

## 超強加工によるバルク材の超微細組織化と力学特性向上

堀田 善治\*

Advanced Mechanical Properties of Bulk Metallic Materials through Microstructural Refinement Using Severe Plastic Deformation

Zenji HORITA

**Synopsis :** Equal-Channel Angular Pressing (ECAP), High Pressure Torsion (HPT) and Accumulative Roll Bonding (ARB) are typical processing procedures of severe plastic deformation. They can reduce the grain size to well within the submicrometer range. This paper reviews principles and characteristic features of the three major processes and summarizes recent studies reported on pure Fe and steels. Microstructural features and related mechanical properties are introduced for each process. Important aspects in conducting each process are described, and practical applicability and future development are discussed in terms of scaling-up and continuous operation.

**Key words :** severe plastic deformation; ECAP; HPT; ARB; grain refinement; high strength.

## 1. はじめに

加工しても形状が変化しない形状不変加工プロセス技術は、バルク状金属材料に巨大ひずみを導入し大量の格子欠陥を作り出すことができる新たな技術として注目される<sup>1)</sup>。結晶粒径はサブミクロンあるいはナノレベルに微細化され、これに伴い高強度、高延性、高靱性を有する金属材料の作り込みが可能になりつつある。

バルク状金属材料に巨大ひずみを課す方法として、ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) 法<sup>2)</sup>、HPT (High Pressure Torsion) 法<sup>3)</sup>、ARB (Accumulative Roll-Bonding) 法<sup>4)</sup>などが代表的なものとして知られている。ここでは、このような巨大ひずみ加工プロセスの原理や特徴を述べるとともに、鉄系材料に適用した時の組織や力学特性について紹介する。また、各加工技術の現状について触れ、実用化を目指した開発現状や将来性についてまとめる。

## 2. ECAP

Fig. 1はECAP法を模式的に示したものである。同じ断面面積をもち、角度 $\Phi$ で屈曲したチャンネル上部から試料を入れて強制的に押し出すことにより、屈曲部で試料内にせん断ひずみが導入される。チャンネル上部入口と側部出口で試料の断面形状が変わらないことから、出てきた試料は繰返しチャンネル中を通すことができ、試料にはひずみが蓄積され、組織が微細化されることになる。いま、試料がチャンネルを通った回数を $N$ とすると、試料に導入され

る相当ひずみ $\epsilon_N$ はFig. 1中のチャンネル角度 $\Phi$ とチャンネルの外側コーナー部の弧の角度 $\Psi$ を用いて次式で与えられる<sup>5)</sup>。

$$\epsilon_N = (N/\sqrt{3}) [2 \cot\{(\Phi/2) + (\Psi/2)\} + \Psi \operatorname{cosec}\{(\Phi/2) + (\Psi/2)\}] \quad \dots\dots\dots (1)$$

Fig. 2はチャンネル中を1回通したときの相当ひずみ $\epsilon_1$ をいくつかの $\Psi$ のもとに $\Phi$ の関数として計算したものである<sup>6)</sup>。 $\epsilon_1$ は $\Phi=90^\circ$ 以上のチャンネル角では $\Psi$ にあまり影響されず、たとえば $\Phi=90^\circ$ では $\Psi$ の大きさによらず約1となる。

このように導入される相当ひずみはEq. (1)によって理論的に決まるが、実際の組織がこの理論値に従って変化する

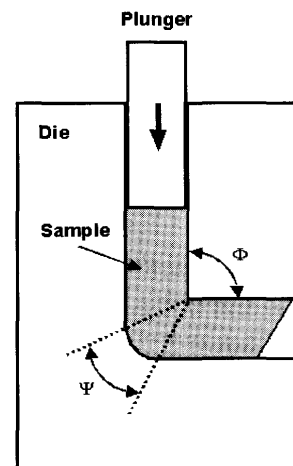


Fig. 1. Schematic illustration of ECAP.

平成20年9月16日受付 平成20年9月19日受理 (Received on Sep. 16, 2008; Accepted on Sep. 19, 2008)

\* 九州大学大学院工学研究院材料工学部門 (Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Kyushu University, 744 Motooka Nishi-ku Fukuoka 819-0395)

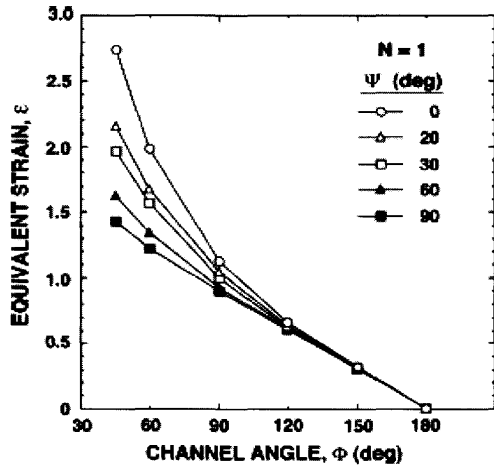


Fig. 2. Variation of equivalent strain,  $\epsilon$ , with channel angle,  $\Phi$ , over angular range of  $\Phi$  from  $45^\circ$  to  $180^\circ$  for several arc angles of curvatures,  $\Psi$ , from  $0^\circ$  to  $90^\circ$ : strains are shown for single pass where  $N=1$ .

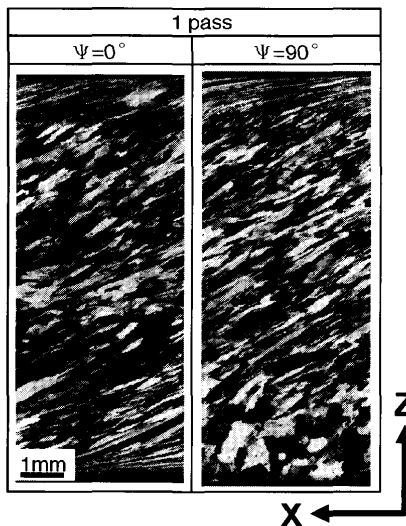


Fig. 3. Optical micrographs of Al-3wt%Mg-0.2wt%Sc alloy after 1 pass with arc angles of  $\Psi=0^\circ$  and  $\Psi=90^\circ$ .

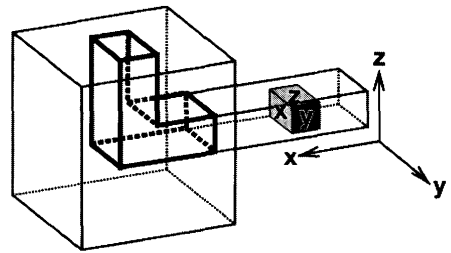


Fig. 4. Definitions of three orthogonal planes X, Y and Z in ECAP.

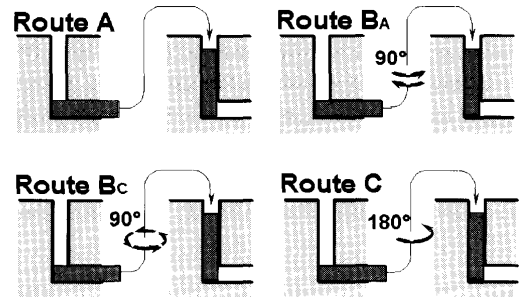


Fig. 5. Four major processing routes for ECAP.

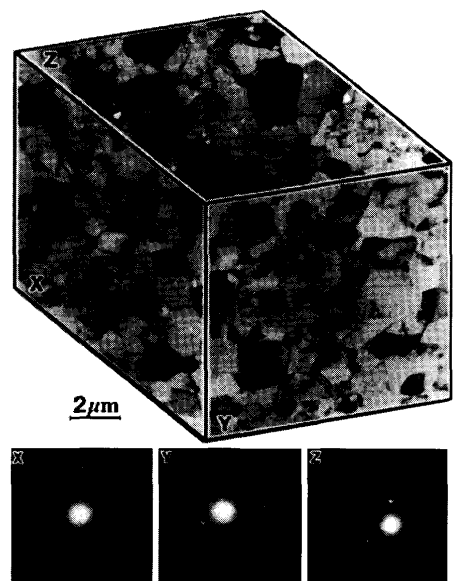


Fig. 6. TEM micrographs and SAED patterns in three orthogonal planes of pure Al (99.99%) after processing through route BC in ECAP.

るとは限らない。Fig. 3は $\Psi$ が $\Psi=0^\circ$ と $\Psi=90^\circ$ の異なる2つの金型を用いて、Al-1wt%Mg-0.2wt%Sc合金を1回パスしたときの光学顕微鏡組織を、Fig. 4で定義する試料長軸に平行なY面で調べたものである<sup>7)</sup>。 $\Psi$ が大きい場合、特にチャンネル外側のコーナーに近い側では均一なせん断が入りにくく、等軸に近い結晶粒が残されている。このことは有限要素法を用いた計算でも示されている<sup>8)</sup>。また、試料外周の金型と接する表面部では金型との摩擦のために大きな付加的せん断ひずみが導入され、組織の伸長方向が表面に平行になっている。

チャンネル中を繰返し通す場合、2回目以降では試料挿入方法が幾つか考えられる。Fig. 5は良く知られる4つの挿入方法を示したものである<sup>9)</sup>。この中で、挿入前に試料長軸周りに $90^\circ$ ずつ同じ方向に回転するRoute B<sub>c</sub>と呼ばれる方法が、少ないパス回数で効率よく、等軸で大角粒界の

微細粒化を達成できると報告されている<sup>10,11)</sup>。これは、いろいろなすべり系が働いて転位が発生し、大角粒界の生成が効果的に実現されているためと考えられている。

Fig. 6は99.99%の高純度アルミニウムを室温で4回Route B<sub>c</sub>でECAP加工を繰返したときの透過電子顕微鏡(TEM)組織と直径 $12.3\mu\text{m}$ の領域より得た制限視野回折(SAED)パターンである<sup>10)</sup>。高純度アルミニウムでは結晶粒の微細化は困難であるが<sup>12)</sup>、約 $1.3\mu\text{m}$ の等軸状の結晶粒が均一に形成されている。SAEDパターンがリング状を呈することから、粒界は大角化しており、このことは電子線背面散乱

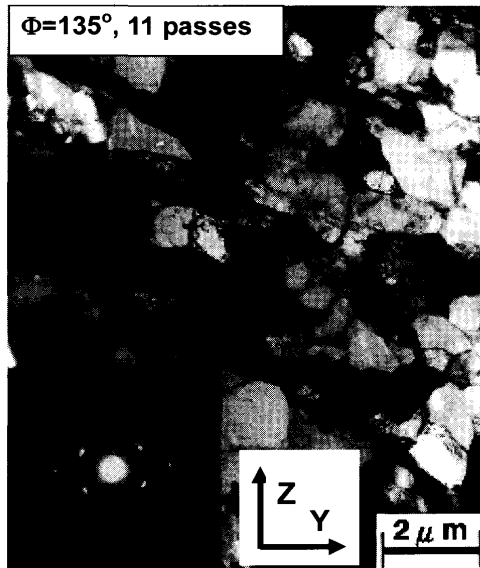


Fig. 7. TEM micrograph and SAED pattern of pure Al (99.99%) after processing with  $\Phi=135^\circ$  to strain of  $\sim 5$ .

回折 (EBSD) を用いた解析でも確認されている<sup>13)</sup>。

ところで、Fig. 6は $\Phi=90^\circ$ の金型を使用したときの結果であるが、 $\Phi$ が $90^\circ$ より大きくなると、同じひずみを付与しても結晶粒界は大角化されにくくなる。Fig. 7は $\Phi=135^\circ$ の金型を用いて11回パスしたときの長軸方向に垂直な断面 (X面) における高純度アルミニウム (99.99%) のTEM組織である<sup>14)</sup>。相当ひずみは約5で余分にひずみを付与しているにもかかわらずSAEDパターンがネット状であることからサブグレイン組織となっている。大角粒界を有する微細組織を形成させるためには、 $\Phi$ が $90^\circ$ に近いかそれ以下のチャンネルを通し、一度に大量のひずみを加える必要がある<sup>14)</sup>。

ECAPの応用はもっぱらアルミニウム、銅、マグネシウム、チタンなどの合金に適用されている<sup>15)</sup>。鉄鋼材料へ適用された例は多くないが、以下に筆者らの研究より一例を紹介する<sup>16)</sup>。

Fig. 8は低炭素鋼 (C=0.08%) を室温でECAPしたときのTEM組織および直径 $6.2\ \mu\text{m}$ の制限視野領域より得たSAEDパターンである<sup>16)</sup>。図の(a), (b), (c)はそれぞれ1, 2, 3パス後に相当する。1パス以降のECAPはFig. 5のRoute B<sub>C</sub>に従っている。1パス、2パス後のSAEDパターンはネット状を呈し、サブグレイン組織となっているが、3パス後になると回折斑点はリング状に散在しており、結晶粒界は高角化し、結晶粒径は約 $200\ \text{nm}$ と微細化されている。1パス、2パス後のTEM組織はフェライトの $\langle 111 \rangle$ 方位より撮られたもので、図中の直線はパターン中の回折斑点の位置から、体心立方構造をとるフェライト相のすべり面である $\{110\}$ 面のトレースに平行に引いたものである。組織中の一方方向に伸びたサブグレイン粒界は1パス、2パスともにこの直線で示される $\{110\}$ 面にほぼ平行に形成されていることが

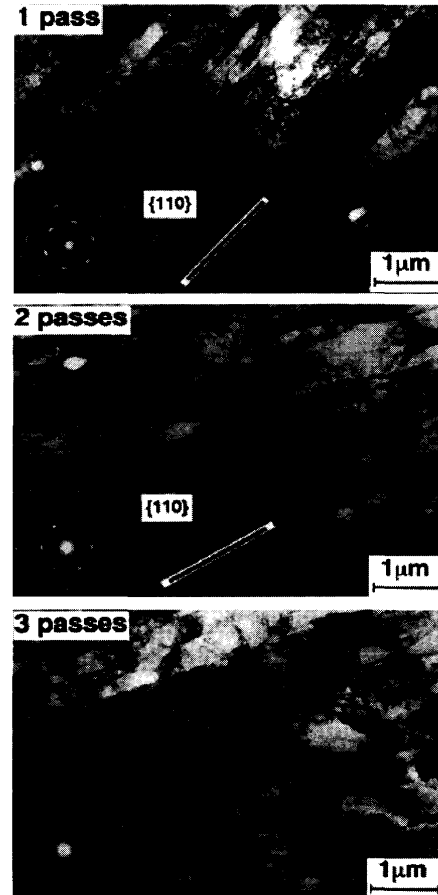


Fig. 8. TEM micrographs of 0.08% C steel after (a) one, (b) two and (c) three passes together with associated SAED patterns; solid lines in (a) and (b) are traces of  $\{110\}$  planes.

分かる。ECAP加工におけるせん断変形で多数の転位が発生し $\{110\}$ 面上に蓄積して、これが粒界になったものと考えられる。

Fig. 9は1パス、2パス、3パス後の試料を長軸方向 (Fig. 4のX方向) に引張変形したときの0.2%耐力、引張応力 (UTS) および破断伸びを示したものである<sup>16)</sup>。比較のために、図では焼鈍材や室温で70%圧延したときの結果も一緒にプロットしている。引張変形は室温で、初期ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ で行ったものである。0.2%耐力およびUTSともに1パスで2倍ほど大きくなるが、2パス、3パスとひずみを加えても0.2%耐力はほぼ変化せず、UTSは少し増加の傾向を示すのみである。これと対照的に破断伸びは1パスのひずみ付与で約半分に減少し、その後はひずみの付与とともに若干の増加を示す。70%の冷間圧延材と比べれば、3パス材ではUTSの増加と破断伸びの増加が明確に得られている。これは3パス材では大角粒界を有する等軸微細組織が1パスや2パス材に比べて、また冷間圧延材に比べて多く得られたためと考えられる。この傾向はアルミニウム合金でも得られている<sup>17)</sup>。

ECAP法は主に軸対象の棒材に適用されるが、板材へ適用する場合、 $90^\circ$ ずつ長軸周りに回転するRoute B<sub>C</sub>の利用

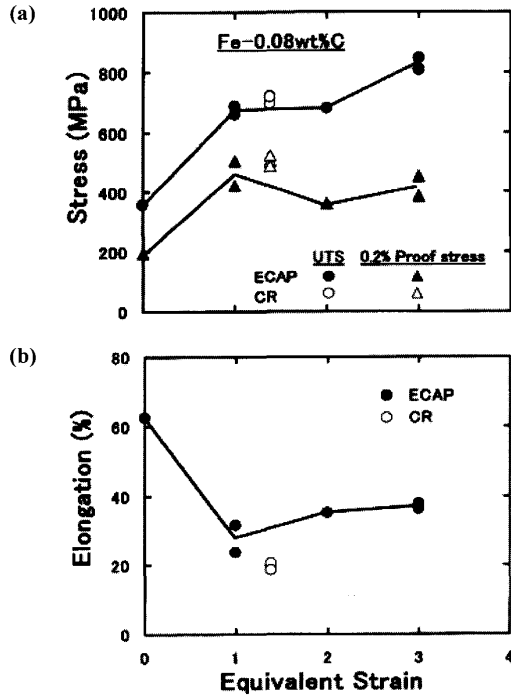


Fig. 9. Variation of (a) 0.2% proof stress and UTS and (b) elongation to failure of 0.08% C steel with equivalent strain; data shown after ECAP and after CR.

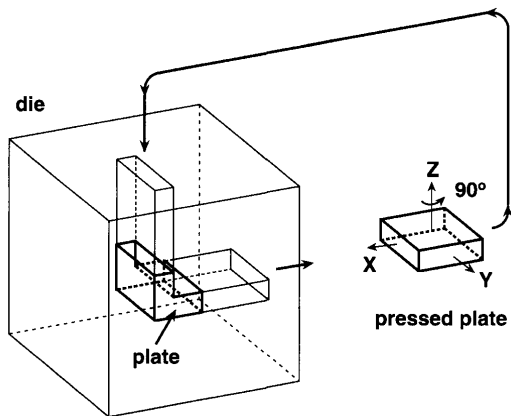


Fig. 10. Optimum ECAP procedure for processing square plate with rotation about Z axis.

は幾何学上非現実的となる。この問題を解決すべく、Fig.10に示すように正方形の板材をZ軸周りに回転する方法が提案されている<sup>18)</sup>。棒材を長軸周りに回転する場合と同様に等軸の微細粒組織が得られている<sup>19)</sup>。

ECAP法は不連続なプロセス法であるため、実用性の観点から生産効率が悪いとされている。最近、線材のコンフォームプロセスと組み合わせたECAP-Conformプロセス法<sup>20-22)</sup>が提案され、CP Tiへ実用化されている<sup>23)</sup>。

### 3. HPT

HPT法の模式図をFig.11に示す。ディスク状の試料を、中央に凹状の窪みが付いた上下のアンビルで挟み込み、試料に大きな圧力をかけながら、下のアンビルを上のア

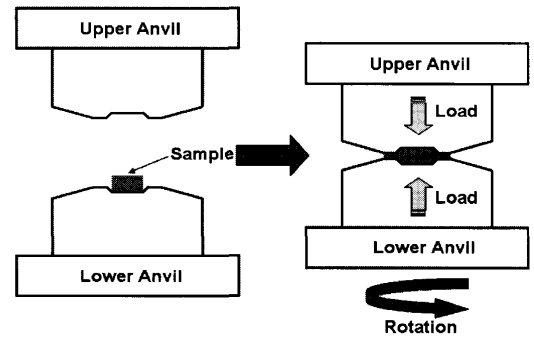


Fig. 11. Schematic illustration of HPT.

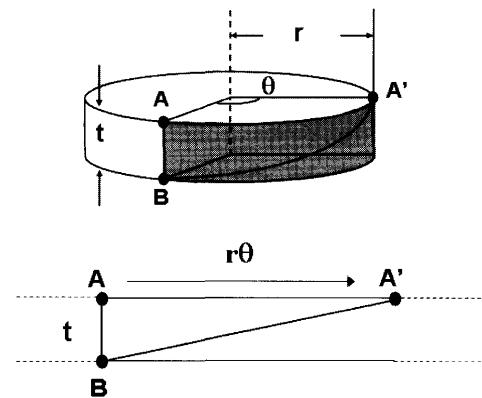


Fig. 12. Definitions of  $r$ ,  $\theta$ , and  $t$  and shear deformation introduced during HPT.

ルに対して回転させる。これより試料にせん断ひずみを導入する。Fig.12に示すように、試料の厚さを  $t$ 、回転角を  $\theta$  とすると、半径  $r$  の位置における相当ひずみ  $\epsilon_\theta$  は次のように表される<sup>24)</sup>。

$$\epsilon_\theta = (\theta r / t) \sqrt{3} \dots \dots \dots (2)$$

本法はブリッジマンによって提案され<sup>1)</sup>、その後ロシアやオーストリアの研究者により利用されてきた<sup>25)</sup>。ECAPほどではないが、巨大ひずみ加工法として最近盛んに利用され始めている。

一般に用いられる試料サイズは直径 10 mm で厚さが 1 mm 以下と小さい。しかし、高圧を付与しながらひずみを導入できることが特徴である。ECAP法と違って硬い材料や比較的脆い材料でも適用できる<sup>26,27)</sup>。また、高圧が付与されていることで変態を誘起することもある<sup>28-31)</sup>。粉末への巨大ひずみ導入も可能になり、ボールミリングと異なって粉末固化が高温で焼結しなくても直接可能となる<sup>32-41)</sup>。さらに、ディスク状試料の内部を取り除き外周部のみを利用するリング状試料も有効である<sup>42-44)</sup>。ディスク状試料では半径方向の位置によって導入ひずみ量が異なり、試料の内側と外側では組織が不均一となるが、リング状試料では外周部のみとなるために均一な組織と力学特性を有する試料が作製できる<sup>44-46)</sup>。特にリング状試料の場合は内部を除いている分だけ加工力が小さくて済み、リング

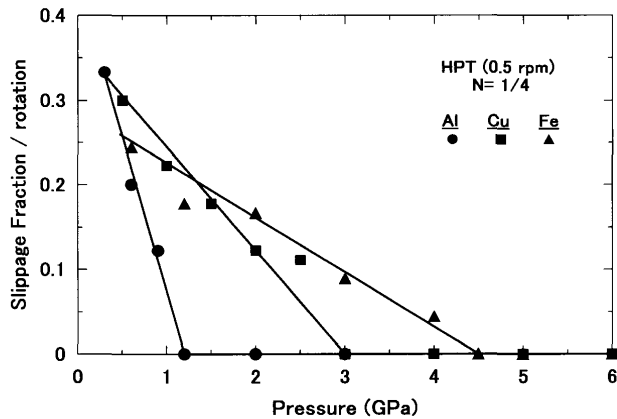


Fig. 13. Slippage fraction plotted against imposed pressure for pure Al, Cu and Fe through revolution of 1/4 at rotational speed of 0.5 rpm.

の径が大きくできる。最近では、リング幅3mmで直径100mmのリング状試料のHPTが実施できることが示されている<sup>47)</sup>。

HPTを行う際に注意すべきことは3つある。一つは試料厚さの減少で、もう一つは試料とアンビルとの間のすべり、最後にHPT中の温度上昇である。まず、厚さの減少についてであるが、試料は凹状の窪みの中にあるため外部への流出は抑えられる。しかし、それでも実際に厚みの減少は生じる。筆者らのグループでは0.8mmの厚さがHPTとともに減少し、10回転では0.6mmとなった<sup>48)</sup>。また、試料のすべりについては、純鉄、純アルミニウム、純銅ですべり量を調べたところ、Fig.13の結果が得られた<sup>49)</sup>。強度が高い材料ほど、また付与荷重が小さいほどすべりの割合は大きいことが分かる。Fig.13は回転速度が0.5rpmの場合であるが、回転速度が速いほどすべり量は多くなり、試料やHPT条件に応じてすべり量を確認しておくことは重要となる<sup>49)</sup>。温度上昇は回転速度が速いほど、また回転とともに増加していくことが報告されており<sup>50)</sup>、微細組織の形成や力学特性に重大な影響をおよぼすことがある。

ここでは、筆者らが99.96%の高純度鉄試料(C=11ppm)に対しFig.14に示すような直径10mmのディスク状試料と直径30mmのリング状試料を用いて室温でHPTを行った結果を紹介する<sup>48)</sup>。Fig.15はビッカース硬さ試験の結果である。いずれの試料も回転数が増えるほど硬度が上昇するが、同じ回転数であれば、リング径が大きい分だけ大きなひずみが付与されていて硬度が高い。全ての硬度値を相当ひずみに対してプロットするとFig.16で示すように一つの曲線で表される。このとき相当ひずみは式(2)によって求め、また、すべりと試料厚みの減少を考慮した。硬度値は相当ひずみが約40まで連続的に増加し、相当ひずみがこの値を超えると硬度が付与ひずみに対して変化しない一定領域、いわゆる定常状態が存在した。このことは硬度のみならず組織も相当ひずみの唯一の関数として表されることを示唆するものである。ディスク状試料およびリング状

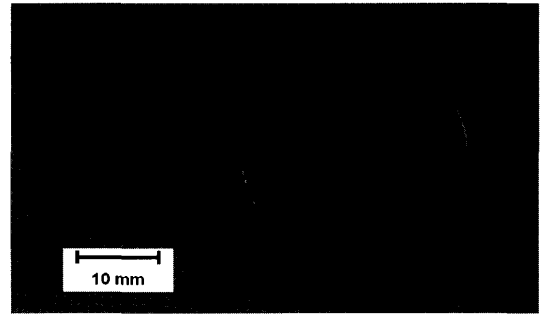


Fig. 14. Appearance of disc (left) and ring (right) samples of pure Fe (99.96%) after HPT for 1 revolution.

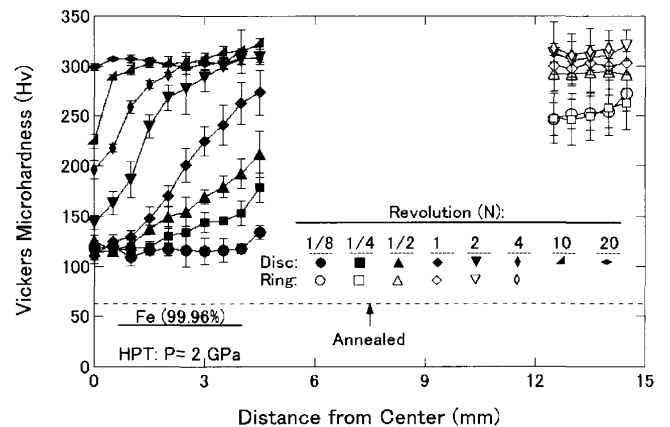


Fig. 15. Vickers microhardness plotted against distance from center for disc and ring samples of pure Fe (99.96%) processed after various revolutions.

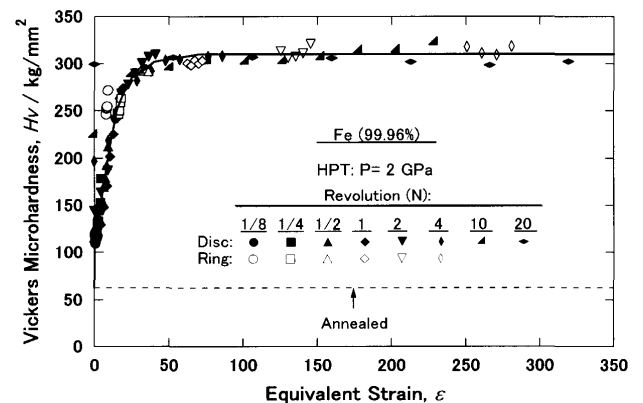


Fig. 16. Vickers microhardness plotted against equivalent strain for disc and ring samples of pure Fe (99.96%) processed after various revolutions (all data points shown in Fig. 15).

試料より引張試験片を作製して、引張強度や破断伸びを求め、相当ひずみに対してプロットしたところ、Fig.17に示すように相当ひずみに対して一義的に表され、硬度の場合と同じように相当ひずみで整理できることが分かった<sup>48)</sup>。戸高らは同一組成の高純度鉄でHPTを行い、破断伸び30%が確保された状態で引張強度が1.9GPaに達することを報告している<sup>51)</sup>。このような高強度値の発現に対して、HPTでの圧力が5GPaと大きく特別な集合性を有する組織

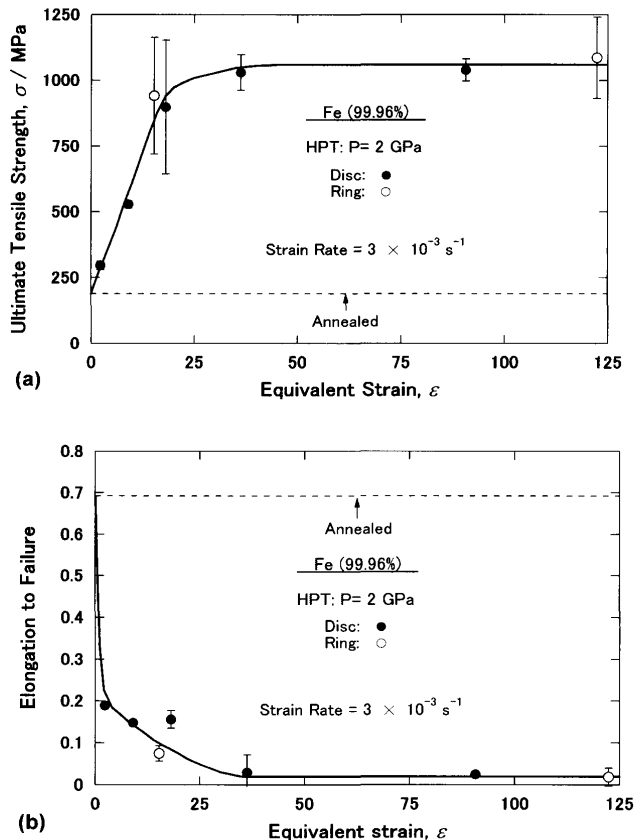


Fig. 17. Variation of (a) ultimate tensile strength and (b) elongation to failure with equivalent strain for some selected disc and ring samples of pure Fe (99.96%).

が発達したためと考えられている。

Fig.18はいくつかの相当ひずみにおいて試料平面のTEM観察を行った結果である<sup>48)</sup>。図中の(a), (b), (c)はそれぞれ相当ひずみが2.2, 18.1, 122.4の位置のTEM組織である。硬度上昇が開始する相当ひずみ2.2では, (a)で確認されるように多数の転位が大きなサブグレイン内に存在する。相当ひずみ量が増えてくると(b)で観察されるようにSAEDパターンがリング状になり組織も粒径が細くなる。さらに定常状態では, (c)で示されるようにSAEDパターンが明瞭なリング状になることから結晶粒径がさらに微細化し, 粒界角度は大角化する。さらに矢印で示すように転位数の少ない結晶粒が観察され, 再結晶粒に酷似する組織が形成される。

高純度鉄での結果を純アルミニウムや純銅の結果と比較すると, 純アルミニウムでは相当ひずみが約2で硬度が最大値を取り相当ひずみが約6で硬度が相当ひずみに対して変化しない定常状態が表われる<sup>44,52)</sup>。一方, 純銅では純鉄と同じように硬度は相当ひずみの付与とともに増加し, 最大値を取ることなく相当ひずみが約15のところ定常状態に入る<sup>46)</sup>。TEM組織も純アルミニウムでは粒内転位がない状態で再結晶組織となる。純銅では転位を含まない再結晶組織が一部確認され, 高純度鉄と同じであることが確

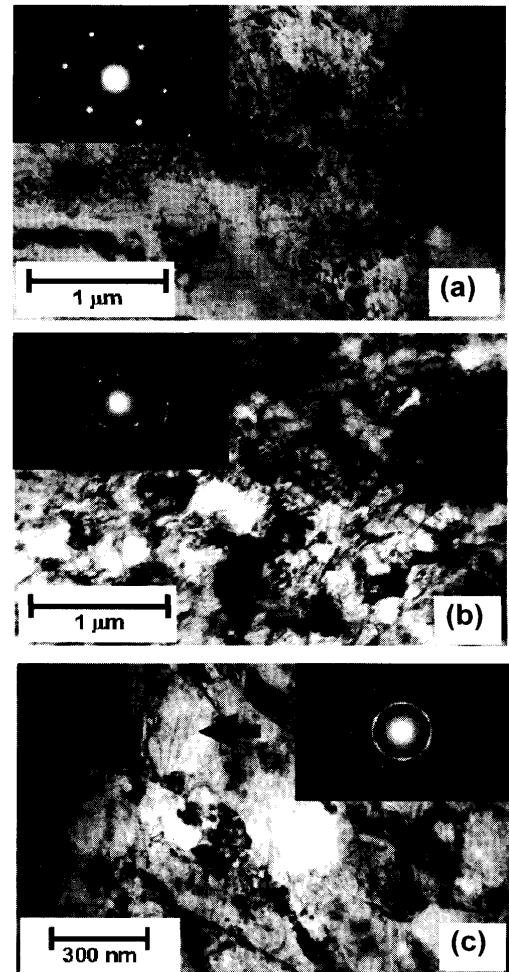


Fig. 18. TEM micrographs and SAED patterns of pure Fe (99.96%) for (a) disc sample after 1/4 revolutions with  $\epsilon=2.2$ , (b) disc sample after 2 revolutions with  $\epsilon=18.1$  and (c) ring sample after 2 revolutions with  $\epsilon=122.4$ .

認された。このような違いは試料の融点や積層欠陥エネルギーの違いなどによることが示唆される。

HPTでは, 試料サイズが小さく, プロセスもバッチ式で現在のところ研究目的でのみ利用されている状況である。ただし, 先述したように, 粉末固結が焼結なしで可能であること, 高圧下での変態が新たに組織制御として利用できるなど興味ある特徴を有している。実用性を高めるにはプロセス技術の開発が必要であるが, その一つとしてリング状試料の利用は有効であると考えられる<sup>47,48)</sup>。著者らは, HPTを棒状試料に適用するとともに<sup>53-55)</sup>, 最近ではHPTの原理を板状試料に適用できるHPS (High Pressure Sliding)技術を新たに考案し, 実用化を含めた展開を求めているところである<sup>56)</sup>。

#### 4. ARB

ARB法ではECAPやHPTと異なって通常の圧延装置が利用できる。Fig.19に模式的に示すように<sup>4,57)</sup>, 板材を圧延

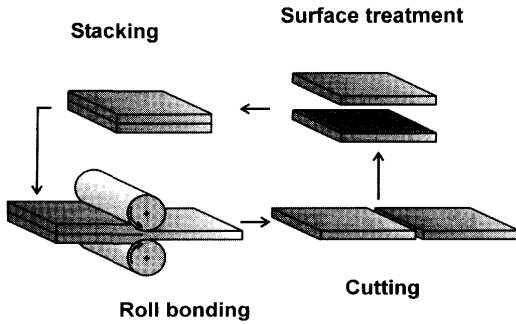


Fig. 19. Schematic illustration of ARB.

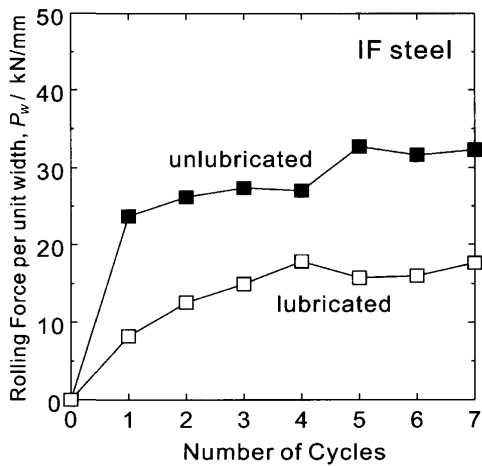


Fig. 20. Rolling force per unit width of sheet during ARB of IF steel processed at 773K.

して厚さを半分にし、これを長さ方向に半分に切断して重ね合わせる。重ねる前に重ね面を脱脂しワイヤブラシをかけ、重ね接合が良好になるようにしておく。二枚重ねた状態でさらに圧延して厚さを半分にする。この操作を繰返すことで試料内にひずみが蓄積され組織が微細化されることになる。このARBプロセスにおける $N$ サイクル後の相当ひずみは次式で与えられる<sup>58)</sup>。

$$\varepsilon_N = (2/\sqrt{3})N \ln(t_i/t_f) \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $t_i$ ,  $t_f$ はそれぞれ圧延前、圧延後の板厚である。ARBでは通常厚さは半分にすることから $t_i/t_f=2$ となり、 $N$ サイクル後の相当ひずみは単純に $\varepsilon_N=0.8N$ で表される。

Fig.20は極低炭素鋼(IF鋼)をARBするとき要する荷重変化をサイクル毎に記録したものである<sup>58)</sup>。潤滑剤を用いた場合とそうでない場合が示されている。試料はサイクル毎に前もって773Kで10min間保持して圧延されている。試料単位幅当たりの荷重は、潤滑剤を設けた場合とそうでない場合いずれもサイクル数とともに増加し、4サイクルあたりで飽和し、その後はほぼ一定となる。ただし無潤滑の方が2倍ほど圧延時の単位幅荷重が大きくなる。なお、無潤滑の場合で4サイクル目から5サイクル目にかけての増加は、試料の端割れを防ぐためにダミー試料が側面に付けられたことによる。

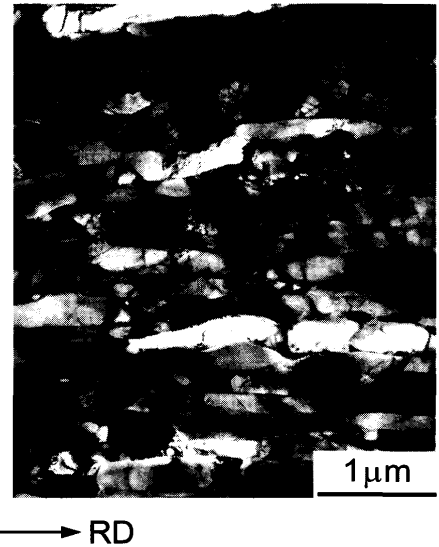


Fig. 21. TEM micrograph of IF steel after processing by ARB for 6 cycles without lubrication.

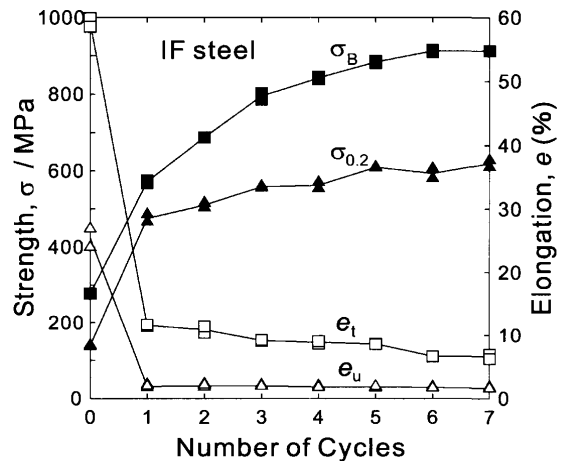


Fig. 22. Plots of 0.2% proof stress, tensile strength, uniform elongation and total elongation of IF steel after processing by ARB for 6 cycles without lubrication: Tensile tests at RT.

Fig.21はIF鋼を773Kに加熱しながら6サイクルARB加工したとき(相当ひずみで4.8)のTEM組織で板の縦断面を観察したものである<sup>58)</sup>。圧延方向に伸びた結晶粒からなり、伸張結晶粒の幅は約200nmと超微細化されている。菊池線解析によれば、これらの伸張結晶粒の粒界角度は大角化していることが明らかにされている<sup>59,60)</sup>。試料は圧延前に773Kで10min加熱されていることから、各粒内転位密度は、HPTの場合と比べて少ないが、それでも粒内転位は確認される。

Fig.22は引張試験を行って求めた引張強度、0.2%耐力、破断伸び、および均一伸びをサイクル毎にプロットしたものである<sup>58)</sup>。1サイクル後に強度は急激に増加しその後は徐々に増加して飽和値に近づく。引張強度は7サイクル後に910MPaとなり出発材の強度の3倍以上となる。一方、強度の増加と対照的に1サイクル後に大幅な延性の減少が

あり、均一伸びは小さく、破断伸びもサイクル数の増加とともに徐々に減少する。この傾向は、先のECAPやHPTの結果と同じであり、また、アルミニウムや銅で得られている結果と同じで、巨大ひずみ材料特有な現象である。

ARBでは既存の圧延装置を使用するため、ECAPやHPT法に比べて実用性は高い。例えば、圧延機の入り口側と出口側にコイラー・アンコイラーを2機ずつ配置し、ストリップの長さの半分で切断して2機のコイラーにそれぞれストリップを巻き取る。次に圧延方向を反転させ、アンコイラーと圧延機の間で表面処理やワイヤブラッシングを施した後接合圧延すれば、これを繰返すことにより連続化も可能である<sup>61)</sup>。

## 5. おわりに

バルク材の巨大ひずみ加工プロセスとしてECAP, HPT, ARBの代表的なプロセス法について、原理、組織、力学特性、問題点、実用性などの観点から最近の研究結果を紹介した。このような3つの巨大ひずみ加工プロセス以外にも、MDF (Multi-directional Forging)<sup>62)</sup>, TE (Twist Extrusion)<sup>63)</sup>, CEC (Cyclic Extrusion Compression)<sup>64)</sup>, CGP (Constrained Groove Pressing)<sup>65)</sup>, RCS (Repetitive Corrugation and Straightening)<sup>66)</sup>, STSP (Severe Torsion Straining Process)<sup>67)</sup>など多数のプロセス技術が開発されている。共通するところは加工によって初期形状が変わらないことである。新たな巨大ひずみ加工プロセスを開発する場合、加工により初期形状が不変である条件が備えられれば、巨大ひずみの付与は可能となる。本稿では、もっぱら結晶粒微細化を対象に述べたが、巨大ひずみには第2相粒子の分散制御も可能である<sup>68,69)</sup>。粒子の強制的な機械的分断とともに、再固溶が生じて過飽和状態が実現し、新たな組織制御が実現できる可能性がある。さらに、結晶粒微細化と粒子分散強化の重畳効果も期待できる。本編では紹介しなかったが、巨大ひずみ加工に伴う大量の格子欠陥の導入で異常に速い拡散現象が確認されている<sup>70)</sup>。巨大ひずみ加工プロセスは固体内異常拡散を利用した新たな組織制御に繋がる技術としても注目される。

本稿は「超強加工の材料科学」(主査:梅本実 豊橋技術科学大学教授)の活動の一環としてまとめたものである。このような執筆の機会をいただいたことに感謝するとともに、研究会活動を通じてメンバーの方々と多くの有益かつ貴重な情報交換ができたことに心より謝意を表す。

## 文 献

- 1) V.M.Segal, V.I.Reznikov, A.E.Drobyshevskiy and V.I.Kopylov: *Russ. Metall.*, **1** (1981), 99.
- 2) P.W.Bridgman: *Studies in Large Plastic Flow and Fracture*, McGraw-Hill, New York, NY, (1952).
- 3) Y.Saito, N.Tsujii, H.Utsunomiya, T.Sakai and R.G.Hong: *Scri. Mater.*,

- 39** (1998), 1221.
- 4) R.Z.Valiev, Y.Estrin, Z.Horita, T.G.Langdon, M.J.Zehetbauer and Y.T.Zhu: *JOM*, **58**, (2006), No. 4, 33.
- 5) Y.Iwahashi, J.Wang, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Scri. Mater.*, **35** (1996), 143.
- 6) K.Furuno, H.Akamastu, K.Oh-ishi, M.Fukukawa, Z.Horita and T.G.Langdon: *Acta Mater.*, **52** (2004), 2497.
- 7) M.Kamachi, T.Fujinami, Z.Horita and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Forum*, **447-448** (2004), 477.
- 8) J.Park and J.Suh: *Metall. Mater. Trans. A*, **32A** (2001), 3007.
- 9) Z.Horita, M.Furukawa, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Technol.*, **16** (2000), 1239.
- 10) Y.Iwahashi, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Acta Mater.*, **46** (1998), 3317.
- 11) K.Oh-ishi, Z.Horita, M.Furukawa, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Metall. Mater. Trans. A*, **29A** (1998), 2011.
- 12) Z.Horita, K.Kishikawa, K.Kimura, K.Tatsumi and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Forum*, **558-559** (2007), 1273.
- 13) S.D.Terhune, K.Oh-ishi, Z.Horita, T.G.Langdon and T.R.McNelly: *Metall. Mater. Trans. A*, **33A** (2001), 2173.
- 14) K.Nakashima, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Acta Mater.*, **46** (1998), 1589.
- 15) R.Z.Valiev and T.G.Langdon: *Prog. Mater. Sci.*, **51** (2006), 881.
- 16) Y.Fukuda, K.Oh-ishi, Z.Horita and T.G.Langdon: *Acta Mater.*, **50** (2002), 1359.
- 17) Z.Horita, T.Fujinami, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Metall. Mater. Trans. A*, **31A** (2000), 691.
- 18) M.Furukawa, Z.Horita, T.G.Langdon: *Mater. Sci. Eng. A*, **A332** (2002), 97.
- 19) M.Kamachi, M.Furukawa, Z.Horita and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Eng. A*, **A361** (2003), 258.
- 20) Y.Saito, H.Utsunomiya, H.Suzuki and T.Sakai: *Scri. Mater.*, **42** (2000), 1139.
- 21) J.-C.Lee, H.-K.Seok and J.-Y.Suh: *Acta Mater.*, **50** (2002), 4005.
- 22) G.J.Raab, R.Z.Valiev, T.C.Lowe and Y.T.Zhu: *Mater. Sci. Eng. A*, **A382** (2004) 30.
- 23) R.Z.Valiev, I.P.Semenova, E.Jakushina, V.V.Latysh, H.Rack, T.C.Lowe, J.Petruzelka, L.Dluhos, D.Hrusak and J.Sochova: *Mater. Sci. Forum*, **584-586** (2008), 49.
- 24) F.Wetscher, A.Vorhauer, R.Stock and R.Pippan: *Mater. Sci. Eng. A*, **A387-389** (2004), 809.
- 25) A.P.Zhilyaev and T.G.Langdon: *Prog. Mater. Sci.*, **53** (2008), 893.
- 26) C.Rentenberger, T.Waitz and H.P.Karntaler: *Mater. Sci. Eng. A*, **A462** (2007), 283.
- 27) M.Kai, Z.Horita and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Eng. A*, **A488** (2008), 117.
- 28) M.T.Pérez-Prado, A.A.Gimazov, O.A.Ruano, M.E.Kassner and A.P.Zhilyaev: *Scri. Mater.*, **58** (2008), 219.
- 29) Y.Ivanisenko, A.Kilmametov, H.Rösner, R.Z.Valiev: *Int. J. Mater. Res.*, **99** (2008), 36.
- 30) M.Umemoto, Y.Todaka, J.Sasaki and I.Shuro: *Mater. Sci. Forum*, **584-586** (2008), 493.
- 31) Y.Todaka, J.Sasaki, T.Moto and M.Umemoto: *Scri. Mater.*, **59** (2008), 615.
- 32) I.V.Alexandrov, K.Zhang, A.R.Kilmametov, K.Lu and R.Z.Valiev: *Mater. Sci. Eng. A*, **A234-236** (1997), 331.
- 33) V.V.Stolyarov, Y.T.Zhu, T.C.Lowe, R.K.Islamgaliev and R.Z.Valiev: *Mater. Sci. Eng. A*, **A282** (2000), 78.
- 34) A.R.Yavari, W.J.Botta, C.A.D.Rodrigues, C.Cardoso and R.Z.Valiev: *Scri. Mater.*, **46** (2002), 711.
- 35) J.Sort, A.P.Zhilyaev, M.Zielinska, J.Nogués, S.Suriñach, J.Thibault and M.D.Baró: *Acta Mater.*, **51** (2003), 6385.
- 36) Z.Lee, F.Zhou, R.Z.Valiev, E.J.Lavernia and S.R.Nutt: *Scri. Mater.*, **51** (2004), 209.
- 37) W.J.Botta, J.B.Fogagnolo, C.A.D.Rodrigues, C.S.Kiminami, C.Bolfarini and A.R.Yavari: *Mater. Sci. Eng. A*, **A375-377** (2004), 936.
- 38) E.Menéndez, J.Sort, V.Langlais, A.Zhilyaev, J.S.Muñoz, S.Suriñach, J.Nogués and M.D.Baró: *J. Alloys Comp.*, **434-435** (2007), 505.
- 39) Y.Kusadome, K.Ikeda, Y.Nakamori, S.Orimo and Z.Horita: *Scri. Mater.*, **57** (2007), 751.
- 40) T.Tokunaga, K.Kaneko, K.Sato and Z.Horita: *Scri. Mater.*, **58** (2008),



- 735.
- 41) T.Tokunaga, K.Kaneko and Z.Horita: *Mater. Sci. Eng. A*, **A490** (2008), 300.
- 42) S.Erbel: *Met. Technol.*, **6** (1979), 482.
- 43) I.Saunders and J.Nutting: *Met. Sci.*, **18** (1984), 571.
- 44) Y.Harai, Y.Ito and Z.Horita: *Scr. Mater.*, **58** (2008), 469.
- 45) Y.Ito, Y.Harai, T.Fujioka, K.Edalati and Z.Horita: *Mater. Sci. Forum*, **584–586** (2008), 191
- 46) K.Edalati, T.Fujioka and Z.Horita: *Mater. Sci. Eng.*, (2008) in press.
- 47) K.Edalati and Z.Horita: *Mater. Trans.*, (2008) submitted.
- 48) K.Edalati, T.Fujioka and Z.Horita: *Mater. Trans.*, (2008) submitted.
- 49) K.Edalati, Z.Horita and T.G.Langdon: *Scr. Mater.*, (2008) in press.
- 50) Y.Todaka, M.Umemoto, A.Yazaki, J.Sasaki and K.Tsuchiya: *Mater. Trans.*, **49** (2008), 7.
- 51) Y.Todaka, Y.Miki, M.Umemoto, C.Wang and K.Tsuchiya: *Mater. Sci. Forum*, **584–586** (2008), 597.
- 52) Y.Ito and Z.Horita: *Mater. Sci. Eng.*, (2008) in press.
- 53) G.Sakai, K.Nakamura, Z.Horita and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Eng.*, **A406** (2005), 268.
- 54) Z.Horita and T.G.Langdon: *Scr. Mater.*, **58** (2008), 1029.
- 55) 中村拓郎, 堀田善治: 銅と銅合金, 第47巻, (2008), 98.
- 56) 藤岡直好, 堀田善治: 日本金属学会秋期講演大会講演概要, 熊本大学, (2008), 490.
- 57) Y.Saito, H.Utsunomiya, N.Tsuji and T.Sakai: *Acta Mater.*, **47** (1999), 579.
- 58) N.Tsuji: Severe Plastic Deformation, Nova Science Publishers, Inc., (2005), 543.
- 59) Tsuji, R.Ueji and Y.Minamino: *Scr. Mater.*, **47** (2002), 69.
- 60) X.Huang, N.Kamikawa, N.Tsuji and N.Hansen: *ISIJ Int.*, **48** (2008), 1080.
- 61) 特許2961263
- 62) O.R.Valiakhmetov, R.M.Galeyev and G.A.Salishchev: *Fiz. Met. Metalloved.*, **10** (1990), 204.
- 63) B.Beygelzimer, D.Orlov and V.Varyukhin: Ultrafine Grained Materials II, ed. by Y.T.Zhu *et al.*, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale PA, (2002), 297.
- 64) J.Richert and M.Richert: *Aluminium*, **62** (1986), 604.
- 65) J.J.Park and D.H.Shin: Ultrafine Grained Materials II, ed. by Y.T.Zhu *et al.*, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale PA, (2002), 253.
- 66) Y.T.Zhu, H.Jing, J.Huang and T.C.Lowe: *Metall. Mater. Trans. A*, **A32** (2001), 1559.
- 67) K.Nakamura, K.Neishi, K.Kaneko, M.Nakagaki and Z.Horita: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 3338.
- 68) M.Murayama, Z.Horita and K.Hono: *Acta Mater.*, **49** (2001), 21.
- 69) Z.Horita, K.Ohashi, T.Fujita, K.Kaneko and T.G.Langdon: *Adv. Mater.*, **17** (2005), 1599.
- 70) T.Fujita, Z.Horita and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Eng. A*, **A371** (2004), 241.