

## 弾性率安定性に優れた鉄合金の集合組織と残留応力の解析と制御

研究代表者 東北大学多元物質科学研究所 教授 鈴木 茂

研究分担者 東北大学多元物質科学研究所 技術職員 千葉雅樹

### 1. はじめに

精密機器用の機能性バネ材料や音響用材料等には、室温付近において弾性率が安定している（温度に依存せずほぼ一定である）ことが求められている。それらの材料は一般に多結晶合金であり、室温付近での Young 率の温度依存性が小さい、いわゆるエリンバー特性を示す。しかし、一般に各結晶粒には弾性率の結晶学的異方性（例えば非磁性の面心立方構造の鉄の $\langle 100 \rangle$ と $\langle 111 \rangle$ とでは 2 倍程度の違い）があるため、多結晶の集合組織の制御により弾性率の安定性が制御できることが期待される。また、材料中の残留応力によっても弾性率が変化するため、残留応力を評価することも重要である。実際にそのような弾性率の温度依存性が小さい材料として、理論的には面心立方構造の Fe-Mn 基合金等が有望とされている[1]。また、実験的にも Fe-Mn 基合金において弾性率の温度依存性が小さいことが示唆されている[2,3]。しかし、これらの多結晶合金でのエリンバー特性は、主に反強磁性-常磁性の磁気変態等に関係しており、さらに弾性率に及ぼす結晶方位依存性（集合組織にも関係）や残留応力も特性に影響していると考えられる。そこで本研究では、弾性率の温度依存性が小さい多結晶 Fe-Mn 基合金（室温付近の弾性率の温度係数  $10^{-5}/\text{K}$  程度）に着目し、変形や熱処理を加えた試料における集合組織や残留応力の弾性率に及ぼす影響について調べることにした。

これまでの Fe-Mn 基合金（エリンバー合金）の弾性率の温度依存性に関する研究では、室温付近における磁気変態の下で、弾性率の温度依存性が非常に小さくなることが調べられてきた[2,3]。例えば、Fe-Mn-Mo 合金はエリンバー特性を示すが、それらの合金の組織や構造等は十分調べられていない[3]。この合金系の母相は基本的に $\gamma$ 相であり、弾性異方性を示すが、変形により $\gamma$ 相がせん断変形により $\epsilon$ 相への変態を起こしやすく、形状記憶効果を示す Fe-Mn 基合金では変形により部分的に $\epsilon$ 相が形成する過程が明らかにされてきた[4]。しかし、この合金系の弾性率の温度依存性に影響する因子については不明な点が多く、エリンバー特性を制御する上で重要な $\gamma$ 相と $\epsilon$ 相の相分率、さらに材料中の残留応力等が、これまでの研究で十分調べられていない。

以上のことを背景に、本研究では、 $\gamma$ 相や $\epsilon$ 相を含む多結晶の Fe-Mn-Mo 合金のマイクロ組織の特徴を明らかにし、さらにこの合金における残留応力に及ぼす変形の影響等を明らかにすることを目的とした。具体的には、反強磁性-常磁性の磁気変態点以下でエリンバー特性を示す Fe-Mn-Mo 合金の素材を、水素プラズマ溶解法により高純度原料から作製する。その素材から、熱間圧延等により板状試験片を作製する。さらに、板状の引張試験片を切り出し、それらの熱処理した試料マイクロ組織や力学特性の評価

を行う。γ相とε相の構造は X 線回折法より調べ、マイクロ組織や集合組織は電子後方散乱回折法 (EBSD) や中性子回折法により評価する。特に、隣接する結晶粒の微視的な方位関係は EBSD により調べる。変形による相分率の変化の解析では、形成するマルテンサイト相と母相の割合に着目し、それと対応させて、変形や熱処理を施した多結晶材料における残留応力測定等を行った。以上の結果を基に、複雑な組織を持つ多結晶全体の弾性率の安定性に関する集合組織や残留応力の因子等を抽出し、弾性率安定性に優れた多結晶合金の成分やプロセスの制御指針について検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1 試験片

エリンバー特性は合金組成によって敏感に変化することが知られているので、本研究では東北大・多元研において、高純度原料を用いた Fe-Mn-Mo 合金の作製を行った。Fe は、陰イオン交換精製法、Ar-H<sub>2</sub> プラズマアーク溶融法によるプロセスで、ボタン状の合金試料を作製した。ボタン状試料は、1000°C で熱間圧延を行い、図 1 に示すように厚さ 1.2mm の板材（主に引張り試験片）に加工した。合金の基本組成は、Mn 量を 25mass% と一定にし、Mo 量を 0~5mass% の範囲で変化させた、Fe-25 mass%Mn-(0~5)mass%Mo 合金である。それらの試験片は、Ar 雰囲気下において 900°C で 30min 間焼鈍した。これらの焼鈍中に Mn の気化によって脱 Mn 層が形成されるので、エメリー紙で表面層を除去してから測定を行い、必要に応じて表面の電解研磨を行った。図 2 は、公称ひずみ ε=15% だけ、引張り変形した後の合金の試験片の外観の例であり、X 線回折による残留応力の評価等においては、その試験片の中心部を測定して、変形方向と対応づけた。



図 1 Fe-Mn-Mo 合金の引張り試験片の形状



図 2 Fe-Mn-Mo 合金を 15% 引張り変形した試験片の概観（中心部の応力解析を行った）

### 2. 2 測定方法

<マイクロ組織解析方法>

電子後方散乱回折 (EBSD) は、マイクロ組織の観察、隣接する結晶粒の方位関係等の解析等を行うのに用いた。本研究で用いた装置は、走査型電子顕微鏡 (Hitachi SU6600 : EBSD を付属) であった。相分率、および極点図や逆極点図の解析を行う際の視野は、300 倍で 678×465μm の領域であり、異なる試料における測定結果等を比較した。

### <構造解析>

結晶相の構造解析（相同定）には、EBSD 以外に X 線回折法（XRD）や中性子回折法も用いた。用いた XRD 装置は Rigaku 製 X 線回折計 RINT-2000V であり、XRD 測定には CoK $\alpha$  線を用いた。さらに、その他の構造評価（集合組織測定も含め）の方法としては、放射光や中性子等の量子ビームを用いた回折法も有効である。ここでは、試料全体の構造情報を得るために、厚さ 1 mm の同じ Fe-Mn-Mo 合金の板を 3 枚重ね、J-PARC iMATERIA (BL20) で中性子回折実験を行った。J-PARC の中性子回折は飛行時間測定に基づくものであり、中性子が試料で回折して検出器に到達するまでの一定距離とその距離を飛ぶのに要した時間を測定する。これらのデータから中性子の速度を見積もり、ドブロイの式を用いて波長を知ることができる。すなわち、検出器を照射角度に対してある角度  $2\theta$  で固定し、白色のパルス中性子を試料に照射するとブラッグ条件を満たす波長に対応した中性子が速いものから順に検出され、高次の面の回折に対応する中性子から低次の面に対応する中性子が順番に検出される。これにより、横軸  $d$  (面間隔) で縦軸  $I$  (強度) の回折パターンを得ることができ、さらに様々な  $2\theta$  の位置に検出器を設置することで、各面の回折強度の回折角度の依存性から集合組織を解析が可能になる。

### <残留応力測定>

材料中の残留応力を評価する上で、X 線回折法を用いる方法は特定の結晶相に着目して、非破壊で情報を得ることができる特徴がある。ここでは、変形前後の多結晶合金（引張り変形前後の試験片）の残留応力を明らかにするために、二次元検出器をもつ X 線回折装置を用いてデバイリングのゆがみから残留応力を評価した（図 3 は装置の模式図を示している）。そこで得られた二次元的なデバイリングのデータの 2D 法による解析から、三次元的な応力解析を行った[5]。

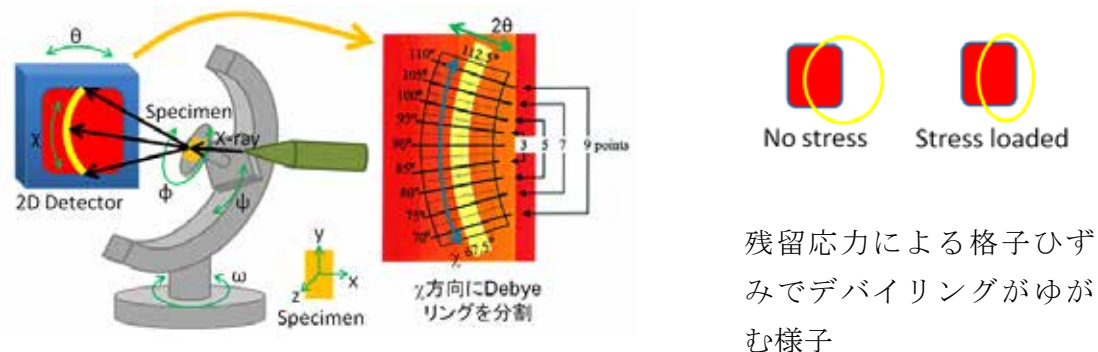


図 3 多結晶材料の応力測定のための X 線回折装置の配置（左）、および 2D 法で検出される応力によるデバイリングのゆがみの模式図（右）

以上のような測定では、材料中にひずみがあるときの  $2\theta_0$ 、およびひずみがないときの  $2\theta_0$  が求められ、それらから残留応力テンソル（右の行列）を計算することができる。さらに、以下のようにして、応力テンソルの対角化により、主応力  $\sigma_1$ 、 $\sigma_2$ 、 $\sigma_3$  が求められる。

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix}$$

$$\begin{vmatrix} \sigma_{xx} - \sigma & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} - \sigma & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} - \sigma \end{vmatrix} = 0 \Rightarrow \begin{aligned} &\sigma^3 - I_1\sigma^2 + I_2\sigma - I_3 = 0 \\ &I_1 = \sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz} \\ &I_2 = \sigma_{xx}\sigma_{yy} + \sigma_{yy}\sigma_{zz} + \sigma_{zz}\sigma_{xx} - \tau_{xy}^2 - \tau_{yz}^2 - \tau_{zx}^2 \\ &I_3 = \sigma_{xx}\sigma_{yy}\sigma_{zz} + 2\tau_{xy}\tau_{yz}\tau_{zx} - \sigma_{xx}\tau_{yz}^2 - \sigma_{yy}\tau_{zx}^2 - \sigma_{zz}\tau_{xy}^2 \end{aligned}$$

$$\therefore \sigma = \sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$$

$$(\sigma) = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \Rightarrow R^{-1}(\sigma)R = \begin{pmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{pmatrix}$$

このようにして各固有値  $\sigma_1$ 、 $\sigma_2$ 、 $\sigma_3$  に対応する固有ベクトルが計算され、回転行列  $R$  を算出することができる。さらに、 $\sigma_1$ 、 $\sigma_2$ 、 $\sigma_3$  は、回転楕円体を用いることにより、応力測定点における主応力の向きと大きさを可視化することができる。

### <弾性率測定>

Fe-Mn-Mo 合金の弾性率の温度依存性を明らかにするために、ここでは自由共振式弾性率装置を用いた。この測定原理は、試料に振動を与えて共振周波数を測定し、その共振周波数から弾性率を計算する方法である。Young 率測定には、日本テクノプラス社製の装置を使用した。この装置はもともと室温で測定するためのものであるが、本研究ではヒータを用いて、200°C程度までの Young 率を測定できるように装置を改良した。これにより、Young 率の温度依存性を測定した。

## 3. 実験結果

### 3. 1 Fe-Mn-Mo 合金における $\gamma$ 単相と $\epsilon$ 相および集合組織

Fe-25Mn-(0~5)Mo 合金は、通常の合金と同様に、高温で焼鈍すると再結晶組織を形成し、その過程で $\gamma$ 相と $\epsilon$ 相（応力誘起マルテンサイト相と同じ構造）が形成する。ここでは、 $\epsilon$ 相の形成挙動を調べるために、加熱中の Fe-25Mn-1Mo の XRD パターンを測定した。焼鈍前は $\gamma$ 相と $\epsilon$ 相の二つの相からのピークが検出されたが、800°Cでは $\epsilon$ 相のピークが消え、 $\gamma$ 相のピークのみであった。それらを室温まで自然冷却すると再び $\epsilon$ 相のピークが現れた。このため、高温では $\gamma$ 相が安定になり単相になるが、高温から室温への冷却過程で $\epsilon$ 相が形成すると考えられる。次に、Mo 添加の効果を明らかにす

るために、0~5%Mo を含む Fe-25%Mn 合金を焼鈍したときに XRD を測定した。図 4 はそれらの結果を示しており、Fe-25Mn-5Mo を除いた全ての組成の試料で $\gamma$ 相と $\epsilon$ 相の二つの相のピークが確認され、Mo 濃度の増加によって  $\gamma$  相が増加し、 $\epsilon$  相が減少することが示されている。

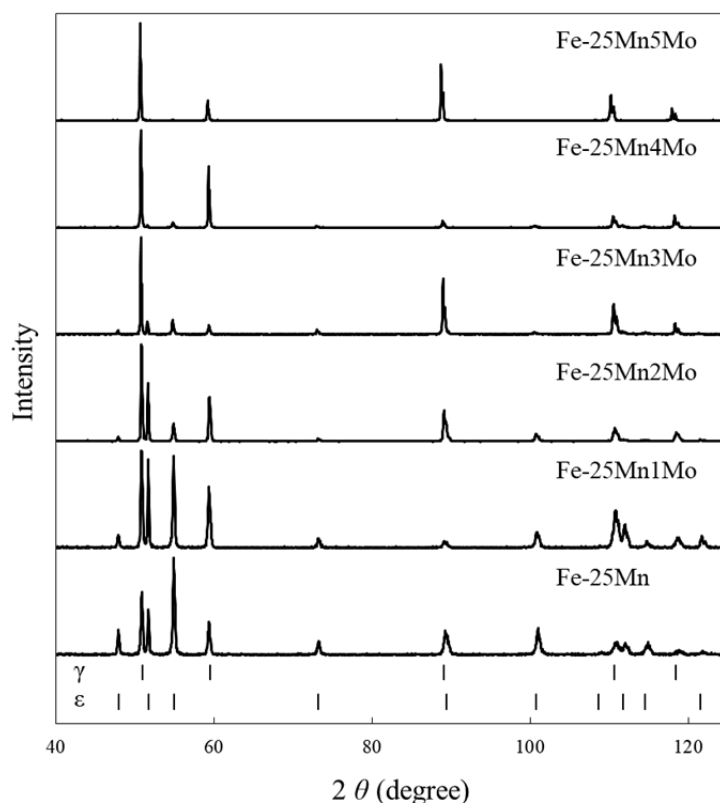


図 4 高温で焼鈍した異なる Mo を含む Fe-25Mn-Mo 合金からの X 線回折パターン

本研究で焼鈍したままの Fe-25Mn-2Mo、Fe-25Mn-3Mo および Fe-25Mn-4Mo 合金中の  $\gamma$  相の逆極点を EBSD により求めた結果を、それぞれ図 5 (a)、(b)、および(c)に示す。これらの逆極点図における集積度は多少見られるが、通常の圧延等による高い集積度を持つ合金板の場合に比べ低く、これらの合金板では明瞭な集合組織の成分が観察されないと云える。また、中性子回折による測定においても明瞭な高い集積度が見られていなかった。このため、今回の試験片では、凝固後のインゴットが高い圧下度で圧延されていないため、集積度は高くならなかったと考えられる。

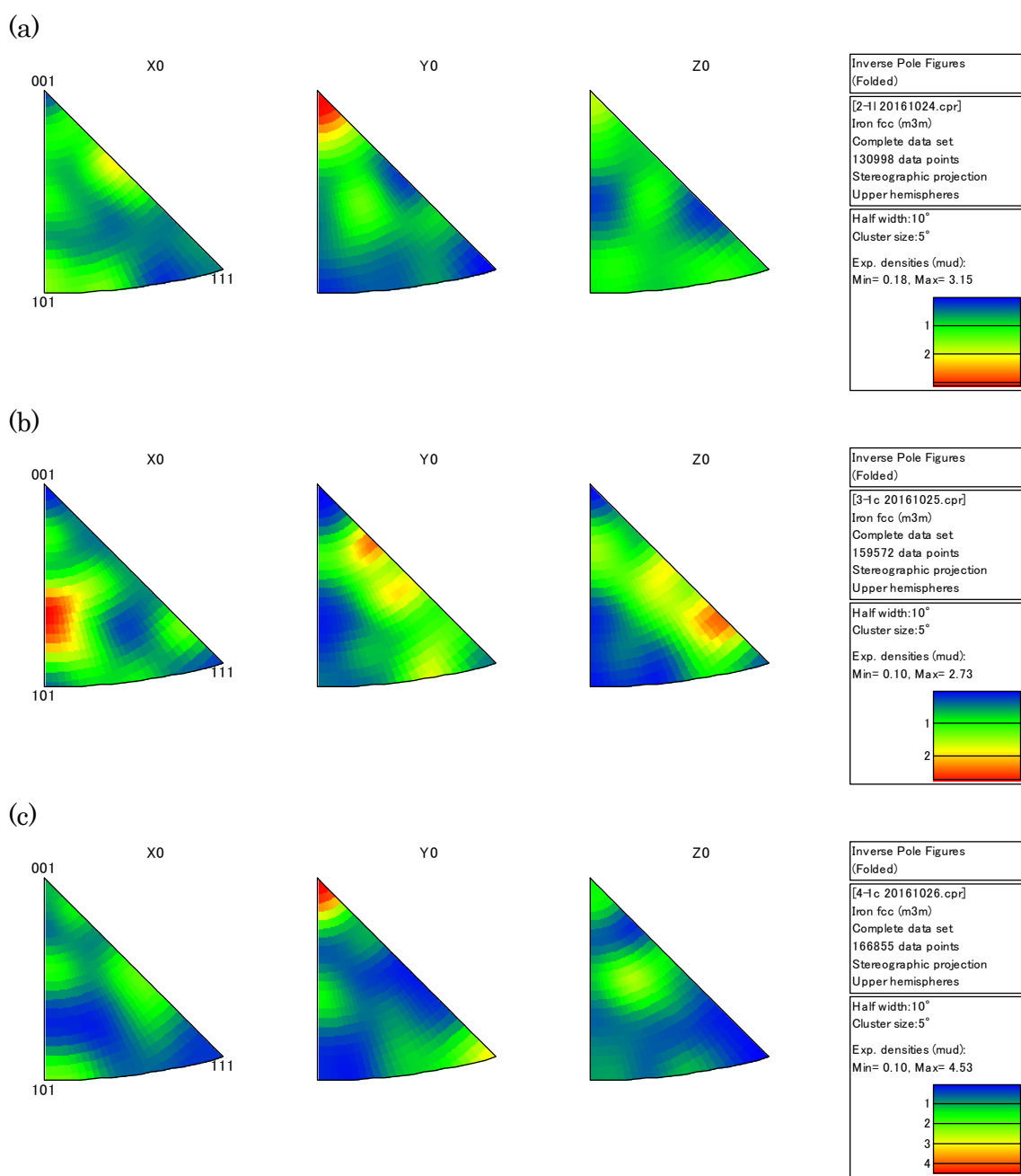


図5 焼鈍したままの Fe-25Mn-2Mo、Fe-25Mn-3Mo、Fe-25Mn-4Mo 合金の逆極点図 (特定の集積度はそれほど高くなく、概ねランダム方位に近い状態にあると見なせる)

### 3. 2 Fe-Mn-Mo 合金のマイクロ組織における $\gamma$ 相と $\epsilon$ 相の分布

Fe-Mn 基合金系で観察される $\epsilon$ 相は、応力誘起により生成するマルテンサイト相もあり、そのマルテンサイト相と母相の間には特定の方角関係がある[4]。すなわち、Fe-Mn 基合金におけるマルテンサイト変態は fcc-hcp 変態であり、その fcc-hcp 変態においては、以下に示す関係があることが知られている。

$$\begin{aligned} (111)_{\text{fcc}} // (0001)_{\text{hcp}} \\ [\bar{1}01]_{\text{fcc}} // [11\bar{2}0]_{\text{hcp}} \end{aligned}$$

この関係は $\{111\}_{\text{fcc}}$ が晶癖面であることを示しており、EBSD を用いるとそれらの関係を実験的に確かめることができる。今回の Fe-Mn-Mo 基合金でも、EBSD により、それらの  $\gamma$  相と  $\epsilon$  相の方角関係を調べた。

図 6 は、焼鈍後の  $\gamma$  相（赤色）と  $\epsilon$  相（青色）のマップ、および IPF（逆極点図）のマップを示す。中心部の  $\gamma$  相の結晶粒に  $\epsilon$  相のバリエントが 4 つ形成しており、これは $\{111\}$ に等価な面が 4 つあることと対応している。4 つの $\{111\}$ はそれぞれが  $\epsilon$  相との晶癖面となりうるので、fcc-hcp 変態で 1 つの  $\gamma$  相の結晶粒に 4 つのバリエントが形成したことを示唆している。図 7 は  $\gamma$  相と 4 つの  $\epsilon$  相のバリエントの投影図を示しており、4 つのバリエントの $\{0001\}$ が  $\gamma$  相の等価な 4 つの $\{111\}$ とほぼ平行になっていた。それと同様に、 $\langle 1210 \rangle$ は $\langle 110 \rangle$ とほぼ平行の方角関係になっていた。なお、今回のプロセスで作製した合金では、強い集合組織が観察されなかったため、以下では Mo 添加による特性や相分率等の変化に着目した。

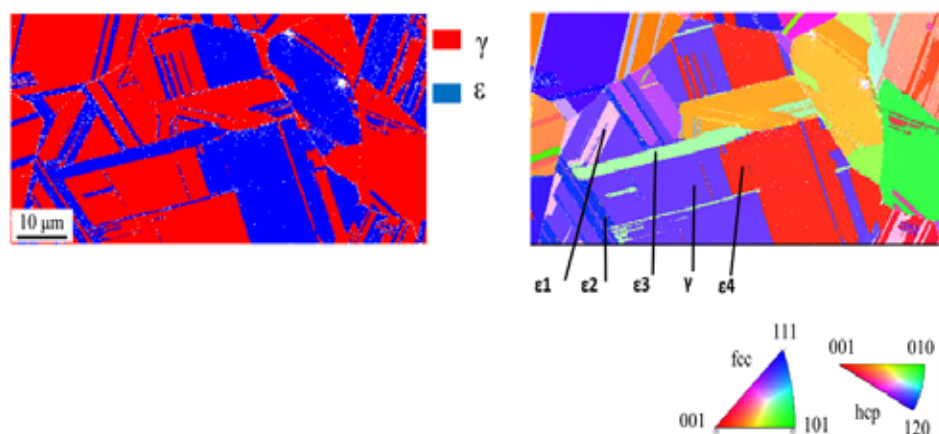


図 6 EBSD による Fe-Mn-Mo 合金における相（赤色は  $\gamma$  相、青色は  $\epsilon$  相）のマップ、および IPF（逆極点図）のマップ

（一つの  $\gamma$  相の結晶粒に対して、異なる方位の  $\epsilon$  相の結晶粒が形成している）

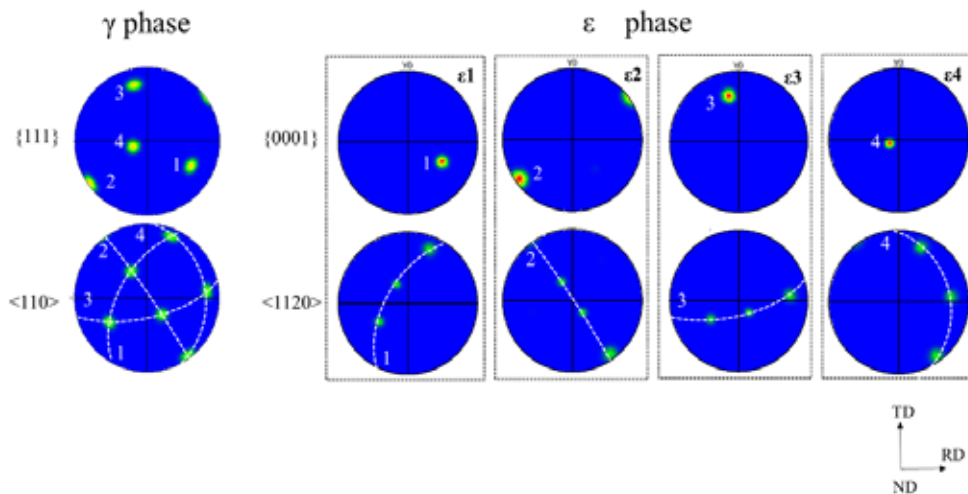


図7 一つの $\gamma$ 結晶粒とその周囲の $\epsilon$ 結晶粒の方位関係を示すステレオ投影図

EBSDでは数十nm～数mmオーダーの微小領域の結晶方位を測定することが可能であり、その方位差から隣り合う結晶粒の結晶方位を調べることができる。しかし、表面の塑性ひずみの導入などで結晶相の同定が困難になることもあり、また電子の侵入深さが浅いため、試料内部の方位分布を調べるには、必ずしも適していない。一方、中性子は試料を十分透過し、広い波長領域の中性子を利用して回折実験を行うことができる。そこで、EBSDと中性子回折法を用いて、同一焼鈍を行った異なるMo量を含むFe-25Mn-Mo合金における $\epsilon$ 相の割合の変化を調べた。図8はそれらにより求めたMo量の増加に伴う $\epsilon$ 相の割合の変化を示している。いずれもMo量の増加に伴い $\epsilon$ 相の割合が低下しているが、測定の母集団を考えると中性子回折による結果の方が全体の情報を反映していると考えられる。

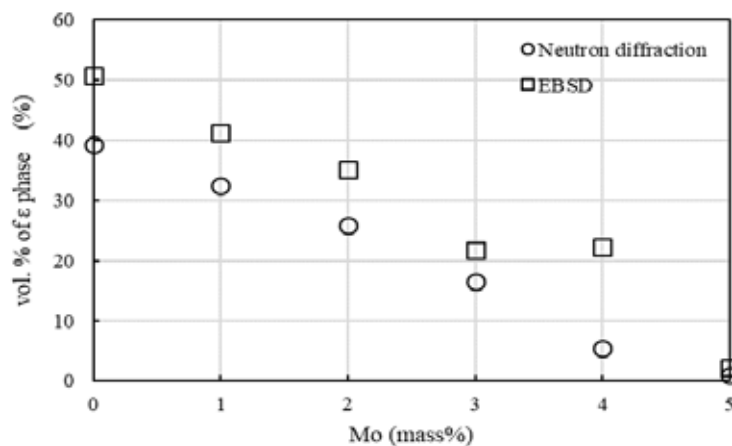


図8 中性子回折法とEBSDにより求めたFe-25Mn-Mo合金におけるMo量の増加に伴う $\epsilon$ 相の体積割合の変化



また、多結晶材料には方位の異なる結晶粒が分布しているため、引張変形に伴う応力誘起マルテンサイト変態の挙動が結晶粒ごとに異なることが予想される。そこで、異なる結晶方位の結晶粒に注目し、引張変形前後の EBSD による IPF マップを比較することで応力誘起マルテンサイト変態の方位依存性を調べた。図 9 は、焼鈍したままの引張前の試料、および横方向に 10% 引張変形後の試料の IPF のマップを示している。結晶粒によって応力誘起マルテンサイト相の形成に違いがあることが分かる。図 9(a) で  $\gamma_1$  と  $\gamma_2$  と記した結晶粒を比較すると、 $\gamma_1$  の方が  $\gamma_2$  よりも引張による応力誘起マルテンサイト変態が起こりやすい傾向があった。この要因として、応力誘起マルテンサイト変態のせん断系である  $\{111\}\langle 121\rangle$  に対するシュミット因子が  $\gamma_1$  の方が大きいことが挙げられる。 $\{111\}\langle 121\rangle$  系の応力誘起マルテンサイト変態、 $\{111\}\langle 110\rangle$  系のすべり変形のシュミット因子の方位による変化を考慮して、図 10 に  $\gamma_1$  と  $\gamma_2$  の逆極点図を示した。 $\gamma_1$  は応力誘起マルテンサイト変態のシュミット因子がすべり変形のシュミット因子よりも大きく、 $\gamma_2$  は変態のシュミット因子がすべりのシュミット因子よりも小さい。このため、多結晶材料においても、引張変形による応力誘起マルテンサイト変態が各結晶粒のシュミット因子と関係していることが示唆された。

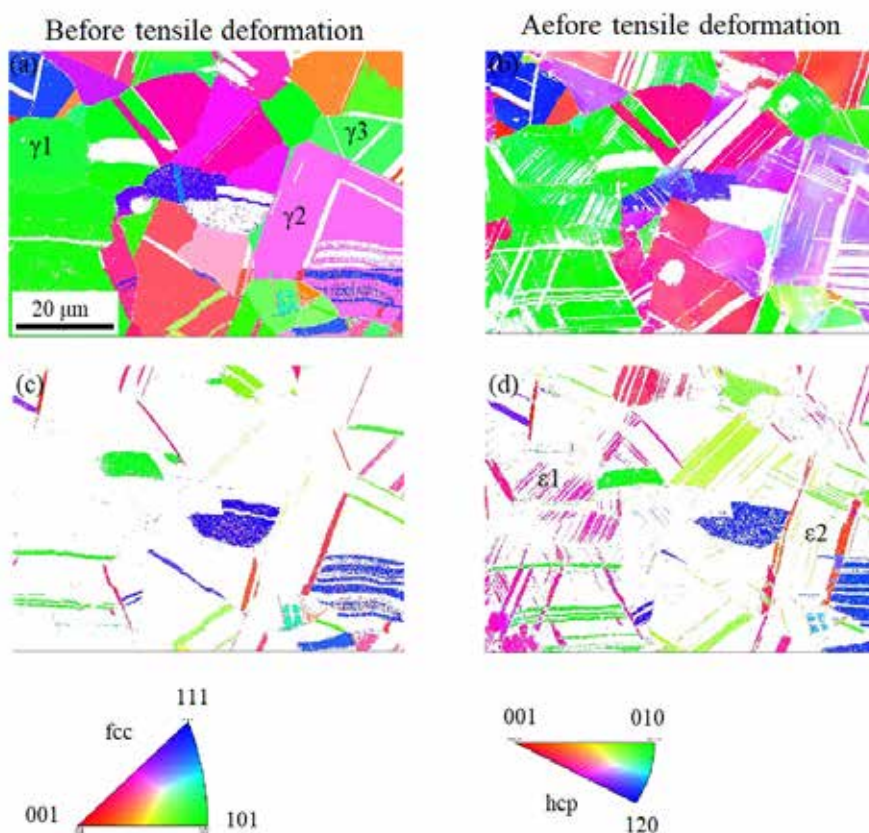


図 9 Fe-25Mn-4Mo 合金を変形する前（左）の IPF マップ ((a) $\gamma$  相、(c) $\epsilon$  相)、および 10% の引張り変形した後（右）の IPF マップ ((b) $\gamma$  相、(d) $\epsilon$  相)

実際の多結晶材料においては、一つの結晶粒の周りの結晶粒からの拘束や結晶粒径の影響等があるので、必ずしも単純なシュミット因子の大小で変形挙動が決まるわけではない。

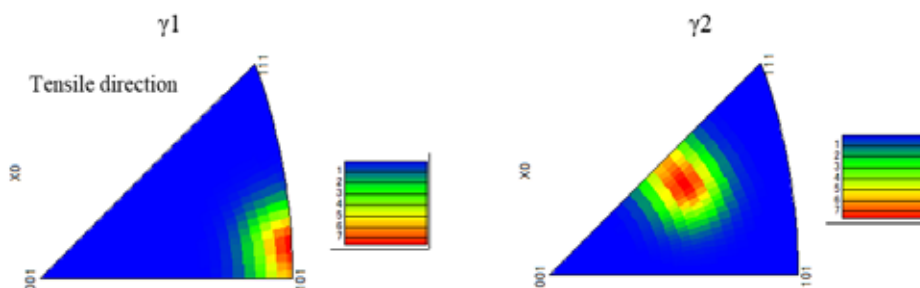


図 10 図 8 の Fe-25Mn-4Mo 合金中の  $\gamma_1$  と  $\gamma_2$  の結晶粒の逆極点図

図 11 に応力誘起マルテンサイト変態、すべり変形のシュミット因子の大きさに結晶粒を色分けした EBSD の方位解析結果を示す。 $\gamma_3$  のように応力誘起マルテンサイト変態のシュミット因子がすべり変形のシュミット因子よりも大きくても、あまり応力誘起マルテンサイト変態が起こっていない結晶粒もある。しかし、多結晶材料全体でみると、大きな結晶粒で応力誘起マルテンサイト変態のシュミット因子が大きな結晶粒で変態がおこる頻度が高くなるように考えられる。多結晶材料全体の傾向を EBSD により調べるには、広範囲の測定が必要になるが、応力誘起マルテンサイトは薄い板状であるので、全体の傾向を低倍率で精度良く測定することは一般に困難であると考えられる。

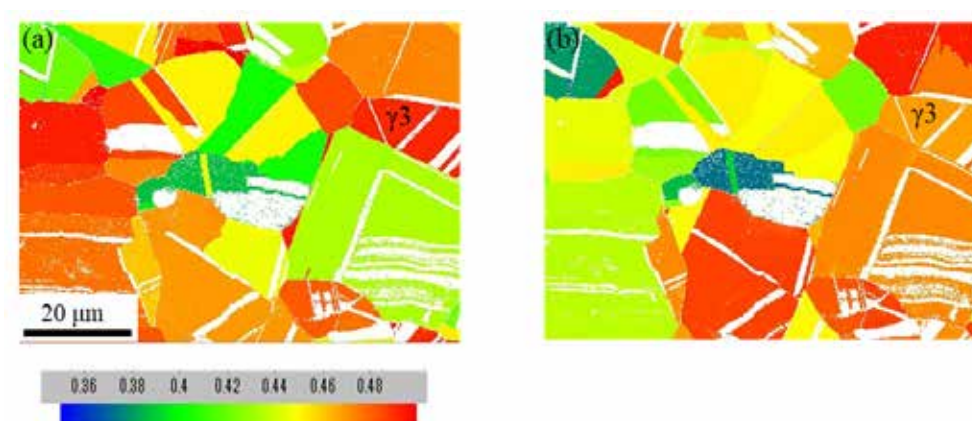


図 11 シュミット因子の大きさによる色分け  
(a)応力誘起マルテンサイト変態 (b)すべり変形

### 3. 3 Fe-Mn-Mo 合金のエリンバー特性

Fe-Mn-Mo 合金の組織や相分率は熱処理や合金濃度の変化によって変化するが、合金のエリンバー特性に関する弾性率の温度依存性を測定した結果を、図 12 に示す。焼鈍した合金の弾性率（室温での弾性率の値で規格化した弾性率）の温度依存性を示している。ある温度以上になると弾性率が大きくなっており、この温度は反強磁性-常磁性の磁気変態点（ネール点）であり、弾性率が上昇する温度は Mo 量が多くなると低温側にシフトしていた。

次に、各試料の室温での弾性率の値で規格化した弾性率の温度依存性を相分率に対してプロットした結果を、図 13 に示す。これらの結果から、 $\gamma$  相の割合が少ない（Mo 量が多い）と、エリンバー特性が良くなる傾向があったが、本実験の温度範囲では  $\epsilon$  相は常磁性であり、弾性率に影響を及ぼすのは主に  $\gamma$  相であると言える。なお、各合金のネール点以下で弾性率は僅かな負の温度依存性（図 12 参照）を示し、Mo 量が多くなるにつれその値は小さくなった。ここでは約 4%Mo 添加によりエリンバー特性が最も良かったが、これまでの研究では 3%Mo 添加がエリンバー特性を向上させるとされている[3]。この違いの要因としては後者の合金では加工により集合組織が発達していたためと考えられる。

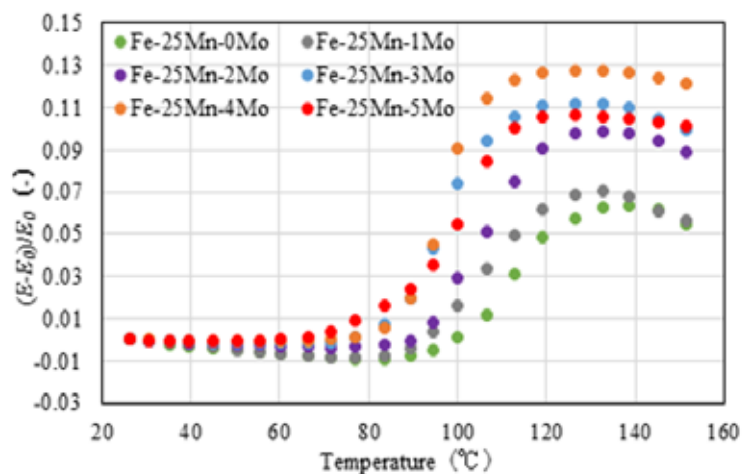


図 12 異なる量の Mo を含む Fe-25%Mn-Mo 合金における相対的 Young 率の温度依存性

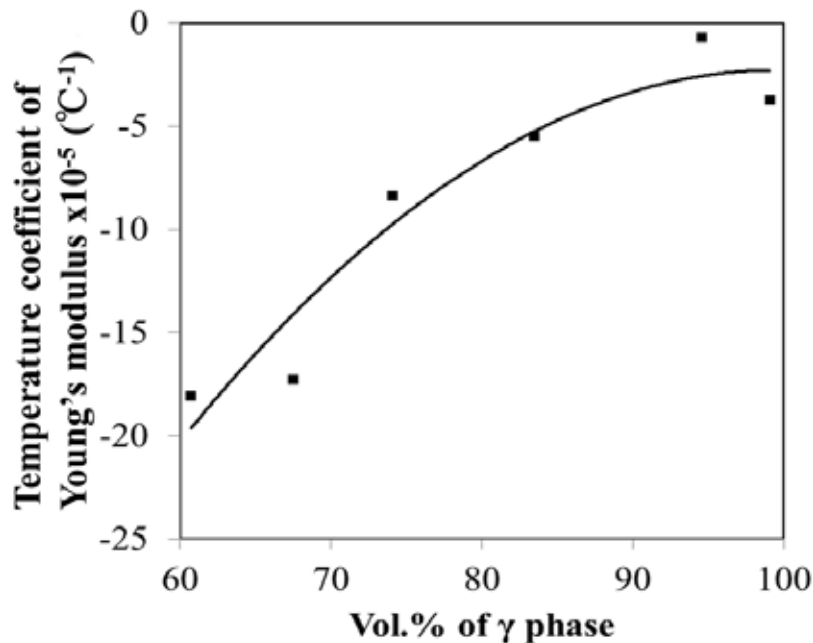


図 13 Fe-25%Mn-Mo 合金における  $\gamma$  相の体積割合 (Mo が多いと減少) と Young 率の温度係数の関係

### 3. 4 Fe-Mn-Mo 合金における残留応力解析

一般に、Fe-Mn-Mo 等の合金を塑性変形すると、エリンバー特性が低下することが知られている[3]。これは塑性変形により導入された残留応力が、焼鈍したままの材料における本来の弾性率に影響するためであると考えられ、それを調べるには多結晶材料中の残留応力を測定する必要がある。そこで、ここでは、Fe-25Mn-Mo 合金を変形する前、および 10%の引張り変形を加えたときの  $\gamma$  相の残留応力を 2D 法により測定した。表 1 および表 2 は、それぞれその結果をまとめたものである。変形前の残留応力は Mo 量が多くなるにつれて小さくなり、合金中の  $\gamma$  相の体積分率は Mo 量が多くなると減少することに対応している。また、引張り変形すると変形に応じて特徴的な残留応力が発生していた。

すなわち、いずれの Fe-25Mn-Mo 合金においても、最大の主応力  $\sigma_1$  は圧縮応力であり、その方向はおおよそ引張り変形した方向を向いていた。他の  $\sigma_2$  などの主応力も圧縮応力であり、合金中の Mo 量が増えると、最大の主応力との差が大きくなっていった。エリンバー特性を示す合金の弾性挙動には塑性変形により導入される転位等が影響を及ぼすことが知られている[3]。このため、今回の結果は塑性変形の程度や方向によって、残留応力を制御できることを示唆していると思われる。したがって、Fe-Mn-Mo 合金のエリンバー特性を制御する方法としては、 $\gamma$  相と  $\epsilon$  相の割合を合金組成や熱処理により調整することや、塑性変形の程度やモードを調整することにより

その特性を制御することが考えられる。

表 1 Fe-25Mn 合金に 2、3 および 4% の Mo を添加した合金を引張り変形する前の残留応力の主応力の値や方向を応力楕円体で示した表

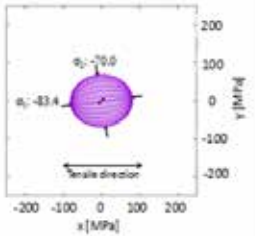
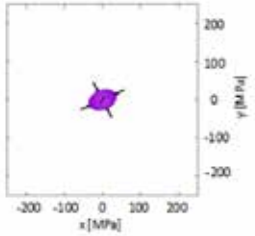
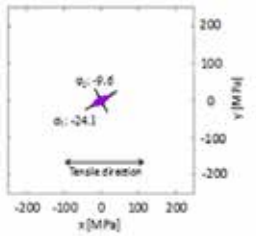
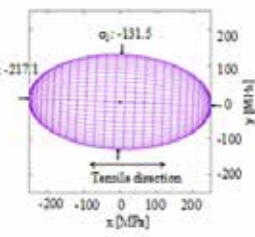
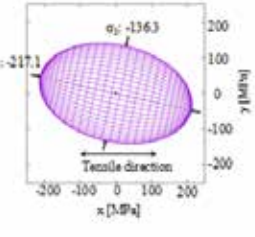
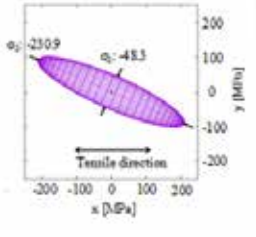
Samples	Mo 2 mass%	Mo 3 mass%	Mo 4 mass%
Stress tensor $\begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -80.3 \pm 11.5 & 0.3 \pm 5.7 & 14.2 \pm 2.5 \\ 0.3 \pm 5.7 & -68.6 \pm 11.5 & 9.9 \pm 2.7 \\ 14.2 \pm 2.5 & 9.9 \pm 2.7 & -14.3 \pm 7.7 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -35.1 \pm 10.1 & -3.2 \pm 5.0 & 6.6 \pm 2.1 \\ -3.2 \pm 5.0 & -25.8 \pm 10.1 & 8.0 \pm 2.4 \\ 6.6 \pm 2.1 & 8.0 \pm 2.4 & -6.8 \pm 6.7 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -19.1 \pm 11.0 & -6.1 \pm 5.5 & -6.4 \pm 2.3 \\ -6.1 \pm 5.5 & -13.0 \pm 11.0 & -1.2 \pm 2.6 \\ -6.4 \pm 2.3 & -1.2 \pm 2.6 & 6.4 \pm 7.3 \end{pmatrix}$
Stress ellipsoid •Magnitudes of principal stresses (lengths of the ellipsoid) •Directions of the stresses (directions of the ellipsoid) •Tensile stress -positive sign - and compression stress -negative sign - are estimated from the stress tensors			
Angle between $\sigma_1$ direction and tensile direction	14.5	28.8	31.8

表 2 Fe-25Mn 合金に 2,3 および 4% の Mo を添加した合金を 10% 引張り変形したときの残留応力の主応力の値や方向を応力楕円体で示した表

Samples	Mo 2 mass%	Mo 3 mass%	Mo 4 mass%
Stress tensor $\begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -252.4 \pm 21.5 & -4.0 \pm 6.9 & 11.3 \pm 2.8 \\ -4.0 \pm 6.9 & -131.1 \pm 21.5 & -8.9 \pm 2.8 \\ 11.3 \pm 2.8 & -8.9 \pm 2.8 & 0.1 \pm 13.1 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -213.2 \pm 24.2 & 17.2 \pm 7.7 & 6.7 \pm 3.1 \\ 17.2 \pm 7.7 & -139.8 \pm 24.2 & 5.4 \pm 3.1 \\ 6.7 \pm 3.1 & 5.4 \pm 3.1 & 0.1 \pm 14.7 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -200.5 \pm 21.3 & 66.2 \pm 6.8 & 17.0 \pm 2.8 \\ 66.2 \pm 6.8 & -77.0 \pm 21.2 & -9.6 \pm 2.8 \\ 17.0 \pm 2.8 & -9.6 \pm 2.8 & 0.2 \pm 12.9 \end{pmatrix}$
Stress ellipsoid •Magnitudes of principal stresses (lengths of the ellipsoid) •Directions of the stresses (directions of the ellipsoid) •Tensile stress -positive sign - and compression stress -negative sign - are estimated from the stress tensors			
Angle between $\sigma_1$ direction and tensile direction	3.4	12.5	24.0

#### 4. おわりに

本研究では、Fe-Mn-Mo 合金のエリンバー特性を制御する因子を明らかにするために、この合金の組織、相分率、特性等を、EBSD、X 線回折、中性子回折、弾性率測定等の多面的な方法により調べた。これらの方法により得られた主な結果をまとめると、次の通りである。

1. 塑性ひずみが多く入った熱間圧延した試料を焼鈍すると再結晶が起こり、高温か

らの冷却過程で厚い $\epsilon$ 相のプレートが形成される。また、Mo添加量が増加すると、冷却過程での $\epsilon$ 相の形成は抑制される。なお、本研究で作製した合金板には、集合組織の大きな発達は見られなかった。

2. 隣接する $\gamma$ 相と $\epsilon$ 相の間には $(111)_{\text{fcc}}// (0001)_{\text{hcp}}$ 、 $[\bar{1}11]_{\text{fcc}}// [1\bar{2}10]_{\text{hcp}}$ の方位関係が成り立つ。また、 $\gamma$ 相の1つの方位に対して $\epsilon$ 相の複数のバリエーションが存在し、冷却過程ではそれらのバリエーションが概ね等方的に形成する。
3. 焼鈍した合金を引張変形すると応力誘起マルテンサイト変態が起こる。引張り変形に対し、すべり変形のシュミット因子よりも応力誘起マルテンサイト変態のシュミット因子の方が大きな結晶粒で変態が起こる頻度が高い。
4. 合金の弾性率は $\gamma$ 相のネール点付近で急激に上昇した。Mo添加量の増加に伴ってネール点以上での弾性率の上昇率が大きくなるとともに弾性率の温度係数は上昇する傾向にある。合金のエリンバー特性に寄与するのは主に $\gamma$ 相であるが、これまでの研究結果との比較から、集合組織もエリンバー特性に影響していると考えられる。
5. 2D法による残留応力測定の結果から、Mo添加による $\epsilon$ 相形成の抑制と関係して、変形に伴う特徴的な主応力の変化が見られる。そのような異方性のある変形によりエリンバー特性が制御できる可能性が示唆された。これらの合金の弾性率の評価において、残留応力解析による情報も有効であると考えられる。

## 参考文献

- [1] S. Reeh, D. Music, M. Ekholm, I. A. Abrikosov, and J. M. Schneider: Phys. Rev., B87 (2013), 224103.
- [2] X. Tian X, Y. Zhang: Mater. Sci. Eng., A, 516 (2009) 78.
- [3] T. Masumoto, S. Ohnuma, K. Sugawara and H. Kimura: Materials Transactions, 58, (2017), 701.
- [4] E. P. Kwon, S. Fujieda, K. Shinoda, S. Suzuki: Mater. Sci. Eng. A, 527, (2010) 6524.
- [5] B. B. He : Two-Dimensional X-ray Diffraction, Wiley, (2009)

## 謝辞

本研究は、公益財団法人JFE21世紀財団からの技術研究助成（2017年度）の支援により、行われました。ここに、深く感謝の意を表します。