

# 超低磁心損失・高鉄濃度軟磁性合金 「NANOMET<sup>®</sup>」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<sup>®</sup>(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、(III)実証研究および(IV)最終目標の達成に向

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<sup>(1)</sup>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靱性、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<sup>(2)</sup>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<sup>®</sup>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<sup>®</sup>(ファインメット: Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> at%)合金<sup>(3)</sup>は、前期遷移金属のNbの添加によるナノ結晶化と極微量の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<sup>®</sup>)<sup>(4)</sup>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<sup>(5)</sup>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1mmのFe基バルク金属ガラス(Fe<sub>73</sub>Al<sub>5</sub>Ga<sub>2</sub>P<sub>11</sub>C<sub>5</sub>B<sub>4</sub> at%)<sup>(6)</sup>が報告されて以来、Fe基アモ



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。

\* 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<sup>®</sup>”; 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<sup>(7)</sup>、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 $Fe_{48}Cr_{15}Mo_{14}Er_2C_{15}B_6$  (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<sup>(8)</sup>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1 T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 $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$ (at%)バルク金属ガラス<sup>(9)</sup>の開発に成功するに至った。この $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$ 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<sup>(1)</sup>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( $B_s$ )と合わせて低い磁心損失( $W < 1$  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

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末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

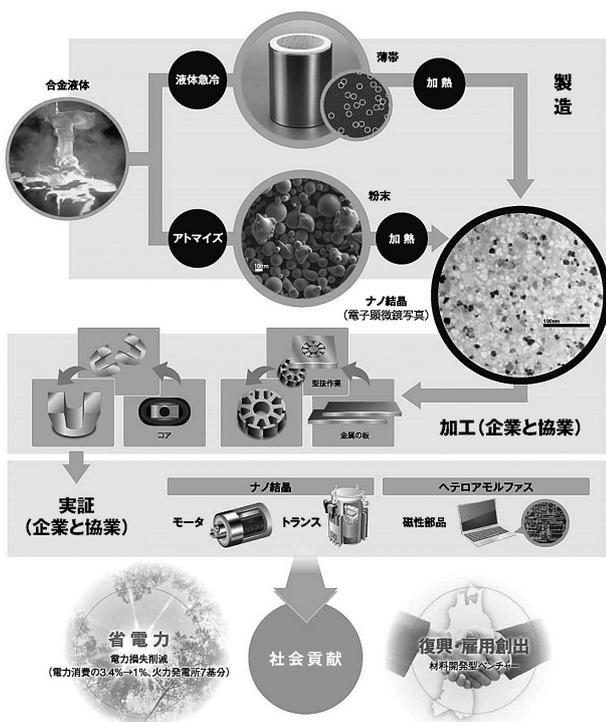


図2 東北発 素材技術先導プロジェクト超低損失磁心材料技術領域の概要。

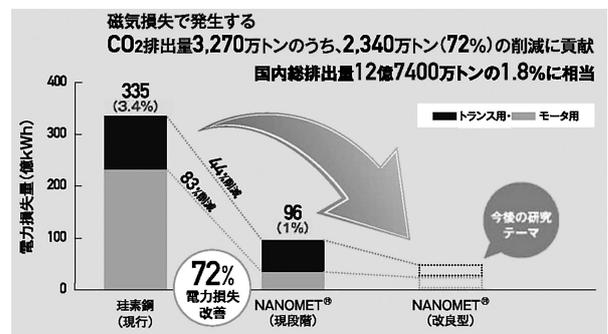


図3 ナノメットによる電力削減の効果。

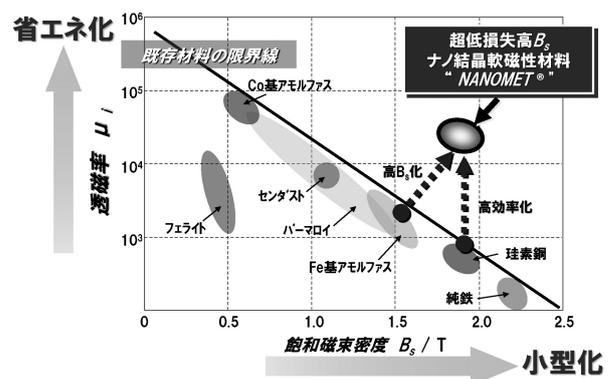


図4 ナノメットおよび比較材の軟磁気特性の比較。

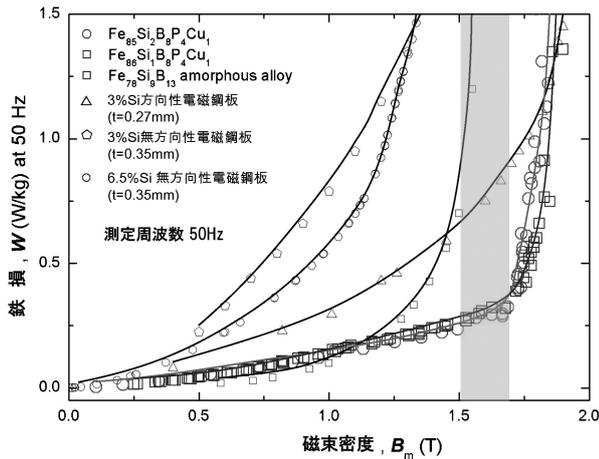


図5 ナノメットおよび比較材の鉄損特性.

メットの鉄損特性は、図5に示すように、1.5~1.6 Tの磁束密度領域でも0.3 W/kg程度以下の低鉄損を達成しており、珪素鋼板と比較しても優れた鉄損特性が得られる。

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(株)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)<sup>10)</sup>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。

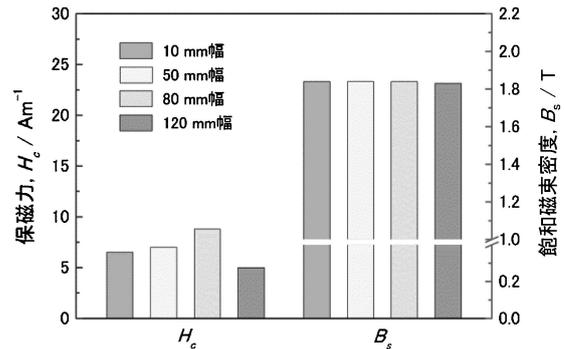


図6 ナノメット薄帯の幅広化と基本磁気特性の薄帯試料幅依存性.

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5 mm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120 mm幅に到達して、プレスリリースを行った<sup>(11)</sup>。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)<sup>(12)</sup>。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<sup>(13)(14)</sup>。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量添加された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(〜 $T_{x1}$ -50 K)→bcc(〜 $T_{x1}$ )→fcc(〜 $T_{x2}$ )( $T_{x1}$ ,  $T_{x2}$ : 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事ができる。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 K付近で $\alpha$ -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( $\Delta H_{x1}$ )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  $\Delta H_{x1}$  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  $\Delta H_{x1}$  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、開発に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

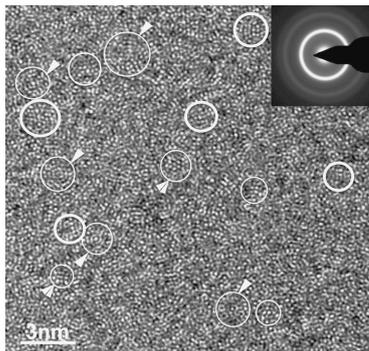


図7 Fe<sub>85.2</sub>Si<sub>2</sub>B<sub>8</sub>P<sub>4</sub>Cu<sub>0.8</sub> ヘテロアモルファス合金急冷材の球面収差補正高分解能電顕像および制限視野電子回折パターン。原子クラスターが○印の領域で観察される<sup>12)</sup>。

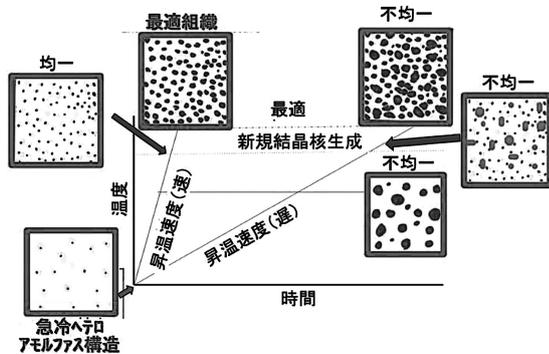


図8 ナノメット組織の熱処理条件依存性<sup>15)</sup>。文献<sup>15)</sup>から許可を得て転載。

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<sup>15)</sup>。

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<sup>16)</sup><sup>17)</sup>。例えば、熱力学計算では、Fe<sub>85</sub>B<sub>15</sub>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<sup>16)</sup>。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<sup>17)</sup>。

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1<sup>18)</sup>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<sup>-1</sup>)を併せもつ点にあり、飽和磁束密度については Fe<sub>78</sub>Si<sub>9</sub>B<sub>13</sub> (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<sup>19)</sup>。

### (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(120 mm 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)<sup>20)</sup>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<sup>18)</sup>。

名称	合金組成	板厚 t/μm	磁束密度 $B_m$ /T	飽和磁束密度 $B_s$ /T	保磁力 $H_c$ /A·m <sup>-1</sup>	実効透磁率 $\mu_e$ (at 1 kHz)	磁心損失 $W_{15/50}$ / W·kg <sup>-1</sup>	磁心損失 $W_{17/50}$ / W·kg <sup>-1</sup>	比抵抗 $\rho/\mu\Omega\cdot m$	磁歪 $\lambda_s/10^{-6}$	キュリー 温度 $T_c/^\circ C$
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 <sub>78</sub> Si <sub>9</sub> B <sub>13</sub> (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 <sub>73.5</sub> Si <sub>13.5</sub> B <sub>9</sub> Nb <sub>3</sub> Cu <sub>1</sub>	18	1.23	1.24	0.5	150000	—	—	1.15	2.1	571

\* 可変

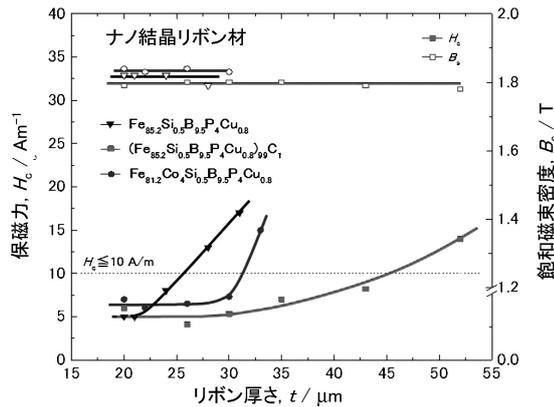


図9  $\text{Fe}_{85.2}\text{Si}_{0.5}\text{B}_{9.5}\text{P}_4\text{Cu}_{0.8}$ ,  $(\text{Fe}_{85.2}\text{Si}_{0.5}\text{B}_{9.5}\text{P}_4\text{Cu}_{0.8})_{99}\text{C}_1$  および  $\text{Fe}_{81.2}\text{Co}_4\text{Si}_{0.5}\text{B}_{9.5}\text{P}_4\text{Cu}_{0.8}$  ナノ結晶合金の  $H_c$  および  $B_s$  のリボン厚さ依存性<sup>(19)</sup>. 文献<sup>(19)</sup> から許可を得て転載.

アの試作に成功(図11)<sup>(21)</sup>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<sup>(21)</sup>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<sup>(10)</sup>。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  $B_s$  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

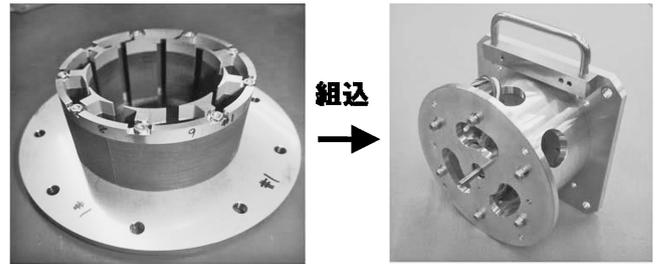


図10 試作したモータ(左)新ナノ結晶合金ナノメットを積層したステータコア. (右)特性評価用モータ<sup>(20)</sup>.

表2 電磁鋼板とナノメットのモータ特性比較<sup>(20)</sup>.

	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)	0.4 W ( $\Delta 70\%$ )	2.2 W (基準)	0.7 W ( $\Delta 70\%$ )
モータ効率	85% (基準)	91% +6%	93% (基準)	96% +3%

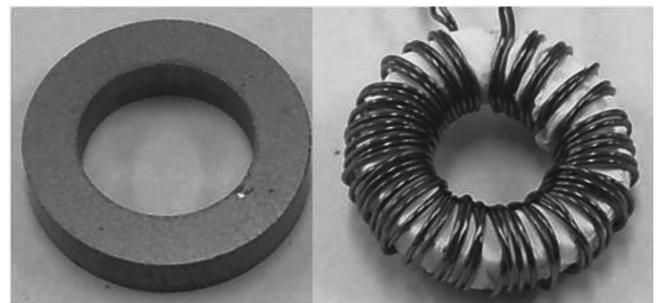


図11 コアの外観写真<sup>(21)</sup>. (左)成形体, (右)製品体. 鉄粉なみの高飽和磁束密度 $\approx 1.6$  T と, 金属ガラスなみの低コアロス $< 500$  (kW/100 kHz, 100 mT)を兼備する高い性能が実現.

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)<sup>(22)</sup>」がその中心的役割を担う予定である。

#### (5) スピンオフ(L1<sub>0</sub>-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<sup>(23)</sup>、プレスリリースを行った<sup>(24)</sup>。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、省エネルギー型のア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、高性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、ごく微量含まれる  $L1_0$ -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  $L1_0$ -FeNi 規則相を作製する試みは、 $L1_0$ -FeNi 相が発見された1960年代以来、粒子線の照射<sup>(25)</sup>、微粒子法<sup>(26)</sup>、メカニカルアロイング<sup>(27)</sup>、単原子積層<sup>(28)</sup>、高圧ひずみ加工<sup>(29)</sup>や化学合成等<sup>(30)</sup>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  $L1_0$ -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  $L1_0$  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( $S$ ) $\geq 0.8$ のきわめて高い規則度をもつ  $L1_0$  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) $\sim 3.5$  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  $L1_0$ -FeNi 結晶粒の磁化

を反転させるためには少なくとも $\sim 3.5$  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( $\sim 4.4$  kOe)に匹敵する優れた硬磁性であり、本研究で得られた  $L1_0$ -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  $L1_0$ -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)

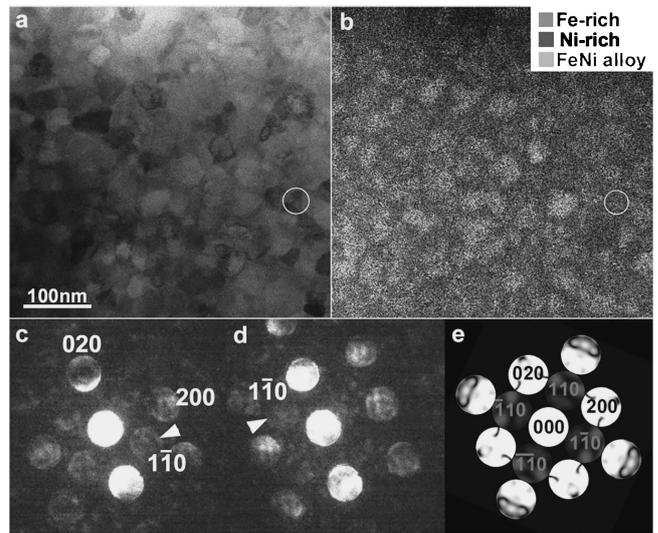


図13 電子顕微鏡による組織観察および電子回折像の観察ならびに計算結果。a: 走査透過型電子顕微鏡-明視野像, b: 走査透過型電子顕微鏡-エネルギー分散型 X 線分光法による元素マッピング, c: および d: 図 5a および b の○印は位置から得たナノビーム電子回折(NBD)像, e: 規則度( $S$ ) $= 0.8$ をもつ  $L1_0$ -FeNi 構造の計算 NBD パターン<sup>(23)</sup>。

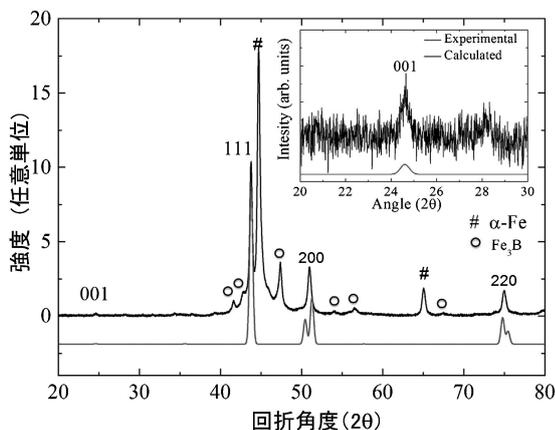


図12 X 線回折パターン(実験: 黒色, 計算: 赤色)<sup>(23)</sup>。

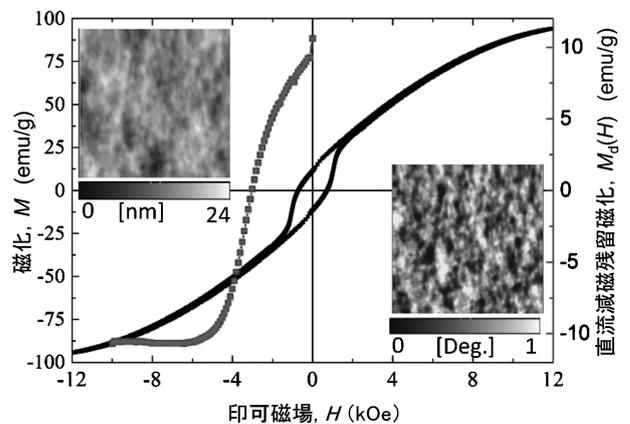
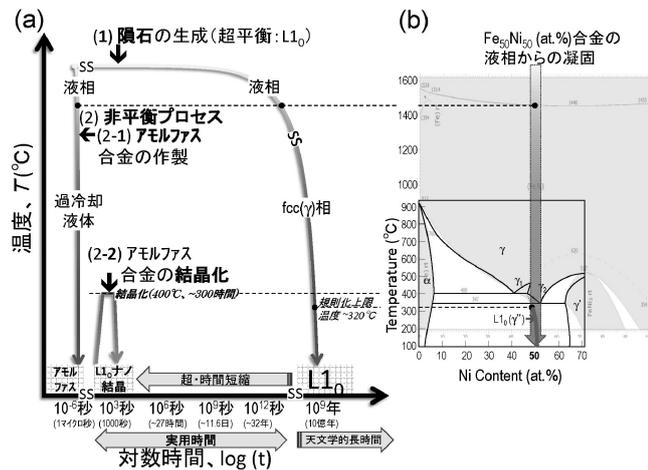


図14 本合金の磁気ヒステリシス曲線(黒色)および dc 減磁曲線(赤色: 第 2, 3 象限)および磁気力顕微鏡像<sup>(23)</sup>。

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

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。本研究で得られた L1<sub>0</sub>-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<sup>(24)</sup>。今後、本材料は人類が初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)L1<sub>0</sub>-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<sub>s</sub> 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

図15 (a) L1<sub>0</sub>-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 L1<sub>0</sub>-FeNi 規則相が含まれている<sup>(24)</sup>。

表 3 L1<sub>0</sub>-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 (°C)	磁気異方性エネルギー Ku/erg·cm <sup>-3</sup>	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 × 10 <sup>6</sup>	X				1200 emu/cm <sup>3</sup>	(31)
薄膜	0.66		6.1 × 10 <sup>6</sup>	(001)					(32)
隕石	0.608 ± 0.04			(001)		a = 3.582 c = 3.607 c/a = 1.007		1100 emu/cm <sup>3</sup> 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	~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	Sp = 0.41 Sq = 0.45	320	K <sub>1</sub> = 3.2 × 10 <sup>6</sup> K <sub>2</sub> = 2.3 × 10 <sup>6</sup>						(25)
メカニカルアロイング				X				~145 eum/g	(27)
単原子積層	0.6 ± 0.2		6.3 × 10 <sup>6</sup>	(001)					(28)
高圧ひずみ加工				X	(001)**				(29)

\* バッファー, \*\* (001)デバイリング。

