

超微細粒鋼の研究開発と実用化に向けて

Reserch and development of ultrafine grained steels and its practical application

鳥塚 史郎*

Shiro TORIZUKA

Synopsis: A submicron ferrite structure can be formed by single pass warm deformation of ferrite phase when the strain exceeds approximately 3. Based on this fact, multi-pass caliber rolling in warm temperature range has been developed to obtain 18mm × 18mm × 20m bar steels with 0.7 μ m ultrafine ferrite grain structure (UFG). We have found that UFG steels have superior mechanical properties, especially, the reduction in area - tensile strength balance, which is far better than the conventional ferrite+pearlite steels and even superior to martensitic and bainitic steels. Further, commercially applicable production process which consists of continuous warm rolling technology has been developed to produce steel wires with ultrafine or nanostructured structures. Several application examples produced by these nanostructured steels such as small screws and shafts are explained. The advantage of nanostructured steels are not only in strength but also in formability. The applications take advantages of these unique features of nanostructured steels properly and they are at the stage of mass production.

Key words: ultrafine grain; warm rolling; high strength; reduction in area; formability; screw; steel wire; continuous rollung; CO₂ reduction

1. 緒言

超微細粒鋼は合金元素添加なしで、高強度と高靱性を同時に発現できる資源循環型材料として極めて有望である¹⁾。近年、鉄鋼材料の結晶粒径をサブミクロンレベルにまで超微細化する研究が盛んに行われ、1 μ m以下の超微細フェライト粒を得るための様々な新しい加工熱処理法が提案されている。これらは、図1に示すように、オーステナイト相からのフェライト変態を利用する方法「相変態」ルート²⁻⁶⁾と、フェライト相の強加工によって変態を経ずに超微細フェライト粒を得る「再結晶」ルートに大別される⁷⁻¹²⁾。相変態ルートはオーステナイトの加工硬化状態や動的再結晶状態から変態を経由して微細フェライト粒を得る方法であり、Ar₃点以上で加工がおこなわれるため、一般的に750 $^{\circ}$ C以上が圧延温度である場合が多い。そのため、相変態ルートは2 μ mまでの微細化に有効な方法とされる。一部の民間企業において平均粒径2-3 μ mの熱延鋼板の実機製造が行われるようになった¹³⁾。

一方、フェライトの強加工を利用する再結晶ルートはより低い温度域である700 $^{\circ}$ C以下のいわゆる温間温度域で加工が行われる。フェライトの変形と動的再結晶によって微細フェライトを生成させしめるもので、1 μ m以下の微細化

に有効な方法として注目されている。実験室的サイズではあるが、ECAP、ARB、HPTなどのSevere Plastic Deformationによって達成されているが¹⁴⁻¹⁶⁾、実用化に不可欠な大型化は未達成である。一方、われわれは、1パス圧縮加工と圧延といった加工熱処理技術にもとづく結晶粒超微細化方法を追求してきた^{17,18)}。これは、実用化を考えるうえで、部品製造可能な材料を創製するという観点からこだわったことである。

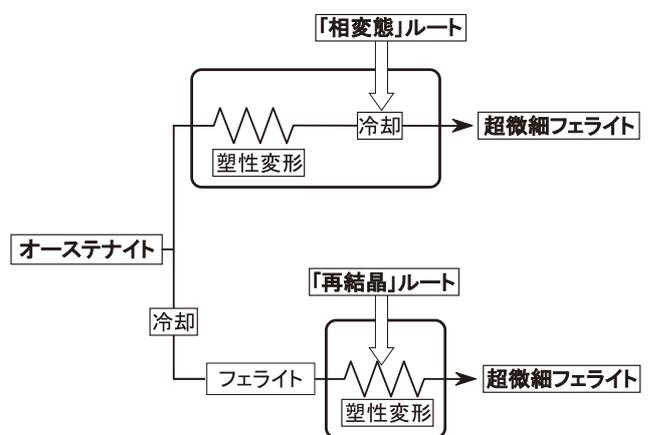


図1 超微細粒組織生成のための2つの方法¹⁸⁾

原稿受付日：平成28年8月25日

* 兵庫県立大学 大学院工学研究科 教授

超微細粒鋼の実用化展開を図るうえでそのターゲットをどこに絞るかが重要である。われわれは、高強度精密部品、中でも、小ねじに注目した¹⁹⁻²¹⁾。小ねじは、精密機器を組み立てるためになくはならない鋼製品であり、高強度が要求される。小ねじ及び強度区分8.8以上のボルトは、球状化焼鈍処理や、浸炭焼入、焼入焼戻し処理などの多くの熱処理工程を経てねじ・ボルトに加工されている。その工程を図2に示す。まず、鉄鋼メーカーで製造された線材(SWCH16A等)は、二次圧延メーカーで球状化焼鈍により軟化処理され、伸線が行われる。伸線にもなつて線材は加工硬化するので、再び焼鈍して軟化処理される。こうしてできた鋼線は、ねじメーカーに送られ、冷間圧造によりねじ頭部が成形され、転造により軸部にねじ山が成形される。この後、熱処理メーカーで焼入・焼戻しが行われ、ねじは高強度化される。最後に、めっきメーカーでめっき処理されるが、この時にねじ中に入る水素を取り除くために、ベーキングが行われる。このような工程をとるのは、ねじに成形される前の素材としては、線材はやわらかいほうがよいが、ねじ成形後は、ねじが強靱である必要があるため、このように多くの熱処理が行われる。しかし、省エネルギー、低CO₂排出の観点からは望ましいことではない。そのため、焼入・焼戻し工程を省くことが可能な非調質鋼の開発が行われてきた。しかしながら、焼入で得られる強度は、引張強さで1GPaを超える高強度である。非調質鋼で、そもそも、ここまで強度を上げることは容易ではない。そのうえ、延性の低下が避けられない。そのため、ねじのような十字リセス(ドライバビット嵌合のための溝)を有する複雑な塑性加工に対応できる非調質鋼は、これまで存在してこなかった。しかし、高強度と高成形性を兼ね備えた非調質鋼の実現とそのねじへの応用は、CO₂削減が急務となっている現在、待ち望まれてきたものである。我々は、超微細粒鋼を、その解決手段と考へて研究を行ってきた。

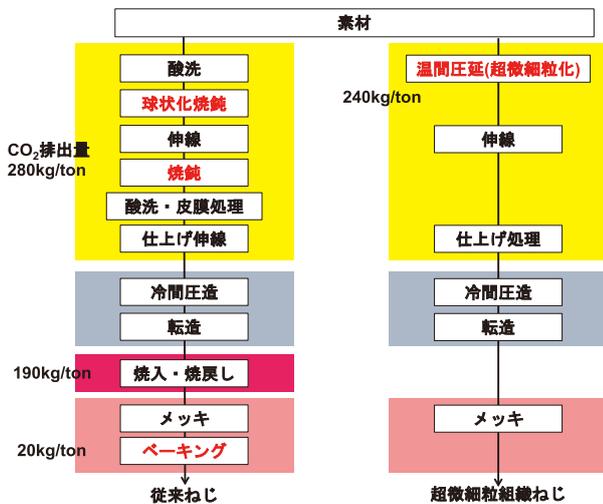


図2 ねじの製造プロセスと超微細粒技術を利用した熱処理省略^{20,21)}

超微細粒金属に関しては、上述のように、過去多くの研究が行われてきた²⁻¹³⁾。しかし、超微細粒金属が実用化された例はなかった。その原因は、第一に結晶粒微細化によって強度は著しく上がるものの延性が低下すること、第二に、サブミクロンレベル超微細粒組織をもった材料を量産する技術がなかったことがあげられる。金属全般にいえることであるが、強度が上がると伸びが低下するという宿命があり、これをトレードオフの関係というが、結晶粒微細化法でも例外ではなかった。したがって、せつかく強度をあげても延性が低下してしまうということから逃れることはできなかった。

この2つの課題の解決が、われわれの長年の課題であり、その解決によって超微細粒組織を持つ高強度精密ねじとしての実用化が達成できた。本稿では、加工熱処理技術にもとづく結晶粒超微細化方法とその小ねじとしての実用化について解説する^{20,21)}。

2. 加工熱処理による結晶粒微細化のメタラジー

(1) 温間1パス圧縮加工による結晶粒微細化の基礎検討

相変態あるいは再結晶を利用したいずれの方法においても、超微細粒組織形成のためにはひずみで1ないし2を超える大ひずみ加工が必要とされる¹⁷⁾。1997年に開始された超鉄鋼研究において、図3に示す大ひずみ導入可能な通電加熱を用いた平面ひずみ圧縮型の加工熱処理シミュレータを用いて基礎検討を行った。親指程度の大きさ(厚さ12×幅15×長さ18mm)の小サンプルを用いて、2個のアンビル間でサンプルを圧縮して、加工温度とひずみ速度を制御しながら1パスで最大4(減面率で98%に相当)に達するひずみをサンプル内に導入する手法を開発した^{4,22)}。この手法によって、フェライトーパーライト鋼(化学組成0.14C-0.41Si-1.43Mn-0.014P-0.004S mass%)を対象に、加工を行った際の動的な復旧挙動および組織変化を調べてきた^{23, 24)}。

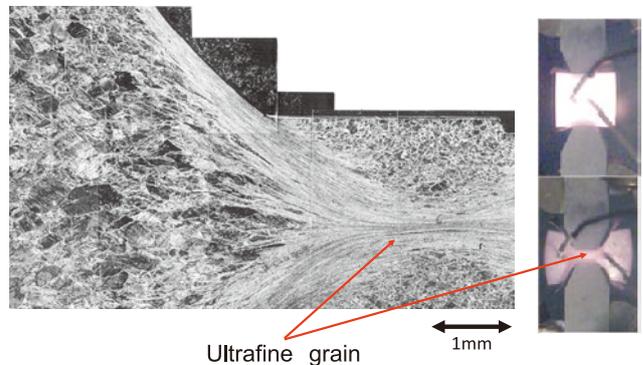


図3 平面ひずみ圧縮型の加工熱処理シミュレータによる1パス圧縮加工で大ひずみが導入された様子^{4,17)}

本実験手法の意義は、大ひずみが導入できるにもかかわらず、加工温度一定のもとで大ひずみが導入できること（通電加熱の利用）、所定のひずみを与えた直後に水冷し、組織の動的変化をとらえることができることにあり、多パス加工実験で懸念されるパス間の組織変化、再加熱などの温度履歴による組織変化を排除して、加工温度ひずみ速度の影響を精度よく検討できることにある。したがって、精度の高い大ひずみ加工試験が可能であった。

図4²³⁾に、加工温度650℃、ひずみ速度10/sで圧縮加工を行った場合の組織変化のSEM像を示す。また、図5²³⁾にはひずみの増加にともなう粒界性格の変化を表すEBSDのGrain boundary mapを示す。赤線が方位差角15°以上の大角粒界、青線は5°以上15°未満の粒界、薄い青線は1.5°以上5°未満の粒界を表す。図4から明らかなように、加工されたフェライト粒は、ひずみの増加にともなって形がつぶれて扁平になってゆく。例えば、図4 (a) ひずみ0.5（減面率で39%）の場合には、扁平になることに加えて、圧縮方向のおおよそ45°方向に直線的な筋が入っていることが観察される。図4 (b) ひずみ1.2（減面率で70%）では、これらの筋（薄くエッチングされる）はさらに増加する。図5 (b) のGrain boundary mapから、ひずみ0.5から1.2の場合に観察された直線的な筋は方位差角5°未満の小角粒界で、そのうちの多くが1.5°未満程度の小角粒界であることがわかる。また、特徴的なことは、図4 (b) の矢印で示すように、初期フェライト粒界に沿って、少数ながら濃く

エッチングされる粒界に囲まれた等軸領域が観察されることである。また、図5 (b) よりこれらの粒界は大角粒界であることがわかる。したがって、本等軸領域は新しいフェライト粒が生成した領域と考えることができる。また、その大きさは1μm以下である。さらに、図4 (c) に示すように、ひずみの増加にともない、もとの粒はますます扁平になってゆくが、等軸粒が占める割合も増加してゆく。図4 (d) のひずみ $\epsilon=2.7$ （減面率で94%）になると、ほぼ全面が微細等軸粒のみからなり、初期フェライト粒界がどこにあったのか判別できなくなる。また、図5 (d) (f) (h) のboundary mapからも、ひずみの増加にともなって初期フェライト粒は扁平し小角粒界によって分断される一方で、大角粒界に囲まれた等軸粒が増加することがわかる。この等軸粒はおもに大角粒界で囲まれているが、一部に5°以上の小角粒界を含む場合もある。

以上、単純な圧縮加工でも、大ひずみを与えることによって、加工中に、すなわち、動的に超微細フェライト粒組織

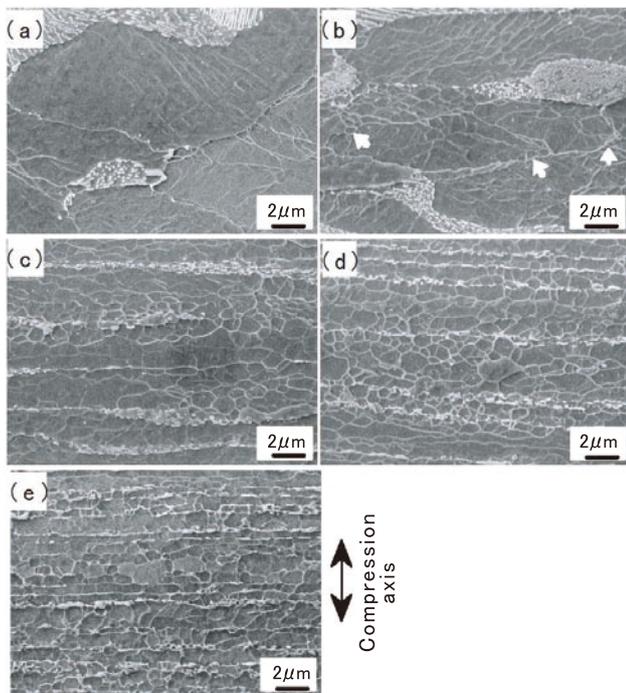


図4 1パス圧縮加工で得られたひずみの増加にともなう組織変化のSEM像。加工温度923K、ひずみ速度10/s、ひずみ(a) $\epsilon=0.5$ 、(b) $\epsilon=1.2$ 、(c) $\epsilon=1.7$ 、(d) $\epsilon=2.7$ and (e) $\epsilon=3.8$ ²³⁾

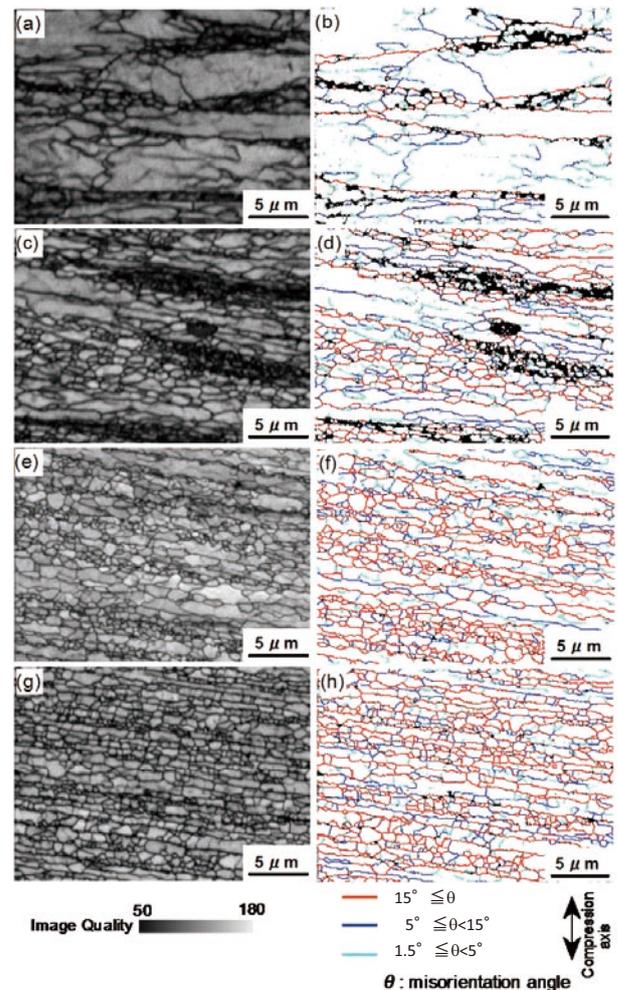


図5 1パス圧縮加工で得られたひずみの増加にともなう組織変化のEBSD-Image quality map((a), (c), (e), (g))とEBSD-Grain boundary map((b), (d), (f), (h))加工温度923K、ひずみ速度10/s、ひずみ(a)(b) $\epsilon=1.2$ 、(c)(d) $\epsilon=1.7$ 、(e)(f) $\epsilon=2.7$ 、(g)(h) $\epsilon=3.8$ ²³⁾

が得られることを示した。新しいフェライト粒が生成し始めるひずみは1.2とかなり大きく、また、新粒の大きさはひずみによらず一定であった。従来の加工シミュレータでは、1パスで導入できるひずみは1.5程度が最大であったが、本方法により、ひずみ4まで導入可能となったので、このような現象を明らかにできた。

温度範囲400-850℃の広範な大ひずみ加工熱処理実験を行い、図6に示す結晶粒微細化マップを作成した²³⁻³²⁾。その結果、フェライト粒の大きさは加工で与えられるひずみには影響されず、加工温度およびひずみ速度に影響されることがわかった。5°以上の方位差角を持つ粒界で囲まれ内部にサブグレインを含まない新しく生成したフェライト粒の平均粒径に対するZ因子依存性を図6 (a) ²³⁻³²⁾に示す。本研究のデータはほぼ1本の直線上に乗り、粒径dとZ因子の間には(1)式の関係があった。ここで、ZはZener-Hollomon因子で、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ と加工温度Tを変数に持つパラメータである。

$$d(\mu\text{m}) = 10^{2.07} Z^{-0.16} \quad (1)$$

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

ここで、Qにはキュリー点(Tc=1053K)以下のフェライト鉄の自己拡散の活性化エネルギー 254kJ/molを、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ には見かけの圧縮ひずみ速度を用いた。

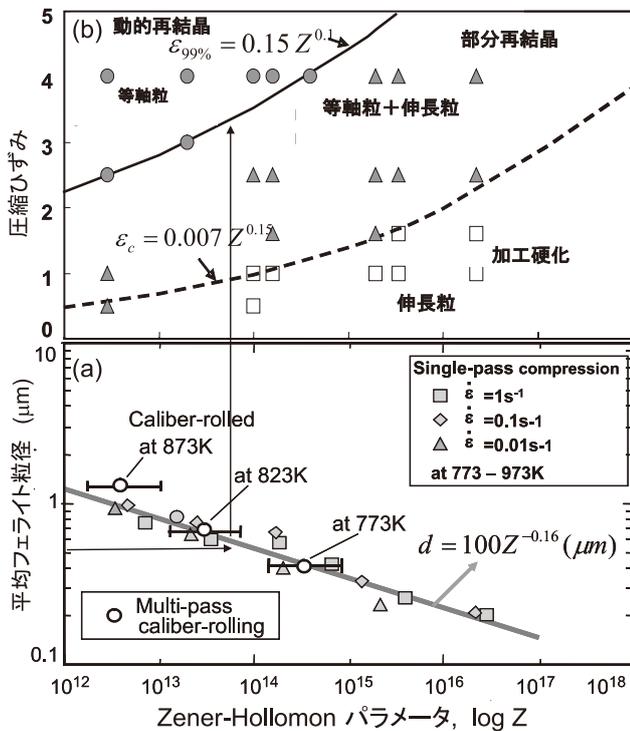


図6 微細化プロセスマップ, (a)Z値と粒径の関係、(b)Z値と動的再結晶に必要なひずみの関係^{23,32)}

平均粒径はZ因子で決定される。また、図6 (b)に示すように、全面等軸粒が生じる動的再結晶に必要なひずみ ϵ は

$$\epsilon = 0.15Z^{0.1} \quad (3)$$

と表すことができた。例えば、全面等軸微細粒0.5 μm を得ようとした場合は、矢印に示すように、 $\text{Log}Z=13.5$ で、ひずみ $\epsilon > 3.2$ を導入すれば良いことが示される。図6は組織制御に必要な加工条件を表す工業的に有用な微細化プロセスマップともいえる。結晶粒超微細化の指導原理は高Z-大ひずみ加工であり、超微細素材大型化のためのプロセスパラメータを定式化できた。

(2) 温間溝ロール圧延による微細粒棒鋼の製造

上述の基礎研究結果をもとに、高Z-大ひずみ加工のアイデアを適用することによって、バルク材が製造可能かを検証した。その際のポイントは以下の3点である。

- 1) 素材全域への大ひずみの導入。
- 2) 多パス化が可能かどうか。
- 3) 1パスあたりの圧下率には、必要な最低限度があるか。

大ひずみを、板または棒のようなバルク材に導入するためには、一般的には大減面をとる加工を行う必要がある。たとえば、ひずみ3の加工は減面率95%に相当する強加工である。棒鋼圧延が平ロール圧延に比べて有利な点は、図7³⁵⁾に示すように、2次元的に減面されるため、板材に比べ大きな減面率を取りやすく、大ひずみ導入に有利である。また、溝ロール圧延は、大ひずみ導入の基本原理である多方向加工^{33,34)}でもあるため、大ひずみ導入に有利である。そこで、ラポレベル溝ロール圧延機、さらに民間の実機溝ロール圧延機を利用して、温間温度域で総減面率95%、ひずみ3~4を与える圧延を行い、18mm角で長さ20mの棒鋼を試作するとともに、超微細粒組織が形成できるか、また、粒径はZ因子の式に従うのかを検証した³⁵⁾。

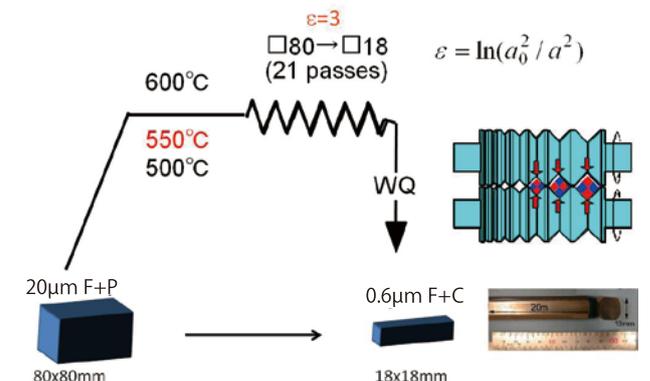


図7 温間多パス溝ロール圧延温間多パス溝ロール圧延、加工条件、圧延機模式図

図7に示すように、80角から18角までの圧延を、500℃で等温21パス圧延により行った。図7に外観写真も示す。

図8³⁵⁾にひずみの増加にともなう組織変化を示す。累積圧下率が87%まで増加した(c)では等軸粒の生成は明らかであり、中心部(d)においても等軸状の超微細フェライト粒が一部に生成し始めていた。累積圧下率91%の(e)、(f)では、表面部分と中心部分の組織に差はなくなる。累積圧下率95%の18mm角材では、(g)、(h)に示すようなほぼ全面が超微細フェライト粒からなる平均粒径0.70μmの組織が得られた。このように、超微細粒の分率は累積圧下率が増加するにしたがって増加したが、平均粒径は圧下率に依存せずほぼ一定であった。図6²⁹⁾に1パス圧縮および多パス圧延で得られた粒径とZ因子の関係を同時に示すが、両者は良い一致を示している。圧延温度600℃の場合、やや外れ粒径は大きめになっている。これは、圧延温度が高い場合は、パス間での組織変化が無視できなくなることを示している。したがって、圧延温度が低い場合は、ここで試みたひずみ速度の計算法で現象をよく説明できることがわかった。結晶粒微細化には、温間温度域での大ひずみの

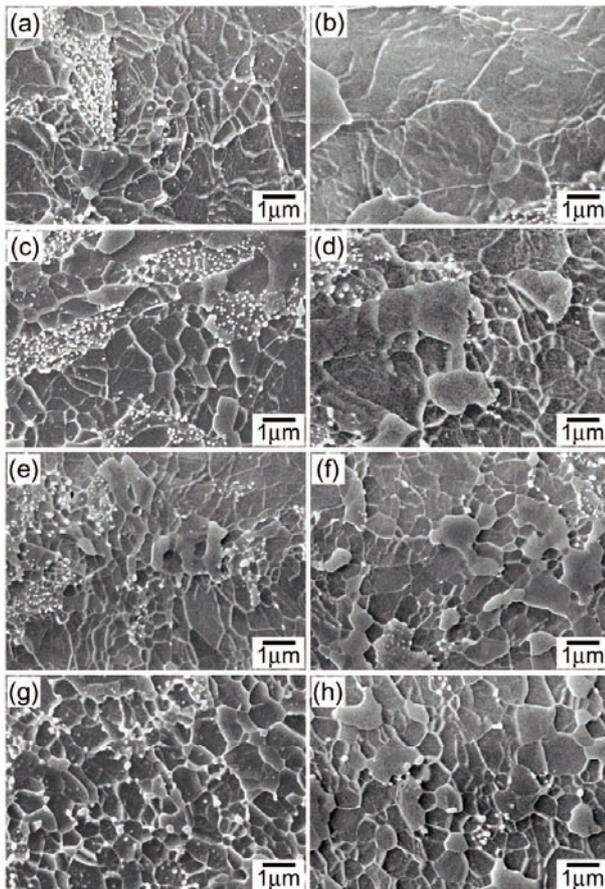


図8 温間多パス溝口ロール圧延で得られたひずみの増加にともなう組織変化のSEM像。圧延温度823K、累積ひずみ(a)(b) 75%、(c)(d)87%、(e)(f) 91%、((g)(h) 95% in area. 観察領域(a), (c), (e), (g) は棒材の表面から1mm部分。観察領域(b), (d), (f), (h)は棒材の中心部分³⁵⁾

導入が必要であるが、1パスで導入する必要はなく、多パス化が可能であることを明らかにした点は、実用化を考えるうえで重要な知見となった。

(3) 微細粒鋼の魅力的力学的性質

以上のように機械試験可能な大きさの超微細バルク材が製造可能になったことを利用して、超微細粒組織の力学的性質の調査を行った。炭素量が0.02%から0.45%までのさまざまな炭素量組成のSi-Mn鋼を用意し、温間溝口ロール圧延で組織をサブミクロンまで微細化し、その力学的性質を調べた結果を図9に示す。各組成において、結晶粒径を0.5μmまで微細化することによって、降伏強さは約2倍となる³⁵⁾。また、炭素量が増加するにつれて、強度と全伸びが同時に向上していることがわかる。また、強度が上昇すれば、伸びが減少するのが一般的であるが、微細粒鋼の場合は、炭素濃度の増加が、強度と伸びを同時に向上させる。超微細粒鋼の問題点の一つは一様性の低下であることが知られている。ここに示したように、炭素量の増加、すなわち、セメント分散によって加工硬化率が大きくなる

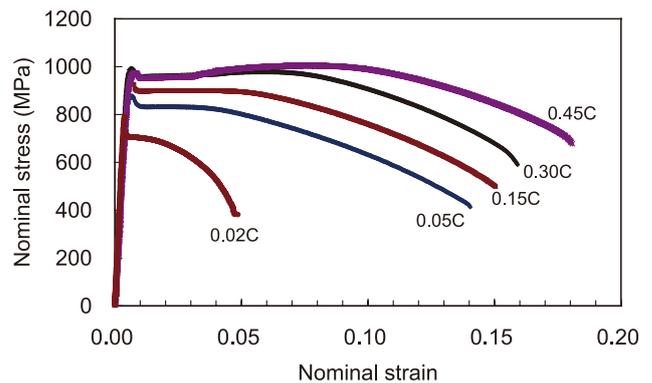


図9 超微細粒鋼の応力-ひずみ曲線におよぼす炭素濃度の影響³⁶⁾

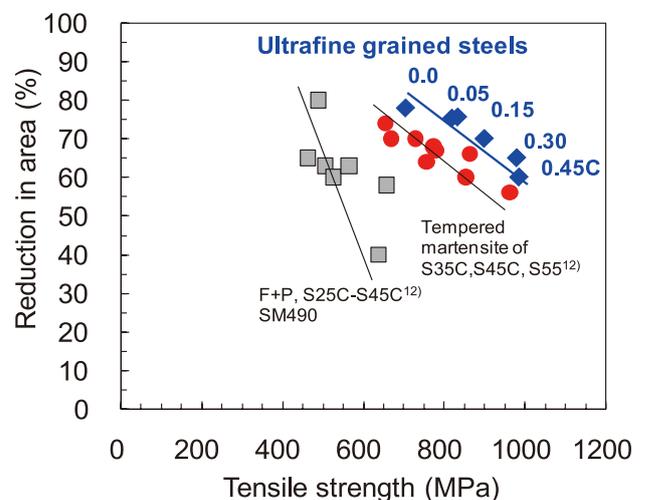


図10 超微細粒鋼の優れた強度-絞りバランス³⁶⁾

こと、そのため一様のびが大きくなることを見いだした³⁷⁾。
超微細粒鋼は、絞りにも優れている。この場合の絞りとは、引張試験片が破断するまでの面積減少率である。図10に示すように、超微細粒鋼の強度-絞りバランスは、フェライト-パーライト、ベイナイト、マルテンサイトに比べ、最も優れていることを明らかにした³⁸⁾。これは超微細粒鋼の成形性を検討してゆく上での重要な基礎データとなった。

図11に疲労試験の結果を示す³⁹⁾。引張強さに対して疲労限は相関がある。図11は回転曲げ疲労試験を行った結果であるが、組織がフェライト+パーライトの場合、その強度比は0.43であるが、焼戻しマルテンサイトの場合0.53であった。超微細粒鋼の場合、0.56とさらに高い結果を示した。これは超微細粒鋼が、高強度精密部品用の素材として好適であることを示している。

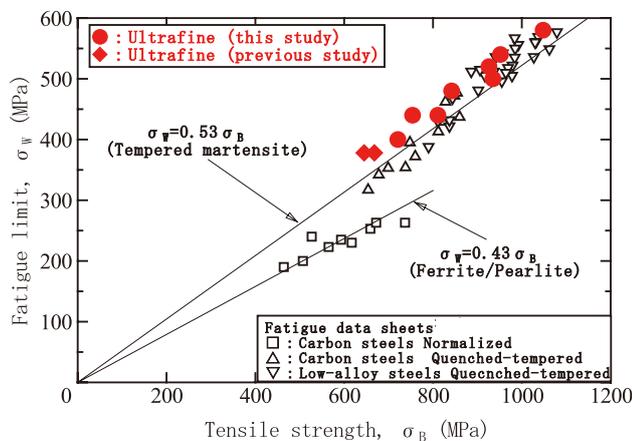


図11 超微細粒鋼の優れた疲労特性³⁹⁾

3. 強度と成形性の両立と超微細粒組織線材の量産化、高強度精密ねじとしての実用化

結晶粒微細化に伴う延性（伸び）の低下を、第2相との複合化によって解決しようとした研究報告は多いが、必ずしも成形性向上という観点からは、成功していない。超微細粒鋼は、上述のように、強度-絞りバランスが優れている³⁶⁻³⁸⁾。我々は、むしろ第2相の全くない純鉄に近い組成を追求し、延性の一種である絞り特性を高めることによって、成形性を良好な状態を実現できた。例えば、図12 (a)に示すフェライト+パーライト組織を冷間加工すれば、1GPaの強度は出せるが、ねじに成形したら割れてしまう。図12 (b)に示す純鉄に近い組成の極低炭素フェライト単相組織をサブミクロンレベルまで超微細化した。その結果、冷間加工後1GPa以上の高強度と延性の指標である絞り値75%以上の高延性が得られ、ねじ成形しても割れない高成形性を実現できた⁴⁰⁾。超微細粒鋼は、普通鋼に比べ、数百倍の粒密度であり、これが高強度を発現する。

超微細粒組織鋼が線材として供給できるようになれば、

この線材を新しい高強度非調質冷間圧造用鋼として提供できることになる。超微細粒組織を持った線材を製造するためには、連続大ひずみ圧延が必要である。大ひずみの導入方法は多方向加工がある^{33,34,41,42)}。多方向加工は鍛造型の圧縮加工であるが、それを圧延で連続的に実現するための連続圧延プロセスの開発を行った^{43,44)}。図13に連続多方向加工のための連続温間圧延機の模式図を示すが、(1)連続圧延(2)温間制御圧延、(3)オーバル・スクエア孔型多方向圧延から構成された圧延機を試作した。

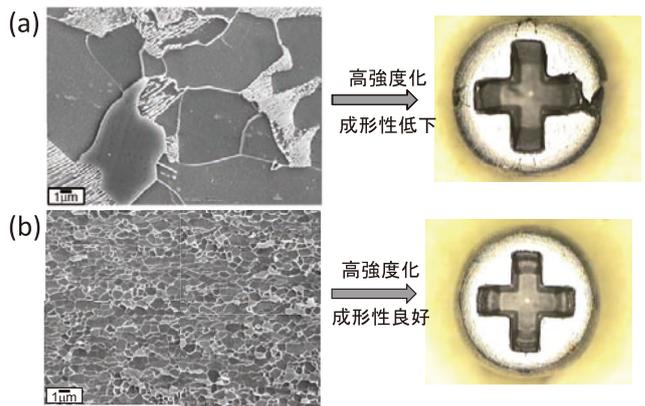


図12 (a)普通鋼（フェライト+パーライト複相鋼）の高強度化による成形性低下の例と(b)低炭素超微細粒組織の持つ高成形性の例^{20,21)}

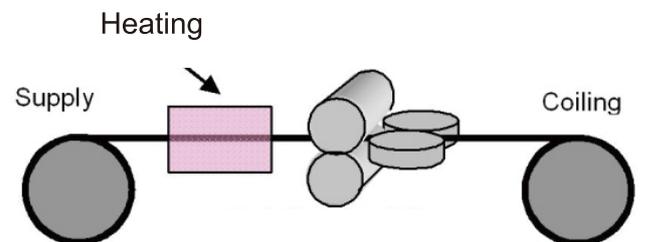


図13 連続温間圧延システム^{43,44)}

0.01C-0.2Mn-0.3Siの組成の鋼を素材とし、本温間連続圧延コンパクトプロセスによって、サブミクロンの微細粒鋼を作製した。直径6mmの線材をスタート材とし、3mmまで、圧延温度500℃の温間圧延を行うことによって、図14に示す数10kgの線材が製造できた⁴⁴⁾。また、図15に本線材の圧延方向に平行な断面の組織写真を示す。等軸超微細な組織であることがわかる。温間連続圧延プロセスによって、大きな塑性ひずみが導入され、微細組織が形成されたことを示している。さらに、本連続温間圧延で製造した線材を直径1.3mmまで冷間伸線した。この線材を素線としてM1.6マイクロねじの成形（株）降矢技研を行った。マイクロネジ成形には、ダブルヘッダー方式を用いた。ネジ頭部（リセス）を圧造するときの割れの発生の有無を持って成形性の良否を評価した。比較材として、

SWCH16A冷間圧造用鋼の冷間伸線材を用いて、同様にマイクロねじ成形を行った^{26,27)}。SWCH16A鋼冷間伸線材では、割れが発生した。一方、温間圧延に冷間圧延を組み合わせて製造した鋼線は、引張強さ1050MPaとなった。この場合は圧造時に割れは生じなかった。図16に本M1.6マイクロねじの外観を示す。図17にはねじの断面組織を示すが、図17 (a) に示すように、マイクロねじの断面組織は超微細である^{19,43,44)}。比較のSWCH16A鋼の組織を図17 (b) に示すが、はるかに粗大であることがわかる。

本超微細粒組織高強度ねじは、図18のパナソニック初

のスマートフォンP-07C (2011年8月発売) に採用され、後継機のP-03E ELUGAに至るまで採用され続け、ねじの累計製造個数は約1000万個を超えている。サブミクロン超微細粒組織金属の量産・実用化を達成した世界初の成果となった。

量産化にあたっては、ねじ製造に関しては株式会社降矢技研、線材製造に関しては大阪精工株式会社と物質・材料研究機構との5年以上にわたる共同研究があつて、実現できたものである。さらに、近畿経済産業局サポインなど、競争的研究資金の援助もあつた。



図14 超微細粒組織線材 (直径3mm) コイルの外観^{40, 43, 44)}



図16 超微細粒組織M1.7ねじの外観¹⁹⁾

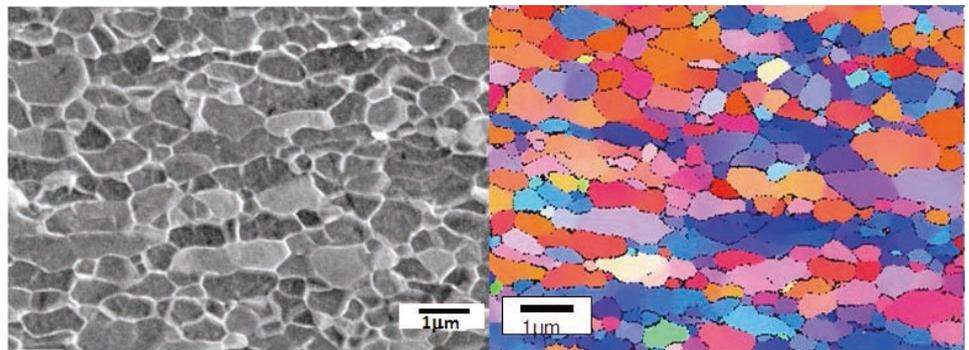


図15 超微細粒組織線材コイルの圧延方向に平行な断面組織⁴⁴⁾

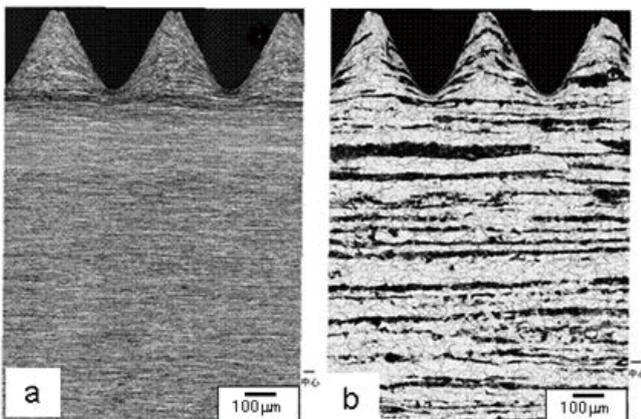


図17 M1.7マイクロねじの内部組織, (a)超微細粒線材より製造, (b)20µm組織鋼線材より製造^{19, 44)}



図18 スマートフォンに採用された超微細粒組織を持つM1.6高強度精密ねじ^{20,21)}

4. メリットと今後の展開

図2に示すように、ねじ製造1トンあたり490kgのCO₂を排出すると推定されるが、本超微細粒組織ねじは、製造工程における5つの熱処理の削減により、CO₂排出量はねじ製造1トンあたり240kgとなり、従来法に比べCO₂排出量の50%削減を可能にできた²⁶⁾。本技術は、情報家電、自動車、医療用分野など、高強度精密部品を必要としている産業のほとんどに及ぶ。熱処理を省略しても、引張強さ1GPaを超える高強度で高信頼性を有する超微細粒組織高強度精密部品の広範囲な実現が期待できる。超微細粒組織高強度精密ねじは、その第一歩である。広範囲な実現に向けて、今後努力し、その結果が、日本全体で年間11億トン排出しているとされているCO₂ガスの削減にもつなげたい。

5. まとめ

超鉄鋼研究の開始から15年以上経つが、企業の方々の長年のご協力のもと、大きな課題の解決によって、鋼の超微細粒組織化を用いた高強度精密ねじの量産化を世界で初めて実現でき、CO₂排出量50%削減につながった。ねじの累計製造個数は1000万個を超えた。今後の環境重視、低エネルギー化の中で、大きなメリットであり、幅広い発展が期待できる。ねじは、それ自体は小さいが、本技術は環境・エネルギー問題の解決に寄与するものである。今後も、本超微細粒鋼技術をさらに発展させ、より広範囲な応用につなげたい。

謝辞

これらの研究の遂行にあたり、物質・材料研究機構長井寿博士のご指導に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 牧正志:第177・178回西山記念技術講座、日本鉄鋼協会、(2002)、3-24.
- 2) Y.Adachi, T.Tomida and S.Hinitani : *Tetsu-to-Hagane*, **85** (1999) ,620.
- 3) Y.Adachi, T.Tomida and S.Hinotani : Proc. of 3rd Symp. on Super Metal, RIMCOM & JRCM, Tokyo, (2000) , 73.
- 4) S.Torizuka, O.Umezawa, K.Tsuzaki and K.Nagai : *Mater. Sci. Forum*, **284-286** (1998) , 225.
- 5) S.Torizuka, O.Umezawa, K.Nagai, K.Tsuzaki, S.Genda and Y.Kogo : Proc. of Int. Conf. of Solid-Solid Phase Transformation '99 (JIMIC-3) , ed. by M.Koiwa, K.Otuka and T.Miyazaki, JIM, Sendai, (1999) , 1533.
- 6) T.Yokota, T.Shiraga, K.Sato and M.Niikura : *Tetsu-to-Hagane*, **86** (2000) , 479.
- 7) S.Takaki, K.kawasaki and Y.Kimura:*Journal of Materials Processing Technology*, **117** (2001) , 359.
- 8) N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and S.Tanigawa : *Scripta Mater.* **40** (1999) , 795.
- 9) A.Azushima, K.Aoki and T.Inoue : *Tetsu-to-Hagane*, **87** (2001) , 762.
- 10) M.Fujioka, Y.Abe and S.Aihara : Proc. of 4th Symp. on Super Metal, RIMCOM & JRCM, Tokyo, (2001) , 143.
- 11) A.Belyakov, T.Sakai and H.Miura : *Mater. Trans. JIM*, **41** (2000) , 476.
- 12) T.Hayashi, S.Torizuka, T.Mitsui, K.Tsuzaki and K.Nagai : *CAMP-ISIJ*, **12** (1999) , 385.
- 13) R.Kurahashi,I.Chikushi,K.Morimoto,J.Yanagimoto :*Tetsu-to-Hagane*, **88** (2002) , 747.
- 14) V. Segel, V. Renznikov, A. Drobyshevsky and V. Kopylov:*Russ Metall*, **1** (1981) , 115-123.
- 15) N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya and S. Tanigawa:*Scripta Mater.*, **40** (1999) , 795.
- 16) I. Saundars and J. Nutting:*Metal Sci.*, **18** (1984) , 571-575.
- 17) 鳥塚史郎、長井寿、佐藤彰:*塑性と加工*,**42** (2001) , 287-292.
- 18) 鳥塚史郎:*ふえらむ*,**10** (2005) , 188-195.
- 19) 鳥塚史郎:*まてりあ*, **45** (2006) ,438-443.
- 20) 鳥塚史郎, 村松榮次郎 : *ふえらむ*, **20** (2015) , 408-413.
- 21) 鳥塚史郎, 村松榮次郎 : *塑性と加工*, **56** (2015) , 850-854.

- 22) T.Inoue, S.Torizuka, K.Nagai, K.Tsuzaki and T.Ohashi : Material Science and technology, **17** (2001) , 1580.
- 23) 大森章夫, 鳥塚史郎, 長井寿, 山田賢嗣 向後保雄 : 鉄と鋼、**88** (2002) , 857-864.
- 24) A.Ohmori, S.Torizuka, K.Nagai, N.Koseki and Y.Kogo : Materials transaction, **45** (2004) , 2224-2231.
- 25) 鳥塚史郎, 梅澤修, 津崎兼彰, 長井寿: 鉄と鋼, **86** (2000) , 801-806.
- 26) S.V.S. N. Murty, S. Torizuka, K. Naga, T. Kitai and Y. Kogo : Materials Science and Engineering A, **457** (2007) 162-168.
- 27) N. Murty, S, Torizuka and K. Nagai:Scripta Materialia, **53** (2005) , 763-768.
- 28) N. Murty, S. Torizuka, K. Nagai, N. Koseki and Y. Kogo, Scripta Materialia, **52** (2005) , 713-718.
- 29) N. Murty, S. Torizuka and K. Nagai:ISIJ International, **45** (2005) , 1651-1657.
- 30) N. Murty, S. Torizuka and K. Nagai: Materials Transactions, **46** (2005) , 2454-2460.
- 31) N. Murty, S. Torizuka and K. Nagai:Materials Science and Engineering A, **410-411** (2005) , 319-323.
- 32) S. Torizuka and N. Murty:Materials Science Forum, **558-559** (2007) , 595-600.
- 33) 鳥塚史郎、井上忠信、長井寿:鉄と鋼, **86** (2000) , 807-814.
- 34) 井上忠信、鳥塚史郎、長井寿:鉄と鋼, **86** (2000) , 793-800.
- 35) 大森章夫、鳥塚史郎、長井寿、山田賢嗣・向後保雄: 鉄と鋼, **89** (2003) , 781-788.
- 36) S. Torizuka, A. Ohmori, N. Murty and K. Nagai :Scripta Materialia, **54** (2006) , 563-568.
- 37) A. Ohmori, S. Torizuka and K. Nagai:ISIJ international,**44** (2004) , 1063-1071.
- 38) S. Torizuka, E. Muramatsu, N. Murty and K. Nagai:Scripta Materialia, **55** (2006) , 751-754.
- 39) 古谷佳之, 松岡三郎, 島倉俊輔, 花村年裕, 鳥塚史郎 : 鉄と鋼,**92** (2006) , 1, 46-52
- 40) S. Torizuka and E. Muramatsu:Steel Research International, **81** (2010) , 258-261.
- 41) 井上忠信、鳥塚史郎、村松榮次郎、長井寿:鉄と鋼, **94** (2008) , 164-172.
- 42) 鳥塚史郎、村松榮次郎、井上忠信、長井寿:日本金属学会誌, **72** (2008) , 571-580.
- 43) 鳥塚史郎,村松榮次郎,鈴木由幸、森川勉:第63回度塑加工連合講演会講演論文集, (2012) , 19-20.
- 44) S.Torizuka, E.Muramatsu, T.Komatsu and S.Nagayama:Nanostructured metals and alloys 1, Woodhead publishing, Cambridge UK, **6** (2011) , 715-74.