

ミクロ組織形成とデータ科学

Microstructure Formation and Data Science

林 宏 太 郎* 筒 井 和 政
Koutarou HAYASHI Kazumasa TSUTSUI

抄 録

3元系 Fe-C-Mn 合金および 4元系 Fe-C-Si-Mn 合金のミクロ組織形成過程を明らかにするために、データ科学の様々な方法を用い、それらの元素濃度マッピングデータのパターンを解析した。Fe-C-Mn 合金におけるミクロ組織のパターンは各元素濃度のヒストグラム、さらには、元素濃度間の散布図により解析された。特に、その散布図と等温断面状態図の比較により、二相組織形成過程の平衡条件が推定された。Fe-0.20%C-1.5%Si-1.5%Mn 合金における元素濃度マッピングデータの主成分分析により、二相組織形成過程のパターンが主成分により表現された。このパターンを理解するためには、計算科学と組織形成理論の知識が必要であった。

Abstract

The patterns were analyzed based on the element concentration mapping data to clarify the microstructure formation of ternary Fe-C-Mn alloys and quaternary Fe-C-Si-Mn alloys using various data science techniques. Microstructural patterns in Fe-C-Mn alloys were analyzed by histograms of each element concentration and scatter plots among element concentrations. In particular, the equilibrium conditions of the two-phase microstructure formation were estimated by comparing the scatter plots with the isothermal cross-sections of phase equilibrium. Principal component analysis of element concentration mapping data in Fe-0.20%C-1.5%Si-1.5%Mn alloys shows that the patterns of the two-phase microstructure formation can be expressed by principal components. Knowledge of computational science and microstructure formation theory was required to understand this pattern.

1. 緒 言

鉄鋼の材料科学においては、化学組成、熱処理、特性に加えて、ミクロ組織が研究の主要な視点になる。特に、ミクロ組織は強度などの様々な特性に影響するので¹⁻³⁾、鉄鋼のミクロ組織形成に関する研究は常に注目され、大きな学術発展を遂げている⁴⁻⁶⁾。一方、鉄鋼材料のミクロ組織は不均一であるので、そのパターン認識と解釈は難しい。複雑なパターンを解明するために、機械学習などを活用するデータ科学が様々な産業で普及している⁷⁾。

材料科学へのデータ科学の応用として、マテリアルズ・インフォマティクスが注目されている⁸⁻¹¹⁾。ミクロ組織形成の研究におけるデータ科学の役割を図1に示す。従来の材料科学は、実験科学、計算科学、理論科学の3要素により構成されていた。データ科学が新たに導入され、材料科

学がさらに進歩した⁹⁾。ミクロ組織形成の研究においても、元素分析や組織解析などの実験科学¹²⁻¹⁵⁾、CALPHAD (CALculation of PHase Diagram) に代表される計算科学¹⁶⁾、

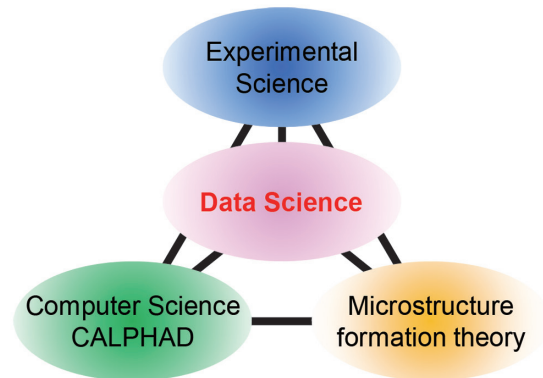


図1 ミクロ組織形成の研究におけるデータ科学
Data science in microstructural formation research field

* 先端技術研究所 解析科学研究部 材料構造解析研究室 研究第一課 主幹研究員 博士(工学) 兵庫県尼崎市扶桑町1-8 〒660-0891

表1 材料データの解析に利用する機械学習モデル
Machine learning models in the analysis of materials data

Approach	Algorithm
Supervised learning	Classification
	Regression
Unsupervised learning	Clustering
	Dimensionality reduction

析出や相変態などの組織形成理論¹⁷⁾、それら3要素とデータ科学の結合、融合を考えなければならない。3章以降で述べるように、元素分析の実験データを記述統計により解析し、データの相関関係を熱力学平衡計算により考察し、マイクロ組織形成過程を洞察する、このような一連の積み重ねが材料科学におけるデータ科学の進展になる^{18,19)}。しかし、マテリアルズ・インフォマティクスは黎明期であるので、そのようなデータ科学の研究は少ない。

実験科学はデータを生成する役割を担い、機械特性に加えて、FE-EPMA (Field Emission Electron Probe MicroAnalysis) による元素濃度マッピングなどの実験データも取得される。このデータからマイクロ組織形成過程のパターンを抽出するために、様々なデータ解析が必要になる。

材料データの解析に利用する機械学習モデルの概要を表1に示す²⁰⁾。機械学習モデルの方法は教師あり学習と教師なし学習に大別される。さらに、種々の目的を達成するためのアルゴリズムが開発されている。第1は教師あり学習の分類であり、鉄鋼材料のマイクロ組織が解析される²¹⁻²⁵⁾。第2は教師あり学習の回帰であり、マルテンサイト変態開始温度やオーステナイト変態完了温度が予測される^{26,27)}。第3は教師なし学習のクラスタリングであり、それを利用した顕微鏡像のセグメンテーションが開発されている²⁸⁾。第4は教師なし学習の次元削減であり、マイクロ組織の高次元情報が主成分分析により圧縮され、可視化される²⁹⁾。

本研究では、合金の化学組成とマイクロ組織が異なる3種類の試料を作製した。第1の試料は長時間熱処理した3元系 Fe-0.3%C-0.5%Mn 合金であり、その組織は平衡状態に近いと考えられる。第2の試料は短時間熱処理した3元系 Fe-0.1%C-2.0%Mn 合金であり、その組織は非平衡状態である。第3の試料は非平衡状態の4元系 Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn 合金である。それぞれの元素濃度マッピングデータをデータ科学の種々の方法により解析し、各データのパターンを明らかにし、マイクロ組織形成過程をそのパターンより考察した。特に、4元系 Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn 合金においては、次元削減によるデータ可視化も検討した。このように、データ科学の見方を導入し、マイクロ組織形成過程の潜在的特徴、すなわち、パターンを元素マッピングデータより洞察した。

2. 実験方法

高純度試料を用い、真空溶解により3種類の試料合金を

表2 試料合金の化学組成
Chemical composition of the alloy studied

Alloy	(mass%)		
	C	Si	Mn
Fe-0.3%C-0.5%Mn	0.29	< 0.01	0.5
Fe-0.1%C-2.0%Mn	0.10	< 0.01	2.0
Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn	0.20	1.5	1.5

溶製した。試料合金の化学組成を表2に示す。熱間圧延用スラブの加工熱処理により、厚さ3.5mmの熱延板を作製した。機械研削により熱延板のスケールを除去した後、その熱延板を冷間圧延し、厚さ1.2mmの冷延板とした。

3種合金の冷延板をそれぞれ、後述する条件で熱処理し、試料を作製した。試料断面をアルミナでバフ研磨し、ナイターで腐食した。腐食した断面のマイクロ組織を走査型電子顕微鏡で観察した。試料の元素分布を測定するために、FE-EPMAを用いた。標準試料を用い、C濃度、Si濃度、Mn濃度を決定した。加速電圧、照射電流、プローブ径、測定間隔はそれぞれ、15kV、 1.0×10^{-7} A、 $0.1 \mu\text{m}$ 、 $0.2 \mu\text{m}$ であった。

材料のデータ解析においては、データ解析、AI開発プラットフォーム NS-DIG[®] を利用した³⁰⁾。

3. 長時間熱処理した3元系合金のマイクロ組織

鋼材を軟化させるために、 A_{c1} 以下の長時間熱処理を実施する場合がある³¹⁾。熱力学平衡計算によれば、そのような熱処理により、フェライト (α) とセメンタイト (θ) の二相組織が形成されると予想される³²⁾。本章において、 A_{c1} 以下の長時間熱処理によるマイクロ組織形成過程を元素濃度マッピングデータの記述統計により解析した。

Fe-0.3%C-0.5%Mn 合金を 650°C で 72h 等温保持した試料の断面組織を図2に示す。球状の θ が母相 α に分散した。

FE-EPMA 分析によるその試料におけるC濃度とMn濃度マッピングを図3に示す。C濃度とMn濃度の高い領域が分散している様相が認められた。この領域は θ であり、その周囲は母相 α であった。

前述の元素濃度マッピングデータは75625点のSi濃度

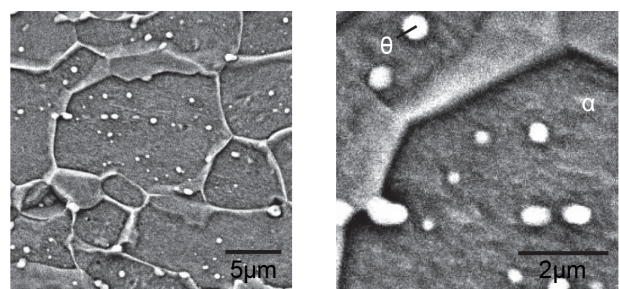


図2 Fe-0.3%C-0.5%Mn 合金を 650°C で 72h 等温保持した試料の断面組織
SEM images of the cross-sectional microstructure for Fe-0.3%C-0.5%Mn alloy annealed at 650°C for 72h

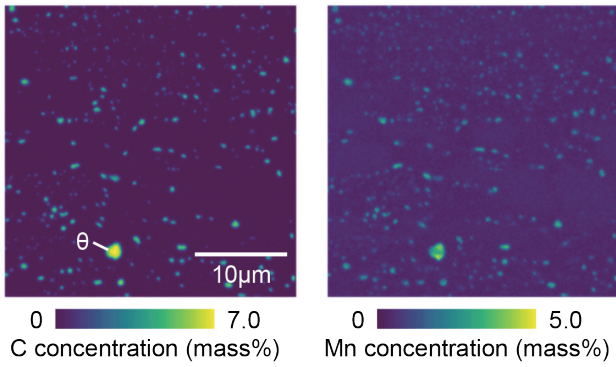


図3 Fe-0.3%C-0.5%Mn合金を650°Cで72h等温保持した試料のC濃度とMn濃度マッピング
C and Mn mappings for Fe-0.3%C-0.5%Mn alloy annealed at 650°C for 72 h

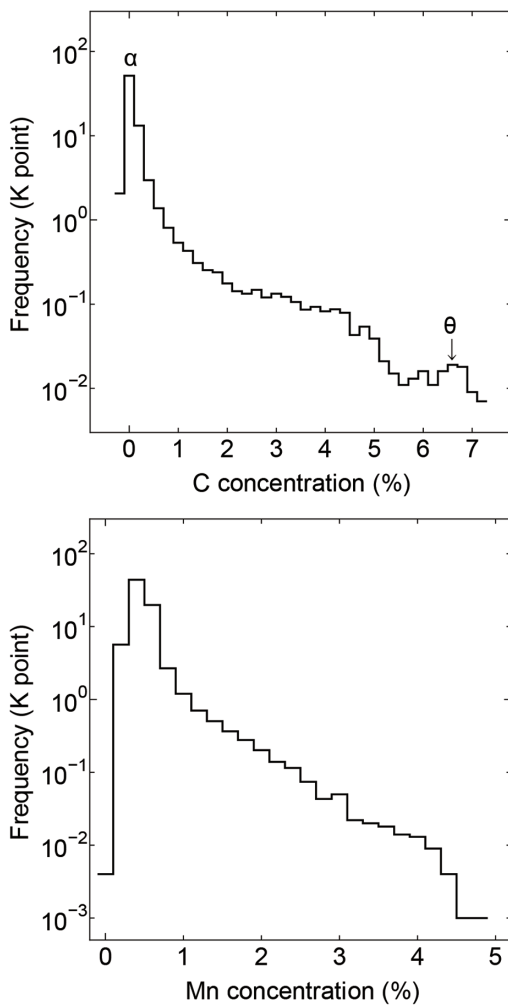


図4 Fe-0.3%C-0.5%Mn合金を650°Cで72h等温保持した試料のC濃度とMn濃度ヒストグラム
Histograms of C and Mn concentrations for Fe-0.3%C-0.5%Mn alloy annealed at 650°C for 72 h

とMn濃度の量的変数からなる。Fe-0.3%C-0.5%Mn合金を650°Cで72h等温保持した試料のC濃度とMn濃度のヒストグラムを図4に示す。図の縦軸は頻度の対数、横軸はC濃度およびMn濃度である。母相 α によるピークがC濃度とMn濃度の低い側に現れた。↓で示すように、 θ による

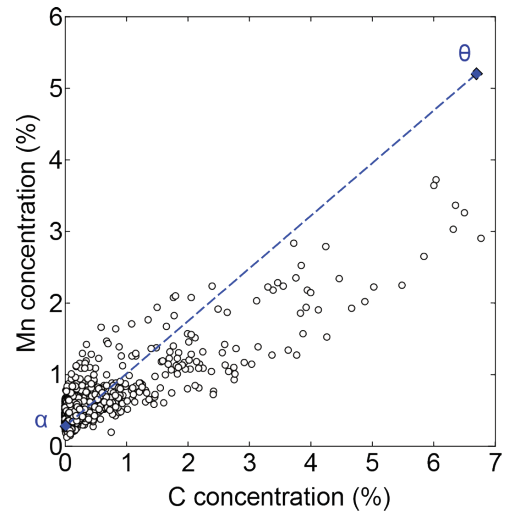


図5 Fe-0.3%-0.5%Mn合金を650°Cで72h等温保持した試料のC濃度とMn濃度データの散布図
Scatter plot of C and Mn concentrations for Fe-0.3%C-0.5%Mn alloy annealed at 650°C for 72 h

小さなピークも認められた。

Fe-0.3%C-0.5%Mn合金を650°Cで72h等温保持した試料のC濃度とMn濃度の散布図を図5に示す。図によれば、C濃度とMn濃度は正に相関していることがわかる。両者の相関係数は0.84であった。図において、青色の破線はFe-0.3%C-0.5%Mn合金を通る α と θ のタイラインである³²⁾。タイライン左下と右上のプロットはそれぞれ、 α と θ のC濃度とMn濃度である。タイラインの傾きは正であり、データはタイラインに沿って分布した。このような分布は、650°Cの72h等温保持において、そのマイクロ組織が α と θ の平衡状態に近いことを意味する。以上、平衡状態に至るマイクロ組織形成過程がC濃度とMn濃度のマッピングデータにより明らかになった。

4. 短時間熱処理した三元系合金のマイクロ組織

鋼材の強度を高めるために、オーステナイト(γ)単相域の熱処理を実施する場合がある。その加熱過程にて、 γ が α と θ 組織より生成し、 α と γ の二相組織が形成される。さらに、その熱処理が短時間である場合、その組織は非平衡状態であると考えられる。本章において、 A_{c1} 以上の短時間熱処理によるマイクロ組織形成過程を元素濃度マッピングデータの記述統計と画像処理により解析した。

Fe-0.1%C-2.0%Mn合金を750°Cで1000s等温保持した試料におけるC濃度とMn濃度マッピングを図6に示す。図によれば、C濃度とMn濃度の低い領域 α と高い領域 γ からなる二相組織の様相が明瞭に認められた。この γ は等温保持後の冷却によりマルテンサイト(M)になる。ここでは、C濃度とMn濃度のマッピングデータを前章のように解析することに加えて、 α と γ のマイクロ組織情報も利用する。

マッピングデータにおけるC濃度とMn濃度の平均値と

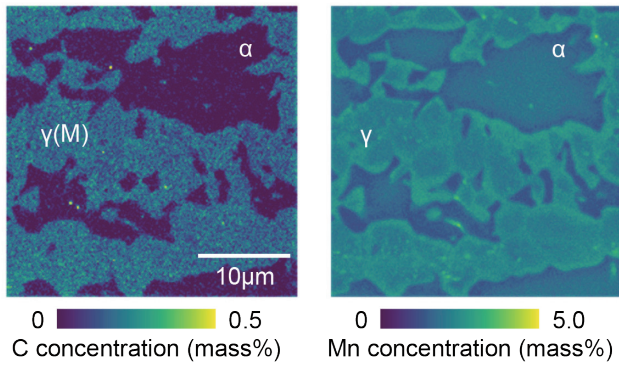


図6 Fe-0.1%C-2.0%Mn合金を750°Cで1000s等温保持した試料のC濃度とMn濃度マッピング
C and Mn mappings for Fe-0.1%C-2.0%Mn alloy annealed at 750°C for 1000 s

表3 Fe-0.1%C-2.0%Mn合金を750°Cで1000s等温保持した試料のC濃度とMn濃度の平均値と標準偏差
The mean value and standard deviation of C and Mn concentrations for Fe-0.1%C-2.0%Mn alloy annealed at 750°C for 1000 s

Element	Mean value	Standard deviation
C	0.108	0.111
Mn	2.05	0.396

標準偏差を表3に示す。C濃度の平均値と標準偏差はほぼ同じであった。一方、Mn濃度の標準偏差はその平均値より小さかった。これは、Cの拡散係数がMnのそれより大きく³³⁾、 α と γ 間のC分配がMn分配より先行するためである。

Fe-0.1%C-2.0%Mn合金を750°Cで1000s等温保持した試料のC濃度とMn濃度の散布図を図7に示す。図によれば、C濃度とMn濃度は正に相関していることがわかる。両者の相関係数は0.54であった。さらに、 α と γ それぞれに対応する二峰分布が形成された。この分布を分離することにより、 α と γ 間における平衡条件などの情報が得られる。そこで、二峰分布を以下の方法により分離した。

元素濃度マッピングデータは空間と濃度の情報からなるテンソル形式であるので、画像データと同様の解析ができる³⁴⁾。そこで、コントラストの明瞭なMn濃度マッピングをグレースケール画像に変換した。具体的には、Mn濃度の最小値と最大値がそれぞれ、0と255となる256階調のグレースケール画像を作製した。この変換により、輝度の特徴に基づく二値化処理が可能となる^{35,36)}。

グレースケール画像およびその二値化像を図8に示す。左図のグレースケール画像を適応二値化より処理した。右図の二値化像における紫色と黄色の領域はそれぞれ、 α と γ になる。二値化像より、 α と γ の組織分率を求めることができる。 α と γ の組織分率はそれぞれ、38%と62%であった。一方、熱力学平衡計算によれば、 α と γ の組織分率はそれぞれ、59%と41%であり³²⁾、二値化像より求めた値と相違

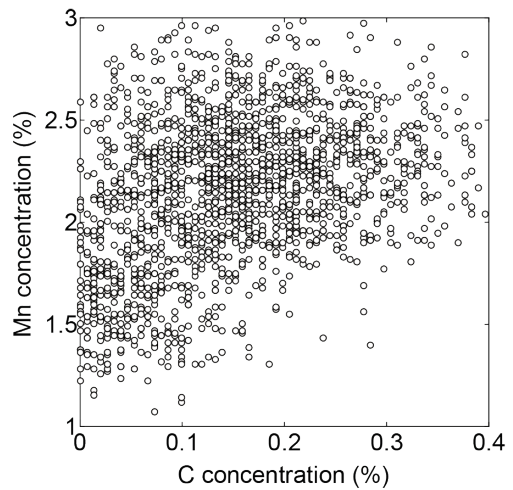


図7 Fe-0.1%C-2.0%Mn合金を750°Cで1000s等温保持した試料のC濃度とMn濃度の散布図
Scatter plot of C and Mn concentrations for Fe-0.1%C-2.0%Mn alloy annealed at 750°C for 1000 s

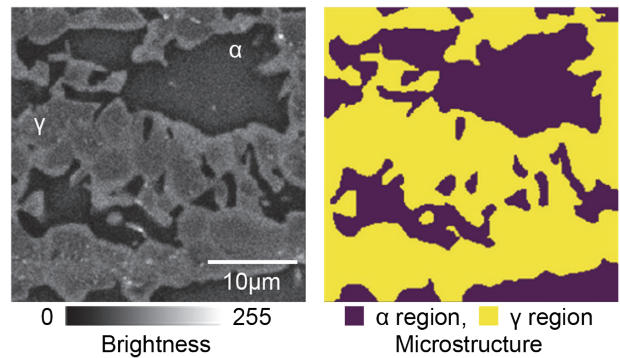


図8 Mnマッピングより作製したグレースケール画像とその二値化像
Grayscale image with transformed Mn mapping and its binary image

する。これは、 α と γ 間におけるMn分配の遅れなど、本試料が非平衡状態であるためと考えられる。

以上の解析により、元素濃度とマイクロ組織の情報を取得できた。両者を統合すれば、 α と γ の二相平衡など、マイクロ組織形成過程を解析できる。二値化像により、元素マッピングデータの二峰分布を α と γ の分布に分離した。図9に示すように、それらの分布を750°CのFe-C-Mn 3元系等温断面図に重ねた。

紫色と黄色のプロットはそれぞれ、 α と γ を表す。図によれば、 α と γ の分布は重なっているが、 α の分布は低いC濃度、かつ、低いMn濃度側、 γ の分布は高いC濃度、かつ、高いMn濃度側に位置していることがわかる。さらに、 γ の分布における右端が α - γ 相境界線 γ 側と一致した。これは、 α と γ の二相組織形成過程が局所平衡に従うことを示唆する。図において、青色の破線はFe-0.1%C-2.0%Mn合金を通る α と γ のタイラインである³²⁾。タイライン左下と右上はそれぞれ、 α と γ のC濃度とMn濃度である。前述

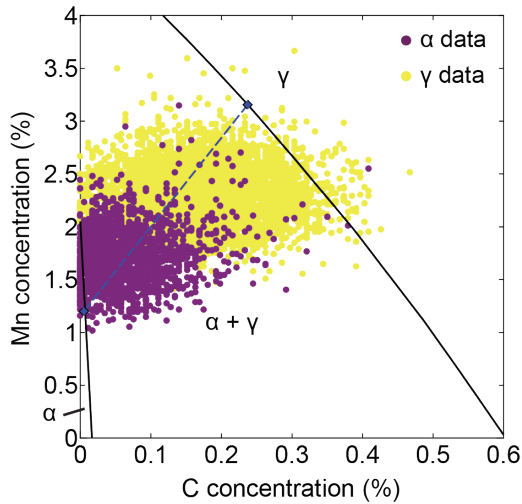


図9 750°CにおけるFe-C-Mn等温断面図と α と γ の元素マッピングデータ
Overlay of the isothermal cross-section for the Fe-C-Mn ternary system and element mapping data of α and γ at 750°C

したように、マイクロ組織が平衡状態に達すると、データは合金のタイラインに沿って分布する。しかし、 α と γ におけるデータの多くはそのタイラインから離れて分布した。このような分布は、マイクロ組織が非平衡状態であることを意味する。以上、C濃度とMn濃度、さらに、 α と γ のマイクロ組織情報を統合することにより、非平衡のマイクロ組織形成過程が明らかになった。

5. 4元系合金のマイクロ組織

高強度鋼においては、高温で加熱した後、オーステンパーなどの熱処理により、そのマイクロ組織を制御する必要がある²⁾。このような熱処理により、非平衡状態のマイクロ組織が形成される。また、鉄鋼材料の特性を高めるために、様々な合金元素が添加される。中でも、MnとSiは高強度鋼の主要な合金元素であり、4元系以上の合金が使用される³⁾。これまでに示したように、3元系Fe-C-Mn合金のマイクロ組織形成過程を理解するためには、等温断面図を活用するなど、CALPHADとデータ科学による両面からの解析が有効であった。しかし、等温断面図において、溶質元素の情報は2種類に限られるので、4元系Fe-C-Si-Mn合金におけるマイクロ組織形成過程の解析は難しくなる。1章で述べた次元削減によれば、4元系Fe-C-Si-Mn合金のデータを散布図に表現できる。本章において、元素濃度マッピングデータの主成分分析により、元素濃度の情報を圧縮し、そのデータの潜在的特徴を解析し、その特徴とマイクロ組織形成過程の関係を考察した。

Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn合金をそれぞれの条件で熱処理した試料のC、SiおよびMn濃度マッピングを図10に示す。左列の図は800°Cで100s等温保持した試料のデータである。その試料においては、C濃度の低い領域が島状

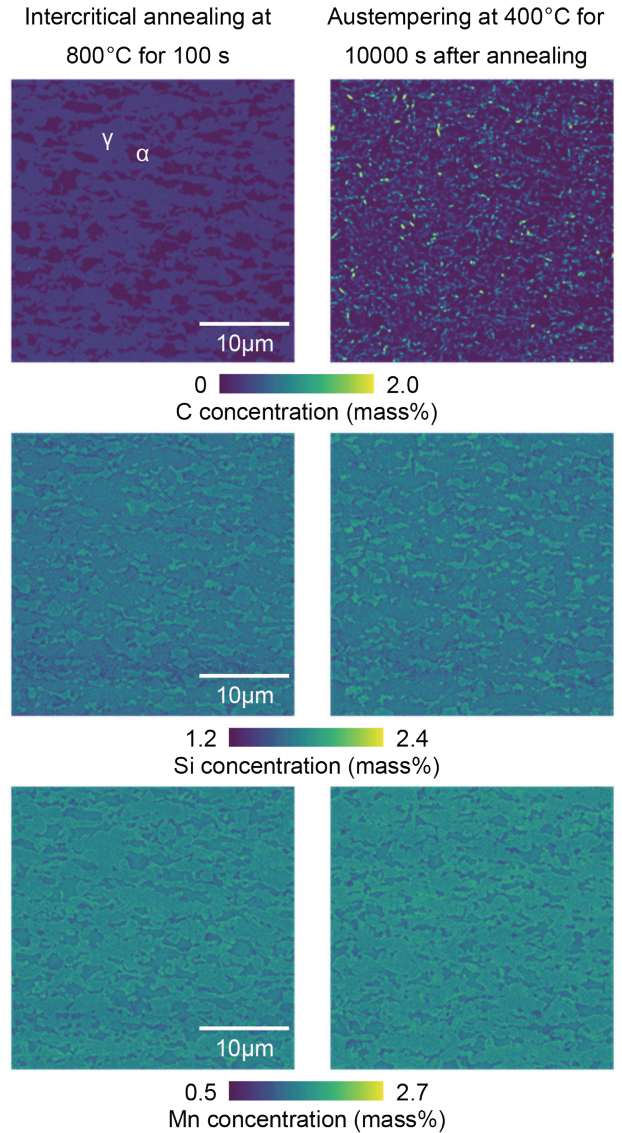


図10 Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn合金を800°Cで100s等温保持した試料、その後400°Cで10000s等温保持した試料のC、SiおよびMn濃度マッピング
C, Si, and Mn mappings for Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn alloys. One is intercritically annealed at 800°C for 100 s. The other is isothermally held at 400°C for 10000 s after intercritical annealing at 800°C for 100 s.

に分散し、試料内部のC濃度は不均一であった。C濃度の低い領域は α 、その高い領域は γ 、すなわち、等温保持中の γ であった。また、Si濃度とMn濃度も不均一であった。Si濃度の高く、Mn濃度の低い領域は α 、Si濃度の低く、Mn濃度の高い領域は等温保持中の γ であった。Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn合金の熱力学平衡計算において、800°Cにおける α のC濃度、Si濃度、Mn濃度はそれぞれ、0.011%、1.7%、0.90%であった。 γ のC濃度、Si濃度、Mn濃度はそれぞれ、0.32%、1.4%、1.9%であった。したがって、800°Cにおける元素分布の特徴は熱力学平衡計算と一致した。

右列の図は800°Cで100s等温保持した後、400°Cで10000s等温保持した試料のデータである。その試料と800°Cで100s等温保持した試料の比較によれば、400°Cの

等温保持によって、Cは偏在していることがわかる。この偏在は、 γ がベイナイト変態し、Cの濃化した γ が生成する、あるいは、 θ が析出するためと推定される。また、Si濃度とMn濃度のマッピングによれば、400℃の等温保持による様相の変化は認められなかった。

800℃の等温保持後、400℃で10000s等温保持した試料におけるC濃度、Si濃度、Mn濃度の3D散布図を図11に示す。図によれば、C濃度の分散は大きいことがわかる。しかし、プロットが集中しているため、Si濃度とMn濃度の関係など、データの特徴を3D散布図より理解することは困難であった。このように、4元系合金の元素濃度マッピングデータの解析において、次元削減が必要になる。

主成分分析は、観測される多次元変数のデータを解析することにより、その変数の線形結合により表される新しい変数を導く方法である。この新しい変数を主成分とよび、データの背景、具体的には、分散の原因が主成分により解釈される。また、寄与率の大きい主成分に着目すれば、データの次元削減も可能になる。

元素濃度マッピングデータの主成分分析における観測変数と潜在変数の関係を述べる。本データにおいて、観測される変数はC濃度、Si濃度、Mn濃度になる。その主成分は観測される変数に影響するので、潜在変数とみなせる。元素濃度の分散は組織形成により生じるので、潜在変数の主成分はミクロ組織形成過程を表すと考えられる。すなわち、元素分布データの主成分分析により、組織形成の因子が推定される。

主成分分析において、各変数の相関係数行列を用いる方法を以下に示す³⁸⁾。C濃度、Si濃度、Mn濃度の変数をそれぞれ、 w_C, w_{Si}, w_{Mn} と表す。単位はmass%である。これらの変数をそれぞれの平均と標準偏差により標準化する。標準化した各溶質*i*の濃度を s_i と表す。

第1主成分 z_1 は以下のように表される。

$$z_1 = a_{11}s_C + a_{12}s_{Si} + a_{13}s_{Mn}$$

ここで、 a_{11}, a_{12}, a_{13} は z_1 の分散を最大にする係数である。この係数の組み合わせは変数 w_C, w_{Si}, w_{Mn} の相関係数行列における最大固有値の固有ベクトルで表される。

同様に、第*k*主成分 z_k は以下のように表される。

$$z_k = a_{k1}s_C + a_{k2}s_{Si} + a_{k3}s_{Mn}$$

a_{k1}, a_{k2}, a_{k3} は前述の相関係数行列における第*k*固有値の固有ベクトルで表される。

以下、4元系Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn合金を800℃の等温保持後、400℃で10000s等温保持した試料の元素分布データを主成分分析に供した。主成分分析の解析においては、機械学習ライブラリーのscikit-learnを用いた³⁹⁾。

第1主成分、第2主成分、第3主成分の寄与率はそれぞれ、0.55、0.27、0.18であった。第2主成分までの累積寄与率は0.82であるので、第1主成分と第2主成分は元素分布データにおける82%の情報を含む。

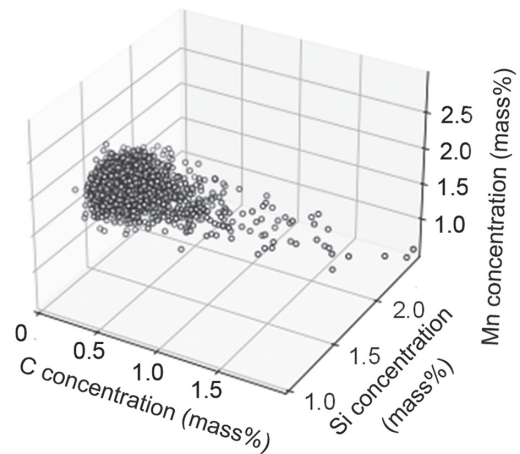


図11 Fe-0.2%-1.5%Si-1.5%Mn合金を800℃で100s等温保持後、400℃で10000s等温保持した試料のC、Si、Mn濃度データの3D散布図
3D scatter plot of C, Si, and Mn concentrations for Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn alloy isothermally held at 400°C for 10000 s after intercritical annealing at 800°C for 100 s

表4 Fe-0.2%-1.5%Si-1.5%Mn合金を800℃で100s等温保持後、400℃で10000s等温保持した試料における主成分の係数

The coefficients of the principal components for Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn alloy isothermally held at 400°C for 10000 s after intercritical annealing at 800°C for 100 s. The principal components contain standardized concentration terms

Primary component	z_1	z_2	z_3
Coefficient of S_C	0.48	0.88	-0.05
Coefficient of S_{Si}	-0.62	0.37	0.69
Coefficient of S_{Mn}	0.63	-0.30	0.72

各主成分の係数を表4に示す。第1主成分においては、各係数の絶対値が近い値であり、C濃度とMn濃度に関する係数の符号は正、Si濃度に関する符号の係数は負である。前述の熱力学平衡計算によれば、800℃の等温保持における組織形成により、 γ のC濃度とMn濃度は高く、Si濃度は低くなる。この γ における元素分配の特徴は第1主成分の各係数と対応する。したがって、第1主成分は二相温度域における組織形成を表すといえる。第2主成分においては、C濃度に関する係数の絶対値が他の係数のそれより大きい。 θ が400℃の等温保持中に析出すれば、 α と θ 間のC分配により、C濃度の分散は大きくなる。したがって、第2主成分は400℃の等温保持中における組織形成、すなわち、セメントイト析出を表すといえる。

Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn合金を800℃の等温保持後、400℃で10000s等温保持した試料の断面組織を図12に示す。左図によれば、試料は α およびベイナイトのミクロ組織であることがわかる。右図は左図の拡大写真である。右図によれば、 θ がベイナイト組織より析出している様子がわかる。このように、前述の第2主成分がセメントイト析出によることが確認された。

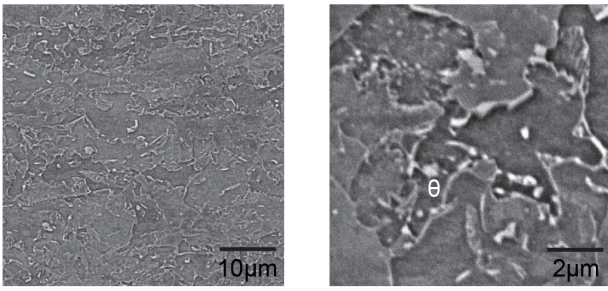


図 12 Fe-0.2%-1.5%Si-1.5%Mn 合金を 800°C で 100s 等温保持後、400°C で 10000s 等温保持した試料の断面組織

SEM images of the cross-sectional microstructure for Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn alloy isothermally held at 400°C for 10000 s after intercritical annealing at 800°C for 100 s

次に、C 濃度、Si 濃度、Mn 濃度のデータを標準化し、第 1 主成分得点と第 2 主成分得点を算出した。Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn 合金を 800°C で 100s 等温保持した試料、その後 400°C で 10000s 等温保持した試料の主成分得点プロットを図 13 に示す。

上段の図は Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn 合金を 800°C で 100s 等温保持した試料のプロットであり、縦軸と横軸はそれぞれ、第 1 主成分得点と第 2 主成分得点である。図によれば、データの分布は第 1 主成分得点の横方向に広がるのがわかる。図において、青色の破線は Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn 合金を通る α と γ のタイラインである。タイライン左上と右下はそれぞれ、800°C の α と γ の平衡濃度より算出した第 1 主成分得点と第 2 主成分得点のプロットである。図によれば、各平衡濃度は分布の端にあることがわかる。したがって、この分布は 800°C における二相組織形成に伴う C, Si, Mn の分配により形成したといえる。

下段の図は Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn 合金を 800°C の等温保持後、400°C で 10000s 等温保持した試料のプロットである。本プロットと前述の 3D 散布図の比較によれば、主成分得点のプロットはデータの特徴を理解しやすい可視化方法であることがわかる。図によれば、2 種類の分布が第 1 主成分得点と第 2 主成分得点間に認められる。第 1 の分布は左上から右下の広がり A である。第 2 の分布は A の右上に位置する広がり B である。分布 A は前述の二相組織形成過程により生じた。青色の破線は Si 濃度を 1.5%、Mn 濃度を 1.5% とし、C 濃度を任意に変化させた第 1 主成分得点と第 2 主成分得点の軌跡である。図の矢印 (→) の方向に向かい、C 濃度は高まる。この軌跡に沿って、分布 B は広がる。ベイナイト生成により、 γ の C 濃度は高まり、さらに、 θ が析出するようになる。したがって、分布 B は γ および θ のデータを表し、 γ の分解過程により形成したといえる。このように、主成分分析により、多次元の元素分布情報が 2 次元に圧縮され、 α と γ の二相組織形成過程、さらには、 θ の析出過程の特徴が可視されるようになった。

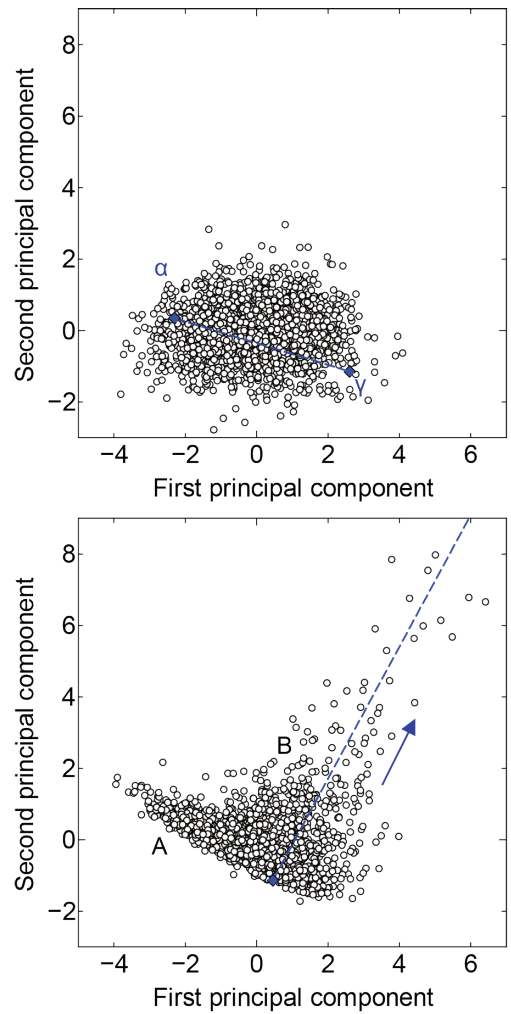


図 13 Fe-0.2%-1.5%Si-1.5%Mn 合金を 800°C で 100s 等温保持した試料、その後 400°C で 10000s 等温保持した試料の主成分得点プロット

Scatter plots of the first and second primary component scores for Fe-0.2%C-1.5%Si-1.5%Mn alloys. One is intercritically annealed at 800°C for 100 s. The other is isothermally held at 400°C for 10000 s after intercritical annealing at 800°C for 100 s

6. 結 言

3 元系 Fe-C-Mn 合金および 4 元系 Fe-C-Si-Mn 合金の元素濃度マッピングデータをデータ科学の種々方法により解析し、各データのパターンを明らかにし、その特徴とマイクロ組織形成の関係を考察した。3 元系 Fe-C-Mn 合金におけるマイクロ組織のパターンは各溶質元素濃度のヒストグラム、さらには、C 濃度と Mn 濃度の散布図により解析された。Fe-0.3%C-0.5%Mn 合金を 650°C で 72h 等温保持した場合、そのマイクロ組織は α と θ の二相からなり、その元素分布は平衡状態に近かった。Fe-0.1%C-2.0%Mn 合金を 750°C で 1000s 等温保持した場合、そのマイクロ組織は α と γ 二相からなった。C 濃度と Mn 濃度の散布図と相平衡等温断面図の比較によれば、 α と γ の二相組織形成過程は局所平衡に従うことが示唆された。800°C で 100s の等温保持後、

400℃で10000s等温保持した4元系Fe-0.20%C-1.5%Si-1.5%Mn合金における元素濃度マッピングデータの主成分分析によれば、C濃度とMn濃度に関する第1主成分係数の符号は正、Si濃度に関するその符号は負であることがわかった。第1主成分の各係数は α と γ の二相域等温保持で生じる元素分配と対応した。C濃度に関する第2主成分係数の絶対値は他の係数のそれより大きく、その特徴はベイナイト変態に伴う γ のC濃化および θ の析出と対応した。このマイクロ組織は走査型顕微鏡の観察により確認された。このように、第1主成分は二相組織形成過程、第2主成分はベイナイト組織形成過程を表した。さらに、第1主成分得点と第2主成分得点の散布図において、それぞれのマイクロ組織形成過程による2種類の分布が現れた。以上、元素濃度マッピングをデータ科学の種々方法で解析することにより、マイクロ組織形成過程を表すパターンが明らかになった。

本稿においては、FE-EPMAによる高分解能の分析をはじめとする実験科学の発展、さらに、データ科学の普及により、マイクロ組織の解釈がより深まったストーリーを述べた。ところで、“マイクロ組織の熱力学”⁴⁾の序論において、サン・テグジュペリの一文“心で見なくちゃ、ものごとは見えないってことさ。かんじんなことは、目にみえないんだよ”⁴⁰⁾が引用されている。高次元のマッピングデータが主成分分析により次元圧縮され、データの発生過程が散布図に可視化される。しかし、主成分の解釈はCALPHADの見方を必要とした。このように、計算科学などの要素研究が材料研究者の心であり、その心により、マイクロ組織の形成過程が洞察され、その本質がわかるようになる。

謝辞

材料科学におけるデータ科学の役割を議論、ご教授下さいました九州大学の高橋学教授に深く感謝します。データ科学をご教授下さいました熊本大学の寺崎秀紀教授に深く感謝します。実験遂行にご助力いただきました日鉄テクノロジー(株)の大槻静香氏に深く感謝します。

参考文献

- カラー図解 鉄の薄板・厚板がわかる本. 新日本製鐵(株)編, 日本実業出版社, 2009
- 高橋学: 鉄と鋼. 100, 82 (2014)
- 梅本実: 鉄と鋼. 81, 157 (1995)
- 西澤泰二: 講座・現代の金属学 材料編第2巻 ミクロ組織の熱力学. 日本金属学会, 2005
- 牧正志: 鉄鋼の組織制御その原理と方法. 内田老鶴圃, 2015
- 榎本正人: 金属の相変態 材料組織の科学入門. 内田老鶴圃, 2000
- Bishop, C. M.: Pattern Recognition and Machine Learning. Springer, 2006
- Ramakrishna, S., Zhang, T. -Y., Lu, W. -C., Qian, Q., Low, J. S. C., Yune, J. H. R., Tan, D. Z. L., Bressan, S., Sanvito, S., Kalidindi, S. R.: J. Intell. Manuf. 30, 2307 (2019)
- 岩崎悠真: マテリアルズ・インフォマティクス. 日刊工業新聞, 2019
- 吉田亮: 統計数理. 69, 5 (2021)
- 筒井和政, 難波時永, 木原研吾, 平田純一, 松尾翔平, 伊藤一真: 鉄と鋼. 109, 464 (2023)
- Liu, Z. -Q., Miyamoto, G., Yang, Z. -G., Furuhashi, T.: Acta Mater. 61, 3120 (2013)
- Yamashita, T., Tanaka, Y., Nagayoshi, M., Ishida, K.: Scientific Reports. 6, 29825 (2016)
- 網野岳文: 新日鉄住金技報. (408), 2 (2017)
- 小林由起子, 高橋淳, 川上和人: 新日鉄住金技報. (408), 21 (2017)
- Saunders, N., Miodownik, A. P.: CALPHAD (Calculation of Phase Diagram): A Comprehensive Guide. Elsevier Science, 1998
- Aaronson, H. I., Enomoto, M., Lee, J. K.: Mechanisms of Diffusional Phase Transformations in Metals and Alloys. CRC Press, 2010
- Tsutsui, K., Moriguchi, K.: Calphad. 74, 102023 (2021)
- 林宏太郎, 木之下雄一, 藤村里奈, 高橋学: 鉄と鋼. 109, 623 (2023)
- Chibani, S., Coudert, F. -X.: APL Mater. 8, 080701 (2020)
- 足立吉隆, 田口茂樹, 弘川奨悟: 鉄と鋼. 102, 722 (2016)
- 田口茂樹, 弘川奨悟, 安田格, 徳田耕平, 足立吉隆: 鉄と鋼. 103, 142 (2017)
- Holm, E. A., Cohn, R., Gao, N., Kitahara, A. R., Matson, T. P., Lei, B., Yarasi, S. R.: Metall. Trans. A, 51A, 5985 (2020)
- Tsutsui, K., Terasaki, H., Maemura, T., Hayashi, K., Moriguchi, K., Morito, S.: Comput. Mater. Sci. 159, 403 (2019)
- Tsutsui, K., Terasaki, H., Uto, K., Maemura, T., Hiramatsu, S., Hayashi, K., Moriguchi, K., Morito, S.: Mater. Today Commun. 25, 101514 (2020)
- Singh, S. B., Bhadeshia, H. K., Mackay, D. J. C., Carey, H., Martin, I.: Ironmaking Steelmaking. 25, 355 (1998)
- Kim, H., Innoue, J., Okada, M., Nagata, K.: ISIJ Int. 57, 2229 (2017)
- Kim, H., Inoue, J., Kasuya, T.: Scientific Reports. 10, 17835 (2020)
- Kalidindi, S. R.: J. Appl. Phys. 128, 041103 (2020)
- https://www.nipponsteel.com/news/20190425_200.html
- 新版 鉄鋼材料と合金元素. 日本鉄鋼協会編, 日本鉄鋼協会, 2015
- Thermo-Calc, <https://thermocalc.com/products/thermo-calc>
- 改訂四版 金属データブック. 日本金属学会編, 丸善, 2004
- F.-Zelaia, P., Rossy, A. M., Campbell, Q., Nycz, A., Ledford, C., Kirka, M. M.: Mater. Charact. 185, 111759 (2022)
- OpenCV, <https://opencv.org/>

- 36) Scikit image, <https://scikit-image.org/>
- 37) 潮田浩作, 吉村仁秀, 海藤宏志, 木村謙: 鉄と鋼. 100, 716 (2014)
- 38) 永田靖, 棟近雅彦: 多変量解析入門. サイエンス社, 2001
- 39) scikit-learn, <https://scikit-learn.org/>
- 40) サン・テグジュペリ: 星の王子さま. 内藤濯訳, 岩波書店, 1953



林宏太郎 Koutarou HAYASHI
先端技術研究所 解析科学研究部
材料構造解析研究室 研究第一課
主幹研究員 博士(工学)
兵庫県尼崎市扶桑町1-8 〒660-0891



筒井和政 Kazumasa TSUTSUI
先端技術研究所 数理科学研究部
プロセス計算研究室 研究第一課
主任研究員 博士(理学)