



技術解説

SQUIDプローブ顕微鏡

糸 崎 秀 夫*

SQUID PROBE MICROSCOPE

Key Words : SQUID, Magnetic field, Sensor

1. はじめに

SQUID(Superconducting Quantum Interference Device, 超伝導量子干渉素子)は、超高感度な磁気センサとして、物理実験など精密磁場計測に利用されている。最近では、生体磁気計測として、脳からの磁気信号を捕らえることにより、脳の機能診断への利用研究が進展している。これらの計測においては液体ヘリウムによる冷却が必要なニオブ系超伝導体を用いたSQUIDが利用されている。一方、最近液体窒素冷却により簡便に利用できる高温超伝導SQUIDの開発が進み、それを用いた計測技術の研究が進展している。心磁診断、非破壊検査、異物混入検査、バイオ検査、地質調査など多様な分野への高温超伝導SQUIDの応用研究が進められている⁽¹⁾。本報告では、高温超伝導SQUIDを用いたSQUIDプローブ顕微鏡を取り上げ、その開発状況を解説する。

磁気顕微鏡は、微小領域の磁場分布を計測する手段であり、最近の磁気材料の開発に必要な重要な計測技術である。磁気顕微鏡の空間分解能を高めるには、微小部分からの磁気を検出する必要があり、検出する磁束量が微小となるため、高感度な磁気検出が必要となる。そこで、高感度磁気センサであるSQUIDを用いたSQUID顕微鏡が開発された⁽²⁾。ニ

オブ系SQUID磁気顕微鏡は、カンチレバーの先端にSQUIDを取り付け、SQUIDの磁気ピックアップコイルを試料に接近させることにより、数十ミクロンの分解能を得、超伝導体に捕捉された量子磁束の観察に成功した。この装置では液体ヘリウム温度に冷却したSQUIDと観察する試料をミクロンスケールに近接させる必要がある。そのため、試料を真空断熱中におく必要がある。一方液体窒素冷却で簡便に磁気検出ができる高温超伝導SQUIDを用いたSQUID顕微鏡の開発も進められている⁽³⁻⁵⁾。高温超伝導SQUIDでは、装置の取り扱いやすさを生かすべく、試料を大気中に保持し観察ができるように工夫が施された。すなわち、液体窒素温度に冷却したSQUIDは真空断熱容器に入れるが、その容器の底近くにSQUIDを配置し、断熱容器の底部に窓をあけて、薄いサファイア窓を取り付ける。その下に試料を配置し、試料を走査することにより試料の磁場を計測する。このSQUID顕微鏡の開発により、真空中に試料を入れなくても簡便に試料の微小磁場分布の計測が可能となった。この場合SQUIDと試料はサファイア窓を隔てて対面しており、その距離をサブミリメートル程度にしか近づけないため、磁場空間分解能は、サブミリメートルであった。この改良型として登場した方式がここで解説するSQUIDプローブ顕微鏡である。高透磁率の針を上記の窓に貫通させて、針先端の磁場をSQUIDに導入する。針の先端は試料にミクロンスケールで近接できるため、針の先端をミクロンスケールに鋭く尖らせることで、ミクロンの磁気空間分解能を得ることが可能となった。

2. SQUID 顕微鏡の構造

図1にSQUIDプローブ顕微鏡の構造を示す模式

* Hideo ITOZAKI

1950年10月生

1981年Northwestern Univ., Materials Science and Engineering Doctor修了

現在、大阪大学大学院基礎工学研究科、システム創成専攻電子光科学領域、教授 PhD, 超伝導エレクトロニクス

E-Mail itozaki@ee.es.osaka-u.

ac.jp



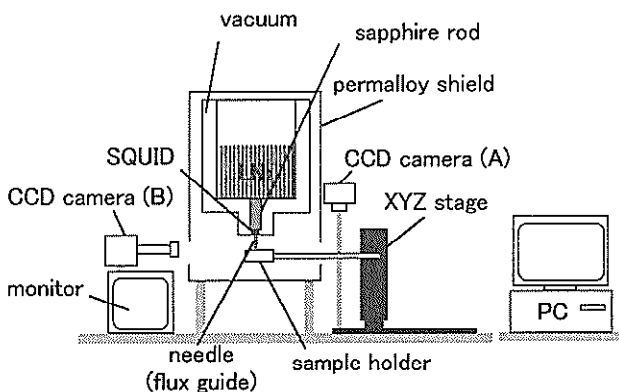


図1 SQUIDプローブ顕微鏡の構造概要図

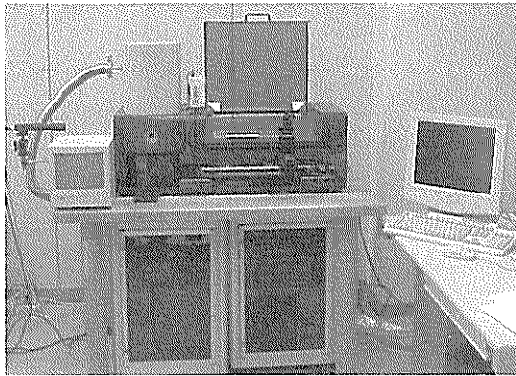


図2 SQUIDプローブ顕微鏡概観写真

図を示す。図2にその概観写真を示す。高温超電導SQUIDは、チタン酸ストロンチウム単結晶基板に形成した高温超電導薄膜を3mmの外形をもつSQUID素子に微細加工したものであり、液体窒素温度で動作する。素子を冷却するための液体窒素容器を設け、その容器の底にサファイアロッドを取り付け、その先端にSQUIDを固定し、SQUIDが液体窒素温度で動作するようにした。SQUIDを室温から断熱するため、これらは真空容器に収納した。断熱容器の底に窓を設け、窓近傍にSQUIDを配置した。窓には、磁気ガイドとしてパーマロイ針を貫通させたガラス窓を設けている。パーマロイの針は、機械研磨で先端をサブミリメートルに尖らせた比較的簡単なものと、電界研磨により先端径をサブミクロンまで尖らせた鋭い針の2種類を用いた。これらSQUID周辺の詳細概要を図3に示す。磁気観察には、環境磁気の影響を避けるため、3重のパーマロイの底つき円筒型磁気シールドに収納した。この磁気シ-

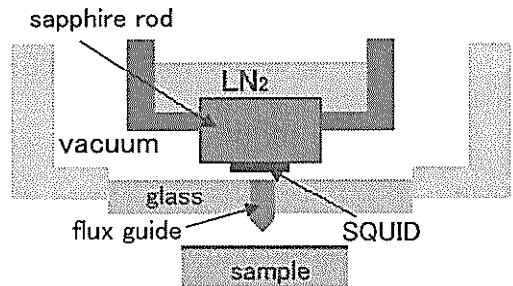


図3 SQUIDとプローブ周辺の配置模式図

ルドの側面には、試料観察用と試料挿入用の小径穴を設けている。観察試料はXYZステージに取り付けた試料台にのせたのち、まずCCDカメラにより試料表面の光学像をPC（パソコン）に取り込んで光学観察を行い、磁気観察する場所を決めた。その後、試料を試料挿入穴から、針の下へ配置した。試料と針は側面から望遠鏡を取り付けた別のCCDカメラで捉えることができ、試料ステージを上昇させ、試料と針の距離をできるだけ近づけるように調整した。その後PC制御により試料をXY走査し、SQUIDにより検出した磁気信号をSQUID駆動電子回路出力信号としてPCへデータ蓄積したのち、磁気信号の2次元画像を得ることができた。

3. プローブ用の針周辺の静磁場解析

磁場観察において空間分解能を改善するため、プローブとして高透磁率の針を用いた。プローブの役割に関して、ミアンダラインの電流により生じる磁場に針を置いた場合の磁束線の変化を有限要素法による静磁場解析を行った⁽⁶⁾。図4に、ミアンダラインの電流により発生した磁束線分布を示す。ミアンダラインの間から磁束線が上向きに広がっている様子がわかる。この磁場分布を計測するために、高透磁率の針を導入すると、図5のように磁束線が針に吸い寄せられる。磁束線は透磁率の高い領域に存在するほうがエネルギーが低くなるためである。針の位置をシフトすると、磁束線は針に引きずられるように分布を変化させている。そこで、針に引き寄せられた磁束線の変化を計算したところ、針がない場合の磁束密度分布と、針を導入し針に吸い取られた磁束線の数値は同じ傾向を示した。したがって、針先端付近の微小部分の磁束密度計測が可能であることがわかった。

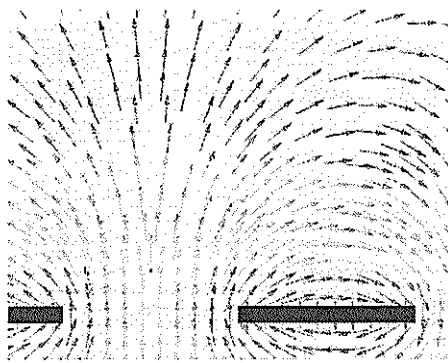
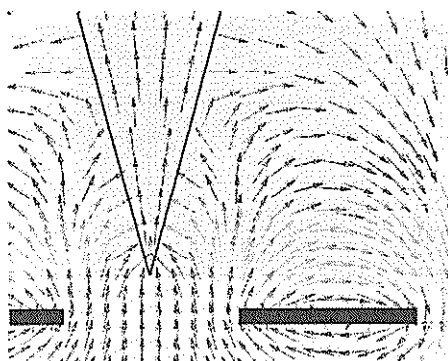
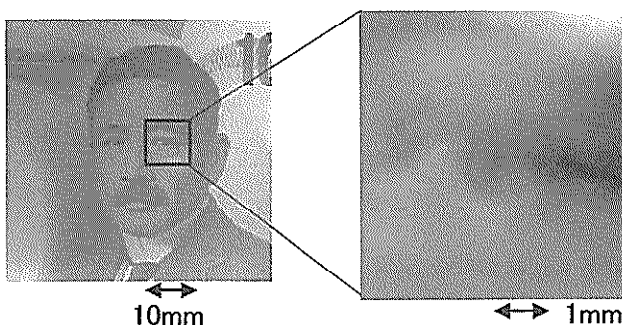


図4 ミアンダライン周辺の磁場分布

図5 プローブを挿入した場合の
ミアンダライン周辺の磁場分布

4. 紙幣の観察

紙幣は磁気インクを用いて印刷されているため、磁気顕微鏡観察により2次元画像を得ることができる。そこで、千円札に印刷されている夏目漱石の肖像観察を試みた。図6には、夏目漱石の目の部分の、光学顕微鏡像とSQUIDプローブ顕微鏡による磁気画像を示す。この画像は機械研磨の針を用いているために、空間分解能はサブミリメートル程度である

図6 千円札の光学画像と SQUID プローブ顕微鏡
による磁気画像

が、光学顕微鏡の像と一致する明瞭な磁気画像を得ることができた。

5. 磁化方向の観察

試料の磁化方向を変えた場合の磁気画像の変化について、観察を行った結果を図7に示す。観察試料は磁気トナーによるレーザプリンタ印字を用い、磁化は永久磁石を用いた。横方向に磁化させた場合には、文字を構成するラインが左が黒く、右が白くなっている。これは、磁化が左右方向にあることを示している。一方、紙面に垂直に磁化した場合には、イメージは白色のみであり、磁化が紙面に垂直であることがわかる。このように、SQUIDプローブ顕微鏡では、試料の磁化方向を観察することが可能であることがわかった。

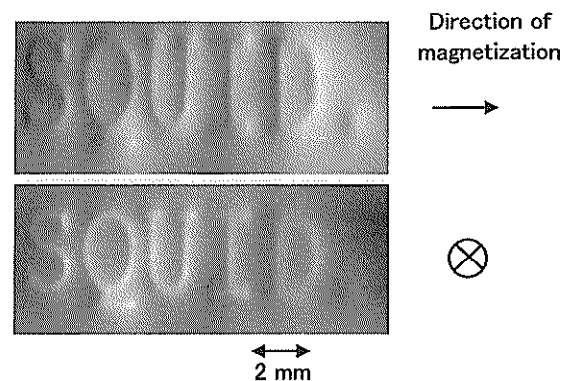
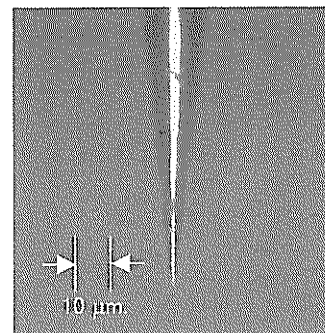


図7 SQUID プローブ顕微鏡による磁化方向の観察

6. 高空間分解能化

SQUIDプローブ顕微鏡の空間分解能を高めるために、プローブとして用いている針の先端を電界研磨で図8に示すように、サブミクロンに尖らせた。

図8 SQUID プローブ顕微鏡用プローブ
電界研磨により鋭くした針の先端

なお、針には高透磁率材料であるパーマロイの直径0.6mmの線を用いた。観察試料には、ミクロンサイズの磁気トナーにより、OHPシート上に14ボイ

ントの文字を10分の1に縮小したものをレーザープリンタにより印刷した文字を用いた。光学顕微鏡画像とSQUID磁気画像を図9に示す。光学画像に対応

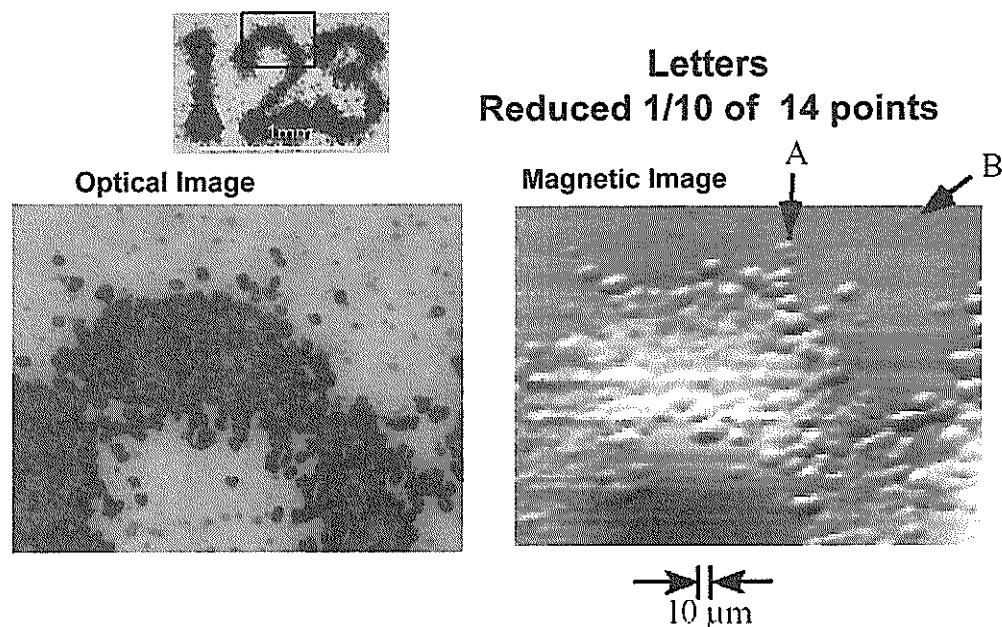


図9 磁気トナーを用いたレーザープリンタ印字の光学観察画像とSQUIDプローブ顕微鏡画像

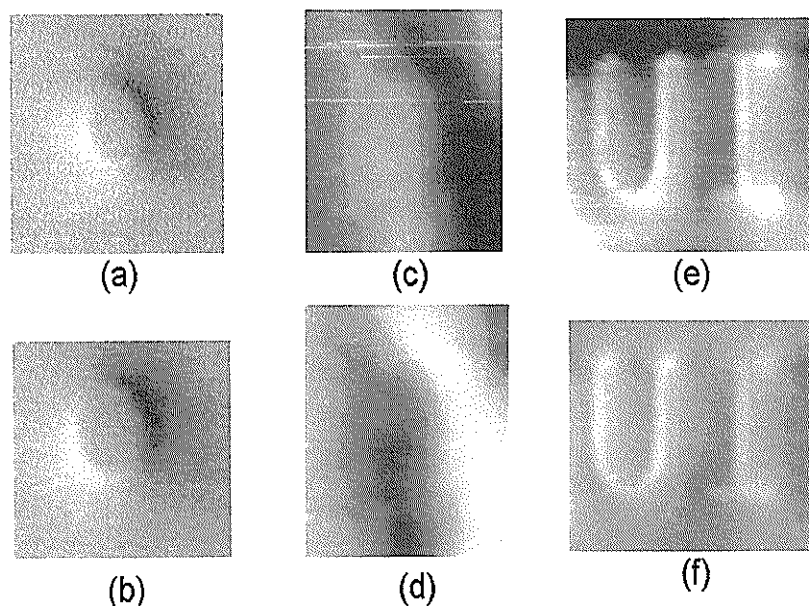


図10 SQUIDプローブ顕微鏡による磁気画像の処理

- (a)(c)(e)：処理前
- (b) 空間フィルタによるノズル除去による画像
- (d) ライン異常データ除去による画像
- (f) ラインドリフト補正後の画像

した磁気画像が明瞭に観察できる。特に矢印で示した部分には、ミクロンサイズのトナーの破片が散らばっており、これらを磁氣的にも十分観察することができた。このことより、鋭い針を用いることにより、ミクロンスケールの磁場の空間分解能を得ることができた。

7. SQUID 顕微鏡画像の処理

これまでに述べてきた磁気画像に関しては、データの画像処理は実施していない。しかし、一般的には観察の途中でノイズが入るなどのために磁気画像が乱れることがあり、適切なデータ処理を施す必要がある。ここでは典型的なデータ処理の方法に関して述べる。

図10にデータ処理による効果を示す図を、上が処理前、下が処理後を示す。(a)は画像全体に細かい波のような磁気変動が現れている。これは商用電力50Hzのノイズである。このような周期的なノイズに関しては、画像データを空間フーリエ変換し、空間スペクトルのスパイク状ノイズを取り除いた後、フーリエ逆変換により画像を再構築すると、ノイズが除去された画像(b)となる。(c)は画像の上部に白い線が見られる。これは、外部からの外乱ノイズによる磁束トラップなどにより異常値を示したのち、もとのレベルへ復帰する動作を行った部分である。データの1つのラインの一部に異常値が出ていることになる。この場合には、画像データで異常に大きな値を有しているラインのみを検出して、以上部分を除去し、上下のラインデータからの補完でデータを補う処理を行う。その結果が(d)の画像である。異常データが解消されていると同時に全体のトーンもよりハーフトーンが表示できるようになり、より微小な磁気変化を有する画像が得られるようになっている。(e)は横に多数の筋が入った画像となっている。これは観察時に試料台ステージの走査方向が反転する際にノイズが発生し、その走査ラインデータのレベルの高さを変動させてしまった可能性があり、そのライン全体の値がシフトしている。この場合には、各ラインのデータ平均値を各ライン間で同じにするように補正を行うと、シフトを補正でき、(f)の画像のように横筋のない明瞭な画像となる。

これらのデータ処理はもちろんデータ収集後にオフラインで実施するが、PCにより自動ですべての処理を実施できるようなプログラムをつくっている。

本来はこのようなノイズなどによる異常データが出ないような装置を構築すべきであるが、取得したデータを有効に活用するには上記の方法も有用である。データの補正は微小な部分に限られているためにデータ全体への影響はほとんどないといえる。また本質的なノイズ解消などの検討も順次進めているところである。

8. ま と め

高温超伝導SQUIDを用いた走査型SQUIDプローブ顕微鏡の検討を行い、ミクロンスケールの磁場分解能を得ることができた。磁気顕微鏡としては、高分解能を示す装置として磁気力顕微鏡がある。磁気力顕微鏡では、力の測定をしているために、試料にプローブを近づけると、ファンデアワールス力など試料との相互作用がノイズとなる。一方、ここで紹介したSQUIDプローブ顕微鏡では、磁場自体の計測をしているために、磁気顕微鏡のような試料との相互作用がない特徴がある。今後このSQUIDプローブ顕微鏡を用いた磁気材料のミクロンスケールの構造解析などへの展開が期待される。

参 考 文 献

- [1] Hideo Itozaki, Supercond. Sci. Tech., 16 (2003) 1340.
- [2] J.R. Kirtley, M.B. Ketchen, K.G. Stawiasz, J.Z. Sun, W.J. Gallagher, S.H. Blanton, S.J. Wind, Appl. Phys. Lett. 66 (1995) 1138.
- [3] T. S. Lee, Y. R. Chemla, E. Dantsker, J. Clarke, IEEE Trans. Appl. Supercond. 7 (1997) 3147.
- [4] T. Nagaishi, H. Itozaki, Supercond. Sci. Technol. 12 (1999) 1039.
- [5] H. Itozaki, T. Kondo, T. Nagaishi, Physic C 392-396 (2003) 1392.
- [6] T. Kondo, H. Itozaki and R. Koetitz, Supercond. Sci. Tech. 16 (2003) 1528.