

令和 4 年 6 月 27 日現在

機関番号：82108

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2019～2021

課題番号：19K22052

研究課題名（和文）磁性強化 新しい材料強化機構

研究課題名（英文）Magnetic strengthening - Novel approach for material strengthening-

研究代表者

新津 甲大（NIITSU, Kodai）

国立研究開発法人物質・材料研究機構・先端材料解析研究拠点・主任研究員

研究者番号：90733890

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 4,700,000円

研究成果の概要（和文）：磁場下での力学試験および塑性歪導入下での磁化測定を通して、転位をはじめとする欠陥に局在する磁性の観測に成功した。また電子線ホログラフィー法により転位に局在する磁気秩序の実空間イメージングに成功した。このような材料においては磁場の有無に応じて塑性変形挙動が変化することを確認しており、本研究の目標である磁性強化の存在を確認することができた。今後、変形後の転位組織等の観察を通してこの現象の起源を調査していく。

研究成果の学術的意義や社会的意義

転位や逆位相強化に局在する磁気秩序の観測・観察に成功し、さらに磁場の有無に応じて塑性変形挙動が変化することを確認した。この挙動は、塑性流動において磁場が有意な影響をもたらすことを示した成果であり従来の強化機構とは全く異なる、外場による材料強化が可能であることを示す。材料強化法を多様化に貢献することで構造材料をはじめとする材料の機能を豊かにすることが期待される。

研究成果の概要（英文）：Through mechanical tests under a magnetic field and magnetization measurements under the introduction of plastic strain, I succeeded in measuring magnetic properties in defects such as dislocations. I also succeeded in observing the magnetic order localized in dislocations by means of electron holography. It has been confirmed that the plastic deformation behavior of such materials changes depending on the presence or absence of a magnetic field, and the existence of magnetic strengthening, which is the goal of this study, was confirmed. In the future, the origin of this phenomenon will be clarified by investigating the dislocation substructures after deformation.

研究分野：金属物性

キーワード：格子欠陥 磁性 局在磁性 電子線ホログラフィー 塑性変形

1. 研究開始当初の背景

結晶性材料の強度は、転位の運動を如何に抑制するかによって決められる。この観点から、これまでに(i)固溶強化、(ii)析出強化、(iii)結晶粒微細化、(iv)加工強化、(v)複合強化といった強化理論が確立されている。これらはいずれも転位の運動を古典力学的に阻害するという描像に基づいた強化法である。一方、転位をはじめとする欠陥近傍の原子構造の乱れは、マトリクスとは異なる電子状態を局所的に実現することでもあることから、電磁気学的な物性もマトリクスと異なることが想定される。例えば非磁性マトリクス中の強磁性転位を考えた場合、転位同士の切りあい時に電磁気学的近接効果を受けることから、この振る舞いは非磁性転位の場合と異なってくるのが想像される。

欠陥に局在する電磁気物性を明らかにすることはこれまで技術的に困難であったが、近年の電子顕微鏡における技術革新は目覚ましく、原子分解能レベルの空間分解能でベクトルポテンシャルに基づく電子の位相変化をイメージングすることが可能となりつつある。このような背景から、欠陥に局在する電磁気物性をイメージングするとともに、転位をはじめとする欠陥の動的挙動(塑性流動)下に対しこのような局所物性が与える影響を検討することを着想した。

2. 研究の目的

電磁気学的(特に磁氣的)にマトリクスとは異なる転位を導入した材料の変形過程を調査し、転位が帯びる磁性による転位同士の近接効果に基づく、従来の強化機構とはまったく異なる新たな強化機構—磁性強化—の確立を目指す。

3. 研究の方法

(1) 対象試料の選定

原子配位が局所的に乱れた転位にマトリクスと異なる磁性を付与させるという都合上、逆説的にマトリクスが高い規則度を有することが第一の選定条件となる。また、不規則構造の磁性が分かっていること、磁性原子のスピンの配向が隣接原子との相互作用敏感であることなどの条件に候補材料を選定した。

(2) 磁気転移点をまたぐ臨界せん断応力(CRSS)のスクリーニング

CRSS は材料強度の第一義的指標であることから、単結晶の機械試験をマトリクスの磁気転移点前後で系統的に行い、CRSS のスクリーニングを行う。

(3) 転位近傍の原子構造、歪・磁場分布の可視化

磁気転移点の前後で不連続な CRSS の変化が見られた材料に対し、すべり面に対し平行もしくは垂直に薄膜試片を切り出し、走査透過型電子顕微鏡(STEM)による原子観察や、電子線ホログラフイー(EH)による転位内部～近傍の磁性・歪分布観察を行う。特に EH 観察では、温度変化ホルダーや対物レンズの励磁変化などを活用することで観察環境を変化させ、転位の磁性のピンポイント観察のみならず、磁化の大きさや熱的安定性、保磁力等の定量評価を試みる

4. 研究成果

(1) 欠陥局在強磁性の観測

B2-FeAl 合金について磁化測定と第一原理計算の結果を紹介する(図1)。図1aは様々な塑性歪を入れたB2-FeAl単結晶の100Kでの磁化測定結果であるが、いずれもほぼ線形な磁化挙動を示すことからマトリクスの磁化はほぼ0であると言える。一方、各歪値での磁化と無歪状態での磁化の差分を取る(図1b)と凸性の顕著な磁化挙動が見える。このことから塑性変形によって導入された欠陥が強磁性(もしくはフェリ磁性)を示すことが推測できる。この時導入される欠陥は、ショックレー部分転位とその間に張る逆位相境界(APB)である。APBでの局所的な規則度の落ち込みと磁化の相関を調べるため、APBを入れたB2-FeAlモデルに対し第一原理計算を行い、Feの磁気モーメントの分布を調べた。その結果、APBを入れたモデルでは、入れなかったモデルに比べAPB再隣接原子層位置で磁気モーメントの有意な増大が見られ(図1c)、塑性変形に伴って導入されるAPBが強磁性を示すことが第一原

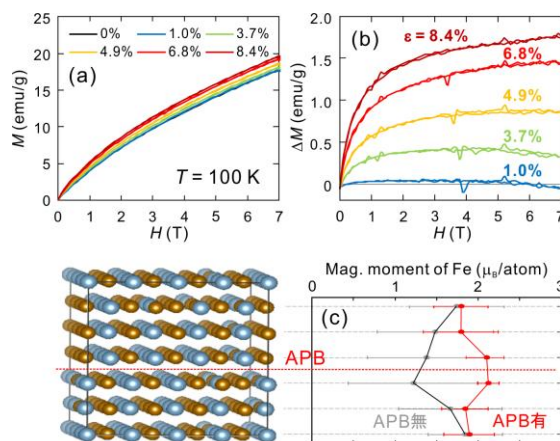


図1. (a) 種々の塑性歪 ϵ を導入した B2-FeAl 試料の 100 K での磁化曲線および (b) $\epsilon = 0$ での磁化曲線との差分. (c) APB を入れた B2-FeAl のスーパーセルおよび (d) このモデルで得られた Fe の磁気モーメント分布.

理的にサポートされた。

(2) 転位内磁性の実空間イメージング

(1)で欠陥の磁気秩序が示唆された材料に対し電子線ホログラフィー法により転位内磁性の直接観察を行った。Fe 基規則合金に対し、導入されたショックレー部分転位対近傍の電子線ホログラフィー観察を行った結果を図2に示す。圧縮し塑性歪を導入した試験片に対し、すべり面に平行にFIBによりTEM薄片を作製することで薄片面内に平行に拡張転位を入れた(図2a)。拡張転位近傍の磁気位相像(図2b)から、2本に分解した部分転位対をなぞるように位相がわずかに変調していることが分かる。位相解析の結果から2本の部分転位内を流れる磁束は互いに反平行に向き、閉回路化しようとしていることが示唆された。これは静磁エネルギーを最小化させる上で最も合理的な磁束形態であり、直感的理解に矛盾しない結果であるといえる。

(1), (2)の成果より転位や逆位相強化に局在する磁気秩序の観測・観察に成功した。このような材料においては磁場の有無に応じて塑性変形挙動が変化することを確認しており、変形後の転位組織等の観察を通して理解の深化を目指す。

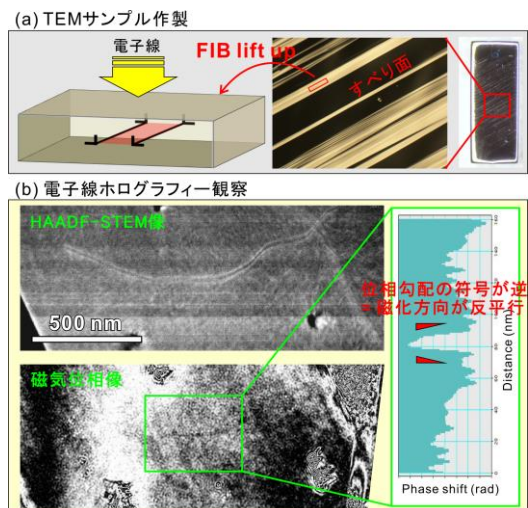


図 2. (a)TEM サンプル作製プロセス (b) 格子欠陥の電子線ホログラフィー観察例 : Fe 基合金中の部分転位対が存在する視野領域における HAADF-STEM 像と磁気位相像および拡張転位を跨いだ位相プロファイル

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計15件（うち査読付論文 14件 / うち国際共著 5件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Hanasaki N., Oda M., Niitsu K., Ehara K., Murakawa H., Sakai H., Nitani H., Abe H., Sagayama H., Uetsuka H., Karube T., Inui H.	4. 巻 11
2. 論文標題 Element dependence of local disorder in medium-entropy alloy CrCoNi	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 AIP Advances	6. 最初と最後の頁 125216 ~ 125216
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/5.0072766	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Hamada Tetsuya, Higashi Masaya, Niitsu Kodai, Inui Haruyuki	4. 巻 22
2. 論文標題 Phase equilibria among γ -Fe ₂ Al ₅ and its higher-ordered phases	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Science and Technology of Advanced Materials	6. 最初と最後の頁 373 ~ 385
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1080/14686996.2021.1915691	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Akase Zentarō, Kimura Kenta, Saito Tomohiro, Niitsu Kodai, Tanigaki Toshiaki, Iwasaki Yoh, Sharma Parmanand, Makino Akihiro, Shindo Daisuke	4. 巻 541
2. 論文標題 Magnetic flux in soft magnetic Fe-Si-B-P-Cu amorphous alloy containing nanocrystallites analyzed by electron holography	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Magnetism and Magnetic Materials	6. 最初と最後の頁 168519 ~ 168519
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jmmm.2021.168519	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Niitsu Kodai, Liu Yizhou, Booth Alexander C., Yu Xiuzhen, Mathur Nitish, Stolt Matthew J., Shindo Daisuke, Jin Song, Zang Jiadong, Nagaosa Naoto, Tokura Yoshinori	4. 巻 21
2. 論文標題 Geometrically stabilized skyrmionic vortex in FeGe tetrahedral nanoparticles	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Nature Materials	6. 最初と最後の頁 305 ~ 310
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41563-021-01186-x	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Sugiura Yuki, Niitsu Kodai, Saito Yasuko, Endo Takashi, Horie Masanori	4. 巻 11
2. 論文標題 Inorganic process for wet silica-doping of calcium phosphate	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 RSC Advances	6. 最初と最後の頁 12330 ~ 12335
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1039/D1RA00288K	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Zhou Dengshan, Chen Zhenghao, Ehara Kazuki, Nitsu Kodai, Tanaka Katsushi, Inui Haruyuki	4. 巻 191
2. 論文標題 Effects of annealing on hardness, yield strength and dislocation structure in single crystals of the equiatomic Cr-Mn-Fe-Co-Ni high entropy alloy	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 173 ~ 178
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2020.09.039	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Sugiura Yuki, Obika Hideki, Horie Masanori, Niitsu Kodai, Makita Yoji	4. 巻 5
2. 論文標題 Aesthetic Silver-Doped Octacalcium Phosphate Powders Exhibiting Both Contact Antibacterial Ability and Low Cytotoxicity	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 ACS Omega	6. 最初と最後の頁 24434 ~ 24444
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1021/acsomega.0c02868	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Niitsu K., Date H., Kainuma R.	4. 巻 186
2. 論文標題 Thermal activation of stress-induced martensitic transformation in Ni-rich Ti-Ni alloys	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 263 ~ 267
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2020.05.010	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Niitsu Kodai	4. 巻 53
2. 論文標題 Temperature dependence of magnetic exchange stiffness in iron and nickel	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Physics D: Applied Physics	6. 最初と最後の頁 39LT01 ~ 39LT01
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1088/1361-6463/ab9672	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Zhou Dengshan, Jin Shenbao, Yang Chao, Niitsu Kodai, Sha Gang, Zhang Deliang	4. 巻
2. 論文標題 Ti-Enriched Al2O3/Cu Interfaces in a Cu-Al2O3 Alloy	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 SSRN Electronic Journal	6. 最初と最後の頁
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2139/ssrn.3454925	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Harada Ken, Niitsu Kodai, Shimada Keiko, Kodama Tetsuji, Akashi Tetsuya, Ono Yoshimasa A., Shindo Daisuke, Shinada Hiroyuki, Mori Shigeo	4. 巻 25
2. 論文標題 Electron Holography on Fraunhofer Diffraction Using Double Slit	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Microscopy and Microanalysis	6. 最初と最後の頁 102 ~ 103
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1017/S1431927619001247	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Mathur Nitish, Stolt Matthew J., Niitsu Kodai, Yu Xiuzhen, Shindo Daisuke, Tokura Yoshinori, Jin Song	4. 巻 13
2. 論文標題 Electron Holography and Magnetotransport Measurements Reveal Stabilized Magnetic Skyrmions in Fe1-xCoxSi Nanowires	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 ACS Nano	6. 最初と最後の頁 7833 ~ 7841
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1021/acsnano.9b02130	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Wang Hao, Geng Hongwei, Zhou Dengshan, Niitsu Kodai, Muransky Ondrej, Zhang Deliang	4. 巻 771
2. 論文標題 Multiple strengthening mechanisms in high strength ultrafine-grained Al-Mg alloys	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 138613 ~ 138613
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2019.138613	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Niitsu K., Xu X., Umetsu R. Y., Kainuma R., Harada K.	4. 巻 101
2. 論文標題 Temperature dependence of exchange stiffness in an off-stoichiometric Ni ₂ MnIn Heusler alloy	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Physical Review B	6. 最初と最後の頁 14443
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1103/PhysRevB.101.014443	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Harada Ken, Malac Marek, Hayashida Misa, Niitsu Koudai, Shimada Keiko, Homeniuk Darren, Beleggia Marco	4. 巻 209
2. 論文標題 Toward the quantitative the interpretation of hole-free phase plate images in a transmission electron microscope.	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Ultramicroscopy	6. 最初と最後の頁 112875 ~ 112875
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ultramic.2019.112875	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計21件 (うち招待講演 7件 / うち国際学会 10件)

1. 発表者名 KODAI NIITSU
2. 発表標題 Magnetic configuration under geometrical confinement
3. 学会等名 8th INTERM 2021 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年 ~ 2021年

1. 発表者名 Ashif Equbal, Kazuki Ehara, Makoto Asakura, Kodai Niitsu, Kyosuke Kishida, Haruyuki Inui
2. 発表標題 Plastic Deformation of Single Crystals of a Cr-Co-Ni Equiatomic Medium Entropy Alloy
3. 学会等名 2020 MRS fall meeting (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Tetsuya Hamada, Ryutaro Sakai, Masaya Higashi, Kodai Niitsu, Haruyuki Inui
2. 発表標題 Phase equilibria and crystal structures of highly ordered intermetallic compounds of Fe ₂ Al ₅ phases with the framework structure of γ -Fe ₂ Al ₅ phase
3. 学会等名 2020 MRS fall meeting (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Kodai Niitsu, Kazuki Ehara, Kyosuke Kishida, Haruyuki Inui
2. 発表標題 Plastic deformation behavior and microstructural evolution of a Cr-Co-Ni medium entropy alloy
3. 学会等名 Thermec'2021 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年～2021年

1. 発表者名 新津 甲大、原田 研、進藤 大輔
2. 発表標題 Fe, Ni 薄膜内に導入される磁壁の幅とその温度依存性
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期 (第166回) 講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 K. Abe, Y. Kimura, X. Xu, K. Niitsu, T. Omori, R. Kainuma
2. 発表標題 Magnetic transition in ordered BCC phases of Fe-Al alloys
3. 学会等名 CALPHAD 2019 (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Kodai Niitsu
2. 発表標題 Magnetic texture under geometrical confinement
3. 学会等名 7th INTERM 2020 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 濱田 鉄也、境 龍太郎、新津 甲大、乾 晴行
2. 発表標題 -Fe ₂ Al ₅ の高次規則相の結晶構造と相平衡
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期(第166回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 新津 甲大、岩村 泰樹、乾 晴行
2. 発表標題 Fe-Al B2相に導入した転位近傍の磁気特性
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期(第166回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 松浦 周太郎、岸田 恭輔、新津 甲大、乾 晴行
2. 発表標題 Ti-Zr-Nb-Hf-Ta等原子量合金の低温圧縮変形挙動
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期（第166回）講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 李 柒、陳正昊、新津 甲大、乾 晴行
2. 発表標題 Effect of nitrogen addition on the strength and ductility of CrCoNi equiatomic alloys
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期（第166回）講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 王 小豊、陳 正昊、新津 甲大、岸田 恭輔、乾 晴行
2. 発表標題 -Fe ₂ Al ₅ 単結晶マイクロピラーの塑性変形と変形組織観察
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期（第166回）講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Haruyuki Inui, Koudai Niitsu, Kyosuke Kishida, Easo George
2. 発表標題 Materials Parameters in Designing FCC High-entropy Alloys
3. 学会等名 TMS 2020 Annual Meeting & Exhibition (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Haruyuki Inui, Kodai Niitsu, Kyosuke Kishida
2. 発表標題 Effects of Heat-Treatment on Mechanical Properties of Equiatomic CrMnFeCoNi High-Entropy Alloy and Its Derivative Equiatomic Quaternary and Ternary Medium-Entropy Alloys
3. 学会等名 2019 MRS FALL MEETING & EXHIBIT (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Haruyuki Inui, Kyosuke Kishida, Koudai Niitsu, Easo George
2. 発表標題 Single-crystal Mechanical Properties of Equiatomic CrMnFeCoNi High-entropy Alloy and Its Derivative Equiatomic Quaternary and Ternary Medium-entropy Alloys
3. 学会等名 World Congress on High Entropy Alloys (HEA 2019) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 新津甲大, 江原和輝, Ashif Eqbal, 浅倉誠仁, 岸田恭輔, 乾 晴行
2. 発表標題 FCCハイエントロピー合金の塑性変形と微視組織
3. 学会等名 日本金属学会2019年秋期 (第165回) 講演大会 (招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 濱田鉄也, 境龍太郎, 新津甲大, 乾 晴行
2. 発表標題 -Fe ₂ Al ₅ の高次規則相と相平衡
3. 学会等名 日本金属学会2019年秋期 (第165回) 講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 矢野凱己, 新津甲大, 貝沼亮介, 乾 晴行
2. 発表標題 NiCoMnIn合金における磁場誘起マルテンサイト変態ダイナミクス
3. 学会等名 日本金属学会2019年秋期(第165回)講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 江原和輝, 新津甲大, 岸田恭輔, 乾 晴行
2. 発表標題 Cr-Co-Ni等原子量合金単結晶の塑性変形における熱活性化過程
3. 学会等名 日本金属学会2019年秋期(第165回)講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 松浦周太郎, 岸田恭輔, 新津甲大, 乾 晴行
2. 発表標題 Ti-Zr-Nb-Hf-Ta等原子量合金のすべり面解析
3. 学会等名 日本金属学会2019年秋期(第165回)講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Yoshiki Yano, Kodai Niitsu, Ryosuke Kainuma, Haruyuki Inui
2. 発表標題 Isothermal nature of magnetic-field-induced martensitic transformation in NiCoMnIn metamagnetic shape memory alloy
3. 学会等名 Intermetallics 2019 (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------