

ECAP 法により作製した超微細結晶粒を有する 低炭素鋼の焼なまし熱処理にともなう組織変化と強度特性[†]

穂 田 竹 男* 後 藤 昌 英** 北 川 和 夫***
生 水 雅 之**** 広 瀬 幸 雄**

Microstructural Changes by Annealing and Mechanical Properties of Ultra Fine-Grained Low Carbon Steels Processed by ECAP

by

Takeo AKITA*, Masahide GOTOH**, Kazuo KITAGAWA***,
Masayuki SHOZU**** and Yukio HIROSE**

Microstructures and mechanical properties of ultra fine-grained low carbon steels fabricated by equal channel angular pressing (ECAP) were investigated. Several specimens statically annealed for 5 hours at temperatures of 773-873K were studied simultaneously. Electron back-scattering diffraction (EBSD) measurements were carried out for microstructure observation. Differential scanning calorimeter (DSC) curves were obtained for studying the thermal stability of specimens. The initial grain size of $\sim 10\mu\text{m}$ in the ferrite-pearlite steel was refined to $\sim 0.2\mu\text{m}$ by 4 passes of ECAP. The tensile strength of the as-ECAPed specimen was around 2 times higher than that of the initial normalized specimen, although the ductility decreased by half after the process. At annealing temperature of 773-823K, tensile strength and yield stress decreased as the average grain size of each specimen increased. However the grain growth by annealing was not significant. At annealing temperature of 873K, the nonuniform grain growth occurred suddenly, and as a result the tensile strength decreased. On the Hall-Petch relation diagram, the gradient of the diagram over the average grain size of $1\mu\text{m}$ was slightly different from that of under $1\mu\text{m}$. In addition, the non-uniform radical grain growth at the temperature of 873K was in accord with the appearance of the exothermic peak in the DSC curves. The accumulation of the local strain in the 823K-annealed specimen was investigated by the kernel average misorientation (KAM) approach using EBSD, and it is suggested that accumulation of the local strain in the 823K-annealed specimen is one of the causes of the nonuniform radical grain growth at the temperature of 873K.

Key words: Ultra fine grain, ECAP, EBSD, DSC, Low carbon steels, Grain growth

1 緒 言

強ひずみ加工によるバルク金属材料の高強度化の研究について、近年様々な報告がなされている。^{1)~10)} その加工法について代表的には Equal-Channel Angular Pressing (ECAP),²⁾ Accumulative Roll-Bonding (ARB),³⁾ High Pressure Torsion (HPT),⁴⁾ Multi-Directional Forging (MDF)⁶⁾ などが考案されたが、いずれの方法においても高強度化のメカニズムは主として Hall-Petch の関係式で理解されている結晶粒径と降伏応力の関係に基づいている。⁸⁾ 得られる結晶粒径について、ナノサイズとサブミクロンサイズの粒径の違いによってその材料特性が異なるという観点から、特に約 $1\mu\text{m}$ 以下を超微細粒組織、さらに約 100nm 以下をナノ結晶組織と呼んで区別もされ始めている。⁹⁾

様々な強ひずみ加工法において ECAP 法は早くから研究対象として用いられてきた。その理由は他の方法に比べるとプロセスの導入が簡易であり、また比較的大きなバルク材を得ることが可能であるため、近年では連続成形のアイデア^{1),2)}も提案され実用プラント化に向けての技術研究も行われている。

鉄鋼材料は銅およびアルミニウム合金などに比べその降伏応力が大きい。そのためこれまで銅およびアルミニウムの強ひずみ加工に関する研究が先行して数多く行われてきた。しかしながら近年では、先述した加工法の改良、また本邦のプロジェクト研究¹⁰⁾などの後押しもあり結晶粒微細化圧延鋼板の商用化も始まっており、鉄鋼材料の超微細粒やナノ結晶に関する報告も徐々に増え始めてきている。ただし銅やアルミニウムの報告に

[†] 原稿受理 平成 21 年 9 月 10 日 Received Sep. 10, 2009 © 2010 The Society of Materials Science, Japan

* 学生会員 金沢大学大学院自然科学研究科 〒920-1192 金沢市角間町, Graduate Student, Graduate School of Nat. Sci. & Tech., Kanazawa Univ., Kakuma-machi, Kanazawa, 920-1192

** 正 会 員 金沢大学大学院自然科学研究科 〒920-1192 金沢市角間町, Graduate School of Nat. Sci. & Tech., Kanazawa Univ., Kakuma-machi, Kanazawa, 920-1192

*** 金沢大学大学院自然科学研究科 〒920-1192 金沢市角間町, Graduate School of Nat. Sci. & Tech., Kanazawa Univ., Kakuma-machi, Kanazawa, 920-1192

**** 正 会 員 舞鶴工業高等専門学校機械工学科 〒625-8511 舞鶴市字白屋, Dept. of Mech. Eng., Maizuru National Collage of Tech., Azasiroya, Maizuru, 625-8511

比べればまだ圧倒的にその数は少ない。銅やアルミニウム合金の結晶系は fcc であり、鉄鋼材料の主であるフェライトの bcc とは結晶系を異にしているため、微細化などのメカニズムも厳密には違ったものになると考えられる。¹¹⁾

鉄鋼材料は構造材料として用いられ、その用途も幅広く、他の材料にも増して安定性や信頼性が求められる材料である。強ひずみ加工された材料は結晶粒界周辺に過剰な転位密度をもつ非平衡組織層が形成されていると考えられている。¹²⁾ そのような組織の場合、熱的に不安定な組織が予想され、結果従来からの鋼以上に熱流入による強度物性等への影響について懸念される。特に今後、超微細結晶粒材料を実用材として用いる場合に備えて詳しく調査すべき事項と考えられる。

ところで近年、超微細結晶粒を持つ材料に対する研究手段として Electron Back-Scattering Diffraction (EBSD) 法を用いた研究事例がよく見られる。^{21)~24)} EBSD 法は SEM 内で試料表面の微小範囲に電子線を入射させ、反射電子回折模様を用いて入射範囲内の結晶方位を求める方法で、結晶方位差のマッピングから解析により結晶粒径分布や結晶粒界などを求めることも可能である。^{25), 26)}

本研究では超微細結晶鉄鋼材料の熱的安定性に関する基礎研究として、ECAP 法により作製した低炭素鋼に対して、数種類の温度にて焼なまし熱処理を行い、引張試験および硬さ試験にてその強度測定を行った。加えて EBSD 法による組織観察を行い強度との関係について考察を行った。また示差走査熱量計測による再結晶温度からの考察も合わせて検討した。

2 実験方法

2・1 材料および試験片

試験片材料として Mn リッチの低炭素鋼 (0.09%C, 0.62%Si, 1.3%Mn) を用い、ECAP 法により強ひずみ加工を行った。材料の低炭素鋼は 1193K で 30 分間焼なましを行い、空冷を経て ECAP 加工を施した。ECAP 加工は Fig. 1 に示すような金型を用いて、材料を交差する二つの同じ径の溝穴に通過させ、その曲り角で材料にせん断変形を与える加工法で、二つの交差角は 110° であった。材料の大きさは直径約 20mm、長さ 80mm であった。加工条件は 573K の雰囲気中で Route Bc, 4 パスにて行った。Route Bc では 1 パス毎に材料を軸周りに 90 度回転して加工を行うが、本研究では円柱材料を用いているため、1 パス毎に取り出された試験片のせん断方向に罫書きを行うことで 90 度回転を確実にした。本加工において蓄積される相当ひずみ量は Iwahashi らの式¹³⁾ で約 3.2 と計算される。

ECAP 加工後、ワイヤー放電加工機を用いて Fig. 2 に示すような形状の引張試験片を作製した。焼なまし処理用の試験片に関しては、脱炭層の形成を加味して 0.4mm ほど厚く切り出し、焼なまし処理後に研削加工によって片側 0.2mm ずつ除去し厚さ 1.0mm に整えた。切り出し方向は、ECAP の押し出し方向を L 方向とすると、せん断面側面を LT 面として、LT 面が引張試験片のつかみ

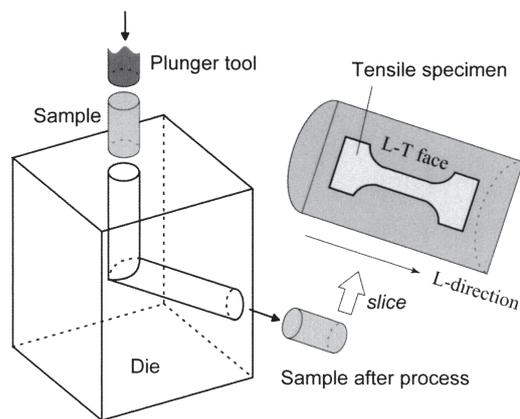


Fig. 1 Schematic drawing of ECAP fabrication.

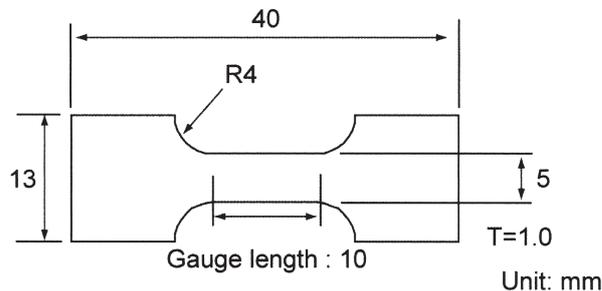


Fig. 2 Shape of tensile specimen.

面となるように切り出した。焼なましは電気炉にて 773K, 823K および 873K で 5 時間保持しその後炉冷を行った。硬さおよび組織観察用試験片については引張試験片とは別途作製したが、同様の熱処理および表面処理を行い最終仕上げは 1500 番のエメリー紙で研磨仕上げとした。

2・2 引張試験および硬さ試験

引張試験は最大容量 100kN の万能引張試験機にて、標点距離 10mm、ひずみ速度 4×10^{-4} 1/sec の条件にて行った。硬さ試験は試験面を LT 面とし、マイクロピッカース硬度計にて試験力 3N にて行った。

2・3 SEM-EBSD 測定

組織観察を目的に SEM-EBSD 測定を行った。LT 面を測定面とし ECAP 材, 773K および 823K 焼なまし材に対しては走査間隔 20nm で $15 \times 15 \mu\text{m}^2$ の領域を、873K 焼なまし材では走査間隔 100nm で $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ の領域を測定した。試験片の表面はパフ研磨後、電解研磨にて加工層を除去した。始めドリフトの影響を確認するため数時間 SEM 画像の取り込みを行い、ドリフトが起っていないことを確認し、次いで EBSD 測定を行った。解析は TSL OIM Analysis ソフトウェアを用いて、データは Neighbor CI correlation 係数 0.2 および Minimum CI 値を 0.2 として補正を行い解析に使用した。

2・4 示差走査熱量計測

ECAP 加工された試験片の熱安定性について調べるため、示差走査熱量計 (Differential Scanning Calorimeter : DSC) による熱測定を行った。試験片形状は直径 5mm

Table 1 Mechanical properties and average grain size.

Specimen	Yield stress, MPa	Tensile strength, MPa	Total elongation, %	Hardness Hv, GPa	Grain size, μm
Normalized	369	505	36	1.9	10
As-ECAPed	965	972	15	3.3	0.15
773K-annealed	917	921	16	3.1	0.21
823K-annealed	790	863	16	2.9	0.33
873K-annealed	559	632	21	1.6	2.6

高さ 3mm の円柱状で、参照材としてアルミナ粉末を用い、昇温速度は 10K/min で室温 (300K) から約 1000K まで測定した。

3 実験結果

3・1 引張試験および硬さ試験結果

Fig. 3 に引張試験で得られた応力-ひずみ線図を、Table 1 に Fig. 3 より得られた機械的特性値および硬さ試験の結果を示す。ECAP したままの試験片 (As-ECAPed 材) は ECAP 加工前の焼なまし材料 (Normalized 材) に比べ約 2 倍の引張強さとなった。反対に伸びについては Normalized 材に比べて半分以下となった。応力-ひずみ線図においては、低炭素鋼独特の Normalized 材に存在した降伏点が ECAP 加工の後不明瞭となった。焼なまし熱処理した材料に関しては、焼なまし温度が上がるに従って引張強さの値が小さくなっていった。特に 873K での焼なまし材 (873K-annealed 材) において顕著に現れていた。また降伏点現象においても 873K での焼なまし材において明瞭に見られた。伸びに関して、773K (773K-annealed 材) および 823K (823K-annealed 材) で焼なましした試験片は、ほとんど As-ECAPed 材と変わりは無かった。硬さ試験の結果については、従来からの鉄鋼材料の場合と同様に 0.2% 耐力の増加とともに硬さの値は増加した。しかしながら 873K-annealed 材の硬さは、Normalized 材に比べ耐力が大きいのにも関わらず低い値となった。これは Normalized 材の組織はフェライト・パーライト組織であるのに対し、873K-annealed 材ではフェライト粒界にセメントライトが析出した組織形態であったためと考えられる。

3・2 EBSD による解析結果

Fig. 4 に EBSD により得られた結晶粒界マップを示す。図中の灰色線は方位差 2 から 15° 未満の小角粒界を、黒線は 15° 以上の大角粒界を示す。As-ECAPed 材では局所的に大角粒界で構成された非常に微細な粒界群と、やや大きめの小角粒界で構成された粒界群で構成されていることがわかる。今回の ECAP 加工は蓄積ひずみが 4.0 以下であるため、完全な強ひずみ加工が実現されずこのような粒界群を形成したと考えられる。焼なまし後の試験片では 773K および 823K でその非常に微細な大角粒界部が粗大化し、また球状化していく様子が伺える。さらに 873K ではほぼ小角粒界が無くなり、大角粒界のみで構成される組織状態となり粒径も大きくなった。ただし不均一な結晶粒成長を起こしたことが伺える。

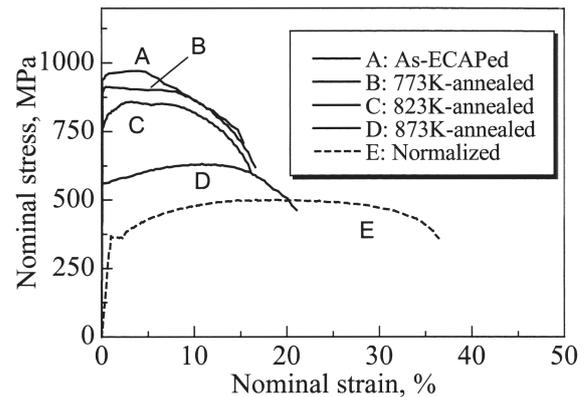


Fig. 3 Stress-Strain Curve by tensile test.

EBSD 解析で得られた粒径直径サイズの度数分布表を Fig. 5 に示す。ただし縦軸は割合で示している。773K は 823K とよく似ているのでここでは省略するが、823K-annealed 材では As-ECAPed 材に比べ、焼なましによって約 200nm 以下の結晶粒が減少し、反対にそれ以上の粒径が若干増える変化を示した。一方で 873K-annealed 材では 1 μm 以下の粒径が多く消失し、2 μm 頂点とする分布形状となった。平均結晶粒径を Table 1 に示す。

3・3 DSC 測定結果

Fig. 6 に As-ECAPed 材および Normalized 材の DSC 曲線を示す。この 2 つを比べると 550K 付近から曲線に差が生じた。加えて As-ECAPed 材は 900K 付近に特徴的な凸ピークを持った。図のように上に凸のピークを持った場合は発熱反応となり、逆に 1000K 付近の急激な落ち込みは相変態に伴う吸熱反応である。

4 考察

4・1 フェライト粒径と耐力の関係

Fig. 7 に EBSD 解析より算出した結晶粒径と耐力の関係を Song らの論文¹⁴⁾からのデータと併せて示す。実線は Morrison らの従来鋼のデータ (○)、また破線は Kim ら¹⁵⁾の ECAP によるデータ (◇) への近似直線である。加えて一点鎖線は Liu ら¹⁶⁾の Thermo-mechanical process とよばれる比較的高い温度域での強ひずみ加工を利用した結果 (△) への近似直線である。著者らの結果は Kim らや Shin らの結果に近い。しかしながら Normalized 材を含めて得られた実験データを眺めると約 1 μm を境に Normalized 材と 873K-annealed 材を結ぶ直線の傾きと、As-ECAPed 材、773K-annealed 材および

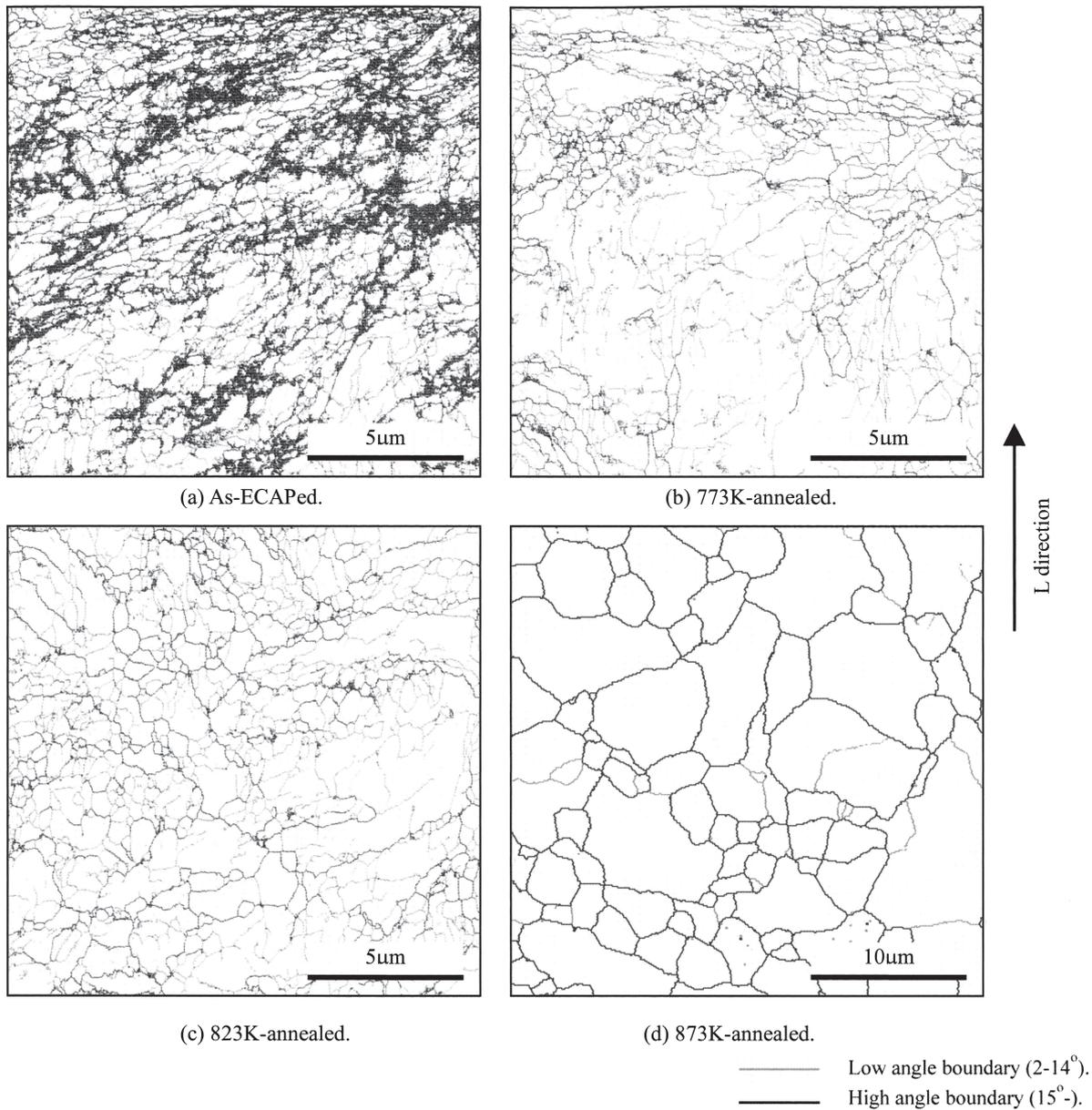


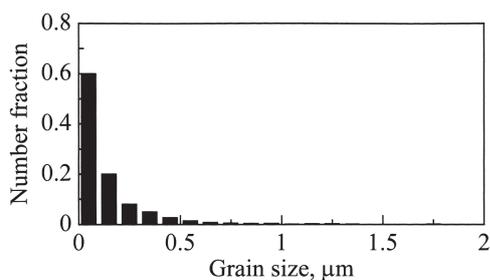
Fig. 4 Grain boundary maps of specimen.

823K-annealed 材を通る近似直線の傾きは異なるように思われる。このような報告はこれまでも存在し、その原因は結晶粒微細化によって相対的に粒界体積が増え、粒界すべりなど粒界付近での局所変形の影響が大きくなることにある¹⁴⁾とされるが詳細はまだ明らかではない。

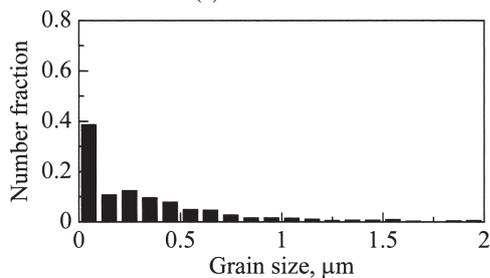
4・2 微細粒の形成と第二相粒子

強ひずみ加工による微細粒形成メカニズムについてはこれまで様々な記述が存在するが、鉄鋼材の場合については辻によってまとめられている。⁵⁾ 強ひずみ加工で微細粒を得るためには、加工中での再結晶を起こさせないために大角粒界を生成する必要がある。その大角粒界は grain subdivision という機構によって達成される。Fig. 8 に As-ECAPed, 823K-annealed および 873K-annealed 材の 2° から 65° の範囲の粒界方位差分布を示す。As-ECAPed 材は大角粒界が非常に多いことが示される。辻は ARB 加工した IF 鋼が 45° 付近を頂点とするマッケ

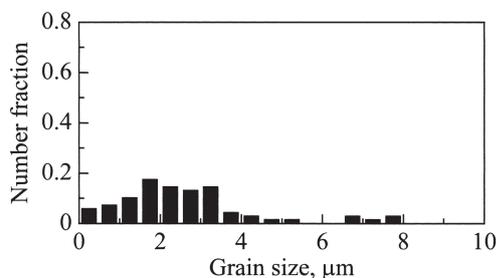
ンジープロットに近い分布となることを報告している。⁵⁾ Fig. 8 (a) 中の破線がマッケンジープロットであるが、本試験片でも同様の傾向が見られた。Fig. 9 に Normalized 材および As-ECAPed 材の SEM 写真を示す。ECAP 加工前はフェライト・パーライト組織であった。ECAP 加工後の組織は主にフェライト粒であるが、微細なセメンタイトと思われる組織が残っている。ECAP 加工によってパーライト中の層状セメンタイトが分断され、さらに強加工により母相への固溶や析出を経て微細化されたと考えられるが形成過程の詳細は不明である。ここで Fig. 4 に示す粒界マップと比べると非常に微細な粒界群に SEM での微細組織部が対応し、逆にやや大きめの小角粒界で構成された粒界群が旧フェライト部に当たると思われる。すなわちセメンタイト様組織が ECAP 加工中の grain subdivision に貢献している可能性は高い。



(a) As-ECAPed.



(b) 823K-annealed.



(c) 873K-annealed.

Fig. 5 Histograms of grain diameter.

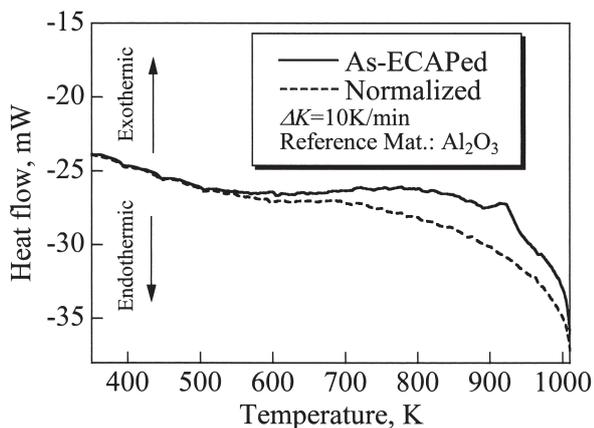


Fig. 6 Thermal reaction of as-ECAPed specimen by DSC.

4・3 強ひずみ加工組織の熱的安定性

本試験片では 823K から 873K の焼なまし温度の間で急激な粒成長を観測したが、Shin らは同様な報告として低炭素鋼 (0.15% C, 0.25% Si, 1.1% Mn) を用い RouteC で ECAP 加工した試験片について、813K から 873K の間で急激に粒成長したとしている。¹⁹⁾ Fig. 6 に示す DSC 曲線からは 900K 付近で特徴的な発熱ピークを持つことから、今回の急激な粒成長と対応すると考えられる。ま

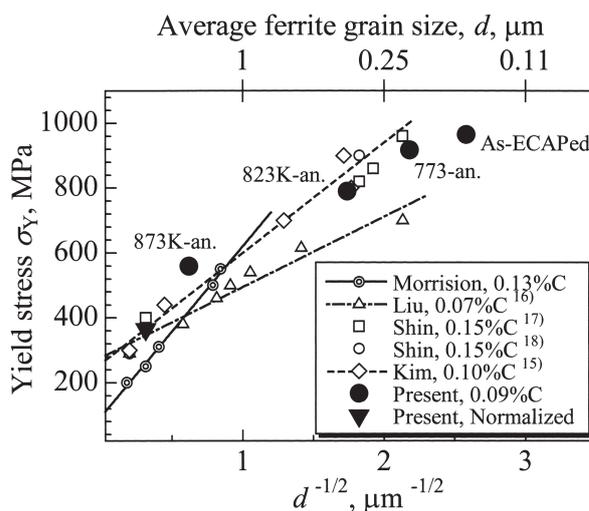
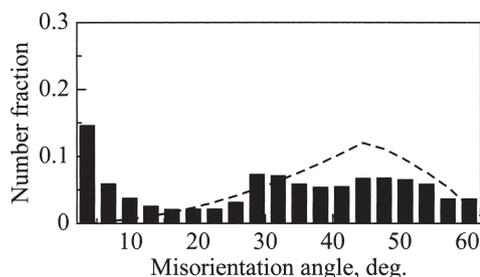
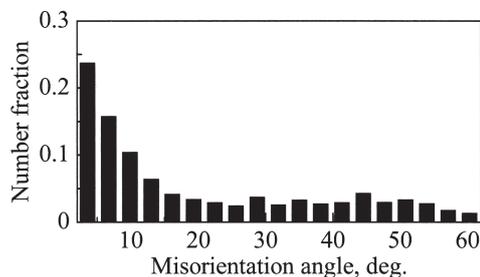


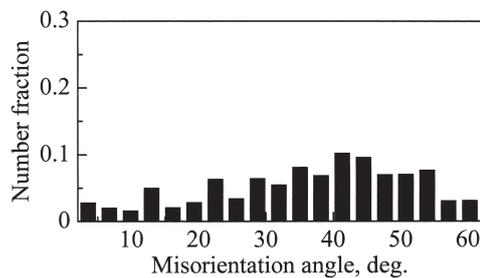
Fig. 7 Relation between average grain size and yield stress.



(a) As-ECAPed.



(b) 823K-annealed.



(c) 873K-annealed.

Fig. 8 Histograms of misorientation angle on grain boundary.

た 550K からの緩やかな発熱は 773K, 823K の緩やかな粒成長に対応する。金属の DSC 曲線における発熱ピークは主に (I) マルテンサイトからの第二相析出 (II) アモルファス相の構造緩和や結晶化 (III) 加工蓄積エネルギーの放出の場合に見られるとされる。²⁰⁾ しかしながら本試験片ではマルテンサイト相については EBSD 測定

から検出されていない。またここではデータの詳細は省略するが、X線回折線を測定したところアモルファス相の存在を示すハローは観察されず、通常のピーク形状を有していたことからアモルファス相の存在は考えにくい。それゆえ本試験片ではIIIによって発熱現象が起こっている可能性が高い。加工蓄積エネルギーの場合放出は連続的に起こると考えられ、それは550Kからの穏やかなピークに対応し、また900K付近の急なピークから一気に加工蓄積エネルギーの放出が起こったと考察される。

ここで材料内部に蓄えられた加工蓄積エネルギーについて考察するためEBSDデータよりKernel Average Misorientation (KAM) を求めた。Fig. 10にAs-ECAPed, 823Kおよび873K-annealed材のKAM値のヒストグラムを示す。KAMは結晶粒内の近接点間の結晶方位差分布であり、5度以上は他の結晶粒として見なされ、結晶粒内に存在する塑性ひずみ量に関係するパラメータと考

えられている。^{21), 22)} As-ECAPed材では0.7度付近をピークに3度までの方位差であったが、823K-annealed材では0.5度付近をピークとした形状に変化した。しかしながらその3度までの方位差は保たれている。それに比べて873K-annealedではほとんど1.0度以下の方位差となった。言い換えると強ひずみ加工によって誘起され蓄積された塑性ひずみが、823Kでの焼なましによって完全に除去されておらず、対して873Kでの焼なましでは、823Kの焼なましでは残っていた塑性ひずみの大部分取り除かれたと考えられる。Fig. 11は823K-annealed材におけるKAM値の分布マップを示す。図中の白線はFig. 4で定義した小角粒界、黒線は大角粒界を表す。これより高いKAM値を持つ部位は小角粒界付近に偏在して存在している。すなわちFig. 9でのフェライト様組織の部分に偏在していると考えられる。以上のことから改めてここで焼なましによる結晶粒粗大化過程を考察・整理すると、823Kまでの焼なましでは、先ず旧パーライト部分と思われる大角粒で構成された微細結晶粒群において、隣接する結晶粒の距離が比較的近いいため、低い

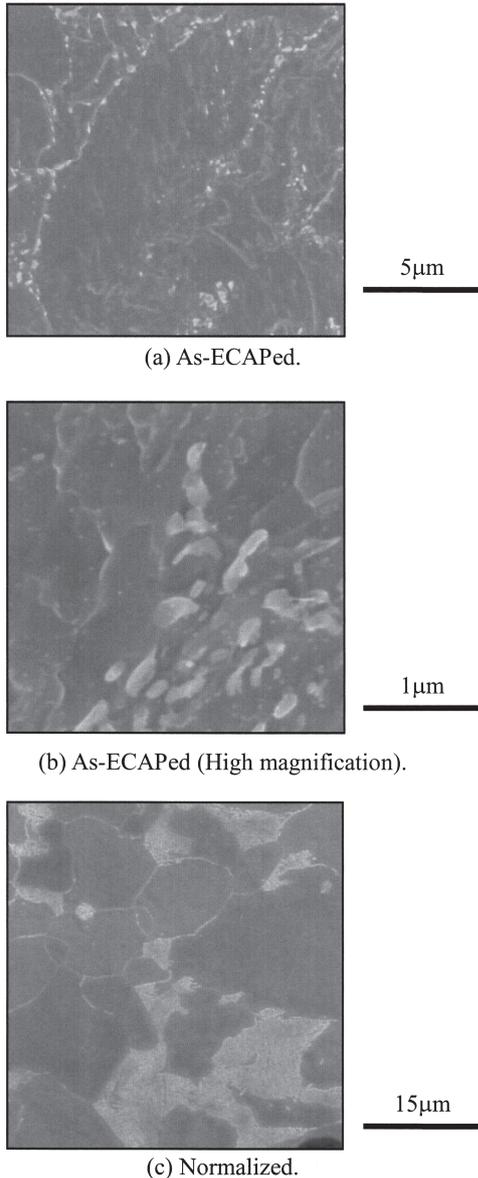


Fig. 9 SEM micrographs of as-ECAPed and normalized specimen.

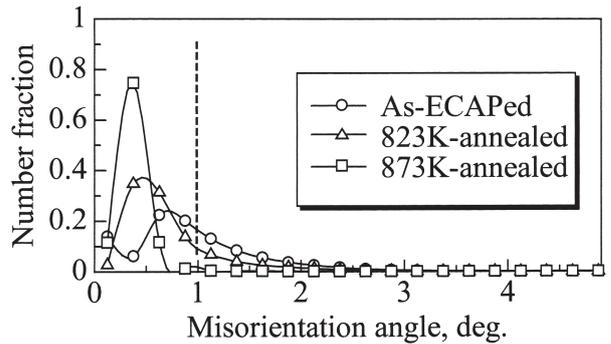


Fig. 10 Histograms of kernel angle misorientation.

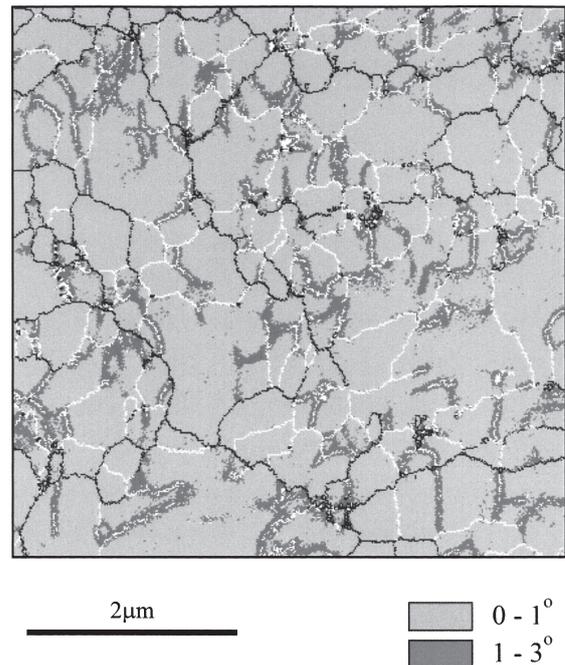


Fig. 11 KAM distribution map of 823K-annealed specimen.

温度でも容易に微結晶同士が合体して再結晶を起こし結果粒径が大きくなったと考えられる。一方で旧フェライト部分と思われる小角粒で構成された副結晶粒群においては、隣接結晶間隔が比較的大きいため、合体することが難しくそのままの状態を留めた。そしてさらに823Kを超えて873Kまでの温度域では、旧パーライト部分ではさらに隣接結晶との合体が進み、旧フェライト部分では炭化物の析出など何らかの原因により小角粒界付近の蓄積されたひずみが熱エネルギーとして開放され、結果小角粒界の消失により1つの旧フェライト粒界で構成される結晶粒に戻ったと考えられる。このような過程で873K-annealed材のような組織が得られたと推察される。

5 結 言

ECAP 法により作製した超微細結晶粒を持つ0.09%Cの低炭素鋼について引張試験および硬さ試験による強度評価を行い、次いでEBSD法による組織観察・解析により強度の結晶粒径依存性について確認した。加えて焼なまし熱処理による結晶粒粗大化過程について、EBSDおよびDSC測定データにより考察した。得られた主な結果を以下に示す。

(1) ECAP加工により低炭素鋼のフェライト結晶粒径は平均150nmまで微細化され、引張強度は焼ならし材の約2倍に高まった。しかし少なくとも773K以上の焼なまし熱処理により、結晶粒径の粗大化によって強度低下を招くことが確認された。

(2) 本試験片では823Kから873Kの焼なまし温度の間で急激な粒成長が観察された。またDSC測定で急激な発熱ピークが見られ、その温度域は急激な結晶粒成長と対応していた。

(3) EBSD測定でのKAM値からECAP加工後の結晶粒界付近に加工蓄積ひずみが多く存在し、823Kで5時間の焼なましでも完全には取り除くことはできなかった。

なお本研究のECAP加工材はモスクワ鉄鋼合金大学のS. V. Dobatkin教授より拝受した。加えてEBSD測定では新日鐵株の竹林重人氏、杉浦夏子博士、吉永直樹博士の多大なるご協力を賜った。またEBSD解析では(株)TSLソリューションズの安達新一郎氏にご協力いただいた。また引張試験では石川工試の鷹合茂樹博士にご支援いただいた。最後に試験片加工においては金沢大学工学部学生(現、東北大学大学院生)奥田倫也氏にご協力いただいた。関係諸氏にここに記して感謝の意を表す。

参 考 文 献

- 1) A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen, D. Y. Yang, F. Micari, G. D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski and A. Yanagida, "Severe plastic deformation (SPD) processes for metals", CIRP Annals - Manufacturing Technology, Vol.57, pp.716-735 (2008).
- 2) R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement", Progress in Materials Science, Vol.51, pp.881-981 (2006).
- 3) Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R. G. Hong, "Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process", Scripta Materialia, Vol.39, pp.1221-1227 (1998).
- 4) G. Sakai, K. Nakamura, Z. Horita and T. G. Langdon, "Developing high-pressure torsion for use with bulk samples", Materials Science & Engineering A, Vol.406, pp.268-273 (2005).
- 5) N. Tsuji, "Formation mechanism of ultrafine grained structure in severe plastic deformation of metallic materials", The Journal of the Iron & Steel Institute of Japan, Vol.94, pp.582-589 (2008).
- 6) T. Sakai and H. Miura, "Strain-induced grain refinement and its mechanisms during severe multi-directional forging", The Journal of the Iron & Steel Institute of Japan, Vol.94, pp.590-598 (2008).
- 7) Z. Horita, "Advanced mechanical properties of bulk metallic materials through microstructural refinement using severe plastic deformation", The Journal of the Iron & Steel Institute of Japan, Vol.94, pp.599-607 (2008).
- 8) N. Tsuji, "Ultrafine grained steels", The Journal of the Iron & Steel Institute of Japan, Vol.88, pp.359-369 (2002).
- 9) S. Takaki, "Nano-structure control technology in steel materials", The Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.56, pp.609-614 (2006).
- 10) K. Nagai, "Cho-tekkko", pp.1-230 (2006) Nikkan Kogyo Shimbun Ltd..
- 11) S. Li, I. J. Beyerlein and M. A. M. Bourke, "Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials : comparison with simple shear", Materials Science & Engineering A, Vol.394, pp.66-77 (2005).
- 12) R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation", Progress in Materials Science, Vol.45, pp.103-189 (2000).
- 13) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, "Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials", Acta Materialia, Vol.35, p.143-146 (1996).
- 14) R. Song, D. Ponge, D. Raabe, J. G. Speer and D. K. Matlock, "Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels", Materials Science & Engineering A, Vol.441, pp.1-17 (2006).
- 15) W. J. Kim, J. K. Kim, W. Y. Choo, S. I. Hong and J. D. Lee, "Large strain hardening in Ti-V carbon steel processed by equal channel angular pressing", Materials Letter, Vol.51, pp.177-182 (2001).
- 16) M. Y. Liu, B. Shi, C. Wang, S. K. Ji, X. Cai and H.W. Song, "Normal Hall-Petch behavior of mild steel with submicron

- grains”, *Materials Letters*, Vol.57, pp.2798-2802 (2003).
- 17) D. H. Shin, J.-J. Park, S. Y. Chang, Y.-K. Lee and K.-T. Park, “Ultrafine grained low carbon steels fabricated by equal channel angular pressing: Microstructures and tensile properties”, *ISIJ International*, Vol.42, pp.1490-1496 (2002).
- 18) D. H. Shin, C. W. Seo, J. Kim, K.-T. Park and W. Y. Choo, “Microstructure and mechanical properties of equal-channel angular pressed low carbon steel”, *Scripta Materialia*, Vol.42, pp.695-699 (2000).
- 19) D. H. Shin, B. C. Kim, K. T. Park and W. Y. Choo, “Microstructural changes in equal channel angular pressed low carbon steel by static annealing”, *Acta Materialia*, Vol.48, pp.3245-3252 (2000).
- 20) H. Kanbe and T. Ozawa, “*Netsubunseki*”, pp.105-pp.125 (1992) Kodansha Ltd..
- 21) H. Kimura, Y. Akiniwa, W. Yun and K. Tanaka, “Macroscopic and microscopic evaluation of plastic deformation behavior by X-ray diffraction and EBSP methods”, *The 39th Symposium on X-Ray Studies on Mechanical Behaviour of Materials*, pp.57-62 (2004) The Society of Materials Science, Japan.
- 22) Y. Zhong, F. Yin, T. Sakaguchi, K. Nagai and K. Yang, “Dislocation structure evolution and characterization in the compression deformed Mn-Cu alloy”, *Acta Materialia*, Vol.55, pp.2747-2756 (2007).
- 23) T. Inoue, Z. Horita, H. Somekawa and K. Ogawa, “Effect of initial grain sizes on hardness variation and strain distribution of pure aluminum severely deformed by compression tests”, *Acta Materialia*, Vol.56, pp.6291-6303 (2008).
- 24) S. Morooka, Y. Tomota, S. Adachi, S. Morito and T. Kamiyama, “Hierarchical characterization by EBSD and neutron diffraction on heterogeneous deformation behavior of a martensitic steel”, *The Journal of the Iron & Steel Institute of Japan*, Vol.94, pp.313-320 (2008).
- 25) S. Suzuki, “Introduction to EBSD method and its advantages with nano probe shottky FE-SEM”, *Materia Japan*, Vol.40, pp.612-616 (2001).
- 26) S. Suzuki and Y. Adachi, “Progress of EBSD analysis in micro texture evaluation”, *Materia Japan*, Vol.47, pp.72-78 (2008).