

バンドン工科大学（インドネシア） 研修報告書

機械学習による鉄基複合材料の焼結プロセス解析

先進理工系科学研究科 機械工学プログラム 佐々本匡爾

1. はじめに

2024年8月28日から9月28日の間、インドネシアのバンドン工科大学にて共同研究を行った。その報告を以下に示す。

2. 研修/共同研究課題の決定

本研究室では、機械学習による材料組織の定量評価と各種物性の要因解析を行い、新規材料開発の提案を行っている。一方、バンドン工科大学はインドネシア国内トップの理工系大学であり、FTMD と呼ばれる学部では機械、航空宇宙、材料科学に関する研究が盛んに行われている。また、外国人留学生を多く受け入れており、本研究室とバンドン工科大学の材料工学研究室との強固な協力関係に基づき、双方の連携と協議のもとで本研修は実現した。本研修では自身の研究テーマに基づき、放電プラズマ焼結（SPS）法で作製した15個の焼結体を持ち込んで硬さを測定し、焼結プロセスデータと材料特性の結果を評価することを主な目的とした。

3. 研修/共同研究スケジュール

8月26日 日本出国
8月27日～9月28日 インドネシア入国、研修、研修報告
9月25日 ITB-HU 国際共同研究セミナー参加
9月29日 インドネシア出国
9月30日 帰国

4. 研修先/共同研究派遣先の概要

大学名: Institut Teknologi Bandung, ITB
所在地: Jl. Ganesha No.10, Lb. Siliwangi, Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat 40132
Indonesia
指導教員: Dr. Asep Ridwan, Dr. Aditianto Ramelan

5. 研修/共同研究の内容

5.1. 本研修の概要

焼結とは、粉末に高温や高圧力を印加して材料を作製する手法である。また、近年、材料科学分野における新たなパラダイムとしてマテリアルズ・インフォマティクスが注目されている。そこで本研究では、放電プラズマ焼結（SPS）法から焼結中のプロセスを表すデータを取得し、機械学習を用いてその複雑な緻密化プロセスを解析する。これにより、所望の材料特性を有するように焼結するための最適な方法を提案する、予測モデルの構築が目的となる。所望の材料特性を有する材料の焼結法が容易に分かれれば、自動車部品をはじめ多くの焼結部品の材料開発の高効率化に寄与できる。

焼結中の試料温度、焼結装置のチャンバー壁温度、印加圧力、真空度をそれぞれ適切に変えて試料を作製することで、焼結プロセスの傾向を顕著に示すデータが得られやすくなり、機械学習による分析を経て、汎用的で正確なモデルの完成が期待できる。また、先行研究ではプロセスデータに印加圧力の影響が反映されておらず、印加圧力は一定で焼結していた。そこで本研修では、印加圧力による影響をプロセスデータに反映させる方法を立案した。その上で印加圧力を変えて合計15種類の鉄ベースの焼結体を作製し、相対密度とビッカース硬さを測定して印加圧力の影響を定量的に評価することを主な目的とした。

5.2. 研修・実験内容

焼結中のプロセスデータの抽出過程となるシステムを Fig.1 に示す．焼結中は印加圧力，試料温度，チャンバー壁温度が操作要素となり，リアルタイムの相対密度，試料温度，壁温度，印加圧力がデータベース或いはグラフとして，研究室 WEB アプリケーション「MaterInfo」より取得できる．この過程では，SPS 装置において変位計，圧力計，2つの温度計がリアルタイムのデータ取得のデバイスとなっており，デジタル信号として Raspberry Pi に送信される．この PC にはネットワークを介したデータ収集ソフトウェア「MaterInfoDevs」がインストールされており，MaterInfo からのデータ取得が可能となっている．

このようにして得られたデータベース或いはグラフから，焼結中のプロセスを表すデータを取得することができる．取得方法は，実験的に得られたデータに最もよく当てはまるような曲線を求める方法（フィッティング）により行われる．フィッティングを施したグラフ例を Fig.2 に示す．グラフにおける青線は実際の挙動，赤線はカーブフィッティングである．相対密度のフィッティングには式(1)を用いたが，これは一般焼結方程式に印加圧力を考慮した式(2)の，境界条件の下での解となる．試料温度，壁温度のフィッティングに用いた関数は，経験的にロジスティック曲線の式を参考にした式(3)，式(4)を用いた．式(1)–(4)において θ_0 は初期気孔率， $X = -A/G$ ， A は材料定数に依存する簡略化された定数， G は平均粒子径， E_a は活性化エネルギー， R は気体定数， $F(\rho)$ は微細構造関数， m は焼結機構に依存する定数， t は時間[s]， T は試料温度[K]， P は印加圧力[MPa]である．フィッティングは Python を用いて行われており，焼結中のプロセスを表すデータは θ_0 ， E_a ， X ，式(3)中の5種類の S ，式(4)中の5種類の W 及び強化剤の種類，試料長さに設定した．

$$\rho(t, T, P) = 1 - \theta_0 \exp \left[-X \sum_{j=1}^z \exp \left(-\frac{E_a}{RT} \right) \frac{t_{j+1}^n - t_j^n}{T_j} P_j \right] \quad (1)$$

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{AF(\rho)}{TG^m} \exp \left[-\frac{E_a}{RT} \right] P \quad (2)$$

$$T_{\text{sample}}(t) = \frac{S_a}{1 + S_b \exp[-S_c(t - S_t)]} + S_d \quad (3)$$

$$T_{\text{wall}}(t) = \frac{W_a}{1 + W_b \exp[-W_c(t - W_t)]} + W_d \quad (4)$$

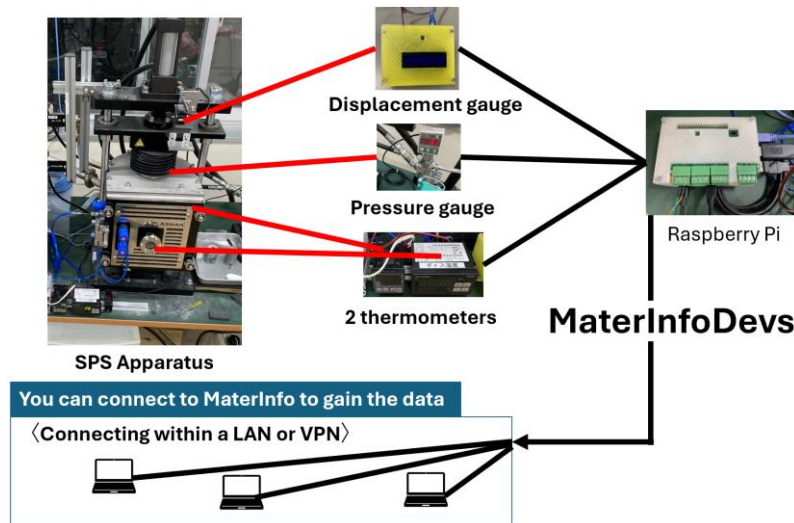


Fig. 1. 焼結中のリアルタイムデータ収集システム

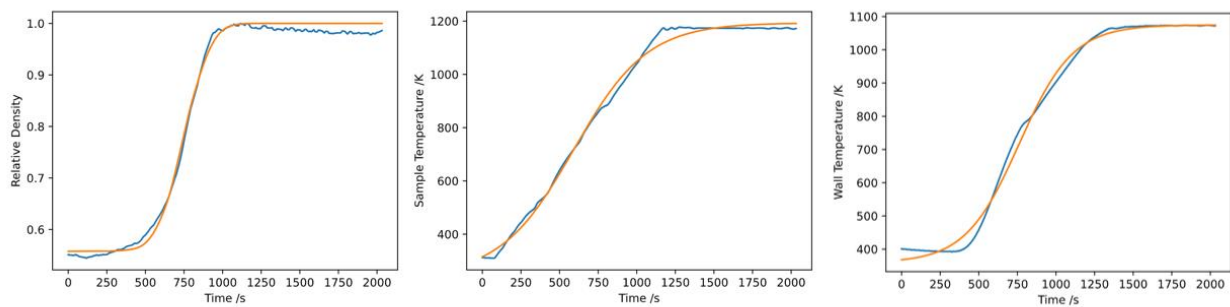


Fig. 2. 相対密度，試料温度，壁温度の実際の挙動（青線）とフィッティング曲線（赤線）

先述の通り，印加圧力を変えて合計 15 種類の鉄ベースの焼結体を作製した．鉄ベースの焼結温度は 900℃-1050℃，昇温速度は 1℃/s，試料加熱の援助の役割を担う壁温度は試料温度より 50℃低く維持しながら昇温させた．保温時間を 900 秒（15 分）とした．印加圧力は時間経過に違いのある 3 種類のいずれかの方法で印加されており，その印加の時間経過を Fig. 3 に示す．焼結中，終始圧力が一定 (3 MPa) の印加方法を「1-step pressure」，試料温度が 500℃を超えてから印加した方法を「2-step pressure」，試料温度が 300℃を超えてから 1 MPa 印加し，600℃を超えてから 2 MPa 印加し，900℃に達したら保温時間まで 3 MPa 印加した方法を「3-step pressure」と名称する（ブルドン管表示の圧力であり，表示が 3 MPa の場合，実際は約 50 MPa 印加されている）．また，作製した試料の種類を Fig. 4 にまとめる．試料の種類は純鉄および純鉄に強化剤 TiB_2 を添加した粉末を焼結した．さらに，熱間金型用の合金鋼である SKD61 及び SKD61 に TiB_2 を添加した混合粉末も焼結した．以上の 4 種類の粉末を，それぞれ 3 種類の圧力の印加方法で焼結した．ただし，純鉄焼結体は学部研究にて作製した 4 つ（いずれも 1-step pressure）を含む，6 つである．粉末の混合は湿式ボールミル法で行った．

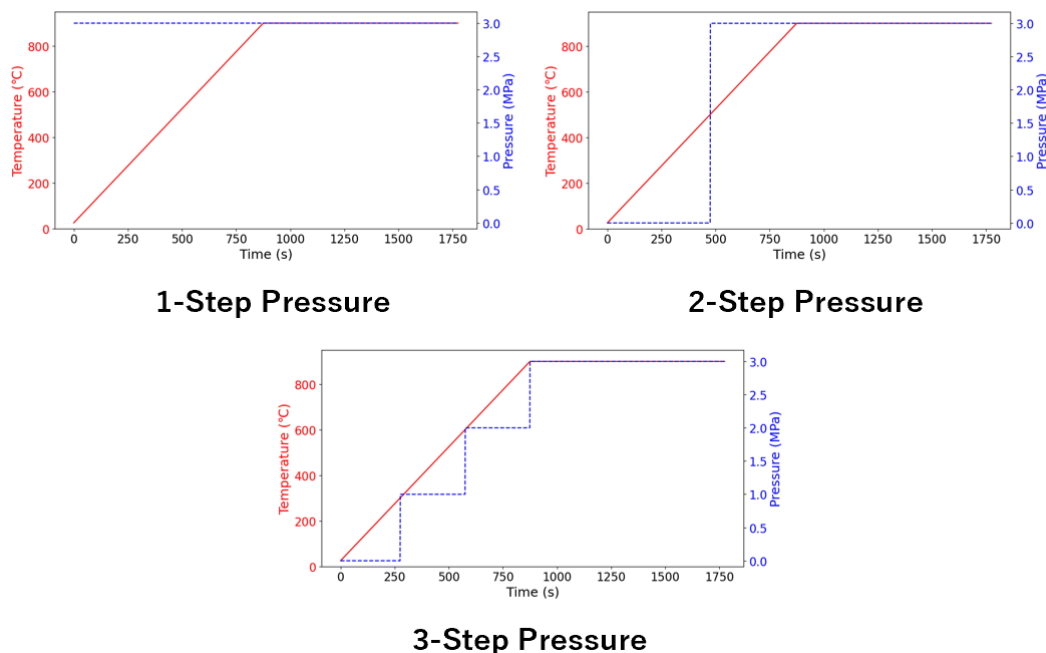


Fig. 3. 3 種類の印加圧力の時間経過

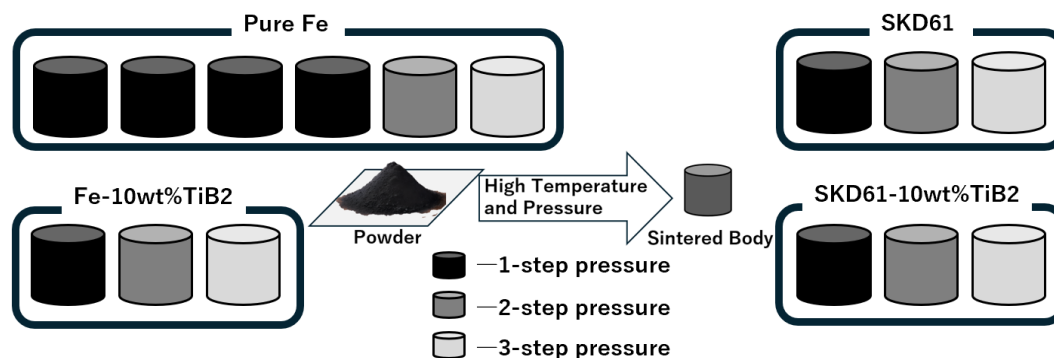


Fig. 4. 本研修で作製した焼結体

作製した焼結体に対して相対密度とビッカース硬さを測定した。相対密度はアルキメデス法により、焼結体の密度を測定して理論密度で割ることで算出した。ビッカース硬さは円柱形の焼結体の表裏の面それぞれ5箇所ずつ測定し、その平均を算出することで測定した。この2つの材料特性が、印加圧力によりどのような影響を受けているか評価した。

5.3. 結果と考察

作製した焼結体の相対密度、ビッカース硬さの測定結果を Fig. 5 及び Fig. 6 にそれぞれ示す。理論密度はそれぞれ純鉄：7870 kg/m³、Fe-10wt%TiB₂：7330 kg/m³、SKD61：7460 kg/m³、SKD61-10wt%TiB₂：7010 kg/m³とした。焼結中に圧力をかけるプロセスは、相対密度と硬さに影響する。圧力が高いほど、粉末粒子の密着性が増して相対密度が高くなるため、一般に硬さも増加する。1-step pressure は 2-step pressure や 3-step pressure と比べて圧力がより印加されていたため、この傾向が見られたと考えられる。しかし、圧力が過度に高くなると、気孔の閉じ方が不均一になり、局所的な焼結不良や粒界破壊を引き起こし、硬さが逆に低下する可能性もある。硬さも試験箇所によってばらつきが大きくなってしまう。2-step pressure や 3-step pressure のように急激に圧力を上げることは避け、緩やかに変化させる方が焼結体の品質が向上すると考えられる。加えて急激な圧力変化はフィッティングにも悪影響を及ぼし、精度低下の原因にもなる。SKD61 の硬さについて、800 HV 前後を記録したが、TiB₂を添加した場合、相対密度と硬さが低下している。TiB₂粒子は母材中に分散し、変形を抑える障害物として機能するため、硬さが増加する一方で、TiB₂が均一に分散していなかった場合、硬さが高い箇所と低い箇所のばらつきが生じる可能性もある。これは、湿式ボールミル工程での混合均一性が不十分であった場合や焼結中の圧力・温度制御が不適切だった場合に顕著に現れる。SKD61 に TiB₂ を添加した場合、TiB₂の分散が不均一になり焼結不良が発生していた場合、逆に密度や硬さが低下した可能性が考えられる。また、TiB₂粒子が凝集して分布が偏ると、硬さの不均一が発生して期待された強化効果が得られなくなることも考えられる。

プロセスデータの相関関係を Fig. 7 に示す。式(3)と(4)には共通点があるため、相関が見られる。しかし全体的には目立った相関は見られなかった。15 個分のプロセスデータと材料特性のデータだけでは機械学習にかけるには不十分であり、少なくとも 50 個以上のサンプルデータが必要となる。

今後は、試料の熱拡散率測定や組織観察を行って印加圧力の影響を調べて強化剤の種類やデータの精度に影響を与えないような焼結方法を再検討し、圧力以外にも試料温度や保持時間、真空度にそれぞれフォーカスした作製法の下で鉄ベースの焼結体を量産することで適切なサンプルデータを取得する方針である。

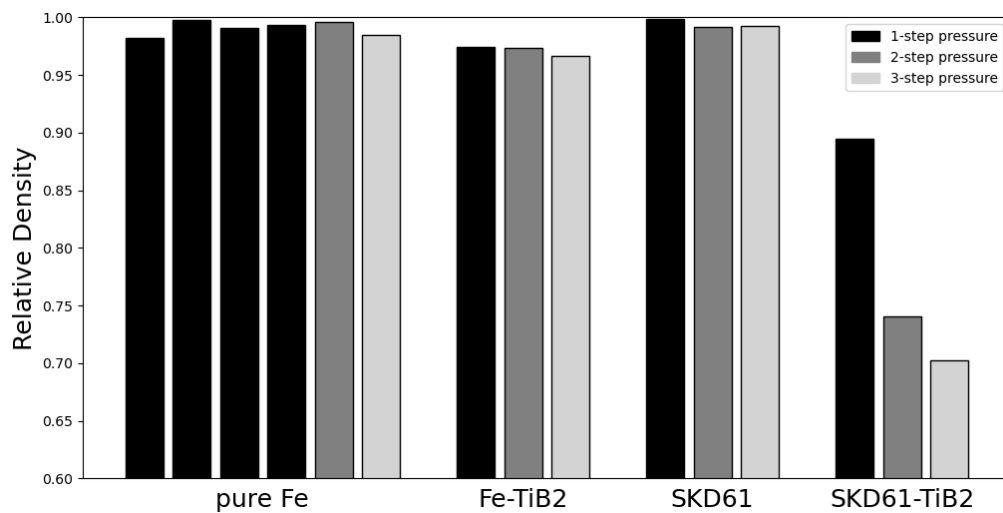


Fig. 5. 焼結体の相対密度の測定結果

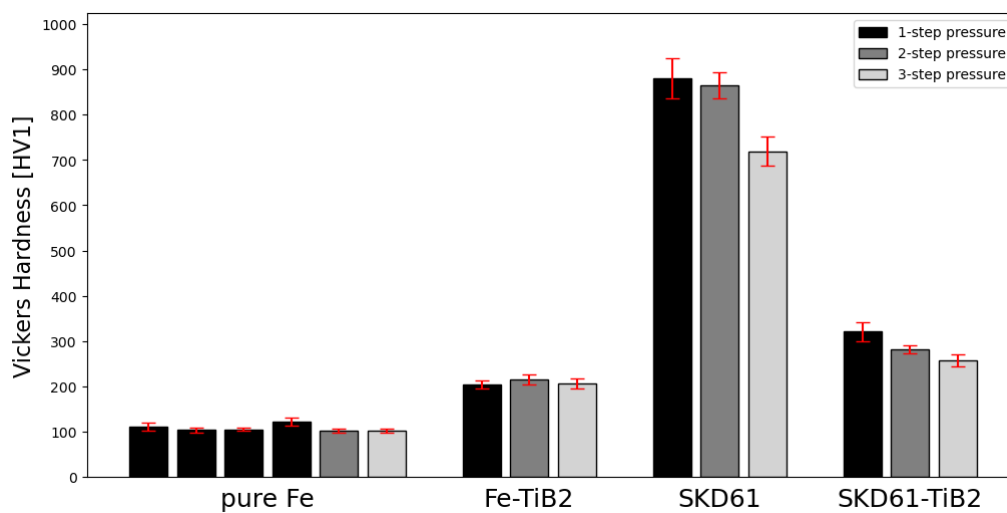


Fig. 6. 焼結体の硬さ試験結果 [HV1]

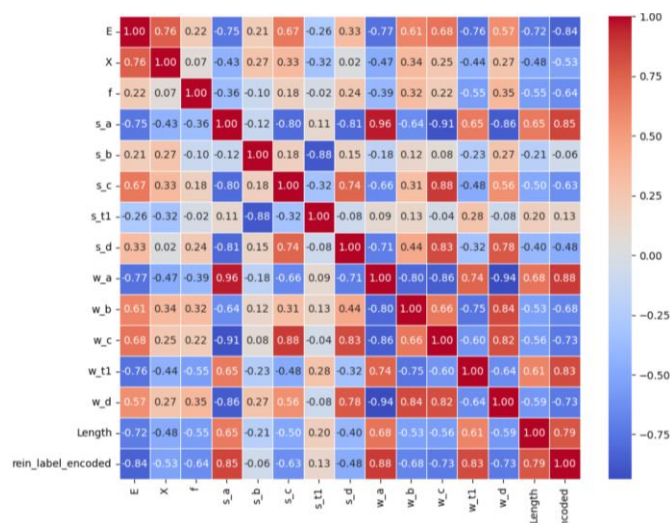


Fig. 7. プロセスデータの相関関係

6. まとめ

1 ヶ月という短い期間ではありましたが、今回の海外共同研究プログラムを通して海外の研究機関で自身の研究について議論する貴重な機会を頂きました。言語や価値観の全く異なる環境の中に一人身を置く生活では、自ら積極的に学生に話しかけてコミュニケーションを図ることを意識し、研究面に加えてイスラム圏の文化に積極的に触れることを意識して過ごしました。そのおかげで現地の人々の文化、特にイスラム教と現地での生活が密接にかかわっていることを大いに体感することができました。ITB-HU 国際共同研究セミナーではまた、常に英語を用いて研究を行った経験により国際交流や英語表現に自信を持つことができ、帰国後も研究室の留学生との会話やメールでの連携を積極的に行い、TOEIC をはじめ今後の英語学習に対するモチベーションアップにもつなげることができました。

7. 謝辞

本研究において、ご指導してくださった Asep Ridwan 先生、Aditianto Ramelan 先生、並びに研究面のみならず現地生活の手助けをしていただいた Ritzmi さん、Aozora さん、事務室の Salwa さんをはじめとする ITB の学生や関係者の方々、また特に研究に際しましてサポートしていただいた Rizky さんをはじめとする技術者の皆様にも厚く御礼申し上げます。また、このような貴重な機会を与えていただいた佐々木元教授、杉尾健次郎准教授に深く感謝申し上げます。

最後に、海外共同研究プログラムをサポートしてくださいました実行委員会の諸先生方および国際事業担当の皆様にも心から御礼申し上げます。
