

研究論文

鋼材の酸化現象と外観特性の相関調査

福岡修^{*1}、杉山信之^{*1}、戸谷晃輔^{*2}、小林弘明^{*3}、鵜飼万里那^{*4}

Correlation Between Oxidation Phenomenon and Appearance Characteristics of Steel Materials

Osamu FUKUOKA^{*1}, Nobuyuki SUGIYAMA^{*1}, Kosuke TOTANI^{*2},
Hiroaki KOBAYASHI^{*3} and Marina UKAI^{*4}

Technical Support Department^{*1*2}, Industrial Research Center^{*3*4}

光学画像のように簡易的に取得できるデータから、工業材料の状態を予測できるようにすることを目的とし、機械学習を用いて鋼材の酸化膜厚や鉄の価数を予測することを試みた。塩水浸漬試験で腐食させたSPCC鋼板について、デジタルマイクロスコープや共焦点顕微鏡を用いて得られた色彩情報や凹凸情報を入力変数とし、蛍光X線分析やX線吸収分光で得られた酸化膜厚やFeの価数を出力変数とし、予測モデルを作成した。結果、酸化膜厚については、人工ニューラルネットワークの手法にて、相関係数0.85以上の良好な予測モデルを作成することができた。

1. はじめに

近年、機械学習の研究分野の発展が目覚ましく、教師無し学習である主成分分析やクラスタリング、教師有り学習である回帰分析など、多岐にわたる解析手法にて機械学習が適用されている。機械学習が適用されることによって、例えば回帰分析については、重回帰分析よりも精度の高い結果が得られる場合が多く、電池材料¹⁾や気象²⁾、医療³⁾など幅広い分野で盛んに応用研究がなされている。

本研究では、機械学習を用いた回帰分析の応用研究として、一般的な鉄鋼材料を用いて、その表面の酸化状態を光学画像の様な簡易的な情報から予測できないか検討した。通常、材料表面の化学的な状態を調べるために、X線光電子分光やX線吸収分光といった分光分析が必要であり、これらの分析手法は試料調製や分析にかかる時間、スキルの面で簡易的にできるような内容とは言い難い。しかし、もしデジタルマイクロスコープで観察した画像から予測することができれば、非常に迅速で簡易的な手法になり得る。

2. 実験方法

2.1 サンプル作製

本研究では、一般的な鉄鋼材料としてSPCC(冷間圧延)鋼板を用いた。鉄の酸化状態を得るために、0.8mm厚のSPCC鋼板を用いて、10%濃度の塩水に2日から2週間程度浸漬させ、表面の酸化を促進し、様々な色合い

に変色した箇所を観測点とした。図1に試験前後のサンプル写真を示す。

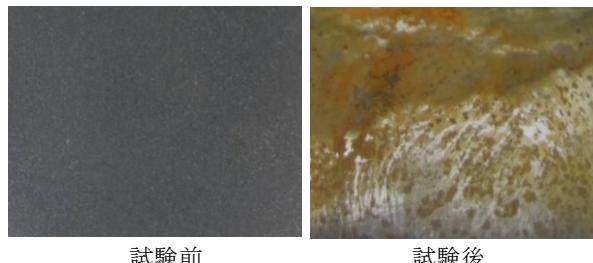


図1 塩水浸漬試験前後のSPCC鋼板写真
(横20mm×縦15mm)

2.2 機械学習用データ取得

本研究では、機械学習の入力変数として、色彩情報と凹凸情報を選択した。色彩情報としては、色相、明度、彩度の3種、凹凸情報としては、平均高さ、最大高低差、平坦度の3種を入力変数とした。

一方、表面の酸化状態を示す指標として、酸化膜厚とFeの価数を選択し、機械学習にて作成した予測モデルによって、これらを出力変数として予測することを目的とした。表1にそれら各変数をまとめたものを示す。

入力変数として設定した色相、明度、彩度、平均高さ、最大高低差、平坦度といった特性を得るために、まず色相、明度、彩度については、デジタルマイクロスコープ(ライカ製DVM6)にて画像を取得し、画像解析ソフトウェアであるImageJ⁴⁾を用いて色差情報の変換を行い実施

*1 技術支援部 シンクロトロン光活用推進室 *2 技術支援部 シンクロトロン光活用推進室(現あいちシンクロトロン光センター) *3 産業技術センター 金属材料室(現三河繊維技術センター) *4 産業技術センター 金属材料室

表 1 予測モデル作成に使用した各変数

入力変数		出力変数
色彩情報	色相 明度 彩度	酸化膜厚[nm] Fe の価数
凹凸情報	平均高さ[nm] 最大高低差[nm] 平坦度	

した。さらに、平均高さ、最大高低差、平坦度については、共焦点顕微鏡(ライカ製 DCM8)を用いてトポグラフィー像を取得したのち、ISO25178 に従って各特性を取得した。**図 2、3** に得られた像の例を示す。



図 2 塩水浸漬試験後のデジタルマイクロスコープ像
(横 0.84mm × 縦 0.63mm)

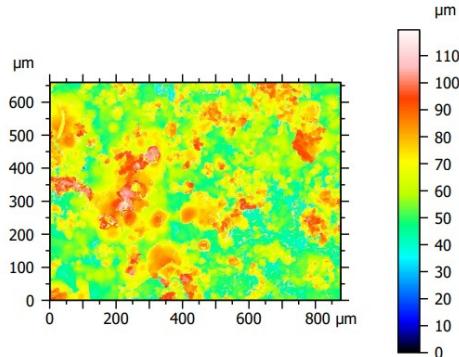


図 3 共焦点顕微鏡で得られたトポグラフィー像
(横 0.88mm × 縦 0.66mm)

出力変数として設定した酸化膜厚については、微小部蛍光 X 線分析装置(ブルカー製 M4 Tornado plus)を用いて、得られた O K α 線強度から算出した。算出方法としては、あらかじめ選んだ 6 点のサンプルについて、X 線光電子分析装置(XPS : アルバック・ファイ製 PHI5000 VersaProbe II)を用いて深さ方向分析を行い、O1s スペクトル強度のプロファイルから換算した膜厚と微小部蛍光 X 線分析で得られた O K α 線強度を対応させた検量線(**図 4**)を用いて計算した。

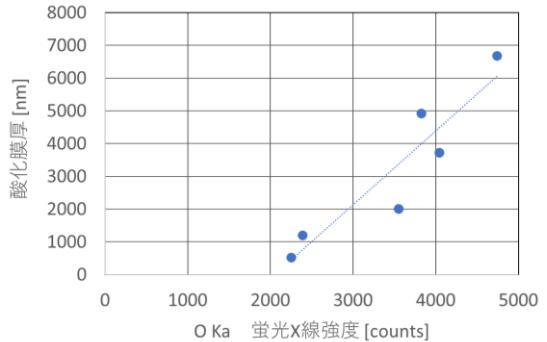


図 4 微小部蛍光 X 線分析で得られた O K α 線強度と XPS 深さ方向分析から得られた酸化膜厚の相関

もう一つの出力変数である Fe の価数については、あいちシンクロトロン光センターのビームライン BL5S1 を利用して、X 線吸収分光法で評価した。転換電子収量法にて Fe の K 吸収端を測定し、得られたスペクトルと Fe, FeO, Fe₃O₄, Fe(OH)₃, Fe₂O₃ の参照物質スペクトルから解析ソフトウェアである Athena を用いて線形和解析を実施し、得られた各参照物質の存在比率から価数の平均値を算出した。尚、各参照物質の Fe の価数については、FeO は 2 価、Fe₃O₄ は 2 価および 3 価、Fe(OH)₃ は 3 価、Fe₂O₃ は 3 価を示す。サンプルから得られたスペクトルの例と各参照物質スペクトルを**図 5** に示す。

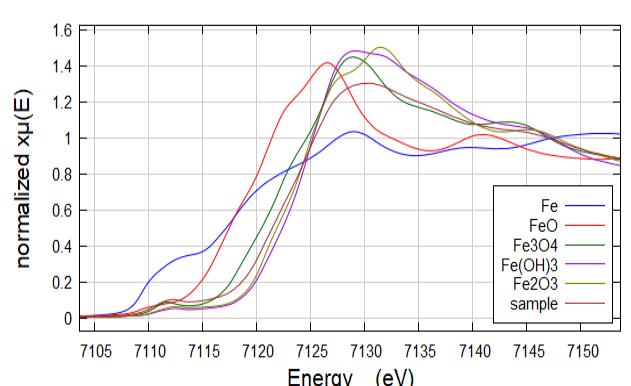


図 5 サンプルと各参照物質の Fe K 吸収端スペクトル

各観測の領域は、各分析手法でおおよそ統一し、横 0.8 ~ 0.9mm × 縦 0.5 ~ 0.6mm とし、計 420 点実施し、得られたデータを機械学習に取り入れた。

2.3 機械学習モデル

本研究では、予測モデルの作成手法として、人工ニューラルネットワーク(ANN)と決定木の勾配ブースティングアルゴリズム(XGBoost)を用いた。尚、両手法は機械学習プラットフォームである shinyMIPHA を用いて実施した。ANN は、入力変数と出力変数の間に、両変

数に依存する隠れ値を複数設定し、この隠れ値に対する重み付けの最適化によって両変数の相関を得る手法である。また、XGBoost は決定木といわれる、変数群を複数分類して回帰分析を行った結果に対して、重み付けを行い、実験値と予測値の差分を減らしていく手法となる。

3. 実験結果

得られたデータを用いて、ANN、XGBoost による予測モデルの作成を行った。全データの 9 割を訓練データに用いて予測モデルを作成し、残りの 1 割のデータをテストデータとして用いて予測を実施した。**図 6~9** に、各モデルと各出力変数に関して、観測データに対する予測結果をプロットした(y-y プロット)を示す。尚、y-y プロットは予測モデル作成時に使用した訓練データと予測モデル利用時に使用したテストデータに分けて示した。図中の coefficient や CC は相関係数を示す。

まず、ANN で作成した酸化膜厚の予測モデル(図 6)は、訓練データの相関係数は 0.89、テストデータの相関係数は 0.86 となり、比較的良好な予測モデルが作成できていることが分かった。尚、同データを用いて重回帰分析を行った際、相関係数 0.77 であったことから、線形に重み付けを行う方法よりも機械学習の方が予測精度の高いモデルが作成できていることが分かった。従って、簡易的な光学画像と作成した予測モデルによって、酸化膜厚を精度よく予測できることが示唆された。

作成した図 6 のモデルに対して、入力変数の影響を調べるために、各入力変数の感度調査を行った結果を**表 2** に示す。感度は、色相、彩度、明度、最大高低差、平坦度、平均高さの順に高く、主に色彩情報に関する変数が支配的な要因になっていることが分かった。従って、デジタルマイクロスコープやカメラで取得できる光学画像から酸化膜厚の予測ができる可能性が示唆された。

図 6 の縦軸において、テストデータの予測値 -1.5、0、+1.5 を示したときのデジタルマイクロスコープ像を**図 10** に示す。予測値が大きくなるにつれて、表面の色合いが黒くなり、酸化が進行しているような傾向が見られていることから、画像と予測結果がある程度対応していることが確認できた。

一方、図 7 に示すように Fe の価数の予測モデル作成結果については、訓練データの相関係数は 0.75、テストデータの相関係数は 0.39 となり、精度の高いモデルが作成されていないことが分かった。今回選択した入力変数(光学画像)だけでは十分に Fe の価数を反映していないと考えられ、さらに補足的なデータが必要になると考えられる。

XGBoost を用いて作成した酸化膜厚(図 8)および Fe

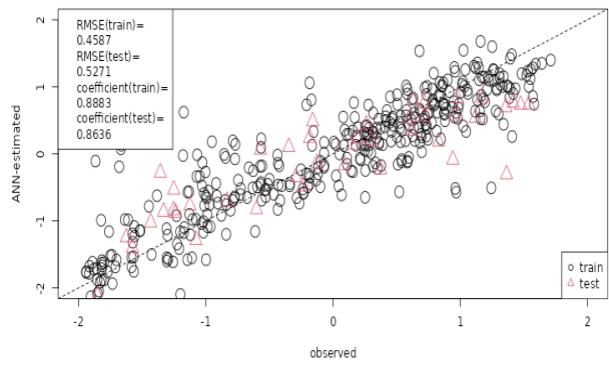


図 6 ANN による酸化膜厚の予測モデルとテスト結果
(○：訓練データ、△：テストデータ)

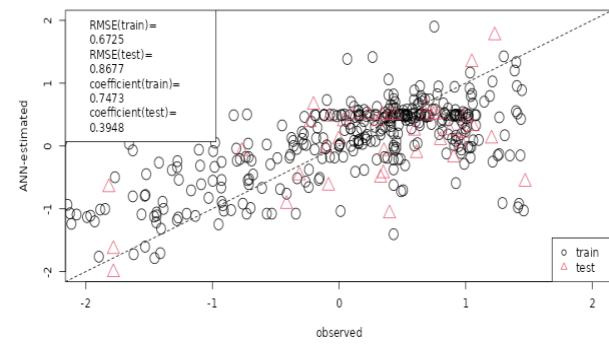


図 7 ANN による Fe の価数の予測モデルとテスト結果
(○：訓練データ、△：テストデータ)

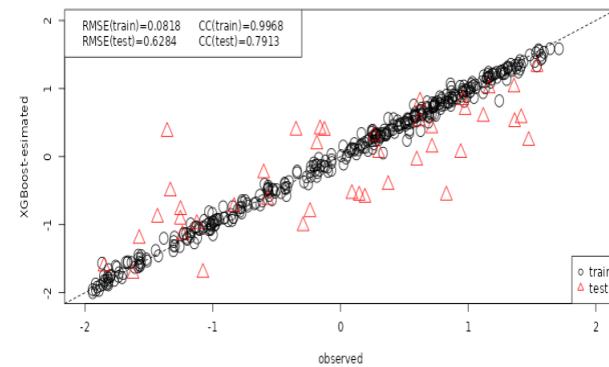


図 8 XGBoost による酸化膜厚の予測モデルとテスト結果(○：訓練データ、△：テストデータ)

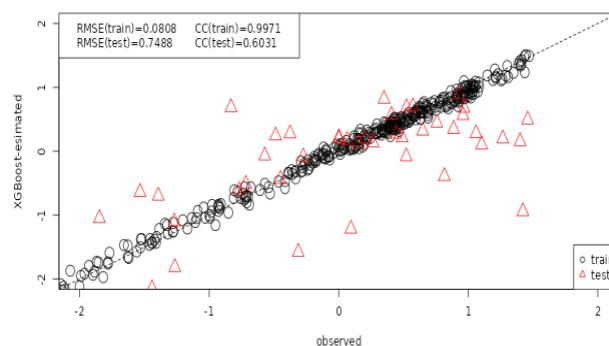


図 9 XGBoost による Fe 価数の予測モデルとテスト結果(○：訓練データ、△：テストデータ)

表2 図5のモデルに対する各入力変数の感度

入力変数	感度
色相	5.11
明度	2.82
彩度	2.27
平均高さ	1.24
最大高低差	2.07
平坦度	1.39

予測値-1.5



予測値 0



予測値+1.5

**図10** 図6の縦軸において、テストデータで各予測値を示したサンプルのデジタルマイクロスコープ像(横 0.84mm×縦 0.63mm)

の値数(図9)の予測モデルについては、どちらも訓練データに対して相関係数の高いモデルが作成できたものの、テストデータに対しては相関係数が低い結果となった。この原因については、予測モデルの作成時に訓練データに合わせ込み過ぎたために、いわゆる過学習が発生したために汎用性が低下し、テストデータの予測精度が低くなったと考えられる。今後予測モデル作成時のパラメータの調整によって精度が改善するかどうかを検討する必要がある。

4. 結び

光学画像のデータから工業材料の状態を予測すること

が、迅速で簡易的な判別手法として確立するために、機械学習を用いて予測モデルの作成を行った。

研究材料として、塩水浸漬試験後のSPCC鋼板の酸化状態の評価を行った。色相、明度、彩度(色彩情報)、平均高さ、最大高低差、平坦度(凹凸情報)を入力変数とし、酸化膜厚、Feの値数を出力変数とした。学習方法としては、ANNおよびXGBoostを用いて回帰分析により予測モデルの作成を行った。

結果、ANNについては、酸化膜厚に関する比較的精度の高い予測モデルを作成することができ、さらに、感度の調査を行った結果、凹凸情報よりも色彩情報の影響が強いことが分かった。Feの値数は相関係数が高いモデルを作成することができなかった。また、XGBoostについては、酸化膜厚、Feの値数両者で過学習と思われる現象が見られ、良好なモデルが作成できなかった。

謝辞

本研究の実施にあたり、XAFS分析手法の相談および実験にご協力をいただきましたあいちシンクロトロン光センター ビームライン担当者の廣友様、野本様に深く感謝申し上げます。

付記

本研究の中で、機械学習の実施については、株式会社新興精機製の機械学習プラットフォームであるshinyMIPHAを利用した。

文献

- 1) Chaoufi Imane, Zaghrat Fatiha, Benehmme Asma, Abdelkhalek Othmane, Gasbaoui Brahim: *Przeglad elektrotechniczny, ISSN, 0033*, 100(2024)
- 2) Meera Narvekar, Priyanca Fargose: *International Journal of Computer Applications, 0975*, 121(2015)
- 3) Subrato Bharati, Prajoy Podder, M.Rubaiyat Hossain Mondal: *Artificial Neural Based Breast Cancer Screening, 125*, 12(2020)
- 4) Rasband, W.S., ImageJ, U.S.: *National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA*, (1997)