# 15 Микроразмерный квантовый трехкомпонентный магнитометр на основе азотно-вакансионных центров окраски в кристалле алмаза

### © А.К. Вершовский, А.К. Дмитриев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург E-mail: antver@mail.ioffe.ru

#### Поступило в Редакцию 17 ноября 2014 г.

Исследованы сигналы оптически детектируемого магнитного резонанса (ОДМР) в схеме трехкомпонентного магнитометра на основе азотно-вакансионных центров в кристалле алмаза объемом  $\sim 0.01\,{\rm mm^3}$ , укрепленного на торце световода. Предложена методика возбуждения сигнала ОДМР, обеспечивающая максимально уверенную идентификацию резонансных линий при минимальном количестве "мертвых" зон. Реализована чувствительность к компонентам вектора поля на уровне 76 nT · Hz^{-1/2}, и показано, что чувствительность, ограниченная дробовым шумом, составляет 6 nT · Hz^{-1/2}.

Применение методик оптически детектируемого магнитного резонанса (ОДМР) к отрицательно заряженным азотно-вакансионным (NV) центрам окраски в алмазе позволило распространить сферу применения квантовой магнитометрии (KM) на микро- и нанометровую области [1]. До сих пор основным инструментом KM были квантовые магнитометры с оптической накачкой паров щелочных атомов (КМОН) [2,3], характеризующиеся сантиметровыми размерами датчика. КМОН с подавленным спин-обменным уширением [4] сохраняют высокую чувствительность при уменьшении датчика, но только в ультраслабых магнитных полях (< 100 nT). Субмиллиметровое разрешение достигается с помощью сверхпроводящих магнитометров SQUID, а также магнитно-резонансных силовых микроскопов. Оба эти типа датчиков требуют предельно низких температур, что ограничивает диапазон их возможных применений.

Появившийся несколько лет назад новый метод измерения магнитного поля на основе ОДМР спинов NV-центров в алмазе (NV-магни-

#### 78

тометр) потенциально характеризуется беспрецедентным сочетанием пространственного разрешения и магнитной чувствительности в широком диапазоне температур, что открывает новые возможности, в частности, в исследовании биологических сред [5].

Преимущества NV-центров в применении к KM связаны с их крайне высокой концентрацией  $(10^{18}-10^{20} \text{ cm}^{-3})$  при относительно большом времени жизни  $T_1 \approx 1-10$  ms. К сожалению, линия ОДМР в алмазе также характеризуется неоднородным уширением  $T_2^* \approx 0.1 \, \mu \text{s}$  [1,6], радикально снижающим достижимую чувствительность. Это ограничение может быть преодолено методами импульсной эхо-спектроскопии [5,7], но в результате полностью утрачивается чувствительность за пределами узкого частотного диапазона, в том числе к постоянным полям. Поэтому возникает вопрос о применимости NV-магнитометра в KM биологических объектов, где требуется чувствительность к постоянному полю, и его медленным (< 100 Hz) изменениям.

В данной работе предложена схема трехкомпонентного NV-магнитометра постоянного поля. В работе ставились задачи: 1) определения достижимой чувствительности; 2) разработки методик, обеспечивающих уверенную идентификацию линий спектра при минимальном количестве "мертвых", или "слепых" зон.

Свойства образцов алмаза (синтетические алмазы марки SDB1085 60/70, объем кристалла  $\sim 0.01 \text{ mm}^3$ ), предоставленных ФИАН им. П.Н. Лебедева РАН, описаны в [8]. Для удобства позиционирования на минимальном расстоянии от исследуемых объектов кристалл алмаза фиксировался оптически прозрачным клеем (рис. 1, a, b) на торце кварцевого световода [1], служащего как для накачки, так и для сбора фотолюминесценции (ФЛ). В отличие от [9], использовался световод с диаметром сердцевины 0.9 mm, что обеспечивало оптический контакт кристалла только с сердцевиной и, как следствие, эффективный сбор ФЛ. СВЧ-антенна представляла собой намотанную на световод на расстоянии  $\sim 2\,\mathrm{mm}$  от кристалла катушку из трех витков медного провода с балластным сопротивлением 50 Ω. В качестве источника накачки использовался лазер мощностью 5 mW @532 nm. Излучение фокусировалось на втором торце световода, с него же снималось излучение ФЛ. Для разделения накачки и ФЛ использовались полупрозрачное зеркало и оптические фильтры. Измерения производились при комнатной температуре.



**Рис. 1.** *а* — схема магнитометрического датчика: *1* — алмаз, *2* — световод, *3* — прозрачный клей, *4* — СВЧ-антенна, *5* — излучение накачки, *6* — фотолюминесценция; *b* — вид со стороны торца световода; *с* — возможные конфигурации NV-центров в кристалле алмаза: в центре — атом азота, в углах куба — атомы углерода или вакансии; стрелками обозначены выделенные направления.

Часть лазерного излучения подавалась на опорный фотодетектор, сигнал с которого вычитался из сигнала фотодетектора, регистрирующего ФЛ. Это позволило более чем на два порядка подавить влияние амплитудных флуктуаций лазерного излучения, и достичь при B = 0 отношения сигнал/шум 60 dB в полосе 1 Hz. Амплитуда CBЧ-поля была оптимизирована по крутизне резонансов. Мощность лазера при эффективности фокусировки света на алмаз < 10% оказывается на порядки ниже оптимальной; таким образом, чувствительность может быть увеличена за счет увеличения мощности накачки.

На рис. 1, с представлена часть ячейки кристаллической решетки алмаза, в которой один атом углерода замещен атомом (ионом) азота. NV-центр образуется, когда один из соседних атомов углерода замещается вакансией; возможны 4 различных с точки зрения ОДМР ориентации осей NV-центров. Спектр NV-центра в магнитном поле определяется [5,6] гиромагнитным отношением  $\gamma/2\pi = 21$  GHz/T, параметром продольного расщепления  $D/2\pi = 2.87$  GHz и параметром поперечного расщепления в нулевом поле *E*, который в зависимости от свойств образца может варьироваться от килогерц до мегагерц. В присутствии поля с проекцией на ось *i*-го центра  $B_{NVi}$  частоты переходов равны

$$2\pi f_{i\pm} = D \pm \left[ E^2 + (\gamma B_{\rm NV})^2 \right]^{1/2}.$$
 (1)

Дополнительная структура возникает вследствие взаимодействия со спином ядра <sup>14</sup>N: каждая из линий спектра превращается в частично разрешенный триплет (рис. 2, *a*). Отдельные компоненты триплетов на рис. 2 характеризуются полушириной  $(1.9 \pm 0.2)$  MHz.

Следует учитывать, что величина D зависит от температуры и давления. Для исключения этой зависимости в NV-магнитометре должна быть использована балансная схема с измерением частотной разности  $F = f_{i+} - f_{i-}$ .

Для привязки резонансного радиочастотного (СВЧ) поля к резонансной линии обычно используется его частотная модуляция. Недостаток этого метода в применении к спектру ОДМР в алмазе заключается в том, что он не позволяет идентифицировать резонансы в спектре, а в случае их перекрытия оказывается вообще неприменим. Поэтому вместо модуляции СВЧ-поля мы использовали модуляцию магнитного поля. Для этого на измеряемое поле **В** накладывалось слабое переменное поле **В**<sub>mod</sub>. Выбором направления **В**<sub>mod</sub> мы можем, согласно (1),



**Рис. 2.** Панорамы спектра ОДМР NV-центров в алмазе при B = 4 mT: a — амплитудная модуляция СВЧ-поля; b — модуляция магнитного поля в направлении  $\langle 111 \rangle$ ; c — модуляция магнитного поля в направлениях  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$ ,  $\langle 101 \rangle$ .

усиливать или ослаблять отклики ОДМР, соответствующие разным ориентациям NV-центров. Так, ориентируя  $\mathbf{B}_{mod}$  в направлении (111), можно подчеркнуть одну линию из четырех, но остальные три при этом сохраняют значительную амплитуду (рис. 2, *b*).

Модулируя разнонаправленные поля на разных частотах, можно организовать несколько независимых петель обратной связи — подобный метод был использован в схеме векторного Не-магнитометра [10]. Мы предлагаем использовать модулирующие поля, приложенные вдоль диагоналей граней куба, т.е. направлений  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 101 \rangle$ ,  $\langle 101 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$ . Каждое из таких полей вызывает отклик от двух из четырех возможных ориентаций NV-центров, что существенно упрощает спектр (рис. 2, *с*–*e*). Применение шести модулирующих полей кажется избыточным, но оно позволяет исключить 12 "мертвых" зон, возникающих в случае перекрытия двух и даже трех резонансных линий:

отклики, включающие перекрывающиеся сигналы, можно исключить из рассмотрения. Также исключается линия спектра, для которой частотный сдвиг  $\leq E$ . Знак отклика определяется квадрантом, к которому принадлежит вектор **B** (рис. 2, *e*).

Оставшихся линий оказывается достаточно для измерения трех компонент поля во всех случаях, кроме случая, когда вектор **B** направлен вдоль одного из ортов решетки  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 010 \rangle$ ,  $\langle 100 \rangle$ . При этом перекрываются все четыре линии спектра, и возникают три "мертвые" зоны. В пространстве векторов магнитного поля они представляют собой цилиндры, оси которых проходят через начало координат и направлены вдоль ортов решетки, а радиус определяется полушириной резонансного триплета ОДМР ( $\approx 4$  MHz).

К "мертвым" зонам может быть также отнесена зона слабого поля — сфера с центром в начале координат и радиусом  $R \approx E$ . В нашем случае  $E/2\pi \approx 2.5$  MHz, и сфера оказывается вписана в область пересечения цилиндрических зон. Метод "ухода" от "мертвых" зон очевиден — добавление постоянного магнитного поля.

Зависимость вида дискриминационных кривых от  $B_{mod}$  показана на рис. 3. При  $B_{mod} > 0.5$  mT линии триплета не разрешены, поэтому этот режим подходит для поиска резонансной линии и привязки частоты СВЧ-поля к ее центру. Уменьшая после этого  $B_{mod}$  до величин < 0.15 mT, при которых триплет хорошо разрешен, мы переходим к стабилизации по центральной линии триплета.

Максимальная величина производной сигнала по частоте на выходе синхронного детектора составляет ds/df = 320 mV/MHz, а среднеквадратичная амплитуда шума в полосе 1 Hz  $\rho_{\rm N} = 1.03 \text{ mV}$ ; отсюда для балансной схемы, в которой dF/dB = 42 GHz/T, следует [2] чувствительность  $\delta B = 76 \text{ nT} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ , или 30 nT  $\cdot \text{Hz}^{-1/2}$ .

Полный уровень ФЛ соответствует фототоку  $I_{ph} = 1.88 \,\mu$ А. Предельная чувствительность схемы, ограниченная дробовым шумом фототока ( $\rho_{shot N} = 0.09 \,\text{mV}$ ), составляет  $\delta B = 6.7 \,\text{nT} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ , или 2.7 nT · Hz<sup>-1/2</sup>. Остаточные флуктуации в схеме регистрации превышают уровень дробового шума на порядок; они могут быть подавлены, в частности, методами активной стабилизации интенсивности лазера накачки.

Чувствительность схемы может быть дополнительно повышена как за счет повышения эффективности сбора ФЛ заменой полупрозрачного зеркала на дихроичное, нанесением на внешнюю поверхность алмаза



**Рис. 3.** Отклик от одного резонансного триплета при различных значениях амплитуды модулирующего магнитного поля *B<sub>mod</sub>*. На врезке — запись шума при отстроенном от резонанса источнике СВЧ-поля, полоса интегрирования — 1 Hz.

и световода отражающего покрытия и т.д., так и за счет повышения (согласно [1] на несколько порядков) мощности накачки.

Приведенные значения чувствительности трудно назвать рекордными, особенно на фоне чувствительностей в десятки и единицы fT · Hz<sup>-1/2</sup>, демонстрируемых КМОН [11]. Однако чувствительность трехкомпонентных магнитометров на основе КМОН оказывается много ниже: рекордные ее значения в компонентах составляют ~ 25 pT · Hz<sup>-1/2</sup> при объеме ячейки  $V \approx 500 \, {\rm cm}^3$  [12].

Для квантовых дискриминаторов при прочих постоянных факторах  $\delta B \sim V^{-1/2}$ , что позволяет для сравнения параметров использовать приведенную к  $V^{-1/2}$  чувствительность  $\delta B_V = \delta B \cdot V^{1/2}$  [1]. Для нашего NV-магнитометра  $\delta B_V = 2.4 \cdot 10^{-10} \,\mathrm{T} \cdot \mathrm{cm}^{3/2} \cdot \mathrm{Hz}^{-1/2}$ , что вдвое превосходит приведенную чувствительность векторного KMOH [12].

Далее, индукция поля магнитного диполя в дальней зоне обратно пропорциональна кубу расстояния от источника. Снижение линейных размеров датчика позволяет не только увеличить пространственное разрешение, но и приблизить центр датчика к объекту, и тем самым существенно снизить требования к его чувствительности.

Таким образом, определяется класс задач, в которых предлагаемый NV-магнитометр обладает преимуществами перед КМОН в парах щелочных атомов, а именно исследование векторных характеристик полей субмиллиметровых объектов.

Авторы благодарят В.Л. Величанского и С.А. Зиброва (ФИАН) за предоставленные образцы и полезные дискуссии.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант РФФИ 13-02-00589).

## Список литературы

- [1] Taylor J.M. et al. // Nat. Phys. 2008. V. 4. P. 810-816.
- [2] Budker D., Romalis M. // Nature Physics. 2007. V. 3. P. 227-234.
- [3] Александров Е.Б., Вершовский А.К. // УФН. 2009. Т. 179. В. 6. С. 605–637.
- [4] Allred J.C. et al. // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 89. N 13. P. 130 801.
- [5] Balasubramanian G. et al. // Nature. 2008. V. 455. P. 648-651.
- [6] Acosta V.M. et al. // Phys. Rev. B. 2009. V. 80. P. 115 202.
- [7] Hahn E.L. // Phys. Rev. 1950. V. 80. P. 580-594.
- [8] Вершовский А.К., Дмитриев А.К. // Опт. и спектр. 2014. Т. 116. В. 3. С. 67-69.
- [9] Fedotov I.V. et al. // Scientific Reports. 2014. V. 4. P. 5362.
- [10] Gravrand O. et al. // Earth Planets Space. 2001. V. 53. P. 949-958.
- [11] Alexandrov E.B. et al. // Laser Physics. 1996. V. 6. N. 2. P. 244-251.
- [12] Alexandrov E.B. et al. // Meas. Sci. Technol. 2004. V. 15. P. 918-922.