ECAP により微細化された組織を有する銅の疲労被害†

後 藤 真 宏* 韓 承 傳** 林 旦 容**
薬師寺 輝 敏*** 森 田 哲 士**** 山 本 隆 栄*

Fatigue Damage of Copper with Ultra-Fine Structure Due to ECAP

by

Masahiro GOTO*, Seung-Zeon HAN**, Cha-Yong LIM**,
Terutoshi YAKUSHIJI***, Tetsushi MORITA**** and Takaei YAMAMOTO*

Although there are many studies on the microstructure of various metals with ultra-fine grain formed by ECAP (equal channel angular pressing), a few studies have investigated the fatigue characteristics of ECAPed metals. In the present study, 99.99% pure, oxygen-free copper was used. Before the ECAP process, the material was normalized at 500°C for 1 hour. A Bc route with 90° rotation after each ECAP cycle was utilized. To obtain the ultra-fine grain with 300nm grain size, a total of 4 passes of ECA pressing with Bc route were performed. Rotating bending fatigue tests of smooth specimens were carried out. Successive observations on the surface damage due to both the direct and the replica observation were carried out to clarify the fatigue mechanism of ECAPed copper. An optical microscope and a scanning electron microscope were used for the observation of the change in surface morphology. A transmission electron microscope was used for observation of microstructure. Putting the experimental results from the observation of each microscope together, fatigue damage of copper with ultra-fine grain was discussed.

Key words: Fatigue damage, ECAP, Copper, Ultra fine grain, Crack initiation, Crack propagation, Grain boundary sliding

1 緒 言

電気電子部品には、導電性、熱伝達特性、耐食性のよい材料が使用される。また、近年の電気電子部品の小型化・軽量化により、強度およびじん性の更なる改善も要求されている。銅は導電性と熱伝導性に優れ耐食性も良好であることから古くから電気電子材料として使用されている。従来銅の強度特性の改善は、他元素の添加とその後の熱処理により達成されてきた。しかし、他元素の添加は銅の優れた性質である導電性を損なう。一方、ホール・ペッチの関係から、高温度域を除けば降伏強度は結晶粒寸法の減少と共に増加する。結晶粒の微細化が金属材料のじん性を損なわずに強度や延性を改善するのに有効であることは広く知られている。従って、銅の結晶粒を微細にすれば、導電性を大きく損なうことなく強度特性を改善できる。

結晶粒を微細化する方法として、材料に塑性変形を与え、回復・再結晶により組織を制御することが一般に行われている。そこで材料に大きな塑性変形を与えるため、圧延・押出し・引抜きなどの加工が行われるが、これらの方法で材料に強変形を与えるとバルクとしての寸法が小さくなり、与えることができる変形量に制限が生じる。ECAP 加工^{1)~5)}では、加工前後で断面形状に変化が生じず、プレスを繰返し行うことによりバルクの形状を維持した状態で極めて大きな塑性ひずみを材料に与えること

ができる。また、回復および再結晶を組み合わせることによって従来得ることが困難であった領域まで結晶の微細化が可能となる。近年、Cu, Al, Ti など種々の材料・合金を対象に ECAP 法による結晶粒微細化の研究が行われ、200 ~ 300nm 程度の微細結晶が得られている。^{3)~6)}

ところで、ECAP 加工により結晶を微細化された材料を実機に使用するには、その強度特性（特に疲労強度）を明らかにする必要がある。これ迄 ECAP 加工された種々の材料について組織学的側面からの検討^{6)~9)}がなされているが、疲労に関する研究¹⁰⁾は少なく、疲労被害の物理的背景は明らかにされていない。

本研究では以上のことを考慮して、無酸素銅 (99.99% Cu) に 4 パスの ECAP 加工 (Bc ルート) を施した材料を用いて平滑材の回転曲げ疲労試験を行った。そして、表面の疲労被害を直接およびレプリカの観察により連続的に追跡し、ECAP 加工が疲労被害に及ぼす物理的意味を検討した。

2 素材・試験片および実験方法

使用した材料は市販の無酸素銅 (99.99%Cu) であり、それを焼ならしてから (500°C, 1h) ECAP 加工を行った。ECAP 加工は、溝孔の交差角 90° の金型を用いて、Bc ルート (プレスごとに材料を 90° 回転させて挿入) にて 4 パス行った。押出し速度は 5mm/sec であり、潤滑剤としては MoS₂ を使用した。Table I に焼ならしたままの

† 原稿受理 平成 16 年 4 月 15 日 Received Apr. 15, 2003

* 正 会 員 大分大学工学部機械・エネルギーシステム工学科 〒870-1192 大分市旦野原, Dept. of Mech. and Energy Systems Eng., Oita Univ., Dan-noharu, Oita, 870-1192

** 韓国機械研究院 Material Eng. Dept., Korea Inst. Machinery Materials, Changwon, Kyungnam, 641-010, Korea

*** 正 会 員 大分工業高等専門学校機械工学科 〒870-0152 大分市牧, Dept. of Mech. Eng., Oita National College of Tech., Maki, Oita, 870-0152

**** (株)セイコーエプソン 〒392-8502 諏訪市大和, Seiko Epuson Co. Ltd., Suwa, Yamato, 392-8502

材料, ECAP を1パスおよび4パス行った材料の機械的性質を示す. Fig. 1にECAP加工のパス数とビッカース硬さ H_v の関係を示す. 1回目のECAPにより硬さは急激に増加するが, その後増加はゆるやかになり3パス以降は飽和する傾向にある. 以下では, ECAP加工を施していない材料を0パス材, ECAP加工を4パス行った材料を4パス材とよぶ.

Fig. 2に, 試験片形状を示す. 試験片は, 中央部に浅い環状切欠(切欠半径: 20mm, 切欠深さ: 0.25mm)を有するが, その切欠係数は1に近いので実質的には平滑材とみなせる. 試験片製作後, 電解研磨により表面を30 μ m程度除去してから実験に供した. 用いた試験機は小野式回転曲げ疲労試験機(容量: 14.7Nm, 60Hz)である.

表面の疲労被害の観察およびき裂長さの測定は, 金属顕微鏡($\times 400$)とSEMによる表面の直接観察および定期的に採取したレプリカの観察($\times 400$)を併用して行った. 応力 σ_a は試験片最小断面部の公称曲げ応力振幅で, き裂長さ l は試験片表面に沿って測った周方向の長さで定義した.

3 実験結果および考察

3・1 ECAP 加工後の微視組織

Fig. 3にECAP加工前の金属顕微鏡組織写真を示す. Fig. 4(a)および(b)にECAP加工を1パスおよび4パス

ス行った後のTEM写真と制限視野電子線回折(SAED)パターン(直径1 μ mの領域に対応)をそれぞれ示す. 1パスのECAPにより平均厚さ300nm程度の微視的変形帯が形成され, 変形帯中には高密度の転位が認められる. このときのSAEDパターンはいわゆるネットパターンを形成するが, 個々の斑点が円周方向に広がっていることから, 変形帯間には方位差があり亜粒界となっている. 4パスのECAP加工後は, 平均寸法300nm程度の粒状の微細粒が認められ, 結晶粒間の方位差は増加している. 以上から, 1パスのECAPにより生じた高密度の転位を有する変形帯は, その後のECAP加工中の動的再結晶により結晶粒間の方位差が大きい微細粒になると思われる. また, 示差走査熱量計(DSC)により, 1パスおよび4パスのECAP加工を受けた材料の熱流量差を測定したところ(窒素中, 1.67 $^{\circ}$ C/minにて500 $^{\circ}$ Cまで), それぞれ101.9および93.5J/gであった. 焼ならした材料の熱流量差はほぼ0と考えられることから, 1パスのECAP加工材における熱流量差の増大は, 高密度の転位によるひずみエネルギーが貯えられていることを意味する. 4パス後の材料ではその値は多少減少するが, 材料内には依然として過度のひずみが存在し組織的に不安定な状態にあると思われる.

3・2 S-N 曲線

Fig. 5に, S-N曲線を示す. 高応力域では, 静的強度の大きい4パス材の疲労寿命が0パス材より大きく, 応力が大きい程その差は大きい(例えば, $\sigma_a = 130$ MPaでは20倍程度4パス材の疲労寿命が大きい). しかし, 10^7 回を打ち切り回数とした疲労限度: σ_w に両材の差はほとんど認められない.

Fig. 6に, 引張強さ σ_u を基準としたS-N曲線($\sigma_a/\sigma_u - N_f$ 関係)を示す. σ_u を基準とすれば4パス材の疲労強度は0パス材に比べ著しく低い. また, 図にはタフピッチ銅(JIS, C1100, 99.71%Cu)¹¹⁾平滑材の回転曲げ疲労試験

Table I. Mechanical properties.

NP	σ_u MPa	ϕ %	H_v^*
0	232	51	63
1	339	25	128
4	413	21	138

* Load : 2.94 N

Fig. 1. H_v vs number of ECAP passes relation.

Fig. 2. Shape of the specimen.

Fig. 3. OM micrographs of normalized copper.

Fig. 4. TEM micrographs of ECAPed copper.

Fig. 5. S-N curve.

結果を示す。加工硬化材であるため引張強さは0パス材より高く $\sigma_u = 353\text{MPa}$ であるが、相対的疲労強度は0パス材よりかなり低下する。タフピッチ銅と4パス材を比べれば、低応力下の疲労強度に大きな違いは認められないが、高応力下では4パス材の方が相対的強度は大きい。なお、0パス材、4パス材、C1100材の 10^7 回における時間疲労限度はそれぞれ $\sigma_w = 82, 88, 82\text{MPa}$ である。

3・3 表面の疲労被害

表面の疲労被害として以下に示す観察結果は4パス材のものである。Fig. 7に、 $\sigma_a = 120\text{MPa}$ を繰返したときの疲労被害の変化を金属顕微鏡により直接観察した結果を示す。疲労寿命の30%程度の繰返しにより、表面の一部(図の○で囲んだ部分)に被害が確認されるが、観察した領域内にそれ以外の変化は認められない。寿命の40%以降では繰返しと共に被害を受けた箇所が増加し、その領域は広がっている。また、被害箇所は次第に黒っぽくなっており、繰返しにより表面が荒れていく様子が見て取れる。

Fig. 6. σ_a/σ_u vs N_f relation for normalized, ECAPed and work-hardened (JIS C1100^{1D}) copper.

Fig. 8に、Fig. 7の□で囲んだ箇所の $N/N_f = 0.93$ における表面をSEMにて観察した結果を示す。寿命の中盤 ($N/N_f \approx 0.5$) から被害が確認された領域④では、表面の隆起の程度が大きく、隣り合う隆起の間が谷になっている。 $N/N_f \approx 0.7$ 程度から被害が確認された領域⑤は洗濯板状を呈し、被害の範囲は広いが領域④に比べれば隆起の程度はそれ程大きくない。また、寿命の終盤 ($N/N_f > 0.8$) に被害が発生したと思われる領域③の場合は、俵状の隆起とそれが成長した棒状の隆起が混在する。やがてそれらは成長し⑥の被害領域を形成すると思われる。一方、①領域はこれらと様子が異なり、 $10\mu\text{m}$ 程度の長さの線状の隆起が散発的に発生している。この部分の被害の変化をFig. 7で見ると、繰返しの初期 ($N/N_f = 0.31$) に細い線状の隆起が生じ、長さの変化はそれ程認められないが繰返しにより太さと高さを増している。しかし、 $N/N_f = 0.43$ ではその成長を止め、少し離れた場

Fig. 7. Change in fatigue damage on the surface by the direct observation.

Magnification of ㉠

Magnification of ㉡

Magnification of ㉢

Magnification of ㉣

$\sigma_a = 120 \text{ MPa}$, $N_f = 3.75 \times 10^6 \text{ cycles}$, $N/N_f = 0.93$, $5\mu\text{m}$

Fig. 8. SEM observation on the rimmed square area indicated in Fig. 7.

Fig. 9. Change in fatigue damage on the surface by the direct observation.

所に細い線状の隆起が確認できる。この線状の隆起も最初の隆起と同様の過程を辿りその成長を止めている。また、金属顕微鏡では、太い1本の線と見えたものの中に、成長を止めた線の横に新たな線状の隆起が発生したものが分かる。

Fig. 9 に、 $\sigma_a = 240 \text{ MPa}$ を繰返したときの疲労被害の変化を金属顕微鏡により直接観察した結果を示す。寿命の初期 ($N/N_f = 0.13$) に被害が確認できる (○で囲んだ部分)。その後繰返しと共に、被害の生じた箇所数は増加する。また、被害箇所の面積の増加も認められるが、その増加は $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$ に比べれば僅かであり、破断直前における表面の被害の様相は $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$ とはかなり異なる (Fig. 7 と Fig. 9)。

Fig. 10 に、Fig. 9 の□で囲んだ箇所を SEM にて観察した結果を示す。 $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$ で示した粒状に隆起した部分も多少は認められるが、多くは不定形の板状領域が全体として隆起し破片状を呈している。また、隆起した

Magnification of ㉠

Magnification of ㉡

$\sigma_a = 240 \text{ MPa}$, $N_f = 1.56 \times 10^5 \text{ cycles}$, $N/N_f = 0.91$, $5\mu\text{m}$

Fig. 10. SEM observation of the rimmed area indicated in Fig. 9.

領域と周辺の境界が割れを生じている場合もある。

Fig. 11 は、 $\sigma_a = 80\text{MPa}$ の下で破断した ($N_f = 2 \times 10^7$) 試験片の破断後の表面を SEM にて観察したものである。ECAP 処理されていない材料の場合、 10^7 回を越えて破断する試験片では主き裂以外のき裂はあまり認められず、被害も限られた領域にしか確認されないのが普通である。しかし、ECAP 材では低応力下でも広い範囲に被害が認められ、被害域の広さに他の応力下と大きな違いは認められない。また、き裂の発生数も多く、多数のき裂が破断に関係するため、破面の凹凸は大きく最終破断部は試験片の中心部に近い。Fig. 12 に、 $\sigma_a = 80\text{MPa}$ の破面写真を示す。

Fig. 13 に、Fig. 11 の□で囲んだ箇所を SEM にて観察した結果を示す。被害領域の様相は $\sigma_a = 120\text{MPa}$ と本質的に大きな違いはなかった。なお、(a) は線状に隆起した部分の境界にき裂が発生した例である。また、(b) は線状に隆起した部分が交差している例である。(b) の拡大を (c) に示す。(c) から、最初に①で示す方向の隆起が生じ、続いて②で示す方向の隆起が形成された後、③で示す方向の隆起が生じ、最初の隆起を下から持ち上げていること、および最後に発生した③の隆起が複数の幅 200 ~ 300nm の線状の隆起から形成されていることが分かる。

以上示したように、ECAP 材の表面の疲労被害は ECAP 加工されていない材料と著しく異なる (0 パス材の場合、繰返し初期に特定の結晶粒にすべり帯が発生する。繰返しと共にすべり帯は増加するが、被害を受けた結晶の数はそれ程多くない。特に 10^7 回疲労限以下の応力下では、破断に導いたき裂の起点となったすべり帯以外にすべり帯は観察されなかった)。Valiev ら⁷⁾は、ECAP 加工された銅 (99.98% Cu) に数十% の一方向変形

を与え表面をレプリカにより観察した結果、表面には粒界すべり (GBS) によるすべり線状のステップが観察され、GBS は数個以上の隣接する粒界に沿って起こること、また ECAP 加工された材料の粒界はエネルギーが高く非平衡状態にあることを報告している。本実験のように負荷応力が小さい場合、表面にいきなり GBS による大きなステップが形成されることはない。しかし、ECAP 加工により粒界は過度のひずみが集中し非平衡状態にある。^{9)~10)} この場合、小応力でも多数回の繰返しにより隆起が生じ、その後の繰返しにより隆起部は成長・拡大する。また、特定の方向への隆起の成長が一旦終了した場合でも、その内部および下部にある別の粒界が活動することにより、Fig. 8 の④部および Fig. 13 の③部で示した形態の被害が形成される。応力が相対的に大きい $\sigma_a = 240\text{MPa}$ の場合は、破片状領域が全体として隆起している。これは、Valiev らが観察している一方向変形の下で数結晶粒界に亘る GBS によるステップが発生した現象と類似したものと考えられる。

Fig. 14 は、繰返しによる表面のピッカース硬さ (荷重: 2.94N) の変化を調べた結果である。 $\sigma_a = 240\text{MPa}$ の場合は、繰返しと共に硬さは減少する ($H_v = 133 \rightarrow 106$)。一方、 $\sigma_a = 120\text{MPa}$ の場合は、 $N/N_f = 0.3$ 程度まで硬さの変化はごく僅かであり、それ以降は繰返しと共に急激に硬さは減少する ($H_v = 130 \rightarrow 86$)。 $\sigma_a = 80\text{MPa}$ の場合は、繰返しによる硬さの変化を追跡していないが、破断後の硬さは $H_v = 82$ である。ECAP 加工され非平衡状態にある粒界は、拡散が起こり易いため転位のパイラップ機構が働かず転位が粒界に吸収されることが報告⁹⁾されている。先に述べた DSC による熱流量差の測定結果から、本材でも粒界は非平衡状態にあると考えられ

$\sigma_a = 80\text{MPa}$, $N_f = 1.998 \times 10^7$ cycles, $\longleftrightarrow$: Axial direction

Fig. 11. SEM observation of the fatigue damage of fractured specimen.

$\sigma_a = 80\text{MPa}$, $N_f = 1.998 \times 10^7$ cycles

Fig. 12. Fracture surface.

(a) Magnification of (A) in Fig.11

(b) Magnification of (B) in Fig.11

(c) Magnification of (C) in Fig.11

Fig. 13. Fatigue damage under the low stress amplitude. ($\sigma_a = 80\text{MPa}$, $N_f = 1.998 \times 10^7$ cycles)

る。すなわち、応力の繰返しにより粒内の転位が移動し、それが粒界に吸収された結果結晶内の転移密度が低下したと、および GBS により粒界のひずみが緩和されたことなどが硬さの減少に関係したと推測される。

被害の程度を観察するため、 $\sigma_a = 120\text{MPa}$ を $N = 6 \times 10^5$ 回 ($N/N_f \approx 0.25$ に相当) 繰返した後、電解研磨により表面を $3\mu\text{m}$ 程度除去する実験を行った。Fig. 15 に、試験片全表面で最も被害の程度が大きい領域の電解研磨前後の直接観察写真を示す。この部分には将来主き裂が発生すると予想されるが、表面層を $3\mu\text{m}$ 程度除去しても被害が除去されていない部分が観察される。この部分はその後の繰返しによりき裂になると考えられる。

Fig. 16 に、レプリカ法により主き裂発生場所付近の表面状態の変化を観察した結果を示す。将来き裂となる部分には繰返しの初期 ($N/N_f = 0.13$, $N = 3 \times 10^5$) から被害が確認でき、繰返しと共にその部分の長さとは幅は増加

Fig. 14. Change in Vicker's hardness due to cycling.

Fig. 15. Removing $3\mu\text{m}$ damaged surface layer due to the electropolishing.

Fig. 16. Change in surface state around a major crack. (Replica observation)

し $N = 4.5 \times 10^5$ 回では $30\mu\text{m}$ 程度のき裂が認められる。その後の繰返しによりき裂長さは増加し試験片を破断に導く。

Fig. 17 にき裂伝ば曲線 ($\ln l-N$ 関係) を示す。伝ば曲線は直線で近似でき、このことはき裂伝ば速度がき裂長さに比例することを意味する。

Fig. 18 に、き裂先端の SEM 写真を示す。き裂縁のごく周辺には高応力を繰返した場合の表面に形成された隆起 (Fig. 10) に類似したものが認められる。き裂先端の応力集中により先端では GBS による隆起が生じる。隆起のステップ部には割れが生じ、き裂はその割れに沿って進むようである。また、き裂先端周辺には隆起部を除けばその他の被害は確認できず、被害は先端に限られた部分 (隆起部) に集中している。

以上の結果を総合すれば、4 パス材の疲労被害に関して以下のことが言える。ECAP により静的引張強さは約 1.8 倍になるが、 10^7 回の時間疲労限度はほとんど増加しない。このことは、巨視的な変形抵抗が増加しても微視的な変形の繰返しに対する抵抗はそれほど増加しないことを意味する。これに対する明確な理由は不明であるが、引張試験により巨視的な塑性変形を与えれば、ECAP 処理による動的連続再結晶 (導入された高密度の転位を消費しながら大角粒界の微細粒を形成する) と同じ効果は少なくとも部分的にはこれに近い効果が得られると思われる。一方、高サイクル疲労試験における小応力の繰返しは、動的回復による材料の軟化につながるなどが関係した結果であると考えられる。また、応力の繰返しにより硬さは徐々に減少する。応力が大きい方が同一回数繰返したときの硬さの減少は大きい。破断時の最終的な硬さは、破断繰返し数が多い低応力下の方が小さい。硬さの減少の主な理由として、繰返しにより粒内の転位が粒界に吸収され転位密度が低下したと、GBS により粒界ひずみが緩和されたことなどが考えられる。一方、表面には寿命の 10 ~ 20% の繰返しにより疲労被害が確認され、その後破断するまで被害域は拡大する。低応力下で認められる被害の典型的進行状態を Fig. 19 に模式的に示す。低応力下では、ある範囲に俵状の隆起が生じ (a)、それが成長し洗濯板状の被害域を形成する (b)。更に繰返すことで、隆起の内部や下部から新たな隆起が生じ (c)、隆起の程度は拡大する (d)。隆起部分の深い谷には割れが

Fig. 17. Crack growth curve. (ln l vs N relation)

$\sigma_a = 120 \text{ MPa}$, $l = 0.312 \text{ mm}$, $N_f = 3.5 \times 10^6 \text{ cycles}$

Fig. 18. Fatigue crack.

発生する。ただ、粒界の非平衡の程度により(b)と(c)がほぼ同時に起こる場合、(b)のままでその後の被害の進行が終了する場合もある。また、線状の隆起が単独に発生・成長し、ステップ部に割れが発生する場合もある(Fig. 13のA部の拡大)。一方、高応力下では低応力と異なり、破片状の領域がGBSによりすべて突き出た形態が多く見られた。突き出た領域のステップの大きい部分には割れが観察される。き裂は割れを起点として発生する。

隆起部や突出し部のステップに形成された割れから発生した微細なき裂は、周辺の割れからの微細なき裂と合体しながら成長し、やがてき裂先端の応力集中が支配的となり伝ば拡大する。すなわち、応力集中による高応力によりき裂先端の限られた範囲にGBSによる隆起が生じ、隆起部のステップに割れが生じる。き裂は割れた部分に沿って伝ばし、多くの延性金属材料とは伝ば機構が異なる。また、Fig. 12の破面写真から、き裂長さに比べ深さがそれほど大きくないことが分かる。これは、表面では割れに沿って優先的に伝ばするが、内部では割れを生じにくく結果として内部では表面に引張られるようにき

Fig. 19. Schematic explanation of the formation of typical surface morphology during repetitions of a low stress amplitude.

裂が伝ばしたためと思われる(アスペクト比は通常の材料より小さい)。

4 結 論

ECAP加工(4パス)による微細粒を有する銅の回転曲げ疲労試験を行った。得られた主な結論を以下に示す。

(1) ECAP加工により静的引張強さは約1.8倍になるが、 10^7 回の疲労限度はほとんど増加しない。しかし、高応力下の疲労寿命はECAPにより増加し、応力が大きいほど増加量は大きい。

(2) 表面の硬さは繰返しとともに低下し、破断時の硬さの減少は応力が小さい(破断繰返し数が大きい)ほど大きい。

(3) 繰返しにより表面には隆起が形成される。隆起の形態は応力レベルにより異なる。隆起の形成状態を連続観察し、その形成過程を明らかにした。このような隆起の形成には粒界すべりが関係していると思われる。

(4) 小応力(10^7 回を越えて破断する応力)を繰返す場合でも、破断時には試験片のほぼ全面にわたる広い範囲に被害が確認され、多数のき裂が発生する。

(5) き裂は結論(3)の隆起部のステップに発生した割れを起点に発生する。割れからの微細なき裂は合体・成長し、やがてき裂先端の応力集中が支配的になり伝ばする。このとき、き裂先端の極めて狭い範囲には高応力による隆起と割れが生じ、き裂は割れに沿って伝ばする。ECAP材のき裂伝ば機構は多くの延性金属材料と異なる。

本研究を行うに当たって、韓国科学技術省(The Ministry of Science & Technology, Korea)の21st Century Frontier R & D Programs “Center for Nanostructured Materials Technology”の支援(code #: 03K1501-00310)を得た。記して謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) V. M. Segal, Mater. Sci. Eng., **A197**, 157 (1995).
- 2) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, Scripta Mater., **35**, 143 (1995).
- 3) R. Z. Valiev, Mater. Sci. Eng., **A-234-236**, 59 (1997).
- 4) 堀田善治, 古川 稔, T. G. Langdon, 根本 實, まてりあ, **37**, 767 (1998).
- 5) Y. T. Zhu and T. C. Lowe, Mater. Sci. Eng., **A291**, 46 (2000).
- 6) Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, Acta Metall., **46**, 3317 (1998).
- 7) R. Z. Valiev, E. V. Kozlov, Yu. F. Ivanov, J. Lian, A. A. Nazarov and B. Baudellelet, Acta Metall. Mater., **42**, 2467 (1994).
- 8) R. Z. Valiev, A. V. Korznikov and R. R. Mulyukov, Mater. Sci. Eng., **A168**, 141 (1993).
- 9) A. Vinogradov, Y. Kaneko, K. Kitagawa, S. Hashimoto, V. Stolyarov and R. Valiev, Scripta Mater., **36**, 1345 (1997).
- 10) O. V. Mishin, V. Y. Gertsman, R. Z. Valiev and G. Gottstein, Scripta Mater., **35**, 873 (1996).
- 11) The Soc. Mater. Sci. Jpn., “Databook on Fatigue Strength of Metallic Materials”, **2**, p.1548 (1996) Elsevier.