

2024年度 新産業創出研究会「研究成果報告書」

「金属粉末射出成形法による純銅製部材製造技術の開発」

〔広島県立総合技術研究所 東部工業技術センター 副部長〕

〔花房 龍男〕

1. はじめに

自動車の電動化や再生可能エネルギーへの需要の高まりによって、世界的な銅需要は年 1.5～2.5%ずつ増加し続けると見込まれている。例えば輸送機器分野においては、従来のガソリン車と比較して EV 車（電気自動車）では約3倍の銅部品が使用されている。しかし、純銅部材は伸展材を切削加工して製造されることが多く、小型部品への対応や複雑形状への対応が困難、歩留低下に起因するコスト高という問題がある。そのため、純銅部品を安価に製造できる技術を開発することは、喫緊の課題である。

金属粉末射出成形(MIM)技術は、ニアネットシェイプでの製造が可能であり、複雑形状の金属部品を少量から製造することができる。しかし、この MIM においては樹脂と金属粉末との混合材料を成形した後、脱樹脂(脱脂)及び焼結する工程が必要となり、高密度化できる製造条件確立が必要である。ステンレス系製品における MIM 製造技術に関しては、概ねその製造技術は確立されており、相対密度 95%以上が達成可能となっている。相対密度 95%以上とは、焼結時に形成される空隙が表面に現出することなく内部に留まるとともに、内部の空隙は独立した円形となることから熱伝導性や強度特性への影響が無視できる。しかし、ステンレス系では、脱脂温度と焼結温度との温度領域に差があるため各工程での条件設定が比較的容易であるが、純銅の場合、脱脂温度と焼結温度との温度差が小さく、脱脂・焼結条件の精密化が必要である。この条件の精密化では、焼結が開始する温度域において樹脂起因の炭素が残留する問題、純銅は酸化しやすく表面及び内部に酸化物が生成され易いため、酸化物を含む内部欠陥が形成される問題があり、これらにより相対密度が低下するため脱脂焼結条件を最適化する課題がある。

そこで本研究では、緻密化と歩留まり向上が期待できる脱脂・焼結一体炉を用いて、MIM 技術による純銅部品製造技術を確立する。

2. 概要

本研究開発は、MIM による純銅製部材の焼結体密度 95%以上を達成することを目指した。純銅の MIM の高密度化に関連する要因パラメータを把握し、脱脂領域及び焼結領域での制御因子の寄与度を把握した。これらのパラメータを基に、機械学習であるベイズ最適化を実施し、高密度化を達成する焼結条件を見出した。

3. 研究成果および今後の課題

3.1 制御因子の抽出

MIM 法においては、混錬～射出成形～脱脂・焼結の過程がある。相対密度に対する制御因子は極めて多い。制御因子の一例を図1に示す。これらの因子について、すべての因子を調査し、因子の寄与度を確認するとともに、その最適条件を見出すのは現実的ではない。そのため、制御因子の候補を基に直交表実験を行い、各因子の寄与率から、最適化する因子を決定した。候補となる制御因子は、製造工程への影響などから脱脂領域及び焼結領域から選定することとした。直交表は、候補となる制御因子数から L9直交表を用いることとし、直交表による実験を相対密度の SN 比で評価し、その後分散分析を行って制御因子の寄与率確認を行った。

L9直交表における実験計画とそのSN比は表1のとおりである。制御因子の候補として、焼結温度、焼結保持時間、脱脂時間、及び溶媒脱脂時間とした。得られたSN比を基に分散分析を行った結果を表2に示す。ここで、寄与率は、全変動に対する各因子の変動の影響割合であり、変動の総和における各因子の変動から誤差変動を減じた値の割合である。一方で、L9 直交表は4因子3水準の割付実験であり誤差列は無い。そこで、4因子の中で分散の最も小さい因子を誤差として扱うことで、因子の変動影響の割

積割合は 82.24 であり、寄与率の高い制御因子を抽出できていることを確認した。

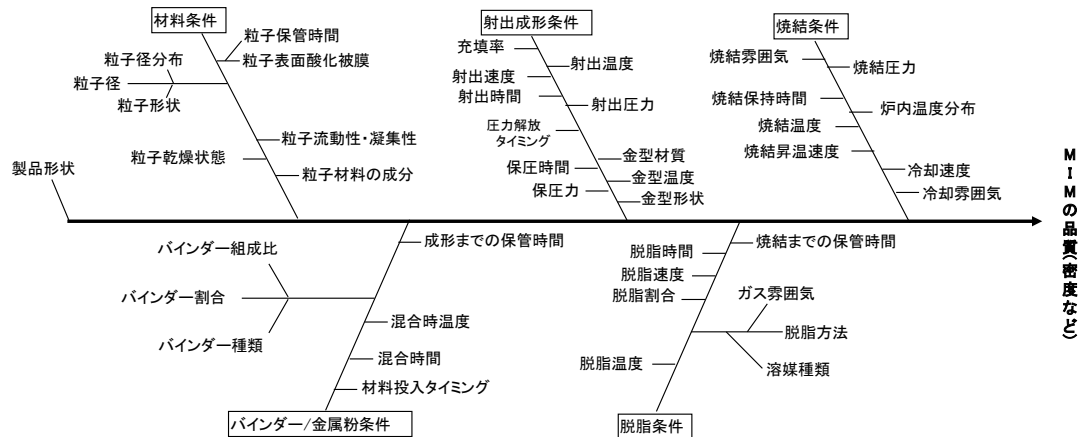


図1 MIM における制御因子の一例

表1 純銅 MIM における L9 直交表による実験計画

実験番号	A:焼結温度	B:焼結保持時間	C:脱脂時間	D:溶媒脱脂時間	SN比
1	低	短	長	短	39.3
2	低	中	中	中	39.1
3	低	長	短	長	38.7
4	中	短	中	長	39.2
5	中	中	短	短	38.4
6	中	長	長	中	38.7
7	高	短	短	中	39.1
8	高	中	長	長	38.6
9	高	長	中	短	38.2
				修正項CF	13562.7

表2 L9直交表における各制御因子の分散分析結果

因子 \ 水準	分散分析			寄与率
	変動	自由度	分散	
A:焼結温度	0.3	2	0.1	17.10
B:焼結保持時間	0.8	2	0.4	54.56
C:脱脂時間	0.1	2	0.0	0.00
D:溶媒脱脂時間	0.2	2	0.1	10.58

3.2 ベイズ最適化とは

ベイズ最適化は、機械学習を用いて目的関数を確率的にモデリングし、最適解を探索する手法である。初期データセットを構築し、ベイズ統計手法を利用して最適解の探索とモデルの更新を逐次的に進める。本手法は、実験を逐次実施し最適条件を求める従来手法と比較して、実験の費用低減や期間短縮が期待できるといった特徴を持つ。さらには、多因子による高次元空間を効率的に探索することが可能で、一度に多因子を最適化することが期待できる。近年では、材料化学での原料比率最適化、金属焼結材料の適正化、工作機械の加工条件最適化といった、複雑な条件探索にも使用されている。

ベイズ最適化の実施フローを図2に示す。初期データセットを基に回帰モデルを構築する。次に、回帰モデルを用いて各因子の取り得る範囲内で獲得関数が最大化する点 X' を推定し、その点 X' での目的関数の出力 Y' を実験により求める。出力 Y' が目標値を超えていない場合、 (X', Y') を新しいデータとしてデータセットに加えて、再び獲得関数を最大化する点 X'' を探索し、実験を行う。これらを繰り返すことにより、最適な解を探索する。本研究においては、モデルにガウス過程回帰モデルを、獲得関数に最大値を更新する幅が大きい候補を選択する EI (Expected Improvement) を用いた。

3.3 ベイズ最適化の実施結果

ベイズ最適化の初期データセットの一部を表3に示す。L9直交表実験で用いた条件を含む 14 条件を初期データセットとした。なお、具体的な数値は秘密保持のために秘する。これらの初期条件を基にガウス過程回帰モデルを構築し、条件範囲に対する獲得関数及びモデルから推定される相対密度の値を出力した。これらを用いて、次の実験点を決定し、実際に脱脂・焼結実験により相対密度を求め、目標値達成の有無を確認した。なお、次の実験(X' 、 X'' ...)を実施する際に、モデルから推定される相対密度が最大となる条件を参考に、追加の実験も行っている。

ベイズ最適化の実施結果を表4に示す。なお、本研究における相対密度は、圧延されたタフピッチ銅をアルキメデス法により密度測定した結果 ($8.55\text{g}/\text{cm}^3$) を基準とした。ベイズ最適化を実施することで、3 回目の出力により目標となる相対密度 95%以上を達成した。また、ベイズ最適化前後の純銅 MIM 焼結体の断面組織写真は図3のとおりであり、酸化及び内部空隙が減少していることが分かる。

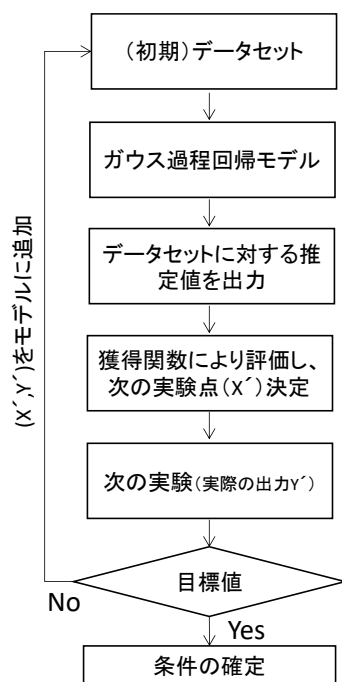


図2 ベイズ最適化の実施フロー

表3 ベイズ最適化における純銅 MIM 初期データセット

	相対密度	溶媒脱脂 時間	昇温脱脂 速度	昇温焼結 速度	焼結温度	焼結時間
No1	88.3	水準1	水準1	水準1	水準1	水準1
No2	86.5	水準2	水準2	水準1	水準1	水準2
No3	82.7	水準3	水準3	水準1	水準1	水準3
No4	89.9	水準3	水準2	水準1	水準1	水準1
No5	80.2	水準1	水準3	水準1	水準2	水準2
No6	82.7	水準2	水準1	水準1	水準2	水準3
〰〰						
No12	85.2	水準1	水準1	水準1	水準2	水準2
No13	83.3	水準3	水準1	水準1	水準3	水準2
No14	76.5	水準3	水準1	水準1	水準2	水準2

表4 純銅 MIM におけるベイズ最適化実施結果

ベイズ最適化による条件提案	溶媒脱脂時間	昇温脱脂速度	昇温焼結速度	焼結温度	焼結時間		相対密度
1回目	水準1	水準1	水準5	水準3	水準4	⇒	84.9
2回目	水準3	水準4	水準6	水準4	水準1	⇒	87.1
3回目	水準2	水準5	水準7	水準5	水準1	⇒	95.7

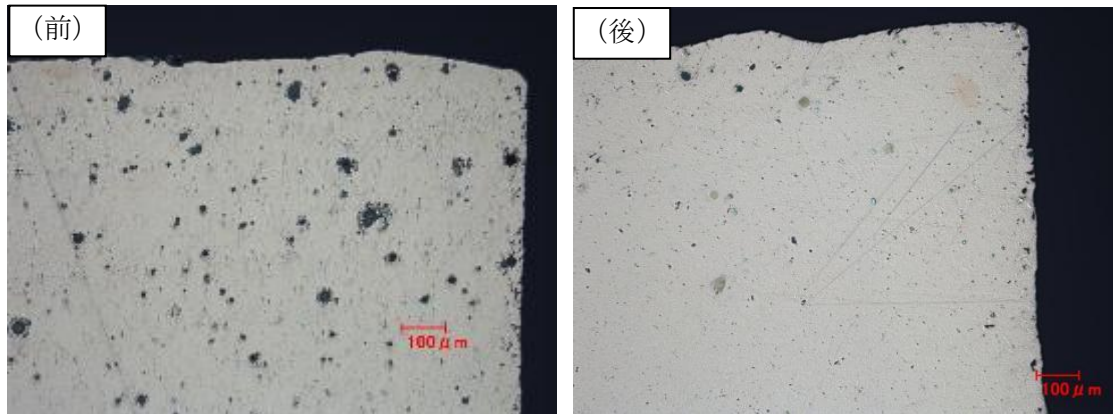


図3 ベイズ最適化実施前後における純銅 MIM 焼結体の断面組織

4. おわりに

本研究では統計的実験及び機械学習を用いて純銅MIMの脱脂・焼結条件の最適化を行った。新規の樹脂と金属の組み合わせであっても、目標となる相対密度を達成する脱脂・焼結条件を比較的短時間で得ることができた。一方で、実際の製造設備への展開においては、使用設備における雰囲気制御の追従性、試験体の大きさによる脱脂・焼結特性の変化など、検証が必要である。次のステージでは、これらの検証とともに、制御因子と焼結体特性との相関解明や、相対密度向上のメカニズム解明が課題である。一方で、本研究においてベイズ最適化のコードを作成できたことで、他の実験系での因子・環境においても同様の実験をトレースし、最適条件を確立可能である。

5. 本研究の今後の計画

現状の制御因子と焼結条件を参画企業にフィードバックし、参画企業における MIM 製品ラインナップの拡充を図る。

6. その他

(1) 出願特許(タイトル・出願番号・発明者・特許権者など)
特になし

(2) 投稿論文(タイトル・学会名等)
特になし

(3) 本研究会の参加企業・団体名
株式会社キャステム