

修士論文

急速通電加熱を利用した局所焼入れ安定化のための通電制御

指導教員 牧 清二郎 教授

平成 25 年度

三重大学大学院工学研究科

博士前期課程 機械工学専攻

牧田 祐樹

目次

第1章	諸言	1
第2章	局所焼入れ部の加熱状態	2
第3章	実験方法	4
3.1	実験材料	4
3.2	実験装置	5
3.3	焼入れ状態の評価	10
第4章	急速通電加熱による SKD11 の局所焼入れ	12
4.1	通電条件と焼入れ状態の関係	12
4.2	焼入れ中心部硬さと電流の二乗時間積分値の関係	14
4.3	電流の二乗時間積分値を用いた通電局所焼入れの制御	17
4.3.1	実験システム	17
4.3.2	焼入れ表面における硬さ分布	19
4.4	電極径の影響	25
4.4.1	電極径 3.5mm の場合	25
4.4.2	電極径 7.0mm の場合	27
4.4.3	電極径による比較	29
第5章	異種鋼材への適用	33
5.1	実験材料	33
5.2	急速通電加熱による局焼入れ実験	35
5.2.1	焼入れ中心部硬さと電流の二乗時間積分値との関係	35
5.2.2	焼入れ表面の硬さ分布	38
第6章	結言	39

参考文献

謝辞

第1章 諸言

鋼の焼入れ処理とは、被処理材をオーステナイト化温度域まで加熱し、急冷することによってマルテンサイト変態させ、硬さの向上を図る熱処理である。一般的には、対象とする鋼全体を加熱、急冷して硬化させるが、金型のように一部にのみ負荷が加わる場合は、全体的に硬化させる必要が無い。そこで負荷が加わる部分についてのみ、局所焼入れを行い、鋼表面の硬さを部分的に向上させる局所焼入れが用いられている。

現行の局所焼入れ法としては、火炎焼入れやレーザ焼入れが挙げられる。火炎焼入れは、設備は安価だが、焼入れの成否を左右する加熱温度の見極めが難しく、熟練した技術が必要とされる。一方でレーザ焼入れは火炎焼入れと比べると、比較的容易に鋼表面に精密な焼入れ処理を行うことができる。そのため、局所焼入れに広く用いられている。しかし、設備の導入に多大な経費が必要であり、中小企業では導入が容易でない。また、レーザを取り扱う際には危険が多く、事故に十分に留意する必要がある。

ところで、金属の加熱方法の一つとして通電加熱が知られている。通電加熱は導電性を有する材料に直接通電し、その際に発生するジュール発熱により加熱を行う方法で、条件によっては急速な加熱も可能である。通電加熱に必要な設備は交流電源であれば安価であり、加熱温度の制御も比較的容易であることから、焼入れ処理に適していると考えられる。そこで、急速通電加熱を局所焼入れに適用したところ、被処理材の表面の電極接触部のみをオーステナイト化温度まで加熱し、局所的に焼入れ硬化を得ることに成功した¹⁾。さらに、処理条件が焼入れ状態に与える影響についての調査も行った²⁾。これらの結果から、急速通電加熱を用いた局所焼入れは、適切な通電条件下で電極接触部の焼入れが可能であり、火炎焼入れやレーザ焼入れの代替法としての利用が考えられるという結論に至った。

本研究では、冷間ダイス鋼 SKD11 を実験材料として、実用化に向けて必要となる安定した焼入れ状態を実現するための通電制御方法について検討した。また、焼入れに用いる電極のサイズの影響や、SKD11 以外の鋼種への急速通電加熱を利用した局所焼入れ法の適用について調査した。

第 2 章 局所焼入れ部の加熱状態

本局所焼入れ法では、図 2.1 に示すように被処理材を試験片よりも十分に大きな面積を有する銅板上に設置し、上部表面に円柱状の銅電極を押し付けて通電することで局所焼入れを行う。通電中は、図 2.1 中に示したような電流分布が被処理材内部で発生する。この時、被処理材上部表面と銅電極の接触部の電流密度が最も大きくなる。電流密度が大きいということは、その部分でのジュール発熱量が大きいことを意味する。これを利用し、被処理材表面と銅電極の接触部を局所的に高温に加熱する。

被処理材の電極接触部での任意の瞬間における加熱状態について考える。電極と被処理材が全面接触していると仮定した場合、電極の断面積 S が電極と被処理材の公称接触面積となる。電極と被処理材が全面接触状態で通電した場合、接触部に流れる電流の公称電流密度 i は、通電電流 I と電極の公称接触面積 S により、 $i=I/S$ と与えられる。しかし、目視では全面接触している様に見えても、実際は電極と被処理材は全面接触しておらず、それぞれの表面仕上げの状態によって部分接触をしている。そこで、電極と被処理材の接触面積率を ε とし、電気抵抗率を ρ とすると、被処理材の電極接触部における単位体積、単位時間あたりの平均発熱量 q は式(1)のように表される。

ところで、接触面積率 ε は、各物質で温度ごとにそれぞれ変化する降伏応力と、電極接触圧力 p_c に依存する。また、電気抵抗率 ρ も温度により変化する。電極接触圧力 p_c を局所焼入れ装置側で固定した場合、接触面積率 ε と電気抵抗率 ρ はいずれも温度に依存する物理量となる。これら 2 つの物理量は加熱速度に関わらず、温度ごとに特定の値を示す。すなわち、式(1)中で定数のように取り扱うことができるため、被処理材表面の電極接触部における発熱量 q は I に深く関係することが分かる。また、被処理材の電極接触部における通電による全発熱量 Q は、通電時間を t とすると、電流の二乗時間積分値 $\int I^2 dt$ に対して密接な関係があると予想される。したがって、適切な $\int I^2 dt$ の値を設定することで、電極接触部における通電による全発熱量 Q を制御し、安定した焼入れ状態を実現できる可能性が示唆される。

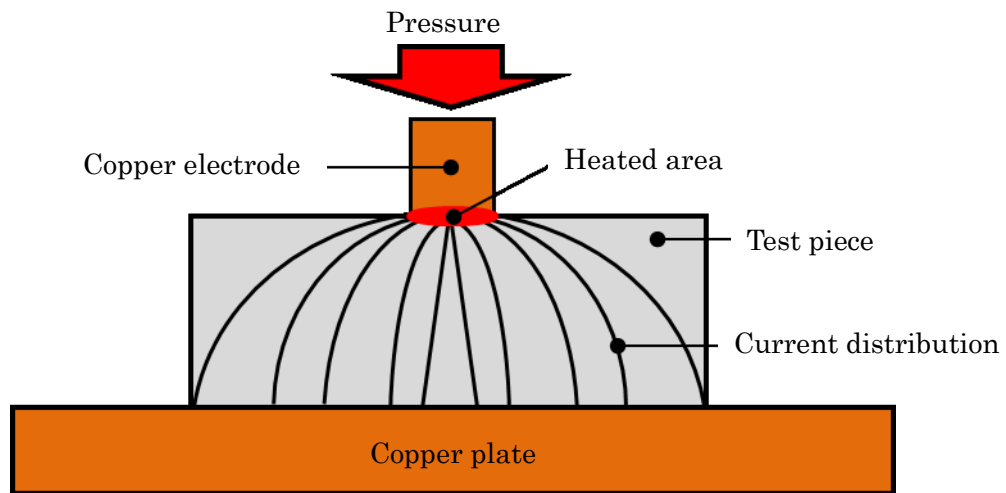


Fig.2.1 Model of resistance heating

被処理材の電極接触部における単位体積，単位時間あたりの平均発熱量

$$q = \frac{\rho}{\varepsilon} i^2 = \frac{\rho}{\varepsilon S^2} I^2 \quad (1)$$

i : 接触部における電流密度， I : 通電電流， S : 公称接触面積

ρ : 電気抵抗率， ε : 接触面積率

第 3 章 実験方法

3.1 実験材料

被処理材には、オーステナイト化温度から空冷で冷却することで焼入れ硬化を得ることが可能³⁾ なダイス鋼 SKD11 の丸棒（ $\phi 32$ ）を長さ 20mm で切断した円柱状試験片を使用した。試験片表面はラップ盤で研磨した後、バフ仕上げを施し、その面に局所焼入れを行った。図 3.1 に実験に用いた試験片を示す。

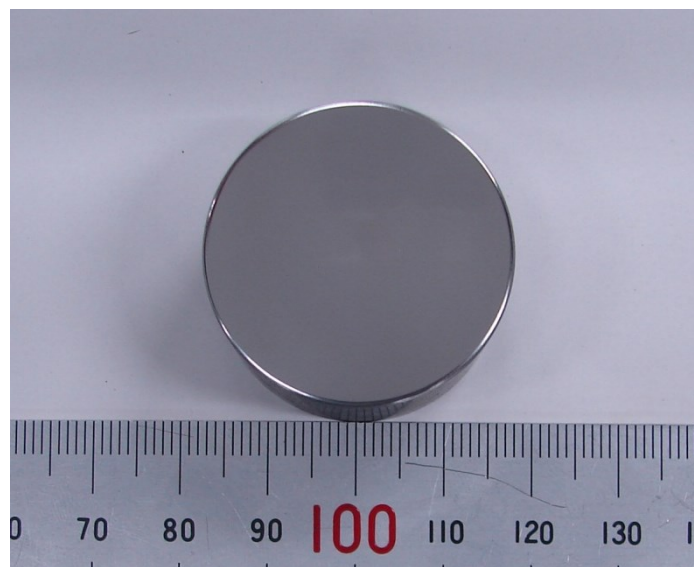


Fig.3.1 Test piece

3.2 実験装置

図 3.2 に今回使用した局所焼入れ装置、図 3.3 にその概略図を示す。通電加熱に用いる電極は、耐久性などと考慮し、スポット溶接や電気接点として使用されることの多い銅タングステン（C30A2 日本タングステン(株)製）を採用した。図 3.4 に電極の形状を示す。試験片に接する端部は、#2000 のエミリー紙で研磨し、スパークの発生や溶融による損傷、変形が生じない限りは繰り返し使用した。装置から絶縁された銅板の上側にこの電極を、下側に試験片 SKD11（ $\phi 32 \times 20h$ ）を固定した後、試験片表面に電極をエアシリンダにて押し付け、その状態で通電を行うことにより電極接触部を加熱した。エアシリンダの力はコンプレッサの空気圧により調節が可能である。そこで、一定の空気圧を与えた際の電極先端部の押付け力を、ロードセルにより測定し、キャリブレーションを行った。その結果から求めたコンプレッサの空気圧 P と電極先端部の押付け力 F の関係を図 3.5 に示す。電極接触圧力 p_c については、このグラフから算出された F を電極接触部の公称面積で除算したものをを用いた。また、エアシリンダと銅板間の四隅に適度な弾性を有するウレタンワッシャを挿入した。ウレタンワッシャの挿入は、エアシリンダと銅板間の絶縁を確保するとともに、加圧した際にウレタンワッシャが変形することで電極の片あたりを抑制することを目的としている。

図 3.6 に、エアシリンダにて加圧した際の電極と試験片の接触部の様子を示す。通電加熱用の電源には、常用定格 10kVA の交流電源を用いた。この電源は出力電圧（無負荷）を 0 ～10V の範囲で変化させることができる。電源の出力インピーダンスは、図 3.2, 3.3 に示した電極と試験片がそれぞれ固定されている銅板間での負荷に対して約 $2.5m\Omega$ である。通電加熱中に流れる電流は、温度変化に対して電気抵抗率の変動が比較的小さい SUS304 を基準抵抗として、端子間の電圧の値を測定し、その値から計算によって求めた。図 3.7 に、本実験で使用した装置中の基準抵抗を示す。

通電加熱後の冷却方法としては、電極を試験片に接触させた状態を保持することで冷却する方法と、通電完了直後に電極を離れた状態で冷却する 2 種類の方法が考えられる。後者を採用するには、電極を上下させる機構を通電装置と同期させる必要がある。そのため、今回は前者の冷却方法を採用することにし、通電完了後も 5s 以上、電極を試験片に押し付けた状態で保持し、加熱部を冷却した。



Fig.3.2 Equipment of the local hardening method using resistance heating

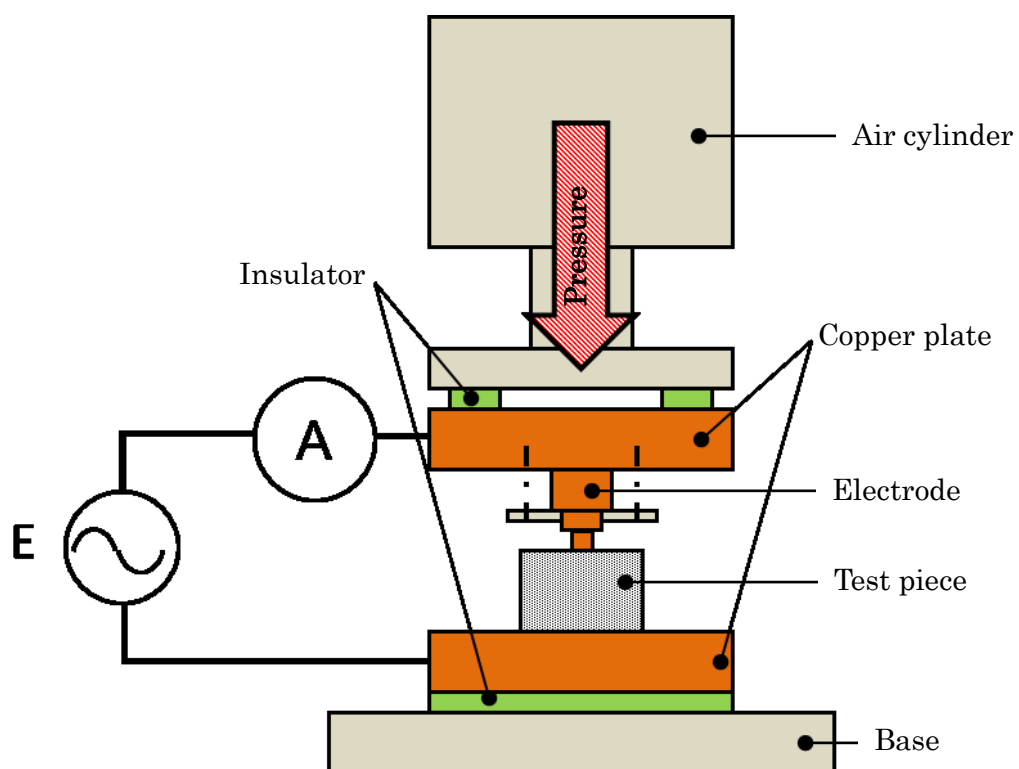


Fig.3.3 Schematic drawing of the local hardening method using resistance heating

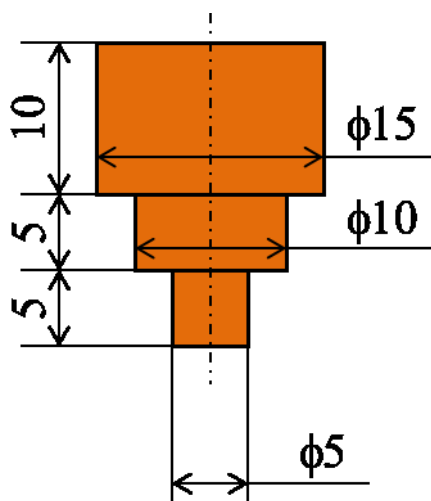


Fig.3.4 Shape and size of the electrode

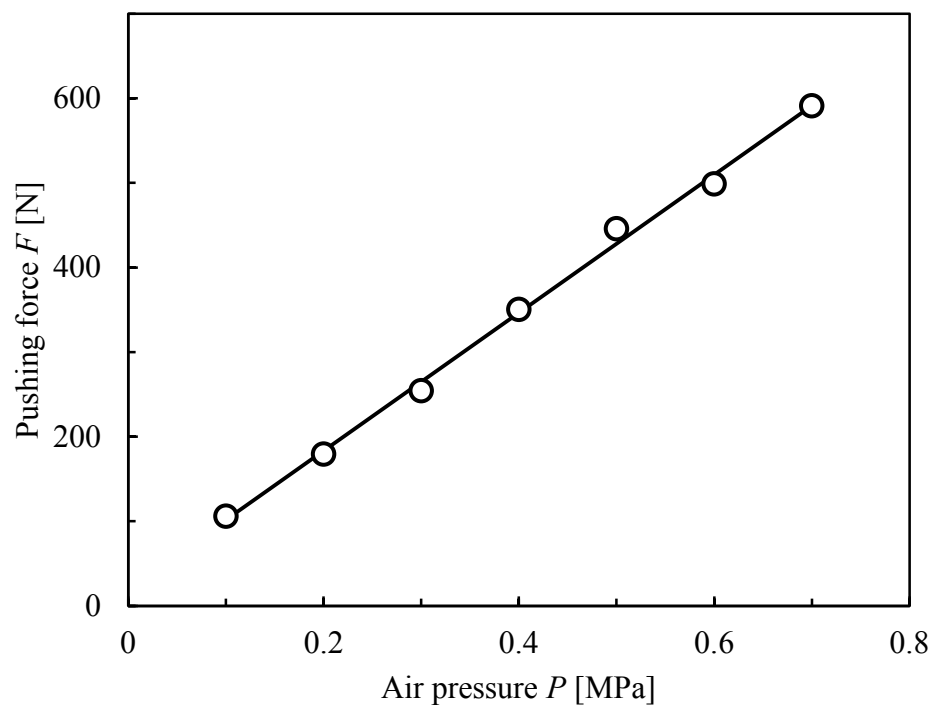


Fig.3.5 Relationship between air pressure and pushing force

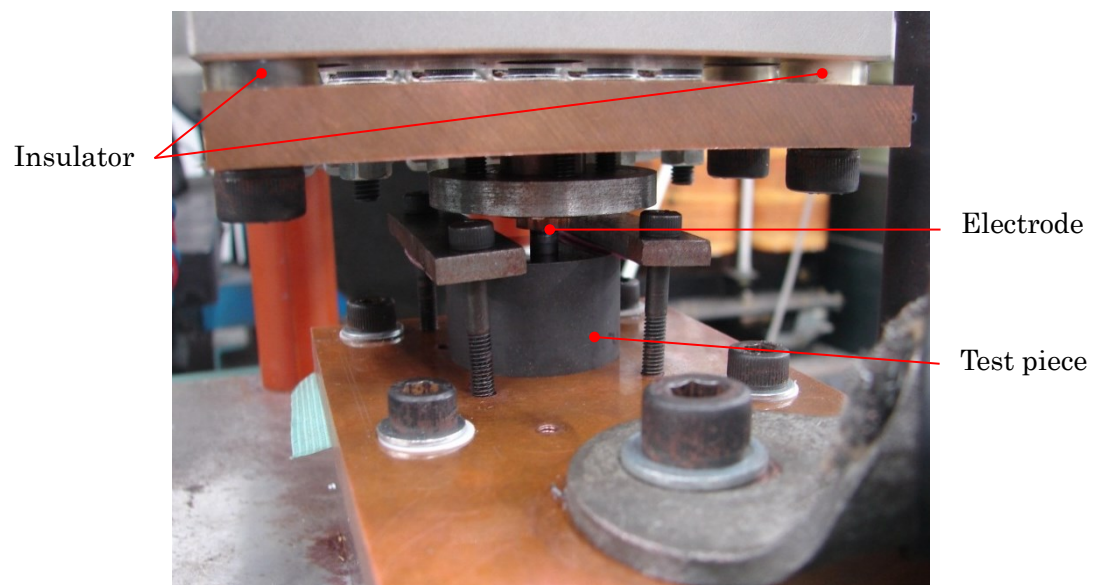


Fig.3.6 Contact part at time of pressurization

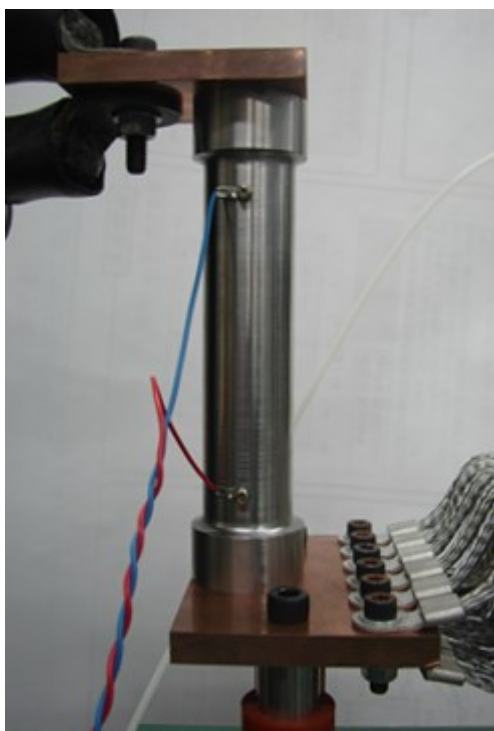


Fig.3.7 Standard resistance for measuring current

3.3 焼入れ状態の評価

通電局所焼入れ処理後，処理部の焼入れ状態を調べるために電極接触部の硬さをビッカース硬さ試験により測定した．図 3.8 に，本実験装置を用いて局所焼入れ処理を試みた試験片の電極接触部表面の一例を示す．試験片表面は電極先端部の円形状が反映されて，加熱領域も円形を呈していることが，大気酸化による変色などから見て取れる．

ビッカース硬さの測定方法について説明する．処理後の試験片表面を#2000 のエミリー紙を用いて研磨した後に硬さ試験を行った．試験条件は，試験荷重 1kgf, 加圧時間 10s である．測定位置は，加熱中心部で基準とする硬さを超えていればその周囲についてもほぼ均一に基準以上の硬さを示すため，焼入れの可否の判断を目的する実験では，加熱中心部のみ硬さ試験を行った．このような判断をした理由についての詳細は，次章 4.1 にて説明する．また，今回の実験では 700HV₁ を焼入れの基準とし，この値を超えたものを焼きが入ったとみなすことにした．硬化範囲を調査するために処理表面の硬さ分布を測定する場合には，図 3.9 に示すように加熱中心から任意の直線上において，加熱中心を基準に 0.5mm 間隔でビッカース硬さ試験を行うことで硬さ分布を得た．その際に，2 点の硬さの変化が大きい箇所については，2 点の中心にあたる点，すなわち 0.25mm 間隔にあたる点の硬さを追加して測定することで，硬さの変化をより細かく観察した．

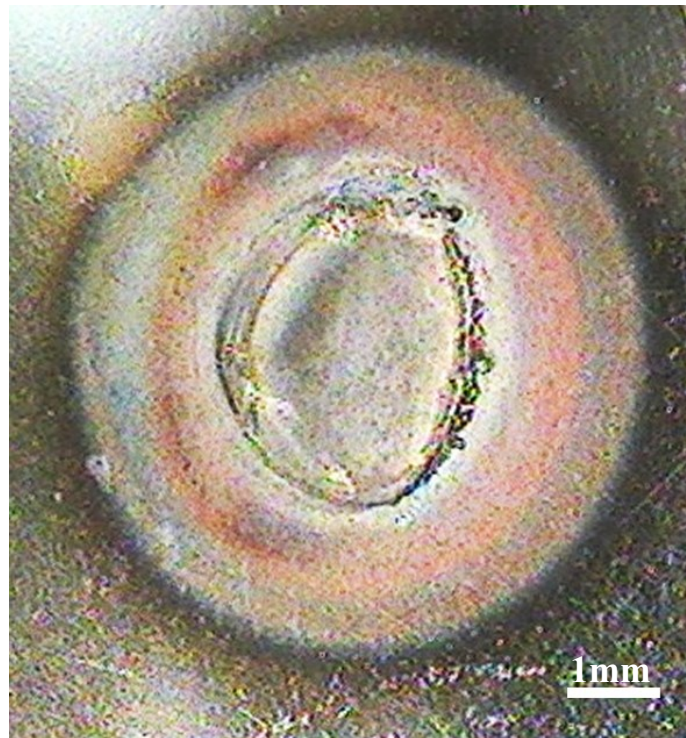


Fig.3.8 Example of treated surface center

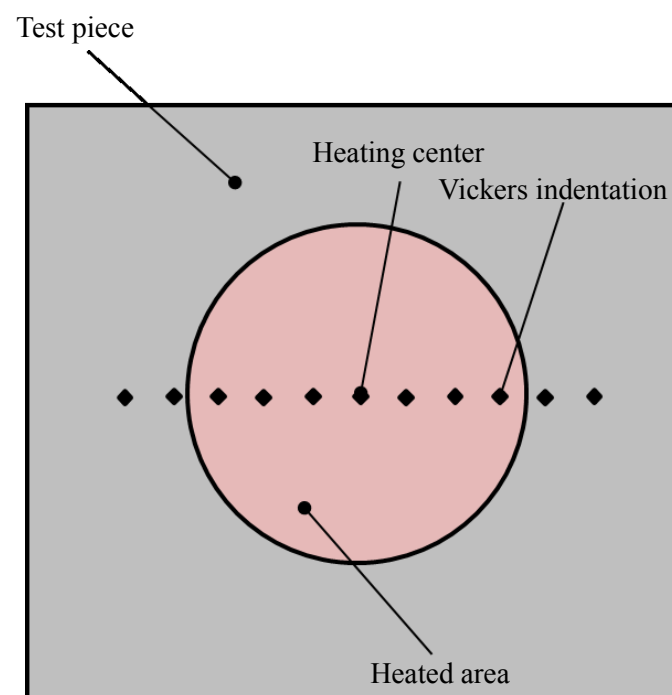


Fig.3.9 Method of measuring the hardness distribution

第 4 章 急速通電加熱による SKD11 の局所焼入れ

4.1 通電条件と焼入れ状態の関係

通電条件が焼入れ状態に及ぼす影響について説明する。電極接触圧力 $p_c=21.8\text{MPa}$ 、通電時間 $t=1\text{s}$ 、通電電圧 $E=6, 7, 8\text{V}$ で通電局所焼入れを行い得られた、加熱部のビッカース硬さの分布を図 4.1 に、試験片の電極接触部表面の写真を図 4.2 に示す。図 4.2 から通電電圧を上昇させて入熱量を増加させることに伴い、円形の加熱領域が拡大していることが確認できる。図 4.1 の電圧 6V の条件を見てみると、硬化は電極中心部から少し離れた位置から起こることが分かる。しかし、本装置の目的を考えた場合、ここで得られたような環状の焼入れ状態は不適當であると言える。電圧を 7, 8V と増加させると、硬化が始まる位置の硬さが上昇すると共に、硬化域が内側へと環状に発達することが見てとれる。電圧 8V の条件では、中心部も周囲とほぼ同等な硬さまで硬化し、焼入れの基準とした 700HV_1 を超える硬さとなるため、一様な焼入れ状態にあると言える。前章で焼入れの可否について、加熱中心部の硬さを測定することで判断できるとしたのは、この現象を確認したためである。また、いずれの条件においても、加熱中心部からおおよそ 1.5mm 離れた位置から大きく硬さが減少している。図 4.2 から電圧を上げることで加熱領域が拡大していることが確認できるため、さらに電圧を上げることで加熱領域を拡大し、硬化域を増加させることができるように思える。しかしながら、入熱量を過剰に増加させると、電極と試験片が溶着してしまうため、焼入れ処理として不適當な状態となってしまう。したがって、溶着が発生しない範囲の条件で通電焼入れ処理を行う場合、オーステナイト化温度まで加熱される領域は、電極サイズに応じて鋼種ごとにある位置で限界に達し、最大硬化領域は電極のサイズに概ね依存するものと考えられる。

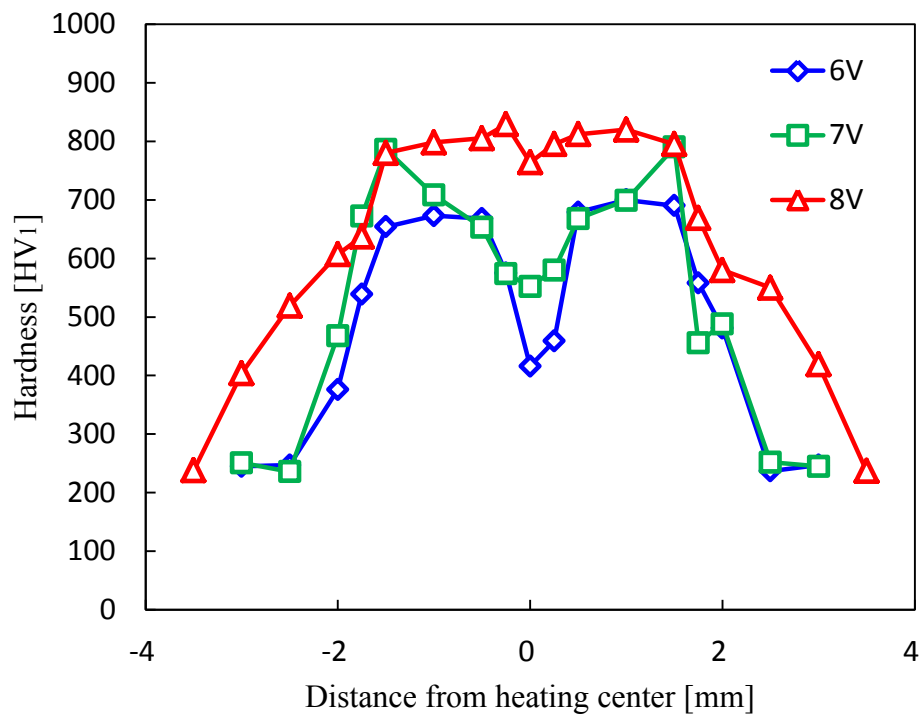


Fig.4.1 Variation of hardness distribution with electrifying voltage E .
(Contact pressure $p_c = 21.8\text{MPa}$, Electrifying time $t = 1.0\text{ s}$)

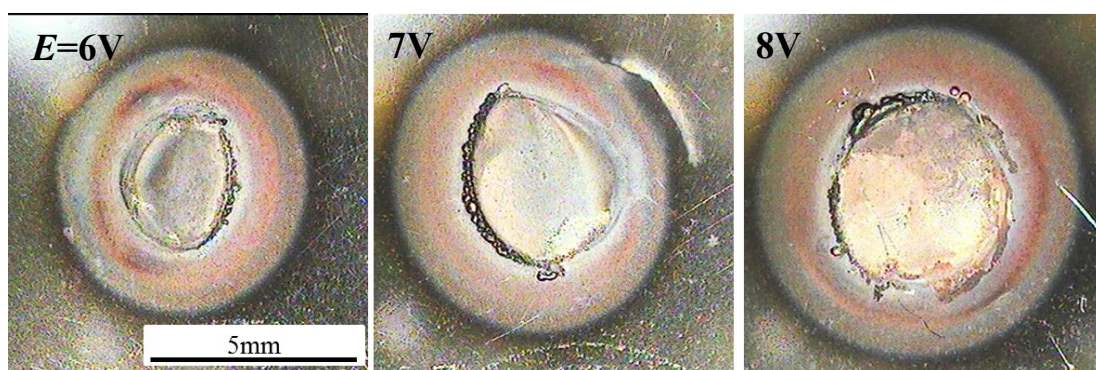


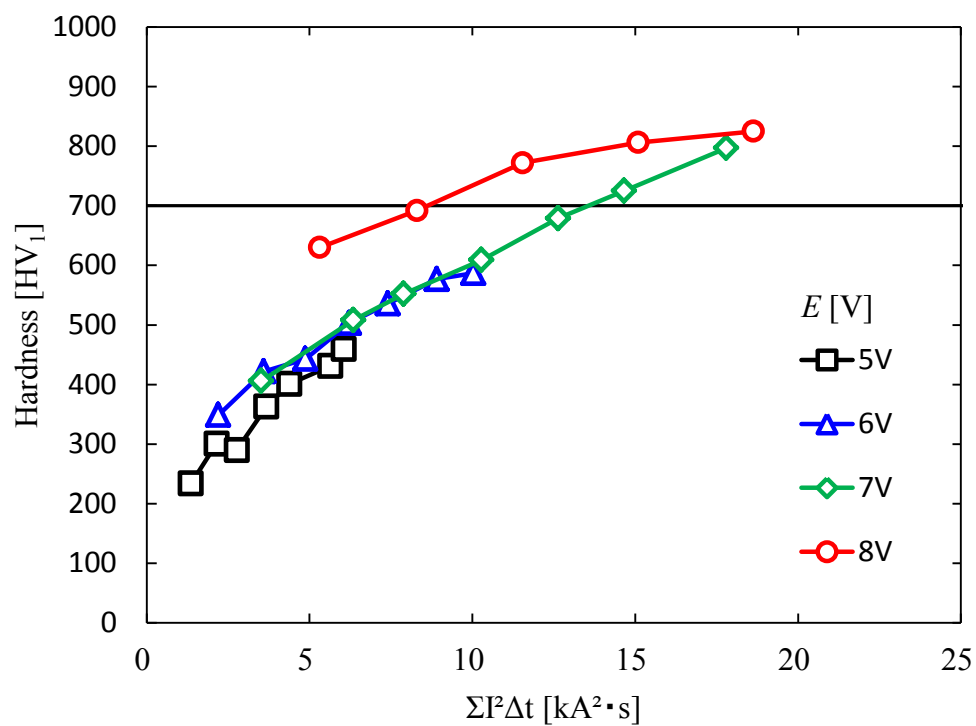
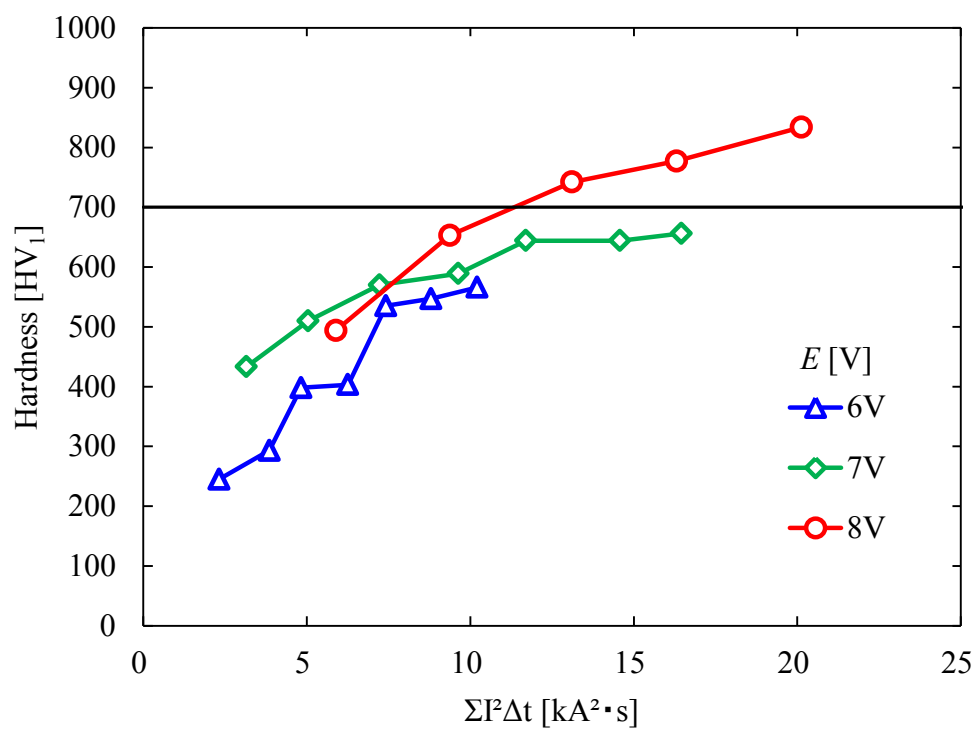
Fig.4.2 Changes in treated surface with electrifying voltage E
(Contact pressure $p_c = 21.8\text{MPa}$, Electrifying time $t = 1.0\text{ s}$)

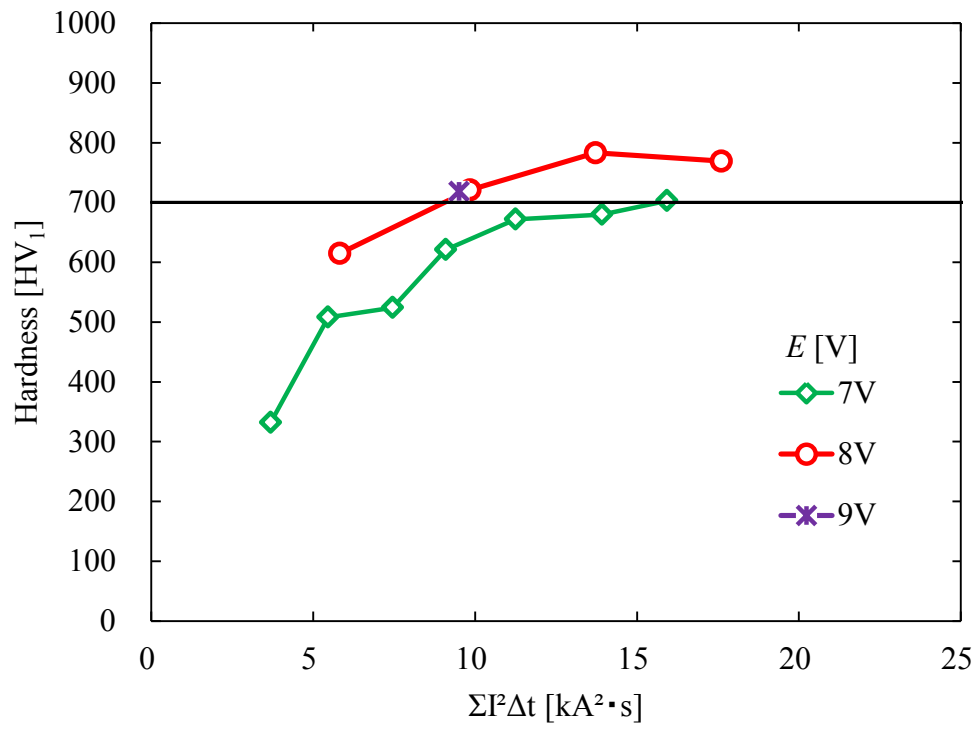
4.2 焼入れ中心部硬さと電流の二乗時間積分値の関係

図 4.3 に電流の二乗時間積分値と焼入れ中心部の硬さの関係を示す. 電流の二乗時間積分値は $\int I^2 dt$ で表されるが, パソコン上では 0.5ms 間隔でデータを採取しているため, $\sum I^2 \Delta t$ として計算し, これを電流の二乗時間積分値として扱う. 図 4.3 のグラフは以下のような実験から得られたものである. 3 つの電極接触圧力 $p_c=13.5, 21.8, 30.1\text{MPa}$ に対し, 通電電圧 $E=5\text{V}\sim 9\text{V}$ の間で, それぞれ 1V 刻みで 3 段階もしくは 4 段階の値を設定し, 時間制御による通電焼入れ処理を行った. 通電時間 t は 0.5~2.0ms まで 0.25ms 間隔で設定した. 図 4.3 中に示した各グラフの左端の点が通電時間 $t=0.5\text{s}$ に対応する. そこから右に順に 0.5ms, 0.75ms …と対応する点が続いていく. 焼入れ処理の適用対象を考えた場合, 表面に大きな損傷を与える処理は不適當であるため, 電極の溶着が確認された実験点については, 通電時間が 2.0s 以下の条件であっても図中に示していない. また, 同様の理由から溶着が確認された条件よりも長い通電時間の実験については実施していない. また, 本研究では 2 章でも述べたように HV_1700 を焼入れの判断基準とした.

3 つの圧力条件すべてにおいて, $\sum I^2 \Delta t$ の値が大きくなるにつれて, 焼入れ中心部の硬さが増すことが確認できる. $p_c=13.5\text{MPa}$ では 5V から 7V の電圧の変化では, $\sum I^2 \Delta t$ と焼入れ中心部の硬さの関係の変化は少ない. 一方で, $E=8\text{V}$ に通電電圧を上昇させると, $\sum I^2 \Delta t$ の値が同様であっても, 焼入れ中心部の硬さがより硬くなることが分かる. 同様に, $p_c=21.8\text{MPa}, 30.1\text{MPa}$ でも, 電圧を上昇させると $\sum I^2 \Delta t$ の値が同様であっても, 焼入れ中心部がより硬くなる現象が確認できた. 電圧が低い条件ほど同じ $\sum I^2 \Delta t$ を与えるために長い通電時間が必要とされるため, 通電時間中の放熱の影響が大きくなる. このため, 昇温速度が小さくなり加熱部の到達温度が低くなるため, オーステナイト化域に十分に加熱されていないと考えられる. これは $p_c=21.8\text{MPa}, 30.1\text{MPa}$ において, 任意の通電電圧条件に着目した場合に, グラフが右に進むにつれて, すなわち通電時間が長くなるに伴い, 硬さの増加量が減少することからも説明できる. このことから制御の精度を高めるためには, 周囲の環境による影響を小さくするためにも, 通電時間を短時間に留めて, 放熱の影響を小さくする必要があると言える. しかし, 短時間に大量のエネルギーを投入するとスパークが発生する恐れもある. そこで, スパークの発生を防ぐことができ, かつ周囲の環境による放熱の影響が小さいと考えられる通電時間 1s を制御の基準とすることにした.

ちなみに, 通電時間 1s 以内で加熱中心部の硬さが基準の HV_1700 を満たすための $\sum I^2 \Delta t$ の値は, 圧力条件ごとに, $p_c=13.5\text{MPa}$ では約 $8.5[\text{kA}^2 \cdot \text{s}]$, $p_c=21.8\text{MPa}$ では約 $12.5[\text{kA}^2 \cdot \text{s}]$, $p_c=30.1\text{MPa}$ では約 $9.0[\text{kA}^2 \cdot \text{s}]$ という値を示した.

(a) $p_c = 13.5\text{MPa}$, $E = 5, 6, 7, 8\text{V}$ (b) $p_c = 21.8\text{MPa}$, $E = 6, 7, 8\text{V}$



(c) $p_c = 30.1 \text{ MPa}$, $E = 7, 8, 9 \text{ V}$

Fig.4.3 Variation of hardness at the heating center with value of $\Sigma I^2 \Delta t$.

4.3 電流の二乗時間積分値を用いた通電局所焼入れの制御

4.3.1 実験システム

先に得られた実験結果から、電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) を制御のパラメータとして用いることができる可能性が示唆されたため、これを用いた制御システムを構築した。システム全体の概略図を図 4.4 に示す。このシステムは 2 章の図 2.7 で示した基準抵抗で測定した電流値を乗算器にて積算する。それを積分器にて時間積分し、比較器で設定した値に達し次第、通電を完了するようになっている。指令値は装置に取り付けているダイヤルで調整することができる。図 4.4 中の指令値と $\sum I^2 \Delta t$ の値との関係は、事前に電極接触圧力 $p_c = 21.8 \text{ MPa}$ 、通電電圧 $E = 8 \text{ V}$ にてキャリブレーションを行った。図 4.5 にその結果を示す。図 4.5 からダイヤルの値に比例して、 $\sum I^2 \Delta t$ の値が増加することが分かる。本制御方法は電流が流れた量について測定しているため、通電条件が変化した際には通電時間は変化するが、指令値と $\sum I^2 \Delta t$ の値との対応については変化しない。確認のために通電電圧 $E = 7 \text{ V}$ 、指令値 3.0 としたところ、前述した条件の場合と 1%未満の誤差に収まる値を示した。この結果から以降は、電極接触圧力 $p_c = 21.8 \text{ MPa}$ 、通電電圧 $E = 8 \text{ V}$ にて行った実験から得られた直線近似式を用いて $\sum I^2 \Delta t$ の値を設定した。

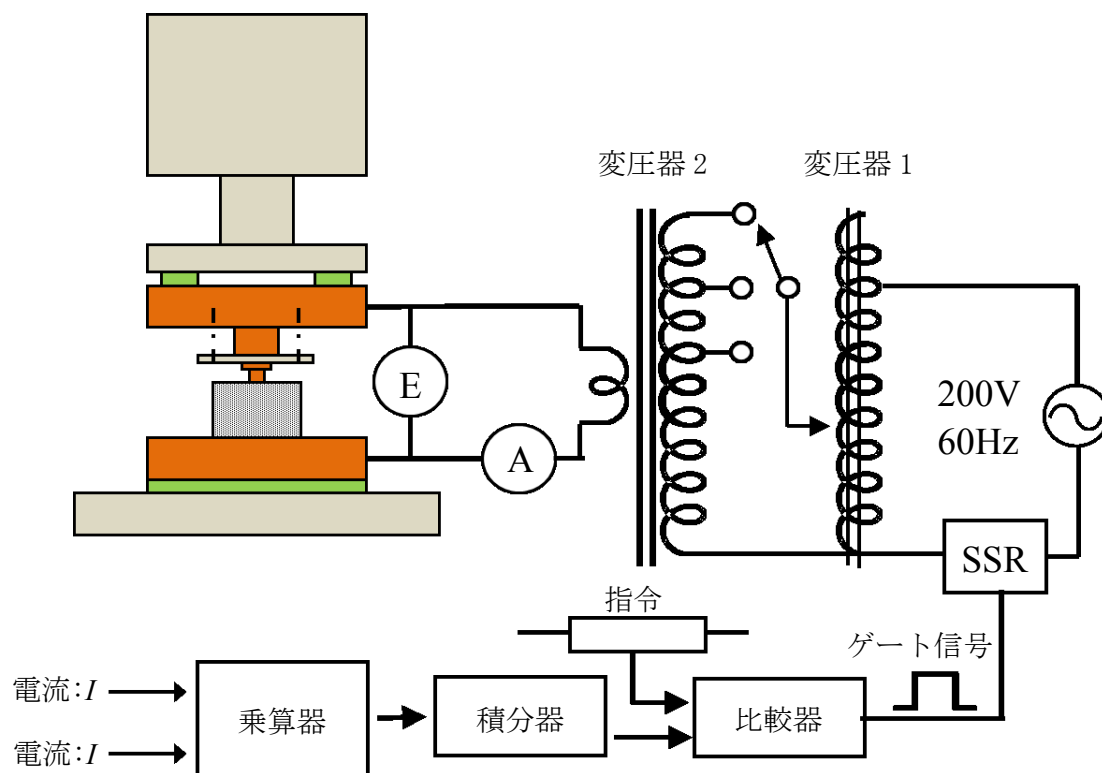
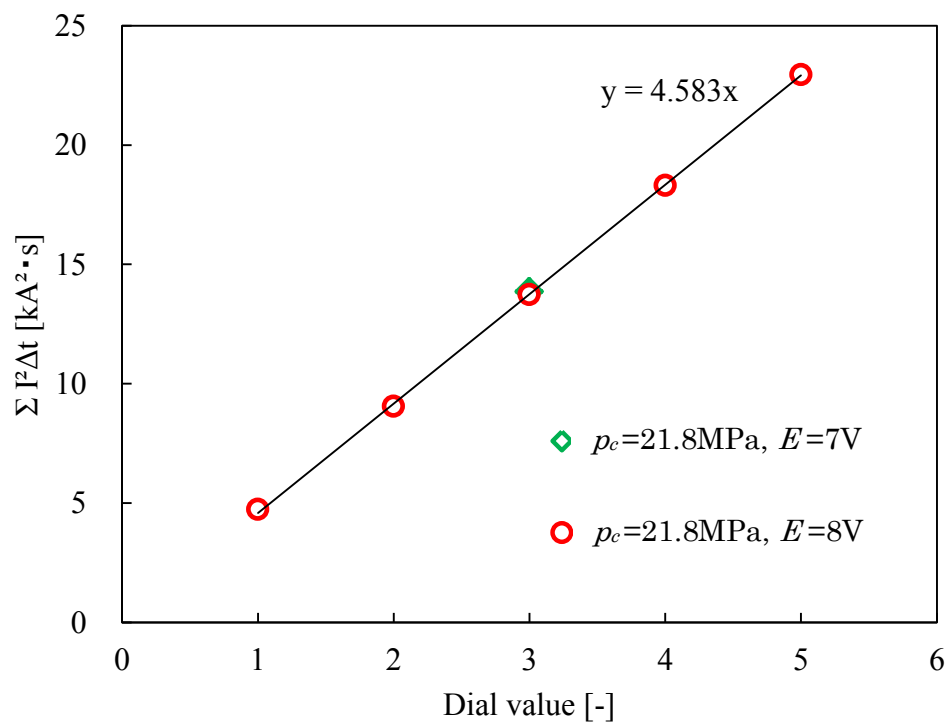


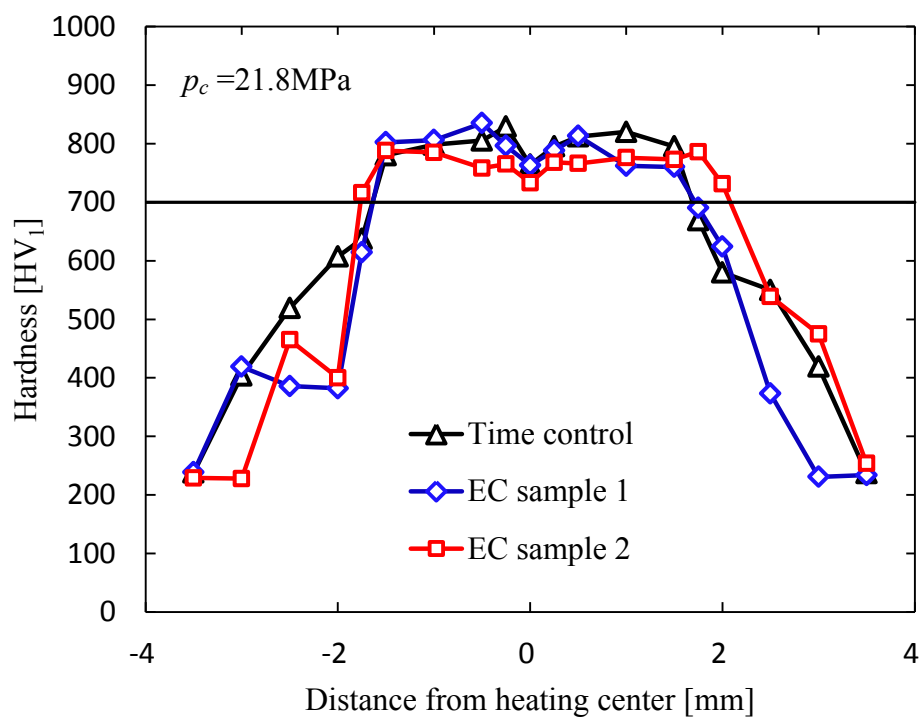
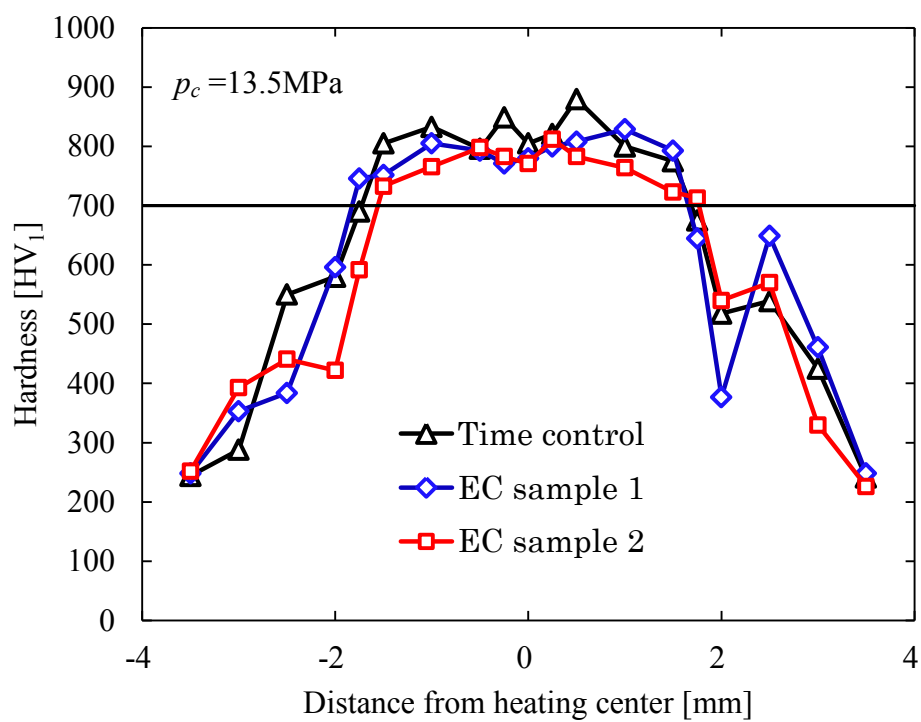
Fig.4.4 Schematic drawing of the local hardening system

Fig.4.5 Relationship between $\Sigma I^2 \Delta t$ and command value

4.3.2 焼入れ表面における硬さ分布

4.3.1 で示したシステムによる制御の可否，再現性を確認するための試験を行った．実験の手順について説明する．これまでの実験結果から得られた，電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) と焼入れ中心部の硬さの関係から，放熱の影響が小さいと考えられる通電時間 $t=1\text{s}$ で十分な焼入れが可能であると判断した条件，通電電圧 $E=8\text{V}$ ，電極接触圧力 $p_c=13.5\text{MPa}$ ， 21.8MPa ， 30.1MPa にて，事前実験として通電時間制御による焼入れ処理を行い， $\sum I^2 \Delta t$ と焼入れ処理部の硬さ分布を測定した．この事前実験から得られた $\sum I^2 \Delta t$ の値を設定値に用いて， $\sum I^2 \Delta t$ による局所焼入れの通電制御実験（EC）を行った．図 4.6 に通電時間制御処理により得られた硬さ分布と， $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御により得られた硬さ分布の比較を示す．また，表 4.1 に通電時間制御処理にて測定し，設定値とした $\sum I^2 \Delta t$ の値と， $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御を行った際に実際に測定された $\sum I^2 \Delta t$ の値を示す．

表 4.1 より， $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御で実際に観測された値は，設定値に近い値を測定したことが分かるため， $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御は安定してエネルギーを投入できていると言える．本焼入れ法は電極と試験片の接触状態が焼入れ状態に影響を与ええるため，図 4.6 の硬さ分布において若干の誤差は見られるが，焼入れ部のビッカース硬さおよび硬化領域の幅は，ほぼ同じ様相であった．このことから， $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御は安定した焼入れ処理に有効であると言える．



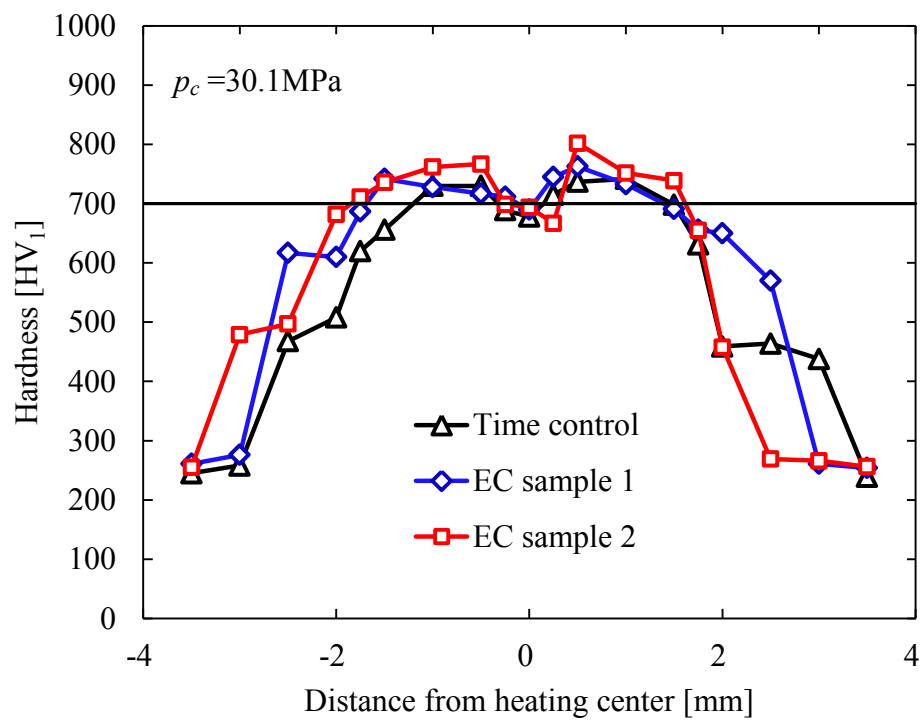


Fig.4.6 Hardness distributions in time- and $\sum I^2\Delta t$ value- electrification controls.
(Electrifying voltage $E=8V$)

Table 4.1 Comparison of values of $\sum I^2\Delta t$ [$kA^2 \cdot s$] set and measured in electrification control at electrifying voltage $E=8V$.

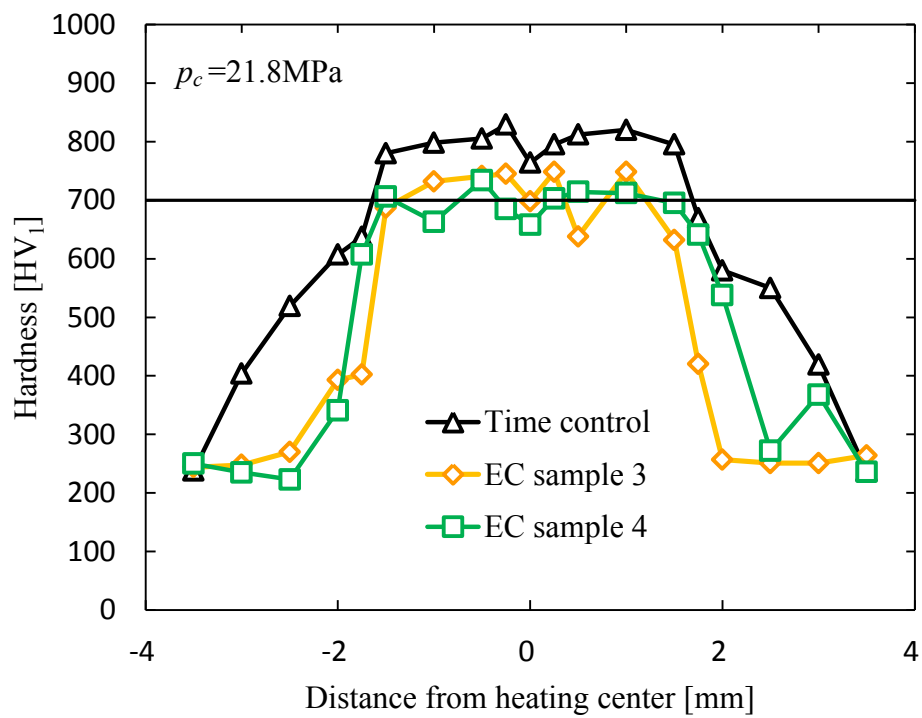
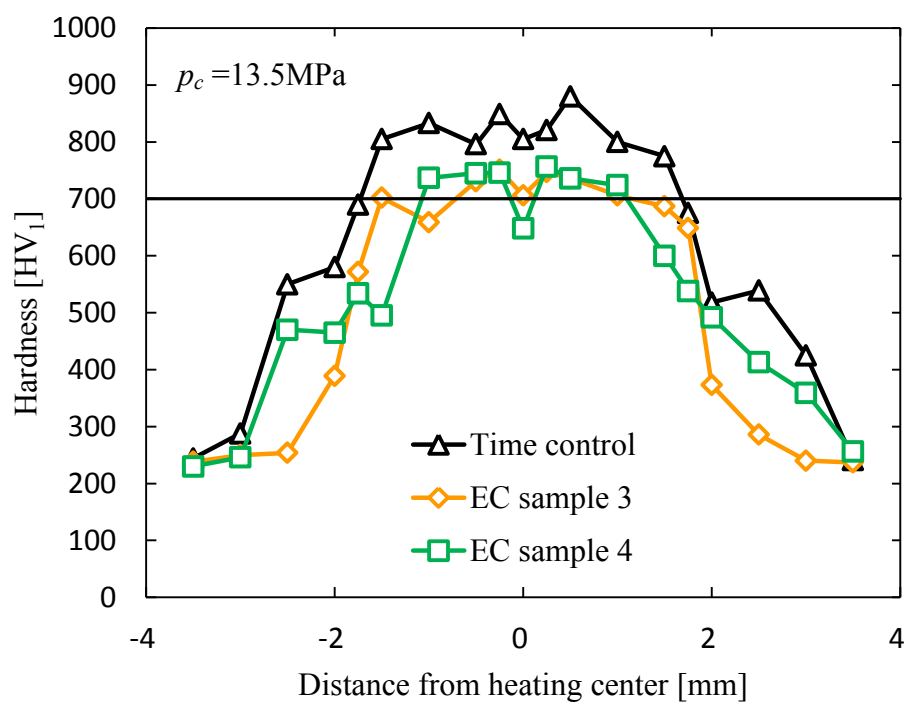
	$\sum I^2\Delta t$ [$kA^2 \cdot t$]		
Contact pressure p_c	13.5MPa	21.8MPa	30.1MPa
Set value	12.3	13.6	13.4
EC sample1	12.5	13.6	13.4
EC sample2	12.5	13.7	13.3

本法の実用化を想定すると、下部の電極の取り付け位置と焼入れ処理を行う位置との関係で、被処理部の負荷が増減することが考えられる。ここでは、被処理部の負荷が増加して、通電電流が低下した場合にどのような影響が現れるかについて調査した。 $\sum I^2 \Delta t$ の設定値と電極接触圧力 p_c については値を維持し、通電電圧 E を 8V から 7V に減少させることで、負荷が増加して通電電流が減少する状態を仮想的に実現させた。この条件で、再び $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御で焼入れ処理を行った。先の通電電圧 $E=8V$ の条件で約 1s であった通電時間は、オームの法則ならびにジュールの第一法則から計算すると 1.3s 程度に増加すると推定される。なお、実際の実験においては 1.3~1.5s の範囲で通電が完了した。

図 4.7 に電極押付け圧力 $p_c=13.5\text{MPa}$, 21.8MPa , 30.1MPa の条件下で、先の時間制御による事前実験で得られた硬さ分布と、通電電圧 $E=7V$ と減少させて行った $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御にて得られた硬さ分布の比較を、表 4.2 に事前実験から得られた $\sum I^2 \Delta t$ の設定値と通電電圧 $E=7V$ と減少させて行った $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御で実際に測定された $\sum I^2 \Delta t$ の比較を示す。

表 4.2 より、こちらも $\sum I^2 \Delta t$ による通電制御で実際に観測された値は、設定値に近い値を測定した。しかしながら、図 4.7 より設定した $\sum I^2 \Delta t$ の値が同値でも通電時間が長くなることで、放熱の影響が大きくなり十分な焼入れを得られないことが分かった。電極接触圧力ごとに比較してみると、電極押付け圧力が小さい条件の方が、ビッカース硬さの低下や硬化範囲の減少が大きく、電極押付け圧力 $p_c=30.1\text{MPa}$ ではあまり大きな変化がないことが分かる。電極接触圧力が小さい条件では、電極と試験片の接触率が低く、真の電流密度が大きくなることで、接触部の発熱が多くなるために焼入れに必要な $\sum I^2 \Delta t$ の設定値が小さい。しかしながら、試験片表面以外の発熱については、他の条件と比較して大きな差は無いと考えられる。そのため、通電電流が減少して通電時間が長くなると、通電電流は発熱に二乗で影響するために接触部での発熱量が大きく減少し、さらに他の部分への放熱が起こる時間は長くなるために設定値が低いこともあり、入熱の不足が顕著に現れていると考えられる。

これらのことから、電流の二乗時間積分値 $\sum I^2 \Delta t$ を用いて制御するには、事前に適切な $\sum I^2 \Delta t$ を調査する際に、対応する通電時間にも留意しなければならないことが分かる。通電が想定する時間範囲内に完了しなかった場合には、実際に処理にかかった時間を t_1 、その際の通電電圧を E_1 として、 $\sum I^2 \Delta t$ のパラメータを測定した際の基準となる処理時間を t_0 とすると、通電電圧 E_1 を $\sqrt{t_1/t_0}$ 倍することで解決を図ることができる。



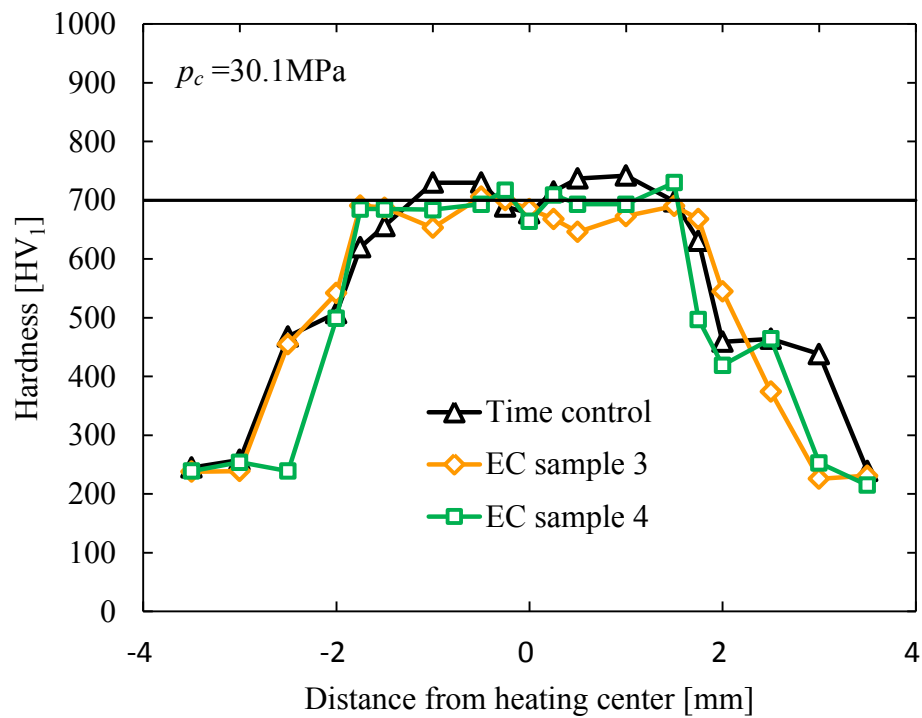


Fig.4.7 Hardness distributions in time- and $\sum I^2 \Delta t$ value- electrification controls.
(Electrifying voltage $E = 7V$ ($\sum I^2 \Delta t$ value), $8V$ (time control))

Table4.2 Comparison of values of $\sum I^2 \Delta t$ [$kA^2 \cdot s$] set and measured in electrification control at electrifying voltage $E=7V$.

	$\sum I^2 \Delta t$ [$kA^2 \cdot t$]		
Contact pressure p_c	13.5MPa	21.8MPa	30.1MPa
Set value	12.3	13.6	13.4
EC sample3	12.4	13.8	13.5
EC sample4	12.6	13.8	13.4

4.4 電極径の影響

前節までは接触部直径が 5mm の電極で加熱を行ってきたが、被処理材のサイズや、要求される焼入れ領域によっては、電極の接触部面積の変更を求められる。そこで本節では、接触部直径 5mm の電極に対して、公称接触面積が約半分となる接触部直径 3.5mm の電極、約 2 倍となる接触部直径 7.0mm の電極を用いて通電焼入れ処理を行い、電極径の影響について調査した。

4.4.1 電極径 3.5mm の場合

接触部の電極径を 3.5mm にした電極を用いて、通電時間 $t=1s$ における電流の二乗時間積分値 ($\Sigma I^2 \Delta t$) と加熱中心部の硬さの関係を調べた。その結果を図 4.8 に示す。これは次のような条件で行った実験で得られたものである。電極接触圧力 p_c は、電極接触部直径 5mm の実験から 21.8MPa の場合が最も安定すると判断したが、コンプレッサの出力の関係上、接触部直径 7.0mm の電極ではこの圧力が確保できないため、 $p_c=13.5MPa$ に設定し、通電時間 $t=1s$ 、通電電圧 E を 4~6.5V に変化させることで通電電流を変化させて通電焼入れ処理を行った。ただし、通電電圧 $E=6.5V$ の条件は電極の溶着が確認されたため記載していない。図 4.8 より、接触部直径 5mm の電極を用いた場合と同様に $\Sigma I^2 \Delta t$ が増加するのに伴い、中心部の硬さが増加していることが分かる。

次に基準としている 700HV₁ を超える中心硬さが得られる条件で、通電焼入れ処理を行い、接触部直径が 3.5mm の電極を用いることで得られる硬さ分布について調査した。その結果を図 4.9 に示す。これは電極接触圧力 $p_c=13.5MPa$ 、通電時間 $t=1s$ 、通電電圧 $E=5V$ の条件下で行われたものである。

図 4.9 中、Sample1 と Sample2 の焼入れ処理中に測定された $\Sigma I^2 \Delta t$ の値はそれぞれ 2.56, 2.92 [$kA^2 \cdot s$]であった。この数値のばらつきは、変圧用のボルトスライダがデジタルではないために接点がずれて完全に同じ電圧条件で加熱ができていない、もしくは交流電源の特性上、周期の途中で通電を止めることができないことに起因すると考えられる。図 4.9 より、電極の接触状態が原因と思われる硬化域の発生位置の違いはあるが、よく似た硬化範囲、硬さの値を得ることができた。2 つのデータを比較すると、Sample2 が硬化域の縁の部分の硬さが大きく、硬化域も 0.25mm 広いことが確認できる。これは先に述べた $\Sigma I^2 \Delta t$ の値の差によるものと考えられる。

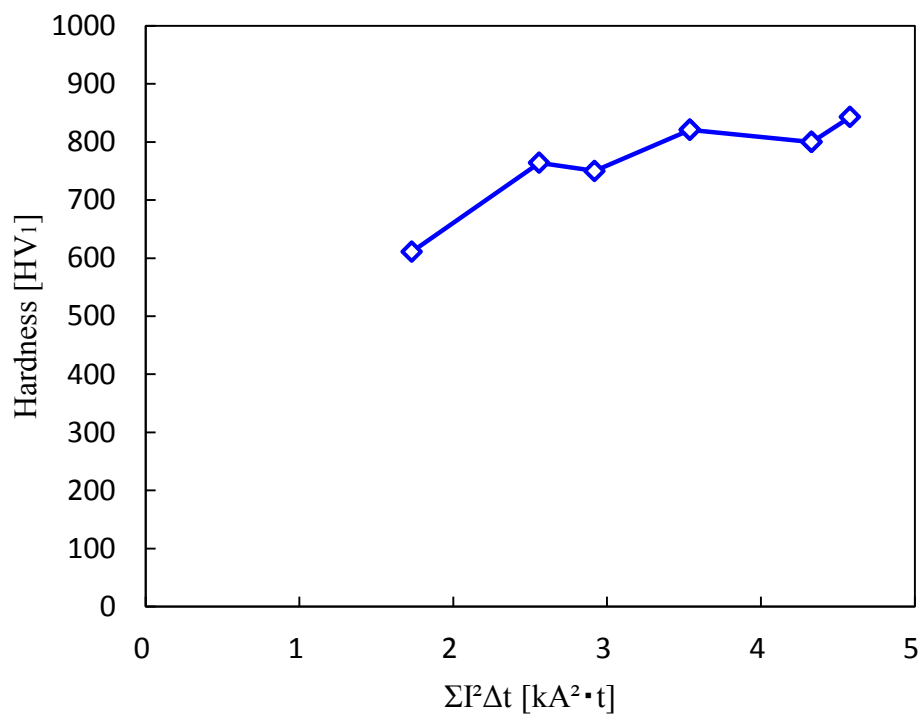


Fig.4.8 Variation of hardness at the heating center with value of $\Sigma I^2 \Delta t$.

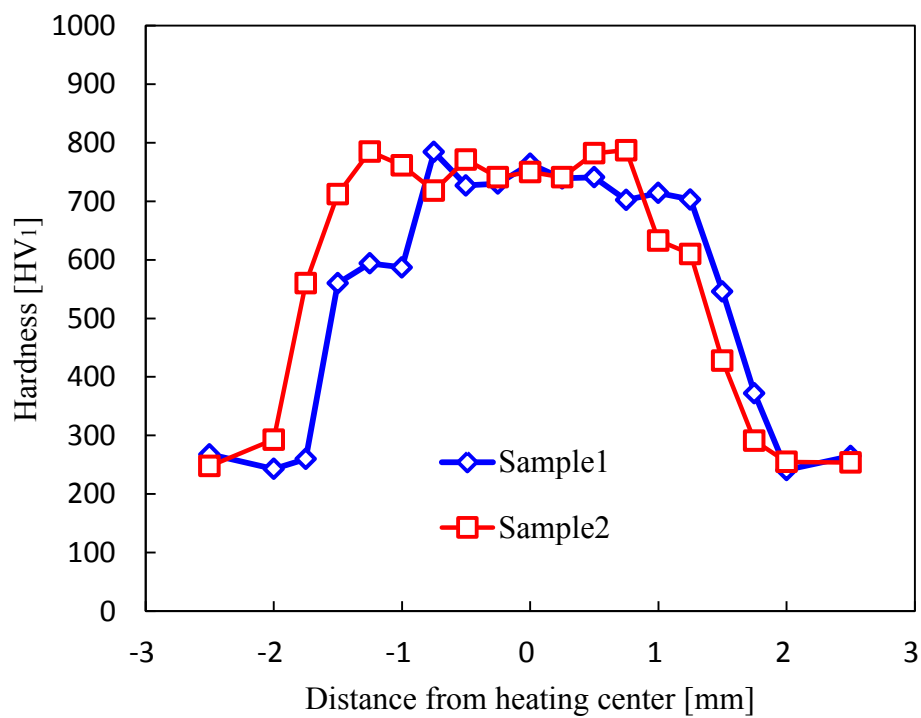


Fig.4.9 Hardness distributions

4.4.2 電極径 7.0mm の場合

接触部の直径を 7.0mm に加工した電極についても同様の実験を行った。通電時間 $t=1s$ における電流の二乗時間積分値 ($\Sigma I^2 \Delta t$) と加熱中心部の関係を図 4.10 に示す。これは電極接触圧力 $p_c=13.5MPa$, 通電時間 $t=1s$, 通電電圧 $E=8\sim 9V$ にて変化させることで投入エネルギーを変化させ、通電焼入れを行うことで得た。ただし、通電電圧 $E=9V$ の条件では溶着が発生したため記載していない。また、この条件の実験では給電ケーブルを短いものに変更して装置全体の負荷を小さくしている。

条件の関係から硬さの幅は得られていないが、 $\Sigma I^2 \Delta t$ の増加にあわせて規則的に焼入れ中心部の硬さも増加していることが分かる。これは電極径が大きくなることで、加熱部の面積に対して加熱部の円周が相対的に小さくなるために、放熱の影響を受けづらく周囲の環境による差が小さくなったためと考えられる。

次に基準としている 700HV₁ を超える中心硬さが得られる条件で、通電焼入れ処理を行い、接触部直径が 7.0mm の電極を用いることで得られる硬さ分布について調査した。その結果を図 4.11 に示す。これは電極接触圧力 $p_c=13.5MPa$, 通電時間 $t=1s$, 通電電圧 $E=8.5V$ の条件下で行われたものである。

図 4.11 中, Sample1 と Sample2 の焼入れ処理中に測定された $\Sigma I^2 \Delta t$ の値はそれぞれ 37.6, 35.7 [$kA^2 \cdot s$] であった。この実験では、電極径 3.5mm と比較して、電極が傾くような片あたりが起りにくいために硬化の発生位置は安定している。しかし、接触部直径が 3.5mm, 5.0mm の電極を用いて得られた硬さ分布と異なり、突出して硬くなっている部分が確認できる。電極の接触部は旋盤にて端面削りをして、#2000 のエミリー紙で仕上げをしているのだが、表面の小さな凹凸が取り去れておらず、局所的な接触をしている部分があると思われる。本条件では圧力が小さく、放熱の影響も他の電極直径と比較して小さいために、部分接触の影響を大きく受け、局所的に高温に加熱され大幅に硬化した可能性が考えられる。

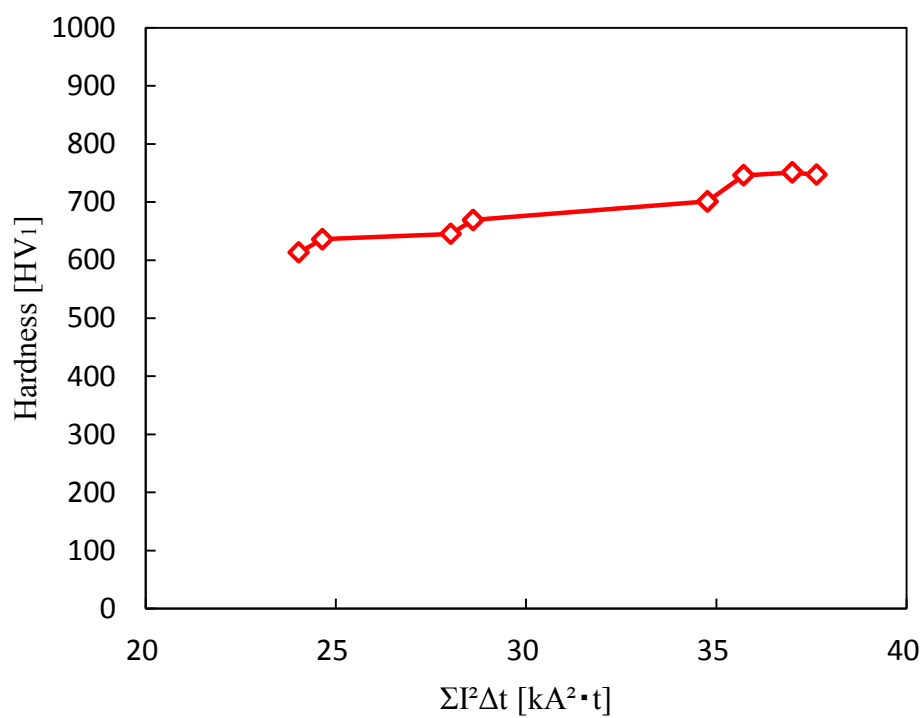


Fig.4.10 Variation of hardness at the heating center with value of $\Sigma I^2 \Delta t$.

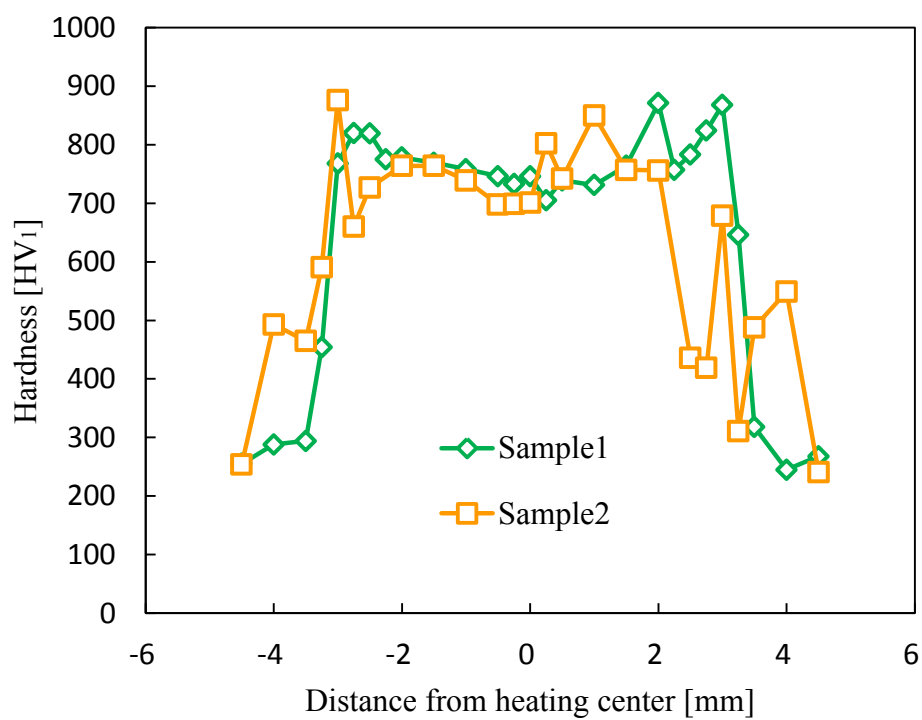


Fig.4.11 Hardness distributions

4.4.3 電極径による比較

接触部直径が 3.5mm, 7.0mm の電極を用いた通電局所焼入れから, 電極径ごとの焼入れ状態を得た. その結果と接触部直径 5.0mm の電極を用いた実験の結果を比較し, 十分な硬化を得るために必要な電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) の変化, 硬化直径への電極径が与える影響について考察する. 本研究では, 急速通電加熱を利用した局所焼入れを安定して実施するための通電制御方法について検討している. その通電制御のパラメータとして電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) を利用することにした. 2 章で説明した局所焼入れ部の単位体積, 単位時間あたりの平均発熱量 q を表す式を今一度示す.

$$q = \frac{\rho}{\varepsilon} i^2 = \frac{\rho}{\varepsilon S^2} I^2$$

i : 接触部における電流密度, I : 通電電流, S : 公称接触面積

ρ : 電気抵抗率, ε : 接触面積率

上式より, 発熱量には電極の面積が影響することが分かる. 圧力が一定であれば, 電極接触部の面積が変化しても, 電気抵抗率と接触面積率は変化しないと考えられるため, 電極接触部の面積が増加した場合の q は通電電流 I で調整する必要がある. そこで, ここまでの実験で得られた電極接触圧力 $p_c=13.5\text{MPa}$, 通電時間 $t=1\text{s}$ の条件下で, 焼入れ中心部の硬さが 700HV₁ を超えるために必要な電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) と, その条件での電流密度の値を比較することにした. 表 4.3 に電極径ごとに必要とされる電流の二乗時間積分値と電流密度を示す.

Table4.3 Comparison of values of $\sum I^2 \Delta t$ and current density in condition that can be sufficient hardening at different electrode diameter

電極径[mm]	3.5	5.0	7.0
公称接触面積[mm ²]	9.62	19.6	44.2
$\sum I^2 \Delta t[\text{kA}^2 \cdot \text{s}]$	2.3	8.6	32.5
電流密度[A/mm ²]	180	177	165

電極接触部の面積を変化させて通電させた場合、電流の拡散の様子は面積の変化に対して相似的に変化する。電極接触部の面積を2倍にして、電流の拡散が理想的に相似変化したとすると、ジュール発熱によって自己発熱する領域は立体的に捉えると $2\sqrt{2}$ 倍となり、その領域を同じ温度へと加熱するために必要なエネルギーもこれを基に変化すると推測される。一方で、熱の移動は相似的に変化することはなく、同じ物質であれば比表面積が大きいほど熱の移動が早く進む。小さな物体の方が大きい物体の方よりも早く冷却が進むのはこのためである。本件に当てはめて考えると、電極が大きくなるのに合わせて、ジュール発熱により加熱される領域が大きくなる。加熱領域が大きくなればなるほど、放熱が進む領域、すなわち比表面積に相当する領域が相対的に小さくなるため、冷却速度は小さくなる。そのため、電流密度が小さい値でも効率的に温度を上昇させることができ、オーステナイト化温度への加熱に必要なエネルギーは単純に計算した値よりも低い値となると考えられる。

実験から得られた傾向と電流の流れの様子、熱の移動に関する内容を総合して、どのように制御用パラメータである電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) を変化させる必要があるか考える。電流の特性に目を向けると、同様の温度に加熱するために必要な $\sum I^2 \Delta t$ の値を電極面積の倍率を基に立体的に捉えて、相似的に変更する必要があるように思える。しかし、本件は試験片表面をオーステナイト化温度まで加熱しさえすればよく、また、試験片表面では接触抵抗などの影響で、他の部分と比較して昇温が早く進む。そのため、 $\sum I^2 \Delta t$ の値は、加熱領域を立体的に捉えて相似的な倍率で変化させるよりも、実際の倍率は小さくなると考えられる。また、熱の移動についても加熱領域が大きくなるにつれて、放熱が相対的に小さくなるために、よりロスの少ない理想的な加熱が可能となる。今回の実験結果の電極径3.5mmのデータを基準とすると、電極径が5.0mmの場合には、もともとの電極径が小さいこともあり、電流密度の減少について有意差は観察できないが、 $\sum I^2 \Delta t$ の値は、公称接触面積の倍率の約二乗倍である3.7倍で十分であることが分かる。次に電極径7.0mmのものと比較すると、電流密度が小さくなっていて、 $\sum I^2 \Delta t$ の値は、こちらも公称接触面積の倍率の二乗倍よりもやや小さい14.1倍で十分に焼入れが可能であることが分かる。先に示した式中の電極の公称接触面積が2倍になると、通電加熱による試験片表面の単位体積、単位時間あたりの発熱量 q の値は0.25倍され、これを元の値にするためには通電電流 I を2倍する必要がある。同様に、通電加熱による全発熱量 Q を同じ値にするには、電流の二乗時間積分値を4倍しなければならない。

電極の公称接触面積を倍率に応じて、 $\sum I^2 \Delta t$ は公称接触面積の倍率の約二乗倍で十分に焼入れが行えていることを考慮すると、電流の特性上では立体的に捉える必要があるが、放熱や表面とその他の部分の昇温速度の差など、複数の因子の影響から接触部での加熱状態

の変化についてのみの考慮で、焼入れ状態を概ね安定化させることができると考えられる。したがって、 $\sum I^2 dt$ の値は、電極サイズの倍率の二乗倍を基本として放熱の影響にも留意し、電極サイズを小さくした場合には電極接触面積の変化率の二乗倍よりもやや大きな値に、電極サイズを大きくした場合には変化率の二乗倍よりもやや小さめの値を設定することで制御が可能になると思われる。

次に、電極径が硬化直径に与える影響について考察する。表 4.4 に、さきほど電極径と電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 dt$) の関係の考察に用いた条件で、局所焼入れ処理を行った際に得られた硬化直径の最小値、最大値、平均値、標準偏差を電極径ごとに示し、表 4.4 の内容を図 4.12 に図示する。また、電極径に対する硬化直径の割合を図 4.13 に示す。

表 4.4 および図 4.12 より、電極径が大きくなるにつれて硬化直径の絶対的な値のばらつきは大きくなるが、硬化直径の平均値に対する割合で捉えると、いずれも 7%程度 のばらつきであることが分かる。このことから、適切にパラメータを定めることで、本制御法により得られる焼入れ領域は、電極サイズに関係なく、ほぼ一定の割合の誤差範囲内で得られることが分かる。

図 4.13 に示した電極径に対する 700HV₁ を超える硬化を得られた割合は、電極径 3.5, 5.0, 7.0mm の順にそれぞれ 64.3, 65.8, 83.0%であった。これは、電極径が大きくなるにつれてジュール発熱が起こる領域が広がり、冷却が進む領域が相対的に小さくなるため、電極のより外周に近い部分をオーステナイト化温度まで加熱することが可能となるからだと考えられる。電極径 3.5mm, 5.0mm に対して、電極径 7.0mm を用いた場合に硬化直径の割合が大きく増加しているのはこの原理によるものと考えられる。電極径 3.5mm と 5.0mm を比較した場合にも、加熱領域は約 2 倍になっているため同様の傾向が得られると考えられるが、電極接触面積が小さいために絶対的な加熱領域差が小さいこと、今回の測定では硬さの測定間隔が最小で 0.25mm であった影響から、有意差として現れなかったと考えられる。以上から、本法を実用するにあたっては、電極径ごとに電極径に対する硬化領域の割合が変化することを念頭に、要求される硬化領域に適した電極のサイズを選定する必要があると言える。

Table4.4 Comparison of minimum, maximum and average hardening diameters and standard deviation of each electrode diameter

電極径[mm]	最小値[mm]	最大値[mm]	平均値[mm]	標準偏差
3.5	2.00	2.50	2.25	0.16
5.0	3.00	3.75	3.29	0.22
7.0	5.00	6.25	5.80	0.48

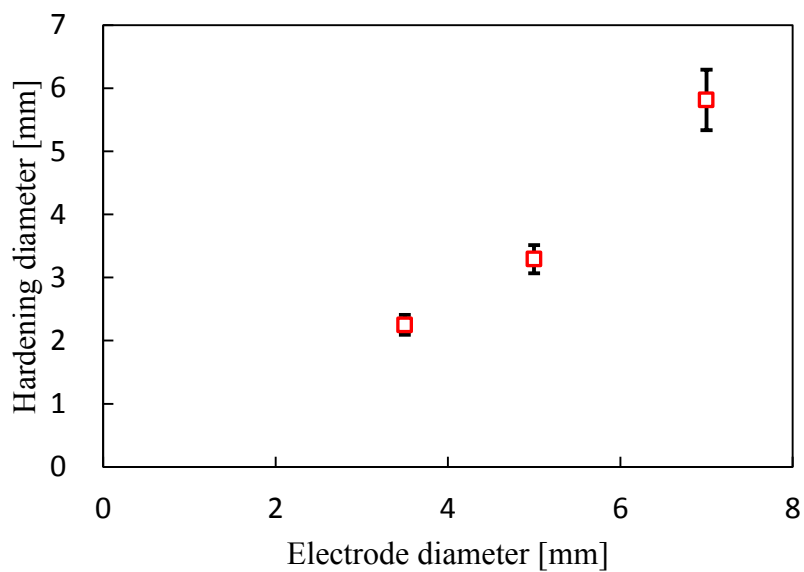


Fig.4.12 Hardening diameter at different electrode diameter

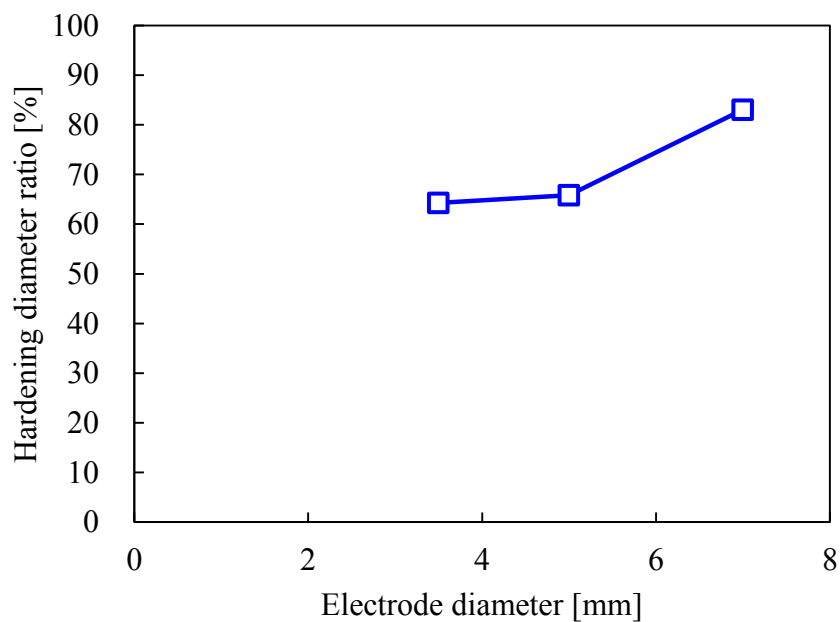


Fig.4.13 Hardening ratio at different electrode diameter

第 5 章 異種鋼材への適用

5.1 実験材料

前章まではダイス鋼 SKD11 の丸棒から作成した円柱状試験片で実験を行ってきたが，本章では，急速通電加熱を利用した局所焼入れを火炎焼入れ鋼に適用した．

被処理材にはプレス金型の材料として使われており，空冷で焼入れが可能なフレームハード鋼 HMD5（日立金属株式会社）と冷間金型用鋼 SX105V（愛知製鋼株式会社）を用いた．フレームハード鋼，冷間金型用鋼という表記はいずれも販売している企業による表記を参照した⁴⁾⁵⁾．HMD5 の組成⁴⁾を表 5.1 に示す．SX105V の組成は公開されていないが，鋼種ごとのブランド対照表⁶⁾を見ると，火炎焼入れ鋼の項目で，HMD5 に対応する鋼種とされているため，組成は HMD5 に近いと思われる．これら 2 つの鋼を 20×20×50[mm]のサイズに切り出し矩形型の試験片とし，その表面を#2000 のエミリー紙で研磨して，実験に供した．図 5.1 に切り出した試験片写真を示す．

Table5.1 Chemical composition of HMD5

鋼種	化学成分(Mass%)				
	C	Si	Mn	Cr	Mo
HMD5	0.7	1.0	1.0	1.2	0.2

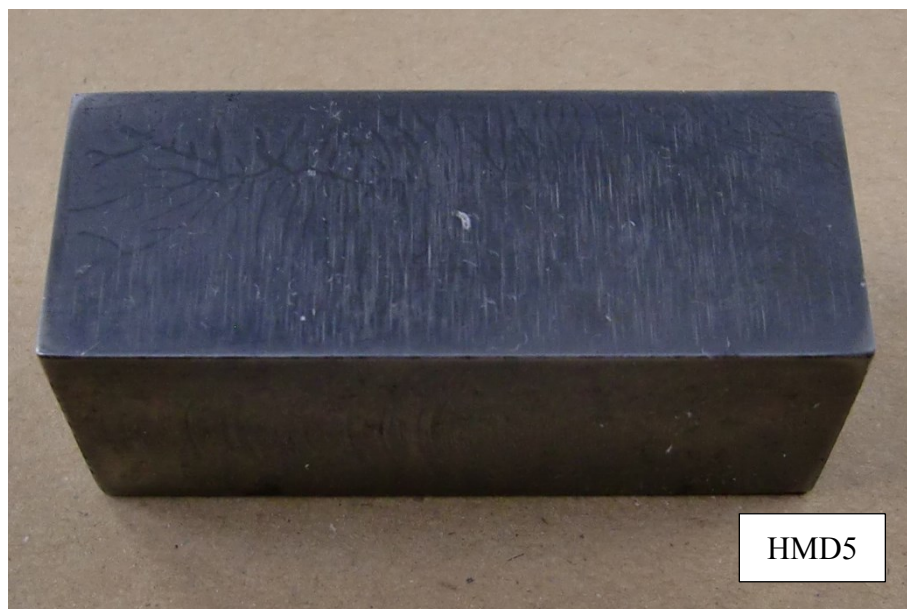


Fig.5.1 Test piece

5.2 急速通電加熱による局所焼入れ実験

5.2.1 焼入れ中心部硬さと電流の二乗時間積分値との関係

図 5.2 に HMD5 と SX105V の電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) と焼入れ中心部の硬さの関係を示す。この結果は次のような実験から得られたものである。これまでの実験から、接触部の直径が 5mm の電極を用いた場合、焼入れ状態が最も安定しやすいと判断される電極接触圧力 $p_c=21.8\text{MPa}$ 、放熱の影響が小さい通電時間 $t=1\text{s}$ に設定し、通電電圧を 6.5V から 8V の間で 0.5V 刻みで設定して、時間制御による通電焼入れ処理を行った。

図 5.2 から HMD5 と SX105V は互いに対応する鋼種であるため、 $\sum I^2 \Delta t$ と焼入れ中心部の硬さの関係は非常によく似た傾向が表れている。HMD5 の納入硬さ⁷⁾が 235HBW 以下であり、これをビッカース硬さに換算すると約 245HV 以下となることから、いずれも $\sum I^2 \Delta t = 5[\text{kA}^2 \cdot \text{s}]$ 以下では、焼きが全く入っておらず、納入時の状態のままであることが分かる。しかし、 $\sum I^2 \Delta t = 5[\text{kA}^2 \cdot \text{s}]$ を超えると急激に硬さが上昇し、600HV₁ を超えると上昇が緩やかになり、800HV₁ に近い値を示すようになる。前節で紹介した火炎焼入れ鋼のブランド対象表によると、火炎焼入れ鋼の使用硬さは 55～62HRC とされており、これをビッカース硬さに換算すると 595～746HV となるので、現在これらの鋼種が用いられる際に要求される熱処理を、本研究による方法で十分に行うことができることが分かった。

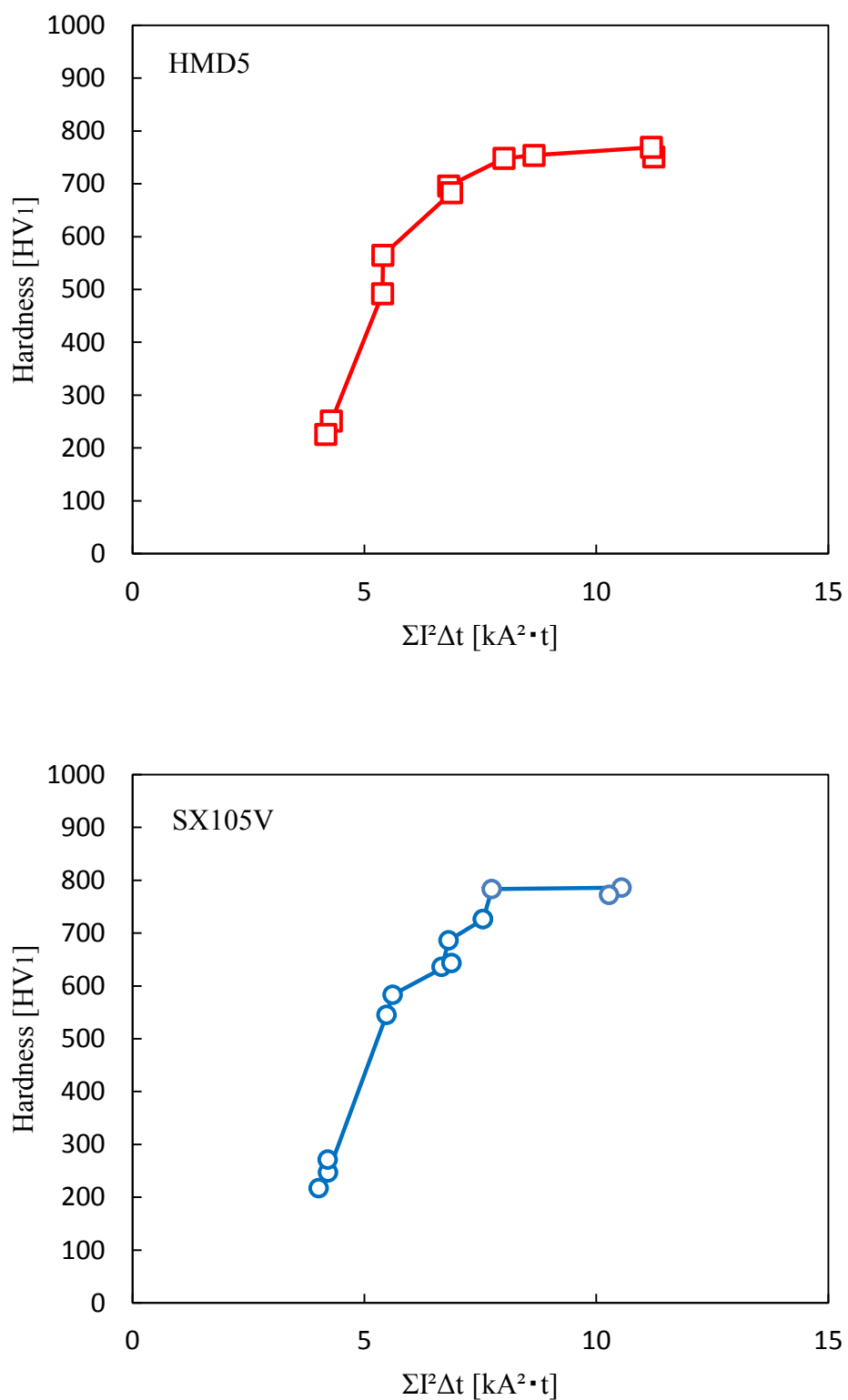


Fig.5.2 Variation of hardness at the heating center with value of $\Sigma I^2 \Delta t$.

5.2.2 焼入れ表面の硬さ分布

図 5.3 に HMD5 と SX105V の焼入れ表面での硬さ分布を示す。これは次のような実験から得られたものである。先の実験と同様に電極押付け圧力は $p_c=21.8\text{MPa}$ に設定した。次に、図 5.2 から通電時間 $t=1\text{s}$ にて、 700HV_1 を超える焼入れ硬化を得るために必要な電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) を調べ、HMD5, SX105V それぞれ、7.1, 7.5 [$\text{kA}^2 \cdot \text{s}$] と設定値を定めた。さらに先の実験より通電電圧 7.5V であれば、1 秒以内に通電が完了すると判断できるので、通電電圧 $E=7.5\text{V}$ とし、電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) を用いた通電制御による通電焼入れ処理を行った。この時の設定値と実際に測定された $\sum I^2 \Delta t$ の値を表 5.2 に示す。

表 5.2 より、SKD11 で行った実験のように、 $\sum I^2 \Delta t$ の設定値と実際に測定された値は、ほぼ同じ値を示し、電流の二乗時間積分値による制御が正確に行われていることが分かる。図 5.3 の焼入れ表面の硬さ分布を見てみると、いずれも十分に安定した焼入れ硬化を得ることができ、安定した焼入れ処理を行うことができていることが分かる。HMD5 では、基準とした 700HV_1 を超えてはいるが、中心部に窪みが確認できる。これは接触状態による影響も考えられるが、SKD11 の焼入れ条件と焼入れ状態の関係で説明したのと同様に、HMD5 においても中心部のやや外側から硬化が始まり、それが環状に中心に向かって発達することに起因するものと考えられる。SX105V ではこのような中心部での窪みは確認されず、いずれも 800HV_1 に近い値で均一な焼きが入っていることが分かる。今回は焼入れの基準を 700HV_1 と設定していたが、結果的にそれを大きく超える値で安定した焼入れ状態を得ることができた。HMD5 の方が SX105V よりも設定値が小さいため、これを上昇させることで窪みの無い同等の結果を得ることができると考えられる。また、硬化直径を見てみると、電極の接触部直径 5mm に対して、3.75~4.00mm の範囲で基準を超える硬さを得ることができた。ちなみに HMD5 と SX105V は焼入れ性がよく、焼入れ温度が広いという特徴を持つとされており、この結果からも HMD5 と SX105V の焼入れ性の良さが確認できた。

このような実験結果から、急速通電加熱を利用した局所焼入れの異種鋼材への汎用性についても確認することができた。

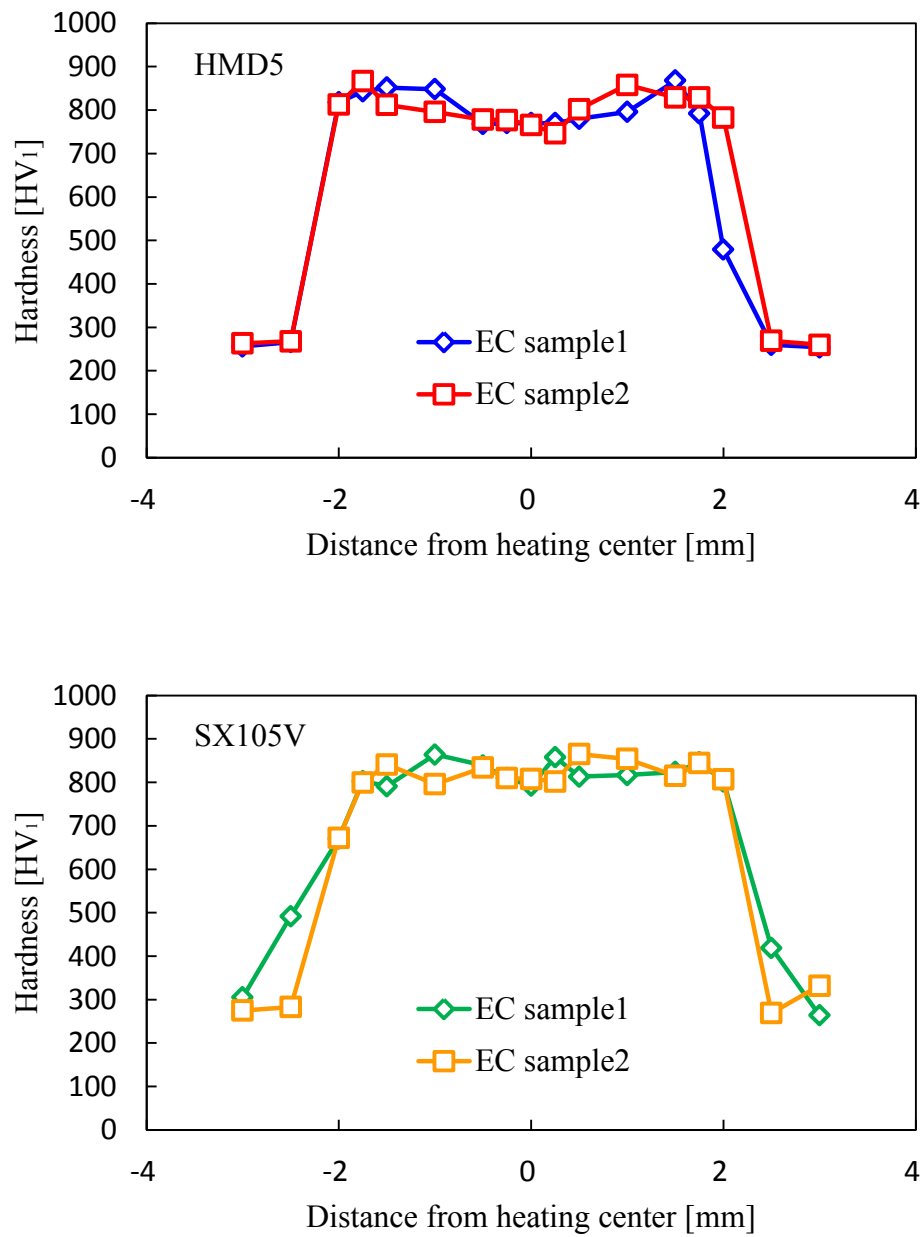


Fig.5.3 Hardness distributions in $\sum I^2\Delta t$ value- electrification controls

Table5.2 Comparison of values of $\sum I^2\Delta t$ in electrification control at electrifying between actually measured and set values.

Steel type	$\sum I^2\Delta t$ [kA ² ·t]	
	HMD5	SX105V
Set value	7.1	7.5
EC sample1	7.1	7.5
EC sample2	7.1	7.6

第 6 章 結言

通電加熱を利用した局所焼入れ法において，冷間ダイス鋼 SKD11 を被処理材として，新たに着目したパラメータである電流値の二乗時間積分値 $\sum I^2 \Delta t$ を用いた通電制御による焼入れの制御を試みた．さらに電極サイズと焼入れ状態の関係についても調査し，本制御法を火炎焼入れ鋼 HMD5，SX105V にも適用した．その結果，以下の知見を得た．

- (1) 被処理材への入熱量は電流の二乗時間積分値 ($\sum I^2 \Delta t$) と密接な関係にあり， $\sum I^2 \Delta t$ が増加すると焼入れ処理後の硬さも増加した．
- (2) 電流の二乗時間積分値による通電制御は，安定した焼入れ処理に有効である．
- (3) $\sum I^2 \Delta t$ による制御といっても想定する時間（本研究では 1s 前後）で通電加熱が行われる場合には有効であるが，想定する時間から外れると，十分な焼入れ硬化を得ることができない．実用化に向けては，所定の時間範囲内に通電が完了しなかった場合に，警告を表示するなどのシステムを構築し，設定の変更を促す必要がある．具体的には，所定時間を t_0 、実際にかかった通電時間を t とすると，電圧を $\sqrt{t/t_0}$ 倍すればよい．
- (4) 電極サイズを変更して焼入れ処理を行う際には， $\sum I^2 \Delta t$ の設定値を使用する電極の接触部面積と基準となる電極の接触部面積の倍率の二乗倍を基本に，放熱の影響を考慮して増減させることで安定した焼入れ状態を得ることができる．
- (5) 電極サイズによって電極サイズに対する硬化領域の割合が変化するため，要求される焼入れ領域の広さによって適切な電極サイズを選定する必要がある．
- (6) 空冷による焼入れが可能な材料であれば，鋼材ごとのパラメータを得ることにより本制御法にて安定した局所焼入れが可能である．

参考文献

- (1) Seiji Maki, Shinpei Matsuda, Eitoku Nakanishi “Local Hardening of Flame Hardening Steel Using Rapid Resistance Heating”, Proceedings of the 18th International Conference on Advances in Materials & Processing Technologies, USB Flash, (2012), 11418.
- (2) 牧清二郎, 大石晃平, 中西栄徳, “急速通電加熱と用いたダイス鋼の局所焼入れにおける通電条件の焼入れ状態に及ぼす影響”, 日本機械学会第20回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2012) CD-ROM 論文集, (2012), 822.
- (3) SKD11 連続冷却変態曲線, <http://www.daido.co.jp/products/tool/pdf/dc11.pdf>
- (4) 日立金属 工具鋼技術情報 冷間金型用鋼－組織と鋼種,
<http://www.hitachi-metals.co.jp/product/steel/coldforging/01.html>
- (5) 愛知製鋼 製品情報, http://www.aichi-steel.co.jp/pro_info/pro_intro/index.html
- (6) 金型材質一覧表, <http://www.osg.co.jp/products/technical/pdf/kanagata.pdf>
- (7) 日立金属 工具鋼技術情報 冷間金型用鋼－熱処理条件
<http://www.hitachi-metals.co.jp/product/steel/coldforging/06.html>
- (8) Hamid Eisazadeh, Mohsen Hamed, Ayob Halvae “New parametric study of nugget size in resistance spot welding process using finite element method”, Materials and Design 31 (2010) pp.149–157
- (9) Kwo-An Chiang, Yong-Chwang Chen “Laser surface hardening of H13 steel in the melt case” Materials Letters 59 (2005) 1919– 1923

謝辞

本研究を遂行するにあたり，終始懇切丁寧なご指導賜りました牧 清二郎教授に深く感謝致します．また，論文作成するにあたり多くの御助言とご指導を賜りました 中西 栄徳助教，ならびに論文作成にあたりご査読いただいた川上 博士准教授に深く感謝致します．

さらに，実験を遂行するにあたり多くのご協力をいただきました中川 浩希技術専門職員，ならびに集積加工システム研究室の皆様方に深く感謝致します．

最後に，幾多のご協力を頂きながら，ここにご氏名を掲載できなかった方々に対してその失礼をお詫びすると共に，謹んで御礼申し上げます．