである。

最近、申請者らは、磁気交換力顕微鏡において、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。すなわち、強磁性体をコートした探針に変調されたマイクロ波を照射し、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、交換力を分離測定するという考えである

## 2. 研究の目的

本研究は、強磁性共鳴を用いた磁気交換力顕微鏡を駆使して、絶縁体表面上に構築されたナノ磁性体の原子スケールの交換相互作用を測定し、ナノ構造体を構成する原子数や次元、構造が交換相互作用にどのように影響するかを解明することを目的とする。

ナノ磁性体を構築し、その新規な磁気物性を探索することにより、ナノスケールでの新たな機能発現機構を見いだせると期待される。このような学問分野は、世界的にみても未開拓の学問分野であり、学術的な研究課題の宝庫である。本研究により、この分野の新しいスピン状態を発見できる可能性が高い。すなわち、「ナノ磁性体の物理」という学問分野が開拓されると期待される。

## 3. 研究の方法

(1) まず、磁気交換力顕微鏡の超高感度化と超高分解能化を実現した。具体的には、カンチレバーの小振幅動作と高周波化、変位検出

計の高感度化、並びに、先鋭な磁性体探針を実現する。次に、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する。

(2) 次に、原子操作技術を用いて構成原子数の明らかなナノ構造体を絶縁体表面に構築する。次に、カンチレバーの周波数シフトに含まれる変調成分から交換力を導出する方法を開発する。さらに、ナノ磁性体における磁気交換相互作用を解明する。

## 4. 研究成果

### (1) 極低温・超高真空環境で動作する光てこ方式磁気交換力顕微鏡ユニットの開発

磁気交換力顕微鏡(極低温・超高真空動作)の高感度化と高分解能化を実現するため、顕微鏡ユニットの改造を行った。具体的には、従来、カンチレバー(板バネ)の微小変位の検出には、光干渉方式の変位検出計を用いていたが、光てこ方式の変位検出計を用いるようにした。その結果、短いカンチレバーに対しても容易に微小変位の検出が可能となった。

### (2) カンチレバーの小振動動作・高周波動作による高感度化・高分解能化

磁気交換力顕微鏡の超高感度化と超高分解能化を実現するため、従来のカンチレバー(板ばね)(ばね定数  $k=40\text{N/m}$ 、共振周波数  $f=150\text{kHz}$ )に比べて、ばね定数が大きく、共振周波数の高いカンチレバー( $k=2,000\text{N/m}$ 、 $f=2\text{MHz}$ )を導入し、小振動振幅(約  $0.1\text{nm}$ )での安定動作を実現した。この結果、探針・試料間の相互作用時間が長くなり、力の検出感度が一桁以上向上した。また、短距離力に対する感度が向上し、空間分解能も向上した。

### (3) 光てこ方式変位検出計の高感度化の実現

磁気交換力顕微鏡(極低温・超高真空動作)の高感度化と高分解能化を実現するため、カンチレバーの変位検出計の低ノイズ化を実現した。具体的には、変位検出計で問題となっている半導体レーザのノイズを低減するため、コヒーレント長の短いスーパーluminescentダイオードを導入し、低ノイズ化を実現した。また、光出力を最適化し、ショットノイズが支配するレベルまで低ノイズ化した。

### (4) 先鋭な高保磁力探針の実現

交換力を高分解能に検出するためには、先鋭で高保磁力の磁性体探針を用いる必要がある。そこで、シリコン(Si)探針の先端に高保磁力の磁性体薄膜を先鋭にコートできるようにスパッタ条件を最適化した。なお、磁性体薄膜として鉄白金(FePt)薄膜を用いた。先端形状のチェックには、TEMを使用した。

### (5) 磁気交換力の最適観察条件の実験的検討

磁気交換力の測定は、カンチレバーの周波数シフトに含まれるマイクロ波の変調成分をロックインアンプで検出することにより行われる。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、周波数シフトの変調成分の探針・試料間距離依存性を測定し、信号とノイズの比(SN比)が最大となる振動振幅を数値計算により求めた。なお、探針としては高保磁力の磁性体である鉄白金(FePt)をコートした探針を、試料としては反強磁性体のイオン結晶である酸化ニッケル(NiO)の表面を取り上げた。

#### (6) 構成原子数の明らかなナノ磁性体の絶縁体表面への構築

ナノ磁性体に閉じ込められる電子のエネルギー状態やスピン状態は、ナノ磁性体を構成する原子数に大きく依存する。そこで、原子操作技術を用いて構成原子数の明らかなナノ構造体を絶縁体表面に構築した。具体的には、ナノ磁性体の構成原子としては、コバルト(Co)原子を、絶縁体表面として塩化ナトリウム(NaCl)表面を取り上げ、探針・表面間に働く力を用いてナノ構造体を構築した。

#### (7) ナノ構造体に働く磁気交換力の測定

ナノ磁性体の磁性を解明するため、個々の原子位置での交換相互作用を議論する必要がある。そこで、磁性体探針と磁性体試料の間の距離を変えながら、カンチレバーの周波数シフトの変調成分を測定し、それから交換相互作用を検討した。

### 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 12 件)

E. Arima, H. Wen, Y. Naitoh, Y. J. Li, and Y. Sugawara, “Development of Low Temperature Atomic Force Microscopy with an Optical Beam Deflection System Capable of Simultaneously Detecting the Lateral and Vertical Forces”, *Rev. Sci. Instrum.*, 査読有, 87, 093113(1-6), 2016.

Lili Kou, Y. J. Li, Takeshi Kamijyo, Yoshitaka Naitoh and Yasuhiro Sugawara “Investigation of the surface potential of TiO<sub>2</sub>(110) by frequency-modulation Kelvin probe force microscopy” *Nanotechnology*, 査読有 27505704 (1-7) (2016).

<http://dx.doi.org/10.1088/0957-4484/27/5/0/505704>

有馬英司、内藤賀公、李艶君、菅原康弘、“原子レベルで表面磁性を可視化する強磁性共鳴を用いた磁気交換力顕微鏡の開発”、表面科学, 査読有, 37(9), 416-421, 2016.

Y. J. Li, S-H. Lee, Y. Kinoshita, Z-M Ma, H. Wen, H. Nomura, Y. Naitoh, and Y. Sugawara, “Growth Models of Coexisting p(2×1) and c(6×2) Phases on Oxygen-Terminated Cu(110) Surface Studied by Noncontact Atomic Force Microscopy at 78 K”, *Nanotechnology*, 査読有, 27, 205702(1-7), 2016.

DOI:10.1088/0957-4484/27/20/205702

J. Yamanishi, T. Tokuyama, Y. Naitoh, Y. J. Li and Y. Sugawara, “Distance Dependence of Atomic-Resolution Near-Field Imaging on the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0001) Surface Based on the Surface Photo-Voltage of a Silicon Probe Tip”, *Nano Research*, 査読有, 9(2), 530-536, 2016.

DOI: <http://doi.org/10.1063/1.4978755>

Eiji Arima, Huanfei Wen, Yoshitaka Naitoh, Y. J. Li, and Yasuhiro Sugawara

“Development of low temperature atomic force microscopy with an optical beam deflection system capable of simultaneously detecting the lateral and vertical forces”

*Review of scientific instruments*, 査読有, 87, 093113, 2016.

DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4962865>

Y. J. Li Y. Naitoh, Y. Sugawara, and I. Stich, “Atomic Force Microscopy identification of Al-sites on ultrathin aluminum oxide film on NiAl(110)”, *Nanotechnology*, 査読有, 27 505705(1-5), 2015.

DOI:10.1088/0957-4484/26/50/50570

Y. Sugawara, J. Yamanishi, T. Tokuyama, Y. Naitoh, and Y. J. Li, “Atomic- Resolution Imaging of the Optical Near Field Based on the Surface Photovoltage of a Silicon Probe Tip”, *Phys. Rev. Appl.*, 査読有, 3, 044020(1-6), 2015.

DOI: 10.1103/PhysRevApplied.3.044020

L. Kou, Z. M. Ma, Y. J. Li, Y. Naitoh, M. Komiyama, and Y. Sugawara, “Surface potential imaging with atomic resolution by frequency-modulation Kelvin probe force microscopy without bias voltage feedback”, *Nanotechnology*, 査読有, 26, 195701(1-7), 2015.

DOI:10.1088/0957-4484/26/19/195701

E. Arima, S. Takada, K. Isoyama, I. Tokuda, Y. Naitoh, Y. J. Li, S. Yoshimura, H. Saito, H. Nomura, R. Nakatani and Y. Sugawara, “Magnetic Force Microscopy Using Tip Magnetization Modulated by Ferromagnetic Resonance”, *Nanotechnology*, 査読有, 26, 125701(1-6), 2015.

DOI:10.1088/0957-4484/26/12/125701

J. Bamidele, S. H. Lee, Y. Kinoshita, R. Turanský, Y. Naitoh, Y. J. Li, Y. Sugawara, I. Stich and L. Kantorovich, “Vertical atomic

manipulation with dynamic AFM without tip change via multi-step mechanism", *Nature Communications*, 査読有, **5**, 4476(1-7), 2014.

DOI: 10.1038/ncomms5476

J. Bamidele, R. Turansky, S. H. Lee, Y. Naitoh, Y. J. Li, Y. Sugawara, I. Stich and L. Kantorovich, "Image formation and contrast inversion in noncontact atomic force microscopy imaging of oxidized Cu(110) surfaces", *Phys. Rev. B*, 査読有, **90**, 035410(1-7), 2014.

DOI: 10.1103/PhysRevB.90.035410

〔学会発表〕(計 10 件)

Y. J. Li, H. F. Wen, and Y. Sugawara, "The investigation of local dipole moment on TiO<sub>2</sub>(110) surface by electrostatic force microscopy", The Asia-Pacific Symposium on Solid Surfaces & Cross-Strait Symposium on Solid Surfaces, Dr. Poe Lecture Hall, Institute of Atomic and Molecular Sciences Academia Sinica, November 13 ~ 16, Taipei, Taiwan, 2016 (Invited talk).

Y. J. Li, "Investigation of Pd nanoparticles on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiAl(110) surface under CO gas condition by AFM/KPFM", "The 4th Japan - China Symposium on Nanomedicine, 12-13, May, Kyushu Institute of Technology, Japan, 2016 (Invited talk).

Y. J. Li, "NC-AFM Identification of Different Al Atoms on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiAl(110) Surface", The EMN (Energy, materials, Nanotechnology) Bangkok Meeting 2015, November 10-13, 2015, Bangkok, Thailand (Invited talk).

Y. J. Li, "Simultaneous AFM/STM Measurements of the Electronic State and Stable Contrast Mode on Rutile TiO<sub>2</sub>(110) Surface by W-coated Tips", The 3<sup>rd</sup> China-Japan Symposium on Nanomedicine, Institute of Basic Medical Science, Beijing, China, July 20, 2015 (Invited talk).

李艶君, "ケルビンプローブ力顕微鏡による機能性材料評価", 第 76 回応用物理学会秋季学術講演会 薄膜・表面分科シンポジウム「機能性材料・デバイス解析の最近の動向」, 2015 年 9 月 15 日, 名古屋国際会議場 (招待講演)

Y. J. Li, "Identification of Al Atoms and Surface Potential Measurement of Pd Clusters on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiAl(110) Surface by AFM/KPFM", 2015 Collaborative Conference on 3D & Materials Research, BEXCO, Busan, Korea, July 16, 2015 (Invited talk).

Y. J. Li and Y. Sugawara, "Atomic-resolution Imaging of the Optical Near-field Using

Photon-induced Force", World Congress and Expo of Nanotechnology and Materials Science, April 13-15, 2015, Dubai, UAE (Invited talk).

Y. J. Li, "Surface Potential Measurement of TiO<sub>2</sub>(110) by Using Atomic Force microscopy (AFM)/Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM)", Collaborative Conference on 3D & Materials Research, June 24, 2014, Incheon, Korea (Invited talk).  
Y. J. Li, "Atomic resolution Imaging of Optical Near-field on the Au(111) Surface Using Force Detection", The 2nd Japan-China Symposium on Nanomedicine, Hiroshima, Japan, May 17, 2014 (Invited talk).

Y. J. Li, "Atomic resolution Imaging of Optical Near-field on the Au(111) Surface Using Force Detection", The 2nd Japan-China Symposium on Nanomedicine, Hiroshima, Japan, May 17, 2014 (Invited talk).

〔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・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：5 0 3 7 9 1 3 7

(2) 研究分担者

菅原 康弘 (SUGAWARA, Yasuhiro)

大阪大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：4 0 2 0 6 4 0 4