

整理番号	2024-J-058	報告者氏名	高橋 知里
------	------------	-------	-------

研究課題名

機械学習とその場評価による磁気テープ用磁性酸化鉄ナノ粒子の創製

<代表研究者> 機関名：産業技術総合研究所 職名：主任研究員 氏名：高橋知里

<共同研究者> 機関名：名古屋工業大学 職名：准教授 氏名：浅香透

機関名：名古屋工業大学 職名：助教 氏名：漆原大輔

機関名： 職名： 氏名：

機関名： 職名： 氏名：

<研究内容・成果等の要約>

本研究は、磁気テープ用磁性層に適用可能な高性能磁性酸化鉄ナノ粒子の創製と、その合成プロセスの最適化を目的として実施した。化学合成法において、組成、溶媒、攪拌速度、反応雰囲気、温度、冷却条件などの複数のパラメータを体系的に変化させ、Co、Zr、Niなどの添加元素を含むナノ粒子の合成を行った。特に非水系溶液プロセスにおいては、オレイン酸等の界面活性剤存在下で鉄アセチルアセトナートを分解することで、粒子の核生成および成長過程を精密に制御し、球状、六角形、立方体、正八面体など多様な形態と、10nmからサブミクロンに至る広範なサイズ制御を実現した。得られた粒子はすべてスピネル構造を有し、保磁力および飽和磁化においても良好な磁気特性を示した。

さらに、従来困難であった溶液中における反応過程の粒子観察に対し、イオン液体を前処理として用いた電子顕微鏡法を適用することで、粒子の構造および成長過程を安定的にその場観察する手法を確立した。この手法により、乾燥過程で失われる情報を保持したままナノ粒子の形成挙動を可視化することが可能となり、合成プロセス理解の高度化に大きく寄与した。加えて、収束電子線プローブを用いた電子回折法により、ナノ粒子の結晶方位を簡便に解析する手法を確立し、微細構造評価の効率化と高精度化につなげた。

これらの実験データを基に、機械学習を導入して合成条件と物性との相関解析を行った。その結果、各種パラメータが粒子形態や磁気特性に与える影響を定量的に明らかにするとともに、最適な合成条件を短時間で予測・導出可能であることを示した。本研究により、従来経験的に行われてきたナノ粒子合成に対して、データ駆動型の設計指針を提示することに成功し、高機能磁性ナノ材料の効率的創製に向けた新たな基盤を構築した。

< 研究発表（口頭、ポスター、誌上別） >

口頭：

（招待）高橋知里、電子顕微鏡で「濡れた」材料を見る—観察技術の現状と課題—、日本セラミックス協会、2025/11/28、秋葉原

論文：

Chisato Takahashi, Katsuhiko Nomura and Hiroyuki Hosokawa, Nonclassical Nucleation Pathways in Cobalt Ferrite Nanoparticles Governed by Temperature and Precursor Chemistry
投稿中

< 研究の目的、結果、考察（5000 字程度） >

【研究の目的】

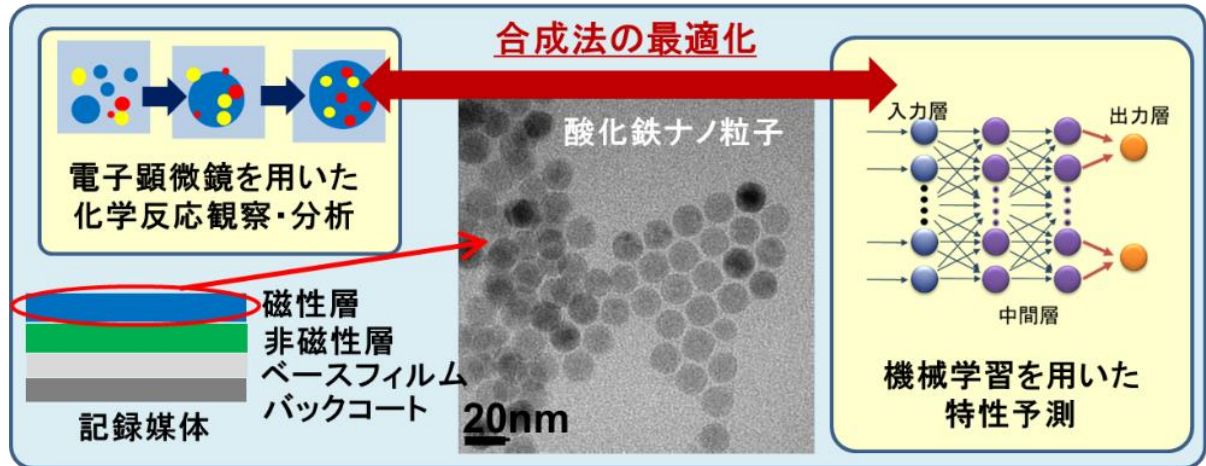


図 1: 磁性酸化鉄ナノ粒子合成法最適化のためのフロー図

本研究は、磁気テープ用の磁性層の磁性酸化鉄ナノ粒子の合成プロセス最適化を目的とした。具体的には、化学合成法で条件（組成、溶液、攪拌回転数、ガス、温度、冷却条件等）を変えて Co や Zr, Ni 等の添加金属を含む粒子（それぞれ 20 から 50 nm サイズ）を合成し、そのデータをチャート化し機械学習を遂行した。合成プロセスの情報を得るためのその場評価は、申請者が国内、国外（仏国、英国）での研究の中でこれまでに確立している反応場の局所観察・分析が可能な電子顕微鏡法を用いた。

【実験結果と考察】

(1) 酸化鉄ナノ粒子の合成と評価

非水溶液プロセスの溶液化学法を用いて酸化鉄ナノ粒子の合成を行った。酸化鉄ナノ粒子の合成方法としては、ホットソープ法、共沈法、既存法に化学合成技術を組み込んだ方法を実施した。本研究では、特にオレイン酸などの界面活性剤の存在下でアセチルアセトナート鉄の分解をし、ナノ粒子の合成を行った。オレイン酸ナトリウムを混合することで、オレイン酸ナトリウムがオレイン酸イオンに解離するため、粒子の形状制御を容易にした。いくつかの合成手法を用いることで、球形、ヘキサゴナル、キューブ、正八面体などの形状とサイズ（10 nm～サブミクロンスケール）を制御することに成功した。合成した磁性ナノ粒子の保磁力と飽和磁化は、高いものでそれぞれ 1.138 Oe、50 emu/g 程度であった。XRD の結果から、合成した磁性ナノ粒子は全てスピネル構造を持つことを明らかにした。

(2) 電子顕微鏡による測定

これまで、溶液を用いて合成した酸化鉄ナノ粒子の微細評価は、煩雑でかつ時間を要することが問題であった。そこで、イオン液体を前処理に用いた電子顕微鏡法を実施した。酸化鉄ナノ粒子の合成の際、溶液中で加熱し反応させるため、反応過程の粒子は乾燥させてしまうと非常に不安定で電子線照射下での観察は難しかった。今回、イオン液体を前処理に用いることで、反応過程の粒子を捉えることに成功した（図 2、論文投稿中）。

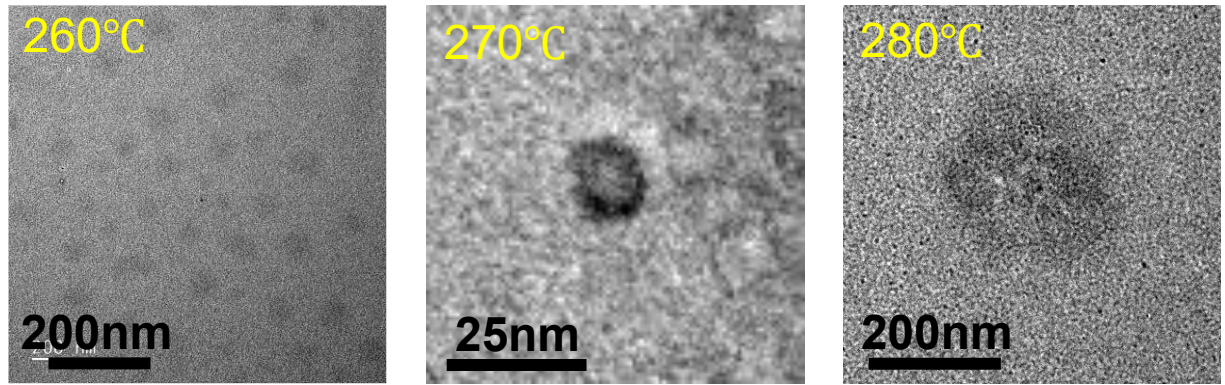


図 2：イオン液体処理法で前処理し電子顕微鏡観察した酸化鉄ナノ粒子（加熱温度 260～280℃）

さらに、ナノ結晶に対する簡便な結晶方位解析法を確立することを目的とし、酸化鉄ナノ粒子を対象に、収束電子線プローブを用いた電子回折法による 1 次粒子の結晶方位解析を共同研究者と実施した。この試行により、簡便な評価が可能となり、かつ解析手法の確立へとつながった（図 3）。

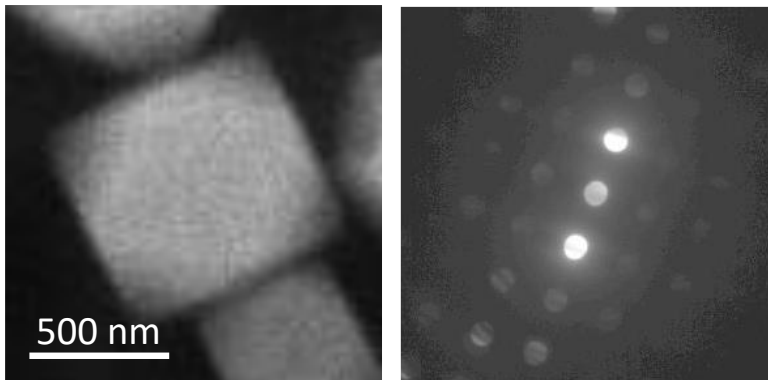


図 3：単一酸化鉄ナノ粒子の結晶方位解析（左：STEM 暗視野像、右：STEM 電子回折像）

（3）機械学習を用いた合成法の最適化

機械学習は、エイズ社の Multi-Sigma を用いて実施した。①実験のデータで AI モデル作成、因子分析を使って入力パラメータが出力パラメータに与える影響を把握、②新しい入力に対して、新しい予測を実施、③予測結果に対して統計シミュレーションを実施、④最適パラメータの抽出。このパラメータから導き出した条件で合成を実施し、物性評価で機能を再確認した。機械学習と合成プロセスのその場評価により、目的とする酸化鉄ナノ粒子の合成が可能な創製法を短時間で導き出せる可能性を見出した。