



材料解析プラットフォーム“Material DX”による 材料の構造解析と材料設計指針の導出

矢野 正雄¹, 佐久間 紀次¹, 木下昭人¹, 加藤 晃¹, 庄司 哲也¹

¹トヨタ自動車株式会社 先端材料技術部

キーワード：ハイスループット測定, **Material DX**, 高温 XRD, SAXS, 磁性材料, カーボン材料

1. 測定実施日

2020年7月28日 BL5S2 (1シフト)

2020年9月9日 BL5S2 (1シフト)

2020年9月10日 BL5S2 (2シフト)

2020年11月12日 BL5S2 (1シフト)

2020年11月12日 BL8S3 (1シフト)

2. 概要

企業命題である材料研究開発の加速には、材料の計測と解析をハイスループット化することが求められている。データ解析による計測時間とデータ解析時間の短縮を目指し、データ解析プラットフォーム活用の有用性を実証する。

3. 背景と研究目的

自動車の環境性能向上を目指して車両動力の電動化が進んでいる。この電動化には様々な材料が関連しており、例えば、カーボン材料においてははその多様な用途に応じた高性能化はFC、電池、キャパシタほかの部品、それを使った将来モビリティの高性能化につながる。また、磁性材料においては、磁石の高性能化は、モータの小型化、高トルク化につながる。いずれの材料にも共通して構造と物性の相関を知り、材料設計指針を獲得することが重要である。一方で、AI技術の普及、様々な産業のデジタルトランスフォーメーション(DX)が急速に進む中、素材産業においてもマテリアルインフォマティクス(MI)の普及等、材料開発手法にも大きな変革が起きつつある。しかし、材料の試験評価のデータからMIの実現までには、データの蓄積・整理とデータ解析の間に大きな溝がある。そこで今回各種構造解析データに関して、ハイスループット測定で多くのデータを獲得し、新たに開発した材料解析プラットフォーム“Material DX”を用いて、それらのデータをクラウド上で自動で蓄積・整理をするとともに、機械学習手法を用いた解析を施し、MIサイクルを効率的に回す材料開発を実施した。

4. 実験内容

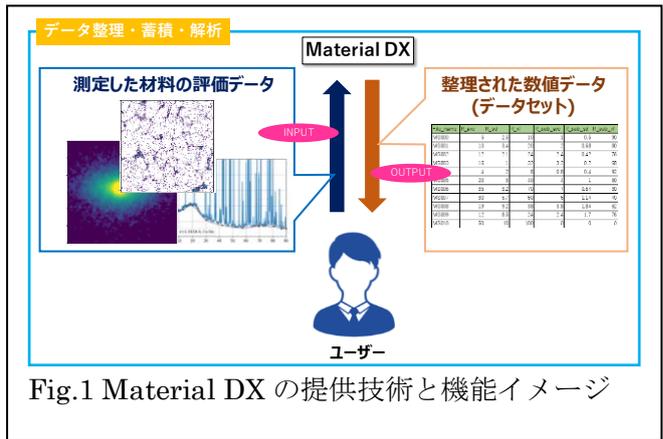
磁性材料、及び、カーボン材料においてBL5S2にて粉末試料での透過XRD、BL8S3にてSAXSを実施した。SAXSでは8.2 keVのX線を用い、二つのカメラ長でおよそ40試料を4時間以内に測定した。磁性材料に関しては希土類磁石であるNd-Fe-B系磁石を題材にし、添加元素を種々変化させたNd-Fe-B系磁石を乳鉢にて100 μ m以下に粉碎し、 ϕ 0.3mmの石英キャピラリーに不活性雰囲気(Ar雰囲気)にて封入し、高温領域(室温~600 $^{\circ}$ C)までの透過XRD測定(入射光20 keV)を実施した。粉末回折の最短露光時間である18秒から、昇温速度を16.7 $^{\circ}$ C/minとすることで、5 $^{\circ}$ C間隔で連続的にデータを取得した。これにより2シフト(1日)で1000点程度のXRDスペクトルを取得することができるハイスループット測定が可能になった。得られたデータに関しては弊社開発のクラウド上でのデータ解析/蓄積システムMaterial DX(Fig.1)を用いて測定データを格子定数等の構造解析データに変換してシステム上へ蓄積を行った後、予め測定した磁気特性結果と紐づけて機械学習を実施した。

5. 結果および考察

今回のビームタイム中に計測したデータはその場で Material DX へアップロードし、予め定めた解析結果が得られた。これにより、追加計測の要否の現場判断や大量データの統計的な解析がビームタイム中に実施できることを確認した。

磁性材料で得られた XRD スペクトル群の 1 例を Fig.2 に示す。正方晶系である Nd-Fe-B 系磁石の (311),(214),(313),(224),(410),(411)面由来のピークを自動抽出し、格子定数を算出した。得られた格子定数と温度の関係を Fig.3 に示す。左図が a 軸の格子定数、右図が c 軸の格子定数である。a 軸に関し

ては昇温とともに、一旦格子定数が減少し、250°C 付近で一旦極大となった後、300°C にかけて再び低下し、300°C を境に再度上昇に転じた。c 軸に関しては基本的に温度とともに格子定数が増加傾向であるが、a 軸と同様に 250°C 付近に極大値を持った。また昇温時と降温時で格子定数の値が異なった。Nd-Fe-B 磁石の a 軸は負の熱膨張係数をもつことで知られているため、キュリー点: T_c (この試料では 300°C 近傍) を境に a 軸が収縮から膨張に転じていることが分かる。250°C 近傍の格子定数の急激な変化に関してはこれまでに報告されたことは無いが、昇温時と降温時で繰り返し性が失われており、ピークの半値幅も降温時に低下していることから、石英キャピラリーに投入する際の微粉化時に歪が導入され、それが 250°C 近傍の温度で解放された可能性が考えられる。



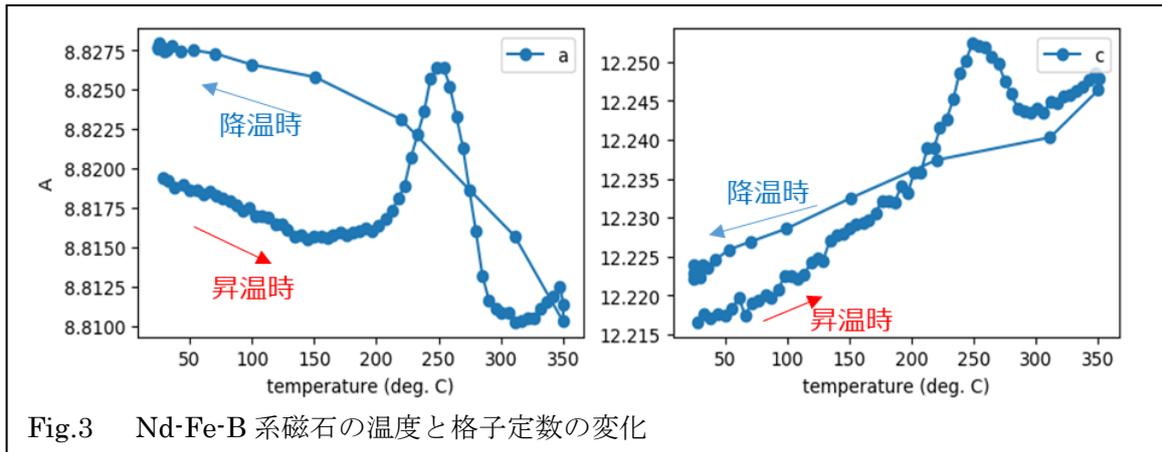


Fig.3 Nd-Fe-B系磁石の温度と格子定数の変化

さらに得られた結晶構造データや組成を記述子、物性値である飽和磁化を目的変数としたデータセットを用いて機械学習を実施した。データセットを学習データとテストデータに分割した後、記述子の2次モデルまでを考慮したLASSOを機械学習モデルとして使用し、5分割公差にて公差検証を実施した。機械学習による飽和磁化の予測値と実測値の関係をFig.4に示す。Fig.4に示すように回帰の決定係数が比較的高い0.9となっており、磁性材料の飽和磁化は組成と結晶構造データを用いておおよそ記述できることが分かる。カラーバーはテストデータのc/a比を示しており、c/a比が大きいくほど飽和磁化の値は小さいことが見て取れる。これは、一般的に飽和磁化は温度とともに減少するが、室温からTc近傍まではa軸方向の格子定数が減少し、c軸方向の格子定数が増加するため、c/a比も温度とともに増加することに対応している。すなわち温度が増加しても飽和磁化が減少しないような磁性材料を創生するには、結晶構造的な観点からc/a比が変化しないか、あるいは、温度とともにc/a比が減少するような材料設計が有効であり、このような指針が今回のハイスループット測定、解析を通して得ることができた。

6. 今後の課題

今回はXRDスペクトルから一旦格子定数などの結晶構造データに変換して解析を実施したが、スペクトル自体のPCA（主成分分析）などの手法を用いた特徴量解析を実施することで、人間の先入観なく物性に影響を及ぼす構造因子をスペクトルデータから直接抽出できることも分かってきている。今後はMaterial DXでのデータ解析精度向上に加えて、様々な活用による汎用性担保を目指し、MIのさらなる深化につなげる。

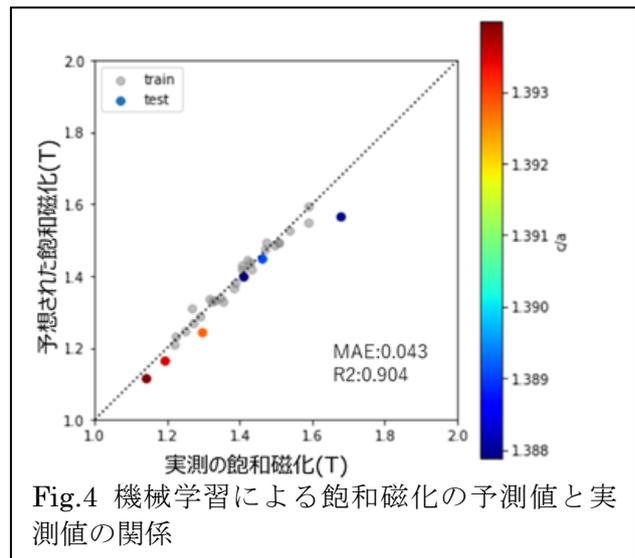


Fig.4 機械学習による飽和磁化の予測値と実測値の関係

7. 謝辞

今回の実験ではハイスループット計測実現に向けて、BL5S2では連続昇降温測定を、BL8S3では多試料チェンジャーによる計測の高速化を実施いただきました。この場を借りてお礼申し上げます。