

レーザー励起スクイド顕微鏡の提案*

大坊 真洋**、小高 正***、熊谷 隆美****、志子田 有光*****

室温に置かれた試料に対する従来のスクイド顕微鏡の空間分解能を改善するために、レーザー励起スクイド顕微鏡を提案する。試作機は半導体レーザー、高温超伝導スクイドグラジオメータ、セラミクス非磁性ステージ、ロックインアンプ、タイミング発生器、ビデオ光学系、パーソナルコンピュータで構成されている。10 μm に集光したレーザーで室温に置かれたシリコンのPN接合を励起し、その磁気画像を得た。ガウシアンビームの理論によると、レーザーは波長と同程度まで集光することが可能なので、従来のスクイド顕微鏡と比較して10倍以上の空間分解能の向上が期待できる。さらに高温超伝導スクイドグラジオメータと位相検波法は、高価な磁気シールドを使用せずにノイズの多い環境から信号を抽出するのに有効である。これらの特徴は産業用途の実用的なスクイド応用機器として利用価値が高い。

キーワード：スクイド顕微鏡、レーザー、磁気画像、非破壊検査

Proposal of Novel Laser Activated SQUID Microscope*

DAIBO Masahiro**, KOTAKA Tadashi***, KUMAGAI Takami****

and SHIKODA Arimitsu*****

A novel LA-SQUID Microscope, Laser Activated SQUID Microscope, is proposed to improve spatial resolution of conventional SQUID Microscope for a specimen in room temperature. The LA-SQUID Microscope consists of a laser diode, a high Tc superconductor SQUID gradiometer, a non-magnetic ceramics x-y stage, a lock-in amplifier, a timing generator, a video system and a personal computer. We demonstrate optical magnetic images of silicon p-n junction in room temperature by focused laser beam which has 10 μm beam waist. According to the theory of Gaussian beams, the laser beam can be focused as small as its wavelength. Therefore spatial resolution of LA-SQUID might be 1/10 or much smaller than the conventional passive SQUID Microscope's one. Furthermore, HTS SQUID gradiometer and the lock-in phase detection are effective to extract signal from noisy environments without high cost magnetic shielding room. These features are useful for practical applications of SQUID in industrial use.

key words: SQUID Microscope, Laser, Magnetic Image, Non-destructive Evaluation

1 緒 言

1-1 スクイドの基本原理解

磁気は、荷電粒子が空間的に速度を持つことによる相対論的な時空間の歪みとして考えることができ、一般的には電流や電荷スピンの説明される。磁気計測では、物質の様々な物理的状態を反映した情報を、離れた場所からセンシングすることが可能であることから、産業的な応用性が高い計測方法である。

さて、現在のところ磁気センサーの中で最も感度が高いものは、超伝導量子干渉素子(Superconducting Quantum Interference Device : SQUID (スクイド))である。典型的なスクイドであるDC-SQUIDの基本原理解^{1,2)}を図1で説明する。超伝導体(抵抗がゼロ、完全反磁性)が、薄い常伝導体(抵抗/絶縁状態)で接続されたものをジョセフソン接合と呼ぶが、その接合が2つ配置されているのがDC-SQUIDの特徴である。ジョセフソン接合では、超伝導体の担体(クーパ対)の波動関数が常伝導領域を通して対向する超伝導体へ浸みだしており、互いに干渉し合

う。この干渉の周期は磁束量子 $\phi_0 = h/2e$ で量子化される。ここで、 h はプランク定数、 e は素電荷である。 I_0 を動作点として磁束を変化させていくと、スクイドの電圧は図1(c)のように非線形に振動する。磁束量子 ϕ_0 の値は $2.07 \times 10^{-15} \text{ Wb}$ という非常に小さい量であるが、磁束ロック回路(Flux Locked Loop : FLL)によってスクイドが一定の動作点になるように帰還をかけると、さらに1万分の1以下の極微弱な磁場の検出が可能になる。

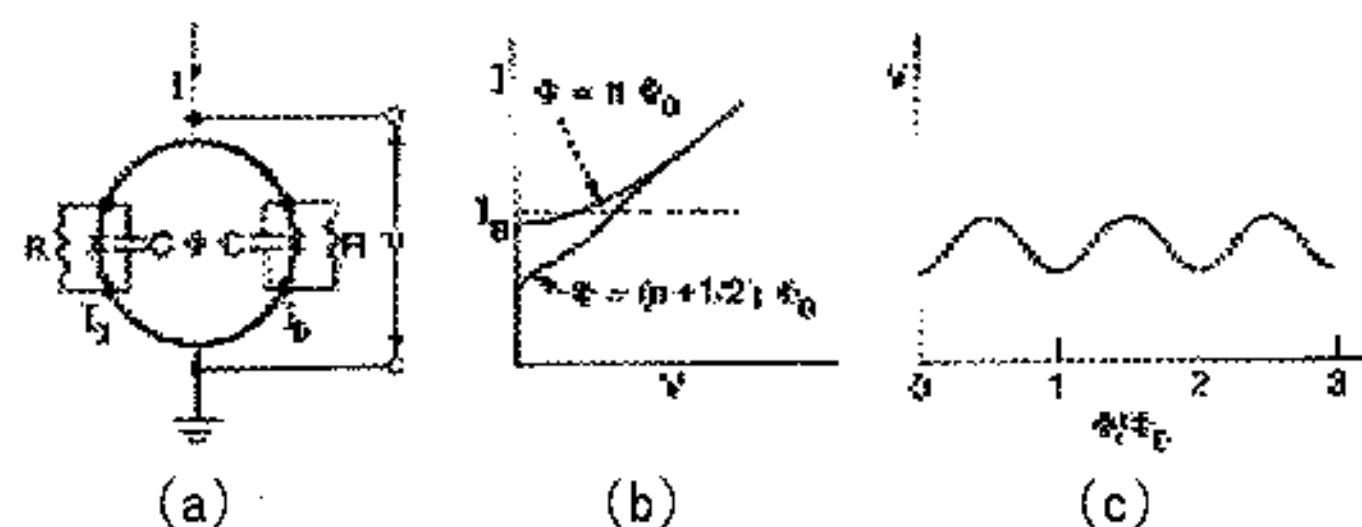
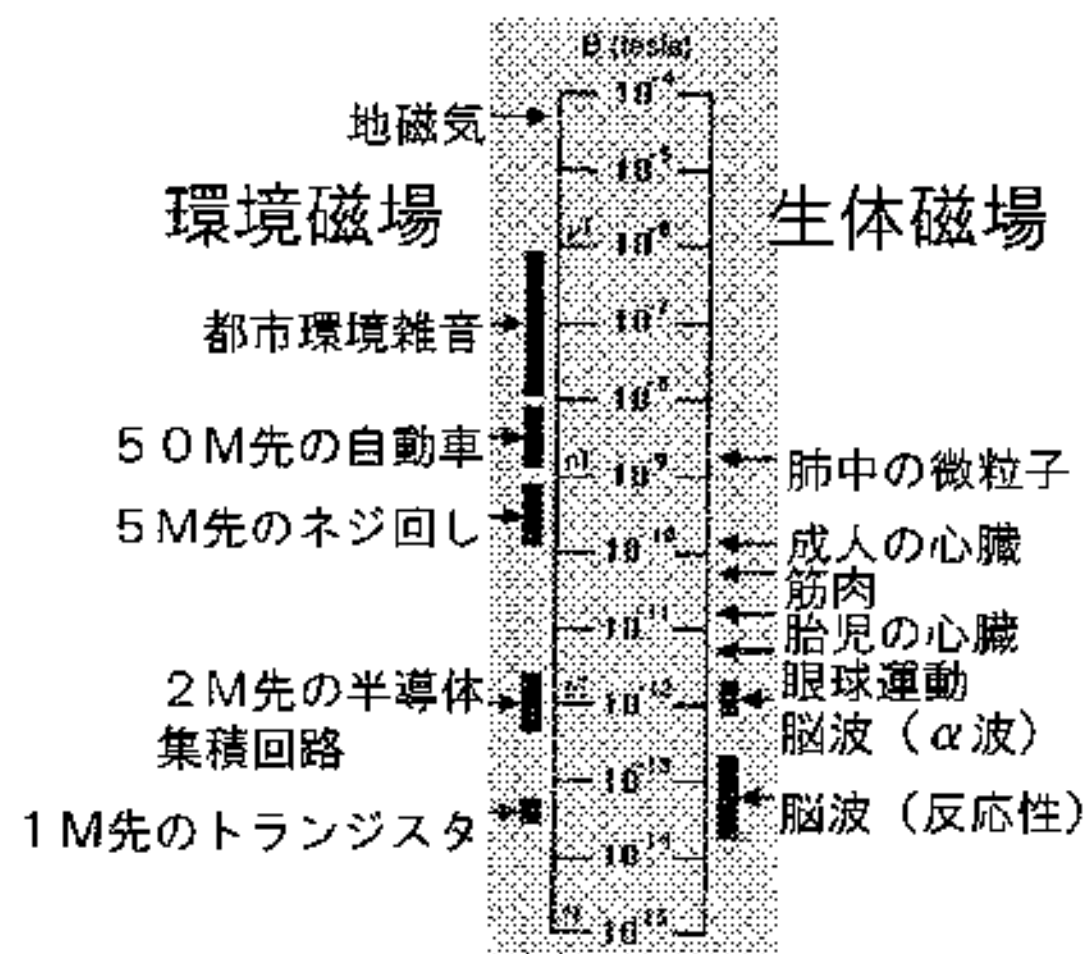


図1 (a)DC-SQUID回路；(b)電圧電流特性；
(c)磁束電圧特性 (出典¹⁾)

*アクティブセンシングによる高度非破壊センシング(第一報)(公設試共同研究推進事業)

電子機械部、* (株)アオバサイエンス、****現在 岩手県産業技術短期大学校電子技術科、

*****岩手医科大学教養部

図2 さまざまな対象の磁場強度(出典¹⁾を加工)

1-2 スクイドの応用化への状況

図2に様々な対象が発生する磁場の強度を示した。スクイドを使うと脳や心臓が発生する数十fT(フェムトテスラ)レベルの極微弱な磁場をも検出可能であり、医用の生体磁気計測はスクイド応用の大きな分野になっている。ところがスクイドは他の磁気センサーと比較して、感度やダイナミックレンジの点で圧倒的に有利であるにもかかわらず、生体磁気計測以外の一般的な産業用途への応用はそれほど進んでいなかった。この原因として、液体ヘリウムによる極低温(4K)冷却が必要になることと、感度が高すぎるゆえに環境磁場の変動から遮蔽する高価な磁気シールドルームが必要となることがあげられる。実用化の立場からみると、これらの経済的、心理的負担の要素は大きい。

しかし近年ではスクイドを取り巻く環境が変わってきた。高温超伝導体の発見から14年余りが過ぎ、高温超伝導体を使ったスクイドが市販され始めた。高温超伝導では高価な液体ヘリウムによる冷却が不要となり、温度77Kの安価な液体窒素による冷却で動作可能となる。最近ではさらに技術開発が進み、高温超伝導体においても、グラジオメータと呼ばれる差同型コイルを備えシールドルームのない一般的な環境磁場中でも安定に動作可能なスクイドが入手できるようになってきた。

そこで我々は、産業分野においても高温超伝導スクイドの応用について具体的に検討³⁾する時期に達したと判断し、スクイド応用非破壊検査装置の開発に着手した。本論文では、レーザーとスクイドを組み合わせ、微細な領域の磁気的な分布を画像化するレーザースクイド顕微鏡を提案し、試作機とその実験結果について報告する。

2 実験方法

2-1 従来のスクイド顕微鏡の問題点

スクイドと対象物を相対的に走査して、対象物の微弱な磁場分布を計測する非破壊検査装置⁴⁻⁷⁾やスクイド顕微鏡⁸⁻¹⁰⁾は、金属構造体の検査や材料開発の分野で注目すべき成果をあげている。しかし従来のスクイド顕微鏡には、次にあげる課題が残されていた。

(1)室温の試料を高い空間分解能で観測できない。空

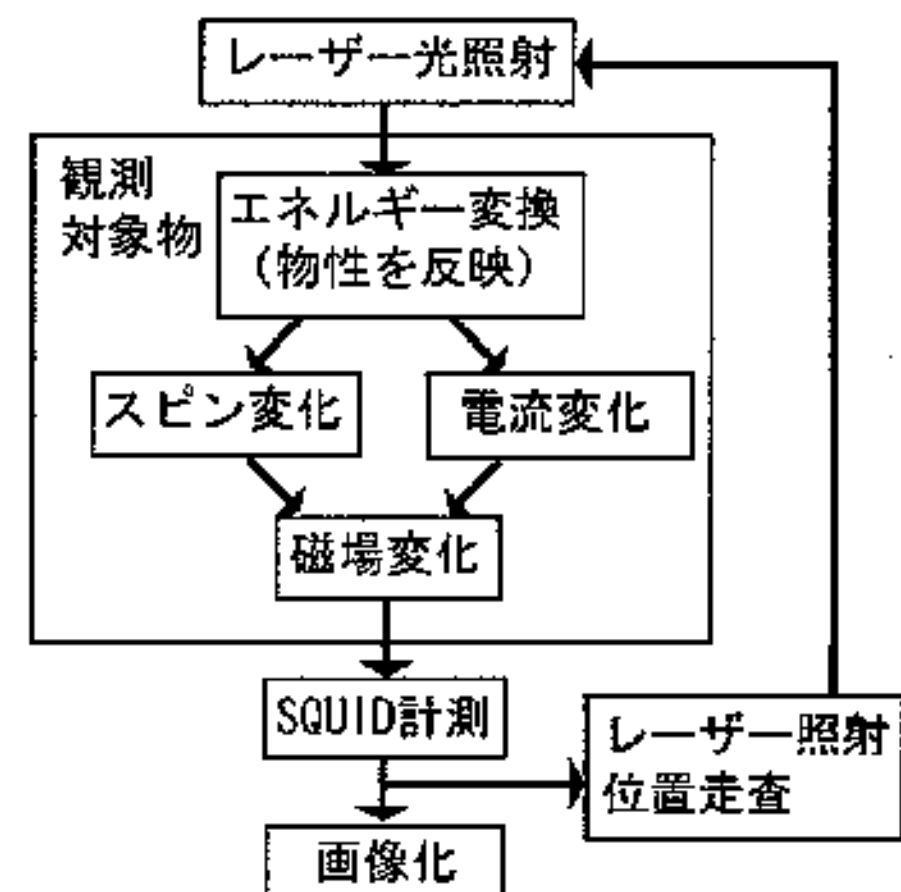


図3 測定原理のフローチャート

間分解能を高くするには、スクイドの検出コイル径 r を小さくすること、スクイドと試料の距離 d を小さくすることの両方を同時に満たす必要がある。 d を小さくしようとしても、スクイドを低温環境にするには室温の試料との間に真空断熱層が必要となり、これにより制限を受ける。この距離 d は2mm程度が実用的な限度であり、これ以下にすると輻射熱による冷媒の蒸発速度が急激に増大する。一方 r を小さくし過ぎると感度が低下するのでスクイドの長所を失ってしまう。スクイドの空間分解能は、 r または d の大きい方でほぼ決定される。

(2)ノイズと信号の分離が困難である。スクイドは感度が高いが環境磁場ノイズまで拾ってしまうので、通常は磁気シールドルームが必要である。磁気シールドルームはパーマロイ等の高透磁率材料を多層化した構造を有しており非常に高価である。

2-2 レーザー励起スクイド顕微鏡の原理

これら従来の問題点を解決するために、我々は集光したレーザーを対象物に照射し、そこで誘発される磁場をスクイドで高感度に観測するレーザー励起スクイド顕微鏡を提案する。動作原理のフローチャートを図3に示す。レーザー照射により磁場の変化が誘発されるメカニズムとして、磁性そのものが変化する場合と、電流が発生して磁場が変化する場合がある。レーザースクイド顕微鏡では、磁場が発生する場所がレーザー焦点を中心とする微小領域に特定できるため、試料とスクイドを極限まで近づける必要がない。それによって室温の対象物に対しても、従来のスクイド顕微鏡の10倍以上の空間分解能を得ることが可能である。さらに、変調をかけたレーザー光を用いることによって、位相検波法が利用でき、磁気シールドルーム無しの環境でも使用可能である。

3 結果

まず基礎原理を確認する実験として、集光していないレーザー光($\lambda=640\text{nm}$, $p<3\text{mW}$)を太陽電池セルに照射し、誘起された磁場をスクイドで計測した。その結果を図4に示す。太陽電池セルの電極に負荷抵抗を接続し、検出磁場の負荷抵抗依存性を調べた。負荷抵抗を大きくしていくと外部回路に流れる電流が小さくなり、測定磁場も

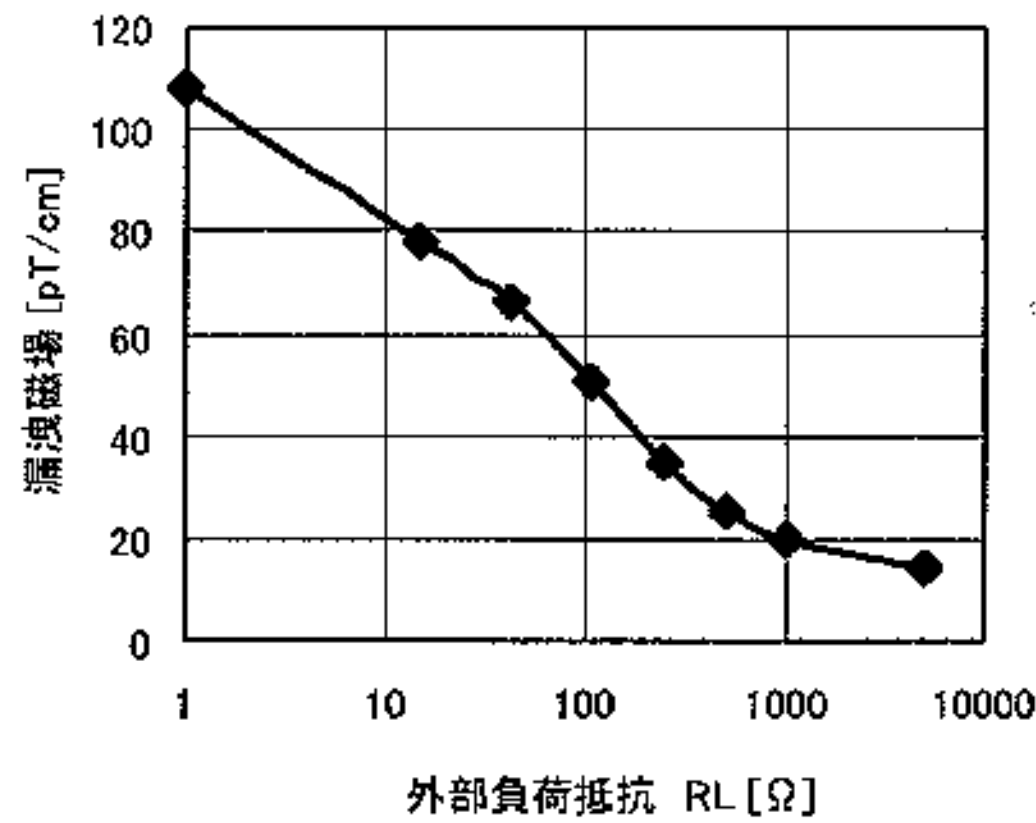


図4 太陽電池負荷と漏洩磁場の関係

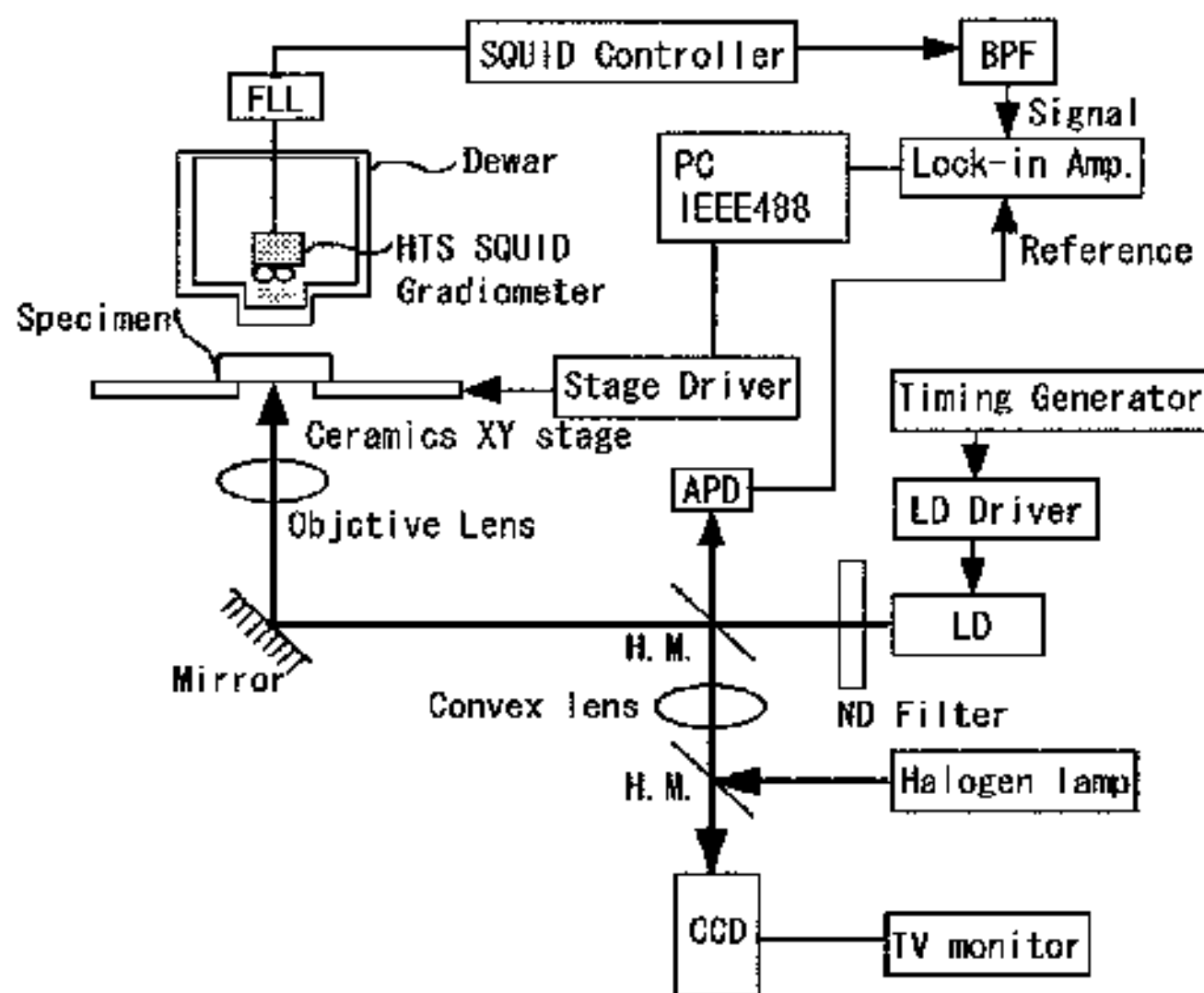


図5 システムブロック図

小さくなった。電極を開放にした場合でも有限の磁場 13 [pT/cm] が観測された。この磁場は、空乏層で生成した電子正孔対が周辺で再結合する電流成分によるものと考えられる。外部回路無しの状態でも太陽電池内部を循環する電流を検出できた。この結果は磁気シールドを使用しない通常環境磁場中で得たものである。

図5にレーザー励起スクイド顕微鏡のシステムブロックダイヤグラムを示す。試作したレーザースクイド顕微鏡のスクイド部、光学系のセットアップ、全体外観をそれぞれ図6、図7、図8示す。この顕微鏡ではレーザーの焦点サイズが空間分解能を決める重要な要素になる。図9にレーザーを集光した結果を示す。グリッドの間隔は $10\mu m$ であり、現段階で約 $10\mu m$ まで集光できていることが確認できた。

図10にはレーザー励起スクイド顕微鏡で計測したシリコンチップのPN接合部の磁気画像の一例を示す。同図(a)は磁場勾配の振幅、(b)は位相である。数百 fT/cm ~ $1pT/cm$ 程度の微弱磁気信号を、 16×16 画素、 $20\mu m$ の空間分解能、磁気シールド無しの環境で画像化できた。同図(a)で縦方向に走っている境界は、ビデオ光学系で可視光観察したPN接合位置と一致しており、光電効果による電流を反映した磁気画像が得られている。

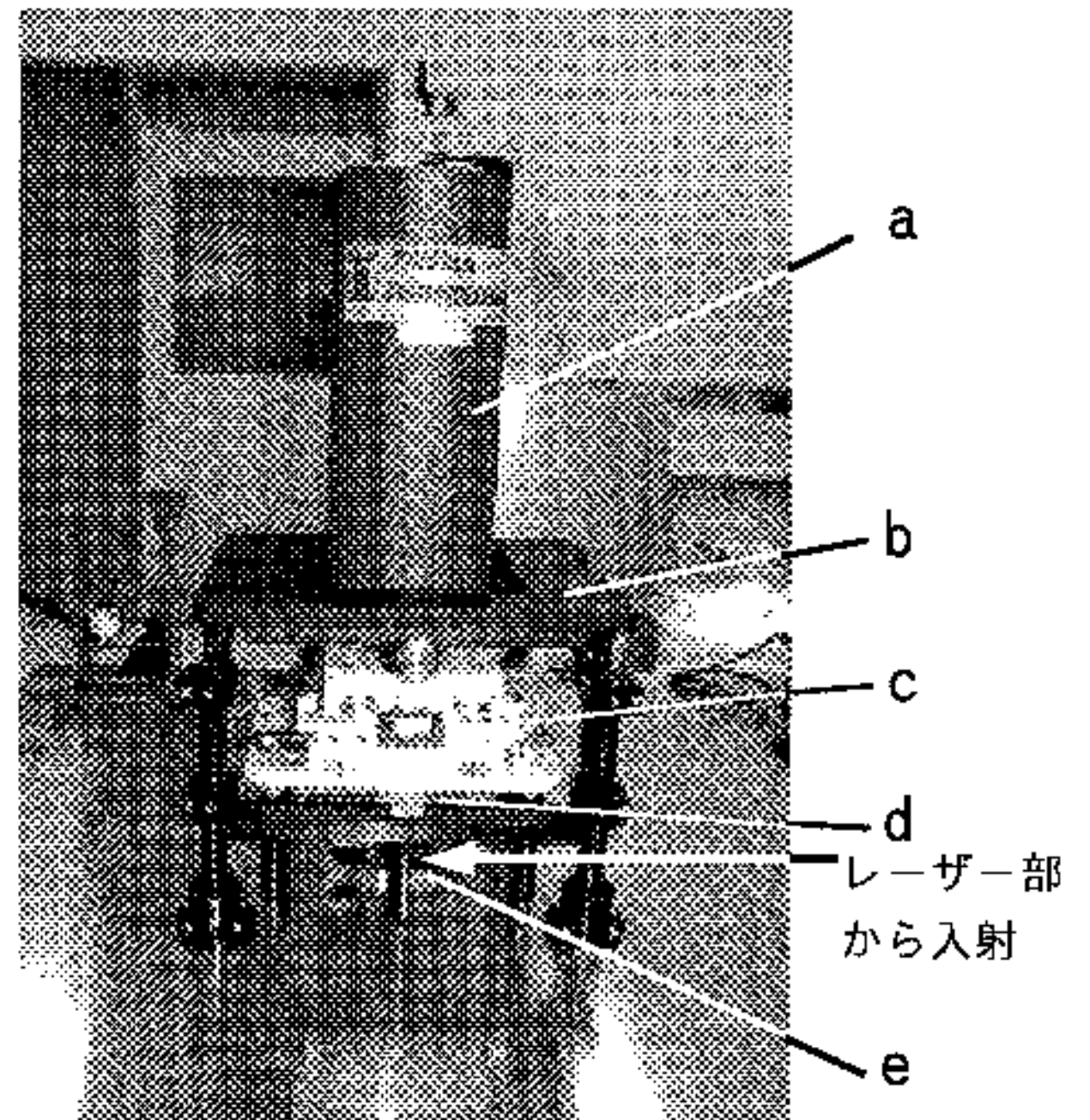


図6 レーザースクイド顕微鏡 (スクイド部)
a: 高温超伝導スクイドグラジオメータ, b: スクイドXYステージ, c: セラミクスXYステージ, d: 対物レンズ, e: ミラー

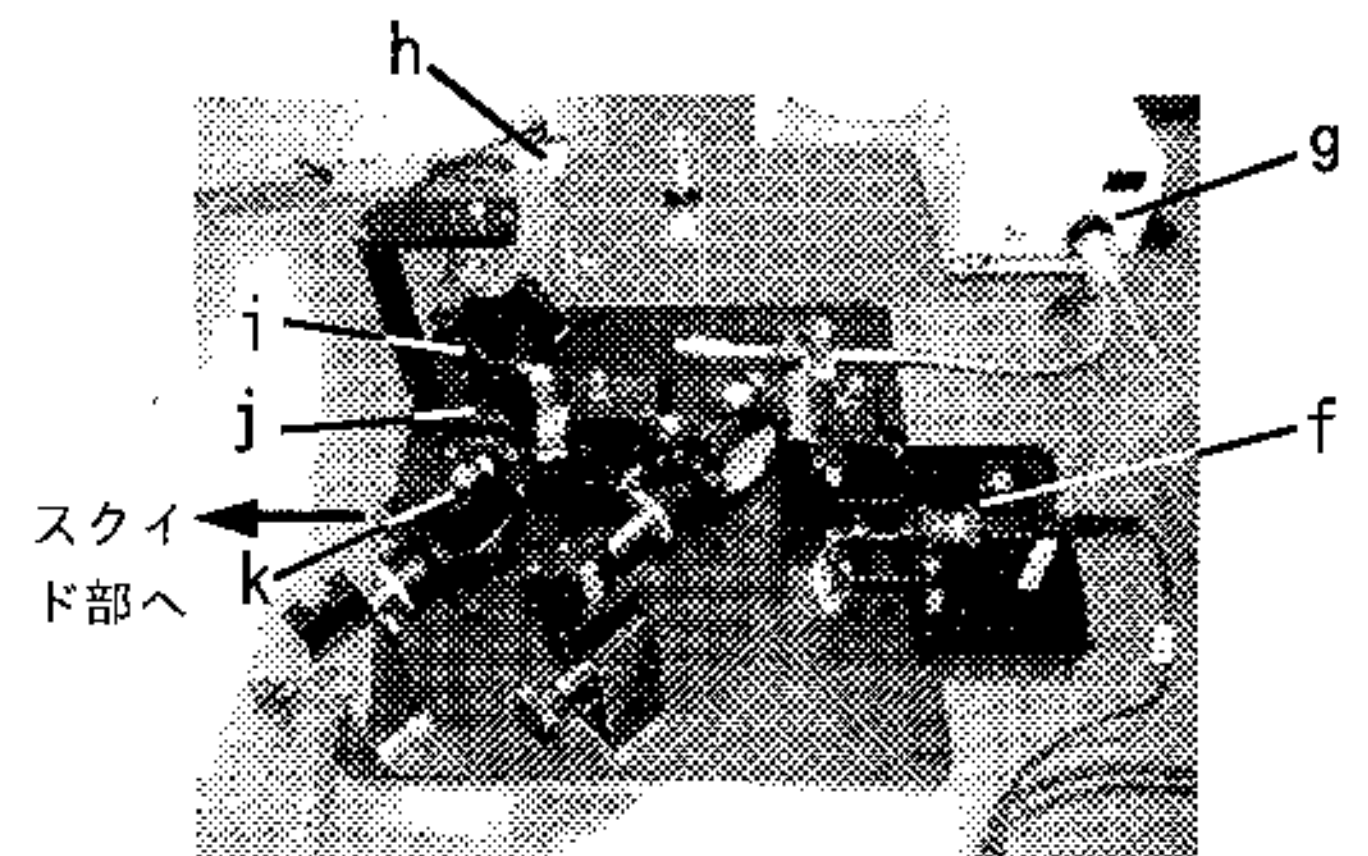


図7 レーザースクイド顕微鏡 (レーザー部)
f: 半導体レーザー, g: キセノンランプ, h: CCD カメラ, i: ハーフミラー, j: リレー凸レンズ, k: ハーフミラー

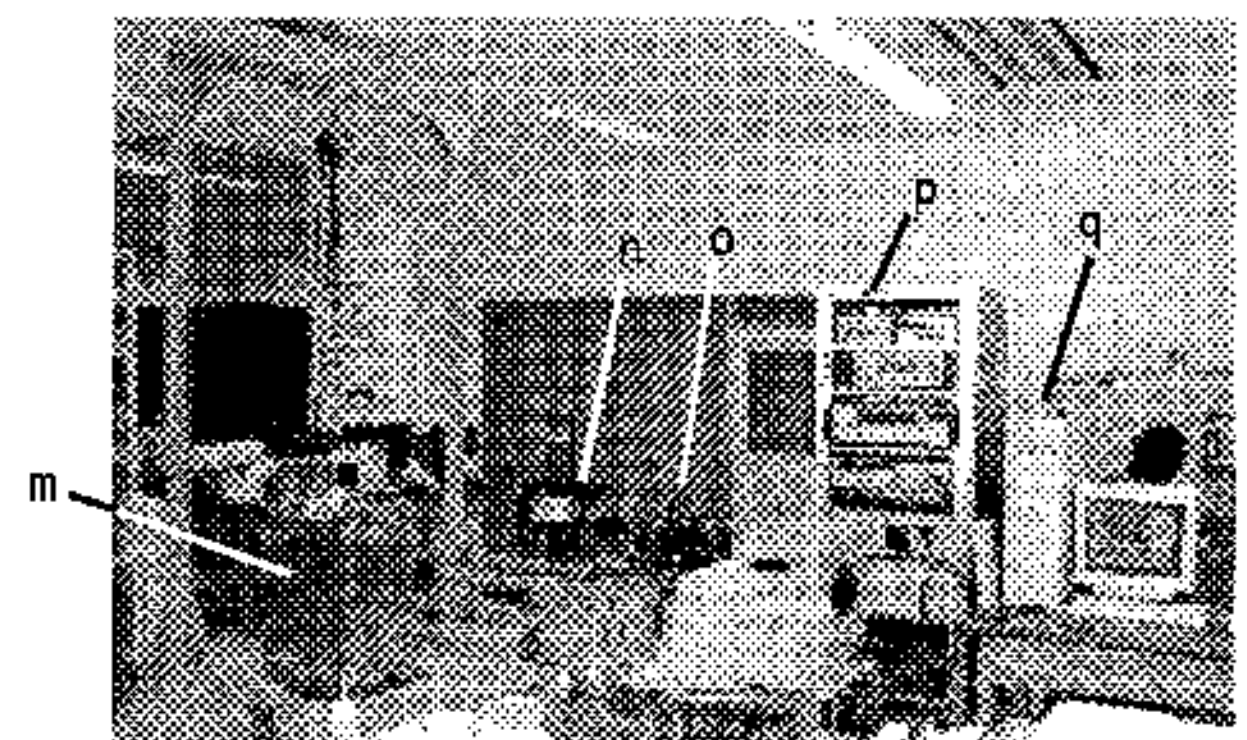


図8 システム全体外観
m: 磁気シールドボックス, n: スクイド部, o: レーザー部, p: ロックインアンプ・制御部, q: PC

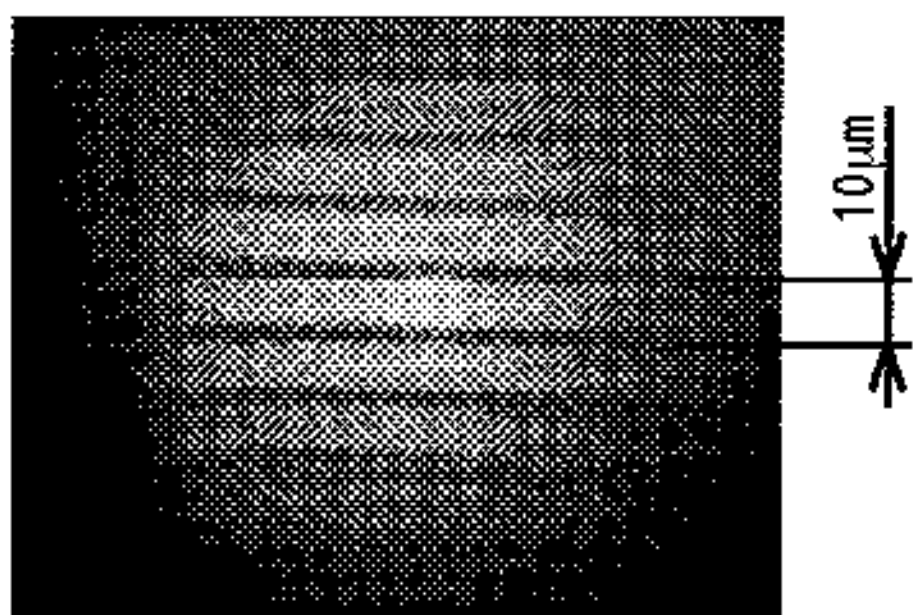


図9 レーザー集光結果

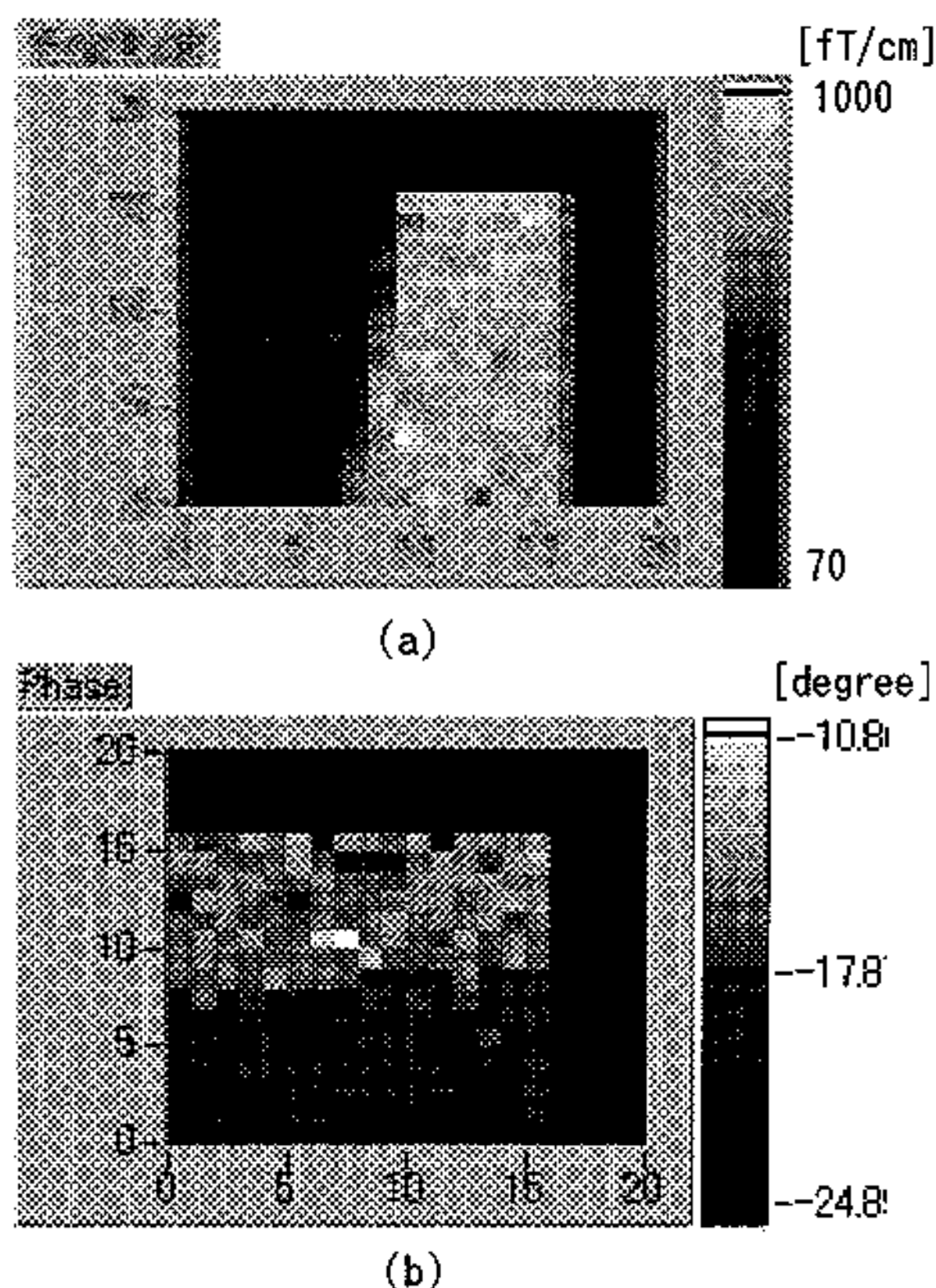


図10 シリコンチップのPN接合部を光誘発磁気画像化した結果

(a)磁場勾配の振幅[fT/cm], (b)磁場勾配の位相[degree]、実験条件：画素数16x16、画素ピッチ20μm、入射光パワー83μW、波長630nm、パルス周波数3kHz

4 結 論

集光したレーザーで対象物を励起し、微小領域で誘発された磁場を超伝導量子干渉素子(スクイド)で計測し画像化する原理のレーザー励起スクイド顕微鏡を提案した。ハードウェアおよびソフトウェアの試作を終え、システムの稼動を開始した。検査対象物としてシリコンチップのPN接合を観察した場合、磁気シールドの無い条件でも、数百fT/cmの微弱磁場を20μmの空間分解能で画像化することに成功した。本システムは従来のスクイド顕微鏡の少なくとも10倍以上の空間分解能を実現しており、室温や高温状態にある対象物の極微弱な磁気分布を画像化する為に有効である。

研究を進めるにあたり有意義なディスカッションをしていただいた岩手大学工学部 吉澤正人 教授に感謝

申し上げます。また、試験試料としてシリコンチップを提供して下さった東北学院大学工学部 木村光照教授に感謝致します。

なお、本研究は中小企業庁地域活性化連携促進事業補助金技術開発研究事業と、一部 科学技術振興事業団岩手県地域結集型共同研究事業「生活・地域への磁気活用技術の開発」の援助を得て行われたことを記して、関係者への謝辞とします。

文 献

- 1) Harold Weinstock: SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications, Kluwer Academic Publishers, NATO ASI Series, 329, 999 (1995).
- 2) J. H. ヒンケン著、菅野卓雄訳：超伝導エレクトロニクス、シュプリンガー・フェアラーク東京(株)
- 3) 吉澤正人：超伝導体の小規模応用としてのSQUID(超伝導量子干渉素子)の活用, Chemical Sensors, 15(4), 122-130 (1999).
- 4) Naoko Kasai, Kazuo Chinone, Satoshi Nakayama, Akikazu Odawara, Hiroshi Yamakawa and Noboru Ishikawa: Nondestructive Magnetic Detection of Plasticized Area Using Superconducting Quantum Interference Device, Jpn. J. Appl. Phys., 37, 5965-5970 (1998).
- 5) Kazuo Chinone, Satoshi Nakayama, Toshimitsu Morooka, Akikazu Odawara and Masanori Ikeda: Scanning DC-SQUID System with High Spatial Resolution for NDE, IEEE Trans. on Appl. Superconductivity, 7(2), 3271-3274 (1997).
- 6) M. L. Lucia, R. Hormann, H. Soltner, H. -j. Krause, W. Wolf, H. Bousack, M. I. Faley, G. Sporn and A. Binneberg: Operation of HTS SQUIDS with a Portable Cryostat: a SQUID System in Conjunction with Eddy Current Technique for Non-Destructive Evaluation, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, 7(2), 2878-2881 (1997).
- 7) A. Haller, Y. Tavrín, H. -j. Krause: Eddy-Current Nondestructive Material Evaluation by High-Temperature SQUID Gradiometer Using Rotating Magnetic Fields, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, 7(2), 2874-2877 (1997).
- 8) M. B. Ketchen and J. R. Kirtley: Miniature vector magnetometer for scanning SQUID microscopy, IEEE Trans. Appl. Superconductivity, 5, 2137-2141 (1995).
- 9) Toshimitsu Morooka, Satoshi Nakayama, Akikazu Odawara and Kazuo Chinone: Observation of Superconducting Device Using Magnetic Imaging System with a Micro-DC Superconducting Quantum Interference Device Magnetometer, Jpn. J. Appl. Phys., 38, L119-L122 (1999).
- 10) Tatsuoki Nagaishi and Hideo Itozaki: High Tc SQUID microscope head for room temperature sample, Proc. of 12th International Symposium on Superconductivity, FD-16, Morioka Japan, 65 (1999).