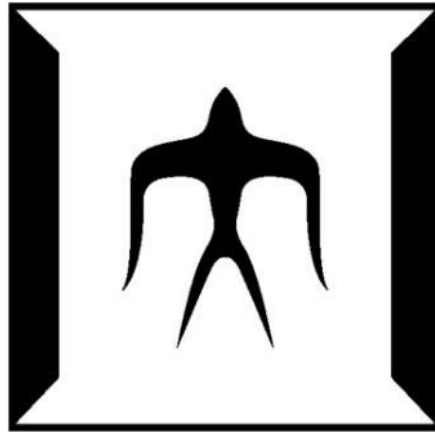


論文 / 著書情報
Article / Book Information

題目(和文)	切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の製造法
Title(English)	
著者(和文)	永島史悠
Author(English)	Fumihisa Nagashima
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第11920号, 授与年月日:2021年3月26日, 学位の種別:課程博士, 審査員:吉野 雅彦,平田 敦,阪口 基己,山崎 敬久,山本 貴富喜
Citation(English)	Degree:Doctor (Engineering), Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第11920号, Conferred date:2021/3/26, Degree Type:Course doctor, Examiner:,,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Category(English)	Doctoral Thesis
種別(和文)	要約
Type(English)	Outline

令和2年度博士論文

切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼
ストリップ材の製造法



東京工業大学
工学院 機械系 機械コース

永島 史悠

目次

第 1 章	緒言.....	1
1.1	背景.....	1
1.2	本研究の目的.....	4
1.3	本論文の構成.....	5
第 2 章	強ひずみ加工による結晶組織変化に及ぼす加工法の影響.....	6
2.1	第 2 章緒言.....	6
2.1.1	結晶方位測定法と結晶塑性シミュレーション.....	6
2.1.2	本章の目的.....	7
2.2	強ひずみ加工実験[58].....	8
2.2.1	強ひずみ加工実験方法.....	8
2.2.1.1	二次元切削加工.....	8
2.2.1.2	板圧延.....	11
2.2.1.3	結晶組織分析.....	13
2.2.2	強ひずみ加工実験結果と考察.....	15
2.3	結晶塑性シミュレーション.....	23
	非公表	
2.4	第 2 章結言.....	34
第 3 章	強ひずみ加工が静的再結晶組織に及ぼす影響.....	35
3.1	第 3 章緒言.....	35
3.1.1	静的再結晶.....	35
3.1.2	本章の目的.....	37
3.2	静的再結晶実験[58].....	37

3.2.1	静的再結晶実験方法.....	37
3.2.1.1	熱処理.....	37
3.2.1.2	再結晶組織分析.....	38
3.2.2	静的再結晶実験結果と考察.....	39
3.3	静的再結晶シミュレーション[58].....	42
3.3.1	静的再結晶シミュレーションモデル.....	42
3.3.2	静的再結晶シミュレーション結果と考察.....	46
3.4	第3章結言.....	51
第4章	切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の製造.....	52
4.1	本章の目的.....	52
4.2	微細結晶粒鉄鋼ストリップ材製造プロセス[88].....	52
4.3	純鉄を用いた提案プロセスの実証実験[88].....	53
4.3.1	実証実験方法.....	53
4.3.1.1	プロセス条件.....	53
4.3.1.2	作製した材料の評価.....	54
4.3.2	実証実験結果と考察.....	56
4.4	提案プロセスのステンレス鋼への応用[89].....	62
4.4.1	ステンレス鋼へ応用実験の方法.....	62
4.4.2	ステンレス鋼への応用実験の結果と考察.....	63
4.5	第4章結言.....	66
第5章	結言.....	67
参考文献	70
謝辞	75

図目次

図 1.1	超微細粒鋼の製造方法 (a)加工熱処理, (b)強ひずみ加工.....	2
図 2.1	EBSD 測定原理 (a)EBSD 測定系, (b)EBSD パターンの指数付け.....	7
図 2.2	強ひずみ加工実験手順.....	8
図 2.3	二次元切削加工模式図 (a)突切り加工による溝彫り, (b)二次元切削加工, (c)二 次元切削加工時の断面図.....	9
図 2.4	二次元切削モデル.....	9
図 2.5	板圧延加工図 (a)小型二段圧延機, (b)板圧延モデル.....	11
図 2.6	圧延加工止め試験片.....	13
図 2.7	KAM 値の定義.....	14
図 2.8	切削試験片の結晶組織 (a)板厚中央付近の TD 方向 IPF マップ, (b)すくい面近 傍の TD 方向 IPF マップ, (c)板厚中央付近の KAM マップ, (d)すくい面近傍の KAM マップ, (e)板厚中央付近の方位差マップ, (f)すくい面近傍の方位差マッ プ.....	16
図 2.9	圧延試験片の結晶組織 (a)結晶粒が微細化された領域の TD 方向 IPF マップ, (b)結晶粒が微細化されていない領域の TD 方向 IPF マップ, (c)結晶粒が微細化 された領域の KAM マップ, (d)結晶粒が微細化されていない領域の KAM マッ プ.....	17
図 2.10	圧延止め試験片の結晶組織 (a)TD 方向 IPF マップ, (b)KAM マップ, (c)方位 マップ (赤: RD//<110>, 青: ND//<111>).....	18
図 2.11	加工組織の結晶粒径分布.....	19
図 2.12	加工組織の方位差分布.....	20
図 2.13	各加工法における塑性変形域と結晶粒の関係 (a)圧延加工, (b)切削加工.....	21
図 2.14	結晶塑性シミュレーションに用いた立方体結晶モデルと座標系.....	23
図 2.15	結晶塑性シミュレーションにおける要素変形.....	29

図 2.16	実験とシミュレーションの001極点図の比較 (a)実験による圧延試験片, (b)シミュレーションによる平面ひずみ圧縮変形, (c)実験による切削試験片, (d)シミュレーションによる単純せん断変形.....	30
図 2.17	結晶塑性シミュレーションにおける活動すべり系の数.....	31
図 2.18	結晶塑性シミュレーションにおける FCC の活動すべり系の数.....	33
図 2.19	単純せん断変形における主ひずみ方向の変化.....	33
図 3.1	隣り合う結晶粒の自由エネルギー.....	36
図 3.2	開発したアルゴン雰囲気炉 (a)アルゴン雰囲気炉の写真, (b)試験片挿入機構 ((a)中の赤枠部分) ,(c)アルゴン雰囲気炉の構造.....	38
図 3.3	500 °Cで熱処理した切削試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分.....	39
図 3.4	500 °Cで熱処理した圧延試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分.....	40
図 3.5	600 °Cで熱処理した切削試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分.....	40
図 3.6	600 °Cで熱処理した圧延試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分.....	40
図 3.7	600 °Cで熱処理した際の再結晶粒径の時間変化.....	41
図 3.8	変形組織の方位差分布.....	42
図 3.9	静的再結晶モデルの定数の影響とフィッティング結果.....	46
図 3.10	600 °Cで 1 分熱処理した際の再結晶粒径分布の比較.....	47
図 3.11	シミュレーションによる 600 °Cにおける再結晶率の時間変化.....	47
図 3.12	600 °Cにおける(a)再結晶率と(b)再結晶粒径の時間変化に及ぼす切削加工のせん断ひずみの影響.....	49
図 3.13	600 °Cにおける(a)再結晶率と(b)再結晶粒径の時間変化に及ぼす圧延加工の圧下率の影響.....	50
図 4.1	切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼ストリップ材製造法.....	52
図 4.2	引張試験片の形状.....	55
図 4.3	小型引張試験装置.....	55

図 4.4	作製したロードセルの校正曲線.....	55
図 4.5	$\gamma = 6.60$ の試験片の加工組織 (a)切削加工後の TD 方向 IPF マップ, (b)スキンパス圧延加工後の TD 方向 IPF マップ, (c)切削加工後の KAM マップ, (d)スキンパス圧延加工後の KAM マップ.....	56
図 4.6	$\gamma = 5.04$ の試験片の加工組織 (a)切削加工後の TD 方向 IPF マップ, (b)スキンパス圧延加工後の TD 方向 IPF マップ, (c)切削加工後の KAM マップ, (d)スキンパス圧延加工後の KAM マップ.....	57
図 4.7	スキンパス圧延後 500 °Cで 1 分の熱処理をした試験片の TD 方向 IPF マップ (a) $\gamma = 6.60$, (b) $\gamma = 5.04$	57
図 4.8	スキンパス圧延後 600 °Cで 1 分の熱処理をした試験片の TD 方向 IPF マップ (a) $\gamma = 6.60$, (b) $\gamma = 5.04$	58
図 4.9	熱処理時間 1 分における熱処理温度と結晶粒径の関係	58
図 4.10	引張試験後の試験片.....	59
図 4.11	$\gamma = 6.60$ の試験片の引張試験による荷重-変位線図.....	59
図 4.12	$\gamma = 5.04$ の試験片の引張試験による荷重-変位線図.....	60
図 4.13	試験片断面の SEM 像.....	60
図 4.14	作製したストリップ材の材料特性 (a)熱処理条件と降伏応力の関係, (b)平均結晶粒径と降伏応力の関係.....	61
図 4.15	加工前後のステンレス試験片の結晶組織 (a)母材の TD 方向 IPF マップ, (b)加工後の TD 方向 IPF マップ, (c)母材の相マップ, (d)加工後の相マップ	63
図 4.16	熱処理後のステンレス試験片の結晶組織 (a)熱処理時間 30 秒の TD 方向 IPF マップ, (b)熱処理時間 1 分の TD 方向 IPF マップ, (c)熱処理時間 5 分の TD 方向 IPF マップ, (d)熱処理時間 30 秒の相マップ, (e)熱処理時間 1 分の相マップ, (f)熱処理時間 5 分の相マップ	64
図 4.17	ステンレス試験片の熱処理時間と平均結晶粒径の関係	65

図 4.18 ステンレス試験片の熱処理時間とビッカース硬さの関係（点線は母材の硬さ）
.....66

表目次

表 2.1	二次元切削加工条件.....	9
表 2.2	切削試験片の寸法とせん断ひずみ.....	10
表 2.3	板圧延加工条件.....	11
表 2.4	圧延試験片寸法と相当ひずみ.....	12
表 2.5	加工組織 EBSD 測定条件.....	14
表 2.6	結晶塑性シミュレーションのパラメータ.....	29
表 2.7	結晶塑性シミュレーション条件.....	31
表 2.8	FCC 結晶を対象とした結晶塑性シミュレーションのパラメータ.....	32
表 3.1	再結晶組織 EBSD 測定条件.....	38
表 3.2	再結晶シミュレーションの材料パラメータ.....	45
表 3.3	再結晶シミュレーションの加工組織パラメータ.....	45
表 3.4	熱処理温度 600 °Cでの静的再結晶モデルの定数.....	46
表 3.5	600 °Cにおける再結晶過程における各パラメータの値.....	48
表 4.1	提案手法実証実験の切削加工条件.....	53
表 4.2	提案手法実証実験のスキンパス圧延加工条件.....	53
表 4.3	提案手法実証実験の EBSD 測定条件.....	54
表 4.4	ステンレス鋼の二次元切削加工条件.....	62
表 4.5	ステンレス鋼の EBSD 測定条件.....	63

第1章 緒言

1.1 背景

近年、様々な工業製品の小型化・微細化が進んでいる。小型化のメリットとして、機能の集積化、省スペース化、携帯性の向上、消費エネルギーの削減などがあげられる。小型化・集積化の例として挙げられるコンピュータの場合、1946年に開発されたENIACと比較して、現在では大きさは約5万分の1と小型化され、演算実行速度は10万倍以上に高速化された[1]。さらに、機械部品の小型化・微細化は製品そのものの小型化にとどまらず、より微細な対象物を扱うことができるようになるという点で重要である。例えば、低侵襲治療法の代表例である内視鏡治療では、機器の小型化、多様化により様々な症例に応用されている[2,3]。こうした小型化には、構成する機械部品の小型化が不可欠であり、微細加工技術の研究開発が盛んにおこなわれている[4,5]。

機械加工分野における微細加工技術は、寸法などサイズの小さなものを作製する“micro machining”と、表面粗さなど加工精度を極限まで高めた“ultra-precision machining”という技術から成る[4]。実際には、工作寸法が小さくなるにしたがって、相対的に寸法誤差の影響が大きくなるため、機械加工分野での微細加工においては工作物の微小化に伴って加工精度の向上が不可欠である。加工寸法がマイクロメートル程度にまで小さくなるとサイズ効果が大きくなり、切削工具の刃先丸みや被加工材の結晶粒サイズの影響を無視できなくなる[5]。

一般的な鉄鋼材料の結晶粒径は数十 μm 以上あり、微細加工に適しているとは言えない。そこで近年、結晶粒径数 μm 以下の結晶粒から成る超微細粒鋼が注目されている。超微細粒鋼を用いることで、加工寸法に対する結晶粒の大きさを十分小さくすることができる。小松らによるマイクロ切削加工における結晶粒径の影響に関する報告[6]によれば、超微細粒鋼を用いることで切削力の低下や切屑生成の定常化、仕上げ面の向上を達成することができる。また、微小穴あけ加工においても超微細粒鋼を使用することで高精度な穴あけが可能となり、これにより作製したオリフィスでは10 μm 程度の平均結晶粒径を有する通常鋼材で作製したものに比べて流量の安定性が向上したという報告もある[7]。マイクロレーザー加工では、より深い穴あけや長い距離の切断の際に超微細粒鋼を使用することで加工形状の向上が報告されている[8]。このほか、結晶粒の微細化による利点として、材料強度の向上が知られている[9]。Hall[10]とPetch[11]により提唱された多結晶金属の降伏応力と結晶粒径の関係はホール・ペッチ則として知られており、結晶粒径 d と降伏応力 σ_Y について次式で表される。

$$\sigma_Y = \sigma_0 + k_{HP}d^{-\frac{1}{2}} \quad 1.1$$

ここで、 σ_0 は個々の転位の運動に必要な摩擦応力で単結晶の降伏応力、 k_{HP} はホール・ペッチ係数と呼ばれる材料定数である。広範の粒径に対してホール・ペッチ則が成り立つことが知られているが、超微細粒鋼のうち平均結晶粒径が100 nmを下回る場合には異なる傾向が現れることが報告されている[9]。Sandersらはナノ結晶銅を用いた実験により、ビッカース硬さは結晶粒径の減少とともに増加する傾向を維持しているが、引張試験においては結晶粒径の

減少によって降伏応力が低下することを報告している[12]. この原因はナノ結晶化によって密度が低下し, 原子空孔によって応力集中が生じやすくなったためと考えられているが, メカニズムの詳細は明らかではない.

加工性や強度といった機械的特性の向上以外に, 超微細粒鋼の特徴として耐食性や生体適合性の向上など化学的特性についても注目されている. オーステナイト系ステンレス鋼の一種である SUS304 について, Hasegawa らは全面腐食に対する耐食性は結晶粒径の減少とともに劣化するが, 粒界腐食や孔食, 応力腐食割れなどの局所的な腐食感受性に対しては結晶粒微細化によって耐食性が向上することを報告している[13]. また, 生体材料として利用される SUS316L について, Misra らは結晶粒径が骨芽細胞様細胞 MCT3T3-E1 の定着と分芽増殖への影響について報告している[14]. この報告によれば, 結晶粒の微細化によって表面エネルギーが増加し親水性が向上したことで, 細胞の分芽増殖や細胞進展, 蛋白質吸着が大きく改善された. こうした材料特性の向上を追加元素なしに実現できることも結晶粒微細化技術の大きな利点であり, リサイクル性や生体適合性の悪化を防ぐことができる.

超微細粒鋼の作製方法は図 1.1 に示すように, 主に 2 種類に分けることができる[15]. 1 つ目は相変態における核発生数を増やすことで微細粒を得る方法であり, 材料を加熱して加工し, その後の冷却速度を制御することで組織をつくりわける加工熱処理 (TMCP: thermo-mechanical control process) の技術が使われている. 2 つ目は冷間加工によって大きなひずみを与え, これによって生じる転位によって既存の結晶粒を微細化する方法である. 通常の塑性加工では与えることができないほど大きな塑性ひずみを材料に付与する必要があるため, 強ひずみ加工 (SPD: severe plastic deformation) 法とよばれる加工法が利用される.

TMCP は熱間加工中の組織制御を目的とした TMP (thermo-mechanical processing) をもとに発展した加工技術である[16]. 1950 年代の終わりから 1960 年代のヨーロッパ, 特に BISRA (British Iron and Steel Research Association) で初期の TMP に関する研究が行われた. 1980 年代に入り, 熱間圧延ミルと同じライン上で加工後に急速に冷却する加速冷却技術が取り入

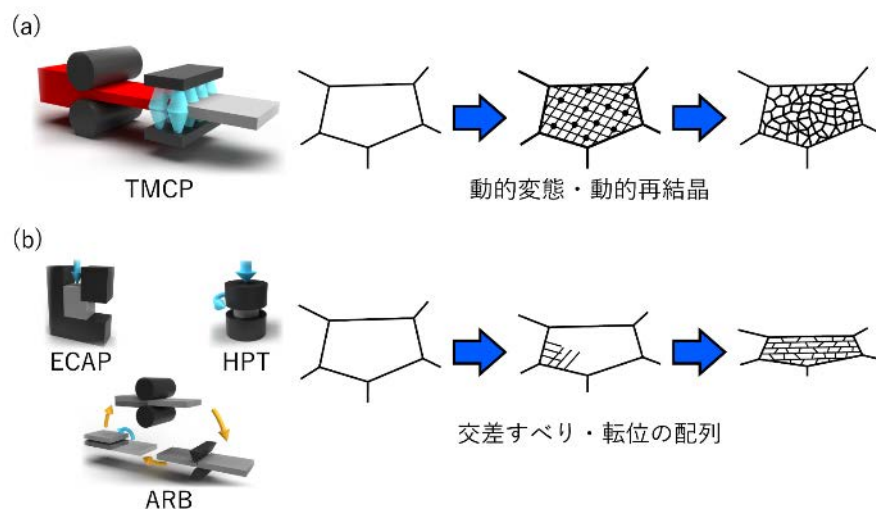


図 1.1 超微細粒鋼の製造方法 (a)加工熱処理, (b)強ひずみ加工

れられるようになり[17], 制御圧延と加速冷却を合わせて TMCP と呼ばれるようになった。1985 年に TMCP により製造された鋼板の標準化が行われ, 以降, TMCP の技術開発が盛んにおこなわれるようになった[16]. 1990 年代後半からは, 結晶粒径 $1\ \mu\text{m}$ かそれ未満の超微細粒鉄鋼材の製造に関する研究開発が進められた[16,18]. TMCP による超微細粒鋼は, すでに超微細粒ステンレス鋼板[19]やスマートフォン用マイクロねじ[20]などの製品が製造されている。中・高温域で塑性加工を行うことで動的変態・再結晶が起こり, これらの組織変化によって超微細粒が生成される。超微細粒が得られるメカニズムの一例として, A3 変態点以下の温度域で過冷却オーステナイトに大ひずみ付与することで, フェライト変態開始点を早め, 加工中に生じるフェライト変態 (動的フェライト変態) を利用したものがある[15]. 動的フェライト変態ではフェライトの成長より核発生によって変態が進行するため, 微細なフェライト組織が得られる。圧延加工は量産に適しており, 古くから金属素材の製造方法として利用され多くの技術開発が進められている。しかし, 加工設備が大型であること, 相変態を伴う複雑な組織変化を利用するために加工条件の決定には設備ごとに実験的なデータ収集が必要であることなどの課題がある。

一方, SPD 法による結晶粒の細分化を利用して超微細粒鋼を製造する方法も盛んに研究されている[21]. 塑性ひずみが大きくなるほど結晶内の複数のすべり系の活動が活発になり, これによって方位差が生じることで結晶粒微細化が進行するため, より大きな塑性ひずみを付与することが必要となる[22]. 例えば Segal らによって提案された ECAP (equal channel angular pressing) [23,24]は, 金型中で交差する同一の断面形状を有する溝穴に材料に押し込むことで, 形状を保ったまません断ひずみを付与することができる。90° で交差する溝穴を用いた場合, 付与されるせん断ひずみは最大で 2 であるが, 材料形状が変化しないため, 繰り返し加工を行うことで材料内部にひずみを蓄積させることができる[25]. このほか, 円盤またはリング状の材料を上下から金型で挟み, 高圧下で金型を回転させることで円周方向に強いせん断ひずみを付与する HPT (high pressure torsion) [26,27]では ECAP よりも微細な結晶粒が得られることが報告されている[28]. 板材の加工法として, 板厚圧下率 50%の圧延後に材料を半分に切断し, これらを重ねて圧延することで繰り返し圧延加工を行うことができる ARB (accumulative roll-bonding) [29]なども研究されている。いずれの方法も材料の変形が生じないため, 非常に大きなひずみを与えられる一方, 超微細粒を得るためには繰り返し加工が必要であるために生産性が低いこと, 材料寸法に応じた金型が必要なことなど, 実際に材料の製造法として利用する上で課題もある。

そこで, 連続的な加工で大きな塑性ひずみを付与する方法として, 切削加工に注目した。切削加工では, 切屑が生成される際に強いせん断変形が生じ組織が微細化することが知られている[30,31]. 切屑の生成過程は連続的であり, 1 回の加工で超微細粒を得ることができるなど, 従来の SPD 法と比較して高い生産性が期待される。また, 既存の機械加工装置を利用することができるため, 特殊な加工設備が不要で容易に超微細粒鋼を製造できる。しかし, 切削加工を用いた結晶粒微細化についての研究は, 他の加工法に比べて乏しく, 加工組織の微細化に関する研究は報告されている[32,33]ものの, 熱処理を組合せた組織制御に応用した

例は少ない。そこで本研究では、切削加工を応用した微細粒鋼の製造方法の有用性について検証した。また、材料のマクロな変形と結晶組織のミクロな変形の間関係を明らかにし、結晶粒微細化における塑性ひずみや熱処理の影響について検討を行った。

1.2 本研究の目的

切削加工による結晶粒微細化と組織制御の有用性について検証するため、以下の 3 点を本研究の目的とした。

- 強い塑性ひずみを付与した際に生じる結晶組織変化に及ぼす加工法の影響を明らかにし、切削加工による強せん断ひずみの結晶粒微細化への有効性を検討する。
- 強い塑性ひずみを付与した加工組織が静的再結晶組織の発達に及ぼす影響を明らかにし、切削加工と熱処理を組合せた結晶組織制御法の可能性を検討する。
- 加工組織および再結晶組織に関する検討をもとに、切削加工と熱処理による微細粒鉄鋼材料の新たな製造方法を提案し、これを実証する。

まず、切削加工によるせん断変形が結晶組織に及ぼす影響について検討するため、板圧延による平面ひずみ圧縮と比較した。本研究では、切屑に付与されるせん断ひずみを推定するために二次元切削加工を用いた。二次元切削加工では、被削材が削られて切屑が生成される過程を二次元の単純せん断変形に近似することができ、材料と工具の幾何学的関係からせん断ひずみを計算することができる。また、平面内で変形が生じるため、幅方向の影響を考慮する必要がなく、二次元的な組織分析によって加工の影響を検討することができる。切削加工と異なる加工形態の塑性加工法として、切屑生成と同様に連続的であり、二次元の変形が生じる板圧延加工を用いた。板幅が十分に大きい板圧延加工では、圧縮変形は平面ひずみ状態に近似でき、二次元切削加工と同様に平面内の結晶組織変化を検討すればよい。単純せん断変形および平面ひずみ圧縮変形による組織変化を実験的に明らかにし、加工組織の形成に及ぼす加工形態の影響について実験および結晶塑性理論に基づくシミュレーションを用いて検討した。

切削加工及び圧延加工を行った試験片を種々の条件で熱処理し、静的再結晶組織を観察することで、加工組織が再結晶組織に及ぼす影響を検討した。また、核発生・粒成長モデルを用いた数値シミュレーションによって再結晶過程に及ぼす加工組織の影響を定量的に明らかにするとともに、超微細粒組織を得るための加工・熱処理条件について検討した。

これらの検討に基づき、切削加工と熱処理を組合せた微細粒鉄鋼材料の新たな製造方法を提案する。純鉄を用いて提案プロセスの実証を行い、作製した微細粒鉄の結晶組織および機械特性を評価した。また、より広範に利用されているオーステナイト系ステンレス鋼に対する提案プロセスの有効性を検討した。

1.3 本論文の構成

本論文の構成は以下のとおりである。

- 第 1 章 緒言

研究背景および研究目的を示す。超微細粒鋼の製造法である TMCP と SPD 法による微細化の原理を説明し、それぞれの利点と問題点をまとめる。これらの課題を解決する方法として切削加工の可能性を示す。このような背景を踏まえ、本研究の目的と方向性を明らかにする。

- 第 2 章 強ひずみ加工による結晶組織変化に及ぼす加工法の影響

ここでは、二次元切削加工と板圧延加工による変形組織の比較を通して、強ひずみ加工における組織変化と加工法の関係を検討する。まず、切削加工および圧延加工で形成される変形組織の特徴について結晶方位分析を用いた実験により明らかにする。特に圧延加工による不均一結晶組織の形成過程を検討するため、加工途中の試験片を用いた結晶方位分析を行った。さらに、切削加工および圧延加工における変形の違いによるすべり系の活動の違いを調べるため、結晶塑性理論に基づくシミュレーションを行った。これらの実験およびシミュレーションをもとに、切削加工の結晶粒微細化への有効性について検討する。

- 第 3 章 強ひずみ加工が静的再結晶組織に及ぼす影響

この章では、第 2 章で強ひずみ加工を施した試験片を熱処理し、各加工法による変形組織が再結晶組織に及ぼす影響について検討する。アルゴン雰囲気炉で種々の条件で熱処理を行い、静的再結晶過程の進行や再結晶組織が変形組織によってどのように変化するか実験により明らかにする。また、核発生・粒成長モデルに基づく再結晶シミュレーションを行い、核発生および粒成長の各過程に影響を与える変形組織の特徴について検討する。これらの結果から、熱処理による微細再結晶粒組織の形成における切削加工の優位性について検討する。

- 第 4 章 切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の製造

第 2 章、第 3 章の検討結果を踏まえ、切削加工を利用した微細粒鉄鋼ストリップ材の新たな製造法を開発し、その実証を行う。まず、切削加工と熱処理による提案手法の概要を説明し、純鉄を用いた実証実験を行った。作製したストリップ材の結晶組織分析と引張試験から、提案手法の有用性について検討する。また、ステンレス鋼への応用を目指し、切削加工と熱処理による結晶粒微細化と高強度化の可能性について検討する。

- 第 5 章 結言

各章の結果を踏まえ、本研究のまとめを示す。

第2章 強ひずみ加工による結晶組織変化に及ぼす加工法の影響

2.1 第2章緒言

2.1.1 結晶方位測定法と結晶塑性シミュレーション

冷間強加工による結晶粒の細分化は IDB (incidental dislocation boundary) と GNB (geometrically necessary boundary) の2種類の粒界の形成によって起こると考えられている[22]. IDBは転位が低エネルギー状態をとるように再配列することで形成される粒界であり、転位の配列によるため傾角は加工度に関わらず小さい。一方、同一結晶粒内であっても、結晶粒界などの拘束条件により部分ごとに活動するすべり系の組合せが異なり、局所的な方位回転が異なることで方位差が生じる。この方位差を担うために発生する粒界がGNBであり、加工度が大きくなるほど方位回転量が大きくなるため、加工度に応じてGNBの傾角も大きくなると考えられている。十分な方位差を有する結晶粒界により構成される超微細粒組織を得るためには、GNBの発達が不可欠である。これが超微細粒組織の製造に強ひずみ加工が必要な理由であり、相当ひずみ $\bar{\epsilon} \sim 10$ かそれ以上の塑性ひずみが必要とされている[22]。このような細分化機構による超微細粒の生成過程を検討するためには、粒界の傾角など結晶方位情報に基づく分析が必要であり、材料の結晶方位解析が不可欠である。

金属材料の結晶方位は材料特性に大きな影響を与えるため、様々な解析手法の開発が進められてきた。例えば、光学顕微鏡による結晶方位分析法であるエッチピット法では、適当な腐食液を用いることで、10~20 μm の結晶学的マイクロピットを形成できるため、局所的な結晶方位を測定することができる[34]。X線を用いた結晶方位分析には、結晶粒毎の方位測定を対象としたラウエ法や集合組織の極点図解析に利用されるX線回折法などがある[35]。ラウエ法は解析精度が 1° 以下と高精度であるが、スポット当たりの測定時間が長く、多結晶材を網羅的に解析することは難しい。極点図作成に利用されるX線回折法は、一度の測定で極点図の作成が可能であり、材料内の結晶方位配向を知ることができるが、個々の結晶粒の情報を分離できないという欠点がある。こうした中、電子線の反射電子回折パターンを用いた局所方位解析手法としてEBSD (electron back-scatter diffraction) 法が注目されている。

EBSD法は、図2.1に示すように、SEM (走査型電子顕微鏡, scanning electron microscope) 中の試料表面の1点に対して電子線を照射し、ここから得られる反射電子回折パターン (EBSDパターン) を指数付けすることで、この点における結晶方位の測定や結晶系の判定を行うものである[36]。電子線を走査することで試料表面の結晶方位や結晶系を逐次解析し、地理的情報を含む結晶データを取得できる。1928年に菊池氏が雲母の薄片に電子線を照射すると結晶格子による回折パターンがみられることを報告し[37]、続いてカルサイト劈開面に低角で電子線を照射することで結晶面に応じた回折パターンが得られることを示した[38]のが始まりである。1973年にJ. A. VenablesらによってSEMの電子線によってEBSDパターンが得られることが示された[39]。EBSDパターン上のバンド検出や指数付けの方法が確立され、商用機の発売と共に材料研究に広く利用されるようになったのは1995年以降のことであり[36]、結晶方位解析法としては新しい技術である。

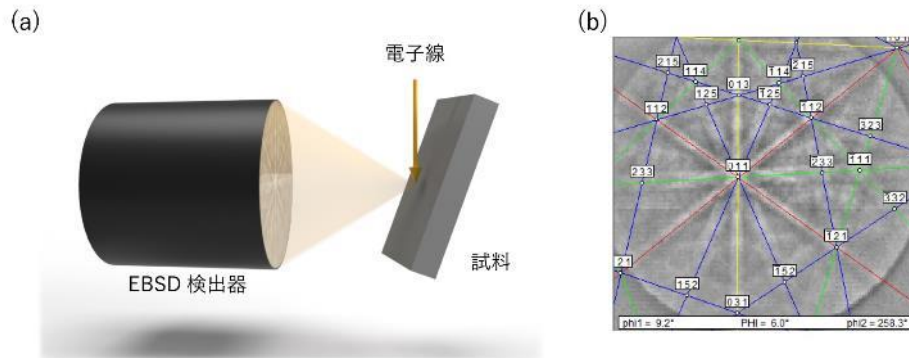


図 2.1 EBSD 測定原理 (a)EBSD 測定系, (b)EBSD パターンの指数付け

EBSD 法の最大の特徴は、高速・高精度の局所的な結晶方位解析を高分解能で行うことができる点にある。ショットキー型 FE-SEM（電界放出形走査電子顕微鏡，field emission scanning electron microscope）を使用すれば、20 nm 以下の空間分解能を得ることができ[36]、これによってこれまでの手法では難しかった、地理的情報に基づく詳細な結晶方位解析が可能である。こうした点を利用した例として、EBSD 法によるひずみ分布の評価がある[40,41]。塑性ひずみによって生じる結晶粒内の僅かな方位差の分布から、結晶内部のひずみ分布を推定する方法である。個々の結晶方位情報によるミクロな結晶方位解析だけでなく、広範囲のスキャンによるデータを合わせることで極点図などの統計的なデータを測定することも可能であり、様々な材料解析への応用が期待されている[42]。

実験的な結晶方位解析だけでなく、コンピュータを用いて変形中の結晶組織変化を再現・予測する研究も盛んに行われている。連続体力学に基づく材料変形解析では、材料は均一に変形すると仮定するが、実際には結晶方位により変形に異方性が生じることが、Taylor[43]や Bishop-Hill[44,45]などにより報告されている。結晶組織変化のシミュレーションではこうした異方性を考慮するの必要があり、転位の運動に基づく結晶塑性論を基本としている。転位の概念は 1934 年に Taylor[46]、Orowan[47]、Polanyi[48]によって理論的提唱が行われた。金属結晶の変形は、結晶格子ごとに決まるすべり系上の転位の移動が担うという理論であり、完全な結晶を仮定した理想強度と実際の金属の降伏強度の差を説明できる[49]。Pierce, Asaro, Needleman らは、このような転位に基づく変形機構を有限要素法解析に取り入れた[50-52]。具体的には、各すべり系上のすべり速度を分解せん断応力と臨界分解せん断応力の関数から計算し、FCC 金属に適用した。その後、コンピュータの演算能力が向上するとともに、多結晶体の結晶塑性シミュレーションも可能となり、Harren らによる多結晶の二次元解析[53,54]や Becker らによる FCC 格子の 12 すべり系を考慮した三次元への展開[55]も行われた。現在では、スーパーコンピュータなどを用いた大規模演算が可能となり、実際の加工における変形機構の解明[56]や高精度な加工シミュレーションへの応用[57]などが進められている。

2.1.2 本章の目的

本章では、純鉄を供試材として切削加工および圧延加工を行い、それぞれの加工法による組織変化を実験および数値シミュレーションの双方から検討した。加工組織の結晶方位を

SEM-EBSD法を用いて解析し、結晶粒の大きさや平均結晶方位だけでなく、結晶粒内に生じるような局所的な方位差に基づく検討を行った。加工方法による各結晶粒の変形の違いや加工組織の形成に及ぼす影響について定量的に検討した。また、結晶塑性論に基づく数値シミュレーションを行い、それぞれの加工における材料変形中のすべり系の活動に与える影響についても検討を行った。これらの実験およびシミュレーション結果から、切削加工による強せん断ひずみの結晶粒超微細化に対する有効性について明らかにすることを目的とした。

2.2 強ひずみ加工実験[58]

2.2.1 強ひずみ加工実験方法

供試材としてφ100mmの純鉄（SUY-1, JIS C 2504）丸棒を用いた。図2.2に実験手順を示す。純鉄丸棒を汎用旋盤に取り付け、外周切削による二次元切削加工を行った。また、同じ丸棒から長さ30mm×幅10mm×厚さ3mmの試験片をワイヤー放電加工により切り出し、小型二段圧延機を用いて冷間板圧延加工を行った。加工後の組織はSEM-EBSD法を用いた結晶方位分析を行った。

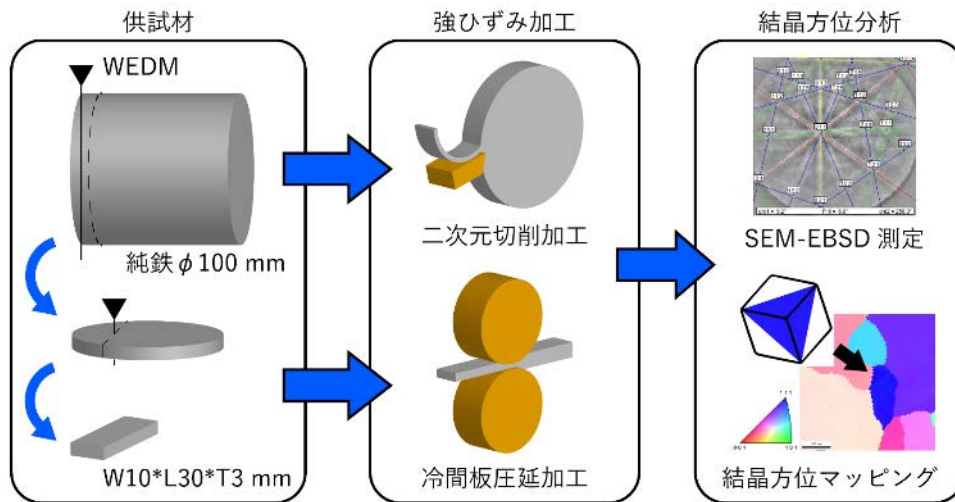


図 2.2 強ひずみ加工実験手順

2.2.1.1 二次元切削加工

図2.3に示すように、純鉄丸棒に突っ切り加工を施して溝を彫り、フィン状に残った部分にバイトを真っ直ぐ切り込むことで二次元切削加工を行った。CNC旋盤（TAC-360, 株式会社滝澤鉄工所）を用いて、切削速度と切込み量（送り速度）を制御した。加工条件を表2.1にまとめる。加工中の温度上昇による組織変化を防ぐため、一般的な切削条件より低速で加工を行った。

切屑に導入された塑性せん断ひずみを図2.4に示す二次元切削モデルにより計算した。被削材はせん断面で瞬時に変形を受けて切屑となる。このとき、せん断面で受ける塑性せん断ひずみ γ は、被削材、工具、切屑の幾何学的関係から次式により計算することができる[59]。

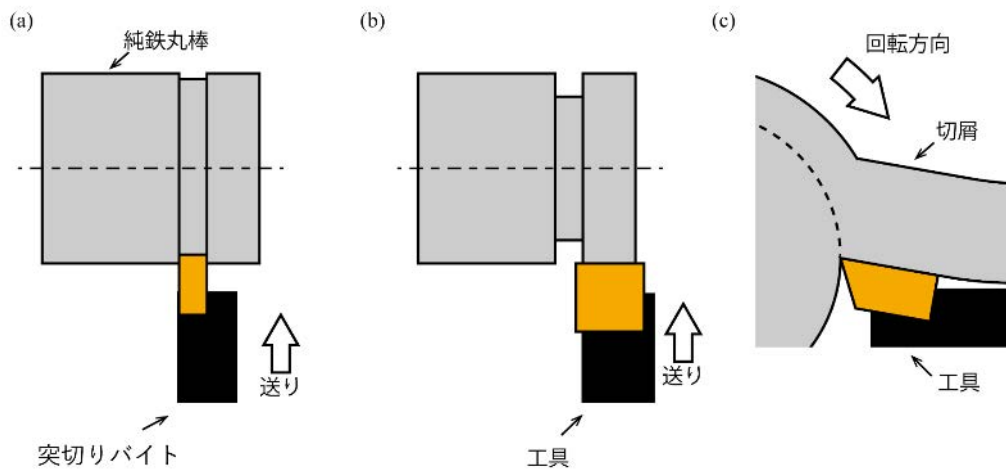


図 2.3 二次元切削加工模式図 (a)突切り加工による溝彫り, (b)二次元切削加工, (c)二次元切削加工時の断面図

表 2.1 二次元切削加工条件

項目	条件
工具	SPGN120304 TX10D (超硬 P10 種, 株式会社タンガロイ)
すくい角 α	10°
切削速度 V_c	25 m/min
切削厚さ t_0	0.04 mm
潤滑	無潤滑

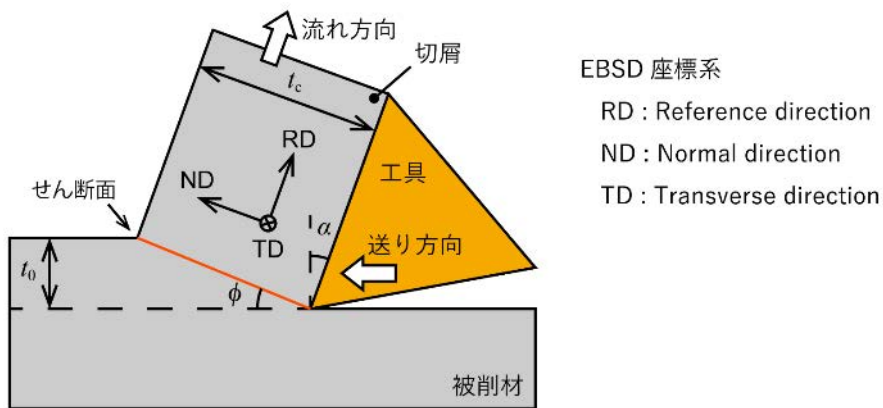


図 2.4 二次元切削モデル

$$\gamma_c = \cot \phi + \tan(\phi - \alpha) \quad 2.1$$

ここで α は工具のすくい角である。 ϕ はせん断角であり、次式により計算される。

$$\tan \phi = \frac{(t_0/t_c) \cos \alpha}{1 - (t_0/t_c) \sin \alpha} \quad 2.2$$

ここで t_0 は切削厚さ、 t_c は切屑厚さである。板圧延加工と塑性ひずみ量を比較するため、ミーゼスの降伏条件式に基づく相当ひずみを用いて塑性ひずみの大きさを計算した。加工中の相当塑性ひずみ増分 $d\bar{\epsilon}$ は次式により計算される。

$$d\bar{\epsilon} = \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{d\epsilon_{xx}^2 + d\epsilon_{yy}^2 + d\epsilon_{zz}^2 + 2(d\epsilon_{xy}^2 + d\epsilon_{yz}^2 + d\epsilon_{zx}^2)} \quad 2.3$$

ここで ϵ_{xx} 、 ϵ_{yy} 、 ϵ_{zz} 、 ϵ_{xy} 、 ϵ_{yz} および ϵ_{zx} はそれぞれテンソルひずみの各成分を表している。二次元切削加工において、せん断ひずみのみが付与されたと仮定すれば、この時の相当ひずみは次式のように計算される。

$$\begin{aligned} \bar{\epsilon}_c &= \int \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{0 + 0 + 0 + 2(d\epsilon_{xy}^2 + 0 + 0)} \\ &= \int \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{2} d\epsilon_{xy} \\ &= \frac{2}{\sqrt{3}} \epsilon_{xy} \end{aligned} \quad 2.4$$

ここで、テンソルひずみと工学ひずみの関係から $\epsilon_{xy} = \gamma_c/2$ であるから、式2.4は以下のよう
に計算される。

$$\bar{\epsilon}_c = \frac{\gamma_c}{\sqrt{3}} \quad 2.5$$

表2.2に作製した切屑の厚さ、せん断角、せん断ひずみおよび相当ひずみをまとめる。今後、作製した切屑を切削試験片と呼ぶ。

表 2.2 切削試験片の寸法とせん断ひずみ

項目	値
切削試験片厚さ t_c	0.15 mm
せん断角 ϕ	15.8°
塑性せん断ひずみ γ_c	3.6
相当ひずみ $\bar{\epsilon}_c$	2.1

図 2.4 中の RD-ND-TD 座標系は、EBSD 測定時に使用したものである。切削試験片においては、RD (reference direction) が切屑の流れ方向、ND (normal direction) が切屑の厚き方向、TD (transverse direction) が切屑の幅方向にそれぞれ一致するように設定した。

2.2.1.2 板圧延

二次元切削加工実験に使用した丸棒からワイヤー放電加工によって切り出した矩形試験片を、図 2.5(a)に示す小型二段圧延機によって冷間板圧延加工を行った。純鉄試験片を1パスで大压下圧延加工できるように新たに設計したものである。上下のミルを支えるステンレス製の躯体は、ワイヤー放電加工によって一体で切り出され、強度と剛性を高めている。圧延ミル上部のハンドルを回転させることで上段ミルを上下させて压下量を設定することができる。図 2.5(b)に圧延モデルを示し、表 2.3 に圧延加工条件をまとめる。圧延パスの影響を取り除くため、91%の強压下加工を1回の圧延加工によって行った。

板圧延加工による材料の変形は、平面ひずみ圧縮変形に近似することができる。このとき、板圧延加工によって導入される相当ひずみは式 2.3 より次のように計算される。

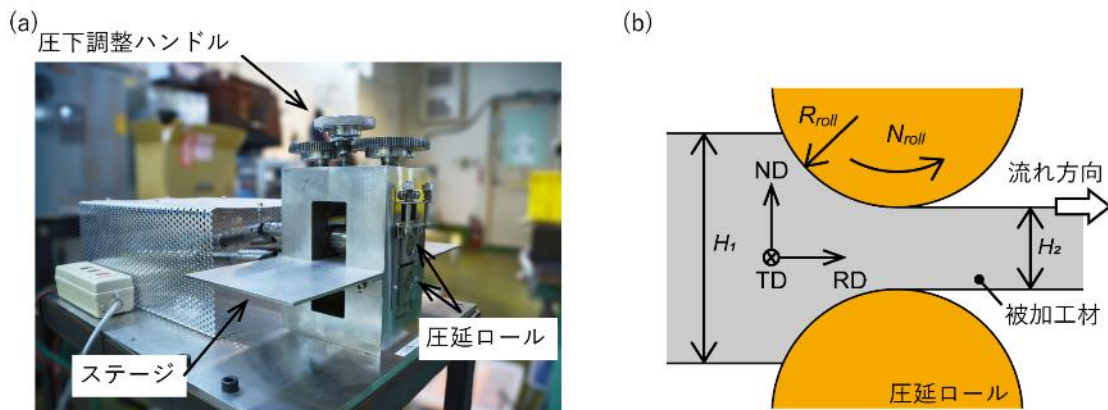


図 2.5 板圧延加工図 (a)小型二段圧延機, (b)板圧延モデル

表 2.3 板圧延加工条件

項目	条件
ロール径 R_{roll}	40 mm
ロール回転数 N_{roll}	10 rpm
板厚压下率 r_{roll}	91%
圧延パス数	1 パス
潤滑	無潤滑
加工温度	室温 (非加熱)

$$\begin{aligned}\bar{\epsilon}_r &= \int \sqrt{\frac{2}{3} \sqrt{d\epsilon_{xx}^2 + 0 + d\epsilon_{zz}^2 + 2(0 + 0 + 0)}} \\ &= \sqrt{\frac{2}{3}} \int \sqrt{d\epsilon_{xx}^2 + d\epsilon_{zz}^2}\end{aligned}\tag{2.6}$$

ここで、板圧延加工では $\epsilon_{xx} = -\epsilon_{zz}$ であるから、

$$\begin{aligned}\bar{\epsilon}_r &= \sqrt{\frac{2}{3}} \int \sqrt{d\epsilon_{xx}^2 + d\epsilon_{xx}^2} \\ &= \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{2} \int d\epsilon_{xx} \\ &= \frac{2}{\sqrt{3}} \epsilon_{xx}\end{aligned}\tag{2.7}$$

と計算される。板圧延加工によるひずみは加工前の板厚 H_1 および加工後の板厚 H_2 を用いて、

$$\begin{aligned}\epsilon_{xx} &= -\ln \frac{H_2}{H_1} \\ &= \ln \frac{H_1}{H_2}\end{aligned}\tag{2.8}$$

と表されるから、結局、式 2.7 は以下のように計算される。

$$\bar{\epsilon}_r = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{H_1}{H_2} \right)\tag{2.9}$$

以上の計算より求めた圧延試験片の板厚および相当ひずみを表 2.4 にまとめる。切削試験片に導入された相当ひずみ $\bar{\epsilon}_c = 2.1$ と比較して、やや大きい塑性ひずみが圧延加工により付与された。

圧延加工中の結晶粒の変形挙動を調べるため、加工中に圧延機を停止させて加工途中の試験片を作製した (図 2.6)。この試験片を圧延加工止め試験片と呼ぶことにする。圧延加工止め試験片の圧下率は 68%、すなわち、板厚 2.96 mm から 0.96 mm まで圧下した。この時の塑性ひずみは式 2.9 より、およそ 1.3 であった。

表 2.4 圧延試験片寸法と相当ひずみ

項目	値
圧延前の板厚 H_1	2.96 mm
圧延後の板厚 H_2	0.27 mm
相当ひずみ $\bar{\epsilon}_r$	2.8



図 2.6 圧延加工止め試験片

圧延試験片の EBSD 測定座標系 RD-ND-TD は、RD が圧延方向、ND が板厚方向、TD が板幅方向となるよう定義し、圧延組織の解析に使用される一般的な RD-ND-TD (rolling direction, normal direction, transverse direction) 座標系と一致するようにした。

2.2.1.3 結晶組織分析

切削試験片および圧延試験片の結晶組織分析は、SEM-EBSD 法を用いた結晶方位測定により行った。EBSD 法では、試料表面の結晶によって生じる EBSD パターンから結晶方位を決定する。この時、SEM の電子線が試料に侵入する深さは約 30~50 nm 程度[36]であるため、鮮明な菊池パターンを得るためには、試料表面の結晶性を担保し平滑に仕上げる必要がある。本研究では、SiC 研磨紙による研磨およびダイヤモンド砥粒とコロイダルシリカを用いた琢磨によって試料準備を行った。

研磨の際に試験片の取扱いを容易にするため、予めエポキシ樹脂（エポフィックス，株式会社ストラス）を用いて冷間樹脂埋めを行った。この樹脂が硬化する際の最高到達温度は製品カタログによると 40 °C であり、試験片の結晶組織に影響しないと考えられる。樹脂が硬化した後、#320 の SiC 研磨紙にてばりを除去し、研磨布を傷つけないよう面取りを行った。

研磨および琢磨には自動研磨装置（LaboPol-1，株式会社ストラス）を用いた。EBSD 測定面が表面に現れるまで #800 の SiC 研磨紙による湿式研磨を実施し、続けて #1200 の SiC 研磨紙による研磨を行った。この後、研磨痕およびひずみ層を除去するためダイヤモンド砥粒による琢磨を行った。まず、6 μm のダイヤモンド砥粒と MD-Dac クロス（株式会社ストラス）を用いて琢磨した。その後、MD-Nap クロス（株式会社ストラス）を用いて、2 μm および 0.25 μm のダイヤモンド砥粒で順に琢磨し、顕微鏡下で研磨痕が見えない状態に仕上げた。最後にコロイダルシリカ（OP-S，株式会社ストラス）と MD-Nap を用いた琢磨を行い、EBSD 測定に十分な平滑面を仕上げた。琢磨後の試験片は真空デシケータ内に保管し、試験片の酸化を防ぐとともに、SEM 挿入時に揮発性物質が残らないようにした。

使用したエポキシ樹脂に導電性がないため、SEM-EBSD 測定前にオスミウムコーター（Neoc-Pro，メイワフォーシス株式会社）を用いてオスミウムコートを行った。成膜条件は、放電電流 5 mA，放電時間 10 秒で、膜厚はおおよそ 2.5 nm である。コートされたオスミウム層はアモルファスであること、文献[36]より導電性コートの膜厚が 20 Å 程度であれば EBSD 法による結晶方位の決定に必要な菊池パターンの鮮明度を確保できることなどから、EBSD 測

定において本オスミウムコートの影響は無視できる。

上述のように準備した試験片は、FE-SEM (JSM-7001F, 日本電子株式会社) に高速型検出器 (Hikari Super, EDAX, AMETEK Inc.) を組合せた SEM-EBSD 測定装置を用い、EBSD パターン解析ソフト OIM Data Collection 7 (EDAX, AMETEK Inc.) を用いて結晶方位測定を行った。ただし、圧延加工試験片の EBSD 測定には、熱電子銃タイプ汎用 SEM (JSM-6510, 日本電子株式会社) と標準検出器 (DVC5, EDAX, AMETEK Inc.) を用いた。EBSD 測定条件を表 2.5 にまとめる。測定間隔に強く依存する方位差データは、切削試験片と圧延試験片のいずれの試験片もステップサイズを $0.1\ \mu\text{m}$ とし解析を行った。試料表面の状態や粒界などの影響によって菊池パターンが不鮮明になることがあるが、このような測定点のデータを排除するため、EBSD 測定データの分析には、測定結果の信頼性を示す CI (confidence index) 値が十分大きい ($\text{CI} > 0.1$) データ点のみを使用した。EBSD データの処理には OIM Data Analysis 7 (EDAX, AMETEK Inc.) を用いた。

本研究の結晶組織分析では、主に IPF (inverse pole figure) マップおよび KAM (kernel average misorientation) マップを使用した。IPF マップは、各測定点の結晶方位について、参照方向と平行な法線をもつ結晶面を標準三角形に示す色で表示したものである。一方、KAM マップとは各測定点における KAM 値の大きさを表示したものである。図 2.7 に KAM 値の定義を示す。KAM 値とは、ある範囲の要素 (kernel) について中心の測定点との方位差の平均をとったものである。したがって、KAM 値は局所的な方位差を示すパラメータであり、転位密度との相関関係が報告されている[60]。しかし、ここに結晶粒界が含まれると、その影響で結晶粒

表 2.5 加工組織 EBSD 測定条件

項目	切削試験片	圧延試験片	圧延止め試験片
加速電圧	15 kV	15 kV	10 kV
ワークディスタンス (WD)	15	20	15
SEM 倍率	$\times 10000$	$\times 5000$	$\times 200$
EBSD スキャンステップ	$0.05\ \mu\text{m}$	$0.1\ \mu\text{m}$	$2.0\ \mu\text{m}$

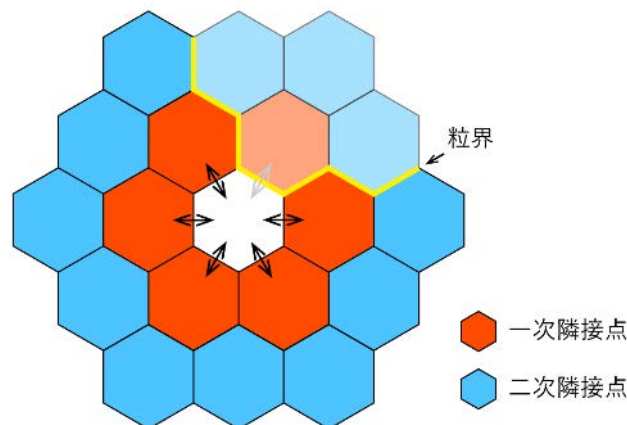


図 2.7 KAM 値の定義

内部の小さな方位差の情報が失われるため、通常は中心の測定点との方位差に閾値を設け、これ以下の点について計算を行う。本研究では閾値を 5° とし、一次隣接点を対象とした。

2.2.2 強ひずみ加工実験結果と考察

図 2.8 に切削試験片の結晶組織を示す。図 2.8(a)は板厚中央付近、図 2.8(b)はすくい面近傍の TD 方向 IPF マップをそれぞれ示している。切削試験片の平均結晶粒径は $0.2 \mu\text{m}$ であり、切削加工によるせん断ひずみによって超微細粒が形成された。純鉄のような純金属の場合、加工中の動的回復の影響によって SPD 法でも数百 nm 程度の超微細粒にとどまる[22,61]ことから、切削加工による 1 回の加工で SPD 法の繰り返し加工に迫る超微細粒組織を得ることができるといえる。図 2.8(a)の結晶粒がせん断面のせん断方向に伸びているのに対し、図 2.8(b)の結晶粒はすくい面と平行な方向に伸びている様子が確認された。これは切屑が生成されたのち、工具すくい面との摩擦により二次せん断変形が生じたためと考えられる。図 2.8(c), (d)に切削試験片の KAM マップを示す。 $\gamma = 3.6$ の強いせん断ひずみを与えたのにも関わらず、広い領域で KAM 値が低い青色を示している。これは、せん断面での強いせん断変形により発生した転位が結晶粒内に蓄積せず、再配列等によって結晶粒界を形成したためと考えられる。また、KAM 値の比較的高い緑色や黄色の領域も結晶粒を分断する境界を形成するように分布しており、転位による粒界の形成過程を示していると推察される。切削加工によって生じた方位差について、図 2.8(e), (f)に方位差マップを示す。これは方位差を色により表したもので、 5° 以下を赤色、 $5^\circ \sim 15^\circ$ を緑色、 15° 以上を青色で示している。多くの粒界は 15° 以上の大傾角粒界であり、これは GNB が形成されたことを示している。切削加工によるせん断ひずみの導入により、すべり系の活動が活発になることで GNB が多く形成され、蓄積された転位の多くも IDB を形成することで多数の粒界が発生し、超微細粒組織が生成されたと推察される。

圧延試験片の結晶組織を図 2.9 に示す。図 2.9(a)は結晶粒が微細化された領域、図 2.9(b)は結晶粒が微細化されていない領域の TD 方向 IPF マップである。微細化された領域の平均結晶粒径は $0.4 \mu\text{m}$ であり、超微細粒組織になっていることが確認された。他方、図 2.9(b)にみられる領域では、母材の結晶粒が微細化されることなく維持されている。このような粗大粒は、すべり系の活動が単純で、結晶粒内に局所的な方位差が生じないために GNB が形成されなかったことに加え、結晶粒内に転位が十分蓄積せず IDB も形成されなかったと考えられる。結晶粒内の転位の蓄積について図 2.9(c), (d)の KAM マップを用いて検討を行った。図 2.9(c)の微細化された領域では、KAM 値の分布は切削試験片（図 2.8(c), (d)）と同様に、青色で示された方位差の小さい領域が目立つ。しかし、図 2.9(c)の圧延試験片では、比較的大きな結晶粒を中心に緑色や黄色の KAM 値が大きい領域がセル構造を成すように分布している。これらは蓄積した転位が再配列した際に、これら転位列による方位差が 5° に達しなかったものであると考えられる。切削試験片には見られなかったものであり、圧延試験片では結晶粒の微細化は不均一に生じたことを示している。より大きな母材由来の粗大粒がみられる図 2.9(d)では、大きな結晶粒内を細かいセル構造に分断するように KAM 値の高い緑色や

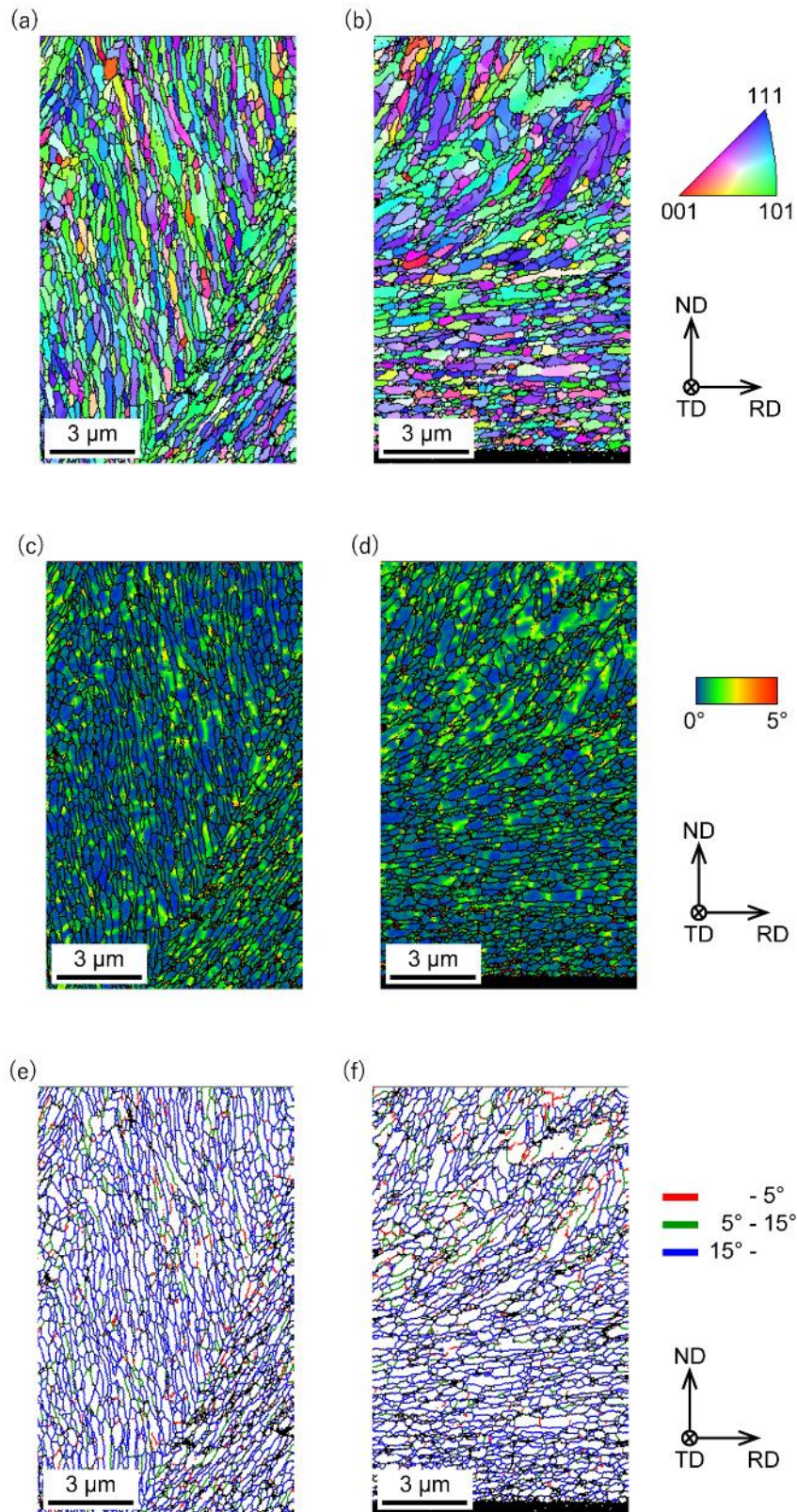


図 2.8 切削試験片の結晶組織 (a)板厚中央付近の TD 方向 IPF マップ, (b)すくい面近傍の TD 方向 IPF マップ, (c)板厚中央付近の KAM マップ, (d)すくい面近傍の KAM マップ, (e)板厚中央付近の方位差マップ, (f)すくい面近傍の方位差マップ

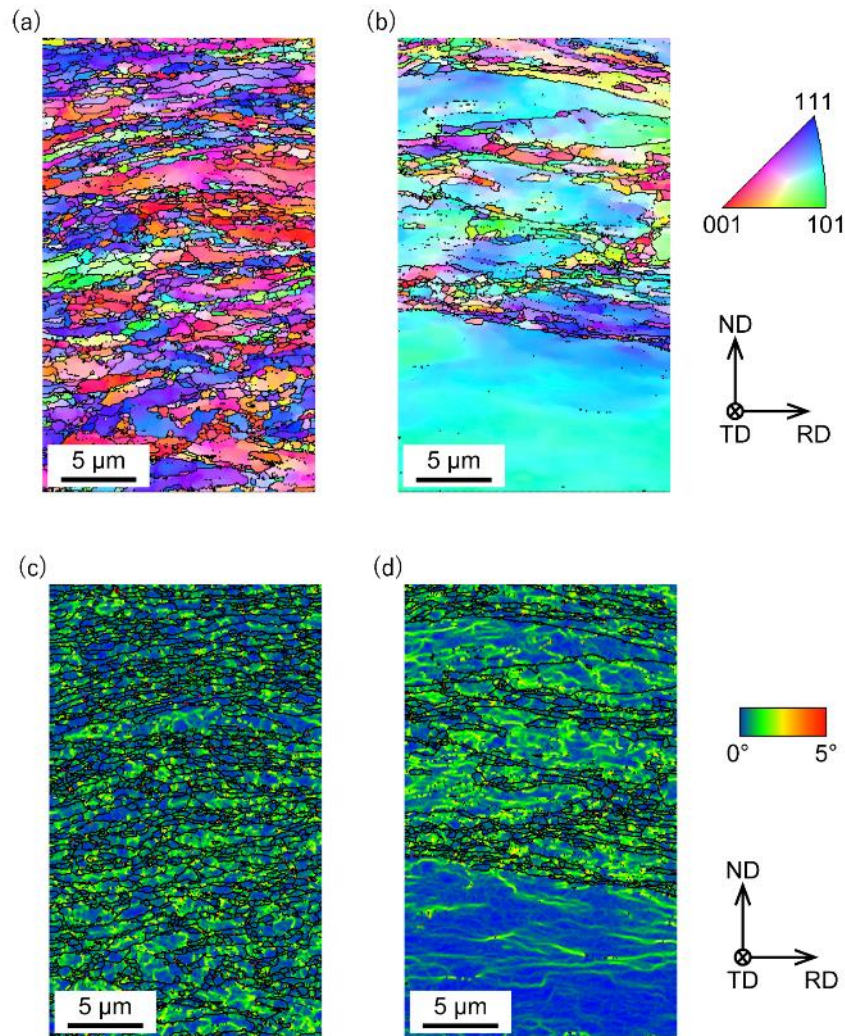


図 2.9 圧延試験片の結晶組織 (a)結晶粒が微細化された領域の TD 方向 IPF マップ, (b)結晶粒が微細化されていない領域の TD 方向 IPF マップ, (c)結晶粒が微細化された領域の KAM マップ, (d)結晶粒が微細化されていない領域の KAM マップ

黄色の領域が分布しており、蓄積した転位の再配列によるセル構造の形成を確認できる。圧延加工による結晶粒の細分化も、切削試験片と同様に IDB と GNB によるものと考えられる。KAM 値の分布から転位の再配列では十分な方位差が生じずに IDB の形成が促進されなかったこと、粗大粒が加工後に残存していることから局所的な方位回転による GNB の形成は結晶粒毎に大きく異なっていたことがわかる。切削試験片と比較して、結晶方位の影響が大きく、初期方位によって IDB および GNB のどちらの結晶粒界の形成も抑制され、結晶粒の微細化が均一に進まなかったと考えられる。

圧延加工における結晶粒変形の不均一性について、加工止め試験片の結晶方位分析により検討を行った。図 2.10 に加工止め試験片の結晶方位分析結果を示す。図 2.10(a)は TD 方向 IPF マップである。右から左に進んでいるが、加工終了時点でも微細化されている結晶粒と圧延方向に延伸した粗大粒が確認された。図 2.10(b)の KAM マップから明らかなよう

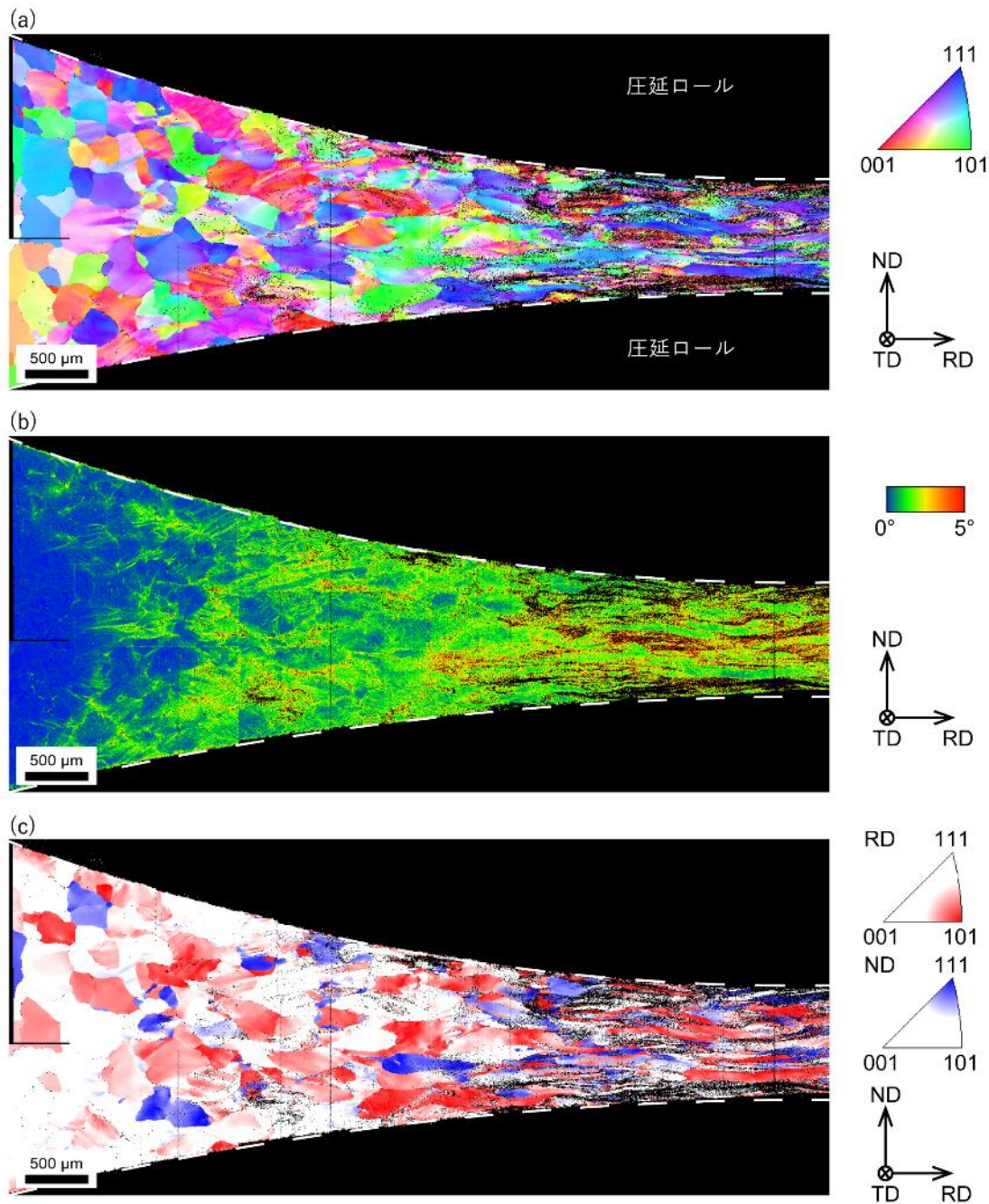


図 2.10 圧延止め試験片の結晶組織 (a)TD 方向 IPF マップ, (b)KAM マップ, (c)方位マップ (赤: RD//<110>, 青: ND//<111>)

に、結晶粒が微細化した領域では KAM 値が高く転位が蓄積されているのに対し、延伸した結晶粒の内部は周囲に比べて KAM 値が低く、局所的な方位差が生じていない。加工初期段階に当たる図中右側の結晶粒に着目すると、加工による転位の蓄積で KAM 値が増加する様子が結晶粒毎に異なっていることが確認された。材料全体の圧縮率の増加に伴って KAM 値の高い領域が増加しているが、板厚中央付近などで青色の KAM 値の低い領域がみられた。これは結晶方位による変形異方性を示しており、この影響が切削加工と比較して大きいとい

える。図 2.10(c)は、圧延集合組織として知られる α -fiber (RD//<011>) および γ -fiber (ND//<111>) の結晶方位を示した結晶方位マップである。それぞれ色の濃い領域ほど基準方位との方位差が小さいことを示している。図中左側の加工最終段階で圧延方向に延伸している結晶粒の多くが α -fiber と呼ばれる RD//<011>方位を有しており、これらが圧延集合組織の形成に大きく影響している。RD//<011>方位を持つ結晶粒の内部は KAM 値が小さくなっており、 α -fiber の粒内方位分散が小さいという先行研究[62]と一致する。こうした結晶方位による変形の違いは、圧延加工の変形域が結晶粒に比べて大きいことで生じると考えられる。塑性変形域が個々の結晶粒より大きいことで、各結晶粒の変形はそれぞれの結晶方位に基づくテイラー因子によって決まる。したがって結晶粒ごとに塑性変形開始点が異なり、全体として不均一な結晶組織となる。

切削試験片と圧延試験片の結晶組織を比較するため、結晶粒径と方位差に着目した。図 2.11 に結晶粒径分布を示す。なお、傾角 5°以上の方位差がある境界を粒界と定義し、サブグレインを含めて評価した。切削試験片は数 μm 以下の微細粒からなる均一な組織であるが、圧延試験片は 20 μm 以上の粗大粒が含まれ、結晶粒径に大きなばらつきがあることがわかる。図 2.8 と図 2.9 の IPF マップの比較でも明らかであったが、試験片の全域にわたって結晶粒サイズのばらつきが大きく異なっていることが確認された。加工前の平均結晶粒径は 83 μm 程度であったから、圧延試験片にみられる粗大な粒も母材の結晶粒が転位などによって分割されたものである。切削試験片と圧延試験片の結晶粒径の分布の違いは、それぞれの加工による結晶粒細分化過程の均一性に起因しているといえる。これについて検討するため、各試

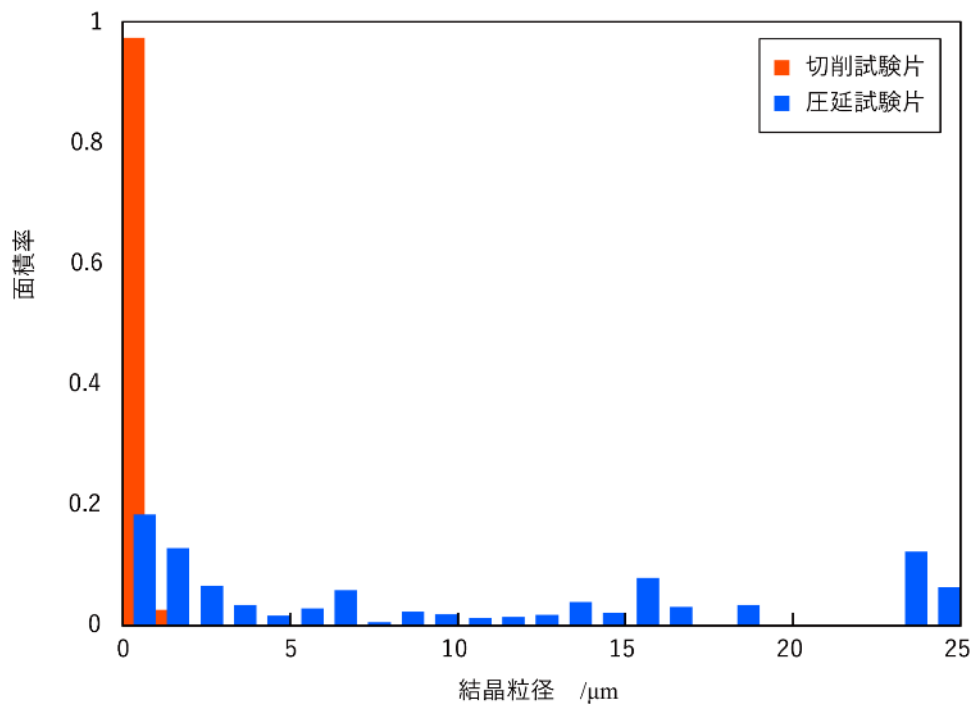


図 2.11 加工組織の結晶粒径分布

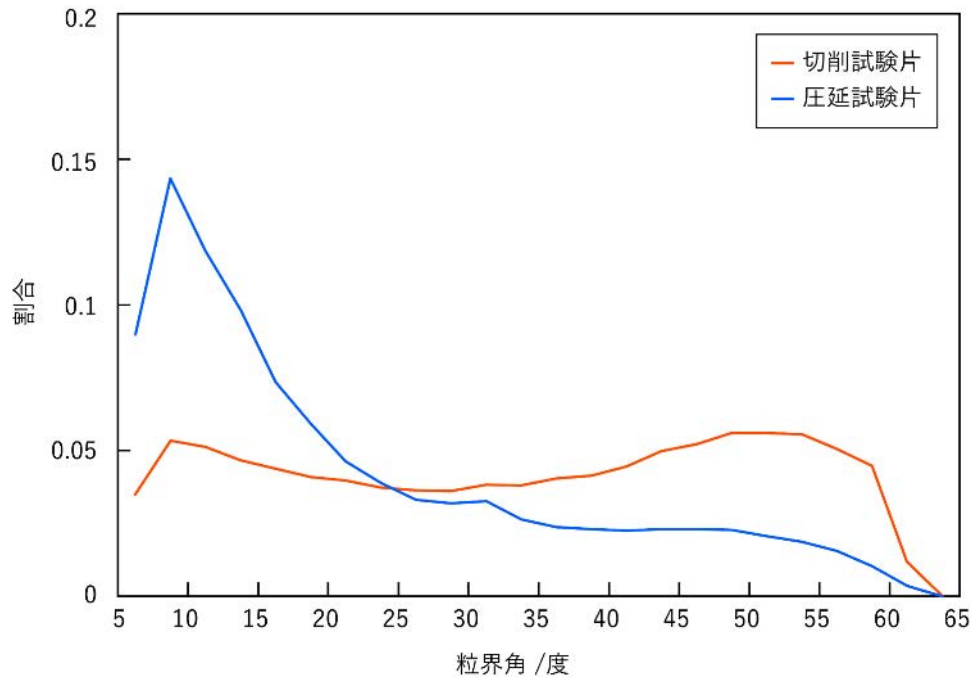


図 2.12 加工組織の方位差分布

試験片内の粒界傾角を計算し、図 2.12 に示す。サブグレインを含む 5° 以上の方位差を有する境界を粒界と定義し、全粒界における各傾角の粒界の割合を示したものである。切削試験片では $5\sim 60^\circ$ の広い範囲の傾角をもつ粒界が均一に分布しているが、圧延試験片では、 15° 以下の小傾角粒界の割合が高く、大きな傾角をもつ粒界の割合が低い。冷間加工における結晶粒微細化機構である grain subdivision に基づけば、 15° 以下の小傾角粒界は主に転位の再配列による IDB であり、より大きな傾角をもつ大傾角粒界は結晶粒内の局所方位差を担う GNB であると推察される。IDB は転位の再配列によって形成され、その過程で対消滅などの回復現象を伴うため、加工強度によらず方位差は小さく、また IDB のみによって結晶粒の細分化が達成されることは考えにくい。切削加工で大傾角粒界の割合が高いのは、大きな方位差を有する GNB の形成が活発であったためだといえる。これは結晶粒内に局所的な方位差が生じた、すなわち、複数のすべり系の活動によって結晶粒内部で異なる結晶方位回転が生じたことによると考えられる。他方、圧延試験片で小傾角粒界の割合が高いのは、GNB が形成されにくかったためといえる。GNB は結晶粒内で異なる結晶方位回転が生じるなど、局所的な方位差が発生しなければ形成されない。圧延加工では、結晶粒の変形・方位回転において、結晶粒ごとに変形が進行し、結晶粒内では複雑なすべり系の活動による局所的に異なる方位回転が生じなかったと考えられる。結果、大きな方位差が生じないため GNB は形成されにくく、塑性変形により蓄積した転位によって IDB が形成されることで部分的に結晶粒の微細化が生じたと推察される。

このように、切削加工では初期結晶方位によらず、材料のあらゆる場所で結晶粒内に異な

る方位回転が生じることで大きな方位差が発生し、これが結晶粒の均一な微細化に寄与していることが明らかとなった。他方、圧延試験片では、初期結晶方位によって結晶粒の変形に差があり、結晶粒内に大きな方位差が生じず、微細化が促進されない領域があることが不均一な結晶組織が形成された要因であった。塑性変形の程度を相当塑性ひずみで評価する場合、本研究における切削加工と圧延加工は概ね同程度の塑性変形を伴っているといえる。細かく見れば圧延加工 ($\bar{\epsilon}_r = 2.8$) のほうが切削加工 ($\bar{\epsilon}_c = 2.1$) より大きい。切削試験片の方が大きな方位差が生じ、均一な微細粒組織になっている。また、SPD 法では相当ひずみ $\bar{\epsilon} \approx 10$ 以上の加工が超微細粒組織を得るために必要であるとされている[22]が、本研究では切削加工を用いることでより小さい相当ひずみ量で均一な超微細粒組織を得ることができた。切削加工において、均一で微細な結晶粒が形成される要因は、塑性変形域の大きさによるものであると考えられる。

圧延加工における塑性変形（圧縮）領域を図 2.13(a)に示す。上下の圧延ロールに接触した図中赤色の部分で塑性変形が生じる。本研究の条件では、この変形領域の圧延方向の長さは約 7.3 mm で、図 2.13(a)に示すように各結晶粒より大きい。圧延ロールと材料の接触面は変位境界となるから、変形域内の結晶粒は結晶粒界を挟んで相互作用を受けながら変形する。結晶粒ごとにシュミット因子は異なるから、降伏応力や塑性ひずみは図 2.10 の圧延加工止め試験片にみられるように、結晶粒ごとに大きく異なる。また、結晶粒界が、結晶粒の集合としてのマクロな塑性変形と個々の結晶粒のミクロな変形の間で大きく影響していると考えられる。一つは結晶粒界の極近傍で多重すべりが起こることが知られている[63,64]。粒界近傍での多重すべりによって変形が進行し、結晶粒内部の変形が抑制される可能性がある。また、粒界すべりの影響も考えられる。粒界すべりは一般的に、粒界拡散が活発になる熱間加工において報告されている[65,66]。粒界すべりによって、隣接する結晶粒の異なる結晶方位回転による方位差を担うことができ、より変形しやすい結晶方位への方位回転が促されるとみられる。

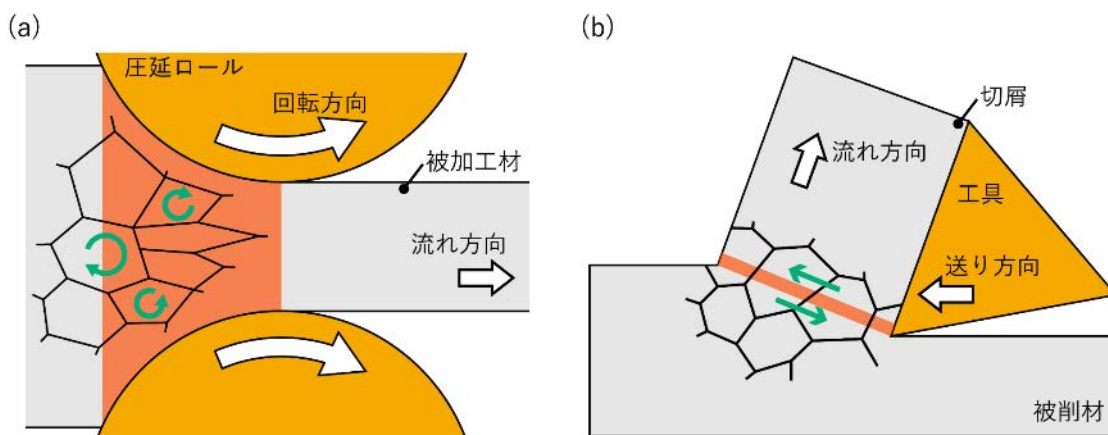


図 2.13 各加工法における塑性変形域と結晶粒の関係 (a)圧延加工, (b)切削加工

これに対し、切削加工では薄いせん断面で瞬時にせん断ひずみが生じるため、変形の境界条件は圧延加工と大きく異なる。せん断面厚さ ΔS について白井の報告[67]によると、過去の実験結果などからせん断面長さ $(t_0/\sin\phi)$ との比は6~12と見積もれる。切削速度が低いとせん断面が厚くなることを考慮して、その比を6とすれば、せん断面厚さは次式の計算により $24\ \mu\text{m}$ と推定される。

$$\begin{aligned} \frac{t_0}{\Delta S \sin\phi} &\cong 6 \\ \Delta S &\approx 24\ \mu\text{m} \end{aligned} \quad 2.10$$

これは母材の平均結晶粒径 $83\ \mu\text{m}$ より十分小さい。切削加工によるせん断変形では、せん断面が図 2.13(b)に示すように結晶粒内を通過し、各結晶粒は均一に変形すると考えられる。せん断面の外側は弾性域であるから、これらの領域はせん断面での結晶粒変形を拘束する境界となる。こうした強い拘束条件によって、結晶方位による変形しやすさに関わらず、同程度の塑性変形が材料の全領域で生じる。強い拘束条件のために、特定のすべり系の活動だけでは十分な変形量を達成できず、複数のすべり系の活動が促されることで結晶粒内に方位差が発生し、多くのGNBが形成されたと推察される。さらに、せん断面が薄いことで、変形域内に存在する結晶粒界が少なくなり、粒界における変形の緩衝など結晶粒の相互作用の影響が小さいことも均一な微細化と大きな方位差の形成に寄与したと考えられる。

ところで、切削加工ではせん断面で瞬間的にせん断変形が生じるため、そのひずみ速度が一般的な塑性加工と比較して大きいことが知られている。板圧延加工における平均ひずみ速度は、Simsによって提案された次式により計算することができる[68]。

$$\begin{aligned} \bar{\dot{\epsilon}}_r &= \frac{2\pi N_{roll}}{60\sqrt{r_{roll}}} \sqrt{\frac{R_{roll}}{H_1}} \ln \frac{1}{1-r_{roll}} \\ &\approx 6.87\ \text{s}^{-1} \end{aligned} \quad 2.11$$

これに対し、切削加工におけるひずみ速度は次式により計算される[67]。

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_c &= \frac{1}{\Delta S} \gamma V_c \sin\phi \\ &\approx 2.8 \times 10^4\ \text{s}^{-1} \end{aligned} \quad 2.12$$

切削加工におけるひずみ速度は圧延加工と比較して明らかに速く、これが各加工によって生じる結晶粒の変形機構に違いを生んでいることが考えられる。例えば、高ひずみ速度での材料変形中に生じる動的回復は、特に純鉄のような純金属では転位の蓄積に大きく影響することが知られている[22,69]。しかし本研究では、明らかなひずみ速度の影響を確認できなかったため、ひずみ速度が結晶粒の微細化に与える影響についてはさらなる研究が必要である。

2.3 結晶塑性シミュレーション

非公表

2.4 第2章結言

強ひずみ加工における切削加工と圧延加工による加工組織を比較し、加工法が結晶組織変化に及ぼす影響について検討を行い、結晶粒の微細化における切削加工の有効性について検討した。以下に本章のまとめを示す。

- 切削加工によって平均結晶粒径 $0.2 \mu\text{m}$ の超微細サブグレイン組織を得ることができた。
- 切削加工では結晶粒が均一に微細化されたが、圧延加工では結晶粒ごとに微細化の程度に大きなばらつきが生じた。これは変形域の大きさによるものと考えられ、切削加工では結晶粒内をせん断面が通過するのに対し、圧延加工では変形域が結晶粒より大きいために初期結晶方位によって変形が異なったことが原因と考えられる。
- 圧延止め試験片の観察から、結晶粒ごとに変形の仕方に差があり、特定の方位をもつ結晶粒が圧延方向に延伸していることが分かった。また、これらの結晶粒が圧延集合組織の形成に寄与していることも確認された。
- 結晶塑性シミュレーションにより、単純せん断変形の方が平面ひずみ圧縮変形より本質的に活動すべり系の数が多いことが明らかとなった。これはせん断変形で GNB の形成がより活発であることを示唆するものである。
- 切削加工は薄いせん断面が結晶粒内を通過することで変形が均一になり、またせん断変形によって活動すべり系の数が多くなることから、結晶粒の均一な微細化に有効であることが示された。

第3章 強ひずみ加工が静的再結晶組織に及ぼす影響

3.1 第3章緒言

3.1.1 静的再結晶

冷間加工した金属材料を加熱すると、格子欠陥の少ない結晶組織に変化する。このとき、加工によって蓄積されたひずみエネルギーが解放されるが、こうしたエネルギー解放過程を回復・再結晶という。加工硬化した材料の延性を向上させたり、新たな結晶組織を生成したりするなど、回復・再結晶現象は、金属材料の組織制御に重要な役割を果たしている。回復と再結晶は熱処理の過程で同時に進行するため、これらを明確に区別することは難しいが、一般には、結晶粒内部の格子欠陥の減少によってエネルギーが解放され結晶粒そのものは維持される過程を回復、格子欠陥の少ない新たな等軸結晶粒の発生を伴う過程を再結晶（一次再結晶）という。

回復過程では、まず過剰な点欠陥の消滅が起こり、続いて転位の再配列による消滅が起こる[15]。結晶粒内部の欠陥はいくらか消滅するが、多結晶の場合には冷間加工時の変形そのものが隣接結晶粒の影響で複雑になるため、機械的性質は完全には復元せず、完全焼鈍し状態と比べて約 1/5 程度の復元にとどまる[76]。一方、電気的性質は敏感に変化し、多くの場合、回復によって電気抵抗は大きく減少する[15,76]。

回復に続く再結晶過程では、格子欠陥の少ない新たな結晶粒が発生する。格子欠陥の熱運動によって生じる回復過程と比べると再結晶過程は高温で生じるが、一般的に融点 (K) の 1/2 の温度以上で進行する[15]。新たに発生する再結晶粒は、回復過程などで生じたサブグレインの成長によって生じる。冷間加工によって蓄積した転位はセル構造を形成する[49]が、こうしたセル粒界が整理されてサブグレイン粒界が形成される。微小なサブグレインのうち、方位差が小さいものが集合し、周囲と大きな方位差を有する一つのサブグレインを形成することで、安定な再結晶核になると考えられている[76,77]。一般的な核生成理論に基づけば、新たに発生するエンブリオの自由エネルギーは、界面エネルギーと体積エネルギーの和としてあらわされるから、エンブリオの形成に伴う全自由エネルギーの変化量 ΔF_T は次式で表される[76]。

$$\Delta F_T = 4\pi r_{em}^2 E_b - \frac{4}{3}\pi r_{em}^3 \Delta F_v \quad 3.1$$

ここで r_{em} はエンブリオの半径、 E_b は界面エネルギー、 ΔF_v は体積自由エネルギーである。 ΔF_T は極大値をもち、これがエンブリオが安定な核になる臨界半径である。臨界半径 r_{em}^* および臨界エネルギー変化量 ΔF_T^* はそれぞれ以下のように計算される。

$$r_{em}^* = \frac{2E_b}{\Delta F_v} \quad 3.2$$

$$\Delta F_T^* = \frac{16\pi E_b^3}{3\Delta F_v^2} \quad 3.3$$

式 3.2, 3.3 から明らかなように、再結晶核の生成には十分な大きさの ΔF_v が必要であり、これは蓄積エネルギーに相当する。したがって、再結晶を起こすために最低限必要な変形量が存在し、変形量（加工度）が大きいほど再結晶が進行しやすい。

発生した安定な再結晶核は粒界移動によって粒成長する。粒界移動の関係式は Mott[78]や Turnbull[79]によって展開された。粒界移動について、ひずみエネルギーなどの駆動力によって原子が界面を横切って結晶粒間を移動するとする。いま、隣り合う 2 つの結晶粒 A, B の自由エネルギーの状態は、図 3.1 に示すように、ひずみエネルギーによって B 側が 1 mol あたり ΔG だけ高いとする。また、B から A に移動する際に越えなければならないエネルギーの山を ΔG_A とする。B から A または A から B へ移動しようとする原子のジャンプの頻度を ν_{atom} とすると、B から A に 1 個の原子が移動する頻度は

$$f_{B \rightarrow A} = \nu_{atom} \exp\left(-\frac{\Delta G_A}{RT}\right) \quad 3.4$$

となる。ここで R は気体定数、 T は絶対温度である。同様に、A から B に 1 個の原子が移動する頻度は

$$f_{A \rightarrow B} = \nu_{atom} \exp\left(-\frac{\Delta G_A + \Delta G}{RT}\right) \quad 3.5$$

となる。したがって、AB 間における原子の移動頻度は全体として

$$f_{B \leftrightarrow A} = \nu_{atom} \exp\left(-\frac{\Delta G_A}{RT}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta G}{RT}\right)\right] \quad 3.6$$

と表される。粒界における原子間距離が分かれば、これと式 3.6 の積を計算することで一次的な粒成長速度を求めることができる。

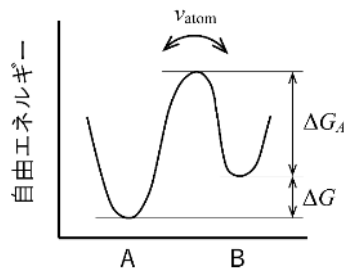


図 3.1 隣り合う結晶粒の自由エネルギー

3.1.2 本章の目的

強ひずみ加工により微細化した組織は加工硬化しているため、素材として利用することは難しい。そこで熱処理による再結晶を通して機械的特性の向上が必要である。本章では、前章で明らかとなった加工法による変形組織の違いが、その後の熱処理における静的再結晶にどのような影響を及ぼすのかを明らかにすることを目的とした。切削試験片および圧延試験片を種々の条件で熱処理し、静的再結晶組織を分析することで、変形組織と再結晶組織の関係を明らかにし、加工法による静的再結晶組織への影響を検討した。さらに、核発生・粒成長モデルに基づく数値シミュレーションを行い、再結晶過程の進行に及ぼす変形組織の影響を検討した。各種パラメータの再結晶過程への影響に関する考察から、微細で均一な再結晶組織を得るための変形組織、ひいては適切な加工方法について検討した。

3.2 静的再結晶実験[58]

3.2.1 静的再結晶実験方法

3.2.1.1 熱処理

2.2 強ひずみ加工実験で作製した切削試験片および圧延試験片をアルゴン雰囲気中で熱処理した。加熱・冷却速度が遅いと所定温度域以外の領域で回復・再結晶過程が進行し、再結晶組織の形成過程を分析できないため、急速加熱・急速冷却が必要である。また、熱処理中の酸化を防ぐため、加熱・保持・冷却の一連の工程を純度の高いアルゴン雰囲気中で行うことが求められる。これらの要件を満たすため、本研究では静的再結晶実験用に開発したアルゴン雰囲気炉を用いた。

図 3.2 に開発したアルゴン雰囲気炉の外観および構造を示す。管状炉に石英ガラス製炉心管を挿入し、両端を SUS303 製真空フランジにより密閉した。試験片挿入側に吸気ポートがあり、アルゴンガスボンベに接続されている。他方の排気ポートには真空ポンプが接続されており、炉心管内の雰囲気を真空置換できる。試験片挿入側のフランジには、試料を炉外から炉内へ移動できる試料挿入機構があり、同一アルゴン雰囲気下で予熱した炉内へ試験片を移動できるため、酸化を防ぎながら急速加熱が可能である。所定時間保持後、試料皿を炉外へ移動させ、アルゴンガスボンベより供給されるアルゴンガスを試料に吹き付けることで急速冷却を行う。室温で試験片をセットした後、炉の予熱、炉内への移動、炉内での保持、炉外への移動、ガス吹付けによる冷却の一連の工程が密閉された炉心管内で行われるため、熱処理における参加を最小限に抑えることができ、静的再結晶による組織変化を正確に分析することができる。また、炉内温度管理用の熱電対のほかに試料の温度を測定するための熱電対を備え、加熱・冷却過程を含む熱処理中の温度履歴を確認することができる。

本研究では静的再結晶の進行過程を検討する目的から、比較的低い温度で短時間の熱処理を行った。純金属の再結晶温度は融点の半分程度以上といわれている[15]ため、熱処理温度を 500 °C および 600 °C とし、それぞれ 30 秒間、1 分間、5 分間保持した。なお、熱処理条件をそろえるため、同一熱処理条件の試験片は、同時に熱処理した。

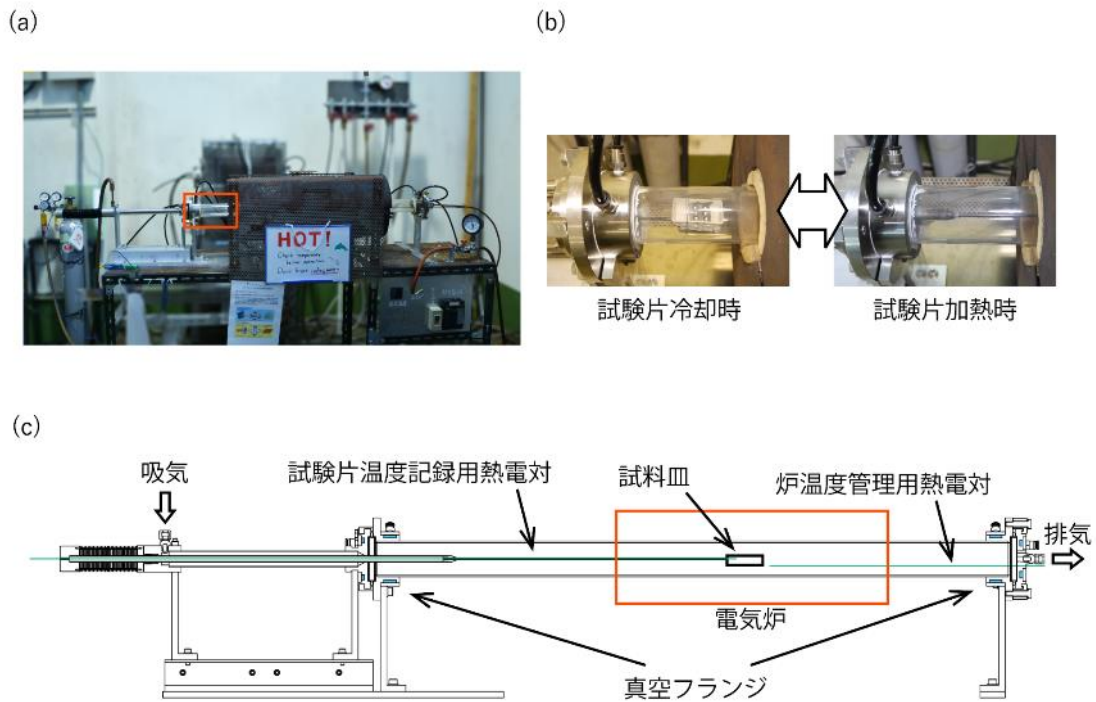


図 3.2 開発したアルゴン雰囲気炉 (a)アルゴン雰囲気炉の写真, (b)試験片挿入機構 ((a)中の赤枠部分), (c)アルゴン雰囲気炉の構造

3.2.1.2 再結晶組織分析

再結晶組織の結晶組織分析にも SEM-EBSD 法を用いた。500 °C以上の温度で熱処理しているため、熱間樹脂埋めのために 180 °Cに加熱されても組織に影響は無いと判断し、手動試料埋込機 (GI-10, アイエムティー株式会社) を用いて導電性フェノール樹脂 (クラロファスト, 株式会社ストラス) に埋め込んだ。研磨など試料準備工程は 2.2.1.3 結晶組織分析と同じである。ただし、導電性樹脂に埋め込んだためオスミウムコートは行っていない。

熱処理後の試験片は、熱電子銃タイプ汎用 SEM (JSM-6510) と標準検出器 (DVC5) を組み合わせた SEM-EBSD 測定装置を用いて結晶方位分析を行った。FE-SEM を用いた測定系と比較すると EBSD 測定における分解能が低くなるが、再結晶粒は格子欠陥が少なく結晶性が良いことや粒成長によって結晶粒径は変形組織より大きくなっていることなどから、結晶組織分析への影響はほとんどないといえる。再結晶組織の EBSD 測定条件は表 3.1 にまとめたとおりである。

表 3.1 再結晶組織 EBSD 測定条件

項目	条件
加速電圧	10 kV
ワークディスタンス (WD)	15
SEM 倍率	×1000
EBSD スキャンステップ	0.5 μm

3.2.2 静的再結晶実験結果と考察

図 3.3 に 500 °C で熱処理した切削試験片の TD 方向 IPF マップを、図 3.4 に 500 °C で熱処理した圧延試験片の TD 方向 IPF マップを示す。黒線は方位差 5° 以上の結晶粒界を表している。なお、図中にみられる黒くデータの欠落した領域は、EBSD 測定データの信頼性が低い部分であり、変形組織が残存し結晶性が低かったと考えられる。再結晶温度に近い低い温度で熱処理を行ったため、再結晶の進行が緩やかで、再結晶粒径は小さいままである。図 3.3 に示す切削試験片の再結晶粒は均一で細かく、1 分の熱処理をしたとき (図 3.3(b)) の平均結晶粒径は 1.2 μm であった。1 分の熱処理後の圧延試験片 (図 3.4(b)) の平均結晶粒径も 1.8 μm と小さいが、結晶粒の大きさにはばらつきがある。連続体モデルに基づけば材料は均一に塑性変形するので、ひずみエネルギーは場所によらず一定で、したがって再結晶は材料内で一様に進行するはずである。しかし、圧延加工では結晶粒ごとに異なる変形が生じるため、再結晶速度も結晶粒ごとにばらつきが生じたと考えられる。熱処理時間が 5 分に達すると、切削試験片ではほぼ全域が再結晶粒に置き換わったが、平均結晶粒径は 1.3 μm と小さいままであった (図 3.3(c))。これは再結晶核が多数発生したことで、それぞれの再結晶粒の成長が抑制されたためだとみられる。500 °C での熱処理では他の結晶粒を蚕食しながら粒成長するに至らず、再結晶粒同士が衝突した時点で成長が止まったと推察される。圧延試験片でも多くの場所が再結晶組織に置き換わったが、再結晶粒の大きさは不均一である (図 3.4(c))。試験片の場所ごとに再結晶速度が異なるため、早期に核発生した結晶粒が他の再結晶粒よりも大きく成長できたことが要因であると考えられる。また、圧延試験片では 5 分の熱処理後にも結晶性の低い領域がみられ、再結晶の進行が切削試験片より遅いことがわかった。

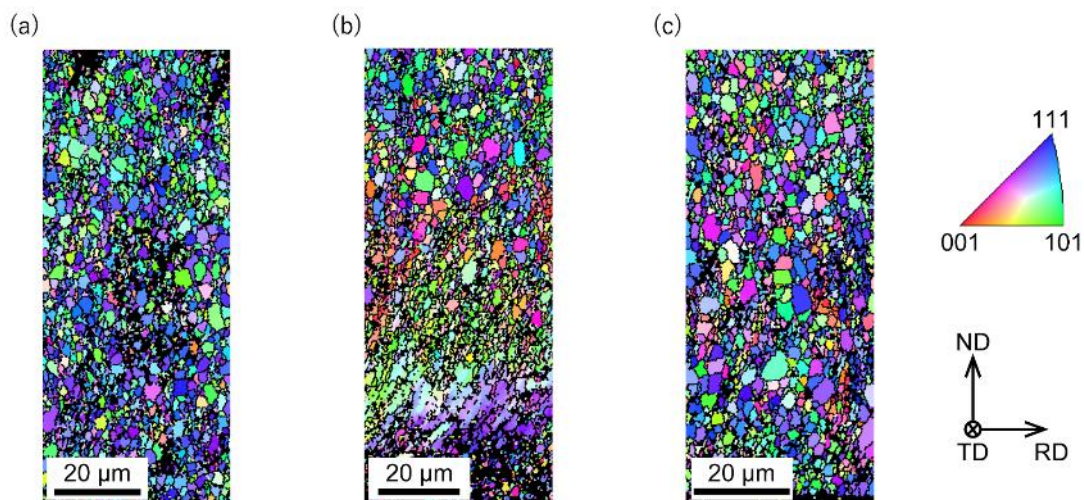


図 3.3 500 °C で熱処理した切削試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分

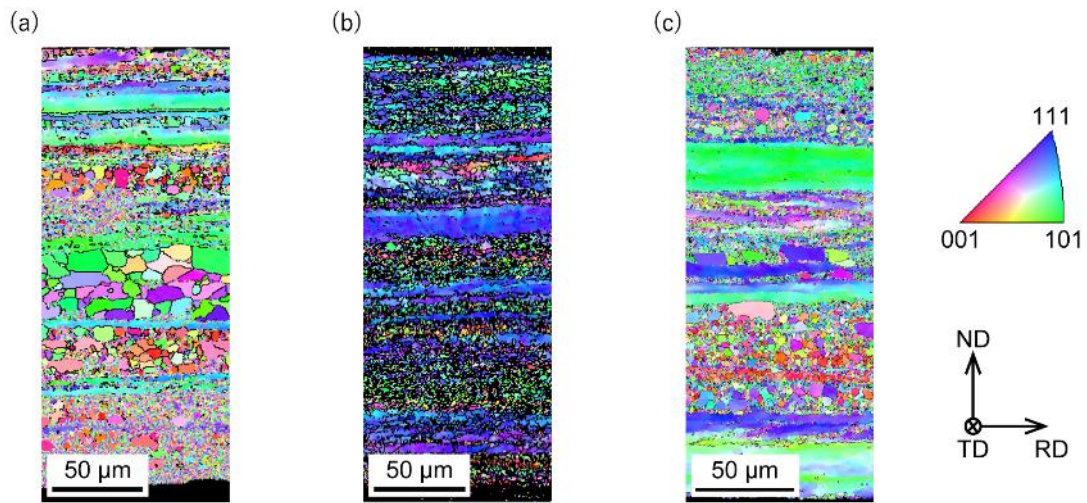


図 3.4 500 °Cで熱処理した圧延試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分

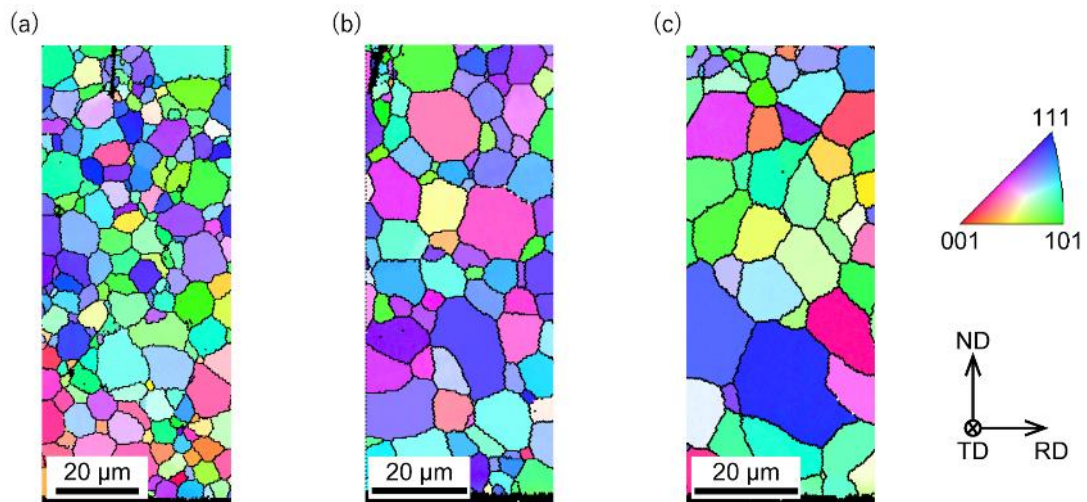


図 3.5 600 °Cで熱処理した切削試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分

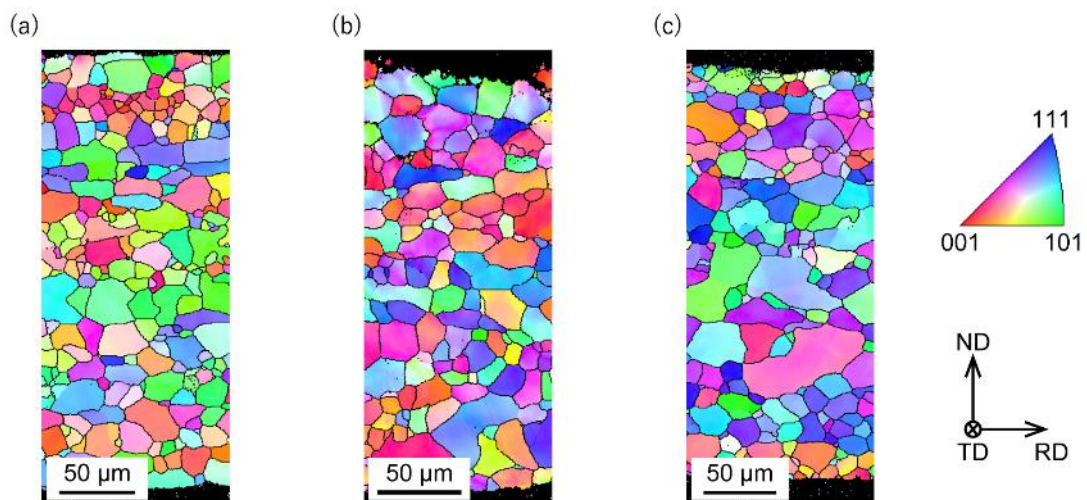


図 3.6 600 °Cで熱処理した圧延試験片の IPF マップ (a)30 秒 (b)1 分 (c)5 分

図 3.5 に 600 °C で熱処理した切削試験片の TD 方向 IPF マップを、図 3.6 に 600 °C で熱処理した圧延試験片の TD 方向 IPF マップをそれぞれ示す。600 °C で 5 分の熱処理を行った試験片の平均結晶粒径は、切削試験片 (図 3.5(c)) が 4.9 μm 、圧延試験片 (図 3.6(c)) が 6.7 μm であった。500 °C の場合と比較すると温度が高い分、再結晶の進行も速く、短時間で再結晶粒が発生・成長していることが確認された (図 3.5(a) および 図 3.6(a))。再結晶組織の均一性は 500 °C の場合と同じように、切削試験片の方が均一で細かい再結晶粒からなる組織であった。図 3.7 に 600 °C で熱処理した各試験片の再結晶粒径の時間変化を示す。図中のエラーバーは各熱処理条件における結晶粒径の標準偏差を表している。切削試験片と圧延試験片のどちらも熱処理時間が 1 分を超えると結晶粒径に大きな変化は見られず、一次再結晶過程が完了したことがわかった。切削試験片のほうが圧延試験片より再結晶粒径が明らかに小さく、そのばらつきも小さいことがわかる。このことから、一次再結晶過程すなわち核発生・粒成長過程は、塑性加工中に結晶粒内に蓄積されたひずみの分布に大きく影響されることが示唆された。切削試験片では結晶方位によらず均一に塑性変形が生じ、ひずみの蓄積が均一なことで場所によらず一様に核発生し、粒成長速度もほぼ一定であったと考えられる。圧延試験片では結晶方位によって塑性変形が不均一であり、特に結晶粒の微細化が生じた領域で優先的に核発生し、このような場所では多数の再結晶粒が生成されたため個々の結晶粒の大きさは制限されたと考えられる。一方で加工後に残った粗大粒内の転位密度は比較的低く、このような場所では再結晶核の発生数が少なく、それぞれが大きく成長できたと推察される。結果として、圧延試験片では再結晶粒径に大きなばらつきが生じた。

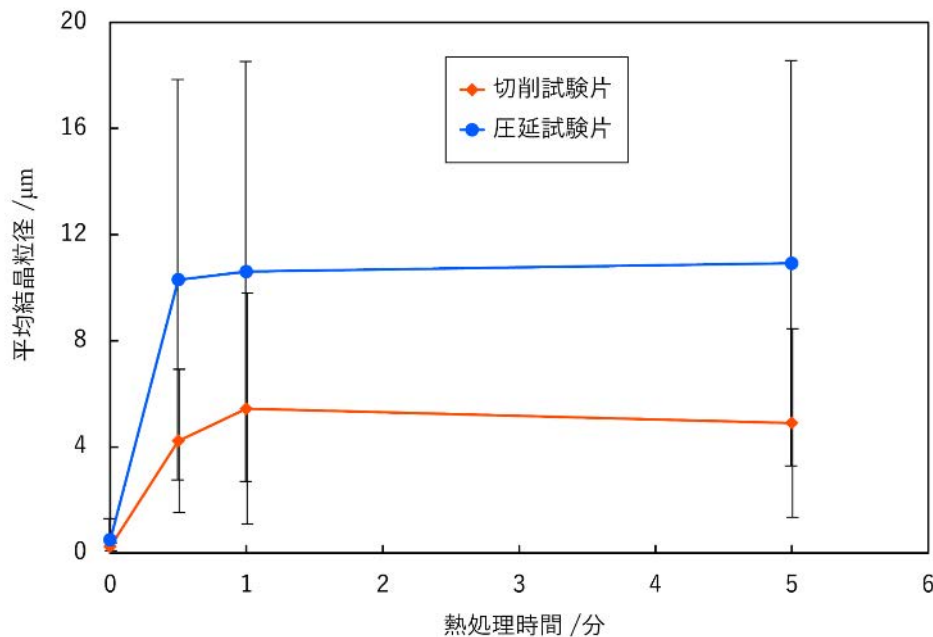


図 3.7 600 °C で熱処理した際の再結晶粒径の時間変化

3.3 静的再結晶シミュレーション[58]

前節では変形組織の不均一性が静的再結晶組織に影響を及ぼすことを明らかにした。切削加工によって均一に微細化された組織を出発点とすることで、均一で微細な再結晶組織が得られることが示された。しかし、熱処理後の EBSD 測定データから正確に再結晶粒と未再結晶粒を区別することは難しく、再結晶速度にどのような影響があるかは明らかではない。そこで核発生・粒成長モデルに基づく静的再結晶シミュレーションを行い、変形組織と再結晶速度の関係について検討した。さらに、作成したシミュレーションモデルを用いて、切削加工の微細再結晶粒製造への有効性について検討した。

3.3.1 静的再結晶シミュレーションモデル

再結晶過程を表す一般的なモデルである核発生・粒成長モデルをもとにシミュレーションモデルを構築した。初期条件として、2.2 強ひずみ加工実験で測定した EBSD データを用いた。塑性変形によって材料に転位が蓄積すると結晶格子が歪むため方位差が生じる。また、強ひずみ加工によって IDB や GNB が形成された場合にも、それぞれに応じた方位差が生じる。こうした点から、変形の不均一性を表す指標として測定点間の方位差分布を用いた。図 3.8 に切削試験片および圧延試験片の方位差分布を示す。変形組織内には方位差に応じたひずみエネルギーが蓄積していると仮定し、以下のように数理モデルを構成した。

再結晶の駆動力は塑性変形によって生じた蓄積エネルギーであると仮定し、塑性変形による蓄積エネルギーを以下のように定義した。

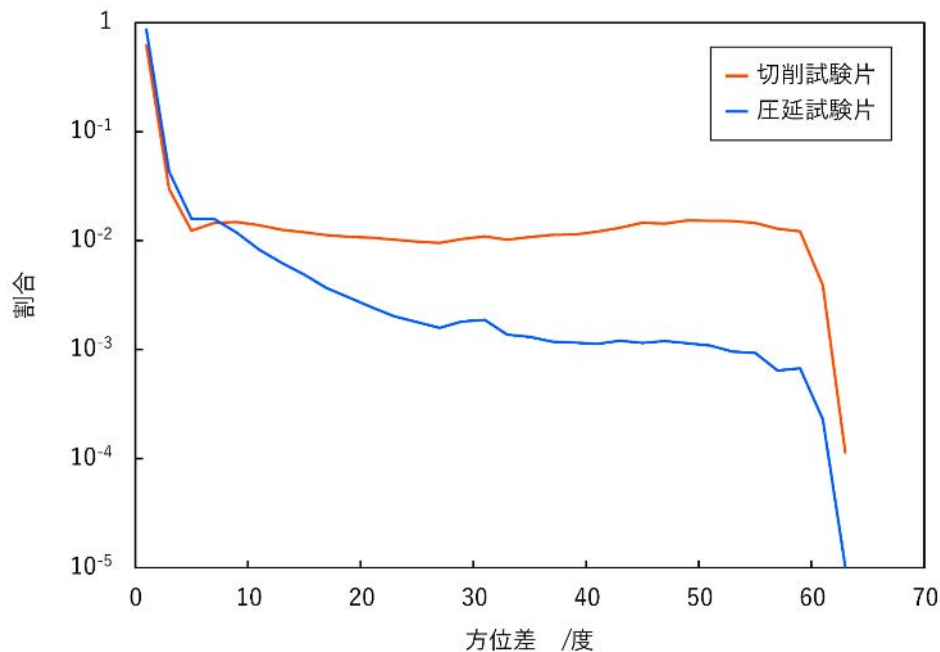


図 3.8 変形組織の方位差分布

$$\begin{cases} W = \frac{1}{2}\mu \tan^2 \theta & (\theta \leq 15^\circ) \\ W = \frac{1}{2}\rho b^2 & (\theta > 15^\circ) \end{cases} \quad 3.7$$

ここで θ は方位差, μ は剛性率, ρ は転位密度, b はバーガースベクトルの大きさである. なお, バーガースベクトルの大きさは平均原子径に等しいとし, α 鉄の格子定数 a より, BCC 結晶の幾何学的関係から次式により計算した.

$$b = \frac{\sqrt{3}}{2}a \quad 3.8$$

15° 以下の小傾角粒界は, 転位が等間隔に配列していると仮定し, せん断ひずみ $\tan \theta$ によるひずみエネルギーにより定義した. 15° 以上の大傾角粒界は転位の配列で説明できないため, 転位エネルギーにより定義した. 塑性ひずみと転位密度の関係は次式により与えられる.

$$\rho = \frac{\gamma}{b\bar{x}} \quad 3.9$$

ここで γ は与えた塑性ひずみ, \bar{x} は転位の平均移動距離である. 粒界は転位の運動を阻害するから, 転位の平均移動距離は結晶粒径に関係すると仮定し, 次式により計算した.

$$\bar{x} = C_d \bar{d} \quad 3.10$$

ここで C_d は定数, \bar{d} は平均結晶粒径である.

前述のように, 熱処理中は再結晶過程のみならず回復現象がみられる. 回復過程では正負の転位が対消滅することで式 3.7 中の転位密度が低下すると仮定する. 正負の転位が対消滅する確率は転位密度をもとに次式により計算される[77].

$$\frac{d\rho}{dt} = -C_\rho \rho^2 \quad 3.11$$

ここで C_ρ は定数である.

一般的な核生成理論に基づき, 再結晶核の臨界半径 r_c と臨界自由エネルギー g_c を計算した. 式 3.2, 3.3 を変形組織に生じる再結晶核にそのまま適用し, 以下のように定めた.

$$r_c = \frac{2E_{gb}}{W} \quad 3.12$$

$$g_c = \frac{16\pi E_{gb}^3}{3W^2} \quad 3.13$$

ここで E_{gb} は粒界エネルギーである. 方位差 θ の結晶粒界における粒界エネルギーは次に示す Read-Shockley の式[80]により計算した.

$$E_{gb} = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)} \theta(A - \ln \theta) \quad 3.14$$

ここで ν はポアソン比, A は材料パラメータである. なお, $\theta \geq 45^\circ$ の領域については, 文献[80]中に示された実験データを参考に $\theta = 45^\circ$ の値で一定とした. 方位差 θ の領域における単位時間, 単位体積あたりの核発生頻度は文献[76]より次式により計算した.

$$\dot{N}_\theta = n \frac{k_b T}{h} \exp\left[-\frac{\Delta(G_a)_g}{k_b T}\right] \exp\left(-\frac{g_c}{k_b T}\right) \quad 3.15$$

ここで k_b はボルツマン定数, h はプランク定数, n は原子密度, $\Delta(G_a)_g$ は粒界拡散の活性化エネルギーである. 発生した臨界半径 r_c のエンブリオが乱れた状態に戻らずに再結晶核として安定して成長する確率は, 空孔集合体の形成と同様の取り扱いにより次式で計算される[77].

$$f_n = \frac{\exp\left(\frac{q}{k_b T}\right)}{\exp\left(\frac{q}{k_b T}\right) + \exp\left(\frac{b_n}{k_b T}\right)} \quad 3.16$$

ここで q は原子 1 個当たりの蓄積エネルギー, b_n は格子拡散エネルギーである. したがって, 微小時間 Δt に発生する再結晶核の数 ΔN_n は式 3.15, 3.16 より次式により計算される.

$$\Delta N_n = \sum f \cdot \dot{N}_\theta \cdot V_\theta \cdot \Delta t \quad 3.17$$

なお, V_θ は方位差 θ の領域の体積である.

静的再結晶中の粒成長速度は式 3.6 をもとに以下のように仮定した.

$$\dot{r}_{rex} = C_g \exp\left(-\frac{\Delta G_{rex}}{RT}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{W}{RT}\right)\right] (1 - R_{rex}) \quad 3.18$$

ここで C_g は定数, ΔG_{rex} は再結晶における自己拡散の活性化エネルギー, R_{rex} は再結晶率である. 再結晶粒が成長すると互いに衝突し成長が抑止されるが, 本モデルでは衝突後も成長し続けるとする. このとき生じる結晶粒の重なりを考慮するため, Johnson と Mehl[81]および Avrami[82-84]によって導入された拡張体積の考え方を適用し, 再結晶率を次式のように計算する.

$$R_{rex} = 1 - \exp\left(-\frac{V_{rex}}{V_0}\right) \quad 3.19$$

ここで V_{rex} は重なりを含む全再結晶粒の体積, V_0 は試験片の体積である. 表 3.2 および表 3.3 に本研究に用いた再結晶シミュレーションの材料パラメータと加工組織パラメータをそれぞれ示す. 上述の式を MATLAB により数値計算し, 300 秒間の熱処理についてシミュレーションを行った.

表 3.2 再結晶シミュレーションの材料パラメータ

パラメータ	値	文献
a	0.286 nm	[85]
A	0.231	[80] Si-Fe の値
$\Delta(G_a)_g$	33.8 kcal/mol	[79]
b_n	3.025 eV	[86]
ΔG_{rex}	60 kcal	[87]

表 3.3 再結晶シミュレーションの加工組織パラメータ

パラメータ	切削	圧延
γ	3.6	4.8
\bar{d}	0.2 μm	0.5 μm

静的再結晶モデルの式 3.10, 3.11, 3.18 の定数 C_d , C_p , C_g は, 図 3.9 に示すように再結晶粒の平均結晶粒径の時間変化を実験結果に合わせこむことで同定した. 図 3.9 の実線は同定したパラメータ値を用いて行ったシミュレーションの結果を示しており, 破線および一点鎖線は粒成長に関する定数 C_g の値を変化させたときの計算結果を示している. C_g は再結晶粒の粒成長速度に関する定数であり, 加工方法に固有のものではない. したがって C_g の値は, シミュレーションにより求めた曲線が切削試験片と圧延試験片の両方の実験結果によく一致するように決定した. C_p は回復に関する定数で熱処理の温度による原子の熱活性の影響を表している. C_p は温度に依存するパラメータであると考えられるが C_g と同様に加工法には依存しない. そこで C_g と同様に切削試験片と圧延試験片の両方の実験結果によく一致するよう値を決定した. C_d は大傾角領域の転位の平均移動距離に関する定数であるが, これは加工法に依存すると考えられる. 切削加工のように大きな方位差を持つ領域が一様に分布し微細化した組織では, 大傾角領域の転位の移動によって形成された結晶粒の大きさと平均結晶粒径はほぼ等しく, 平均結晶粒径に対する転位の平均移動距離は比較的大きく, したがって C_d の値は大きくなると考えられる. 一方, 圧延加工のように小傾角領域からなる粗大粒が見られる組織では, 大傾角領域の転位の移動によって形成される微細粒の大きさが平均結晶粒径より小さくなり, したがって C_d の値は小さくなると考えられる. こうしたことを踏まえ, C_d はそれぞれの加工法について別々にフィッティングを行った. 表 3.4 に同定した定数の値をまとめる.

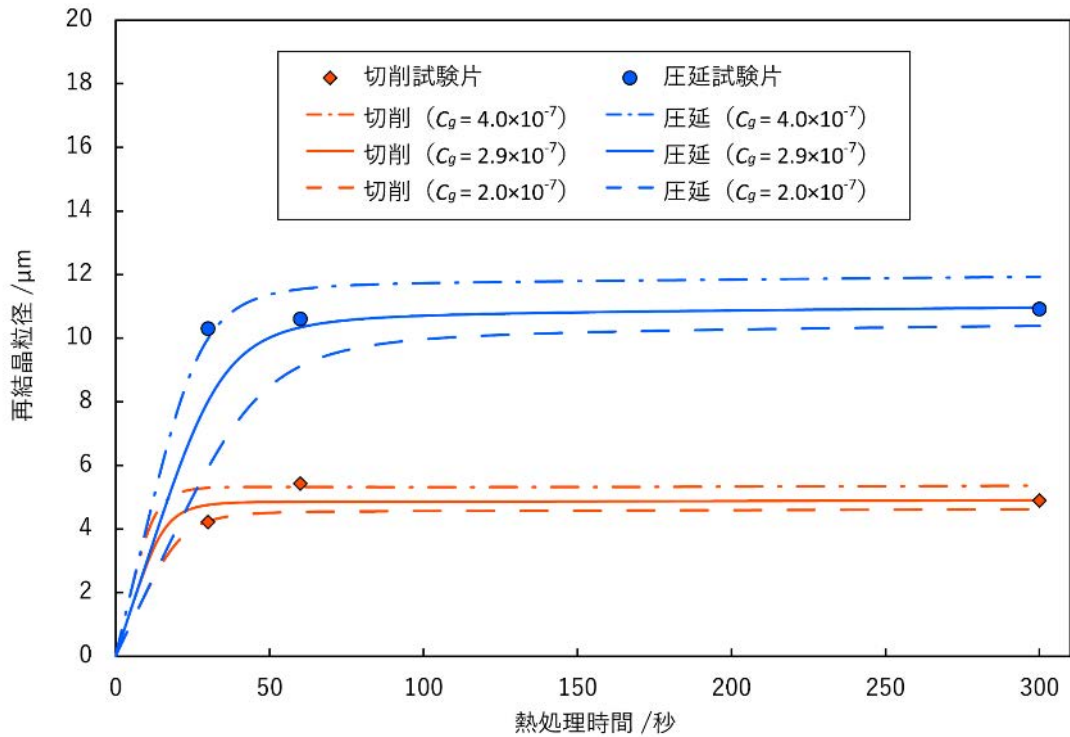


図 3.9 静的再結晶モデルの定数の影響とフィッティング結果

表 3.4 熱処理温度 600 °Cでの静的再結晶モデルの定数

定数	切削試験片	圧延試験片
C_d	4.23×10^{-2}	2.28×10^{-2}
C_p	8.5×10^{-23}	8.5×10^{-23}
C_g	2.9×10^{-7}	2.9×10^{-7}

3.3.2 静的再結晶シミュレーション結果と考察

図 3.10 は 600 °Cで 1 分の熱処理による再結晶粒径分布について、実験結果とシミュレーション結果を比較したものである。実線は EBSD 測定による実験結果、破線はシミュレーションにより計算された値をそれぞれ示している。本モデルでは、発生する再結晶核の大きさは一定で粒成長速度も結晶粒径に依存しないため、特に大きな結晶粒について実験結果を再現できていないが、分布の傾向は概ね再現できているといえる。図 3.9 に示したように、モデルのパラメータフィッティングは平均結晶粒径に対して行ったが、結晶粒径の分布についても実験結果をよく再現しており、本研究で用いた静的再結晶モデルは、十分に静的再結晶過程を再現しているといえる。

図 3.11 に本モデルによるシミュレーションにより計算された 600 °Cにおける再結晶率の時間変化を示す。塑性ひずみは圧延試験片の方が大きいにもかかわらず、切削試験片の方が再結晶速度が大きいことがわかる。すなわち、再結晶の進行速度はマクロな塑性ひずみ量だけでなく、ミクロな変形組織の影響を受けることが示された。切削試験片および圧延試験片

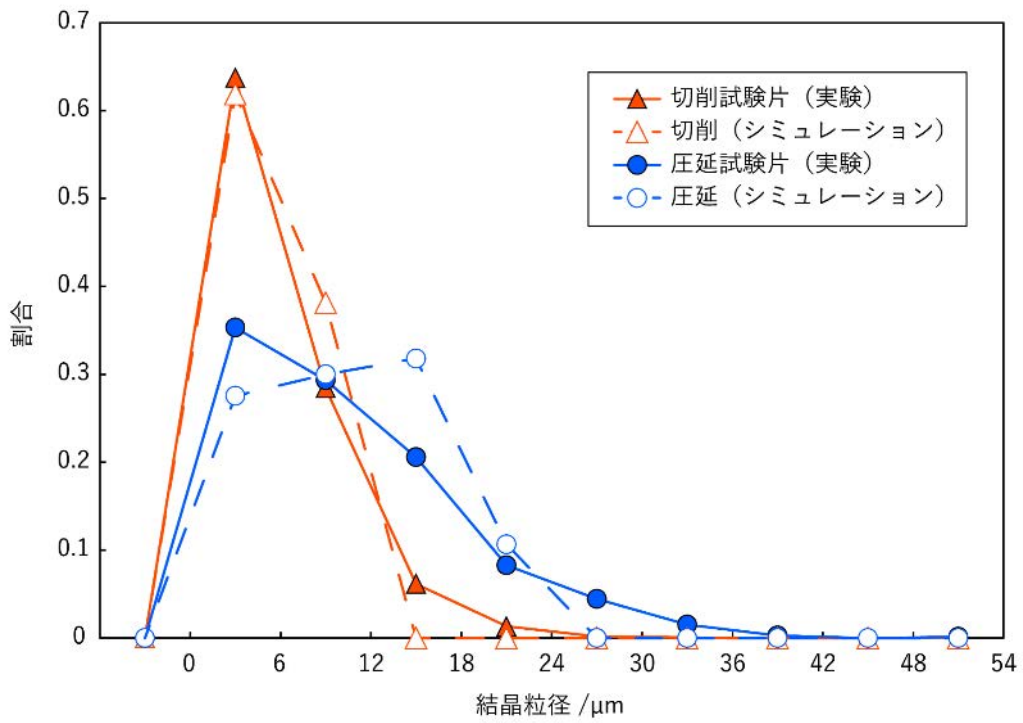


図 3.10 600 °Cで1分熱処理した際の再結晶粒径分布の比較

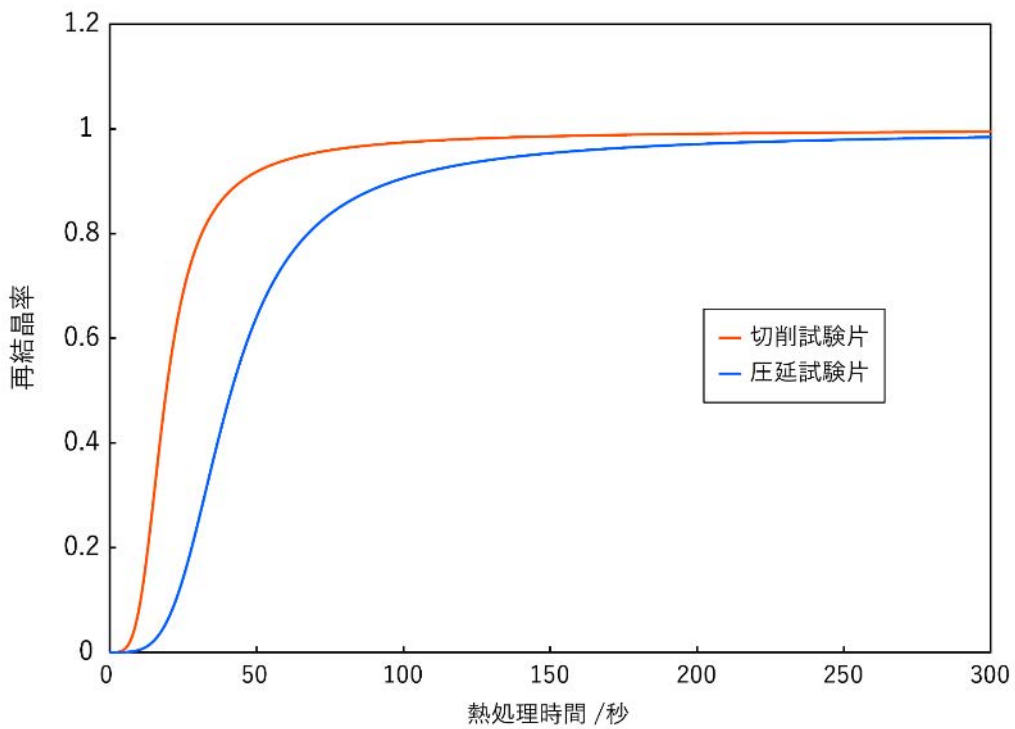


図 3.11 シミュレーションによる600 °Cにおける再結晶率の時間変化

における再結晶過程の進行が加工組織とどのように関係しているか明らかにするため、再結晶シミュレーションにおける各種パラメータの検討を行った。表 3.5 に 600 °C における各パラメータの値をまとめる。切削加工と圧延加工の加工組織の違いは、方位差が 15° 以上の大傾角領域の割合に表れている。再結晶核の発生は方位差の大きい領域で活発になることから、大傾角領域の割合とそこでの蓄積エネルギーが発生する再結晶核の数に影響している。このうち、蓄積エネルギーは転位密度により計算されるが、切削加工と圧延加工でほとんど変わらない。したがって、大傾角領域の割合が大きく影響し、その割合が高い切削加工の場合では、多くの再結晶核が発生し、これが再結晶粒の多さにつながっている。一方、粒成長速度は蚕食される未再結晶領域の蓄積エネルギーによって決まる。いずれの加工法でも加工組織の多くは方位差 15° 以下の小傾角領域が占めているため、ここに蓄積されたひずみエネルギーが大きく影響する。小傾角領域のひずみエネルギーは塑性ひずみの大きさによって決まるため、塑性ひずみが大きい圧延加工の方が再結晶粒成長速度が大きい。再結晶の進行度を示す再結晶速度は、これら核発生と粒成長の両方の要素によって決定する。切削試験片では、核発生数が非常に大きいことで、圧延試験片において粒成長により再結晶組織が形成されるよりも早く、次々に発生する微小な再結晶粒によって再結晶組織が形成されたことで再結晶速度が速くなったと考えられ、再結晶速度は粒成長速度より再結晶粒の数の影響が強いといえる。このような検討から、大傾角領域の分布が均一で微細な再結晶粒を生成する重要な要因であるといえる。すなわち、核発生が活発な大傾角領域の割合が高く均一に分布していることで、再結晶核が同時に多く発生し、再結晶粒が互いに衝突することで粒成長が抑制されやすく、これによって微細な再結晶組織が形成される。

本シミュレーションモデルを用いて粒径 1 μm 程度の超微細粒再結晶組織の生成条件を検討した。以下の検討では、切削加工および圧延加工において付与する塑性ひずみ量を変化させた際に再結晶粒径がどのように変化するかを調べた。塑性ひずみ（せん断ひずみ）以外のパラメータは表 3.2、表 3.3 および表 3.4 の値を用いた。図 3.12 に切削加工におけるせん断ひずみを変化させた際の再結晶組織への影響を示す。図 3.12(a)は再結晶率、図 3.12(b)は再結晶粒径の時間変化に与える影響をそれぞれ示している。せん断ひずみの増加に伴って大傾角領域の蓄積エネルギーが増加するため、再結晶粒の数が増加し個々の結晶粒径が小さくなっていると考えられる。この結果は超微細再結晶粒の形成には、より大きなせん断ひずみを

表 3.5 600 °C における再結晶過程における各パラメータの値

パラメータ	切削	圧延
せん断ひずみ γ	3.6	4.8
大傾角領域の割合	0.28	0.038
式 3.9 より計算された大傾角領域の転位密度	$1.71 \times 10^{18} /\text{m}^2$	$1.69 \times 10^{18} /\text{m}^2$
300 秒後の再結晶粒の数	$8.53 \times 10^6 /\text{mm}^3$	$7.76 \times 10^5 /\text{mm}^3$
再結晶率 50% における粒成長速度	$8.05 \times 10^{-2} \mu\text{m/s}$	$8.45 \times 10^{-2} \mu\text{m/s}$

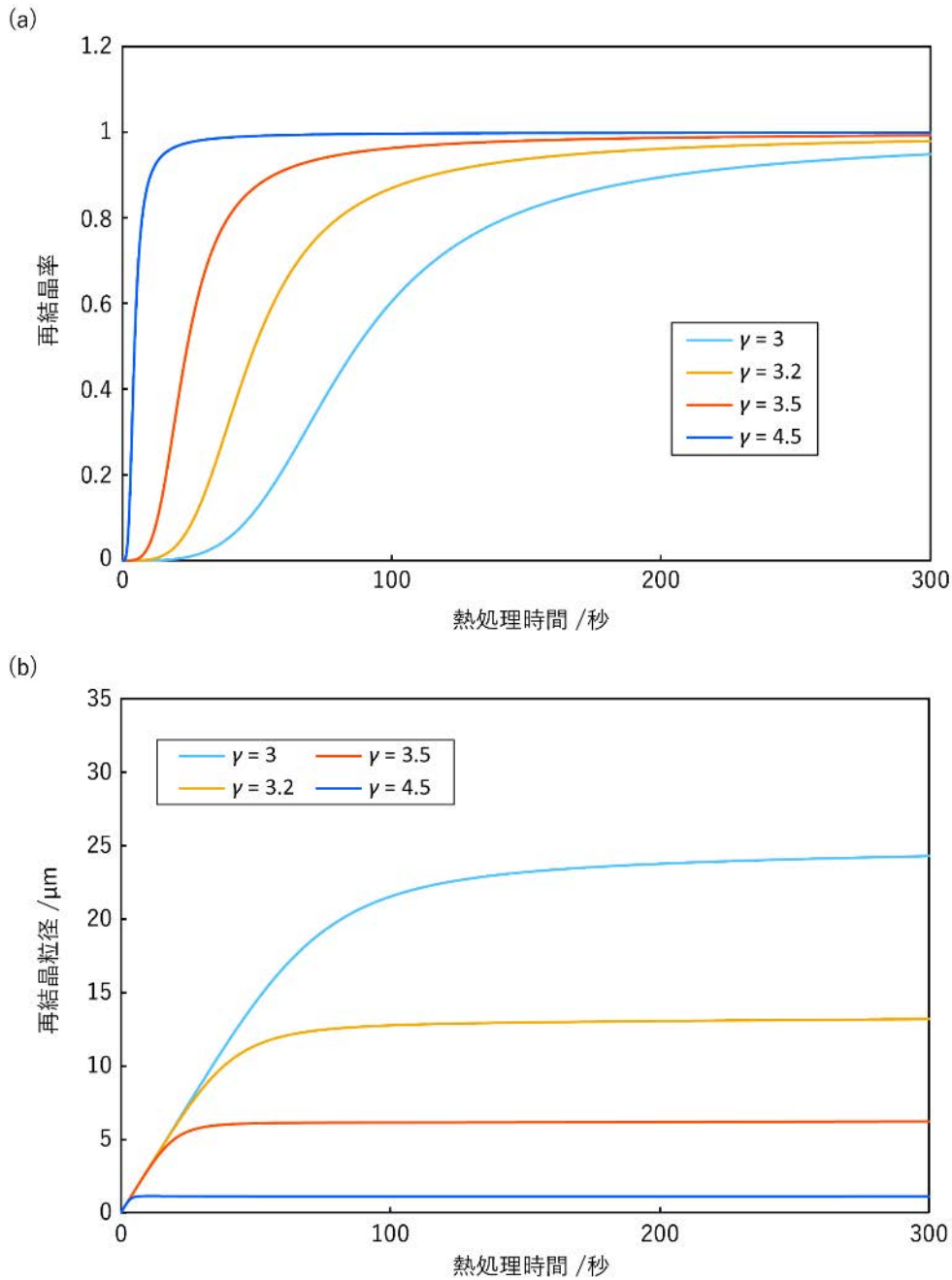


図 3.12 600 °Cにおける(a)再結晶率と(b)再結晶粒径の時間変化に及ぼす切削加工のせん断ひずみの影響

与えることが効果的であることを示している。切削加工によるせん断ひずみが 4.5 に達すると、再結晶粒の平均粒径は 1 μm に抑えられる。切削加工におけるせん断ひずみ 4.5 は、工具のすくい角を小さくすることで容易に到達することができ、例えば工具すくい角が -10° でせん断角が 14° の場合にせん断ひずみは 4.5 となる。一方、圧延加工における板厚圧下率が再結晶に与える影響を図 3.13 に示す。切削加工と同じように圧下率が大きく塑性ひずみが多い場合に再結晶粒径は小さくなっている。粒径 1 μm 程度の超微細再結晶粒を圧延加工に

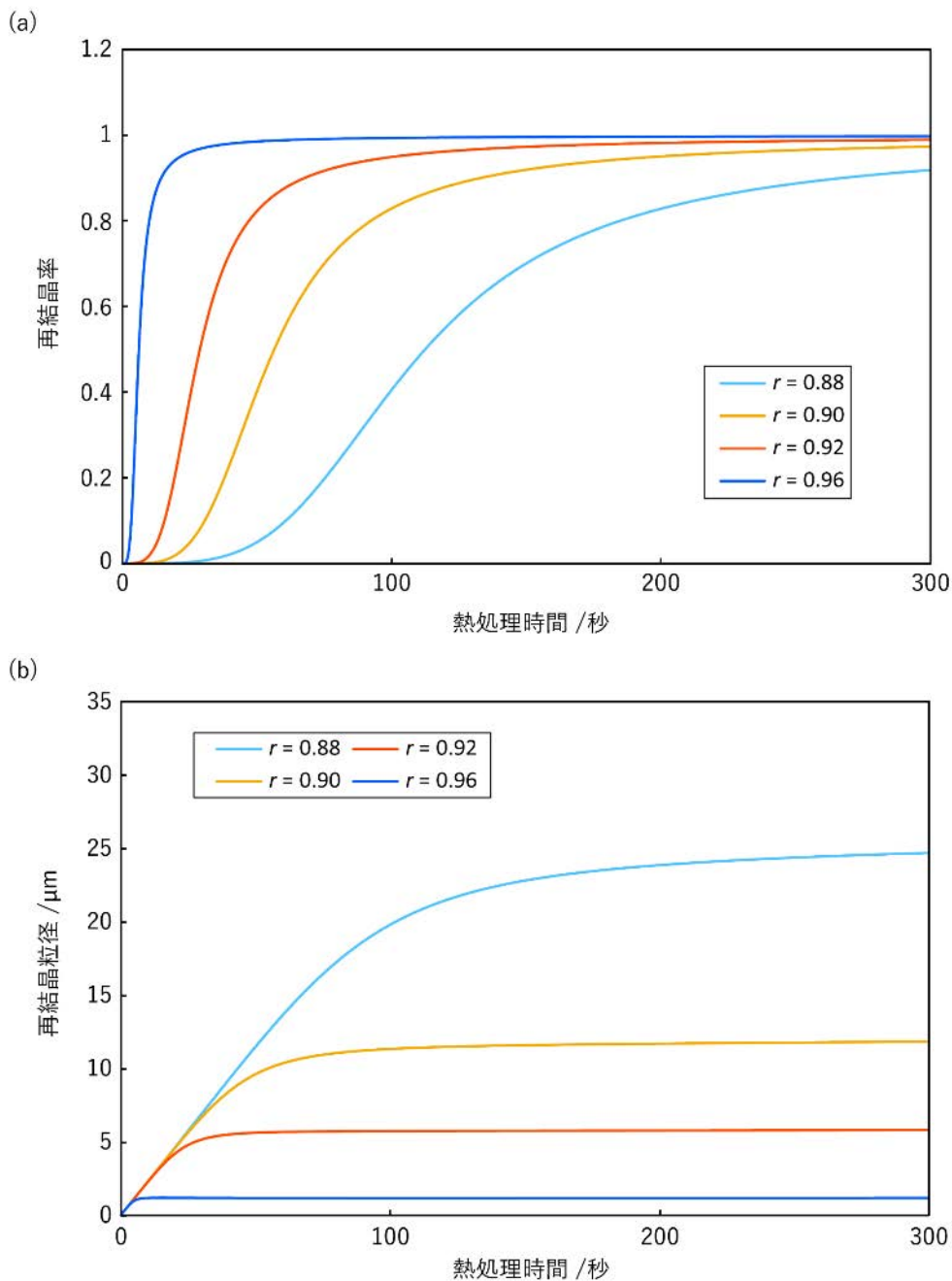


図 3.13 600 °Cにおける(a)再結晶率と(b)再結晶粒径の時間変化に及ぼす圧延加工の圧下率の影響

よって生成する場合、冷間圧延で96%の板厚減少が必要である。これは厚さ10 mmの板材を0.4 mmの厚さまで圧下することを意味しており、実用的な冷間圧延工程で達成するのは難しい。これらの結果から、切削加工は再結晶組織の微細化という点でも優れているといえる。

3.4 第3章結言

強ひずみ加工における加工法による加工組織の違いが静的再結晶組織にどのような影響を及ぼすのか実験および数値シミュレーションにより検討を行った。本章のまとめを以下に示す。

- 均一に微細化された切削試験片では静的再結晶により微細で均一な再結晶粒が生成された。500 °Cという低温での熱処理によって粒径 1 μm 程度の超微細再結晶組織を得ることができた。
- 不均一な加工組織である圧延試験片では静的再結晶祖域の粒径も大きくばらつきが生じた。加工組織中の方位差が大きく微細化された領域では多くの再結晶粒が生成され個々の大きさは小さいが、微細化されなかった粗大粒を含む領域では再結晶粒の数が少なく、一部の再結晶粒が大きく成長した。
- 核発生・粒成長モデルに基づく静的再結晶モデルを構築し、再結晶粒の数が大傾角領域の割合に依存することを明らかにした。切削加工による均一な変形が方位差の大きい領域の形成を促し、圧延試験片と比較してより多くの核発生が起こったと考えられる。
- 切削加工が超微細再結晶粒を生成するために必要な塑性ひずみを付与する方法として圧延加工より優れていることを再結晶シミュレーションにより提示した。これは、切削加工のほうが均一に強ひずみを与えることができるためである。

第4章 切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の製造

4.1 本章の目的

第2章および第3章における結果を踏まえ、切削加工を利用した微細粒鉄鋼ストリップ材の製造法を開発し、これを実証することを目的とする。切削加工によって生じる切屑を材料として利用できるよう加工する工程と熱処理による結晶制御工程を含む製造プロセスの開発を目指した。熱処理中の組織変化が単純な純鉄を用いて、提案プロセスにより微細粒ストリップ材の製造の実証実験を行った。また、作製した材料の機械的特性を測定し、微細粒ストリップ材の評価を行った。より実用的な材料の製造可能性を検討するため、ステンレス鋼に対して切削加工と熱処理の組み合わせによる微細粒形成についても検討した。

4.2 微細結晶粒鉄鋼ストリップ材製造プロセス[88]

開発した切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の製造プロセスを図4.1に示す。まず、旋盤による外周切削により一定幅の連続したストリップ材を作製する。切削加工によって得られるストリップ材は表面に凹凸があり湾曲しているため、スキンプラス圧延により平坦化し真っ直ぐにのばす。このようにして作製したストリップ材をアルゴン雰囲気中で熱処理し、微細再結晶粒からなる材料を製造するものである。

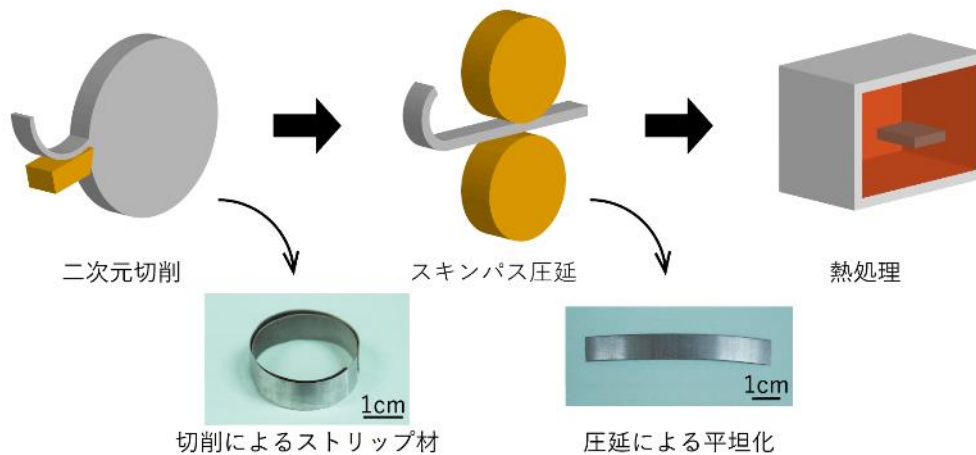


図 4.1 切削加工を利用した微細結晶粒鉄鋼ストリップ材製造法

4.3 純鉄を用いた提案プロセスの実証実験[88]

4.3.1 実証実験方法

4.3.1.1 プロセス条件

純鉄 (SUY-1, JIS C 2504) 丸棒を供試材とし, 図 4.1 に示した製造法による微細粒材料の製造を検証した. 加工には 2.2 強ひずみ加工実験で用いた CNC 旋盤および小型二段圧延機を使用した. 表 4.1 に切削加工条件を示す. 使用した工具の寸法による制限から, 幅 10 mm のストリップ材を作製した. 切削速度の影響を調べるため, 35 m/min および 50 m/min の2つの条件で切削加工を行った. それぞれの加工によって導入されたせん断ひずみは 6.60 と 5.04 である. 続いて, スキンパス圧延の加工条件を表 4.2 に示す. 切削加工の切屑流れ方向と圧延方向を一致させてスキンパス圧延を行い, 湾曲した試験片を真っ直ぐに伸ばすためパスの間で上下を返した. 切削速度の異なる試験片でスキンパス圧延による板厚減少率が異なるが, これは主に自由表面荒れによる凹凸を平坦化するのに必要な圧下量が異なったためである.

表 4.1 提案手法実証実験の切削加工条件

項目	条件	
工具	SPGN120304 NX2525 (三菱マテリアル株式会社)	
すくい角 α	10°	
切削厚さ t_0	0.04 mm	
切削幅	10 mm	
潤滑	エマルジョン切削液	
切削速度 V_c	35 m/min	50 m/min
切屑厚さ t_c	0.268 mm	0.205 mm
せん断角 ϕ	8.58°	11.27°
せん断ひずみ γ	6.60	5.04

表 4.2 提案手法実証実験のスキンパス圧延加工条件

項目	条件	
ロール径 R_{roll}	40 mm	
ロール回転数 N_{roll}	10 rpm	
圧延パス数	2 パス	
潤滑	無潤滑	
加工温度	室温 (非加熱)	
加工後板厚	0.235 mm	0.152 mm
板厚減少率	12%	26%

スキンパス圧延後の試験片は、3.2 静的再結晶実験で使用したアルゴン雰囲気炉を用いて熱処理を行った。微細再結晶粒を生成するという目的から、熱処理温度は 500 °C と 600 °C とし、熱処理時間は 1 分とした。加熱・冷却は 3.2 静的再結晶実験と同様に短時間で行った。また、機械的特性の比較対象として 600 °C で 3 時間熱処理し、その後室温まで炉冷した焼鈍し材を作製した。

4.3.1.2 作製した材料の評価

作製した材料の結晶組織分析には 2.2 強ひずみ加工実験および 3.2 静的再結晶実験と同様に SEM-EBSD 法を用いた。試験片の準備方法も同様に、加工後の試験片は 2.2 強ひずみ加工実験と同じ冷間樹脂埋めにより準備し、熱処理後の試験片は 3.2 静的再結晶実験と同じ熱間樹脂埋めにより準備した。EBSD 測定条件を表 4.3 に示す。加工後の組織と熱処理後の組織はそれぞれ異なる機器を用い、異なる条件で測定を行った。なお、測定座標系は図 2.4 に示すとおりである。

作製した材料の機械的特性を測定するため、引張試験を行った。図 4.2 に引張試験片の形状を示す。本研究で作製した幅 10 mm のストリップ材からワイヤー放電加工により外形を切り出した。作製された引張試験片は小さいため、図 4.3 に示す小型引張試験装置を用いて引張試験を行った。この装置は本研究室で当時学部 4 年生の廣政君を中心に開発されたものであり、微小な引張試験片に対し高精度な引張試験を行うことが可能である。試験片の一方はロードセルに、他方はクロスヘッドの治具にそれぞれピンにより位置決め、固定される。クロスヘッドの変位は繰り返し精度 3 μm のレーザー変位計 (LK-080/LK-2100, 株式会社キーエンス) により計測できる。また、変形中の試験片をテレセントリックレンズ (TS SilverTL テレセントリックレンズ STD 1X, エドモンド・オプティクス・ジャパン株式会社) を取り付けた CMOS カメラ (EO-3112C, エドモンド・オプティクス・ジャパン株式会社) によりその場観察できる。本研究で作製した試験片は微細化によって高強度化していると考えられるため、高荷重測定用ロードセルを新たに作製した。このロードセルはプリハードン鋼の NAK80 をワイヤー放電加工によって切り出したものに半導体ひずみゲージを貼り付けて作製したものである。図 4.4 にこのロードセルの校正曲線を示す。2 kg ずつ 10 kg までおもり

表 4.3 提案手法実証実験の EBSD 測定条件

項目	加工後	熱処理後
SEM	JSM-7001F (電界放出型)	JSM-6510 (熱電子銃型)
EBSD 検出器	Hikari Super	DVC5
加速電圧	15 kV	10 kV
ワークディスタンス (WD)	20	15
SEM 倍率	×10000	×1000
EBSD スキャンステップ	0.05 μm	0.5 μm

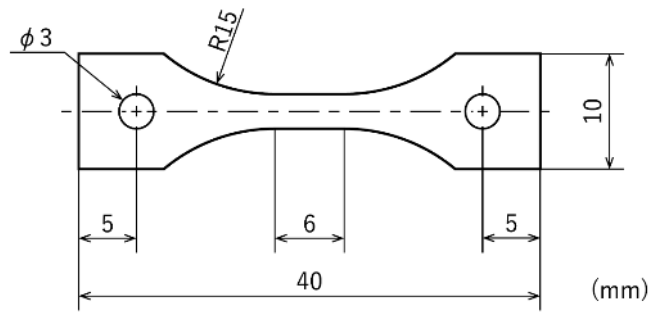


図 4.2 引張試験片の形状

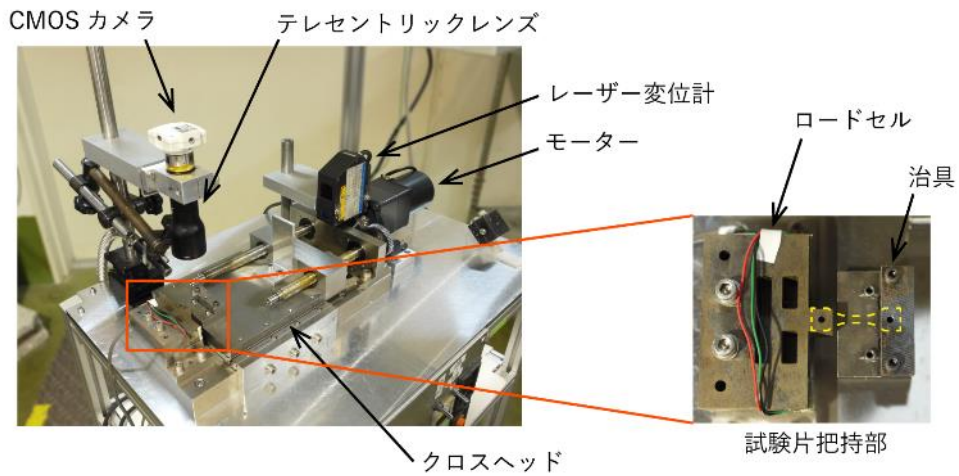


図 4.3 小型引張試験装置

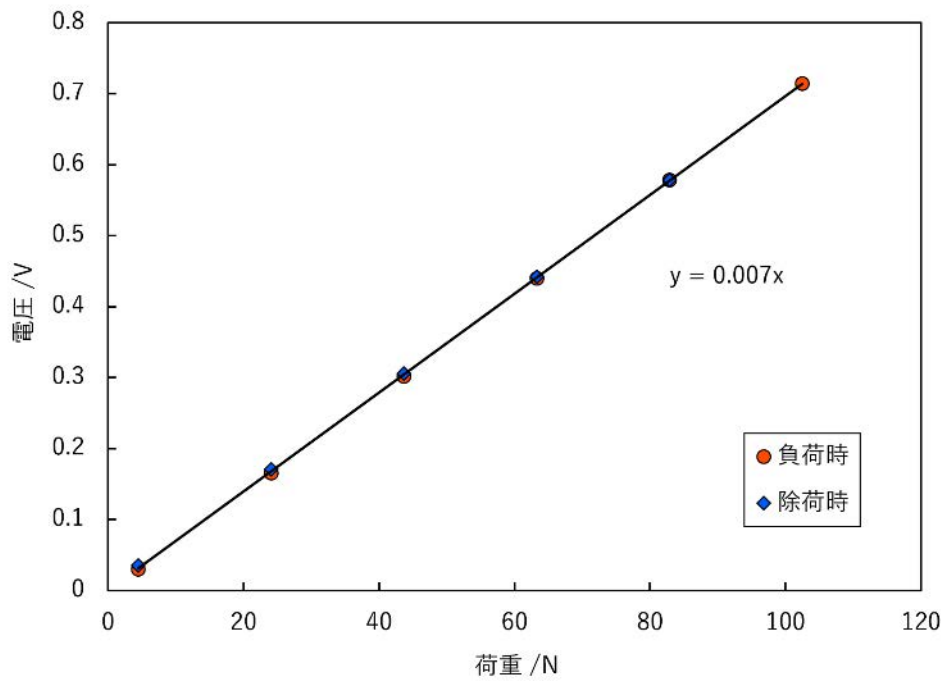


図 4.4 作製したロードセルの校正曲線

を吊るして負荷をかけ、このときの動ひずみ計の出力電圧を計測した。非常に高い線形性が得られ、引張試験荷重の測定に問題がないことが確認された。本研究では、クロスヘッドの移動速度を 0.003 mm/s に設定して引張試験を行った。

4.3.2 実証実験結果と考察

図 4.5、図 4.6 に $\gamma = 6.60$ および $\gamma = 5.04$ の試験片の加工後の結晶組織をそれぞれ示す。いずれの試験片も切削加工によって結晶粒が微細化され、スキンプス後の平均結晶粒径は、 $\gamma = 6.60$ の試験片 (図 4.5(b)) で $0.233 \mu\text{m}$ 、 $\gamma = 5.04$ の試験片 (図 4.6(b)) で $0.230 \mu\text{m}$ であった。図 4.5 の試験片の方がせん断ひずみは 32% 大きい結晶粒の大きさはほとんど変わらなかった。このことから、加工中の動的回復などの影響によって転位の蓄積が抑制されるために、切削加工によって生成可能な純鉄の微細粒は粒径 $0.2 \mu\text{m}$ 程度が限界であると推察される。スキンプス圧延では圧下率が低いため、圧延加工後もせん断方向に延伸した切削試験片特有の結晶粒形状が維持されていた。また、スキンプス圧延前後の KAM マップを比較すると (図 4.5(c), (d) および図 4.6(c), (d))、圧延加工による KAM 値分布の変化は見られず、スキンプス圧延は材料にマクロな変形を与えているが、微細構造には大きな影響はないと考えられる。

図 4.7 に $500 \text{ }^\circ\text{C}$ で 1 分の熱処理を行った試験片の TD 方向 IPF マップを示す。平均結晶粒径は $\gamma = 6.60$ の試験片 (図 4.7(a)) が $1.5 \mu\text{m}$ 、 $\gamma = 5.04$ の試験片 (図 4.7(b)) が $2.8 \mu\text{m}$ であった。再結晶核の数は塑性ひずみが多いほど多くなるから、せん断ひずみの大きい $\gamma = 6.60$ の試験片の再結晶粒がより小さくなったと考えられる。 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ の低温で短時間熱処理することで、平均結晶粒径 $3 \mu\text{m}$ 以下の超微細粒組織を有する鉄鋼ストリップ材を製造可能であることが示された。

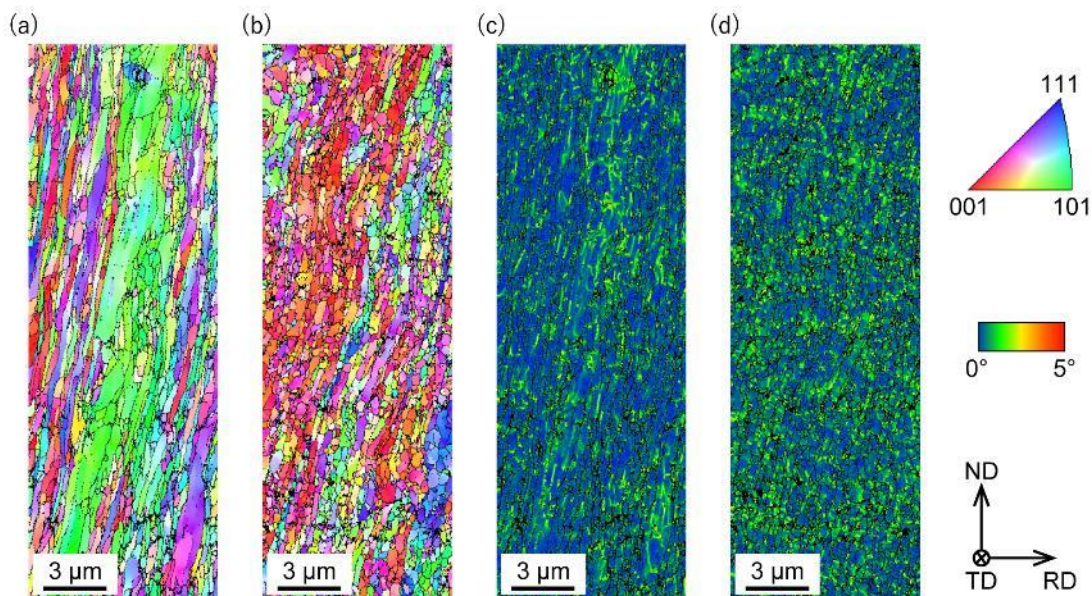


図 4.5 $\gamma = 6.60$ の試験片の加工組織 (a) 切削加工後の TD 方向 IPF マップ、(b) スキンプス圧延加工後の TD 方向 IPF マップ、(c) 切削加工後の KAM マップ、(d) スキンプス圧延加工後の KAM マップ

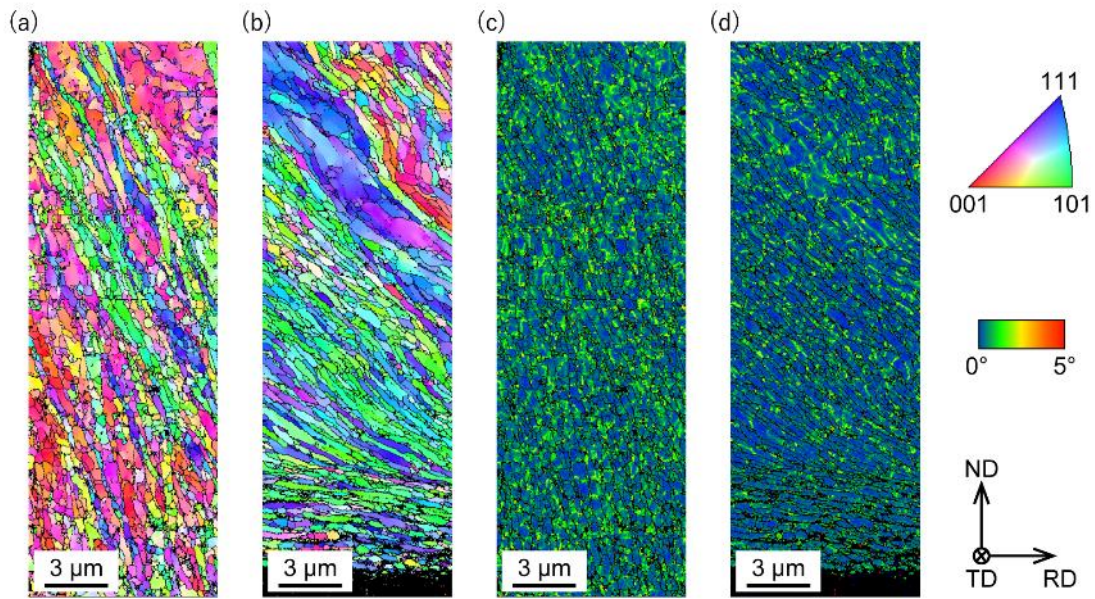


図 4.6 $\gamma = 5.04$ の試験片の加工組織 (a) 切削加工後の TD 方向 IPF マップ, (b) スキンパス圧延加工後の TD 方向 IPF マップ, (c) 切削加工後の KAM マップ, (d) スキンパス圧延加工後の KAM マップ

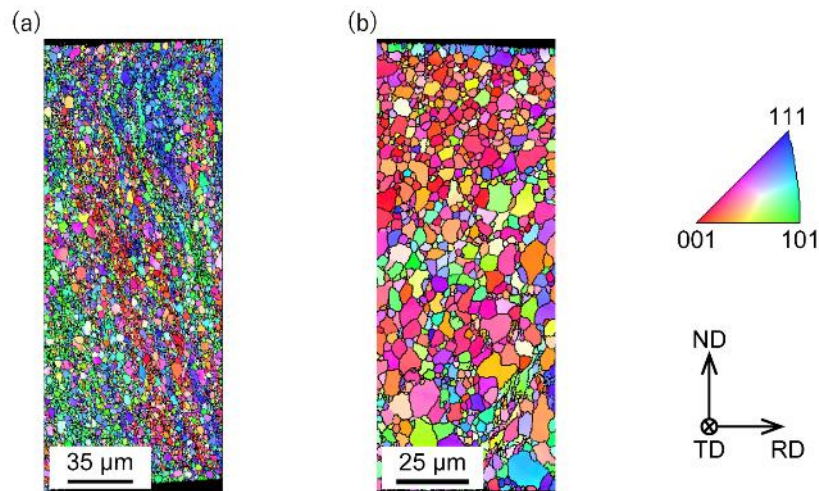


図 4.7 スキンパス圧延後 500 °C で 1 分の熱処理をした試験片の TD 方向 IPF マップ (a) $\gamma = 6.60$, (b) $\gamma = 5.04$

図 4.8 に加工後に 600 °C で 1 分の熱処理を行った試験片の IPF マップを示す。平均結晶粒径は $\gamma = 6.60$ の試験片 (図 4.8(a)) で 6.51 μm , $\gamma = 5.04$ の試験片 (図 4.8(b)) で 6.53 μm であった。500 °C で熱処理をした試験片と比較して、せん断ひずみの差による結晶粒径の違いはほとんど見られなかった。これは 600 °C の熱処理では再結晶粒の粒成長の影響が大きく、成長速度の遅い再結晶核が蚕食されたことによるものと考えられる。母材の結晶粒 (平均結晶粒径 83 μm) と比較すると十分小さい再結晶粒が形成されたが、熱処理温度 600 °C は粒径 2~3 μm 程度の微細粒組織の形成には高すぎるといえる。図 4.9 に各温度で 1 分間熱処理した時

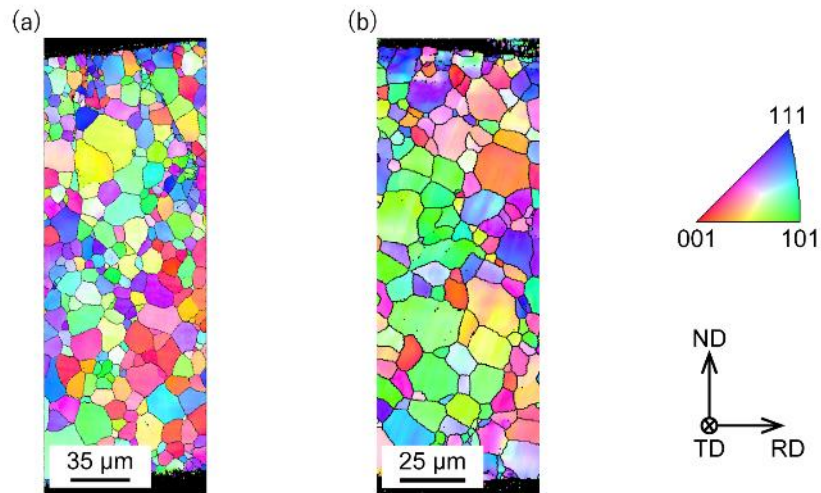


図 4.8 スキンパス圧延後 600 °C で 1 分の熱処理をした試験片の TD 方向 IPF マップ
(a) $\gamma = 6.60$, (b) $\gamma = 5.04$

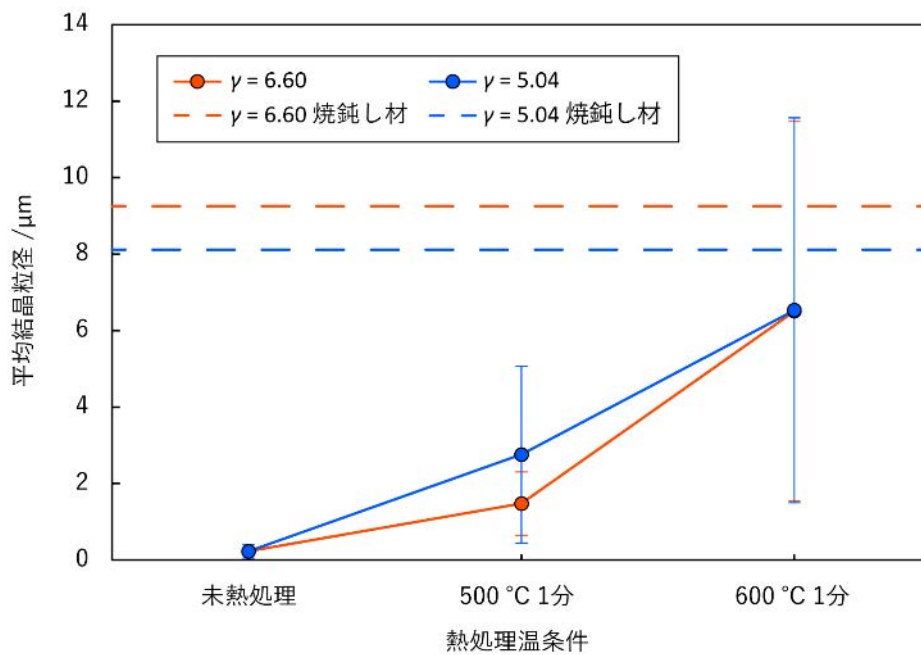


図 4.9 熱処理時間 1 分における熱処理温度と結晶粒径の関係

の平均結晶粒径と温度の関係を示す。図中の破線は 600 °C で 3 時間焼鈍した試験片の平均結晶粒径であり、エラーバーは各熱処理条件における結晶粒径の標準偏差を示している。結晶粒径は熱処理条件に大きく依存しており、熱処理によって様々な大きさの結晶粒をつくり分けられることが示唆された。特に微細粒再結晶組織の形成には 500 °C の低温での熱処理が有効であることが明らかとなった。

図 4.10 に引張試験後の試験片を、図 4.11, 図 4.12 に $\gamma = 6.60$ および $\gamma = 5.04$ の試験片の

引張試験の結果をそれぞれ示す。焼鈍し材と比較すると、熱処理をしていない試験片では降伏点が約3倍と大きく向上した。しかし、加工硬化によって著しく延性が低下しており、降伏とほぼ同時に破断した。500 °Cで熱処理した試験片は、焼鈍し材と比較して $\gamma = 6.60$ の試験片(図 4.11)で約1.8倍、 $\gamma = 5.04$ の試験片(図 4.12)で約1.7倍の降伏点の上昇がみられた。また、熱処理による再結晶によって格子欠陥が減少し、加工後の試験片に比べて延性の向上が確認された。一方、600 °Cで1分の熱処理を行った試験片は、焼鈍し材とほぼ変わらない強度と延性を示した。切削加工後の組織が最も微細化されており高強度であるが延性に乏しいため、素材として利用するためには熱処理による再結晶が不可欠であること、また低

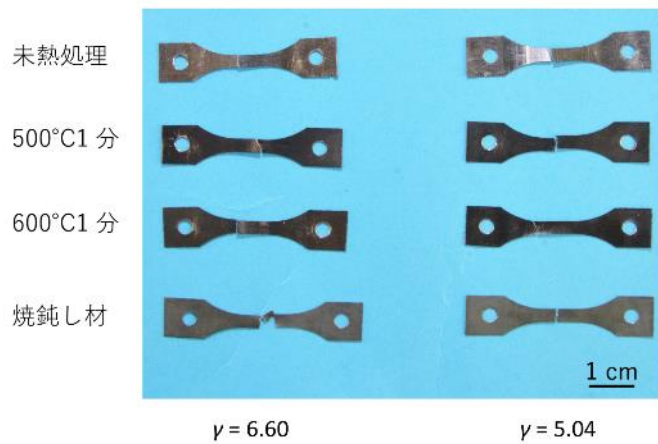


図 4.10 引張試験後の試験片

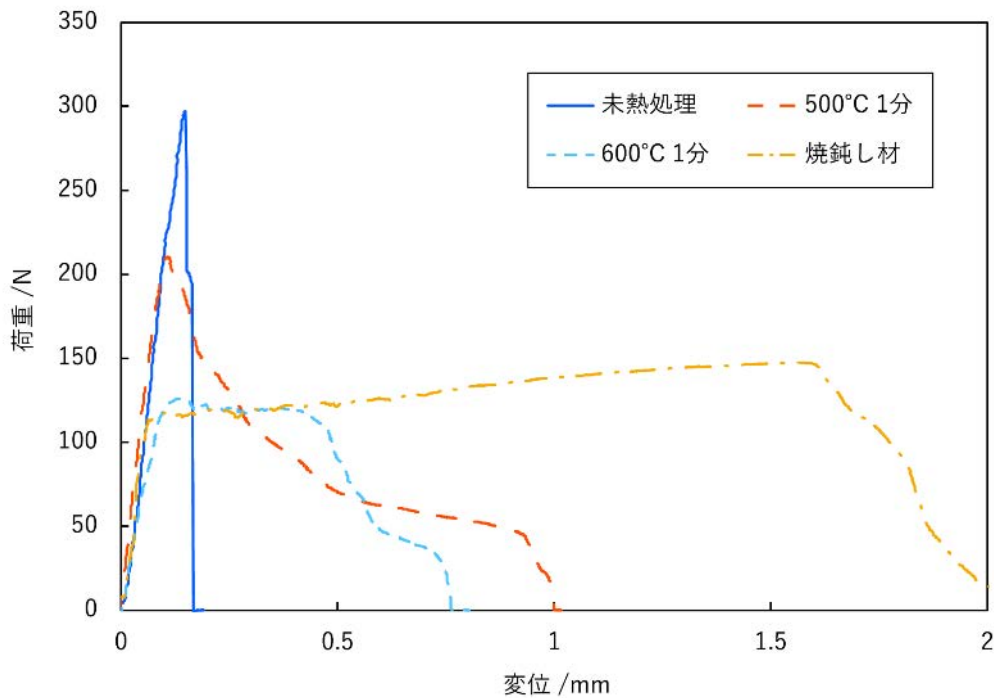


図 4.11 $\gamma = 6.60$ の試験片の引張試験による荷重-変位線図

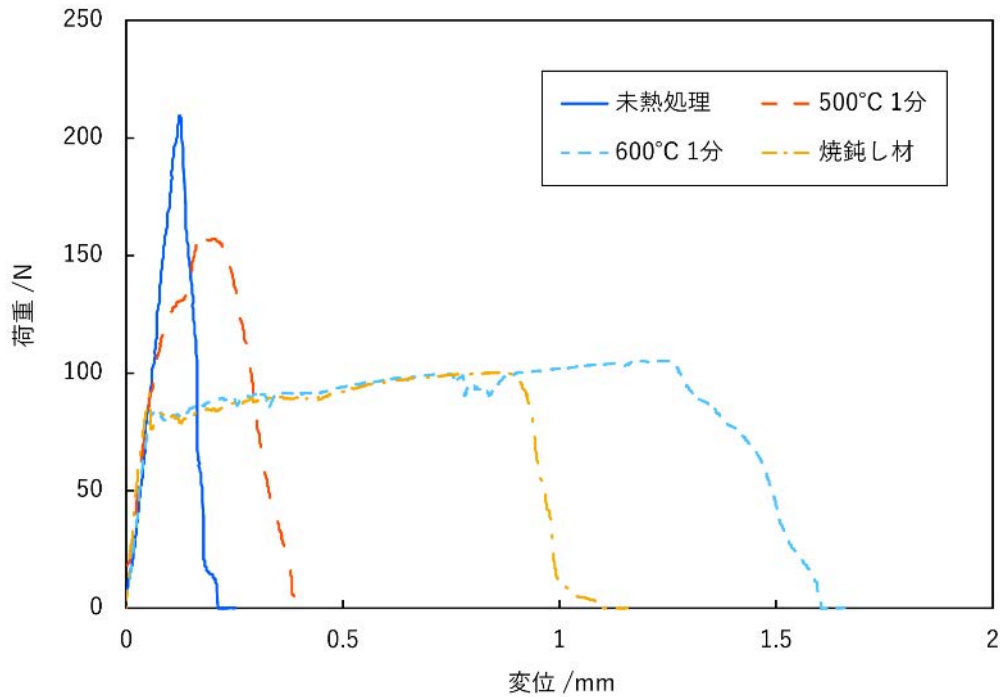


図 4.12 $\gamma = 5.04$ の試験片の引張試験による荷重-変位線図

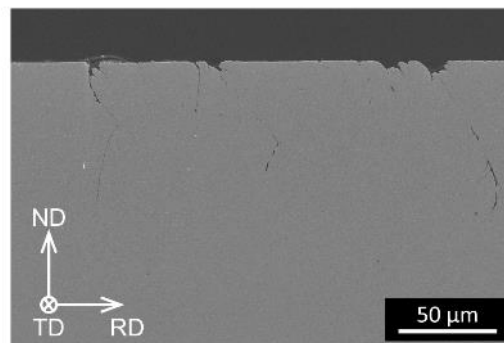


図 4.13 試験片断面の SEM 像

温での熱処理によって微細粒でありながら延性を向上させられることが示された。ところで、 $\gamma = 5.04$ の試験片を 500°C で 1 分熱処理した際の荷重変位曲線に二段階の降伏が見られる (図 4.12) が、これは作製した試験片に微小な亀裂が存在し (図 4.13)、引張試験中の材料変形が不安定であったためだと考えられる。このような微小な亀裂を防ぐ方法については、スキンプラス圧延の圧下率を大きくするなどの対策を検討する必要がある。

図 4.14(a)に降伏応力と熱処理条件の関係、図 4.14(b)に降伏応力と平均結晶粒径の関係をそれぞれ示す。せん断ひずみの違いによる降伏応力の差はあまり見られず、熱処理の条件に大きく依存していることがわかった。また、熱処理後の試験片の降伏応力と平均結晶粒径の関係は、図 4.14(b)中の実線で示したホール・ペッチの関係[9]とよく一致しており、再結晶粒の粒径を制御することで降伏応力を変化させることが可能であることが示された。なお、ホ

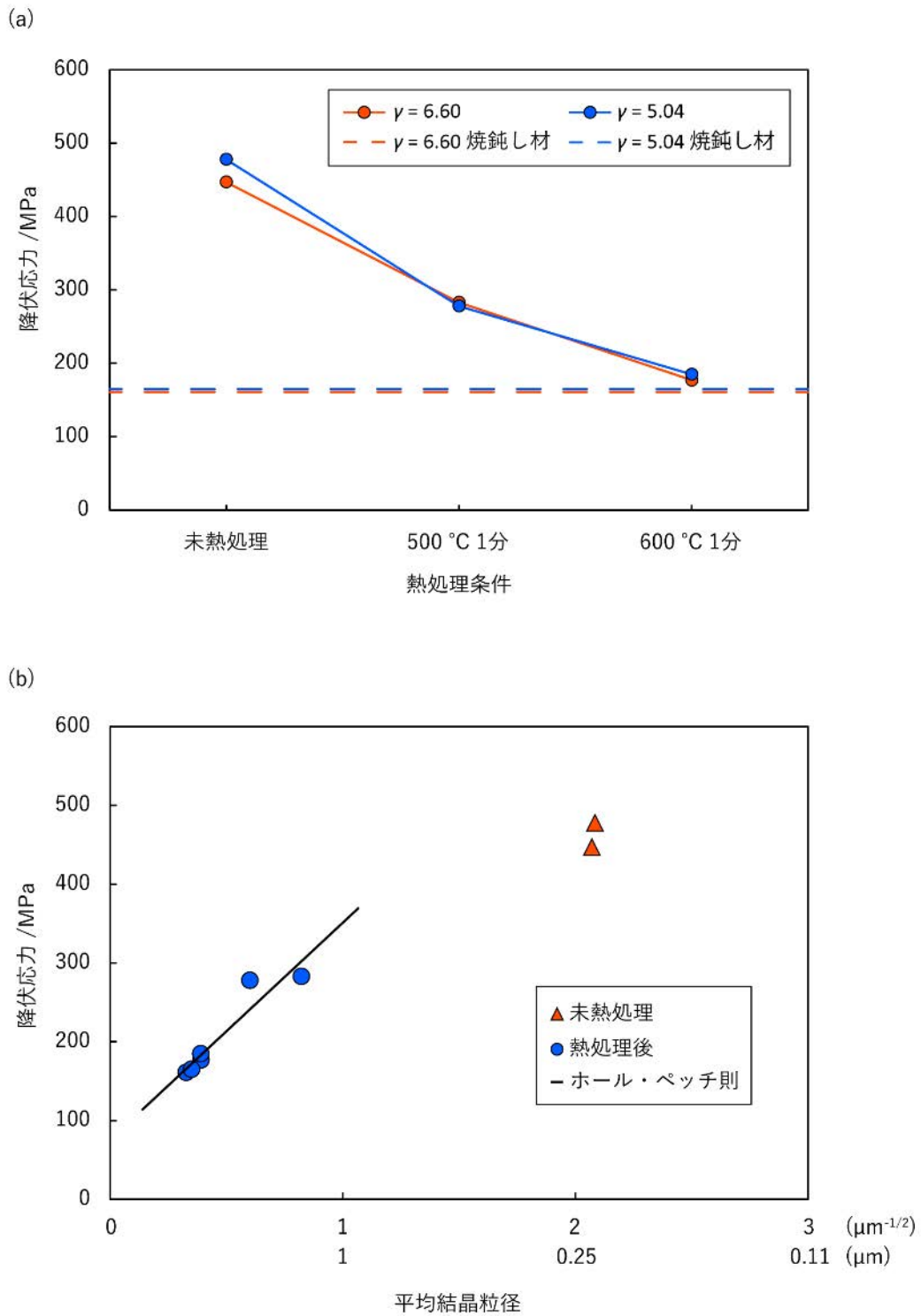


図 4.14 作製したストリップ材の材料特性 (a)熱処理条件と降伏応力の関係, (b)平均結晶粒径と降伏応力の関係

ール・ペッチの関係は次式により表される。

$$\sigma_Y = \sigma_0 + k_{HP} \bar{d}^{-\frac{1}{2}} \quad 4.1$$

ここで σ_Y は降伏応力、 σ_0 は個々の転位の運動に必要な摩擦応力で単結晶の降伏応力、 k_{HP} はホール・ペッチ係数と呼ばれる材料定数、 \bar{d} は平均結晶粒径である。以上の実験結果より、提案手法によって微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の製造が可能であることが実証された。本手法はTMCPのような複雑な温度管理が不要であり、SPD法のような繰り返し加工も不要であるなど微細粒ストリップ材の製造において簡便で生産性の高い方法であるといえる。

4.4 提案プロセスのステンレス鋼への応用[89]

前節では純鉄を用いてプロセスの実証実験を行ったが、純鉄は部品材料としての利用例は少なく、実用的な材料とは言えない。そこで、より広く利用されるステンレス鋼について、提案手法により微細結晶粒ストリップ材の作製が可能であるかを実験的に検討した。提案手法による微細粒生成メカニズムは、切削加工による強ひずみ加工と熱処理による静的再結晶であるから、この2点について実験を行い、微細再結晶粒の製造が可能であることを確かめた。

4.4.1 ステンレス鋼へ応用実験の方法

供試材として $\phi 150 \text{ mm}$ のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 丸棒を使用した。図 2.3 と同様に、CNC 旋盤による外周切削においてフィン状の部分にバイトを真っ直ぐ切り込むことで二次元切削加工を行った。表 4.4 に切削加工条件を示す。切屑に導入されたせん断ひずみは $\gamma = 3.52$ であった。

切削加工後の試験片は図 3.2 のアルゴン雰囲気炉を用いて $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ で熱処理を行った。保持時間は 30 秒、1 分、5 分とし、保持後は炉から取出してアルゴンガス吹付けによって急速冷却した。加工後および熱処理後の結晶組織について SEM-EBSD 法による結晶方位分析を行った。表 4.5 に EBSD 測定条件を示す。また、機械的特性を評価するためマイクロビッカ-

表 4.4 ステンレス鋼の二次元切削加工条件

項目	条件
工具	SPGN120304 NX2525 (三菱マテリアル株式会社)
すくい角 α	10°
切削厚さ t_0	0.015 mm
潤滑	エマルジョン切削液
切削速度 V_c	28 m/min
切屑厚さ t_c	0.053 mm
せん断角 ϕ	16.34°
せん断ひずみ γ	3.52

表 4.5 ステンレス鋼の EBSD 測定条件

項目	母材	加工後	熱処理後
SEM	JSM-6510	JSM-7001F	JSM-6510
EBSD 検出器	DVC5	Hikari Super	DVC5
加速電圧	10 kV	15 kV	10 kV
ワークディスタンス (WD)	15	20	15
SEM 倍率	×600	×10000	×1000
EBSD スキャンステップ	1 μm	0.05 μm	0.5 μm

ス硬さ試験 (JIS Z 2244) を行った。試験荷重は HV0.05 (0.4903 N)、保持時間は 10 秒とした。1 試験片あたり 5 回行い、その平均値を算出した。

4.4.2 ステンレス鋼への応用実験の結果と考察

図 4.15 に加工前後のステンレス試験片の結晶組織を示す。図 4.15(a)は母材の IPF マップ、図 4.15(b)は切削加工後の試験片の IPF マップ、図 4.15(c)は母材の相マップ、図 4.15(d)は切削加工後の試験片の相マップである。オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を加工すると加工誘起マルテンサイト変態が生じることが知られているが[15]、本研究における切削加工ではほとんどマルテンサイト変態は生じず、オーステナイト相が維持されていた。本研究に用いた SUS304 と同じ準安定オーステナイト鋼である SUS301L を用いた実験で、ひずみ速度の増加によって加工誘起マルテンサイト変態が起りにくくなることが報告されている[90]。切削加工におけるひずみ速度は非常に大きいことから、これにより加工誘起マルテンサイト変態が抑制されたと考えられる。加工後のオーステナイト粒の平均結晶粒径は 0.2 μm であり、純鉄の場合と同様に切削加工によって超微細結晶粒組織を得ることができた。

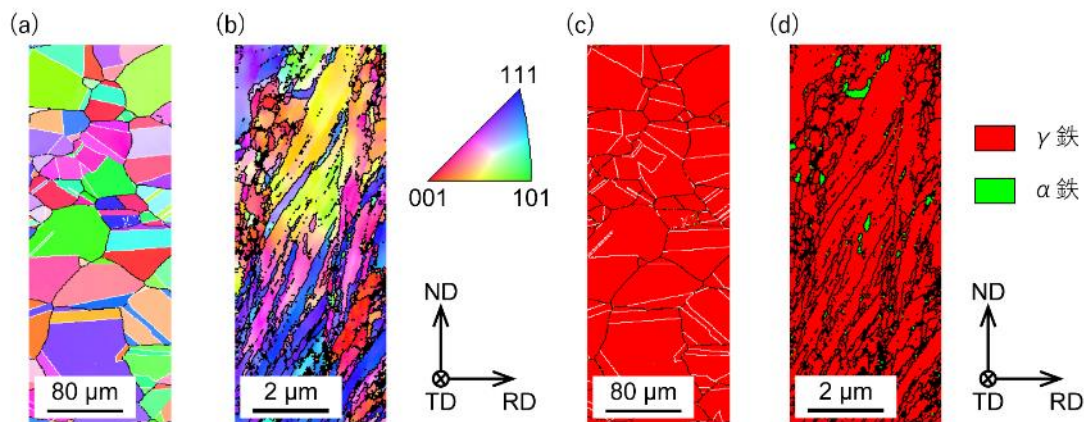


図 4.15 加工前後のステンレス試験片の結晶組織 (a)母材の TD 方向 IPF マップ、(b)加工後の TD 方向 IPF マップ、(c)母材の相マップ、(d)加工後の相マップ

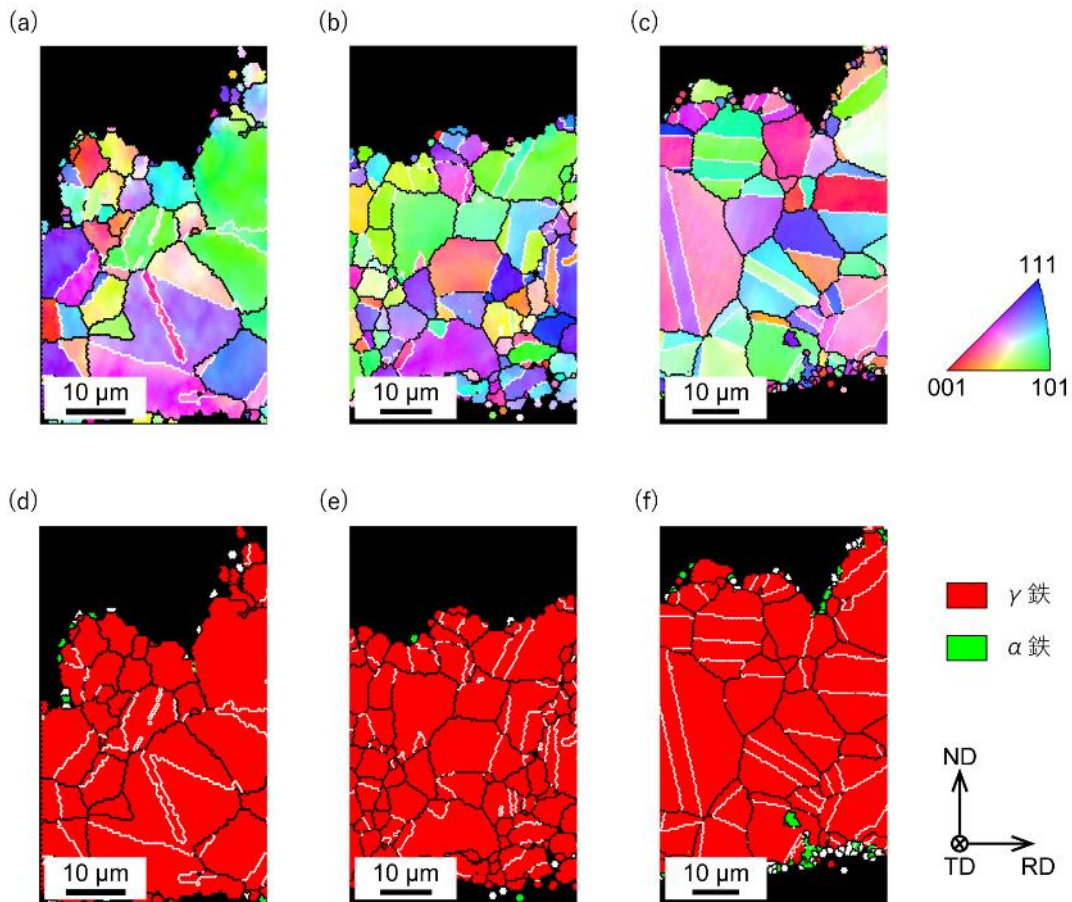


図 4.16 熱処理後のステンレス試験片の結晶組織 (a)熱処理時間 30 秒の TD 方向 IPF マップ, (b)熱処理時間 1 分の TD 方向 IPF マップ, (c)熱処理時間 5 分の TD 方向 IPF マップ, (d)熱処理時間 30 秒の相マップ, (e)熱処理時間 1 分の相マップ, (f)熱処理時間 5 分の相マップ

図 4.16 に 1000 °Cで熱処理した試験片の結晶組織を示す。図 4.16(a), (b), (c)はそれぞれ熱処理時間 30 秒, 1 分, 5 分の試験片の TD 方向 IPF マップである。また, 図 4.16(d), (e), (f)はそれぞれ熱処理時間 30 秒, 1 分, 5 分の試験片の相マップである。相マップから熱処理後の試験片は急冷による準安定オーステナイト相であることが確認された。IPF マップ中の白線は CSL (coincidence site lattice) 粒界の一つである $\Sigma 3$ の対応粒界を示している。 $\Sigma 3$ 粒界は $\langle 111 \rangle$ の結晶方向軸まわりに 60° 回転した方位関係を表し, 代表的な FCC 双晶粒界である。熱処理時間 1 分の試験片 (図 4.16(b)) の平均結晶粒径は $8.3 \mu\text{m}$ と短時間の熱処理で再結晶粒は大きく成長した。熱処理温度が高いため, 再結晶過程は急速に進行したと考えられる。しかし, 粒径 $2\sim 3 \mu\text{m}$ 程度の微細再結晶粒も確認され, 適切な熱処理条件によって微細再結晶粒を生成できることが示された。

図 4.17 に熱処理時間と平均結晶粒径の関係を示す。図中のエラーバーは各条件における結晶粒径の標準偏差を示している。純鉄の場合, 熱処理した試験片の結晶粒径は熱処理時間が短いほど小さくなる傾向があったが, ステンレス鋼を用いた本実験では熱処理時間 1 分で,

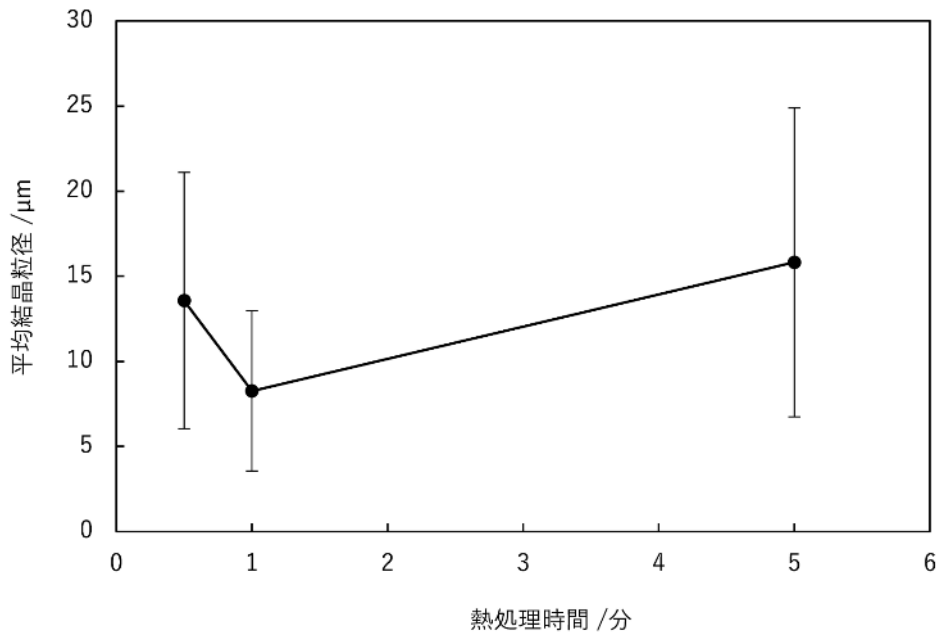


図 4.17 ステンレス試験片の熱処理時間と平均結晶粒径の関係

平均結晶粒径が最小となった。これは核発生・粒成長モデルによって予測される再結晶粒径の時間変化とも異なる傾向である。この原因として熱処理温度が $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ と高温であったことが考えられる。予め予熱した炉内に試験片を挿入することで急速加熱を行ったが、鉄鋼材料の再結晶は $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近から生じるため、 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ に達する前から核発生が進んでいたと考えられる。すなわち、再結晶過程は $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ で保持した時間より長く進行しており、熱処理時間が 30 秒と 1 分の試験片では、再結晶の進行度合いに大きな差はなかったとみられる。熱処理時間 30 秒の試験片は粒径の標準偏差が大きいことを踏まえれば、30 秒と 1 分の試験片の再結晶粒の大きさに明確な差があるとは言えず、1 分の試験片の平均結晶粒径が最も小さくなったのは偶然だといえる。粒径が数 μm 程度の微細再結晶粒を生成するには熱処理温度をできるだけ下げることが有効であるが、オーステナイト系ステンレス鋼では $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ の温度域で加熱されると粒界腐食性が劣化すること[91]、準安定オーステナイト相が材料特性に重要であることなどから $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ の高温で熱処理を行った。ただし、切削加工を行っても加工誘起マルテンサイト変態は見られなかったことや、短時間の熱処理では低温であっても粒界腐食性が劣化しないという研究結果[92]を踏まえれば、純鉄同様に再結晶温度に近い低温で熱処理することで微細再結晶粒からなるステンレス鋼ストリップ材を製造できる可能性がある。ただし、SUS304 の耐食性への影響などさらなる研究が必要である。

図 4.18 に熱処理時間とビッカース硬さの関係を示す。図中の点線は供試材のビッカース硬さ (173 HV) を示し、エラーバーは試験片毎に測定した 5 回の最大値と最小値を示している。熱処理をしていない試験片では加工硬化の影響もあり、供試材の約 2.4 倍の硬さ (418 HV) を示した。30 秒の短時間の熱処理を行った試験片でも約 1.5 倍の硬さを有しており、切削加工と熱処理の組み合わせによって SUS304 材の高強度化が可能であることが示された。

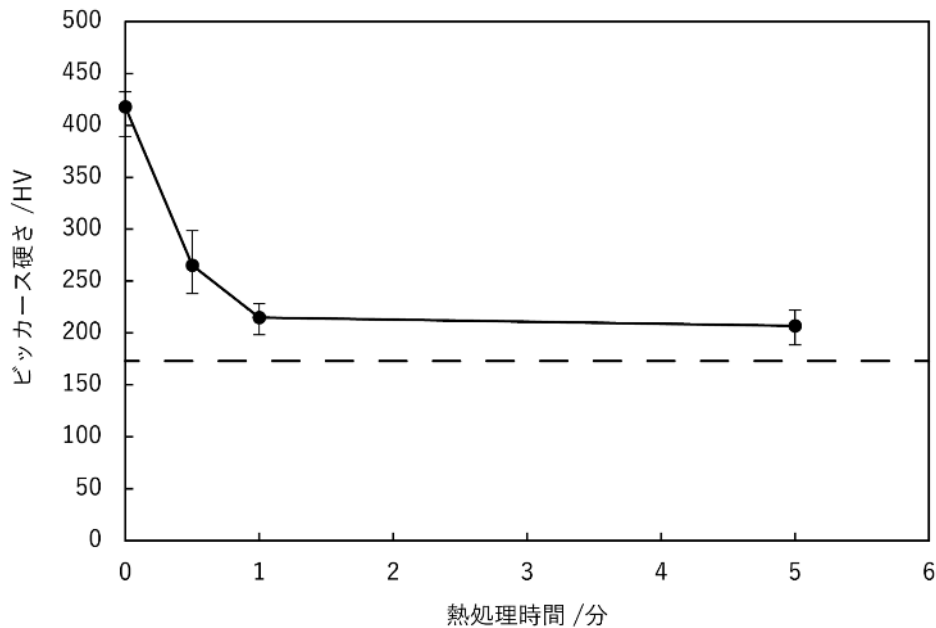


図 4.18 ステンレス試験片の熱処理時間とビッカース硬さの関係（点線は母材の硬さ）

以上の結果から、切削加工による強ひずみ加工が SUS304 にも有効であり、提案手法によってステンレス鋼の微細粒ストリップ材の製造が可能であることが示された。また、結晶粒の微細化による機械的強度の向上も確認された。

4.5 第4章結言

切削加工を利用した簡便な微細粒鉄鋼ストリップ材の製造法を開発し、その実証を行った。以下に本章のまとめを示す。

- 切削加工による強せん断ひずみを利用し、熱処理と組み合わせることで粒径 2~3 μm 程度の微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の作製に成功した。
- 純鉄の微細結晶粒ストリップ材の作製において、500 $^{\circ}\text{C}$ で1分の熱処理によって、焼鈍し材の2倍の強度を有する加工硬化のない組織を得ることができた。
- 熱処理により得られた再結晶組織はホール・ペッチ則に従うことを明らかにし、熱処理条件によって結晶粒径および機械的特性を制御できることを示した。
- SUS304 を用いた実験では、切削加工による加工誘起マルテンサイト変態は見られず、粒径 0.2 μm の超微細粒オーステナイト組織が得られた。
- SUS304 についても純鉄と同様に、提案手法により作製したストリップ材で結晶粒微細化による機械的強度の向上が確認された。
- 結晶粒径が数 μm 程度の超微細粒 SUS304 材を作製するためには、熱処理条件を見直す必要があり、さらなる研究が必要である。

第5章 結言

切削加工による結晶粒の微細化と組織制御の有用性について、実験及びシミュレーションにより検討を行った。また、切削加工による結晶粒微細化についての検討を踏まえ、微細結晶粒ストリップ材の製造方法を開発し、これを実証した。本研究の目的に対する結果を以下に示す。

- 二次元切削加工と板圧延加工の比較により、切削加工が均一な超微細粒組織の形成に有効であることが明らかとなった。実験により、切削加工では薄いせん断面で変形が生じることで結晶方位に依らず均一に塑性変形が生じることが示唆された。また結晶塑性シミュレーションによって、せん断変形が圧縮変形と比べて複数のすべり系が活動しやすいことが示された。切削加工では複数のすべり系の活動によって方位差が生じやすく、均一で微細なサブグレイン組織が形成されやすいことが示された。
- 切削加工による均一で微細な変形組織を熱処理することで、均一かつ微細な再結晶組織が得られた。実験およびシミュレーションにより、静的再結晶過程における核発生は方位差の大きい領域で活発であることが示された。切削加工組織では複数のすべり系の活動によって方位差の大きい領域の割合が比較的高く、多くの再結晶粒が発生したことで個々の再結晶粒の成長が抑制され、均一で微細な再結晶粒が得られたと考えられる。また、シミュレーションにより、切削加工を用いることで均一な微細再結晶粒の形成に必要な塑性ひずみを容易に達成できることが示された。
- 切削加工と熱処理を組み合わせた微細結晶粒鉄鋼ストリップ材の新たな製造法を提案し、純鉄の微細粒ストリップ材の製造に成功した。提案手法により製造した微細結晶粒ストリップ材は焼鈍し材の約2倍の降伏応力を達成した。また、SUS304に対して提案手法によって微細結晶粒ストリップ材が製造可能であることが示された。

また、本研究を通して得られた知見および主な実験結果は以下の通りである。

1. 微細な結晶粒を得る方法として冷間加工を用いる場合に強い塑性ひずみが必要であるが、本研究では切削加工と圧延加工について、各加工法による結晶組織変化の影響を実験と結晶塑性シミュレーションにより検討した。切削加工では、薄いせん断面が結晶粒内を通過することで均一な変形が生じ、微細で均一な結晶組織が得られた。この組織の平均結晶粒径は $0.2\ \mu\text{m}$ であり、SPD法により製造された超微細粒と同程度の超微細組織を1回の加工で達成することができた。切削加工による変形組織では、結晶粒内にすべり変形による転位の蓄積が生じるより、異なるすべり系の活動による結晶粒内方位差の発生に伴うGNBの形成が活発であり、これが大きな方位差を持つ超微細結晶粒組織が発達した要因であると考えられる。一方、圧延加工では、90%を超える強圧下1パス圧延加工によって粒径 $0.4\ \mu\text{m}$ の超微細粒も見られたが、結晶粒ごとに微細化の程度にばらつきがあり、粒径 $20\ \mu\text{m}$ を超える粗大粒の残存も確認された。圧

延止め試験片の観察から、圧延加工では塑性変形域が結晶粒より大きいこと、結晶方位によって変形に差が生じていることが明らかとなった。特定の結晶方位を有する結晶粒は、すべり変形によって圧延方向に延伸し、強加工後も細分化されない様子が確認された。これらの結晶粒内にはすべり変形による転位の蓄積が見られたが、結晶粒を細分化するほどの方位差は生まれなかった。圧延加工では初期結晶方位の影響が大きく、均一な微細化には適していないことが示された。

2. 結晶塑性シミュレーションを用いて、各加工法による塑性変形中の活動すべり系について検討を行った。切削加工で生じる単純せん断変形は、圧延加工における平面ひずみ圧縮変形と比較して、活動すべり系の数が本質的に多いことが明らかとなった。ランダムな初期結晶方位に対して活動すべり系の数を比較し、平面ひずみ圧縮変形では{110}および{112}すべり系とも活動すべり系の数が9個以下の割合が高かったのに対し、単純せん断変形ではいずれのすべり系でも活動すべり系の数が10個以上の割合が高かった。活動すべり系の数が多いことで、結晶粒内に局所的な方位差が生じやすく、こうした方位差を担うGN転位やGNBが形成されやすいと考えられる。実際の圧延加工では、結晶粒界の影響によって活動すべり系の数は低減すると考えられるため、切削加工による微細化の効果はより顕著に表れると推察される。切削加工は、変形域が薄いため結晶方位によらず変形が均一に生じること、単純せん断変形により活動すべり系の数が多くなることなど、均一な超微細結晶粒組織を得る方法として有効であることが、実験およびシミュレーションにより示された。
3. 強加工した組織を熱処理することで得られる静的再結晶組織について、変形組織の影響を検討した。切削加工によって作製された均一で微細な結晶組織を熱処理することで、均一な再結晶組織が得られることが分かった。500℃という低温での熱処理によって粒径1μmの微細再結晶粒からなる均一な静的再結晶組織を得ることができた。一方、圧延加工によって作製された不均一な結晶組織を熱処理した場合、静的再結晶組織も不均一になることが確認された。圧延により微細化された領域では、再結晶核の発生が活発であるのに対し、粗大粒が残存する領域では核発生数が少なかったため、それぞれの場所で再結晶粒の大きさが異なると考えられる。静的再結晶組織の平均結晶粒径は切削試験片の方が明らかに小さく、これは再結晶核の発生数の違いによるものだと考えられる。圧延試験片では粗大粒領域などで核発生が抑えられたため、再結晶粒大きく成長できたとみられる。
4. 核発生・粒成長モデルに基づく数値シミュレーションを行い、加工組織に関連するパラメータと静的再結晶組織の関係を検討した。塑性加工による蓄積エネルギーの計算には、マクロな材料変形を示す塑性ひずみに加え、ミクロな組織変化を示す方位差に基づく局所的なひずみエネルギーを考慮した。作成したモデルでは再結晶組織の結晶粒径分布を再現することができ、静的再結晶過程における核発生・粒成長を検討する妥当なモデルであるといえる。シミュレーションにより、方位差の大きい領域が核発生に重要な役割を果たしていることが明らかとなった。周囲の組織と大きな方位差を

持つ核は安定した再結晶核になりやすく、こうした安定した再結晶核が多数発生することが再結晶粒の粒成長を抑制し、微細化につながっていることが示された。一方、再結晶粒の粒成長速度は、変形組織の大部分を占める方位差の小さい領域に蓄積されたひずみエネルギー依存し、これはマクロな塑性ひずみの大きさによって決まることがわかった。本モデルを用いて、粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の微細結晶粒からなる再結晶組織を得るために必要な加工条件を、切削加工および圧延加工それぞれについて検討したところ、圧延加工では96%の圧下率が必要で実用的に難しい条件であるのに対し、切削加工ではすくい角を小さくすることで必要なせん断ひずみ $\gamma = 4.5$ を達成することが容易であり、切削加工が再結晶粒の微細化においても優れていることが示された。

5. 加工組織の形成およびその後の熱処理による静的再結晶組織への影響に関する検討結果を踏まえ、切削加工と熱処理による微細粒鉄鋼ストリップ材の製造法の開発とその実証を行った。二次元切削加工によって一定幅の強ひずみ加工ストリップ材を作製し、これをスキンパス圧延によって平坦化した。アルゴン雰囲気気炉で熱処理を行うことで静的再結晶させ、加工硬化のない微細粒組織からなるストリップ材を作製した。純鉄を用いた実証実験では、熱処理条件によって結晶粒径を制御できることが示された。500 °Cでの熱処理によって粒径 $2\sim 3\ \mu\text{m}$ の微細再結晶組織を得ることができ、焼鈍し材の2倍の降伏応力を達成した。熱処理を行った試験片では平均結晶粒径と降伏応力との間にホール・ペッチ則が成り立ち、熱処理によって結晶粒径を制御し、機械的特性をつくり分けられることが示された。切削加工を用いた提案手法は、連続的な材料加工が可能であり、複雑な加工条件の制御が不要であるという点で、既存のTMCPやSPD法に比べて優れているといえる。
6. 提案手法の応用可能性を調べるため、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を用いて切削加工と熱処理による微細粒組織の作製と機械的特性の制御を試みた。切削加工ではひずみ速度が非常に大きいことで加工誘起マルテンサイト変態が抑制され、平均結晶粒径 $0.2\ \mu\text{m}$ の超微細オーステナイト粒組織が得られた。1000 °Cでの熱処理では短時間でも再結晶粒が成長し、平均結晶粒径は $8.3\ \mu\text{m}$ にまで大きくなったが、粒径 $2\sim 3\ \mu\text{m}$ の微細再結晶粒も確認され、熱処理条件によって微細再結晶粒組織を形成できる可能性が示された。ただし、オーステナイト系ステンレス鋼は熱処理条件によって腐食性が劣化することが知られているため、こうした化学的特性を含めたさらなる研究が必要である。本研究において1000 °Cで30秒間熱処理した試験片では、加工前の試験片と比較して1.5倍のビッカース硬さを示し、ステンレス鋼においても、提案手法によって高強度な微細粒ストリップ材の製造が可能であることが示された。

参考文献

1. 坂内 明; 小柳 滋 コンピュータシステムの変遷 大きさと性能が反比例する技術を中心に. *電気学会誌* **2000**, *120*, 426-429, doi:10.1541/ieejjournal.120.426.
2. 中島 正継 消化器内視鏡 50年の歩み(項目別)(33) 処置具の歴史と進歩. *日本消化器内視鏡学会雑誌* **2008**, *50*, 3573-3577, doi:10.11280/gee1973b.50.Supplement3_3573.
3. 中島 清一 内科・外科統合型次世代超低侵襲内視鏡治療機器. *Medical Photonics* **2010**, *4*, 44-49.
4. Schneider, F.; Das, J.; Kirsch, B.; Linke, B.; Aurich, J.C. Sustainability in Ultra Precision and Micro Machining: A Review. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology* **2019**, *6*, 601-610, doi:10.1007/s40684-019-00035-2.
5. Dornfeld, D.; Min, S.; Takeuchi, Y. Recent advances in mechanical micromachining. *Cirp Annals-Manufacturing Technology* **2006**, *55*, 745-768, doi:10.1016/j.cirp.2006.10.006.
6. Komatsu, T.; Matsumura, T.; Torizuka, S. Effect of Grain Size in Stainless Steel on Cutting Performance in Micro-Scale Cutting. *International Journal of Automation Technology* **2011**, *5*, 334-341, doi:10.20965/ijat.2011.p0334.
7. Komatsu, T.; Kobayashi, H.; Torizuka, S.; Nagayama, S. Micro Hole Piercing for Ultra Fine Grained Steel. *International Journal of Automation Technology* **2012**, *6*, 802-808, doi:10.20965/ijat.2012.p0802.
8. Komatsu, T. Effects of Grain Size on the Groove Depths in Microlaser Cutting of Austenitic Stainless Steel SUS304. *International Journal of Automation Technology* **2015**, *9*, 636-645, doi:10.20965/ijat.2015.p0636.
9. Masumura, R.A.; Hazzledine, P.M.; Pande, C.S. Yield stress of fine grained materials. *Acta Materialia* **1998**, *46*, 4527-4534, doi:10.1016/s1359-6454(98)00150-5.
10. Hall, E.O. THE DEFORMATION AND AGEING OF MILD STEEL .2. CHARACTERISTICS OF THE LUDERS DEFORMATION. *Proceedings of the Physical Society of London Section B* **1951**, *64*, 742-&, doi:10.1088/0370-1301/64/9/302.
11. Petch, N.J. THE CLEAVAGE STRENGTH OF POLYCRYSTALS. *Journal of the Iron and Steel Institute* **1953**, *174*, 25-28.
12. Sanders, P.G.; Eastman, J.A.; Weertman, J.R. Elastic and tensile behavior of nanocrystalline copper and palladium. *Acta Materialia* **1997**, *45*, 4019-4025, doi:https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00092-X.
13. Hasegawa, M.; Osawa, M. Corrosion Behavior of Ultrafine Grained Austenitic Stainless Steel. *CORROSION* **1984**, *40*, 371-374, doi:10.5006/1.3593940.
14. Misra, R.D.K.; Nune, C.; Pesacreta, T.C.; Somani, M.C.; Karjalainen, L.P. Understanding the impact of grain structure in austenitic stainless steel from a nanograined regime to a coarse-grained regime on osteoblast functions using a novel metal deformation-annealing sequence. *Acta Biomaterialia* **2013**, *9*, 6245-6258, doi:https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.12.003.
15. 牧 正志 *鉄鋼の組織制御 その原理と方法*, 第1版; 株式会社内田老鶴圃: 東京, 2015.
16. Ouchi, C. Development of Steel Plates by Intensive Use of TMCP and Direct Quenching Processes. *ISIJ International* **2001**, *41*, 542-553, doi:10.2355/isijinternational.41.542.
17. Hof, W.M.; Gräf, M.K.; Hillenbrand, H.G.; Hoh, B.; Peters, P.A. New high strength large diameter pipe steels. *Journal of Materials Engineering* **1987**, *9*, 191-198, doi:10.1007/BF02833710.
18. 牧 正志; 古原 忠; 辻 伸泰; 森戸 茂一; 宮本 吾郎; 柴田 暁伸 鋼の加工熱処理の変遷と今後の動向. *鉄と鋼* **2014**, *100*, 1062-1075, doi:10.2355/tetsutohagane.100.1062.
19. 澤田 正美; 喜多 勇人; 渋谷 将行; 藤澤 一芳 精密加工用オーステナイト系ステンレス鋼板の開発. *新日鉄住金技報* **2013**, *396*, 85-91.
20. Torizuka, S.; Muramatsu, E.; Komatsu, T.; Nagayama, S. Production processes for

- nanostructured wires, bars and strips. In *Nanostructured Metals and Alloys: Processing, Microstructure, Mechanical Properties and Applications*, Whang, S.H., Ed. Woodhead Publ Ltd: Cambridge, 2011; pp. 715-746.
21. Azushima, A.; Kopp, R.; Korhonen, A.; Yang, D.Y.; Micari, F.; Lahoti, G.D.; Groche, P.; Yanagimoto, J.; Tsuji, N.; Rosochowski, A., et al. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *Cirp Annals-Manufacturing Technology* **2008**, *57*, 716-735, doi:10.1016/j.cirp.2008.09.005.
 22. Hansen, N. New discoveries in deformed metals. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science* **2001**, *32*, 2917-2935, doi:10.1007/s11661-001-0167-x.
 23. Segal, V.M. Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* **1995**, *197*, 157-164, doi:10.1016/0921-5093(95)09705-8.
 24. Segal, V.M.; Reznikov, V.I.; Drobyshevskiy, A.E.; Kopylov, V.I. PLASTIC WORKING OF METALS BY SIMPLE SHEAR. *Russian Metallurgy* **1981**, 99-105.
 25. 堀田 善治; 古川 稔; Langdon, T.G.; 根本 實 新しい組織制御法としての Equal-Channel Angular Pressing (ECAP). *まてりあ* **1998**, *37*, 767-774, doi:10.2320/materia.37.767.
 26. Bridgman, P.W. Effects of High Shearing Stress Combined with High Hydrostatic Pressure. *Physical Review* **1935**, *48*, 825-847, doi:10.1103/PhysRev.48.825.
 27. Erbel, S. Mechanical properties and structure of extremely strainhardened copper. *Metals Technology* **1979**, *6*, 482-486, doi:10.1179/030716979803276363.
 28. Sakai, G.; Horita, Z.; Langdon, T.G. Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A* **2005**, *393*, 344-351, doi:https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.11.007.
 29. Saito, Y.; Tsuji, N.; Utsunomiya, H.; Sakai, T.; Hong, R.G. Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia* **1998**, *39*, 1221-1227, doi:https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00302-9.
 30. Ni, H.; Alpas, A.T. Sub-micrometer structures generated during dry machining of copper. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* **2003**, *361*, 338-349, doi:10.1016/s0921-5093(03)00530-6.
 31. Swaminathan, S.; Shankar, M.R.; Lee, S.; Hwang, J.; King, A.H.; Kezar, R.F.; Rao, B.C.; Brown, T.L.; Chandrasekar, S.; Compton, W.D., et al. Large strain deformation and ultra-fine grained materials by machining. *Materials Science and Engineering: A* **2005**, *410-411*, 358-363, doi:https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.139.
 32. Tanaka, M.; Kato, R.; Fujita, T.; Yoda, R. Microstructures of Cutting Chips of SUS430 and SUS304 Steels, and NCF 750 and 6061-T6 Alloys. *Isij International* **2011**, *51*, 1142-1150.
 33. Tanaka, M.; Fujita, T. Microstructures of Machined Chips in Pure Titanium, Pure Iron and 0.83%C Steel. *Isij International* **2013**, *53*, 1231-1236, doi:10.2355/isijinternational.53.1231.
 34. 田岡 忠美; 小笠 和男; 古林 英一; 竹内 伸 傾角顕微鏡の金属結晶への二, 三の応用例. *日本金属学会誌* **1966**, *30*, 820-826.
 35. 柴柳 敏哉; 堀 茂徳 ECP 法による結晶方位の解析. *軽金属* **1992**, *42*, 306-315, doi:10.2464/jilm.42.306.
 36. 株式会社 TSL ソリューションズ. *EBSD 読本*, 第 3 版.; 株式会社 TSL ソリューションズ: 2009.
 37. Kikuchi, S. Diffraction of Cathode Rays by Mica. *Proceedings of the Imperial Academy* **1928**, *4*, 271-274, doi:10.2183/pjab1912.4.271.
 38. Nishikawa, S.; Kikuchi, S. The Diffraction of Cathode Rays by Calcite. *Proceedings of the Imperial Academy* **1928**, *4*, 475-477, doi:10.2183/pjab1912.4.475.
 39. Venables, J.A.; Harland, C.J. ELECTRON BACKSCATTERING PATTERNS - NEW TECHNIQUE FOR OBTAINING CRYSTALLOGRAPHIC INFORMATION IN SCANNING ELECTRON-MICROSCOPE. *Philosophical Magazine* **1973**, *27*, 1193-1200,

- doi:10.1080/14786437308225827.
40. 釜谷 昌幸 EBSD による塑性ひずみ分布の測定. *材料* **2009**, 58, 568-574, doi:10.2472/jsms.58.568.
 41. 佐々木 孔英; 釜谷 昌幸; 三浦 照光; 福谷 耕司 微視的な塑性ひずみ分布と結晶方位差の関係. *日本金属学会誌* **2010**, 74, 467-474, doi:10.2320/jinstmet.74.467.
 42. 鈴木 清一 EBSD 法の基礎原理と材料組織解析への応用. *エレクトロニクス実装学会誌* **2010**, 13, 469-474, doi:10.5104/jiep.13.469.
 43. Taylor, G.I. Plastic strain in metals. *Journal of the Institute of Metals* **1938**, 62, 307-324.
 44. Bishop, J.F.W.; Hill, R. A THEORETICAL DERIVATION OF THE PLASTIC PROPERTIES OF A POLYCRYSTALLINE FACE-CENTRED METAL. *Philosophical Magazine* **1951**, 42, 1298-1307.
 45. Bishop, J.F.W.; Hill, R. A THEORY OF THE PLASTIC DISTORTION OF A POLYCRYSTALLINE AGGREGATE UNDER COMBINED STRESSES. *Philosophical Magazine* **1951**, 42, 414-427.
 46. Taylor, G.I. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part II.—Comparison with observations. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* **1934**, 145, 388-404, doi:10.1098/rspa.1934.0107.
 47. Orowan, E. For crystal plasticity. III. *Zeitschrift Fur Physik* **1934**, 89, 634-659, doi:10.1007/bf01341480.
 48. Polanyi, W. About a grid disturbance, which could make a crystal plastic. *Zeitschrift Fur Physik* **1934**, 89, 660-664.
 49. 竹内 伸 *結晶塑性論*, 内田老鶴圃: 東京, Japan, 2013.
 50. Asaro, R.J.; Needleman, A. OVERVIEW .42. TEXTURE DEVELOPMENT AND STRAIN-HARDENING IN RATE DEPENDENT POLYCRYSTALS. *Acta Metallurgica* **1985**, 33, 923-953, doi:10.1016/0001-6160(85)90188-9.
 51. Peirce, D.; Asaro, R.J.; Needleman, A. AN ANALYSIS OF NONUNIFORM AND LOCALIZED DEFORMATION IN DUCTILE SINGLE-CRYSTALS. *Acta Metallurgica* **1982**, 30, 1087-1119, doi:10.1016/0001-6160(82)90005-0.
 52. Peirce, D.; Asaro, R.J.; Needleman, A. MATERIAL RATE DEPENDENCE AND LOCALIZED DEFORMATION IN CRYSTALLINE SOLIDS. *Acta Metallurgica* **1983**, 31, 1951-1976, doi:10.1016/0001-6160(83)90014-7.
 53. Harren, S.V.; Deve, H.E.; Asaro, R.J. SHEAR BAND FORMATION IN PLANE-STRAIN COMPRESSION. *Acta Metallurgica* **1988**, 36, 2435-2480, doi:10.1016/0001-6160(88)90193-9.
 54. Harren, S.V.; Asaro, R.J. NONUNIFORM DEFORMATIONS IN POLYCRYSTALS AND ASPECTS OF THE VALIDITY OF THE TAYLOR MODEL. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **1989**, 37, 191+, doi:10.1016/0022-5096(89)90010-0.
 55. Becker, R.; Butler, J.F.; Hu, H.; Lalli, L.A. ANALYSIS OF AN ALUMINUM SINGLE-CRYSTAL WITH UNSTABLE INITIAL ORIENTATION (001) 110 IN CHANNEL DIE COMPRESSION. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science* **1991**, 22, 45-58, doi:10.1007/bf03350948.
 56. 石田 智広; 渋谷 慎兵; 加藤 準治; 寺田 賢二郎; 京谷 孝史; 安藤 大輔; 小池 淳一 結晶塑性有限要素法を用いた圧延集合組織を有するマグネシウム合金の変形・強度発現機構の解明. *日本機械学会論文集A編* **2013**, 79, 1840-1851, doi:10.1299/kikaia.79.1840.
 57. 浦谷 政翔; 齋藤 実奈子; 西井 崇 航空エンジン向け金属材料を対象とした組織予測技術の開発. *IHI 技報* **2018**, 58, 47-53.
 58. Nagashima, F.; Nakagawa, Y.; Yoshino, M. Influence of Severe Plastic Deformation on Static Recrystallization Microstructure of Pure Iron. *Metals* **2020**, 10, 1320, doi:https://doi.org/10.3390/met10101320.

59. Baumeister, T. *Standard handbook for mechanical engineers*, 7th edition ed.; McGraw-Hill: New York, 1967.
60. 梅崎 正太; 村田 純教; 野村 恭兵; 久布白 圭司 塑性変形オーステナイト鋼中の転位密度の定量化. *日本金属学会誌* **2014**, *78*, 218-224.
61. Valiev, R.Z.; Islamgaliev, R.K.; Alexandrov, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science* **2000**, *45*, 103-189, doi:10.1016/s0079-6425(99)00007-9.
62. Tomita, M.; Inaguma, T.; Sakamoto, H.; Ushioda, K. Development of Recrystallization Texture in Severely Cold-rolled Pure Iron. *Isij International* **2016**, *56*, 693-699, doi:10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-567.
63. Hook, R.E.; Hirth, J.P. The deformation behavior of isoaxial bicrystals of Fe-3%Si. *Acta Metallurgica* **1967**, *15*, 535-551, doi:https://doi.org/10.1016/0001-6160(67)90087-9.
64. 阿部 光延; 小甲 康二; 林 征夫; 速水 哲博 純鉄の冷延・再結晶集合組織に及ぼす初期粒界の影響. *日本金属学会誌* **1980**, *44*, 84-94, doi:10.2320/jinstmet1952.44.1_84.
65. Sugino, Y.; Ukai, S.; Leng, B.; Tang, Q.; Hayashi, S.; Kaito, T.; Ohtsuka, S. Grain Boundary Deformation at High Temperature Tensile Tests in ODS Ferritic Steel. *ISIJ International* **2011**, *51*, 982-986, doi:10.2355/isijinternational.51.982.
66. Kaibyshev, R.; Goloborodko, A.; Musin, F.; Nikulin, I.; Sakai, T. The Role of Grain Boundary Sliding in Microstructural Evolution during Superplastic Deformation of a 7055 Aluminum Alloy. *MATERIALS TRANSACTIONS* **2002**, *43*, 2408-2414, doi:10.2320/matertrans.43.2408.
67. 白井 英治 *切削・研削加工学*; 共立出版: 東京, Japan, 1974; Vol. 上.
68. Sims, R.B. The Calculation of Roll Force and Torque in Hot Rolling Mills. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* **1954**, *168*, 191-200, doi:10.1243/pime_proc_1954_168_023_02.
69. Kawasaki, M.; Horita, Z.; Langdon, T.G. Microstructural evolution in high purity aluminum processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A* **2009**, *524*, 143-150, doi:https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.06.032.
70. Asaro, R.J. Crystal Plasticity. *Journal of Applied Mechanics* **1983**, *50*, 921-934, doi:10.1115/1.3167205.
71. Kocks, U.F.; Mecking, H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Materials Science* **2003**, *48*, 171-273, doi:https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8.
72. Groh, S.; Marin, E.B.; Horstemeyer, M.F.; Zbib, H.M. Multiscale modeling of the plasticity in an aluminum single crystal. *International Journal of Plasticity* **2009**, *25*, 1456-1473, doi:https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2008.11.003.
73. Luo, Z.C.; Yoshino, M.; Terano, M.; Yamanaka, A. Prediction of Static Recrystallization Nucleation Sites in Tensile Deformed Single Crystal Pure Iron through a Combination of In-Situ EBSD and CP-FEM. *Metals* **2018**, *8*, 15, doi:10.3390/met8100858.
74. Lord, A.E.J.; Beshers, D.N. Elastic Stiffness Coefficients of Iron from 77° to 673°K. *Journal of Applied Physics* **1965**, *36*, 1620-1623, doi:10.1063/1.1703098.
75. Zhang, B.; Dodaran, M.; Ahmed, S.; Shao, S.; Meng, W.J.; Juul, K.J.; Nielsen, K.L. Grain-size affected mechanical response and deformation behavior in microscale reverse extrusion. *Materialia* **2019**, *6*, 100272, doi:https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100272.
76. Byrne, J.G. *回復および再結晶*, 訳 小原, 嗣郎; 丸善: 東京, Japan, 1968.
77. 日本金属学会. *転位論*, 新版; 丸善: 東京, Japan, 1971.
78. Mott, N.F. SLIP AT GRAIN BOUNDARIES AND GRAIN GROWTH IN METALS. *Proceedings of the Physical Society of London* **1948**, *60*, 391-394, doi:10.1088/0959-5309/60/4/309.
79. Turnbull, D. Theory of Grain Boundary Migration Rates. *Journal of Metals* **1951**, *3*, 661-665, doi:10.1007/BF03397362.
80. Read, W.T.; Shockley, W. Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries. *Physical Review*

- 1950, 78, 275-289, doi:10.1103/PhysRev.78.275.
81. Johnson, W.A.; Mehl, R.F. Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers* **1939**, *135*, 416-442.
 82. Avrami, M. Granulation, Phase Change, and Microstructure - Kinetics of Phase Change. III. *Journal of Chemical Physics* **1941**, *9*, 177-184, doi:10.1063/1.1750872.
 83. Avrami, M. Kinetics of phase change I - General theory. *Journal of Chemical Physics* **1939**, *7*, 1103-1112, doi:10.1063/1.1750380.
 84. Avrami, M. Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei. *The Journal of Chemical Physics* **1940**, *8*, 212-224, doi:10.1063/1.1750631.
 85. Seki, I.; Nagata, K. Lattice Constant of Iron and Austenite Including Its Supersaturation Phase of Carbon. *ISIJ International* **2005**, *45*, 1789-1794, doi:10.2355/isijinternational.45.1789.
 86. Lübbehusen, M.; Mehrer, H. Self-diffusion in α -iron: The influence of dislocations and the effect of the magnetic phase transition. *Acta Metallurgica et Materialia* **1990**, *38*, 283-292, doi:https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90058-O.
 87. Buffington, F.S.; Hirano, K.; Cohen, M. SELF DIFFUSION IN IRON. *Acta Metallurgica* **1961**, *9*, 434-439, doi:10.1016/0001-6160(61)90137-7.
 88. Nagashima, F.; Nakagawa, Y.; Yoshino, M. Study on effects of strong shear strain on recrystallized grain size of pure iron and microstructure control method. *Procedia Manufacturing* **2020**, *50*, 248-252, doi:https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.08.046.
 89. Nagashima, F.; Nakagawa, Y.; Yoshino, M. Application of Metal Cutting Process to Improvement of High Performance Stainless Steel. In Proceedings of 18th International Conference on Precision Engineering (ICPE 2020), Virtual, Kobe, Japan.
 90. 高木 勝規; 上路 林太郎; 水口 隆; 土田 紀之 準安定オーステナイト系ステンレス鋼 SUS301L の TRIP 効果におよぼすひずみ速度の影響. *鉄と鋼* **2011**, *97*, 450-456, doi:10.2355/tetsutohagane.97.450.
 91. 森田 茂 各種熱処理を施したオーステナイト質ステンレス鋼の応力腐食割れ. *日本金属学会誌* **1961**, *25*, 675-679, doi:10.2320/jinstmet1952.25.10_675.
 92. 梅村 文夫; 川本 輝明 電気化学的再活性化法によるステンレス鋼の鋭敏化度の測定. *防食技術* **1979**, *28*, 24-31, doi:10.3323/jcorr1974.28.1_24.

謝辞

本研究は、著者が東京工業大学工学院機械系機械コース博士課程在籍中に吉野雅彦教授のご指導の下、多くの方々のご協力により実施することができました。ここに記して謝意を表します。吉野教授には学部4年で研究室に所属して以来、研究への取り組み方や心構えなど研究者としての基本からご指導いただきました。深く感謝申し上げます。同研究室の山本貴富喜准教授には、異なる分野の視点から助言していただき、広い視野を持つことの重要性を学ばせていただきました。中川佑貴助教には研究の進め方や実験方法について相談に乗っていただき、研究を進めるうえで大きな支えとなりました。改めて感謝申し上げます。

同研究室の元助教である寺野元規先生（現：岡山理科大学工学部 講師）には、実験の基礎基本をご指導いただきました。兵庫県立大学工学研究科 鳥塚史郎教授ならびに伊東篤志助教には SEM-EBSD 測定にご協力いただきました。ここに感謝の意を表します。また、SEM-EBSD 測定機器を利用させていただきました株式会社 TSL ソリューションズの皆様、実験装置の製作にご協力いただきました東京工業大学オープンファシリティーセンター設計製作部門大岡山工場の皆様、株式会社小野電機製作所の皆様、有限会社小野精工製作所の皆様、材料分析をしていただいた東京工業大学オープンファシリティーセンター分析部門太田稜様にもお礼申し上げます。

博士課程進学を後押ししてくださり、経済的にも精神的にも支えてくださった両親、姉弟に深く感謝申し上げます。家族の協力が無ければ、研究を続けることはできませんでした。特に離れて暮らす両親には、帰省した際だけでなく普段から様子を気にかけていただき、大きな支えとなりました。改めて謝意を表します。

最後になりましたが、ともに研究室で過ごした先輩、同期、後輩の皆様と楽しい研究生活を送れたことは、何にも代え難い経験となりました。皆様の今後の活躍を祈願してお礼の言葉とさせていただきます。

2021年3月 永島 史悠