最近の研究

超低磁心損失・高鉄濃度軟磁性合金 「NANOMET[®]」の最新研究開発動向

牧野彰宏*

1. はじめに

本稿では,著者が研究代表者を務める東北発素材技術先 導プロジェクト超低損失磁心材料技術領域(2012年6月~ 2017年3月)で進められている超低磁心損失・高鉄濃度軟磁 性合金「NANOMET®(ナノメット)」の最新研究開発動向 を紹介する.本技術領域では,東北大学で生み出されたFe と半金属元素からなる新しいナノ結晶軟磁性材料ナノメット をベースに,東北を中心とする関連企業と一体となった取り 組みにより東北での産業化を目指している.この目標達成の ため,拠点形成から最終目標の東北での産業集積・新産業の 創出に至るロードマップ(図1)を設定し,(I)拠点形成, (II)基礎研究,(II)実証研究および(N)最終目標の達成に向



図1 東北発 素材技術先導プロジェクト超低損失磁 心材料技術領域のロードマップ. けて,研究を推進中である.

以下では,著者らがナノ結晶軟磁性合金ナノメット⁽¹⁾の開 発に至った経緯を研究開発の時代背景とともに解説する.ナ ノメットは,1970年以降,東北大学を中心とする我が国が 研究を牽引してきたアモルファス合金(金属ガラス)の研究分 野の流れを汲んでいる.Fe基アモルファス合金は,アモル ファス合金の三大特性として広く知られている強靭性,超耐 食性,および軟磁性の全てに関与する重要な合金系であり, 特に,軟磁性は実用化に最も近い特性として着目され,古く から研究開発が進められてきた.

Fe 基アモルファス合金は、歴史的に、アモルファス合 金,ナノ結晶合金,バルクアモルファス合金(バルク金属ガ ラス)の順で研究が進展した.まず, B, C, Si, P などの半金 属を含む Fe-半金属アモルファス合金⁽²⁾の研究が1970年代 に進展したことに端を発し、その後、Fe-Si-B系アモルフ ァス合金として知られる Metglass®に継承されて商用ベース で現在に至っている.続いて,1980年代後半にFe-半金属 系のFe基ナノ結晶軟磁性合金が開発された.例えば, FINEMET[®](ファインメット: Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ at%) 合 金⁽³⁾は,前期遷移金属のNbの添加によるナノ結晶化と極微 少量の Cu 添加によるナノ結晶組織制御により優れた軟磁気 特性が得られる.ほぼ同時期に,著者らはZr,Hf,Nb等の 前期遷移元素(M元素)と半金属のBを含有する、いわゆる、 Fe-M-B系ナノ結晶軟磁性合金(NANOPERM®)⁽⁴⁾の開発に 成功している. これらのナノ結晶軟磁性合金も商用ベース研 究開発がなされている.なお,NANOPERMの高温特性改 善のために、Coを添加した HITPERM⁽⁵⁾も海外の研究グル ープにより開発されている.

その後、1995年に臨界直径 1 mm の Fe 基バルク金属ガラス(Fe₇₃Al₅Ga₂P₁₁C₅B₄ at%)⁽⁶⁾が報告されて以来、Fe 基アモ

* 東北大学; リサーチプロフェッサー,東北大学金属材料研究所; 教授(〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1) The Latest Research and Development Trends of Super-Low Core-Loss and High Fe-Content Nanocrystalline Soft Magnetic Alloy "NANOMET®"; Akihiro Makino (Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai) Keywords: *core-loss, soft magnetic alloy, nanocrystalline alloy, amorphous alloy, energy-saving* 2015年11月27日受理[doi:10.2320/materia.55.89] ルファス合金の研究は、一時、バルクアモルファス合金(バ ルク金属ガラス)の研究に派生することとなる.Fe 基合金 は、他のZr や Mg 合金と比較して融点が高いためガラス形 成能が低く⁽⁷⁾、ガラス形成能の向上を目的として多量の溶質 元素を添加する方策が講じられ、Fe 族元素濃度は概ね73原 子%程度以下に低減することとなった.このため、主成分は かろうじて Fe であるものの Fe 濃度が40 at%台の Fe₄₈Cr₁₅ Mo₁₄Er₂C₁₅B₆ (at%)バルク金属ガラスがセンチメートル級 の臨界直径をもつ Fe 基バルク金属ガラス⁽⁸⁾として開発され たが、当然、得られたバルク金属ガラスは常磁性であった.

その他の強磁性 Fe 基バルク金属ガラスも飽和磁化が1T未 満であり、Fe アモルファス合金の軟磁性が軽視される研究 風潮が2000年代前半まで続いた.この間,著者らは時代の 潮流に流されることなく, 高鉄濃度強磁性アモルファス合金 の研究を地道に継続し、その結果、2008年にナノメットの プロトタイプと位置づけられる $Fe_{76}Si_{9}B_{10}P_{5}(at\%)$ バルク金 属ガラス⁽⁹⁾の開発に成功するに至った.このFe₇₆Si₉B₁₀P₅ 合金のバルク金属ガラス生成の臨界直径は2.5 mm である が, 飽和磁化(J_s)および保磁力(H_c)は, それぞれ, 1.5-1.6 T および 0.8 A/m の優れた軟磁性を示す. これら一連の Fe 基アモルファス系合金の歴史的背景を踏まえ,著者らは, 2009年に FeSiBPCu から成るナノ結晶軟磁性合金ナノメッ ト⁽¹⁾の開発に成功した.ナノメットの特徴は,珪素鋼板に匹 敵する 1.8-1.9 T の高い飽和磁束密度 (B_s) ときわめて低い磁 心損失(*W*<1*W*/kg)であるが、この優れた軟磁気特性は、 85 at%台の高 Fe 濃度が大きく寄与している. このように, ナノメットは1970年代以降に開発が始まった Fe 基アモルフ



図2 東北発 素材技術先導プロジェクト超低損失磁 心材料技術領域の概要.

ァス合金の原点回帰を果たすとともに、その集大成に位置づけられる21世紀型の革新的軟磁性材料として開花するに至っている.

ナノメットは、現在、図2に示す本領域の概要に則って研 究開発がすすめられている。研究機関としての大学を中心と して、液体急冷による薄帯サンプルおよびアトマイズによる 粉体サンプルの作製を行い、ヘテロアモルファス合金および ナノ結晶化の基礎研究を行っている。応用実証化に向かうた めには、次のステップとして加工などの工程が必要となる が、この段階からは産学連携を展開している。実証として は、モータ、トランス、磁性部品などを想定している。最後 の項目である貢献については、火力発電所7基分に相当す るナノメットを利用した省電力とベンチャー設立による復 興・雇用創出をねらっている。

省電力については、図3に示すように、現行の珪素鋼を比 較材とした場合、現段階の72%の電力損失改善が可能であ り、将来的にはナノメットの改良型により、さらなる電力損 失量の低減がシミュレーション結果から予測されている.ナ ノメットが軟磁性材料として優れている点は、図4に示すよ うに、既存材料との比較において、省エネ化および小型化に 寄与する透磁率および飽和磁束密度の特性の二律背反(トレ ードオフ)の限界線を越えて位置する点を挙げることができ る.ここで、既存材料とはフェライト、Co基アモルファス 合金、センダスト、パーマロイ、Fe 基アモルファス合金、 電磁鋼板、純鉄などの代表的軟磁性材料である.特に、ナノ



図3 ナノメットによる電力削減の効果.



図4 ナノメットおよび比較材の軟磁気特性の比較.



図5 ナノメットおよび比較材の鉄損特性.



次章では、上述の背景をもつナノメットの最近の研究動向 を本技術領域のロードマップに沿って概説することとする.

2. 研究開発成果

(1) 拠点形成

2012年6月に本技術領域が始動したことに伴い,東北大 学金属材料研究所に超低損失軟磁性ナノ結晶材料研究開発セ ンター(ナノ結晶センター)を設立し,金研敷地内で基礎研究 を開始した.続いて,同11月に応用実証を目的とする大型 設備の設置を目的として,仙台郊外の宮城県黒川郡富谷町に あるYKK㈱金属材料研究所を借り受けて富谷サテライトを 設置した.その後,2014年9月に開所した東北大学 産学連 携先端材料研究開発センター(MaSC: Materials Solution Center)に基礎研究メンバーが移り,拠点の集積化が完了し た.拠点形成については,この間,東北大学 BIP(ビジネ ス・インキュベーション・プログラム)の採択および実施を 通じて,大学および大手企業5社出資による大学発ベンチ ャー(2015年11月設立,東北大としては第一号)¹⁰⁾に発展し ている.これらにより,本技術領域の拠点形成が完成し,現 在に至っている.

(2) 基礎研究成果

本技術領域は、文部科学省プロジェクトであり、基礎研究 にも十分重点を置いた研究を行っている.以下では、本研究 領域で得られた主な基礎研究成果として、以下の5つの研 究成果を紹介する.(1)薄帯試料の幅広化の取り組み、(2)透過 電子顕微鏡観察結果およびナノメットにおけるCuの役割の 解明、(3)合金組織形成機構の解明と急速加熱が合金組織に与 える影響の解析、および(4)熱力学計算、第一原理シミュレー ション、(5)ナノメットの基本磁気特性である.



薄帯試料の幅広化は、基礎研究から応用実証研究に展開す る際に取り組むべき重要事項のひとつである。通常、研究室 レベルで作製される液体急冷薄帯試料の幅は、およそ1~2 mm であり、この幅の試料があれば基礎研究を展開するのに 量的に十分である.しかしながら,本技術領域では応用実証 への展開を図るために、薄帯試料の幅広化に取り組んだ. そ の結果,2012年6月時点で5mm幅,2013年時点では80 mm 幅薄帯試料を安定的に作製する技術を確立した.次いで, 2014年6月時点で120mm幅に到達して、プレスリリース を行った⁽¹¹⁾. さらに, 2014年12月には, JIS 規格で定めら れている 170.2 mm 幅に対応するために, 富谷サテライトに 超幅広液体急冷装置を導入して、薄帯試料のさらなる幅広化 と安定的な製造技術の確立に向けた研究を行っている.とこ ろで、応用実証に向けた薄帯試料の幅広化に伴い、幅広薄帯 試料の軟磁気特性の劣化が危惧される.しかしながら,図6 に示されるように、ナノメットの基本磁気特性は薄帯試料幅 に依存しないことが検証されている.これにより,一気に応 用実証化が促進されることになった.

第二に、ナノメットの急冷材および熱処理材の合金組織お よび微細構造を精緻に観察、分析するために、2013年3月 に透過電子顕微鏡(日本電子製、JEM-ARM200F Beluga)を 導入して、ナノメットのヘテロアモルファス構造の本質を究 明した(図7)⁽¹²⁾. さらに、SPring 8 施設を利用した XAFS 解析を行い、ナノメットの合金組織および構造の特徴を明ら かにした⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾. この構造・組織観察の結果、ナノメットの ナノ結晶組織を特徴づけるのは微少添加された Cu であり、 通常、fcc 構造をとる Cu が温度変化に伴って、アモルファ ス→fcc($\sim T_{x1}$ -50 K)→bcc($\sim T_{x1}$)→fcc($\sim T_{x2}$)(T_{x1} , T_{x2} : 第一、第二結晶化温度)のように同素変態することが明らか になった. このような Cu の同素変態は、FINEMET では認 められず、また、FINEMET における Cu の役割が Fe(Si) 結晶の核形成サイトであることとも異なっている.

第三の熱処理に関しては、ナノメットの特徴のひとつとして、ナノ結晶化の熱処理の際に急速加熱を要する点を挙げることができる.示差走査熱量計(DSC)測定を行った場合、ナノメットは、 $T_{x1} = 660 \text{ K}$ 付近で α -Feが析出し、 $T_{x2} =$

820 K 近傍の温度で化合物の析出が生じる.この際, T_{x1} に おける結晶化エンタルピー(ΔH_{x1})は5 kJ/mol 程度であり発 熱量としては他の Fe 基アモルファス合金の ΔH_{x1} と比較し てかなり大きく,かつ,DSCトレースの第一結晶化ピーク が急峻である特徴をもつ.換言すれば,ナノメットは T_{x1} で 一気に結晶化が生じる.この大きな ΔH_{x1} は、実証を指向し て作製した大形状サンプルを熱処理した場合,結晶化の自己 発熱(熱暴走)によるサンプルの炎上を起こす場合がある程の 熱量であり,開発おいては熱処理条件の制御に留意を要し た.その他,ナノメットで得られる合金組織は,昇温速度依



図7 Fe_{85.2}Si₂B₈P₄Cu_{0.8} ヘテロアモルファス合金急冷 材の球面収差補正高分解能電顕像および制限視 野電子回折パターン.原子クラスターが○印の 領域で観察される¹²⁾.



図8 ナノメット組織の熱処理条件依存性⁽¹⁵⁾. 文献15) から許可を得て転載. 存性が高い点も特徴のひとつである.図8は、熱処理条件に よるナノメットの組織の違いを模式的に示している.最適組 織である10ナノメートル程度の結晶粒から成る均一組織を 得るためには、毎分数百Kの急速加熱が必要であることが 明らかになっている⁽¹⁵⁾.

第四として,計算機科学のアプローチによるナノメットの 基礎研究成果を紹介する.手法としては,熱力学に立脚する 状態図および Gibbs 自由エネルギー解析と第一原理シミュ レーションなどを行っている⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾.例えば,熱力学計算で は,Fe₈₅B₁₅二元系アモルファス合金からナノメットの5元 系合金を系統的に比較することにより,ナノメットの結晶化 の特徴を Gibbs の自由エネルギー解析により解明し,前述 したナノメットの特異な結晶化機構の自由エネルギー的解析 に成功した⁽¹⁶⁾.一方,第一原理シミュレーションでは,Fe と半金属の間の電荷移動を精緻に解析して,今後,ガラス形 成能および軟磁性の改善の指針を提示している⁽¹⁷⁾.

最後に、これらの基礎研究のまとめとして、ナノメットの 基本磁気特性を表1¹⁸⁾に示す.ナノメットの特長は、高い 飽和磁束密度($B_s = 1.85$ T)と低い磁心損失($W \sim 0.3 W$ · kg⁻¹)を併せもつ点にあり、飽和磁束密度については Fe₇₈Si₉B₁₃ (2605)アモルファス合金やナノ結晶ファインメッ トをはるかに凌ぎ珪素鋼板に迫る高い値を示す.さらに、磁 心損失については珪素鋼板をよりも1オーダー、アモルフ ァス合金の1/3程度の優れた軟磁気特性を示す.総じて言 えば、ナノメットは、既存の軟磁性材料の様々な特性の特長 を併せ持つ画期的な軟磁性材料であるといえる.ナノメット の実証研究を指向した具体的な基礎研究の取り組みとして、 図9に示すようにC元素添加による軟磁気特性のリボン厚 さ依存性を測定した.その結果、C添加により40 µm 超厚 さのサンプルにおいても、 $H_c \leq 10$ A/m の軟磁気特性を保持 しており、厚肉化が可能であることが明らかになった⁽¹⁹⁾.

(3) 応用実証および協業

本技術領域では工業化を指向した応用実証を研究項目に掲 げている.研究開発を開始した2012年6月以降,約3年数 カ月の間に,前述した幅広リボン(120mm幅)の作製成功の 他に,パナソニック㈱との共同研究による超低損失モータ試 作(図10,表2)⁽²⁰⁾および高性能な軟磁性粉の開発と圧粉コ

表1 ナノメットと他の軟磁性材料との特性比較(18).

名称	合金組成	板厚 t/µm	磁束 密度 <i>B</i> _m /T	飽和磁 束密度 <i>B</i> _s /T	保磁力 <i>H</i> _c /A·m ⁻¹	実効透磁率	磁心損失 $W_{15/50}/W\cdot kg^{-1}$	磁心損失 $W_{17/50}/W\cdot kg^{-1}$	比抵抗 ρ/μΩ·m	磁歪 $\lambda_{\rm s}/10^{-6}$	キュリー 温度 <i>T</i> _c /℃
ナノメット	Fe-Si-B-P-Cu	17-23*	1.82	1.85	5.8	27000	0.25	0.38	0.736	2.3	728
方向性珪素鋼板	Fe–3 mass%Si	270	1.92	2.03	7.8	6100	0.61	0.84	0.478	1.2	740
無方向性珪素鋼板	Fe-3 mass%Si	350	1.51	2.03	26	720	2.03	3.48	0.572	6.8	740
無方向性珪素鋼板	Fe–6.5 mass%Si	100	1.29		22	2100	2.7	_	0.817	-0.1	690
アモルファス合金	$Fe_{78}Si_9B_{13}(2605)$	20	1.49	1.54	2.6	10600	0.68	_	1.35	27	395
ナノ結晶 ファインメット	$Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1\\$	18	1.23	1.24	0.5	150000	—	—	1.15	2.1	571

* 可変



図9 Fe_{85.2}Si_{0.5}B_{9.5}P₄Cu_{0.8}, (Fe_{85.2}Si_{0.5}B_{9.5}P₄Cu_{0.8})₉₉C₁ および Fe_{81.2}Co₄Si_{0.5}B_{9.5}P₄Cu_{0.8}ナノ結晶合金の H_cおよび B_sのリボン厚さ依存性⁽¹⁹⁾. 文献(19) から許可を得て転載.

アの試作に成功(図11)⁽²¹⁾し,それぞれプレスリリースを行っている.

これらのプレスリリースを起点として、企業との協業を展 開しており、2015年11月現在、外資系一社を含む26社との 共同研究を展開するに至っている.実証研究に関しては,液 体急冷薄帯とアトマイズ粉体のうち、前者がリアクトル、ト ランス,モータの実証研究を通じて,ロードマップの前倒し で先行している.一方,粉末については,2014年に東北大 学のBIP(ビジネス・インキュベーション・プログラム)で 端緒を付け、2015年3月のプレスリリース⁽²¹⁾を経て、11月 の大学発ベンチャー設立へと発展している.なお、大学発ベ ンチャーの設立は、別途、プレスリリースを行ってい る⁽¹⁰⁾.粉末材については、ヘテロアモルファス状態および ナノ結晶状態での使用の双方が目的に応じて可能である.例 えば,前者では電子部品などへの展開が可能であり,一方, 高*B*。を要する用途ではナノ結晶状態粉末で対応できる.中 型・小型モータに関しては、急冷薄帯を積層させる2次元 設計よりも,粉末の固化成形による3次元設計モータが求 められており,ナノメット粉末はその期待に十分応えられる ポテンシャルを有している.

(4) 貢献

本技術領域では、東北地域を中心とした東日本大震災から の復興を目指して、地域活動、ネットワーク形成、最先端機 器共用、ベンチャー設立などの活動を展開している.地域と のネットワーク形成では、2012年以来、毎年仙台で地域連 携研究フォーラムを開催してきたが、2015年10月には、第 4回地域連携研究フォーラムをいわき産業創造館(福島県い わき市)で開催し、いわき市長およびいわき商工会議所会頭 のご臨席いただくとともに、140余名の参加者と東北地域の 復興について貴重な意見交換を行った.復興貢献とともに、 東北地方を中心として雇用創出が目標のひとつとして重要で あり、2015年11月に設立された東北大学と大手5社による



- 図10 試作したモータ(左)新ナノ結晶合金ナノメットを 積層したステータコア.(右)特性評価用モータ⁽²⁰⁾.
 - 表2 電磁鋼板とナノメットのモータ特性比較⁽²⁰⁾.

	今回の試作 モータでの実績		家電用モータへ 適用した場合の試算				
	電磁鋼板	ナノメット	電磁鋼板	ナノメット			
鉄損	1.4 W (基準)	$\underset{(\vartriangle70\%)}{0.4}\text{W}$	2.2 W (基準)	$\underset{(\vartriangle70\%)}{0.7W}$			
モータ効率	85% (基準)	91% + 6%	93% (基準)	96% + 3%			



図11 コアの外観写真⁽²¹⁾.(左)成形体,(右)製品体. 鉄粉なみの高飽和磁束密度≒1.6 T と,金属ガラ スなみの低コアロス < 500 (kW / 100 kHz, 100 mT)を兼備する高い性能が実現.

大学発ベンチャー「東北マグネット インスティテュート (TMI)⁽²²⁾」がその中心的役割を担う予定である.

(5) スピンオフ(L1₀-FeNi 規則相, 隕石磁石)

軟磁性合金であるナノメットの性能改善の研究の一環とし て、Feの一部をNiに置換した合金を研究した結果、スピン オフとして硬質磁性合金(隕石磁石)の開発に成功し⁽²³⁾、プ レスリリースを行った⁽²⁴⁾. この開発の経緯と現在得られて いる成果を以下に概説する.言うまでもなく、永久磁石技術 開発は日本の代表的得意分野であり、KS 鋼から近年のNd-Fe-B系磁石まで世界をリードし、さらに、新規材料出現を 基に非連続的な広範な技術発展、新産業形成を成し遂げてき た.とくに、1980年代に開発された高性能永久磁石である ネオジム磁石は、ハイブリッド車(HEV)や電気自動車(EV) のエネ自動車用駆動モータをはじめ、電動パワーステアリン グの駆動モータ、省エネルギー型のエアコン用圧縮機のモー

タ、傾斜ドラム式洗濯機のドラム駆動用モータ、産業用モー タやハードディスクドライブ駆動モータなどの幅広い用途で 使われ,産業や社会基盤を支えてきた.かつてネオジム磁石 は日本企業のみが生産し、世界を牽引してきたが、基本特許 等排他的独占権が切れつつある中、中国の生産額は我が国を 上回ってきており, また, 希土類の輸出規制とあいまって, わが国の産業基盤上の大きなリスクとなっている.次世代自 動車や家電,産業機械の心臓部であるモータの省エネ化・競 争力を確保し、我が国産業全体を活性化のためにレア・アー スに依存しない革新的な新規高性能磁石の開発が最重要課題 となっている.現状,多くの研究は、ネオジム磁石の高温に おける特性劣化を防止するために必須とされる Dy の添加量 の減少を試みている.しかしながら、これらは、既存のネオ ジム磁石を前提とする研究、換言すれば、ネオジムに依存す る研究であり、高機能磁石を製造する際に希土類元素を全く 使用しないわけではなく、将来的なリスクの根本的解決には ならない. 完全レア・アースフリー磁石としては, Fe と Ni を主成分とする天然隕石中に,ごく極微量含まれるL10-FeNi 規則相が硬質磁性を発現することから1990年以降,学 術的に注目を集めている.人工的に L1₀-FeNi 規則相を作製 する試みは、L1₀-FeNi相が発見された1960年台以来、粒子 線の照射⁽²⁵⁾,微粒子法⁽²⁶⁾,メカニカルアロイング⁽²⁷⁾,単 原子積層(28),高圧ひずみ加工(29)や化学合成等(30)の方法で 試行されてきたが、残念ながら、極めて高い化学的規則度を もつL1₀-FeNi相の硬質磁石の製造方法は未だに確立してい なかった.今回の完全レア・アースフリー磁石は、ナノメッ ト中の Fe を Ni で一部置換した Fe-Ni-半金属合金を用い, ナノメットと同じ製法で作製した. その結果, このL10 Fe-Ni 相を含む合金の XRD パターン(図12)では明瞭な(001)規 則回折が認められるとともに図13の TEM 観察ではシミュレ ーション結果と比較して規則度(S) ≥0.8のきわめて高い規則 度をもつ L1₀ Fe-Ni 粒を含有していることが分った.

一方,磁気測定結果の図14の赤色曲線が示すように,印加磁場(H)~3.5 kOe(キロエルステッド)で横軸を切っており,このことは本合金中に存在するL1₀-FeNi結晶粒の磁化



を反転させるためには少なくとも~3.5 kOeの印加磁場が必要であることを示している.この値は等方性ネオジムボンド磁石(~4.4 kOe)に匹敵する優れた硬磁性であり、本研究で得られたL1₀-FeNi規則相の優れた硬磁性を示唆している.この研究成果は、従来必須とされていた Sm, Nd や Dy などのレア・アース元素(希土類)を全く含まない完全レア・アースフリー磁石の創製に世界で初めて成功した事例であり、学術的にも産業的にもきわめて意義深い成果である.

本合金における L1₀-FeNi 規則相の形成メカニズムは,以下のように理解されている(図15).宇宙空間で数十億年かけた超徐冷(新規学術概念・用語として「超平衡状態」と命名)



図13 電子顕微鏡による組織観察および電子回折像の観察ならびに計算結果.a:走査透過型電子顕微鏡-明視野像,b:走査透過型電子顕微鏡-エネルギー分散型X線分光法による元素マッピング,c:およびd:図5aおよびbの○印は位置から得たナノビーム電子回折(NBD)像,e:規則度(S)=0.8をもつL1₀-FeNi構造の計算NBDパターン⁽²³⁾.



図14 本合金の磁気ヒステリシス曲線(黒色)および dc 減磁曲線(赤色:第2,3象限)および磁気力顕微 鏡像⁽²³⁾.

で形成された天然隕石中に極微量含まれる Fe-Ni 磁石は 1960年代の発見により知られているが、これを人工的に短 時間で作製することは不可能と考えられていた. 我々はアモ ルファス金属が熱処理によりナノ結晶化する時に生じる通常 の粒界拡散・体拡散よりも数オーダー高い拡散(新規学術用 語として、「超高速原子移動」と命名)を利用し、タイムトン



図15 (a) L1₀-FeNi 相の生成の模式図.(b)一般的に知られている Fe-Ni 二元系状態図(背景図)と隕石関係の論文でみられる状態図.後者では赤色太線で描かれている超平衡 L1₀-FeNi 規則相が含まれている⁽²⁴⁾.

ネルのように数十億年かかるものを300時間に短縮し、より 高品質に作製することに成功した.本研究成果で得られた $L1_0$ -FeNi規則相と他の研究成果との特性比較を表3にまと める.

今回の研究成果は世界で初めて完全レアースフリー磁石開 発のドアを開いたといえる⁽²⁴⁾.今後,本材料は人類が始め て手にした材料として,物質としての基礎的物性,磁気特性 の把握を優先する.並行して,材料としての研究・開発を着 実に進める予定である.具体的には,(1)L1₀-FeNi相の体積 分率を増加,(2)人工的規則相の磁気物性の把握,磁石材料と してのポテンシャルの明確化および(3)工業化への課題の抽 出,その解決法の構築を進める計画である.さらに,この結 果を踏まえて,近い将来の量産化を見越した開発を進め,モ ータ等への実装を指向した応用研究も推進する計画である.

3. ま と め

東北発 素材技術先導プロジェクト超低損失磁心材料技術 領域で研究開発が行われているナノメットの基礎研究および 応用実証の現状を中心に最新研究動向を紹介した.基礎研究 では,高*B*sと超低磁心損失を両立するナノメットの原子構 造,合金組織を理解するとともに,ナノ結晶化機構について 理解を深めることに成功した.一方,応用実証研究では,省 エネモータの試作,電子部品用の粉末材等について,企業と の協業により目に見える出口戦略を展開した.拠点形成につ

X = DI = DI = C = U = U = U = U = U = U = U = U = U	表 3	L1 ₀ -FeNi 相の従来研究との比較(X 印は,	XRD 観察で明瞭な結果が認められない結果
---	-----	--	-----------------------

サンプル作製方法	規則度, S	規則/不規則 変態温度 (℃)	磁気異方性 エネルギー Ku/erg・cm ⁻³	XRD 規則 回折	TEM 規則 斑点	格子定数 (Å)	体積 分率	磁気特性 M(emu/g) Hc(Oe)	参考 文献
化学合成(塩化物還元法)				(001)				54 kA/m(678 Oe)	(30)
薄 膜	0.330(AuN)* 0.379(Cu)* 0.395(CuNi)*		$5.8 imes 10^{6}$	Х				1200 emu/cm^3	(31)
薄 膜	0.66		$6.1 imes10^6$	(001)					(32)
隕石	0.608 ± 0.04			(001)		a = 3.582 c = 3.607 c/a = 1.007		1100 emu/cm ³ 900 Oe(面直方向) 500 Oe(面内方向) (500 Oe~3 kOe)	(33)
本研究	≧0.8	550		(001)	(011)	a = 3.560 c = 3.615 c/a = 1.015	$\sim 10\%$	~100 emu/g 700 Oe	(23)
実験状態図		320							(26)
ディスク状 FeNi 単結晶 への粒子線照射	$\begin{array}{c} Sp{=}0.41\\ Sq{=}0.45 \end{array}$	320	$\begin{array}{c} K_1\!=\!3.2\!\times\!10^6 \\ K_2\!=\!2.3\!\times\!10^6 \end{array}$						(25)
メカニカルアロイング				Х				\sim 145 eum/g	(27)
単原子積層	0.6 ± 0.2		$6.3 imes10^6$	(001)					(28)
高圧ひずみ加工				Х	(001)**				(29)

* バッファー, ** (001)デバイリング.

いては、最先端の分析機器を配備するとともに、研究環境を 整備して、ヒトと知識の集積を行った。今後、プロジェクト 研究の残り一年数カ月の間に、本技術領域の目標を確実に達 成するため、東北地域への貢献と雇用創出に務めてゆく所存 である。前者については、地域連携研究フォーラムを通じて ネットワーク作りをした成果を生かしてゆく。後者について は、直近に設立された東北大学と大手5社とのベンチャー 「東北マグネット インスティテュート(TMI)⁽²²⁾」がその鍵 を握っている。さらに、軟磁性ナノ結晶合金であるナノメッ トのスピンオフとして、Feの一部をNiに置換した合金を研 究した結果、L1₀-FeNi相を含む硬質磁性合金(隕石磁石)の 開発に成功した。ナノメットおよびナノメットを源流とする 完全レア・アースフリー磁石の開発は、日本の強みである磁 性材料分野において産業界を巻き込んで21世紀の骨格を担 う重要な役割を果たすであろう。

本研究は,文部科学省・復興庁「東北発 素材技術先導プ ロジェクト」において実施されたものであり,ここに謝意を 表する.

文 献

- (1) A. Makino, H. Men, T. Kubota, K. Yubuta and A. Inoue: IEEE Trans. Magn., 45 (2009), 4302–4305.
- (2) T. Masumoto: The 4th Int'l Conf. on Rapidly Quenched Metals, eds. by T. Masumoto and K. Suzuki, The Japan Institute of Metals, Sendai, (1982), 1–5.
- (3) Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi: J. Appl. Phys., 64 (1988), 6044–6046.
- (4) A. Makino, A. Inoue and T. Masumoto: Mater. Trans., JIM, **36** (1995), 924–938.
- (5) M. A. Willard, D. E. Laughlin, M. E. Mchenry, D. Thoma, K. Sickafus, J. O. Cross and V. G. Harris: J. Appl. Phys., 84 (1998), 6773–6777.
- (6) A. Inoue, Y. Shinohara and J. S. Gook: Mater. Trans., JIM, 36 (1995), 1427–1433.
- (7) H. A. Davies: The Third Rapidly Quenched Metals, ed. by B. Cantor, The Metal Society, London, (1973), 1–10.
- (8) V. Ponnambalam, S. J. Poon and G. J. Shiflet: J. Mater. Res., 19(2004), 1320–1323.
- (9) A. Makino, T. Kubota, C. Chang, M. Makabe and A. Inoue: J. Magn. Magn. Mater., **320**(2008), 2499–2503.
- (10) 東北大学発ベンチャー「東北マグネット インスティテュート (TMI)」設立 ~革新的ナノ結晶合金ナノメット®の成果を活 用した事業化展開~, http://www.tohoku.ac.jp/japanese/ 2015/11/press20151116-01.html, (accessed November 25, 2015).
- (11) 電力損失の大幅削減可能なナノ結晶軟磁性材料の開発に成功, http://www.tohoku.ac.jp/japanese/newimg/pressing/tohokuuniv-press_20140624_01web.pdf, (accessed November 25, 2015).
- (12) K. Sato, K. Takenaka, A. Makino and Y. Hirotsu: Aip. Adv., 5 (2015), 067166.
- (13) M. Nishijima, M. Matsuura, Y. Zhang and A. Makino: Philos. Mag. Lett., 95(2015) 277–284.
- (14) M. Matsuura, M. Nishijima, K. Takenaka, A. Takeuchi, H. Ofuchi and A. Makino: J. Appl. Phys., **117**(2015), 17A324.

- (15) P. Sharma, X. Zhang, Y. Zhang and A. Makino: Scr. Mater., 95 (2015), 3–6.
- (16) A. Takeuchi, Y. Zhang, K. Takenaka and A. Makino: J. Appl. Phys., **117** (2015), 17B737.
- (17) Y. Wang, A. Takeuchi, A. Makino, Y. Liang and Y. Kawazoe: J. Appl. Phys., **115** (2014), 173910.
- (18) A. Makino: IEEE Trans. Magn., 48(2012) 1331-1335.
- (19) K. Takenaka, A. D. Setyawan, P. Sharma, N. Nishiyama and A. Makino: J. Magn. Magn. Mater., 401 (2016), 479–483.
- (20) 高効率モータの世界最高水準の省エネ性を実証,http:// www.tohoku.ac.jp/japanese/newimg/pressimg/tohokuunivpress20141217_01.pdf, (accessed November 25, 2015).
- (21) 東北大学・アルプス電気は、東北から、小型・省エネ社会への貢献を目指します、http://www.tohoku.ac.jp/japanese/newimg/pressimg/tohokuuniv-press_20150324_01web.pdf, (accessed November 25, 2015).
- (22) 株式会社東北マグネットインスティテュート, http://tohokumagnet-inst.com/, (accessed November 25, 2015).
- (23) A. Makino, P. Sharma, K. Sato, A. Takeuchi, Y. Zhang and K. Takenaka: Sci. Rep–Uk, (2015), 16627.
- (24) 完全レア・アースフリー FeNi 磁石の作製に成功—天然隕石磁石を短時間で高品質に作製—,http://www.tohoku.ac.jp/japanese/newimg/pressing/tohokuuniv-press_20151117_01web.pdf, (accessed November 25, 2015).
- (25) L. Neel, D. Dautreppe, J. Laugier, J. Pauleve and R. Pauthenet: J. Appl. Phys., 35(1964), 873–876.
- (26) C. W. Yang, D. B. Williams and J. I. Goldstein: Geochim. Cosmochim. Acta, 61 (1997), 2943–2956.
- (27) Y. Geng, T. Ablekim, M. A. Koten, M. Weber, K. Lynn and J. E. Shield: J. Alloy. Compd., 633 (2015), 250–255.
- (28) T. Shima, M. Okamura, S. Mitani and K. Takanashi: J. Magn. Magn. Mater., **310**(2007), 2213–2214.
- (29) S. Lee, K. Edalati, H. Iwaoka, Z. Horita, T. Ohtsuki, T. Ohkochi, M. Kotsugi, T. Kojima, M. Mizuguchi and K. Takanashi: Philos. Mag. Lett., 94 (2014), 639–646.
- (30) Y. Hayashi, S. Gotou, M. Mizuguchi, M. Kotsugi, Y. Kitou, E. Okuno and K. Takanashi: J. Magn. Soc. Jpn., 37 (2013), 198– 201.
- (31) M. Mizuguchi, T. Kojima, M. Kotsugi, T. Koganezawa, K. Osaka and K. Takanashi: J. Magn. Soc. Jpn., 35(2011), 370– 373.
- (32) K. Takayuki, M. Masaki, K. Tomoyuki, O. Misako, K. Masato, O. Takumi, T. Taka-Yuki and T. Koki: J. Phys. D: Appl. Phys., 47 (2014), 425001.
- (33) M. Kotsugi, H. Maruyama, N. Ishimatsu, N. Kawamura, M. Suzuki, M. Mizumaki, K. Osaka, T. Matsumoto, T. Ohkochi, T. Ohtsuki, T. Kojima, M. Mizuguchi, K. Takanashi and Y. Watanabe: J. Phys. Condens. Matter, **26**(2014), 064206.



- ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 1980年3月 東北大学大学院工学研究科修士課程修了後,民間企業入社,同研究所副所長を経て
- 1991年2月 博士学位取得(東北大学)

1999年4月 秋田県立大学システム科学技術部教授

2005年4月 東北大学金属材料研究所附属金属ガラ ス総合研究センター(現 新素材共同研 究開発センター) 教授

牧野彰宏

2012年6月東北発素材技術先導ブロジェクト(文部 科学省,復興庁)に従事し,東北大学, 超低損失磁心材料技術領域,研究委代表 者,教授

2015年4月より現職

專門分野:非平衡磁性材料

◎Fe基アモルファス合金,ナノ結晶軟磁性合金,完全レア・アースフリー FeNi硬質磁性合金に関する研究に従事.
