

令和 4 年 6 月 7 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19H02473

研究課題名(和文) 移動する異相界面への溶質元素偏析が引き起こす非平衡成長の全容解明

研究課題名(英文) Non-equilibrium growth behavior of interface migrated with solute segregation

研究代表者

宮本 吾郎 (Miyamoto, Goro)

東北大学・金属材料研究所・准教授

研究者番号：60451621

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,200,000円

研究成果の概要(和文)：鉄鋼材料の熱処理中に発現する相変態組織を制御するため、異相界面移動に及ぼす Mo, Mn, Ni 添加の影響を調査した。その結果、Mo は界面に偏析して界面移動に大きなエネルギーを消費するが、移動速度が小さな場合には影響が消失する。一方、Mn は界面移動速度に関わらずエネルギー消費が大きく、遅い界面移動速度でも界面移動を抑制する。また、これらのエネルギー消費を引き起こす界面近傍のナノスケールの元素濃化を捉え、界面性格によって濃化挙動が大きく異なることを明らかとした。さらに、これらの元素の振る舞いを定量的に予測するモデルの構築ならびに各物性パラメータの決定方法を明確にすることができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究で明らかになった添加元素と異相界面の相互作用の定量的な理解は、鉄鋼材料を始めとする構造用金属材料の高機能化に資するものであると同時に、少ない添加元素で効率的に相変態挙動を制御することができるようになるため、省資源化にも貢献することが期待される。また、異相界面における添加元素の振る舞いが明確になったことから、これまで想像するしかなかった界面における精緻な元素活用を可能にするものである。

研究成果の概要(英文)：In order to control the phase transformation microstructure that develops during heat treatment of steels, the effects of Mo, Mn, and Ni additions on the interfacial migration of interphase boundary were investigated. Mo segregates at the interface and consumes a large amount of energy for interfacial migration, but the effect disappears when the migration velocity is small. On the other hand, Mn consumes a large amount of energy regardless of the interfacial migration velocity and suppresses interfacial migration even at slow interfacial migration velocities. Furthermore, 3DAP analyses reveal the nanoscale elemental enrichment near the interface that causes these energy consumption and it was found that the enrichment behavior differs greatly depending on the interfacial character. A model was developed to quantitatively predict these elements behavior, and a parameterization method was proposed for each interface parameter.

Translated with www.DeepL.com/Translator (free version)

研究分野：金属材料組織学

キーワード：相変態 エネルギー散逸 ソリユートドラッグ 偏析 三次元アトムプローブ 界面整合性

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

鉄鋼材料を始めとする金属材料では、元素添加や処理条件を最適化して相変態組織を作りこむことで多様な特性を発現させている。現代社会が金属材料に求めるより高度な特性を実現するためには、添加元素の役割の定量的理解に基づく精緻な組織制御法を確立することが不可欠である。

異相界面移動において残された課題は、異相界面の平衡状態からのずれの本質的な理解である。異相界面成長における溶質元素の最も単純な取り扱い、平衡組成の生成相と母相が接するとする局所平衡近似であり、界面移動のモデリングで広く使われている。一方、現実には、結晶粒界へ溶質元素が偏析するように、異相界面へも溶質元素が偏析して、引きずり効果(SDE: Solute Drag Effect)により界面移動は遅延される。これは、異相界面内部における溶質元素の拡散に変態駆動力の一部が消費され、界面組成が局所平衡からずれるためである。鉄鋼材料ではSDEを利用して、界面偏析しやすい元素の微量添加により高温変態を遅延させて、高強度の低温変態組織を得ており、異相界面における溶質元素偏析の定量的な理解は省元素や材料の高機能化に直結する工業的にも重要な課題である。

そこで、本応募課題では系統的な実験により異相界面移動に関する種々のパラメータを実測することで、移動する異相界面と溶質元素の相互作用を定量的に解明する。

2. 研究の目的

本研究の目的は以下の二点である。

移動する異相界面と溶質元素の相互作用に関する種々の因子(整合性、溶質元素の偏析エネルギー、偏析幅、界面拡散係数)の定量測定法の確立

Fe-X-C合金(X:Mn, Mo, Ni)での高温相() 低温相()変態における溶質元素偏析挙動解明

3. 研究の方法

EBSD測定と組織再構築法を組み合わせることにより、 / 間の結晶方位関係を定量測定し、同一界面においてFE-EPMAによる炭素濃度を測定した上で、FIBを用いたマイクロサンプリング法により作製した試料に対して三次元アトムプローブ測定することにより溶質偏析量の定量評価を行った。

Fe-(Mn, Ni, Mo)-C合金ならびに比較材としてのFe-C合金を / 化後に種々の条件で等温変態させて急冷し、部分的に / が生成した組織を作製した。本熱処理材に対して、 / で構築した手法を用いて移動する / 界面における整合性とエネルギー散逸、溶質偏析量を定量評価した。

4. 研究成果

初めに鉄鋼材料における最も一般的かつ重要な元素であるMn添加の影響を調査した。図1に種々の保持時間で変態させた試料における / 界面の3DAP測定により得られたMn分布を示す。これを見ると、K-S関係のない界面では短時間からMnの濃化が見られ、保持時間が長くなり界面移動速度が低下するにつれ / 中にMnが分配し、長時間保持ほどその厚みを増す。一方、K-S関係のない界面では短時間ではMn濃化は見られず、長時間保持では分配が生じていることが分かる。同様の解析をMo, Ni添加材でも行った結果、MoはK-S関係のない界面への濃化のみが生じ、K-S関係の有無に関わらず分配は見られない。一方、NiはK-S関係のない界面においても濃化が生じないことが明らかとなり、添加元素によって / 界面との相互作用は大きく異なることを明確にした。

3DAP測定した界面においてFE-EPMAを用いて界面炭素濃度を測定し、エネルギー散逸を評価した。各合金で評価したエネルギー散逸を / 界面の移動速度に対して図2にまとめる。Mo添加材(図2(a))では、エネルギー散逸は、界面移動速度が低下するほど単調に減少し、低速では0に漸近することが分かる。また、Mo添加材におけるエネルギー散逸は、非分配局所平衡(NPLE)モデルから予想

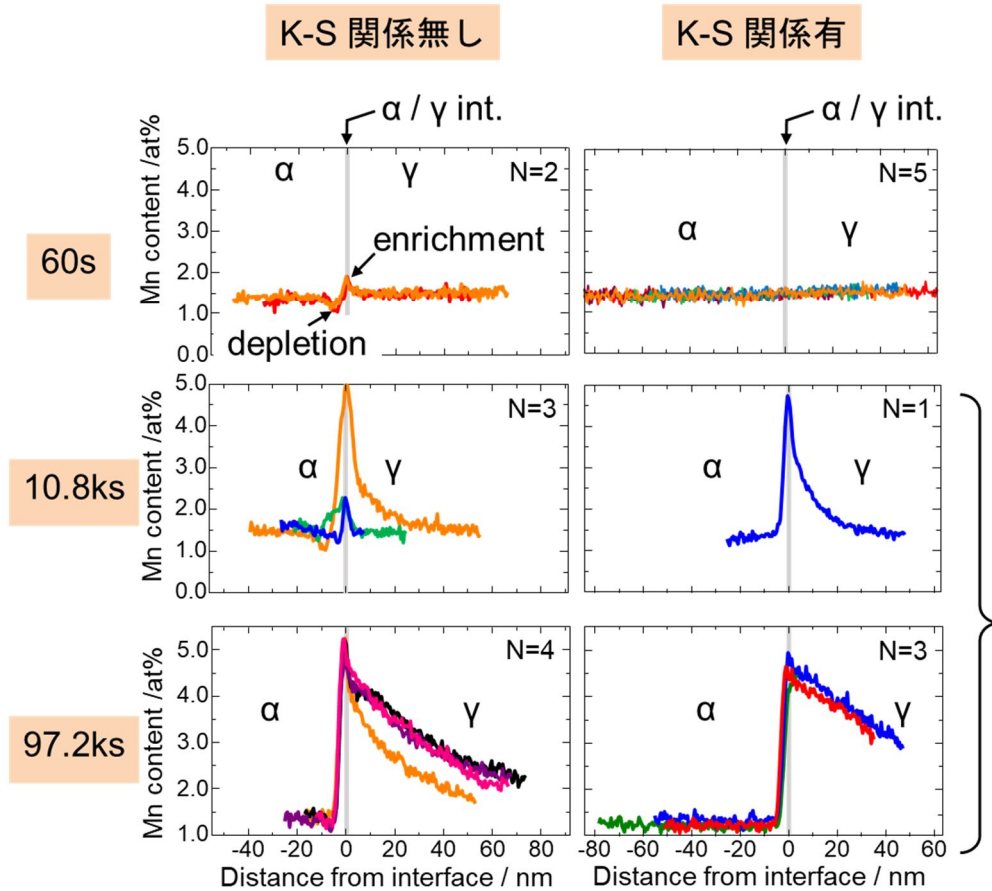


図1 700 で変態させた Fe-1.5Mn-0.11C 合金の α/γ 界面における Mn 分布に及ぼす保持時間並びに界面性格の影響

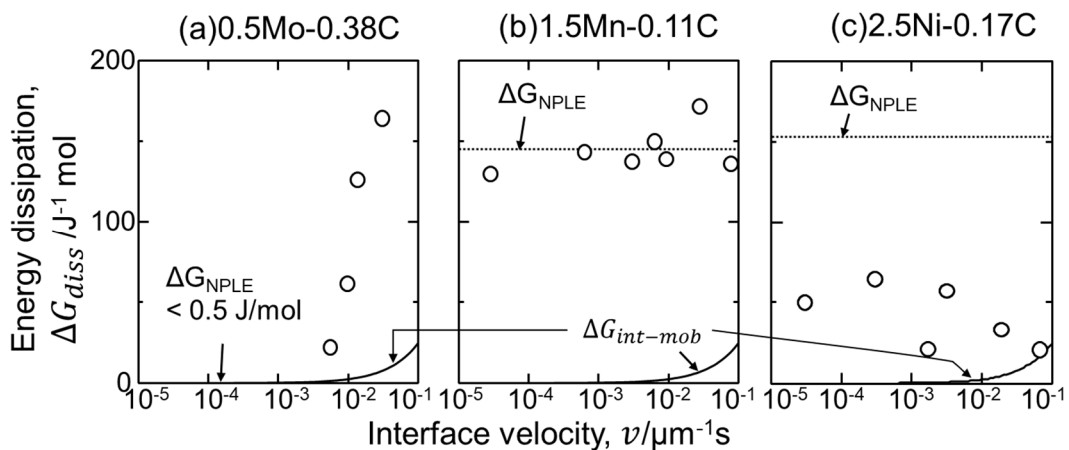


図2 各合金で測定した界面速度とエネルギー散逸の関係,

(a) Fe-0.5Mo-0.38C, (b) Fe-1.5Mn-0.11C, (c) Fe-2.5Ni-0.17C

されるスパイク生成に消費されるエネルギー (G_{NPLE}) を大きく上回る。一方, 図 2(b) に示すように Mn 添加材の場合には, 観察されたエネルギー散逸は界面移動速度に依存せずほぼ一定であり, その値は G_{NPLE} とよく一致する。しかしながら, Ni 添加材では界面移動速度に関わらず, エネルギー散逸は G_{NPLE} を大きく下回る。これらの結果は, 3DAP 測定においてとらえられた界面における元素濃縮傾向と一致するものである。また, 実測したエネルギー散逸の大きさは添加元素による成長抑制効果と対応しており, 焼入れ性に及ぼす添加元素の影響と整合するものである。

これらの元素による違いをモデル化するために, 定常ソリュートドラッグモデルによりエネルギー散逸

の速度依存性を評価した。とにおける各元素のポテンシャル差を ThermoCalc によって評価し、界面拡散係数は母相の値を用いた。最も重要なパラメータは各元素と / 界面における相互作用(偏析エネルギー)であるが、界面をやとは異なる熱力学的性質を持つ界面相として捉え、液相で近似することで偏析エネルギーを評価した。図3にソリュートドラッグモデルにより評価したエネルギー散逸と実験値の比較を示す。本計算では、フィッティングパラメータは界面厚さのみであり、3合金で共通した値を用いているが、計算値と実験値はよく一致していることが分かる。これらの知見は、粒界液相モデルが異相界面にも適用できることを示すものであり、種々の添加元素が相変態 kinetics に及ぼす影響を予測することが可能になる重要な成果である。

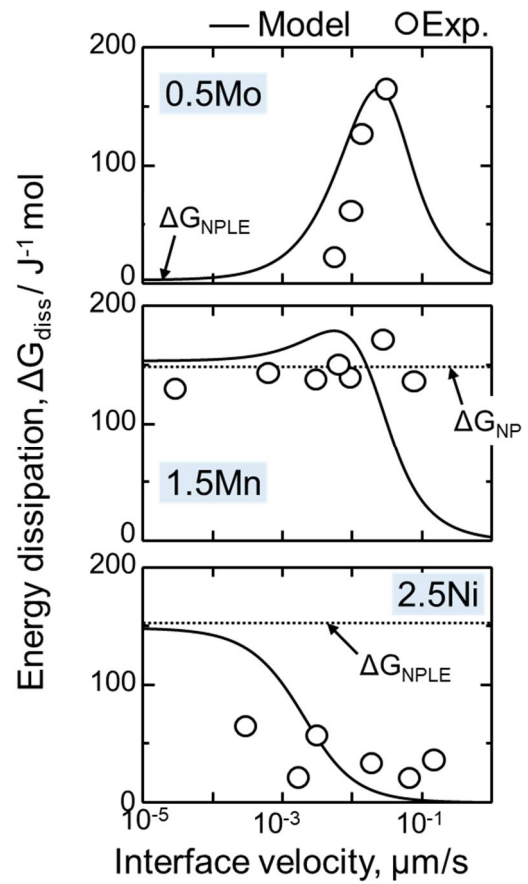


図3 エネルギー散逸と界面移動速度の実験とモデル計算の比較

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件（うち査読付論文 7件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Goro Miyamoto, Kentaro Yokoyama, Tadashi Furuharaa	4. 巻 177
2. 論文標題 Quantitative analysis of Mo solute drag effect on ferrite and bainite transformations in Fe-0.4C-0.5Mo alloy	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 187-197
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2019.07.040	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Chandiran Elango, Kamikawa Naoya, Sato Yu, Miyamoto Goro, Furuhara Tadashi	4. 巻 52
2. 論文標題 Improvement of Strength-Ductility Balance by the Simultaneous Increase in Ferrite and Martensite Strength in Dual-Phase Steels	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Metallurgical and Materials Transactions A	6. 最初と最後の頁 5394 ~ 5408
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s11661-021-06477-1	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Dong Haokai, Zhang Yongjie, Miyamoto Goro, Inomoto Masahiro, Chen Hao, Yang Zhigang, Furuhara Tadashi	4. 巻 215
2. 論文標題 Unraveling the effects of Nb interface segregation on ferrite transformation kinetics in low carbon steels	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 117081 ~ 117081
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2021.117081	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Wang Zhenqiang, Zhang Yongjie, Miyamoto Goro, Furuhara Tadashi	4. 巻 198
2. 論文標題 Formation of abnormal nodular ferrite with interphase precipitation in a vanadium microalloyed low carbon steel	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 113823 ~ 113823
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2021.113823	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Zhang Yongjie, Miyamoto Goro, Shinbo Kunio, Furuhashi Tadashi	4. 巻 51
2. 論文標題 Comparative Study of VC, NbC, and TiC Interphase Precipitation in Microalloyed Low-carbon Steels	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Metallurgical and Materials Transactions A	6. 最初と最後の頁 6149 ~ 6158
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s11661-020-06001-x	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Miyamoto Goro, Furuhashi Tadashi	4. 巻 60
2. 論文標題 Interaction of Alloying Elements with Migrating Ferrite/Austenite Interface	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 2942 ~ 2953
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-216	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Dong Haokai, Zhang Yongjie, Miyamoto Goro, Chen Hao, Yang Zhigang, Furuhashi Tadashi	4. 巻 188
2. 論文標題 A comparative study on intrinsic mobility of incoherent and semicoherent interfaces during the austenite to ferrite transformation	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 59 ~ 63
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2020.07.007	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計3件 (うち招待講演 1件 / うち国際学会 2件)

1. 発表者名 宮本吾郎・原田智樹・古原忠
2. 発表標題 Segregation and local partitioning of Mn in ferrite / austenite interface
3. 学会等名 第179回春季講演大会東工大
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Goro Miyamoto, Kentaro Yokoyama, Tadashi Furuhara
2. 発表標題 3DAP Analysis of Solute Segregation at Ferrite or Bainite / Austenite Interface
3. 学会等名 PRICM10 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Goro Miyamoto, Tadashi Furuhara
2. 発表標題 Quantitative analysis of heterogeneous solute segregation at austenite grain boundary or austenite / ferrite interphase boundaries ~ three dimensional atom probe analysis complemented with austenite reconstruction method ~
3. 学会等名 MS&T2019 (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------