

超音波共鳴法を利用したマルチフェロイック材料に対する相転移点近傍の弾性異常評価法の開発

1 研究の概要

強磁性と強誘電性を併せ持つマルチフェロイック材料は、電場による磁性の制御や磁場による誘電性の制御といった通常の物質では不可能な方法での物性制御が可能な極めて多機能な材料であり、次世代電気・磁気デバイスの材料として世界中で研究が進められている。しかし、こうした微小先端材料に対しては、その特異な機能発現機構の解明において必須となる相転移点近傍の弾性異常の評価方法がいまだ確立されておらず、設計開発が進まない一因となっている。本事業では、マルチフェロイック材料における相転移点近傍の弾性異常を精密に評価するための基盤技術として、超音波共鳴法を利用して大きさが高々数mmの微小試料に対して10～1300 Kの温度域で全ての弾性定数を高精度に計測可能な手法を確立することを目指す。具体的には、超音波共鳴法に『レーザードップラー振動計による振動振幅分布の測定』と『ベイズ推定による弾性定数推定』を組み合わせることにより、相転移点を含む温度域で微小試料の全ての弾性定数を高精度に計測可能な手法を確立する。本事業では、本手法をマルチフェロイック材料に対する相転移点近傍の弾性異常評価法として広く普及させるために、高温・不活性ガス環境下および極低温環境下用超音波共鳴法計測装置の構築にも取り組む。本事業は、マルチフェロイック材料が示す各機能をひずみとの相互作用の観点で捉えるという新しい視座を与えるものであり、マルチフェロイック材料のデバイス応用の範囲を広げ、より多機能で高性能な電気・磁気デバイスの創製に資するとともに、基板やヘテロ構造起因の格子ひずみの制御に基づくマルチフェロイック薄膜の機能制御法の開拓につながる重要な研究である。

2 研究の目的と背景

強磁性と強誘電性を併せ持つマルチフェロイック材料は、電場による磁性の制御や磁場による誘電性の制御といった通常の物質では不可能な方法での物性制御が可能な極めて多機能な材料であり、電圧駆動型の超省電力磁気メモリや巨大磁気電気効果を利用した高感度磁気センサといった画期的な機能を持つ次世代電気・磁気デバイスへの応用が期待されている。しかし、こうした微小先端材料に対しては、その特異な機能発現機構の解明において必須となる相転移点近傍の弾性異常の評価方法がいまだ確立されておらず、デバイス開発が進まない一因となっている。

そこで、本事業では、超音波共鳴法に『レーザードップラー振動計による振動振幅分布の測定』と『ベイズ推定による弾性定数推定』を組み合わせることにより、大きさが高々数mmの微小先端材料に対して相転移点を含む温度域で全ての弾性定数を高精度に計測可能な手法を確立することを主目的とする。また、本手法をマルチフェロイック材料に対する相転移点近傍の弾性異常評価法として広く普及させるために、高温・不活性ガス環境下および極低温環境下用超音波共鳴法計測装置の構築にも取り組む。

3 研究内容

(1) 微小先端材料に対する弾性定数計測法の開発

超音波共鳴法を基にして、微小先端材料に対して有効な弾性特性評価法の確立を行った。従来の超音波共鳴法では、共鳴周波数群の計測値と計算値を比較し、これらが十分に一致する各弾性定数の値を最小二乗法

により求めることで試料の弾性定数を決定する。この際、物理的に妥当な弾性定数を得るためには、各共鳴周波数の計測値を対応する計算値へ正確に対応付ける必要がある。しかし、微小先端材料では弾性定数の初期推定値を適切に与えることが難しく、従来手法による共鳴周波数の対応付けは困難である。また、相転移を示す材料では、相転移点近傍において各共鳴ピーク位置が不連続に変化するため、相転移点の前後で別々に振動モードを対応付ける必要があり、正確な解析が困難であった。そこで初めに、レーザードップラー振動計による振動振幅分布の測定系を構築した。本研究費によりレーザードップラー振動計を購入し、三軸ステージへ固定するとともに、共鳴スペクトル取得用三点支持体上に設置した試料へ上方からレーザー照射を行うための専用治具を作製した(図1)。典型的な金属材料であるアルミニウム試料に対して本測定系を適用し、理論的に計算した振動振幅分布と実測結果を比較することで、共鳴ピークに対応する振動モードを高精度に同定可能であることを確認した。

次に、共鳴周波数に基づいてベイズ推定により弾性定数を推定するプログラムを構築し、弾性定数が既知である材料に対して検証実験を実施した。その結果、本手法により弾性定数を高精度に推定可能であることを確認した。さらに、振動振幅分布測定とベイズ推定を組み合わせることで、相転移点を含む温度域においても、大きさが数 mm 程度の微小試料に対する全弾性定数を高精度に評価可能な手法を確立した。



図1 レーザードップラー振動計による振動振幅分布の測定系

(2)高温・不活性ガス環境下への拡張

本手法を高温環境下へ拡張するために、片側に圧電素子を取り付けた二本の石英ガラス針および一本の針状熱電対から構成される三点支持体と、縦型電気管状炉を組み合わせた高温環境下用計測装置を構築した。本研究では、従来の挟み込み型測定系ではなく三点支持型測定系を採用した。これにより、石英ガラス針自体の共鳴ピークを大幅に抑制できるだけでなく、試料へ保持力が作用しないため、理想的な自由振動状態を実現することができる。従って、従来装置と比較して、共鳴スペクトルの温度依存性をより高精度に測定可能となった。

構築した装置により、微小試料に対して1300 Kまで共鳴周波数を計測可能であることを確認した。さらに、不活性ガス雰囲気下での測定を実現するために、構築した計測装置一式を内部に設置可能な高温チャンバーを作製し、共鳴スペクトル測定システムを組み込んだ。これにより、高温・不活性ガス環境下において微小試料の

弾性特性を評価可能な計測環境を構築した。

(3) 極低温環境下への拡張

低温実験に必要なクライオスタットおよび真空ポンプは既存設備として所有しているため、本研究ではクライオスタット内部で共鳴周波数計測を実施するための試料ホルダを作製した。本装置では、クライオスタット挿入時の試料落下を防止するため、二本の圧電トランスデューサで試料を挟み込む構造を採用した。アルミニウム試料に対して最低90 Kまでの温度域で測定を行い、構築した装置が安定して動作することを確認した。また、本研究費によりデジタルロックインアンプおよびクライオ温度コントローラを購入し、室温から極低温領域までの温度域において微小試料の共鳴周波数を測定可能な計測システムを構築した。さらに、多数の共鳴ピークを含む広帯域の共鳴スペクトルを細かい温度刻みで連続測定することを想定し、温度変化を伴う一連の測定を全自動で実施するための計測制御プログラムも新たに構築した。

一方で、本研究で用いたクライオスタットは試料室容量が比較的大きく、加熱部と試料間の熱交換に長時間を要するという課題がある。加えて、今回導入した温度コントローラは電源出力容量が十分ではなく、試料温度が設定値へ到達するまでに長時間を要した。そのため、今後は加熱用ヒータの追加および大容量電源を備えた温度コントローラの導入により、設定温度への応答速度を向上させることが課題である。

4 本研究が実社会にどう活かされるか—展望

微小試料に対して10～1300 Kの温度域で全ての弾性定数を高精度に計測可能な手法の確立は、マルチフェロイック材料の相転移点近傍における弾性異常の系統的な評価を可能にする。このように、本事業はマルチフェロイック材料が示す各機能をひずみとの相互作用の観点で捉えるという新しい視座を与えるものであり、マルチフェロイック材料のデバイス応用の範囲を広げ、より多機能で高性能な電気・磁気デバイスの創製に資するとともに、基板やヘテロ構造起因の格子ひずみの制御に基づくマルチフェロイック薄膜の機能制御法の開拓につながる。

5 本研究にかかわる知財・発表論文等

1. **足立 寛太**, 脇 裕之, 鍛造TiAl合金Ti-43Al-5V-4Nbの高温弾性および非弾性特性, 日本機械学会 2025年度年次大会, 2025年9月9日

事業内容についての問い合わせ先

所属機関名: 大阪大学大学院工学研究科機械工学専攻(オオサカダイガクダイガクインコウガクケンキュウカキカイコウガクセンコウ)

住 所: 〒565-0871(半角)
大阪府吹田市山田丘2-1

担 当 者: 助教 足立寛太(アダチカンタ)

担 当 部 署: 機能材料力学領域(キノウザイリョウリキガクリョウイキ)

E - m a i l: adachi@mech.eng.osaka-u.ac.jp

U R L: <http://dfm.mech.eng.osaka-u.ac.jp>