

# Development of X-band Magnetic Resonance Force Microscope

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2007-12-13 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 大野, 奈津子, 戸田, 充, 光, 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/10098/1252">http://hdl.handle.net/10098/1252</a>

X-band 磁気共鳴力顕微鏡の開発

*Development of X-band 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 the progress in our group, the development of a Magnetic Resonance Force Microscope ( MRFM ) probe that uses the X-band micro wave. In the last year's report, we have reported the detailed outlines of equipments and the preliminary experiment with a developed probe. This year, the 1st MRFM signal was measured from a few nano-gram DPPH sample attached on the end of a cantilever. For the improvement of the MRFM device, we have developed the 3D piezo stage, which will be used for the three-dimensional scanning measurement.

## 1. はじめに

磁気共鳴力顕微鏡法 (Magnetic Resonance Force Microscopy ; MRFM) とは、近年アメリカで開発された、ESR、NMR 信号の超高感度な力学的計測法であり、またナノメートルスケールの空間分解能を有する MRI 法としても知られる<sup>[1]</sup>。NMR 信号の検出部には一般的にはコイルを使用するが、MRFM においては、磁気共鳴信号を力学的にカンチレバーの固有振動に変換した後に、レーザー干渉法によってその振動を計測する。

現在、我々のグループでは X-band のマイクロ波を用いた MRFM プロブの開発に取り組んでいる。昨年度の報告<sup>[2]</sup>では、開発した MRFM プロブの装置概要および予備的実験について報告したが、今回はそのプロブを用いて数 ng の DPPH 試料からの MRFM 信号を測定し、また、X-band MRFM 装置の更なる改良を目指して、三次元走査測定用のピエゾの開発を行ったので、それらについて報告する。

## 2. 数 ng DPPH 試料の MRFM 信号の測定

開発した MRFM プロブを用いて、カンチレバー上に接着した数 ng の DPPH 試料の MRFM 信号測定を行った。

まず今回の実験に使用したカンチレバー及び DPPH 試料について説明する。カンチレバーは Olympus 社製 AFM 用カンチレバーを使用した。このカンチレバーのバネ定数は  $k=0.006$  N/m である。このカンチレバーの先に数十  $\mu$ m 径

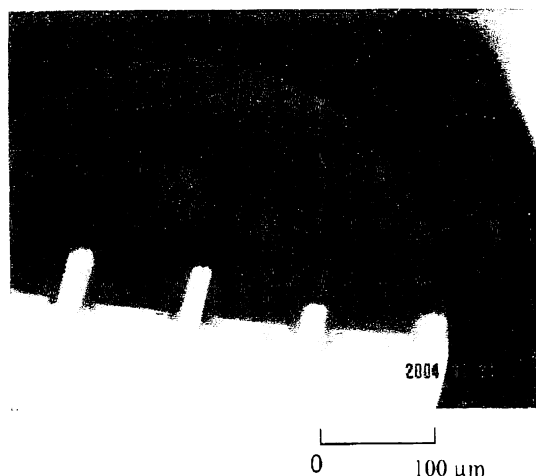


図 1 : カンチレバーの写真

の DPPH 試料の多結晶一粒をエポキシ樹脂で接着した。カンチレバーを強制振動させて振動振幅の周波数依存性を調べ、固有振動数  $f_{res}$  と  $Q$  値を測定したところ、カンチレバー単体の場合は  $f_{res} = 15.95$  kHz、 $Q$  値  $\sim 500$  程度であった。カンチレバーに DPPH 試料を乗せた場合は  $f_{res} = 6.555$  kHz、 $Q$  値  $\sim 200$  となった。また接着した DPPH 試料の質量を測定した固有振

動数から計算したところ、約 3 ng と見積もる事が出来た。接着剤の質量を考慮すると、実際の DPPH 試料の質量は 1 ng 程度であると思われる。

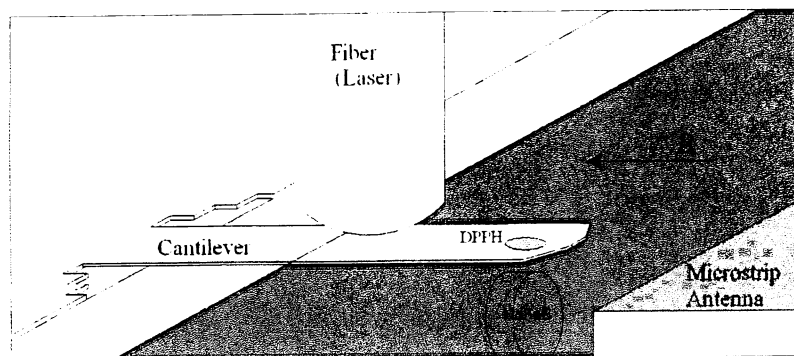


図 2 : DPPH 試料近辺の設置状況

次に試料周辺の位置関係について説明する。磁場勾配を作るための永久磁石 (NdFeB) は図 2 のように磁束がカンチレバーを平行に貫くように設置した。この時の磁場勾配は

$\sim 100$  T/m である。このような設置状況で DPPH 試料における、MR-FM 信号の測定を行った。

図 3a, 3b が測定された MR-FM 信号である。このときの RF 周波数は  $f \sim 9.88$  GHz、磁場勾配は  $\sim 100$  T/m、磁場挿引速度は 0.5 G/sec、ロックイン周波数は  $f = 6.555$  kHz、 $f$  検波で測定を行った。変調幅  $\sim 10$  MHz を変えて測定を行い、図 3a は  $\sim 10$  MHz ( $\sim 5 \mu\text{m}$ )、図 3b が  $\sim 2$  MHz ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) の場合の

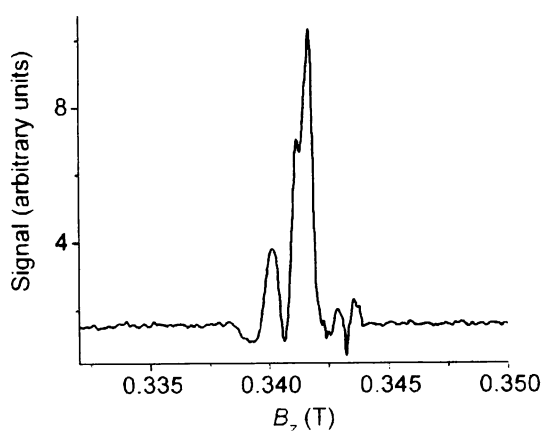


図 3a : DPPH 試料の MR-FM 信号 ( $\sim 10$  MHz)

測定結果である。このグラフを見てわかるとおり、数 ng という非常に小さなサンプルから構造を持った大きな信号を得る事が出来た。また、カンチレバーの固有振動数 6.555 kHz でロックイン検波しているの、基本的には微分波形の信号が出るはずであるが、図 3a のグラフではそのようなデータにはなっていない。しかし、図 3b のグラフではピークが分離でき、微分波形が明確になっているように思われる。これは空間

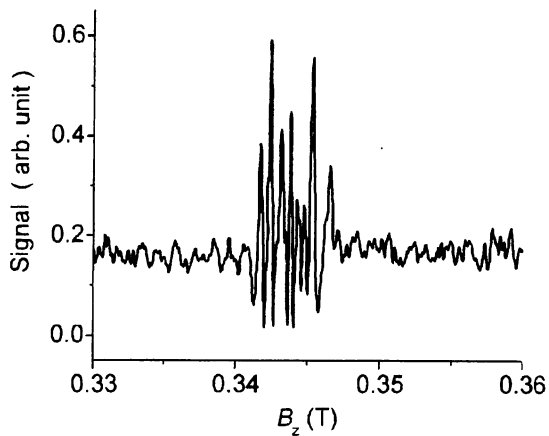


図 3b : DPPH 試料の MRFM 信号  
( $\times$  ~2MHz)

分解能を上げることによって、試料の形や変質状態に左右されるラジカル電子の空間分布をより明確に測定出切るようになったのだと、解釈する事が出来る。

図 4 はマイクロ波の周波数を変えて、9.6~9.9GHz の周波数域で  $\times$  の磁気共鳴の関係式を検証した実験結果である。サンプル位置における、正確な静磁場の値が分からないが、比例

関係からは、実験結果が確かに磁気共鳴信号を計測していることが確認されている。

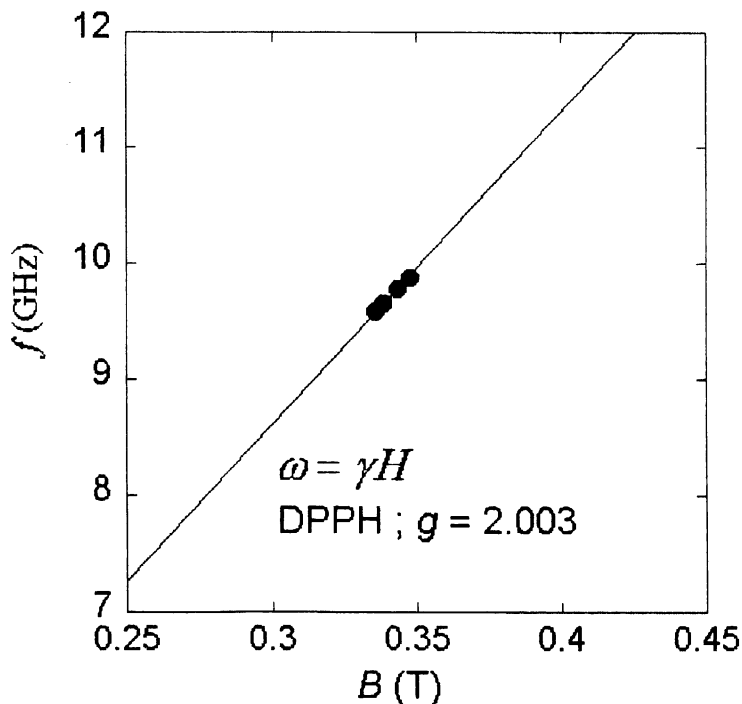


図 4 : MRFM 信号の周波数依存性

この実験結果を受け、この装置が測定できる磁気力の感度の見積もりを行い、実験結果を考察してみる。カンチレバーが計測できる磁気力は、理論的に  $F_{min} = (2k k_B T \Delta \nu / \pi Q f_{res})^{1/2}$  という式で与えられる。このとき  $\Delta \nu$  は ENBW (等価雑音帯域幅)、 $f_{res}$  はカンチレバーの固有振動数、 $k$  はカンチレバーのバネ定数、 $Q$  は  $Q$  値、 $T$  は温度である。この式に実験時の条件、 $\Delta \nu \sim 0.1\text{Hz}$ 、 $f_{res} = 4 \sim 6\text{kHz}$ 、 $k = 0.006\text{N/m}$ 、 $Q \sim 200$ 、 $T \sim 300\text{K}$  を代入すると、今回の実験条件で測定できる最小の磁気力は約  $10^{-15}\text{N}$  (Atto-Newton) と計算することが出来る。また、この条件で磁場勾配を  $100\text{T/m}$  程度とし、 $M_{min} = -F_{min} / \nabla B$  に求めた最小の磁気力と磁場勾配を代入して計算すると、 $10^{-17}\text{J/T}$  の磁化が測定出切ることになる。これは  $10^6$  個の電子スピンの磁化に相当する。

次に、計算で見積もった感度でどのくらいの磁気力が測定出切ることかを計算してみる。今回測定したサンプルに近い、一様な棒状の長さ  $50\mu\text{m}$  程度の  $1\text{ng}$  DPPH 試料を仮定すると、厚さ  $1.4\mu\text{m}$  程度の共鳴空間中に  $4 \times 10^{10}$  個ほどの電子スピンの存在することになるが、約  $0.34\text{T}$ 、 $300\text{K}$  の実験環境では、このうち、約  $3 \times 10^7$  個ほどの電子スピンの共鳴に寄与できる。したがって、これら全ての電子スピンの共鳴を起こせば、おおよそ  $3 \times 10^{-14}\text{N}$  の磁気力、S/N 比で考えると 30 程度の大きさで、磁気共鳴信号が測定できるはずであるが、図の実験結果を見る限りでは S/N 比が 10 程度であるので、今回の実験では、おおよそ  $10^7$  個ほどの電子スピンの共鳴が見えたと考えられる。

今回の実験において測定可能な最小の電子スピン数は  $10^6$  個であったが、市販の X-band ESR 装置では、おおよそ  $10^9 \sim 10^{10}$  個の電子スピンの測定限界だと思われるので、1000 倍から 10000 倍の ESR の感度がある装置を作成したといえる。

### 3. 3D Piezo Stage の作成

次に三次元走査測定用のピエゾを設計、製作したので報告する。

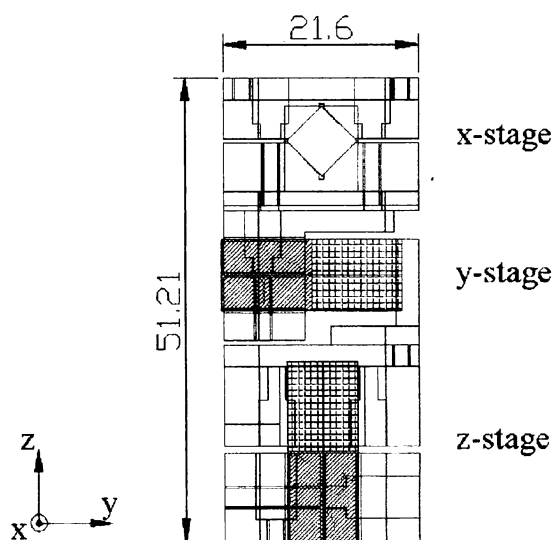


図 5 : ピエゾステージの設計図

図 5 は Piezo ステージの設計図である。この Piezo ステージはチタンおよびグラファイトで出来ており、網線部分が Piezo 素子、斜線部分がグラファイト棒、その他の部分は全てチタンである。Piezo 素子にパルス的な電圧をかけることで伸縮させ、グラファイト棒とチタン間の摩擦力の微妙な釣り合いによって、固定されている Piezo ステージの位置をずらしていくというしくみである。

図 6 が実際に作成した Piezo ステージの写真である。Piezo ステージをコントロールするコントローラは Attocube systems 社製 ANC150、チタンは工業用純チタン 2 種、グラファイト棒は穴織製作所製高純度グラファイトを使用した。また Piezo 素子は NEC トーキン社 AE0505D08 Piezo アクチュエーターを使用し、これは 100V の電圧で  $6.1 \pm 1.5 \mu\text{m}$  変化するものである。

次に作成した Piezo ステージの動作確認を行うため、z-stage にマグネットを取り付け、Piezo に電圧をかけることによって、カンチレバーに設置した硫酸銅 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) からマグネットを徐々に離していき、フォトダイオードの電圧を測定した。このときの Piezo 電圧は 50V、2Hz、レーザー出力は 0.5mW、レーザー波長は 1310nm、サンプルは結晶を使用し質量は約 4ng、永久磁石は約 3000G のネオマックスを使用した。図 7 が実験結果である。グラフを見てわかるとおり、レーザー干渉パターンを得る事が出来た。

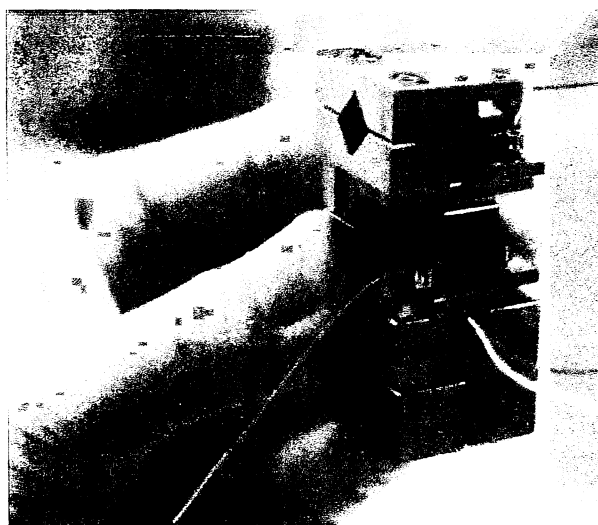


図 6：作成した Piezo ステージの写真

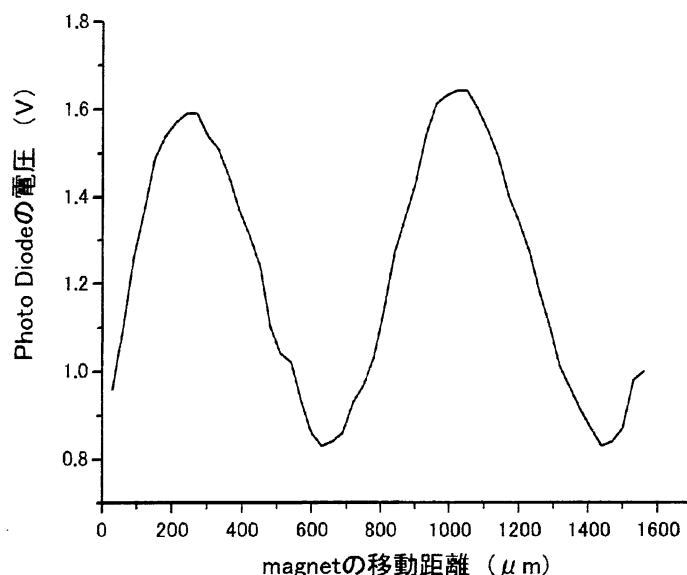


図7：磁場勾配用磁石のスライドによるレーザー干渉信号

#### 4. まとめ

今回作成した **MRFM** プローブを用いて、数 ng の **DPPH** 試料一粒からの **MRFM** 信号を計測し、磁気共鳴信号の周波数依存性を確認する事が出来た。また、このプローブが室温において測定出来る磁気力の信号感度を見積もったところ、測定できる最小の磁気共鳴力は  $\sim 10^{-15} \text{N}$  となり、また磁場勾配を  $100 \text{T/m}$  とすると、一次元方向ではあるが約  $1 \mu\text{m}$  の空間分解能を検出できる共鳴電子スピンの最小個数は  $\sim 10^6$  個となった。また、**MRFM** 装置の更なる改良を目指して、三次元走査測定用のピエゾステージを開発し、その動作確認を行い正常に動作する事が確認できた。

今後の予定としては、今回作成した三次元走査測定用のピエゾステージを用いた空間走査測定を行うこと、また **MRFM** 用のカンチレバーを開発し、更なる改良、発展を目指す。

#### 参考文献

- [1] D. Rugar, C. S. Yannoni and J. A. Sidles, *Nature* **360**, 563 (1992).
- [2] 大野、他 平成 16 年度遠赤センター研究成果報告書 127-136 (2005).