

# Design and Construction of a Magnetic Resonance Force Microscope

メタデータ	言語: jpn  出版者:  公開日: 2007-12-17  キーワード (Ja):  キーワード (En):  作成者: 大野, 奈津子, 戸田, 充, 光藤, 誠太郎, 出原, 敏孝, 印牧, 知廣, 藤井, 裕, 千葉, 明朗, OHNO, N, TODA, M, MITSUDO, S, IDEHARA, T, KANEMAKI, T, FUJII, Y, CHIBA, M  メールアドレス:  所属:
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10098/1278">http://hdl.handle.net/10098/1278</a>

# 研究報告15

## 磁気共鳴力顕微鏡の設計と構築

Design and Construction of a Magnetic Resonance Force Microscope

大野奈津子<sup>1</sup>、戸田 充<sup>1</sup>、光藤誠太郎<sup>1</sup>、出原敏孝<sup>1</sup>、

印牧知廣<sup>2</sup>、藤井 裕<sup>2</sup>、千葉明朗<sup>2</sup>

N. Ohno<sup>1</sup>, M. Toda<sup>1</sup>, S. Mitsudo<sup>1</sup>, T. Idehara<sup>1</sup>, T. Kanemaki<sup>1</sup>, Y. Fujii<sup>2</sup> and M. Chiba<sup>2</sup>

<sup>1</sup>福井大学遠赤外領域開発研究センター

*Research Center for Development of Far-Infrared Region,*

*Fukui University, Fukui 910-8507, Japan*

<sup>2</sup>福井大学工学部物理工学科

*Faculty of Engineering, Department of Applied Physics,*

*Fukui University, Fukui 910-8507, Japan*

### Abstract

We report our progress in the design and the construction of a Magnetic Resonance Force Microscope (MRFM) as an ultra high sensitive NMR (ESR) instrument for the physical property measurements. We have constructed a MRFM probe for the X-band ESR at the room temperature, all main components shielded from air at high vacuum of  $10^{-6}$  Torr. Under the magnetic field of permanent magnet, the increase of magnetization ( $\Delta M \sim 10^{-6}$  emu) has been measured for the magnetite ( $Fe_3O_4$ ) sample, which is located on the top of the cantilever. The detection of the magnetic force is attained by the measurements of AC or DC displacements of a cantilever, measured by the interferometer technique using the infrared laser of  $\lambda \sim 1.310 \mu m$ .

## 1. はじめに

STM (走査型トンネル顕微鏡) など、原子・分子一個単位の分解能を持つ、ナノテクノロジーと言われる測定技術の興隆の中から、STM の技術を ESR と結合した実験装置として “MR-FM” (Magnetic Resonance-Force Microscopy) が約 10 年前に登場した。1992 年、Sidles ら<sup>[1]</sup> が初めて電子スピンの MR-FM 実験に成功したのち、一年後にはこれを核スピン共鳴に応用した。それから 10 余年、もっとも印象的な科学的成果として、最近一電子スピン共鳴の測定に成功したとの報告があった<sup>[2]</sup>。装置開発の目標としては今後、一核スピン共鳴の測定が期待されているが、そのような流れとは別に、我々は、この測定法の並々ならぬ高感度に着目し、物性測定を目的とした MRFM プローブの開発を行っている。今回、プローブの開発に成功し、作成した MRFM プローブを用いて予備的実験を行ったので報告する。

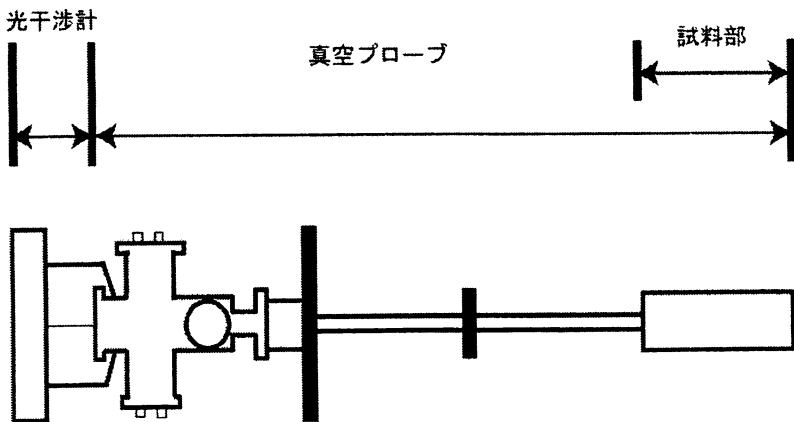


図 1 : MRFM プローブ概要図

## 2. 装置概要

作成した MRFM プローブの概要図を図 1 に示す。この図はプローブを横にして置いたときの図であり、実際は左側の光干渉計を上にして磁石の上に固定して使用する。このプローブはほとんどの部品をステンレス鋼 (SUS304) で作成している。下記においては特別な記述が無い限り、部品の素材はステンレス鋼とする。プローブの頭部（自作した十字型管）は光干渉計と繋がっており、プローブと光干渉系の装置は図 1 の様な形で（実際はアルミで作成した 4 本の足によって）プローブ外側に固定されている。このプローブの頭部のフランジ

から、光ファイバを取り込み、プローブ下部の真空ハット中にある試料部近傍までプローブ内の真空を保ったまま下ろさなければならない。

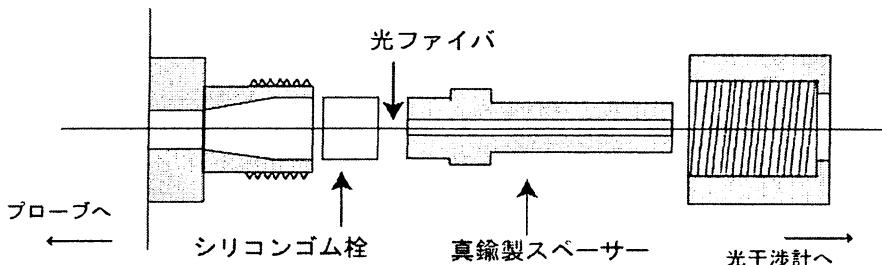


図2：光ファイバ取り込み口の簡略図

この問題を解決するため、フランジの光ファイバ取り込み口ではスウェジロック<sup>5)</sup>を加工して図2のような装置を作成し、中にシリコンゴム栓を使用して真空シールドに成功した。左側がフランジ側のコネクタで右側からきた光ファイバは光干渉計からきたファイバである。シリコンゴム栓は非常に柔らかいので光ファイバを貫通させ、その上から円筒形の蓋と真鍮製のスペーサーでゴムをコネクタに押し込み、さらにその上からねじで蓋を閉める。このとき光ファイバに不用意な力をかけファイバが曲がることや折れてしまうことがないよう細心の注意を払わなければならない。

十字型管の左右に付いているフランジの同軸コネクタはピエゾ位置を変化させるためのケーブルが接続されるものである。用いられているコネクタは真空用コネクタ 22BNC-50-0-24／100NE (SUHNER 社) であり真空を保てるように考慮している。プローブ上部の十字型管とその下部のプローブ中部の細管との接続には KF40 規格のクイックカップリングを用いており、取り外しが可能になっている。このことによりこのプローブは個々の部品を取り替えることが出来る。

プローブ中部の細管にはプローブ上部のコネクタから取り込んだ RF を下の試料部へ送る同軸ケーブルが通っている。この細管は溶接加工してあるため真空漏れは無い。プローブ下部の試料部にはピエゾステージ等の重要な部品が設置されており、これらは高さ 102.5 mm の真空ハット内に納められている。この真空ハットにおいては、上部のプローブ中部との接面については O リングを

用いて真空漏れを防いでいる。真空度のチェックをおこなった結果ターボ分子ポンプを用いて  $4 \times 10^{-6}$  Torr まで真空度が上がったことが確認できた。

真空ハット内のサンプル周辺の装置はこのプローブで最も重要な系である。以下に試料部周辺の装置および動作原理について説明する。主となる装置（マイクロストリップ台、カンチレバー台、光ファイバホルダ、ピエゾホルダ等）はマコールで作成した。マコールとは精密機械加工が容易なセラミックである。このプローブにおいてマイクロストリップ、カンチレバー、ピエゾ、そして光ファイバの位置決めは最も重要な要素であり、数ミクロン単位の正確性が求められる。それ故に部品の加工時に設計図の数値からずれてしまうこと、又、極低温で実験を行う場合に、極低温状態によってそれらを固定している台が収縮し位置がずれてしまうことを極力避けなければならない。これらの条件を考慮して、それらの部品を固定する台には加工しやすく極低温での収縮度も少ないマコールを使用した。

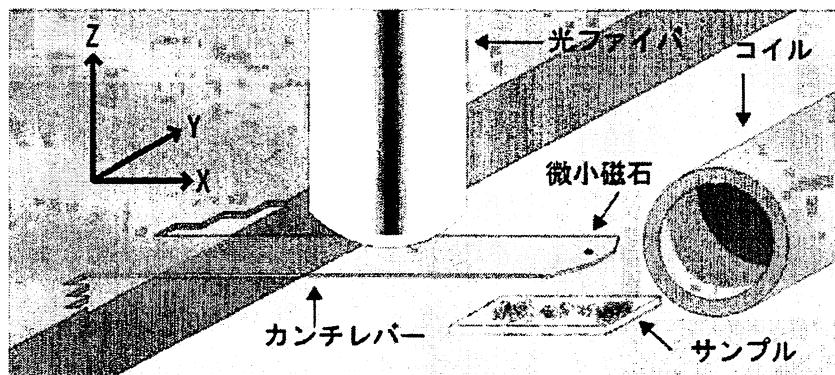


図3：カンチレバーと光ファイバの位置関係

ピエゾは Staveley Sensor 社の EBL#3 tube (GOLD Electrodes, 4=90 Degree Quadrants on O.D.) を二つ使用している。内側のピエゾは外径約 3.2mm × 厚さ 0.25mm × 長さ 25.4mm、外側のピエゾは外径 6.3mm × 厚さ 0.25mm × 長さ 12.7mm のものを使用している。光ファイバホルダは内側のピエゾに被さっており、プローブ上部から降りてきた光ファイバは光ファイバホルダの中心を通っている。またカンチレバー台は外側のピエゾに固定されており、カンチレバーはカンチレバー台の真ん中の溝に楔型をしたステンレスの薄

い金属盤とネジで固定してある。つまり、内側のピエゾは光ファイバを外側のピエゾはカンチレバーを動作するように設計してある。

次にセントラルステージにおける光ファイバ、カンチレバー、微小磁石の位置決めについて記す。微小磁石の位置については前記に述べたようにピエゾステージあるいは真鍮+鉄のスペーサーによって空間位置を決定している。ピエゾステージがある場合には三次元的に微小磁石を移動できる。光ファイバの場合、 $x$ 、 $y$ 、 $z$  の三方向はすべて内側のピエゾについている光ファイバホルダで固定されている。 $z$  軸方向に関してのみ光ファイバを固定している内側のピエゾに電圧をかけることによって遠隔操作できる。カンチレバーの場合も同様で $x$ 、 $y$ 、 $z$  の三方向はカンチレバー台で固定しており、 $z$  軸方向に関してのみ外側のピエゾに電圧をかけることによって遠隔操作することが可能である。つまりカンチレバーと光ファイバとの間の距離  $d$  をピエゾに電圧をかけることによって変化させることが出来、この  $d$  を変化させることによって光干渉計で干渉信号を見ることが可能となる。

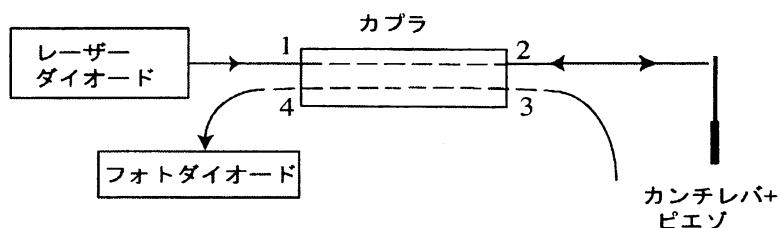


図 4 : 光干渉系の概念図

次に MRFMにおいて振動の検知のために使用する光干渉法について記す。レーザーダイオードから発振されたレーザー光は結合しているシングルモード光ファイバに入り、ビームスプリッタ（ビーム分割）のような働きをする方向結合機（ディレクショナルカプラ）を通る。そのレーザー光の約 10 % は②の光ファイバへ、残りの約 90 % は③の光ファイバへ進む。③の方の光ファイバの先端は反射の少ない切断面に加工し端面での反射をほぼなくす。そのため③へ進んだレーザー光は大気中に放射される。②へ進んだレーザー光はそのまま光ファイバを通り、光ファイバの端面とカンチレバーの表面の両方で反射される。光ファイバの端面で反射されたレーザー光とカンチレバーの表面で反射さ

れたレーザー光はお互いに干渉する。この反射された二つのレーザー光は再びカプラを通り、④の光ファイバを経由してフォトダイオードへ入り、このフォトダイオードで検知した光の干渉信号を電流に変換して見ることが出来る。この干渉信号は  $1 \sim 10 \mu A$  ほどである。実際に作成した光干渉計で使用した光カプラは SMF-1310-10dB-2X2-U(51)-③60FIG①鏡面カット（タツタ電線株式会社）である。SMF ファイバの直径は 0.25mm、（ファイバーコアが  $9 \mu m$ 、クラッディングが  $125 \mu m$ 、コーティングが  $250 \mu m$ ）光ファイバは入力側が 1m（FC コネクタ付）出力側が 5m（一端は FC コネクタ付、一端は鏡面カット）でコネクタは全て球面研磨（APC）となっている。入力側コネクタは 1310nm Laser Diode Module Model : C13-001-R-SFCM (OIC 社) に接続し、出力側コネクタは FGA04 InGaAs Photo diode (THORLABS 社) の接続した。

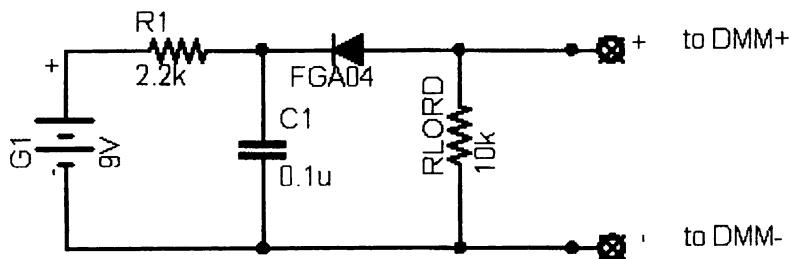


図 5：フォトダイオード信号を検知するための回路

フォトダイオードでの信号の検知については、図 12 のような回路を作成しフォトダイオードに流れた電流を  $1M\Omega$  の抵抗に流れた電圧としてデジタルマルチメーター (agilent34401A) で測定する。

### 3. 予備的実験

MRFMにおいてはカンチレバーを磁気力で微小に振動させ、この振幅をレーザー干渉計で測定する。まず作成した光干渉計が正しく動作するかを確かめるため、光カプラを用いて光干渉計のテスト実験を行った。光ファイバの端面と反射板（今の場合カンチレバー）との間の距離 ( $\sim 10 \mu m$ ) をプローブ頭部で固定して、そこからの固有振動による揺らぎ成分を測定した。レーザー光の反射自体は連続的に存在するが、レーザー干渉により反射強度は距離の関数で

振動するはずである。まずはこのレーザー干渉を測定できるかどうか確認するため、ピエゾで電圧を200Vまで変化させ光ファイバとカンチレバーの間の距離を変えてみた。測定の結果、図14のグラフを見てわかるとおり明瞭な干渉縞を測定することができた。●印プロット（電圧上昇時）と□印プロット（電圧下降時）がずれているが、これはピエゾのヒステリシスが原因ではないかと推測される。このとき、カンチレバーはOLYMPUS社のマイクロカンチレバー

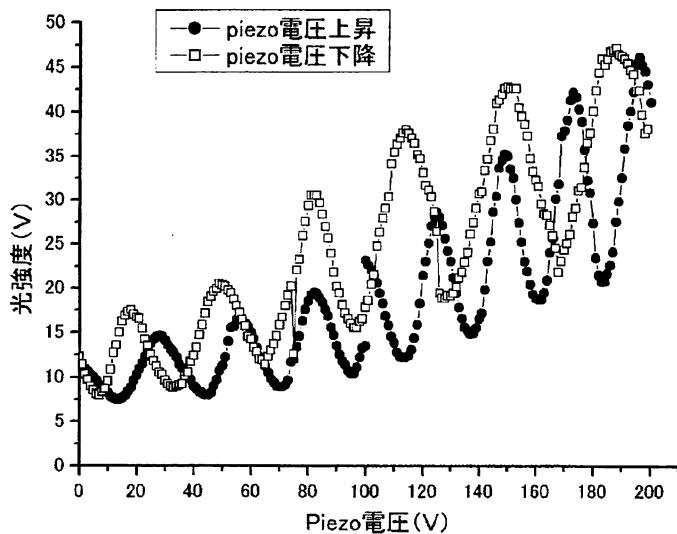


図6：レーザー干渉信号

(Bio-Lever series BL-RC150VB-C1) を使用した。

前述のようにして作成したMR FMプローブを用いて、いくつかの予備的な実験をおこなったのでその実験結果について述べる。光干渉計を用いてサンプルと永久磁石の間に生じる磁気力を測定できるかどうかを確かめるテスト実験を行った。サンプルとしては  $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  (マグネタイト) を選んだ。マグネタイトは一般的には砂鉄と呼ばれるものである。マグネタイトは非常に手に入りやすく磁気モーメントが大きい。またMRFMではマイクロ単位のサンプルを必要とするため、通常より粉末状であるマグネタイトはサンプルとして都合が良い。Fe、Ni、Crは強磁性を示し測定に向いているとも考えられるが、手持ちのサンプルから、やすりなどで数十  $\mu\text{m}$  四方の試料を削りだすのは難しいと考え、今回、サンプルとしてマグネタイトを使用した。試料は、福井県九頭竜

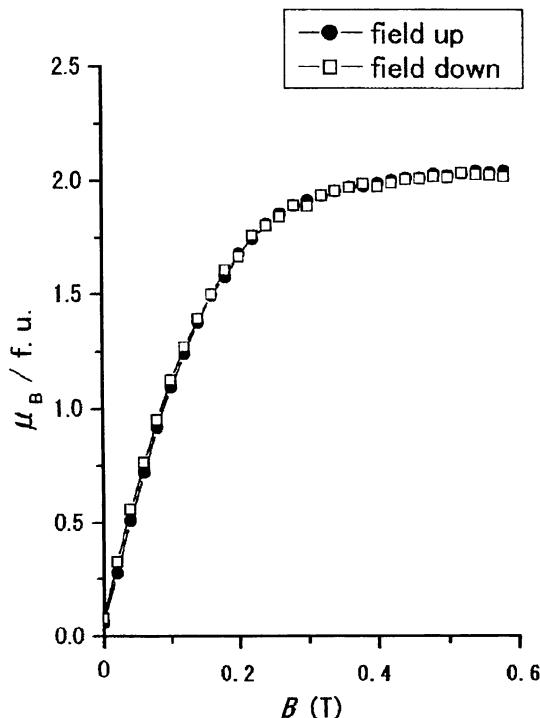


図 7 : マグネタイトの磁化測定  
(PPMS, 300K)

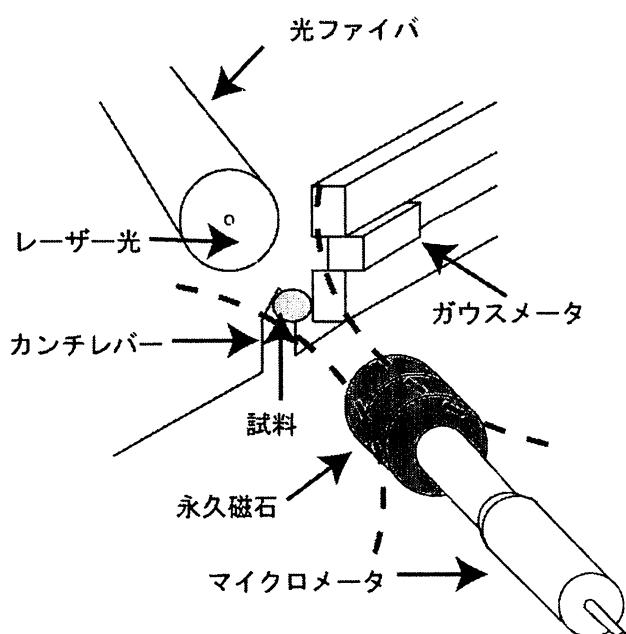


図 8 : 磁気力測定の概念図

サンプル（マグネタイト）と永久磁石の間に生じる磁気力を測定出来る事を確かめた。まず微小なサンプルをカンチレバー上にセッティングし、このサンプ

川河口の砂を乾燥させビニールをかぶせた磁石を利用し何度も選り分けを繰り返して採取した。手作業で選り分けを行ったため見た目で多少不純物と思われる物が混じっていた。この採取したサンプルを評価するために、まず予備実験として既存の装置である PPMS (Quantum Design 社) で磁化の測定を行った。実験条件としては、ストローの中にマグネタイト 0.00345 g ( $1.49 \times 10^{-5}$  mol) をワニスでかため薬包紙で包み、300K における磁化の磁場に対する変化を測定した。

図 7 がその結果である。3000Gauss 程度で磁化は飽和し、飽和磁化の絶対値は約  $2 \mu_B$  であった。ヒステリシスは特に見られなかった。3000Gauss 程度で磁化が飽和するのは他の文献にも同様のデータがあったのでマグネタイトの性質として受け止める事が出来る。飽和磁化の絶対値は予想の約半分程度だったのは天然のマグネタイトは Ti を含むことが多いといわれているためその影響であろうと思われる。

次に既存の装置で評価したサンプルを使用し MRFM のプローブで

ルに永久磁石を近づけることにより磁気力の測定を行った。図8は磁気力の測定実験の簡単な概念図である。この図のように、永久磁石をマイクロメータヘッドに取り付け、固定した永久磁石を徐々にサンプルに近づけていき、0.1mm～0.5mm毎にサンプル近傍の磁場とフォトダイオードの電圧を測定した。磁場はガウスマータで測定した。今回使用した永久磁石は直径13mm×高さ4mmの円柱型永久磁石2個(850ガウス×2)である。実験結果は図9のグラフの通りである。グラフを見て解るとおり磁場の増大に伴ってフォトダイオードの電圧信号が振動していることが確認できた。

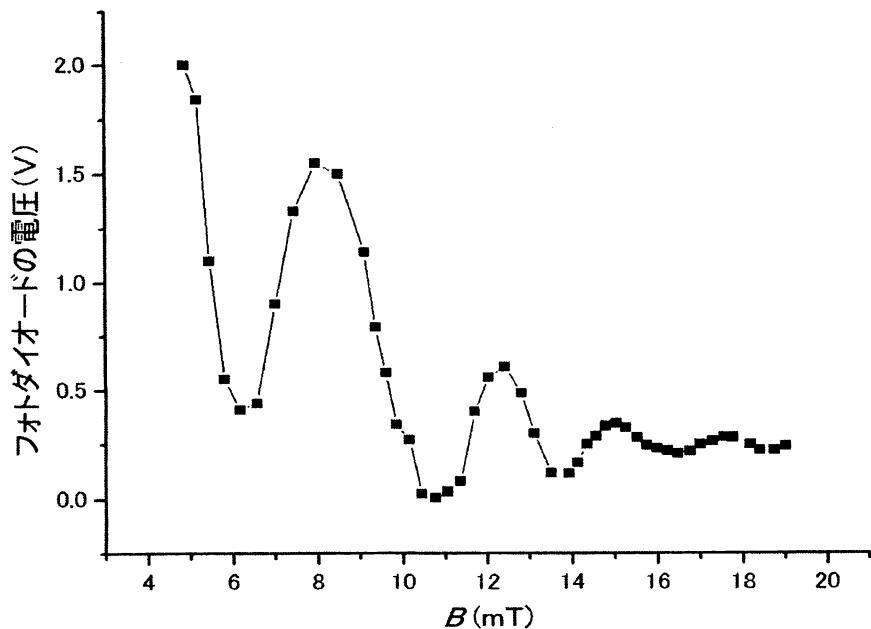


図9：磁場の増大に伴うフォトダイオード信号の振動

この実験結果より磁化の増大量を求める。グラフより8mTから12mTに磁場を上昇させたときちょうど振動の山から山へと変化した。このときの磁化の増大量を求めるとき、磁気力 $F$ は $F = -k \cdot x = -M \cdot |\nabla B|$ と表すことが出来る。 $k$ はカンチレバーのばね定数(参考値は $k = 0.006\text{N/m}$ )、 $x$ はカンチレバーの変位、 $M$ は磁化、 $|\nabla B|$ は磁場勾配である。 $x$ は振動間隔あたり $0.65 \times 10^{-6}\text{m}$ であり、 $|\nabla B|$ は $|\nabla B| = 4[\text{mT}] / 3[\text{mm}] \sim 1.3 [\text{T/m}]$ となる。3mmは永久磁石の移動量である。磁化の増大量は $\Delta M = (k \cdot \Delta x) / |\nabla B|$ と書くことができるので、 $\Delta M$

は  $\Delta M = 3.9 \times 10^{-9} [\text{N}] / 1.3 [\text{T} / \text{m}] = 3 \times 10^{-9} [\text{J} / \text{T}] = 3 \times 10^{-6} [\text{emu}]$  となる。つまり、 $1 \mu\text{g}$  のサンプルからレーザー干渉 1 振動あたり  $3 \times 10^{-6}\text{emu}$  の磁化の増大を測定できることになる。参考値として SQUID の分解能は  $10^{-8}\text{emu}$  であるが雑音等を考慮しデータとしてクリアな数値を考えた場合、分解能は  $10^{-7}\text{emu}$  程度ではないかと考えられる。ゆえに今回測定した条件での分解能は SQUID と遜色のないレベルではないかと思われる。

#### 4.まとめ

今回 ESR-NMR 兼用の MRFM プローブを開発し、作成した MRFM プローブを用いて  $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ (マグネタイト)の磁化測定を  $10\text{mT}$  付近の低磁場で行い、約  $1 \mu\text{g}$  のサンプルからレーザー干渉 1 振動あたり約  $3 \times 10^{-6}\text{emu}$  の磁化の増大を測定することが出来た。MRFM プローブを引き続き開発し、電子スピン共鳴による MRFM 信号を測定するまでには、作成した PI-Feedback 制御のテスト実験などが残されている。MRFM を用いて物性研究をおこなう課題としては強磁性薄膜半導体 (Mn ドープ GaN 薄膜<sup>[3]</sup>) における強磁性モーメントの空間走査測定などを予定している。この物質においては室温を超える  $900\text{K}$  から強磁性が出現しているとして話題になったが Mn イオンの空間分布と強磁性の発現機構の関連性などが興味をもたれている。また充分にノイズを落とした後には NMR による MRFM 信号を観測することを試みる予定である。

#### 参考文献

1. D. Rugar, C. S. Yannoni and J. A. Sidles, Nature **360**, 563 (1992).
2. D. Rugar, R. Budakian, H. J. Mamin and B. W. Chui, Nature **430**, 329 (2004).
3. H. Hori *et al.*, Physica B 324 (2002) 142-5.