

特集記事・6

構造用金属材料の新たな挑戦
ヘテロ構造制御に基づく新指導原理構築

超微細粒強化と時効析出強化を並立させる新規アルミニウム合金展伸材の開発とその合金設計指導原理の確立

Development of Novel Wrought Aluminum Alloys Concurrently Strengthened by Ultrafine-Grained and Precipitation Hardenings and Establishment of Guidelines for The Innovative Alloy Designing

廣澤渉一*1、濱岡 巧*2、堀田善治*3、
李 昇原*4、松田健二*5、寺田大将*6

1 はじめに

時効硬化型アルミニウム合金展伸材の強化機構としては、析出強化、転位強化、結晶粒微細化強化などが挙げられ、これらを適切に組み合わせることで従来の性質を大きく上回る高強度・高延性を有する材料の創製が望まれている。しかしながら、例えば冷間加工による転位強化と析出強化を組み合わせようとすると、硬化速度の増加によって初期強度が増大する場合もあるものの、時効処理による強度増加量、すなわち時効硬化能は加工率の増加とともに単調に減少してしまうことが多い。これは、加工によって導入された多量の転位が、その後の時効処理時に溶質原子の拡散を促進し（転位芯拡散）、かつ核生成に必要な活性化エネルギーを減少させて転位線上への不均一析出を誘発するためであり、競合して生じる母相中での析出量の減少が、時効硬化能の低下を引き起こすことが知られている（図1参照）。

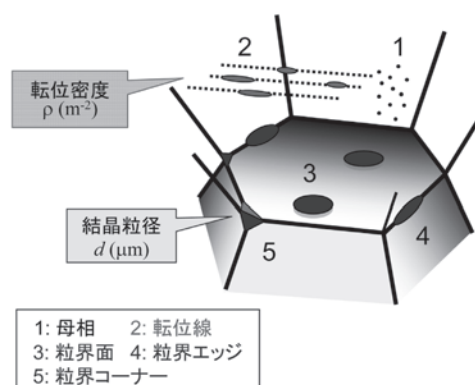


図1 時効硬化型合金で観察される競合析出現象の模式図

一方、結晶粒微細化強化と析出強化との組み合わせについても、HPT (High-Pressure Torsion) やECAP (Equal-Channel Angular Pressing)、ARB (Accumulative Roll Bonding) などの巨大ひずみ加工法の発明で比較的容易に結晶粒をサブミクロンオーダーまで超微細化できるようになったにもかかわらず（超微細粒強化）、その後の時効処理で大幅に強度が低下してしまうことも少なくない。これも、粒界拡散や結晶粒界（粒界面、エッジ、コーナー）上への不均一核生成が、通常条件では形成されないような安定相を粗大に粒界析出させるためであり、母相中での析出量（多くの場合は準安定相）の減少が強度低下の主因となっている（図1参照）。したがって、せっかく事前に転位強化や結晶粒微細化強化を図っても、その後の時効処理が適切でなければ合金本来の時効硬化能が低減、もしくは発現されないことになり（競合析出現象）、両強化機構と析出強化を並立させるための合金設計やプロセス条件に関する指導原理の確立が望まれている。

本研究では、4大学の研究グループがそれぞれ得意とする専門性を活かして緊密に連携し、効率の良い有機的・相補的な連携体制を構築（図2参照）することで、「超微細粒強化と時効析出強化を並立させる新規アルミニウム合金展伸材の開発とその合金設計指導原理の確立」を図ることを目標としている。具体的には、様々な巨大ひずみ加工法によって各種アルミニウム合金展伸材に転位を導入、超微細粒化した場合に、その後の時効硬化挙動や析出組織がどのように変化するのかを、合金系や合金組成、時効処理条件、析出機構などの観点から明らかにし、実際に高強度・高延性を有する次世代構造用アルミニウム合金展伸材を創製することを目指している。本稿では、アルミニウム合金に対して巨大ひずみ加工と

*1 横浜国立大学 大学院工学研究院 機能の創生部門 准教授
*2 横浜国立大学 産学連携研究員
*3 九州大学 大学院工学研究院 材料工学部門 教授

*4 九州大学 産学連携研究員
*5 富山大学 大学院理工学研究部 教授
*6 京都大学 大学院工学研究科 材料工学専攻 助教

時効処理を組み合わせた過去の研究例、ならびにこれまでに得られた本研究グループによる成果を紹介し、超微細粒合金のさらなる高強度化を図るための方策について議論する。

2 過去の研究および これまでに得られた研究成果

巨大ひずみ加工を用いた研究は国内外で盛んに行われているが、これまでは純金属の高強度化を実現する結晶粒微細化のメカニズムや変形・強化機構の解明を目的としたものが多く、超微細粒合金に対して析出強化を並立させようとする試みは限られていたようである。表1に、各種アルミニウム合金に対して溶体化処理、巨大ひずみ加工 (HPTやECAP、ARBなど)、時効処理を順に施した時の到達硬さ・強度、時効硬化量 (時効硬化能)、対応する微視的組織の特徴を示す¹⁻¹⁷⁾。例示した全14種のアルミニウム合金のうち、本研究グループのメンバーによる報告が過半を占めることから、本分野における著者らの先見性ならびに貢献度をうかがい知ることができよう。表1から読み取れる事象をまとめると、以下の3点に集約できる。

- ①巨大ひずみ加工を施した試料を様々な温度で時効処理すると、合金系によらず低温ほど到達硬さ・強度、時効硬化量が大きく、高温では硬化することなく単調に軟化することが多くなる（ビッカース硬さ（HV）や引張強度（UTS）の変化量を、それぞれ△（増加量）と▼（減少量）で示す）。これは、高温ほど超微細粒の粒径増加が顕著になるのに加えて、安定相が粗大に粒界析出し、母相中における準安定相の析出量が減少するためである。
- ②巨大ひずみ加工によって導入される相当ひずみ量が増加するにつれて、同じ時効温度でも時効硬化量は低下する。これも不均一核生成に伴う析出物サイズの増加が原

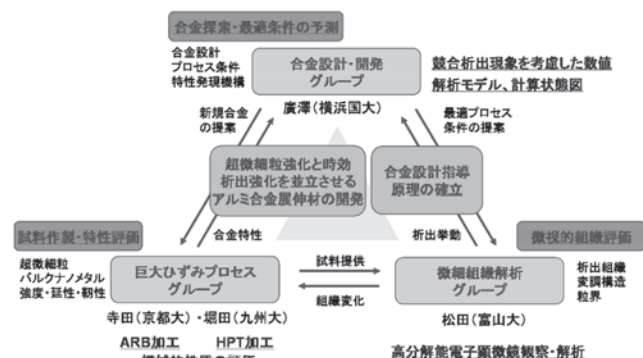


図2 本研究の実施体制

因であり、残念ながら現状では、無加工材（相当ひずみ 0）で最も時効硬化量が大きく、転位強化や結晶粒微細化強化の寄与が時効処理によって相殺されている場合が多いようである。

- ③合金系で比較すると、実用合金である2000系(Al-Cu-Mg系)、6000系(Al-Mg-Si系)、7000系(Al-Zn-Mg系)、研究用合金であるAl-Si-Ge系、Al-Ag系、Al-Sc系のいずれにおいても、最大で ΔHV_{20} 程度の時効硬化量しか示さず、強化機構の並立が十分に図られているとはいえない状況にある。しかしながら、本研究グループが初めて報告した2091Al-Li-Cu系合金は、アルミニウム合金展伸材では最高レベルの到達硬さHV290を記録しており、 ΔHV_{45} の時効硬化量も特筆すべき値となっている。これは、サブミクロンオーダーの超微細粒内に、ナノスケールの析出物を高密度に分散させることに成功したためであり、強化機構の並立を達成しうる好例として位置付けられる^{16,17)}。

そこで以下では、上記の事象を端的に示す研究結果をもう少し詳しく紹介し、超微細粒強化と析出強化を並立させるための合金設計、プロセス条件について考察することにする。

2.1 強化機構の並立が困難な場合

表1に示したように、6022Al-Mg-Si系合金HPT材はその後の時効処理でほとんど硬化することではなく、本系合金の通常の時効温度である443K時効では▼HV65で単調に軟化し、強化機構の並立が困難な合金と言える。図3からもわかるように、時効処理前の硬さは30%冷間圧延（相当ひずみ0.41）およびHPT加工によって顕著に増加し、それぞれ転位強化または結晶粒微細化強化が図られたことは自明であるが、無加工材が有する最大の時効硬化能（ $\Delta HV75$ ）に比べて、硬化能が低減するか（冷間圧延材 $\Delta HV43$ ）、あるいは発現しなく

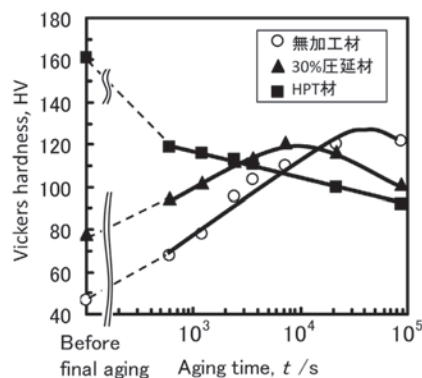


図3 6022Al-Mg-Si系合金無加工材、30%冷間圧延材、HPT材を443Kで時効した際の硬さ変化^{5,6,18)}

なる (HPT材 ▼HV65) 点が大きな問題である。

図4に、各試料を443Kで86.4ks時効した際の透過型電子顕微鏡 (TEM) 組織を示す¹⁸⁾。溶体化処理後に直接時効処理を施した無加工材では、母相中に均一微細に β 相が分布しているのに対して、30%冷間圧延材では転位線上に粗大な β 相が観察され、母相中の析出物密度は低下した。一方、HPT材では結晶粒界上に $\sim 120\text{nm}$ の粗大な安定相 (β 相) が形成し、母相中での析出は完全に抑制されていた。以上の実験結果は、時効硬化型アルミニウム合金の競合析出現象に関する上記の事象①、②を証明するものとなっており、転位

線上や結晶粒界上での不均一析出によって母相中の準安定相の析出量が減少し、合金の時効硬化能が低下することを示している。

2.2 強化機構の並立を達成しうる場合

一方、強化機構の並立を達成しうる例としては、2091Al-Li-Cu系合金HPT材が挙げられる。図5に、本系合金の無加工材、10%冷間圧延材、HPT材を463Kまたは373Kで時効した際の硬さ変化を示す^{17,18)}。時効処理前の硬さの違いは、前述した6022合金の場合と同様、転位強化または結晶粒微細化

表1 アルミニウム合金に対して巨大ひずみ加工と時効処理を組み合わせた過去の研究例(これまでに得られた本研究グループによる成果も含む)

合金	溶体化処理条件	加工条件 (相当ひずみ)	時効処理条件	到達硬さ・強度 時効硬化量	微視的組織の特徴	出典
Al-2%Cu	823K, 1.8ks 水焼入れ	ARB, 室温, 5サイクル (4.8)	463K, 1080ks	HV45, ▼HV70	ARBまま材の伸長した結晶粒界幅 $\sim 67\text{nm}$ 。粒界に安定相 θ が粗大に析出	N. Tsuji ¹⁾
2024Al-Cu-Mg	766-813K 3.6-36ks 水焼入れ	50%まで クロス圧延 <123K(0.8)	373K, 108-144ks	HV195, Δ HV15	平均結晶粒径 $0.8-1.5\mu\text{m}$ 。S'相が粒内析出(析出密度 $\sim 4 \times 10^{15}\text{m}^{-2}$) 平均結晶粒径 $\sim 1\mu\text{m}$ 。S'相が粒内析出(析出密度 $\sim 1 \times 10^{15}\text{m}^{-2}$)	S. Cheng ²⁾
			373K, 360ks	HV190, Δ HV10, UTS 620MPa, Δ 90MPa		
			433K, 43.2-46.8ks	HV195, Δ HV20 UTS 580MPa, Δ 50MPa		
6061Al-Mg-Si	803K, 14.4ks 水焼入れ	ECAP, 398K, 1パス (1.0)	373K, 173ks	HV146, Δ HV23 UTS 394MPa, Δ 27MPa	ECAPまま材の平均結晶粒径 $300-400\text{nm}$ 。20-40nm ϕ の球状析出物が均一に分散 ECAPまま材の平均結晶粒径 $300-400\text{nm}$ 。析出物サイズは4パスの場合に比べて大きい	W.J. Kim ³⁻⁴⁾
			413K, 43.2ks	HV146, Δ HV23		
			448K, 3.6ks	HV142, Δ HV19		
		ECAP, 398K, 4パス (4.1)	373K, 173ks	HV161, Δ HV14, UTS 451MPa, Δ 26MPa		
			413K, 14.4ks	HV151, Δ HV4		
			373K, 173ks	HV145, Δ HV10, UTS 438MPa, Δ 27MPa		
6022Al-Mg-Si	823K, 0.06ks 水焼入れ	HPT, 室温, 5回転 (>20)	298K, 173ks	HV160, Δ HV0	平均結晶粒径 $\sim 280\text{nm}$ (HPTまま材は $\sim 170\text{nm}$)。 $\sim 120\text{nm}$ の β 相が粒界析出	T. Masuda, S. Hirose ^{5, 6)}
			343K, 7.2ks	HV170, Δ HV10		
			373K, 86.4ks	HV120, ▼HV40		
			443K, 86.4ks	HV96, ▼HV65		
6082Al-Mg-Si	803K, 10.8ks 水焼入れ	ECAP, 室温, 1パス (1.2)	373K, 21.6-108ks	HV133, Δ HV10		M. Vaseghi ⁷⁾
			398K, 25.2-54ks	HV133, Δ HV10		
			423K, $\sim 18\text{ks}$	HV130, Δ HV7		
			448K, 108ks	HV98, ▼HV25		
			473K, 108ks	HV83, ▼HV40		
Al-1.0%Si-2.2%Ge	823K, 3.6ks 水焼入れ	ECAP, 室温, 8パス (8.4)	373K, 360ks	HV93, ▼HV5	平均結晶粒径 $\sim 400\text{nm}$ 。微細粒子が粒内析出	Z. Horita ⁸⁾
Al-0.5%Si-0.5%Ge		ARB, 6サイクル (4.8)	423K, 360ks	HV78, ▼HV20	微細粒子が粒内析出 (373Kよりやや成長)	
7075Al-Zn-Mg	753K, 18ks 水焼入れ	ECAP, 2パス (1.9)	373K, 120ks	HV100, Δ HV20	棒状あるいは粒状のSi-Ge析出物が微細に析出	中川 ⁹⁾
7075Al-Zn-Mg	773K, 18ks 液体窒素焼入れ	80%圧延, 77K (1.9)	室温, $\sim 2700\text{ks}$	UTS 720MPa	結晶粒長さ $\sim 433\text{nm}$, 結晶粒幅 $\sim 148\text{nm}$ 。GPゾーンが形成	Y.H. Zhao ¹⁰⁾
7075Al-Zn-Mg	773K, 18ks 液体窒素焼入れ	80%圧延, 77K (1.9)	323K, 18ks + 353K, 32.4ks	UTS 680MPa Δ 90MPa	平均結晶粒径 $\sim 100\text{nm}$ 。サイズ4-10nm, 析出密度 $\sim 1 \times 10^{15}\text{m}^{-2}$ でGPゾーン、 η' 相、 η 相が形成	Y.H. Zhao ¹¹⁾
7075Al-Zn-Mg	763K, 18ks 水焼入れ	HPT, 室温, 3回転 (>20)	373K, 108ks	HV230, Δ HV5, UTS 930MPa, Δ 70MPa	平均結晶粒径 $< 200\text{nm}$ 。 η' 相および η 相粒子が析出	堀田 ¹²⁾
Al-10.8%Ag	823K, 3.6ks 水焼入れ	ECAP, 室温, 8パス (8.4)	373K, 360ks	HV90, Δ HV10, UTS 270MPa, ▼5MPa	平均結晶粒径 $\sim 1\mu\text{m}$ 。200-300nmの γ 相が粒界析出。 $< 50\text{nm}$ のAgリッチ析出物(板状 γ 相, 球形 η 相)が粒内析出	Z. Horita ^{13,14)}
			473K, 3.6ks	HV77, ▼HV2	平均結晶粒径 $\sim 1\mu\text{m}$ 。100-200nmの γ 相、 γ 相が粒界および粒内析出	
			473K, 360ks	HV52, ▼HV27	平均結晶粒径 $> 1\mu\text{m}$ 。 $\sim 500\text{nm}$ の γ 相が析出し、 γ' 相の析出密度が低下	
Al-0.2%Sc		ARB, 10サイクル (>20)	523K, 400ks	HV68, Δ HV17	整合 Al_3Sc 相が粒内析出	寺田 ¹⁵⁾
			573K, 10ks	HV68, Δ HV17		
			623K, 0.6ks	HV57, Δ HV6		
			673K, 0.6ks	HV52, Δ HV1		
			723K, 1000ks	HV23, ▼HV28		
2091Al-Li-Cu	778K, 1.8ks 水焼入れ	HPT, 室温, 5回転 (>20)	373K, 839ks	HV270, Δ HV45	平均結晶粒径 $\sim 140\text{nm}$ 。 δ' 相が粒内析出	S. Lee, Z. Horita ¹⁶⁾
			423K, 202ks	HV270, Δ HV45	平均結晶粒径 $\sim 160\text{nm}$ 。 δ' 相が粒内析出	
			463K, 47ks	HV170, ▼HV55	平均結晶粒径 $\sim 180\text{nm}$	
2091Al-Li-Cu	778K, 1.8ks 水焼入れ	HPT, 室温, 5回転 (>20)	373K, 2420ks	HV290, Δ HV34	平均結晶粒径 $\sim 210\text{nm}$ 。高密度微細な δ' 相が粒内析出	H. Motoshima, S. Hirose ¹⁷⁾
			463K, 36ks	HV195, ▼HV45	粗大な δ 相が粒界析出	

強化の寄与で説明できる。さらに時効過程では、463Kで時効したHPT材でのみ硬さが単調に減少したが、他の試料は顕著な時効硬化を示した。特に、373Kで2419ks時効したHPT材の硬さはHV290にも達しており、アルミニウム合金展伸材としては極めて高強度な材料を創製することに成功した(曲げ試験の結果、塑性変形も十分確保できることが示された¹⁶⁾)。

図6は無加工材およびHPT材を373Kで2419ksと463Kで36ksの2条件で時効した際のTEM組織である^{17,18)}。回折パターンならびに暗視野像から、463Kで時効したHPT材では安定相の δ -AlLiが粒界上に粗大に析出するのにに対して、373Kで時効すると $\sim 210\text{nm}$ の平均結晶粒径をもつHPT材でも無加工材と同様に粒内に δ' -Al₃Li相が微細に析出した。このような粒内析出の成否が、図5に示した時効硬化挙動の違いを説明するものとなっており、アルミニウム合金展伸材の強度を飛躍的に向上させるためには、サブミクロンオーダーの超微細結晶粒内に、ナノスケールの析出物を高密度に分散させることが肝要であることが確かめられた。

3 超微細粒合金に特有な合金設計指導原理の確立に向けて

3.1 強化機構の並立が困難な場合

2.1より、高転位密度、超微細粒組織をもつ6022Al-Mg-Si系合金冷間圧延材、HPT材を443Kで時効しても、不均一核

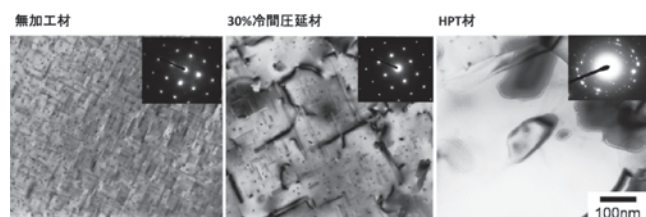


図4 6022Al-Mg-Si系合金無加工材、30%冷間圧延材、HPT材を443Kで86.4ks時効した際のTEM組織¹⁸⁾

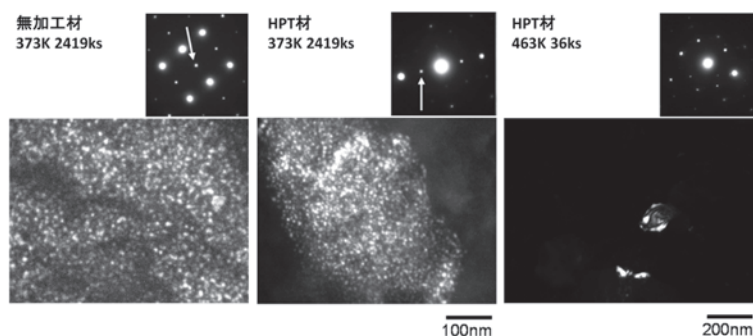


図6 2091Al-Li-Cu系合金無加工材、HPT材を373Kまたは463Kで時効した際のTEM組織^{17,18)}

生成によって転位線上や結晶粒界上に粗大な析出物が形成し、合金本来の時効硬化能が低減、もしくは発現されないことがわかった。このような傾向は、表1に示した多くの合金でも観察され、転位密度や結晶粒径などの微視的組織パラメータが、その後の時効処理時の競合析出現象に多大なる影響を与えることを示唆している。著者ら^{5,6)}は、母相中や転位線上、結晶粒界上などの核生成サイト間の競合析出を再現する数値解析モデルを独自に構築し、Al-Mg-Si系合金の析出組織発展に及ぼす転位密度と結晶粒径の影響を定量的に明らかにした(図7参照)。これは、計算科学的アプローチによって各サイトでの析出挙動(速度や量など)を定量的に再現できれば、任意の転位密度や結晶粒径を有する組織の析出挙動を予測することができ、ひいては析出強化、転位強化、結晶粒微細化強化を並立させる最適な微視的組織パラメータを提案できるようになると考えたためである。本解析モデルにより得られた「転位密度が 10^{14}m^{-2} 以下、結晶粒径が $\sim 10\mu\text{m}$ の

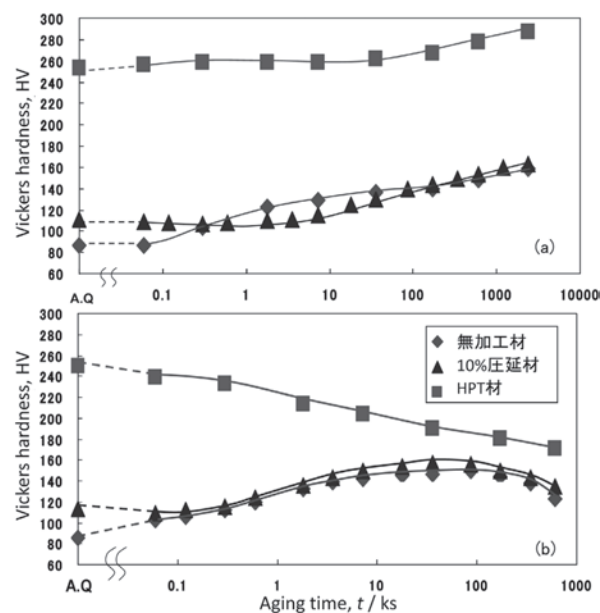


図5 2091Al-Li-Cu系合金無加工材、10%冷間圧延材、HPT材を(a) 373Kまたは(b) 463Kで時効した際の硬さ変化^{17,18)}

場合に、母相中での析出が全析出量の50%超となって析出強化が十分に発現する^{5,6)}」という合金設計指導原理の真偽を実証するとともに、強化機構の並立が困難な合金の場合には、あえて結晶粒を超微細化せずとも最適な微視的組織パラメータをもつ材料を作り込むことで、従来よりも高強度な材料を創製することができると考えている。

3.2 強化機構の並立を達成しうる場合

2.2より、超微細粒組織をもつ2091Al-Li-Cu系合金HPT材を463Kで時効しても、粗大な δ 相が粒界析出して硬さが単調に減少するのに対して、373Kで時効すると微細な δ' 相が高密度に粒内析出して、極めて高強度な材料 (HV290) となることが明らかになった。低温時効を施すとHPT材でも時効硬化を示すようになるという意味では、前述した6022Al-Mg-Si系合金と同じ傾向に思えるが、その到達硬さに加えて並立度（無加工材のもつ時効硬化能のうち、冷間加工や巨大ひずみ加工を受けてもその後どれだけの時効硬化を示すかの指標。1.0は強化機構の加算則が成り立つことを意味する）で比較すると、強化機構の並立が困難な6022合金が ~ 0.2 なのに対して、2091合金HPT材の373K時効では0.47と非常に大きな値となっている。「粒子分散強化（析出強化）や転位強化は結晶粒微細化強化とは根本的に強化機構が異なるので、その寄与を単純に加算できるとは言えない¹⁹⁾」とされていることを考慮しても、本来の時効硬化能の約半分を発現するだけでアルミニウム合金展伸材で最高レベルの硬さ (HV290) を実現できる2091合金HPT材は、非常に魅力的な材料と言える。

なお、この強化機構の並立を実現するメカニズムについては、現在以下のような可能性を考えている。すなわち、他の合金元素による $\alpha + \delta'$ 相境界への影響が十分に小さいと仮定すると、本研究で用いた2091合金のLi濃度 (7.9at%) ならびに時効温度は、図8に示したAl-Li二元系状態図²⁰⁾で●の位置を占め、463Kは核生成・成長領域、373Kは規則化を伴うスピノーダル分解（コングレントオーダーリング）領域に対応する。そのため、同じ δ' 相が析出する場合でも、373K時効ではスピノーダル分解によって析出することが予想され、粒界析出の抑制と粒内析出の促進が図られたものと考えられる。このように超微細粒を有する時効硬化型合金は、ス

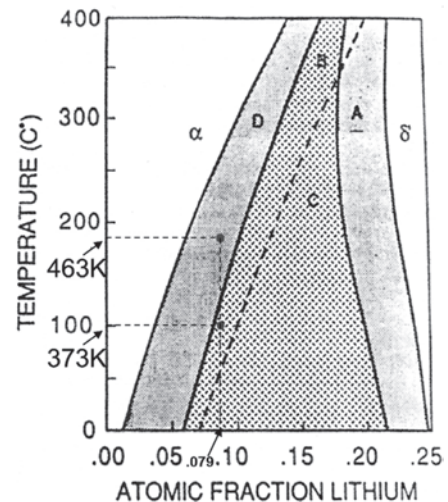


図8 Al-Li二元系状態図²⁰⁾と本研究で行った時効処理条件

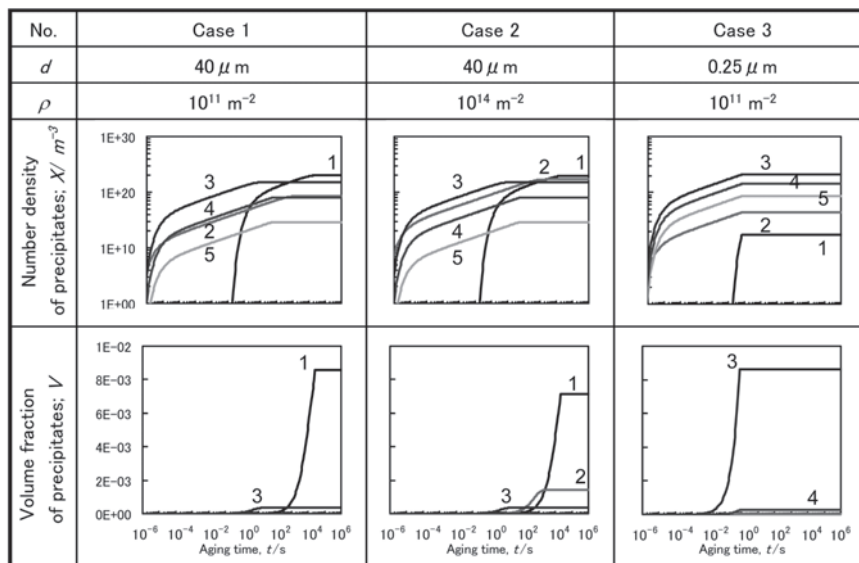


図7 6022Al-Mg-Si系合金を443Kで時効した際の各サイトにおける析出物の数密度ならびに体積率の時間依存性。図中の1～5の数字および d 、 ρ は図1に示すとおりである^{5,6,18)}

スピノーダル分解が起こる時効温度や合金組成で材料を作り込むことで、結晶粒微細化強化と析出強化の並立を実現することができ、従来の性質を大きく上回る高強度・高延性なアルミニウム合金展伸材の創製につながるものと期待される。今後、実験的にスピノーダル分解が生じている証拠を捉え、上記のメカニズムの確からしさを示したいと思っている。

4 おわりに

本稿では、平成23年度の科学技術振興機構 (JST) 産学共創基礎基盤研究「革新的構造用金属材料創製を目指したヘテロ構造制御に基づく新指導原理の構築」に採択となった本研究グループの研究課題「超微細粒強化と時効析出強化を並立させる新規アルミニウム合金展伸材の開発とその合金設計指導原理の確立」についての概説を行った。超微細粒合金で生じる析出現象は、母相中、転位線上および結晶粒界上で競合的に生じる、位置的 (析出サイト) にも時間的 (析出開始時間) にも不均一な現象であり、「ヘテロ構造」の典型的な例であると言える。従来のアプローチでは、いかに不均一析出を軽減するかを研究課題としてきたが (例えば微量元素の添加や二段時効の適用など)、本研究のように各析出サイトにおける析出挙動を定量的に比較した後に、最適な微視的組織 (転位密度、結晶粒径など) を提案し、実際に創製するという試みは全くなされていなかった。また、これまでに蓄積された合金設計指針や熱処理法、プロセス条件に関する知見なども、必ずしも超微細粒合金に適用できるとは限らず、本研究で開発目標としているスピノーダル分解が起こる時効温度や合金組成で材料を作り込むといった発想も、今までの知識の延長線上での取り組みを超えた新しい指導原理につながるものと考えている。このような超微細粒合金に特有な合金設計指導原理は、アルミニウム合金に限らず広く他材料 (鉄鋼材料や各種非鉄金属材料など) にも適用できることが期待され、今後は横展開も視野に入れて研究を加速させていく所存である。

最後に、本稿で紹介した研究成果の一部は、平成21-22年度軽金属奨学会統合的先端研究¹⁸⁾ならびに日本アルミニウム協会研究助成の支援を受けて行われたものであり、ここに深甚なる謝辞を表す。

参考文献

- 1) N.Tsuji, T.Iwata, M.Sato, S.Fujimoto and Y.Minamino : Science and Technology of Advanced Materials, 5 (2004) , 173.
- 2) S.Cheng, Y.H.Zhao, Y.T.Zhu and E.Ma : Acta Mater., 55 (2007) , 5822.
- 3) W.J.Kim, J.K.Kim, T.Y.Park, S.I.Hong, D.I.Kim, Y.S.Kim and J.D.Lee : Metall. Mater. Trans., 33A (2002) , 3155.
- 4) J.K.Kim, H.K.Kim, J.W.Park and W.J.Kim : Scripta Mater., 53 (2005) , 1207.
- 5) 増田哲也, 廣澤渉一, 堀田善治, 松田健二 : 日本金属学会誌, 75 (2011) , 283.
- 6) T.Masuda, S.Hirosawa, Z.Horita and K.Matsuda : Mater. Sci. Forum, 706-709 (2012) , 1787.
- 7) M.Vaseghi and H.S.Kim : Materials and Design, 36 (2012) , 735.
- 8) Z.Horita : Mater. Sci. Forum, 519-521 (2006) , 1485.
- 9) 中川恵友, K.Nizam, 金谷輝人, 中野聡彦, 中野隼, 辻伸泰, 寺田大將 : 軽金属学会第119回秋期大会講演概要, (2010) , 241.
- 10) Y.H.Zhao, X.Z.Liao, Z.Jin, R.Z.Valiev and Y.T.Zhu : Acta Mater., 52 (2004) , 4589.
- 11) Y.H.Zhao, X.Z.Liao, S.Cheng, E.Ma and Y.T.Zhu : Adv. Mater., 18 (2006) , 2280.
- 12) 堀田善治 : 軽金属, 60 (2010) , 134.
- 13) Z.Horita, K.Ohashi, T.Fujita, K.Kaneko and T.G.Langdon : Adv. Mater., 17 (2005) , 1599.
- 14) K.Ohashi, T.Fujita, K.Kaneko, Z.Horita and T.G.Langdon : Mater. Sci. Eng. A, 437 (2006) , 240.
- 15) 寺田大將 私信2012年5月
- 16) S.Lee, Z.Horita, S.Hirosawa and K.Matsuda : Mater. Sci. Eng. A, 546 (2012) , 82.
- 17) H.Motoshima, S.Hirosawa, S.Lee, Z.Horita, K.Matsuda and D.Terada : Proc. 13th Int. Conf. Aluminum Alloys, (2012) , 939.
- 18) 堀田善治, 松田健二, 廣澤渉一 : 軽金属奨学会統合的先端研究成果報告書, (2011) , 37.
- 19) 高木節雄 : ふえらむ, 13 (2008) , 44.
- 20) A.G.Khachaturyan, T.F.Lindsey and J.W.Morris,Jr. : Metall. Trans. A, 19 (1988) , 249.

(2012年8月24日受付)