

「ナノヘテロ金属材料の機能発現メカニズムの解明に基づく新金属材料創製に関する研究」

(H12年～H14年、第I期)

研究代表者: 室野和博(物質・材料研究機構)他10機関

研究の概要・目標

1 何を目指している

新規な磁気特性・力学特性を持つナノヘテロ金属材料の微細組織を原子レベルで精密に解析し、ナノヘテロ組織形成のメカニズム、特性発現のメカニズムを解明し、ナノヘテロ材料創製のための指導的原理を確立、新しいナノヘテロ材料の創製を目指す。

(第I期の目標)

- ナノヘテロ金属材料組織解析手法の確立
- 既存のナノヘテロ金属材料の精密解析
- 特性とナノヘテロ材料の因果関係の解明
- ナノヘテロ金属材料の性能向上

(第II期の目標)

- 高性能軟磁性材料・ナノコンポジット磁石の開発
- 高密度のグラニュー磁気記録媒体の試作

2 何を研究している

・先端解析手法を融合したナノヘテロ金属材料組織解析の精密化

・微細構造と特性の因果関係解明による機能発現メカニズムの解明

・ナノヘテロ組織制御による新金属材料の創製

3 何が新しいのか

先端解析手法を融合した複雑な金属ナノ組織の精密解析、それによる機能発現メカニズム解明、それと有機的に結びつけた新材料創製の試み

ナノヘテロ金属材料: ナノメートルスケールのヘテロ構造を付加することにより従来にない優れた特性を有する金属材料

諸外国の現状等

1 現状

我が国を起点とする多くのナノヘテロ金属材料は欧米で盛んに研究され、特にドイツにおいて基礎、応用面での活度が高い。研究されている多くの材料は我が国において開発されたものにも関わらず、その基礎研究の大部分が欧州勢の研究グループによってなされているのが現状である。

2 我が国の水準

本研究で対象としている材料の多くが我が国で見いだされた独創的な材料である。従って材料創製に関する我が国に水準は他を抜きんでていたと言える。ところがこれらの材料に関する基礎研究に関しては、最近ドイツを中心としたヨーロッパ諸国が組織的な研究を展開し始め、我が国の先進性が失われつつある。しかし、アトムプローブ等によるナノヘテロ組織解析は、我が国で始まった研究であり現在でもトップクラスの実績を有している。この分野の研究で我が国のプレゼンスを確立し、リーダーシップを確立するためには、総合的な基礎研究を推進する必要がある

研究進展・成果がもたらす利点

1 世界との水準の関係

本研究の推進により、我が国で生まれた独創的な材料であるナノヘテロ金属材料に関する基礎研究の水準を一気に高めることができ、基礎研究の分野でも世界の頂点に立つことができる。さらに基礎研究の充実により新たなナノヘテロ金属材料創製の環境が整い、本研究プロジェクトを起点とした新しいナノヘテロ金属材料が開発されると期待できる

2 波及効果

・先端機能材料の世界でホットな話題となっている事象・現象の多くは、明確なメカニズムがわかっているわけではない。ナノスケールの構造を解明すること自体が機能発現メカニズムの解明につながる。

・ナノヘテロ組織制御を応用して新しい高性能な金属材料が開発される可能性があり、これらの材料により次のような波及効果が期待できる。新しい磁石材料の開発により動力用のモーターの効率を著しく向上させることができ、それによりエネルギー消費量が著しく軽減され、環境分野への波及効果がある。さらには磁気記録に関する高度情報化社会実現への波及効果や素材産業やそのユーザーである自動車産業など広範な工学分野への波及効果が期待される

ナノヘテロ金属材料の機能発現メカニズムの 解明に基づく新金属材料創製に関する研究

有効なナノヘテロ構造解析手法が確立されていない

ナノヘテロ金属材料において
・ナノヘテロ組織が現れるメカニズム
・ナノヘテロ組織で優れた特性が現れる理由が理解されていない

非効率な経験による
ナノヘテロ材料創製

現状

ナノヘテロ金属材料の創製技術の確立
組織発現機構と機能発現機構の解明
組織発現機構に基づくナノヘテロ構造制御
機能発現機構に基づくナノヘテロ金属材料



ナノヘテロ金属材料の解析技術の確立
最新電子顕微鏡技術
最先端X線回折技術
最先端アトムプローブ技術

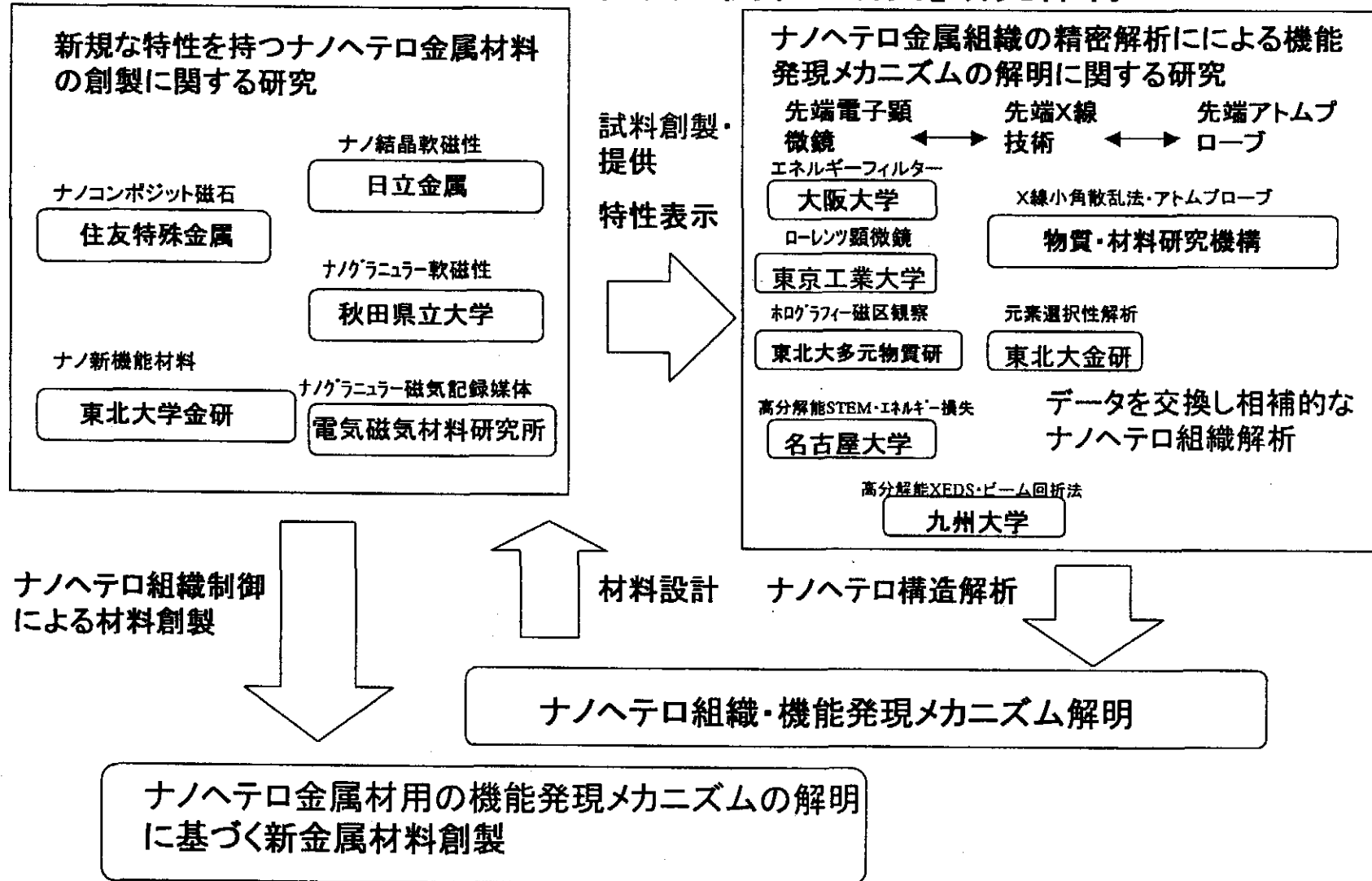
本研究

優れた機能を持つ
ナノヘテロ金属材料創製

磁性材料
永久磁石
磁気ヘッド
記録媒体
高強度材料

今後の展開

「ナノヘテロ金属材料の機能発現メカニズムの解明 に基づく新金属材料の創製に関する研究」研究体制



科学技術振興調整費「ナノヘテロ金属材料の機能発現メカニズムの解明に基づく新金属材料創製に関する研究」所用経費

研究項目	担当機関等	研究担当者	平成12年度所要額 (単位:千円)	平成13年度所要額 (単位:千円)	平成14年度所要額 (単位:千円)
1. ナノヘテロ金属組織の精密解析による機能発現メカニズムの解明に関する研究			135,517	216,730	123,833
①先端電子顕微鏡技術を用いたナノヘテロ構造解析による機能発現メカニズム解明			62,929	107,309	39,490
(a) ナノヘテロ構造解析のためのSTEM-EDX, 収束電子回折技術の確立と機能発現機構解明	九州大学大学院工学研究科	松村晶	4,569	13,403	9,030
(b) 電子線ホログラフィーによるナノエリア磁区構造観察法の開発と機能発現機構解明への応用	東北大学多元物質科学研究所	進藤大輔	26,929	16,009	8,196
(c) 走査ローレンツ干渉顕微鏡によるナノ磁性材料の磁気構造と機能発現機構解明	東京工業大学大学院理工学研究科	中村吉男	3,103	3,595	8,075
(d) 強磁性体クラスター内包サーメット膜の原子・電子構造のSTEMIによる解析と機能発現機構解明	名古屋大学大学院工学研究科	田中信夫	23,688	5,800	4,417
(e) ナノヘテロ材料局所構造の電子線精密構造解析と機能発現機構の解明	大阪大学産業科学研究所	弘津禎彦	4,640	68,502	9,772
②先端X線解析技術を駆使したナノヘテロ構造解析による機能発現メカニズムの解明			52,931	47,323	25,213
(a) 元素選択性構造解析技術によるナノヘテロ金属材料構造解析	東北大学金属材料研究所	松原英一郎	29,711	10,495	5,535
(b) 全反射現象を利用する先端X線解析技術によるナノヘテロ構造解析	文部科学省研究振興局 物質・材料研究機構(委託)	桜井健次	6,444	7,688	2,201
(c) X線・中性子小角散乱によるナノヘテロ磁性材料の機能発現メカニズムの解析	文部科学省研究振興局 物質・材料研究機構(委託)	大沼正人	16,776	29,140	17,477
③先端アトムプローブ技術を用いたナノヘテロ構造解析による機能発現メカニズムの解明	文部科学省研究振興局 物質・材料研究機構(委託)	宝野和博	19,657	62,098	59,130
2. 新奇な特性をもつナノヘテロ金属材料の創製に関する研究			103,376	98,754	137,843
①ナノヘテロ構造を利用した高性能ナノコンポジット磁石の開発	文部科学省研究振興局 物質・材料研究機構(委託) 住友特殊金属(株)(再委託)	広沢哲	35,470	25,801	20,081
②ナノヘテロ構造を利用した高性能軟磁性材料の開発	文部科学省研究振興局 物質・材料研究機構(委託) 日立金属(株)(再委託)	吉沢克仁	34,602	28,508	19,929
③ナノグラニューラ構造を利用した高周波軟磁性材料の開発	文部科学省研究振興局 物質・材料研究機構(委託) 秋田県立大学(再委託)	牧野彰宏	19,499	8,443	15,886
④ナノグラニューラ構造を利用した超高密度磁気記録媒体の開発	文部科学省研究振興局 物質・材料研究機構(委託) (財)電気磁気材料研究所(再委託)	大沼繁弘	4,609	10,548	31,537
⑤ナノヘテロ多層構造を利用した新磁性材料の開発	東北大学金属材料研究所	高梨弘毅	4,581	15,701	43,435
⑥ナノヘテロ構造を有する高強度材料の創製	東北大学金属材料研究所	井上明久	4,615	9,753	6,975
3. 研究運営委員会の推進	文部科学省研究振興局		651	314	324
所要経費(合計)			239,544	315,798	262,000

研究成果の概要

課題名（研究代表者）：ナノヘテロ金属材料の機能発現メカニズムの解明に基づく新金属材料創製に関する研究（宝野 和博）

解析グループと創製グループとの密接な連携により、対象としたナノヘテロ金属系材料について高度な解析をおこない、ナノヘテロ構造発現のメカニズムを解明した。

①ナノコンポジット磁石材料

3DAPを用いて合金元素の分布状態を原子レベルで解析することにより合金元素添加がナノコンポジット組織形成と磁気特性の改善に果たす役割を解明した（物材機構）。また電子線ホログラフィー法を用いて、ナノコンポジット磁石材料の磁化分布を5 nmの分解能で観察し、ナノコンポジット磁石の磁化過程を初めて観察した（東北大多元研）。ナノコンポジット磁石の実用化にむけた生産技術の研究としては、ナノコンポジット磁石を大量生産するために必要な情報を集めるための双ロールによる液体急冷装置を作成し、溶湯の凝固過程での冷却速度を測定し、ナノコンポジット磁石材料を連続冷却により大量生産するために必要な知見を得た（住特金）。

②ナノ結晶軟磁性材料

すでに確立された基本組成Fe-Si-B-Nb-Cuの高周波特性を向上させるためにFeをCoで置換した合金のナノ結晶過程を3次元アトムプローブ、電子顕微鏡などで詳細に観察し、Co置換がナノ結晶組織に及ぼす影響を熱力学的な考察を加えて検討し（物材機構）、高い誘導磁気異方性を付与することにより共鳴周波数を高めた高周波用ナノ結晶軟磁性材料の開発を行った（日立金属）。また大量生産可能なように大気中での製造を可能としたFe-B-P-Nb-Cu系合金の開発にも成功し（秋田県立大）、現在そのナノ結晶・アモルファス組織を最適化するための詳細なナノ解析を進めている（物材機構）。

③ナノグラニューラー磁性材料

(Fe, Co)-Zr-O ナノグラニューラー薄膜が広い組成領域で軟磁性を示し、特に高い電気抵抗から高周波特性に優れた軟磁性材料としての応用が期待されることを示した（電磁研）。特に $(\text{Fe}_{0.65}\text{Co}_{0.35})\text{-Zr-O}$ 薄膜は2.3 Tという純鉄よりも高い飽和磁束密度を有する軟磁性膜を得ることができ、それらのナノ構造解析によりこれらの材料で軟磁気特性が得られるメカニズム、とくに熱処理により(Fe, Co)-O膜でも軟磁気特性が得られるメカニズムを解明した（物材機構）。また通常軟磁性を示さないCo-Si-Oナノグラニューラー膜に10at.%以上Pdを添加すると、広い組成域で軟磁性化することを見だし（電磁研）、小角散乱によりPdが軟磁性化を引き起こす理由を解明した（物材機構）。さらに、酸化物系のみならず、フッ化物や水素化物を含むナノグラニューラー膜も優れた軟磁気特性や大きなトンネル磁気抵抗効果、巨大ホール効果など新規な特性を示すことを見だし始めており（電磁研）、それら新規な物性が発現するメカニズムをナノ構造解析であきらかにしつつある（物材機構）。またこれらのナノグラニューラー材料の磁区と磁化分布は世界最高分解能の電子線ホログラフィー法（東北大多元研）、走査ローレンツ顕微鏡（東工大）により解析し、STEM、STEM-EELS、STEM-HAADFを用いてグラニューラー材料の界面構造と電気伝導の因果関係の解析を進めた（名大）。

④FePt系磁気記録媒体／ナノ多層構造磁性薄膜材料

FePtのナノ粒子の結晶方位を配向させて酸化物中に均一に分散させる記録媒体用FePtグラニューラー薄膜の創製技術の開発を行っている（物材機構）。またこれらFePtグラニューラー膜構造の定量的解析はエネルギーフィルター電子顕微鏡により進めた（九大）。同時に低温でFePt膜を創製する技術を確認するための基礎研究として、分子線エピタキシー法を用いてFeとPtを単原子層ずつ交互に積層することにより200℃という低温でL1₀構造を持つ垂直磁化膜を作製することに成功した（東北大金研）。さらにMgO上に800℃でFePtを島状エピタキシャル成長させることにより、保磁力が50 kOeを超える超高保磁力硬質磁性薄膜の創製にも成功し、今後Fe/FePtのナノコンポジット化によりさらに高いエネルギー積を有する超強力磁石薄膜としての展開が期待されている（東北大金研）。これらの材料の創製においても、解析グループとの密接な連携で、ナノ構造を詳細に解析し、保磁力と膜構造の関係を明らかにした（物材機構）。また超高真空蒸着法を用いた単原子層交互積層によって、平衡状態図にはないhcp構造を有する新規な反強磁性CoRu規則合金を人工的に創製した（東北大金研）。

⑤ナノ結晶高強度材料／水素吸蔵材料

高圧ガス噴霧法で作製した粉末を温間押し出し法で成型することにより、超々ジュラルミンを上回る最大引張強度と従来の耐摩耗 Al 合金を上回る耐摩耗性を有する Al-Fe-Cr-Ti 合金やナノ結晶 Mg 合金を作製した（東北大金研）。これらの微細構造を 3DAP により定量的に解析し、ナノ組織発現のメカニズムを検討した（物材機構）。また、単ロール法液体急冷法で急速凝固した Al 合金のナノ構造を X 線小角散乱法で調べ、ナノ粒子の析出機構を明らかにした（東北大金研）。またナノ結晶材料の応用の可能性をさらに探索するために、 $Zr_{65}Pd_{35}$ 非晶質合金を大気酸化させ、ナノスケールの Pd 金属微粒子が ZrO_2 中に分散した組織を形成することによって、水素吸蔵量がバルク状 Pd 金属の 2 倍以上である水素吸蔵合金を作製した（東北大金研）。また、Mg-Ni-Pd 非晶質水素吸蔵合金のニッケル-水素化合物二次電池用電極材料の特性を調べたところ、放電初期サイクルでの劣化が著しく抑制され、従来のメカニカルアロイング材で作製した Mg-Ni-Pd 水素吸蔵合金より長寿命であることを見出した（東北大金研）。

⑥最先端ナノヘテロ構造解析手法の高度化

解析グループにより精力的に進められた。ナノヘテロ構造解析のための STEM-EDX、収束電子回折技術を確認するために、オメガ型エネルギーフィルタ・ナノプローブ電子源搭載電顕による STEM-EDX 解析を、FePt- Al_2O_3 ナノグラニュー膜の FePt ナノ粒子組成解析やフェライト系耐熱鋼の粒界構造解析に適用した（九大）。磁性材料の磁化分布、磁区の観察については 300kV 電界放射型電顕に磁区観察用ポールピース、電子線バイプリズムを搭載した装置を組み上げ、電子線ホログラフィー法を用いて各種ナノヘテロ磁性材料のナノスケール磁区観察を 5nm の分解能で行った（東北大多元研）。また走査型電子線ローレンツ干涉顕微鏡を用い、ナノグラニュー材料のナノ組織と磁気構造との関係を調べ、単磁区構造および磁化ベクトル方向、還流磁区構造などが明瞭に検出できることを明らかにした（東工大）。STEM、STEM-EELS、HAADF-STEM 法を強磁性グラニュー膜および液体急冷合金に応用し、原子レベル構造観察に原子レベル元素分析を重畳させた手法がこれらの構造解析に有効なことを示した（名大）。アモルファス材料からナノ結晶構造を得るために重要な知見となるアモルファス構造を解明するためにイメージングプレート、エネルギーフィルタによる電子線弾性散乱強度の精密測定、リバースモンテカルロ法を利用した構造モデル構築までの一貫解析プロセスを確立し、急冷状態で“ナノスケール相分離構造”が形成されアニールにより発達し、ナノ組織形成に大きく関与することが明らかにされた（阪大）。またアモルファス構造をさらに詳細に解析するために、Fe 基、Zr 基アモルファス合金の局所構造を X 線異常散乱および XAFS 法により調べ、FeMB 系合金では M 元素の違いによる局所構造の差異が原子拡散に関与し、ナノ結晶組織形成に影響することを見出し、Zr 基合金では貴金属添加が 20 面体クラスター構造を安定化させ、それがナノ準結晶形成の要因であることを明らかにした（東北大金研）。一方で、金属ガラスのナノ結晶化その場観察に必要となる迅速 X 線回折装置、3 次元局所原子相関を可視化する蛍光 X 線ホログラフィー装置の開発なども行った（東北大金研）。また斜入射を利用する表面 X 線回折、表面 X 線散乱、X 線定在波法などによる人工格子・金属薄膜の表面・界面構造の解析を高輝度放射光により行い、Co/Ru 人工格子、W/B4C、Ni/C 多層膜などでの構造周期性、界面平坦性の解析を行い、ラフネス界面間相関なども考察した（物材機構）。新しく開発された高 S/N 比 2 次元検出器を装備した小角散乱装置によりナノヘテロ磁性材料の平均的な構造パラメータを求めた（物材機構）。またナノヘテロ組織の局所組成については既存の 3 次元アトムプローブを用いてアモルファス合金のナノヘテロ組織形成過程での元素分布状態変化の追跡、ナノ析出物・クラスター分散高強度金属材料のナノヘテロ組織解析などを行い、ナノヘテロ組織形成と機能発現との因果関係について調べた（物材機構）。現在マシンタイムの制約を解くために、本プロジェクトで占有できる最先端のエネルギー補償型 3 次元アトムプローブを製作中であり、本プロジェクト後期でその装置が活用される見込みである。

研究成果公表等の状況

課題名（研究代表者）：ナノヘテロ金属材料の機能発現メカニズムの解明に基づく新金属材料創製に関する研究（宝野 和博）

【研究成果発表等】

	原著論文による発表	左記以外の誌上発表	口頭発表	合 計
国内	13 件	50 件	210(2) 件	273(2) 件
国外	145(12) 件	57(4) 件	88(1) 件	290(17) 件
合計	158(12) 件	107(4) 件	298(3) 件	563(19) 件

（注：既発表論文について記載し、投稿中の論文については括弧書きで記載のこと）

【特許出願等】 23件 （国内23件、国外 0件） 国外2件検討中

【受賞等】 10件 （国内10件、国外 件）

- ・ 日本金属学会増本量賞 （平成13年3月） 東北大金研 井上
- ・ The CONA Award (Hosokawa Powder Technology Foundation) (平成13年1月) 東北大金研 井上
- ・ 粉体粉末冶金協会 研究進歩賞 （平成13年5月） 東北金研 井上
- ・ 日本金属学会論文賞（材料物性部門）（平成13年9月） 東北金研 井上
- ・ 日本金属学会技術開発賞（平成13年9月） 東北金研 井上
- ・ 日本金属学会機械材料・材料加工部門一般表彰（優秀講演論文部門）（平成13年11月） 東北金研 井上
- ・ 日本金属学会組織写真賞（平成14年3月） 東北金研 井上
- ・ 第92回日本学士院賞 （平成14年6月） 東北金研 井上
- ・ 第52回日本金属学会金属組織写真賞A部門入賞（平成14年3月） 東北大多元研 朴、進藤、日立金属 吉沢
- ・ インテリジェントコスモス奨励賞（平成14年5月） 東北大金研 高梨

【主要雑誌への研究成果発表】

Journal	Impact Factor	サブテーマ 1	サブテーマ 2	合計
PROG. MATER. SCI.	14.000	1		1
PHYS. REV. LETT.	6.668	1		1
APPL. PHYS. LETT.	3.849	7	4	11
ACTA. MATER.	2.658	10	1	11
J. APPL. PHYS.	2.128	9	3	12
J. MATER. RES	1.539		3	3
PHILOS. MAGA.	1.532	1		1
J. NON-CRYST. SOLIDS.	1.363	1		1
REV. SCI. INSTRUM.	1.352	1		1
PHIL. MAG. LETT.	1.346	1		1
J. MAGN. MAGN. MATER	1.329	3	6	9
METALL. MATER. TRANS. A.	1.273	2		2
JPN. J. APPL. PHYS.	1.249	6		6
INTERMETALLICS	1.239	1		1
SCRIPTA MATER.	1.130	15	9	24
MATER. T. JIM.	1.056	14	2	16
MAT. SCI. ENG. A-STRUCT.	0.978	9	4	13
J. ALLOY COMPD	0.953		1	1
主要雑誌小計		82	33	115
発表論文合計		183	82	265