新しい組織制御法としての Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)

堀 田 善 治*

古 川

稔**

Terence G. Langdon***

根 本

實****

1. ECAP 法とは

圧延、線引き、押し出しなどの加工法は、材料を薄くする、細くする、成形するなどが第一目的で、同時に加工硬化や回復・再結晶を利用して組織を制御している。ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) 法とは、図 1 に示すように金型中で交差する同じ径の二つの溝孔(Channel)を通して材料を押し出し、曲り角で材料にせん断変形を与えるというきわめて単純なもので、加工前後で材料の断面形状は変わらないから、原理的にプレス回数には制約がなく、バルク状態のままできわめて大きな加工ひずみを加えることができるという塑性加工法である。一種の押し出し法でもあるので ECAE (Equal-Channel Angular Extrusion) 法とも呼ばれている。素材の大きさが変わらないという点で従来の圧延や線引きとは全く異なる新しい加工法である。良好な特性がバルク状態のまま得られれば、それから任意の形状に成形でき、素材としての形状や寸法の制約から逃れることができる。

ECAP 法は Segal ら⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾によって集合組織制御法として考案され1981年に公表されたが、強加工による結晶粒の超微細化に Valiev ら⁽⁶⁾⁻⁽¹¹⁾が応用して以来世界的に注目されるようになった⁽¹²⁾。金属材料のどの教科書にもあるように、結晶粒の微細化は材料の靱性の向上や超塑性特性の発現には必須の条件である。結晶粒の微細化法にはいろいろあるが、鉄鋼のような相変態が利用できない場合には、強加工-再結

図1 ECAP 法の原理(模式図)。

晶法が最も良く用いられる。しかし、圧延や押し出し、線引きなどの通常の加工法では、強加工を与えると材料の厚さや太さが小さくなり、加えられる変形量には現実的な制約がある。一方、ECAP 法にはこの制約がなく、動的あるいは静的回復・再結晶を組み合わせると、従来達成できなかった領域まで結晶粒を微細化することができる。最近の研究によりいろいろな材料で超微細粒組織が達成され、延性や超塑性特性が改良されることがわかり、新しい加工プロセスとして期待が高まっている。

* 九州大学助教授；工学部物質科学工学科材料工学教室(〒812-8581 福岡市東区箱崎6-10-1)

** 福岡教育大学助教授；技術科

*** University of Southern California, Professor; Department of Materials Science and Engineering

**** 九州大学教授；工学部物質科学工学科材料工学教室

Equal-Channel Angular Pressing (ECAP): A Novel Method for Microstructural Control; Zenji Horita*, Minoru Furukawa**, T. G. Langdon***, Minoru Nemoto****(*,****Faculty of Engineering, Kyushu University, Fukuoka. **Fukuoka University of Education, Munakata. ***University of Southern California, Los Angeles, CA, USA)

Keywords: equal-channel angular pressing; ECAP, fine grain, severe deformation, super plasticity, strength, recrystallization

1998年3月3日受理

2. どのような塑性変形が起こるか

交差する溝孔の曲り角付近の断面を模式的に示したのが図2である。せん断は曲り角のせん断面上でのみ起こり、要素Aはせん断面を通過すると要素Bのように形状が変化する。この図から1回のパスによるせん断ひずみ量はかなり大きいことが容易にわらう。図3のような一般的な形状の金型で N 回押し出した場合の相当ひずみ量は次式で与えられる⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right\} \quad (1)$$

ここで Φ は溝孔の交差角、 Ψ は溝孔の交差点近傍の曲面部の角である。図4は1回押し出した場合のひずみ量 ε と Φ 、 Ψ の関係を示したもので、ひずみ量は Φ に強く依存し、 Ψ への依存性は小さいことがわかる。Wuら⁽¹⁵⁾はモデル実験により材料の流れと式(1)のひずみ量を確認、Prangnellら⁽¹⁶⁾は有限要素法解析により変形が材料内で均一に起こる

図2 ECAPによるせん断変形。

図3 ECAPの一般的な金型。

図4 1回のECAPによる相当ひずみ量の Φ および Ψ による変化。

ことを示している。図2のように折れ曲がり角 Φ が 90° で Ψ が 0° のときの単純せん断ひずみ量は2、相当ひずみ量にして $2/\sqrt{3}$ にも達する。ECAP法では繰り返しプレス回数には原理的に制約がないから、たとえば、 $N=10$ のときの相当ひずみ11.5を圧延で達成しようとする、10万分の1以下の厚さまで薄くしなければならず、ECAP法がいかに有力であるかわかる。

3. 加工組織制御の可能性

どのような組織が形成されるかは Φ 、 Ψ 、 N だけではなく、温度、ひずみ速度、せん断方向の組み合わせにも依存する。ECAPでは溝孔の交差面上で単純なせん断変形を受けるから、繰り返しプレス過程で材料を挿入するときの回転のさせ方を変えることによりいろいろなせん断変形を組み合わせることができる⁽⁵⁾⁽¹⁷⁾⁻⁽²¹⁾。

金型に対して材料を回転させずに挿入して繰り返しプレスするのをRoute A、毎回 90° ずつ回転させる場合をRoute B、 180° 回転させてプレスする場合をRoute Cと定義する。Route Bには 90° 、 0° 、 90° 、 0° と回転させるRoute B_Aと 90° 、 180° 、 270° 、 360° と回転させるRoute B_Cがある。図5はそれぞれのrouteでどのようなせん断が組み合わせられるかをわかりやすく示したもので、Route AとRoute Cではせん断がY面に垂直な面上だけで起こり、Route B_AとRoute B_CではY面とZ面に垂直な面上で三次元的にせん断が組み合わされていることを示している。また、Route B_Cでは3パス目と4パス目のせん断がそれぞれ1パス目、2パス目と同一面上で逆方向に起こっており、Route Cでは2パス目と4パス目のせん断が1パス目と同一面上で逆方向に生じている。Route AとB_Aでは最初のせん断面はその後のパスでせん断されるので、図に示した面が繰り返しプレス後に実際に

観察されるせん断面の方向を表しているわけではないことを注意しておきたい。

図6は、孔の交差角度が 90° の場合、1回のプレスによりプレス前の立方体単位がどのように変形するかを模式的に示したもので、変形前の単位立方体を結晶粒とみなすと変形の

図5 挿入時の試料の回転によるせん断面の組み合わせ。

形態を理解しやすい⁽²⁰⁾⁽²¹⁾。材料の上面をZ面、側面をY面、押し出し方向に垂直な断面をX面とすると、1回のプレスによりZ面上の粒形は変わらないが、X面ではつぶれ、Y面ではプレス方向と 26.6° 傾いた方向に伸びる。図7は2回目のプレスを(a)Route A, (b)Route B, (c)Route Cとした場合の形状変化を示している。2回目のプレスによりRoute AではZ面上の粒形は変わらないが、X面ではさらにつぶれ、Y面ではpress方向と 14° 傾いた方向に伸びる。Route Bでは、Y面、Z面の両方で結晶粒が伸びる。全く対照的にRoute Cでは2回目のプレスにより結晶粒は元の形

図6 1回のプレスによる立方体単位の形状変化

図7 2回プレスによる元の立方体単位の形状変化。(a) Route A, (b) Route B, (c) Route C。

に戻る。これは図4に示したように2回目のせん断が1回目と逆方向に起こるためである。Route Bは3回目以降にはRoute B_AとRoute B_Cに分かれる。図8はRoute B_Cでの3,4回目プレスによる結晶粒の形状変化を示している。Route B_CはRoute Cの三次元合成であるから、4回目のプレスで結晶粒は元の形に戻る事がわかる。

図9は各々のrouteにより結晶粒の形がどのように変化するかをまとめたものである⁽²¹⁾。Route AではY面で押し出し方向に組織は伸び、X面ではつぶれる。Route B_AではY面とZ面の両方で元の結晶粒は押し出し方向に伸びる。したがって、Route Aは圧延と類似した集合組織、Route B_Aは押し出しや線引と類似した異方性の強い組織になる。もしも2相組織から出発すれば、2相が一方方向に伸びたいわゆる*in-situ* 複合組織をつくることのできる⁽²²⁾。一方、Route B_Cでは粒の形は4回目毎に元に戻り、Route Cでは2回目毎に元に戻る。したがって、これらのrouteでは加工集合組織は形成されないと考えられる。Route B_C, Route Cのように大きなせん断ひずみを加えながらも結晶粒の形を元のままに保てるのがECAP法の特徴である。このように、ECAP法によればせん断方向の組み合わせによっても加工組織を大幅に制御することができ、組織の微細化や均一化を含めて広い応用が期待できる。たとえば、Xiangら⁽²³⁾は2024Al-3%Fe-5%Ni(質量%)合金の急冷凝固粉末を冷間静水圧プレス(CIP)後、Route Cに相当する方法で573 KでECAPすることにより623~723 Kで通常の押し出し加工した場合とほぼ同じ密度でより微細な内部組織を達成している。

4. 結晶粒の微細化過程

ECAP法で強加工と回復・再結晶を組み合わせると結晶粒の微細化が可能となる。ECAP後に加熱焼鈍して静的に再結晶させ結晶粒を微細化することもできるが、加工中の温度や変形方向を制御することにより動的あるいは連続的に結晶粒を微細化できるのがECAP法の特徴である。

図10は室温で1回プレスした99.99%AlのX, Y, Z面の透過電子顕微鏡(TEM)組織の立体合成写真で、転位が配列した帯状組織(shear band)が約1 μm 間隔に形成されている⁽²⁰⁾。shear bandはX面では底辺にほぼ平行、Y面では押し出し方向と約45°方向、Z面では押し出し方向とほぼ垂直に並んでおり、Al中の{111}すべり面の方向とは一致しないが、図5から予測されるせん断面との交線方向に近い。1パスでの変形は材料中できわめて均一である。図中に示した制限視野電子線回折(SAED)パターン(直径13.5 μm 領域に対応)はいわゆる net pattern を形成しているが、個々の斑点が円周方向に拡がっていることから、shear band 間には方位差があり、亜結晶粒界となっていることがわかる。図11はRoute B_Cで4パスした純アルミニウムの組織で、SAEDパターンは高角度粒界からなる粒径約1.2 μmの微細粒になっ

図8 Route B_Cで3回および4回プレスしたときの立方体単位の形状変化。

Route	面	プレス回数								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X
	Y
	Z
B _A	X
	Y
	Z
B _C	X
	Y
	Z
C	X
	Y
	Z

図9 繰り返しECAPによる立方体単位の形状変化。

ていることを示している。結晶粒界面は滑らかで、内部には転位がほとんど観察されず、微細粒ではECAP中に原子拡散がかなり起こっていることを示している。純アルミニウムで通常の強加工-再結晶法により達成できる粒径は10 μm程

図10 1回パスした99.99%AlのTEM組織. X, Y, Z面から観察して立体図に合成. 視野制限回折(SAED)パターンはそれぞれの面の直径13 μm 領域からに対応している.

図11 Route B_cで4回パスした99.99%AlのTEM組織(三次元合成).

度であるので、ECAP法は結晶粒の微細化にきわめて有効であることがわかる。このように従来の静的再結晶法より結晶粒を大幅に微細化できるのがECAP法の特徴である。

図12はECAPの繰り返しに伴うSAEDパターンの斑点の拡がりや各routeの各面について調べた結果である⁽²⁰⁾。いずれの場合にもECAPの初期段階で亜結晶粒が形成され、ひずみの増加と共に結晶粒間の方位差が増大し、ついには高角度粒界で構成された微細粒になる。結晶粒間の方位差の増加は連続的と見られることから、結晶粒の微細化は動的連続的再結晶により起こるということができよう。また、図12から亜結晶粒の傾角の増加傾向がrouteにより異なり、Route B_cで最も早く起こることがわかる。図5に示したようにRoute B_cでは交差する二つの面上での繰り返しせん断が三次元的に組み合わせられている。純アルミニウムについて図3における ϕ の影響を調べた結果によれば⁽¹⁴⁾、同じ塑性ひずみ量で比較すると、 $\phi=90^\circ$ の場合のひずみ硬化が最大で ϕ がこれより大きくなるほどひずみ硬化量は小さくなる。実験結果は、一度に大きなせん断変形が起こること、かつ三次元的に起こることが亜結晶粒の傾角の増加に有効であるこ

とを示している。具体的な再結晶機構は明らかでないが、高温変形中の動的再結晶過程について提案されているように⁽²⁴⁾、アルミニウム中ではECAPの強いせん断変形中に結晶粒回転が促進されている可能性が考えられる。また、強加工により蓄積されたひずみが回復による微細粒の形成を促進し、微細粒化がさらに回復を促進すると考えられる。Prangnellら⁽¹⁶⁾は1パスと10パスした99.75%Alをいろいろな温度で焼鈍し、組織のTEM観察と背面散乱電子線回折(EBSP)解析により、亜結晶粒界は移動速度が小さいため静的焼鈍ではむしろ高温まで残留しやすいことを示している。

このように、99.99%アルミニウムは室温でECAP加工しただけで結晶粒が微細化される⁽¹⁶⁾⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾。一方、Al-1質量%Mg合金を室温で6回プレスすると平均0.45 μm 径、Al-3質量%Mg合金を8回プレスすると平均0.27 μm 径の微細粒が得られる⁽²⁵⁾。しかしAl-Mg合金を室温でECAPした場合には粒界面や粒内に高密度の転位が残存している。このように、プレスのroute、繰り返し数、温度、合金組成などは結晶粒間の方位差の増加の速さと到達粒径をきめる重要な因子である。

図12 SAED パターン中の回折点の円周方向の広がり
のパス回数とプレス route による変化。

5. 高速超塑性の発現

塑性変形が原子の拡散に支配されるとき、応力 σ の下でのひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ は次の構成方程式で与えられる⁽²⁶⁾。

$$\dot{\epsilon} = \frac{AGb}{kT} \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{G} \right)^n \left(\frac{b}{d} \right)^p D_0 \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \quad (2)$$

ここで、 A は変形機構に關与する定数、 G は剛性率、 b はバーガースベクトルの大きさ、 k は Boltzmann 定数、 T は温度、 σ_0 は変形のしきい応力、 d は結晶粒径、 D_0 は拡散の pre-exponential factor、 Q は拡散の活性化エネルギー、 R は気体定数、 n は応力指数で超塑性変形の場合は 2 程度、 p は拡散機構に依存する粒径指数で 2~3 の値をとる。超塑性変形は粒界すべりで起こり、この式から結晶粒径が小さいほど大きなひずみ速度が得られることがわかる。一般に、 10^{-2} s^{-1} 以上の初期ひずみ速度で 300% 以上の伸びがある場合を高ひずみ速度超塑性あるいは高速超塑性と定義し⁽²⁷⁾、アルミニウム合金では結晶粒径が $3 \mu\text{m}$ 以下になるとこの条件が達成される可能性がある⁽²⁸⁾。高速超塑性が発現すると超塑性加工を迅速に行えるようになるから工業上の価値は大きい。

超塑性特性は一般に $T_m/2$ 以上の高温で発現する。ここで

図13 673 K で 8 回パス、さらに 473 K で 4 回パスした Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr 合金の TEM 組織。

T_m はその材料の融点(K)である。純アルミニウムや純銅⁽¹⁰⁾⁽²⁹⁾、Al-Mg 二元系合金⁽³⁰⁾⁽³¹⁾では微細粒の熱的安定性が低く、高温では粗大化してしまうので超塑性特性は発現しない。ECAP した Al-3%Mg 合金の結晶粒は不安定で、電子顕微鏡観察中に加熱しなくても粒界移動が起こる⁽³¹⁾。超塑性特性の発現には結晶粒の微細化に加えて粒内変形を抑制するための固溶強化と結晶粒界をピン止めし微細粒組織の熱的安定性を高めるための粒子分散あるいは熱的に安定な二相共存組織にする必要がある。

Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr 合金(1420合金)は Mg と Li により強化され、 Al_3Zr の微細分散により結晶粒の粗大化が抑制されている⁽³²⁾。この 1420 合金を 673 K で 8 パス、さらに 473 K で 4 パス ECAP 変形すると、図13に示すようにほぼ全域にわたって高傾角粒界からなる平均粒径約 $1.2 \mu\text{m}$ の微細粒となった⁽³³⁾。図14はこの材料をいろいろな温度と初期ひずみ速度で引張試験した後の試料で、623 K、 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で引張試験すると 1180% を超える伸びが観察され、 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度でも約 900% の伸びが得られることを示している⁽³³⁾⁽³⁴⁾。図15は Al-Li 系 1420 合金についてこれまでに報告されている超塑性特性⁽³⁵⁾と比較したもので、従来の加工熱処理材と比較して低温度で著しい高速超塑性が発現していることがわかる。特に、従来の超塑性 Al-Li 合金の多くが粉末冶金法でつくられているのに対して、バルク法であることは特筆できる。また、同じように ECAP 加工した Al-6%Cu-0.4%Zr 合金(Supral 100 A)では平均粒径が約 $0.5 \mu\text{m}$ となり、573 K、 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で約 970% の超塑性伸びが観測された⁽³³⁾。これらはいずれも高速超塑性の領域にある。

Al-Mg-Sc 合金は、Mg による固溶強化と整合な Al_3Sc 粒子の微細分散で優れた強度と延性を示すことがすでに知られ

ている⁽³⁶⁾⁻⁽³⁸⁾。最近の Al-3%Mg-0.2%Sc 合金についての結果によれば⁽³⁹⁾，室温で8パスの ECAP により平均粒径約 0.2 μm が得られ，673 K， $3.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ での引張変形により1030%の伸びを達成している。各 ECAP の間で473 K で

中間焼鈍を加えると伸びは1500%に達しさらに優れた超塑性特性が発現している。ECAP 法は Mg 合金系でも試みられ超塑性特性が発現している⁽⁴⁰⁾。しかし，二相合金の Zn-22%Al 合金では，ECAP により各々の相内の結晶粒は微細化されるが混合状態は変わらず，超塑性特性の改善効果は小さい⁽⁴¹⁾。

6. 延性の改善

結晶粒の微細化は，延性を損なわない唯一の材料強化法で，高强度材の延性改善には結晶粒の微細化が必須である。Al-Li 系合金は，高比強度，高比剛性で次世代の航空機用アルミニウム合金として期待され活発に研究されてきた⁽³²⁾。ECAP された1420合金の微細粒組織は高温でも安定なので，ECAP 後，粒成長を起こさない程度で高温で再溶体化処理し時効すると硬化させることができる。図16は，熱間圧延材，813 K 溶体化・時効材(粗粒材)と ECAP 後 673 K で溶体化し時効した場合(微細粒材)の強度を伸びに対してプロットしたもので，ECAP 材の強度-延性特性が大幅に改善されていることを示している⁽⁴²⁾。このように ECAP 法は材料の靱性改良にも有効である。Markushev ら⁽⁴³⁾は Al-Mg-Si 系合金の強度と靱性に及ぼす ECAP の影響を調べており，Semiatin ら⁽⁴⁴⁾は TiAl 系金属間化合物の ECAP を試み，割れの発生傾向と塑性変形特性との関係を検討している。

7. 結 言

ECAP 法は，コロンブスのたまご的発想で見いだされた独創的な加工法で，結晶粒の微細化法としては従来の強加工-再結晶法の分類に入るが到達結晶粒径はかなり小さく，酸化

図14 673 K で8回パス，さらに473 K で4回パスした Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr 合金の引張試験による試験片の変形。

図15 Al-Li 系1420合金の超塑性伸びのひずみ速度依存性の比較。

図16 673 K で4回パスし，673 K で溶体化後時効処理した Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr 合金の0.2%耐力と伸びの圧延材および高温溶体化処理材(粗大粒材)との比較。

などの汚染がない，残留気孔がない，バルク材が得られるなど物理蒸着法や化学蒸着法，メカニカルアロイング法などの粉末冶金法による結晶粒の微細化にはない多くの特徴がある．すでに ECAP したいくつかの合金で比較的低温，高ひずみ速度で超塑性特性が発現することが知られ，今後の研究でプロセスがより最適化されると，従来の超塑性合金の特性が飛躍的に改善されるだけでなく，新しい超塑性合金も開発される可能性がある．更に材料の強度と靱性の改良法としても有効である．ECAP 法はきわめて単純であり，原理的には合金の種類の制約もなく，それだけ応用の可能性は広い．最近の研究により塑性変形機構や結晶粒の微細化機構が明らかになりつつあり，従来にない新しい可能性を持つ組織制御法として大いに期待できる．

共同研究を通して多大な御指導をいただき，多くの資料をご提供くださった R. Z. Valiev 教授(Ufa State Aviation Technical University)，ECAP 法による超微細粒材料の開発を日米共同研究事業として助成いただいている日本学術振興会と米国科学財団(National Science Foundation)および本稿中の原図の多くを作成された岩橋芳憲氏(現三菱重工㈱)に心から感謝したい．

文 献

- (1) V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevskiy and V. I. Kopylov: Russian Metallurgy-Metally, **1**(1981), 99.
- (2) V. M. Segal: *Processing Materials for Properties*, Ed. by H. Henein and T. Oki, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, (1991), p. 947.
- (3) V. M. Segal, R. E. Goforth and K. T. Hartwig: *Processing Materials for Properties*, Ed. by H. Henein and T. Oki, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, (1991), p. 971.
- (4) V. M. Segal, V. I. Reznikov, V. I. Kopylov, D. A. Pavlik and V. F. Malyshev: *Process of Structure Formation During Plastic Straining*, Scientific and Technical Publishing, Minsk, Belarus, (1994).
- (5) V. M. Segal: Mater. Sci. Eng., **A197**(1995), 157.
- (6) R. Z. Abdolov, R. Z. Valiev and N. A. Krasilnikov: Mater. Sci. Lett., **9**(1990), 1445.
- (7) R. Z. Valiev and N. K. Tsenev: *Hot Deformation of Aluminum Alloys*, Ed. by T. G. Langdon, H. D. Merchant, J. G. Morris and M. A. Zaidi, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, (1991), p. 319.
- (8) R. Z. Valiev, A. V. Korznikov and R. R. Mulyukov: Mater. Sci. Eng. **A168**(1993), 141.
- (9) N. A. Akhmadeev, N. P. Kobelev, R. R. Mulyukov, Y. M. Soifer and R. Z. Valiev: Acta metall. mater., **41**(1993), 1041.
- (10) R. Z. Valiev, E. V. Kozlov, Yu F. Ivanov, J. Lian, A. A. Nazarov and B. Baudelet: Acta metall. mater., **42**(1994), 2467.
- (11) R. Z. Valiev: Mater. Sci. Eng., **A234-236**(1997), 59.
- (12) 堀田善治, 王 経 涛, 古川 稔, 根本 實, R. Z. Valiev, Y. Ma, T. G. Langdon : 日本金属学会会報, **32**(1993), 898.
- (13) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Scripta Mater., **35**(1996), 143.
- (14) K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Acta Mater., **46**(1997), 1589.
- (15) Y. Wu and I. Baker: Scripta Mater., **37**(1997), 437.
- (16) P. B. Prangnell, C. Harris, S. M. Roberts and F. J. Humphreys: Scripta Mater., **37**(1997), 983.
- (17) S. Ferasse, V. M. Segal, K. T. Hartwig and R. E. Goforth: J. Mater. Res., **12**(1996), 1253.
- (18) S. Ferasse, V. M. Segal, K. T. Hartwig and R. E. Goforth: Metall. Mater. Trans., **28A**(1997), 1047.
- (19) Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Acta Mater., **45**(1997), 4733.
- (20) Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Metall. Mater. Trans. **29A**(1998), 印刷中.
- (21) M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng., (1998), 投稿中.
- (22) V. M. Segal, K. T. Hartwig and R. E. Goforth: Mater. Sci. Eng., **A224**(1997), 107.
- (23) S. Xiang, K. Matsuki, N. Takatsuji, M. Tokizawa, T. Yokote, J. Kusui and K. Yokoe: J. Mater. Sci. Lett., **16**(1997), 1725.
- (24) T. Sakai, X. Yang and H. Miura: Mater. Sci. Eng., **A234-236**(1997), 857.
- (25) Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Metall. Mater. Trans. **29A**(1998), 印刷中.
- (26) A. K. Mukherjee, J. E. Bird and J. E. Dorn: Trans. ASM, **623**(1969), 155.
- (27) K. Higashi and M. Mabuchi: Mater. Sci. Forum, **233-234**(1997), 155.
- (28) K. Higashi, M. Mabuchi and T. G. Langdon: ISIJ Intern., **36**(1996), 1423.
- (29) Z. Horita, D. J. Smith, M. Nemoto, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: J. Mat. Res., **13**(1998), 446.
- (30) J. Wang, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: Acta metall. mater., **44**(1996), 2973.
- (31) Z. Horita, D. J. Smith, M. Furukawa, M. Nemoto, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: J. Mater. Res., **11**(1996), 1880.
- (32) 古川 稔, 美浦康宏, 根本 實 : 日本金属学会会報, **23**(1984), 172.
- (33) P. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, N. K. Tsenev, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: Mater. Sci. Forum, **217-212**(1996), 1013.
- (34) P. B. Berbon, N. K. Tsenev, R. Z. Valiev, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: *Advanced Light Alloys and Composite*, Kluwer Press, the Netherlands, (1998), 印刷中.
- (35) O. B. Makova, V. K. Portnoy and I. I. Novikov: *Aluminium-Lithium*, Ed. by M. Peters and P-J. Winklers, Information-gesellschaft Verlag, Oberursel, (1991), p. 1133.
- (36) R. R. Sawtell and C. L. Jensen: Metall. Trans., **21A**(1990), 421.
- (37) T. G. Nieh, R. Kaibyshev, L. M. Hsiung, N. Nguyen and J. Wadsworth: Scripta Mater., **37**(1997), 1011.
- (38) L. S. Kramer, W. T. Tack and M. T. Fernandes: Adv. Mater. Proc., **152**(1997), 23.
- (39) S. Komura, P. B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Scripta Mater., **38**(1998), 1851.
- (40) M. Mabuchi, H. Iwasaki and K. Higashi: Mater. Sci. Forum, **243-245**(1997), 547.
- (41) M. Furukawa, Y. Ma, Z. Horita, M. Nemoto, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng., **A241**(1998), 122.
- (42) M. Furukawa, P. B. Berbon, Z. Horita, M. Nemoto, N. K. Tsenev, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: Metall. Mater. Trans., **29A**(1998), 169.
- (43) M. V. Markushev, C. C. Bampton, M. Yu. Murashkin and D. A. Hadwick: Mater. Sci. Eng., **A234-236**(1997), 927.
- (44) S. L. Semiatin, V. M. Segal, R. L. Goetz, R. E. Goforth and T. Hartwig: Scripta Metall. Mater., **33**(1995), 535.