

図・本館

圧縮・せん断複合負荷による
高機能軽金属粉末の組織制御成形法

(課題番号 11555183)

平成11年度～平成13年度科学研究費補助金(基盤研究(B)(2))
研究成果報告書

平成14年3月

研究代表者 金武直幸
(名古屋大学 大学院工学研究科 教授)

は し が き

本報告書は、平成 11～13 年度の 3 年間に日本学術振興会科学研究費補助金（基盤研究 B）を受けて行われた研究「圧縮・せん断複合負荷による高機能軽金属粉末の組織制御成形法」の経過と成果をまとめたものである。

研究代表者らは、従来の研究の中で、特に高機能軽金属材料の工業利用を積極的に進めるために必要とされる新しい粉末固化成形法として、「圧縮ねじり成形法」を開発した。この圧縮ねじり成形法は、被加工材の形状を変えること無く理論上は無限に塑性ひずみを付与することができること、そして大きな塑性ひずみを比較的短時間に連続的に付与できることが大きな特徴である。

本研究では、この圧縮ねじり成形法の特徴を有効に利用して、さらに新規のプロセスとして発展させることを目指して、「組織制御成形法」としての応用に着目した。すなわち、繰返しねじり負荷によるメカニカルアロイング的な効果を積極的に利用し、粉末の固化成形と新材料の創製を同時に行なうプロセスやバルク材料の組織材質を制御向上させるプロセスへの適用である。そして本研究においては、純アルミニウムと純チタンの混合粉末から Ti-Al 系金属間化合物のバルク材を直接合成成形するプロセス、およびアルミニウム溶製材料の結晶粒微細化プロセスについて検討した。本報告書では緒言に続く三つの章でそれらの成果をまとめている。

研究組織

研究代表者：金武 直幸（名古屋大学大学院工学研究科・教授）

研究分担者：伊藤 孝至（名古屋大学大学院工学研究科・助手）

研究分担者：小橋 眞（名古屋大学大学院工学研究科・助手）

研究分担者：佐野 秀男（住友軽金属工業(株)研究開発センター・主任研究員）

研究分担者：小池 俊勝（ヤマハ発動機(株)技術本部・主任研究員）

（研究協力者：鈴木 竜太、 青野圭太郎）

研究経費(配分額)

(金額単位：千円)

	直接経費	間接経費	合計
平成 11 年度	7,100	0	7,100
平成 12 年度	3,900	0	3,900
平成 13 年度	2,600	0	2,600
総計	13,600	0	13,600

研究発表

(1) 学会誌等

- 1) 鈴木竜太・伊藤孝至・金武直幸：圧縮ねじり成形法を利用した Ti-Al 系金属間化合物の合成同時成形，軽金属学会誌，投稿準備中
- 2) 青野圭太郎・伊藤孝至・小橋 眞・金武直幸：圧縮ねじり繰返し負荷による純アルミニウムの結晶粒微細化，軽金属学会誌，投稿準備中

(2) 口頭発表

- 1) 鈴木竜太・伊藤孝至・金武直幸：粉末圧縮ねじり成形を用いた Ti-Al 系金属間化合物の作製，日本金属学会第 124 回春期大会，1999 年 3 月.
- 2) 鈴木竜太・金武直幸：粉末圧縮ねじり成形を用いた Ti-Al 系金属間化合物の合成同時成形，第 50 回塑性加工連合講演会，1999 年 10 月.
- 3) 青野圭太郎・伊藤孝至・小橋 眞・金武直幸：圧縮ねじり繰返し負荷による純アルミニウムの結晶粒微細化，軽金属学会第 100 回春期大会，2001 年 5 月.
- 4) 青野圭太郎・金武直幸：圧縮ねじり繰返し負荷による純アルミニウムの結晶粒微細化，第 52 回塑性加工連合講演会，2001 年 10 月.
- 5) 青野圭太郎・伊藤孝至・小橋 眞・金武直幸：アルミニウム合金の圧縮ねじり繰返し負荷による結晶粒微細化に及ぼす負荷条件の影響，軽金属学会第 101 回秋期大会，2001 年 11 月.

目 次

第1章 緒 論	1
第2章 圧縮・せん断複合負荷の方法	2
2.1 はじめに	2
2.2 圧縮ねじり成形法	2
第3章 金属間化合物の合成同時成形	7
3.1 金属間化合物生成に及ぼす成形条件の影響	7
3.1.1 実験方法	7
3.1.2 金属間化合物の生成	8
3.1.3 成形条件の影響	9
3.1.4 円環状試料の作製	12
3.2 金属間化合物と金属との合成同時接合	35
3.2.1 実験方法	35
3.2.2 アルミニウムとの接合	35
3.2.3 銅との接合	35
3.3 まとめ	49
第4章 純アルミニウムの結晶粒微細化	50
4.1 実験方法	50
4.1.1 供試材料及び加工条件	50
4.1.2 加工後の評価	50
4.2 実験結果及び考察	51
4.2.1 基準条件で加工した試料	51
4.2.2 成形条件の影響	51
4.2.3 上下反転負荷した試料	54
4.3 まとめ	74
第5章 結 論	75
参考文献	77

第1章 緒 論

廃ガスの削減など環境負荷を低減すべき要求に対応して、輸送機器等構造物の軽量化が材料開発の大きな駆動力となっている。そして軽金属の高強度化・高機能化が急務の課題とされ、特にアルミニウム系の材料には比強度、比剛性、高温強度、延性、耐摩耗性、低熱膨張性などの優れた新しい高性能材料が次々開発され、注目を浴びている。

一つの流れは粉末材料で、製造時の凝固速度を著しく速くして非平衡な状態を保有させた急冷凝固粉末や、液相を経ず固相状態で機械的に合金化したメカニカルアロイング粉末の開発である。これらは平衡状態では得られない優れた特性を有する粉末であるが、当然、従来の固化成形法ではその特性を100%発揮できず、それに合わせて固化成形法もまた見直されている。金属粉末を効果的に固化成形するために必要な要素は温度、静水圧力があげられる。しかし成形温度を低く抑える必要がある非平衡粉末や表面酸化膜が強固なアルミニウム系粉末では、せん断変形を積極的に利用する塑性加工法が注目されており、従来法の見直しと新固化成形法の開発が進められている。研究代表者らは、特にアルミニウム系高性能新材料の工業利用を積極的に進めるために必要とされる新しい粉末固化成形法の開発を目指し、「圧縮ねじり成形法」を開発した[1]。

もう一つの流れとして、軽金属溶製材の結晶粒を微細化して強度・靱性・延性を高めようという研究への関心が高まっている。すなわちホールペッチの法則[16]を利用するものである。結晶粒微細化では、降伏強度が上昇するだけではなく同時に延性-脆性遷移温度が低温側に移動して靱性も向上するという他の強化方法と異なる強化手段である。この有効な強化手段を活かすために、最近では強ひずみ加工法を利用して構造用金属材料の結晶粒径を数 μm あるいは $1\mu\text{m}$ 以下にまで微細化しようとする試みが盛んに行なわれている。従来の塑性加工プロセスにより材料に負荷できるひずみには、実質的に限界がある。これは、板圧延の場合においては圧下率（ひずみ）が増すと共に材料の板厚が減少するといった、塑性加工法の主目的である形状変化によるためである。これに対し、形状変化を少なくして非常に大きな塑性ひずみを材料に与える特殊な強ひずみ加工プロセスが考案されてきた。特に、ECAP(ECAE)法、繰返し圧延法などが活発に検討されているが、前述の「圧縮ねじり成形法」も被加工材の形状を変えることなく大きな塑性せずみを付与できる加工法の一つである。

新しい粉末固化成形法として研究代表者らが開発した「圧縮ねじり成形法」は、圧縮応力下でねじり負荷と付与することによって圧縮・せん断複合負荷を簡便に実現した加工法である。この圧縮ねじり成形法によって金属粉末、特に表面酸化膜が強固なアルミニウム合金粉末やセラミックとの複合粉末の緻密化に大変効果があり、低温で短時間に十分な強度を有する直径以上の高さがあるバルク材料の固化成形が可能であることがすでに明らかになっている。そして、この圧縮ねじり加工法の大きな特徴として、被加工

材の形状を変えること無く理論上は無限に塑性ひずみを付与することができること、そして大きな塑性ひずみを比較的短時間に連続的に付与できることが、すでに確認されている。

そこで本研究では、この「圧縮ねじり成形法」の特徴を有効に利用して、さらに新規のプロセスとして発展させることを目指して、「組織制御成形法」としての応用に着目した。すなわち、繰返しねじり負荷によるメカニカルアロイング的な効果を積極的に利用し、粉末の固化成形と新材料の創製を同時に行なうプロセスやバルク材料の組織材質を制御向上させるプロセスへの適用である。本研究における具体的対象として次の二つの内容を取り上げて検討を行った。一つは、純アルミニウムと純チタンの混合粉末を圧縮ねじり成形することによりTi-Al系金属間化合物のバルク材を直接合成成形するプロセスであり、その可能性やプロセス条件の影響、さらには金属材料の表面にTi-Al系金属間化合物を合成同時接合する可能性についても検討した。もう一つは、アルミニウム溶製材料の結晶粒微細化であり、純アルミニウム押出し材を圧縮ねじり加工することによる結晶粒微細化の可能性や加工条件の影響を検討した。

第2章 圧縮・せん断複合負荷の方法

2.1 はじめに

著者らの以前の研究[1-4]によって、生産性が高く、材料歩留りが良い粉末固化成形法の開発を目的に、圧縮荷重と同時に軸回転によりせん断変形を負荷する圧縮ねじり成形法を提案し検討を続けてきた。そしてこの成形法は、表面酸化膜が強固なアルミニウム合金粉末の直接固化成形に特に有効であり、特にアルミニウム合金粉末をマトリクスとした高性能アルミニウム複合材料の製造法の一つとして有力でという結果を得た。本成形法はその後の二次加工を必要とするものの、例えば鍛造用ピレットをネット重量で短時間に直接固化成形できるため、材料歩留まりの向上と工程短縮による材料コストの低減が期待できる。

さらに本成形法の大きな特徴として、被加工材の形状（例えば円柱状）を変化すること無く材料内部に大きな塑性ひずみを短時間に簡便に付与することが可能である。すなわち、粉末素材の場合にはその固化成形と同時に、バルク素材の場合にはバルク固体のままメカニカルアロイング的な塑性変形を付与することが可能となる。このように、被加工材の形状を変えことなく大きな塑性変形を付与できる加工法は、塑性ひずみの導入による組織・材質の制御には極めて有効である。そこで本研究では、この圧縮ねじり成形法を利用して、被加工材に圧縮応力下で大きなせん断ひずみを導入することによって、金属間化合物の生成同時成形やアルミニウム合金の結晶粒微細化の可能性について検討した。

2.2 圧縮ねじり成形法

圧縮ねじり成形法は、高温下で圧縮負荷とねじり負荷を独立に制御して金属粉末を直接固化する方法である。Fig. 2-1 に示す専用の成形治具を、INSTRON 社製複合負荷サーボパルサー試験機に装着して実験を行う。本試験機は下部アクチュエーターのみが上下方向（最大±100mm）および回転方向（最大±50 deg）に稼動するため、上ダイスおよびコンテナは固定であり、下ダイスのみの片押し片ねじり負荷（Single Action Compacting）である。従って金型と粉体との摩擦が原因で圧粉体の高さ方向、半径方向で応力分布が異なることは容易に想像がつく。ここでは成形体の機械的特性・組織の分布は予め不均一になる要因を持っていることを考慮に入れる。試験機のコントローラーにあらかじめ負荷方法を設定することにより、様々な制御（荷重、変位、歪）が可能

である。圧縮圧力およびねじりトルクは装置付属の上部ロードセルで測定し、変位はアクチュエーターの移動量、ねじり角度はアクチュエーターの回転角度である。昇温および温度保持はカートリッジヒーターを埋め込んだコンテナ中央の粉末充填部の内壁から 3mm の所にアルメルクロメル熱電対を入れ制御する。

この方法では、図の写真に示すような直径 25mm、高さ約 30mm までの円盤および円環状試料の作製が可能である。上下ダイスの成形面は、ねじりを効果良く伝達する目的で、深さ 1mm の凹凸が設けてある。凹凸の形状・深さに関しては一例である。成形体離型のためにコンテナ内壁およびダイスにポロンナイトライドを塗布した。コンテナは割り型になっているが、固化が十分でない場合は離型の際にスプリングバックで圧粉体が割れることもあった。

Fig. 2-2 に圧縮ねじり加工時の圧縮圧力、変位、ねじりトルク・角度の測定例を示す。円筒状コンテナ内部に設置した試料（粉末またはバルク体）に上下ダイスにより 4MPa の圧力を加え、所定の温度まで加熱する。これは試験機を荷重制御下に置くためである。昇温速度は制御していないがおよそ 30K/min であり、室温から 573K まで約 10min、773K まで約 15min で昇温される。その後、温度分布を一定に保つために所定の温度で 5min 保持してから圧縮ねじり負荷を開始する。一定圧力まで 10s で圧縮した後、ねじり角度 $\pm 45^\circ$ 、周波数 1/6Hz のねじり負荷を正弦波で与え、所定のねじり回数（成形時間）の後に両負荷を同時に除荷して成形体を取り出し空冷する。

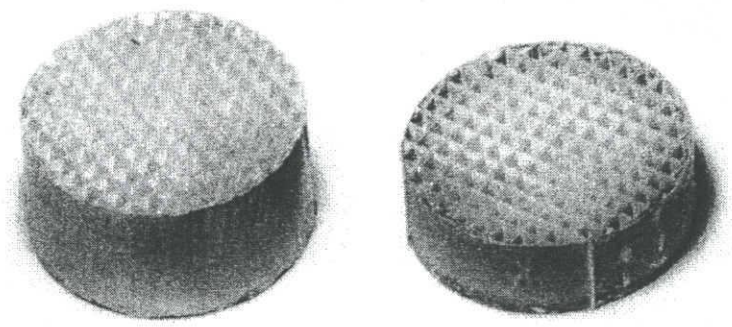
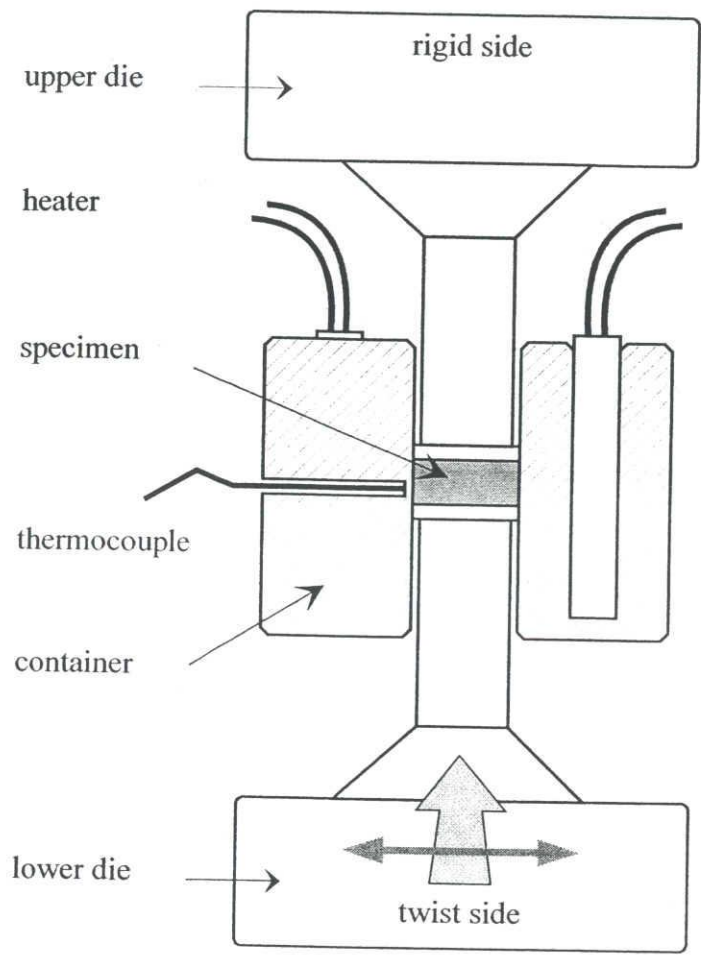


Fig.2-1 Schematic diagram of apparatus for compressive torsion forming.

Ti-Al mixed powder

temperature : 773 K
pressure : 75 MPa
cycle : 20 cycle
frequency : 1/6 Hz

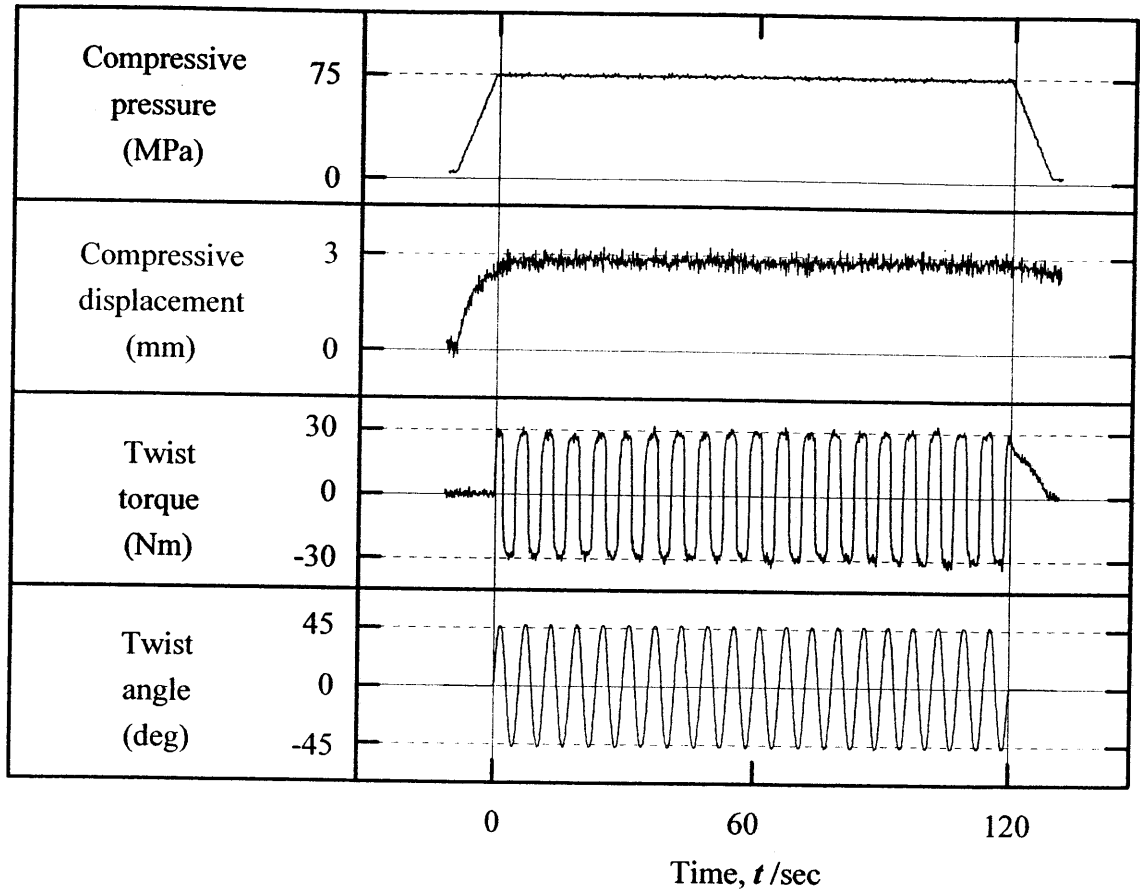


Fig.2-2 Example of measured diagram of compressive pressure, displacement, twist torque and angle.

第3章 金属間化合物の合成同時成形

3.1 金属間化合物生成に及ぼす成形条件の影響

3.1.1 実験方法

(1) 円盤状および円環状試料の作製

試料粉末として純アルミニウム粉末（純度 99.8%以上，粒子径 44 μ m 以下），および純チタン粉末（純度 99.9%以上，粒子径 44 μ m 以下）をモル比 1 : 3 の割合で混合した混合粉末を使用した。Table 3-1 にそれぞれの組成および粒度分布を示す。混合にはアルミナボールとともに V 型混合機（容積：800cm³）を用い，混合時間は 10 時間とした。その際の混合機の回転速度および粉末とアルミナボールの総装填量は 45rpm，240cm³ とし，粉末とアルミナボールの割合は 1 : 1 とした。

本実験では，外径 25mm×高さ約 3，9mm の円盤状および外径 25mm，内径 15mm×高さ約 3mm の円環状試料（表面の凹凸を除いた実質寸法）を成形した。成形温度（573，673，773K），圧縮圧力（50，75，100MPa），ねじり回数（10，20，30，60cycle）（つまり成形時間では 60，120，180，360s）を変えて固化した成形体の断面組織観察，硬さ測定，X 線回折分析を行うことによって，ねじり負荷の効果を調査した。

(2) 組織観察および組成の同定

成形した各試料は半径を含む縦断面で切断し，樹脂に埋め込んだのち切断面の研磨を行った。研磨面を鏡面に仕上げた後に，超音波洗浄機によりエタノールで洗浄し，光学顕微鏡による巨視組織観察，および走査型電子顕微鏡による微視組織観察を行った。微視組織観察については，半径を含む縦断面について部位による組織変化を観察し，ねじりの伝達を詳細に調査した。

生成相を同定するため，波長分散 X 線分光（WDX）分析，X 線回折分析（XRD）およびエネルギー分散 X 線スポット分析（EDX）を行った。また X 線回折分析については，駆動側の凹凸部分を除いた面の外周部のみを行った。

(3) 硬さ試験

ビッカース微小硬度計により，縦断面内の硬さ分布を圧子荷重 1000gf，荷重荷重時間 15sec にて測定した。圧縮ねじり成形法では外周部でのねじり負荷の効果が大きいのと同時に，前述したように本装置では下ダイスのみの片押し片ねじり負荷であるので，

成形体内部での緻密化の程度に差が生じることが予想される。そこで成形体の直径断面内において、0.5mm 間隔（圧縮のみについては 1.0mm 間隔）で基盤の目状に硬さ分布を測定した。

3.1.2 金属間化合物相の生成

成形温度 773K, 圧縮圧力 75MPa, ねじり周波数 1/6Hz, ねじり角度 45deg, ねじり回数 30（成形時間では 180s）で圧縮ねじり成形, および圧縮のみで成形した高さ 9mm の円盤状試料について各評価を行った結果について比較, 検討する。

Fig.3-1, Fig.3-2 に圧縮および圧縮ねじり成形により作製した試料の微視組織をそれぞれ示す。圧縮ねじり成形により作製した試料（Fig.3-2）については, 左上の模式図と組織写真の位置が対応しておりそれぞれ①～⑨までの番号をふった。圧縮のみで作製した試料（Fig.3-1）では, 部位にかかわらずチタン粒子のまわりにアルミニウム粒子が変形して入り込むような組織となっており, チタン粒子の微細化はほとんど見られない。しかし, 圧縮ねじり成形により作製した試料では, 繰り返しせん断変形の効果により粒子は微細化されており, 特に最もせん断変形が大きいと考えられる駆動側外周部①では元のチタン, アルミニウムの粒子は観察されずほぼ均一な組織が得られている。ある程度のせん断変形量が見込まれる中間部②, ⑤でもねじりの効果による微細化がわずかに見られ, チタンとアルミニウムの間に中間相のようなものが見られる。しかし⑤の位置より外側の④ではせん断変形がより大きいと予想されたが微細化効果はほとんど見られなかった。また固定ダイス側や試料の中心部である③, ⑥, ⑦, ⑧, ⑨の部位ではせん断変形量が非常に小さいため粒子の微細化はほとんど見られず, 圧縮のみで作製した試料と変わらない組織であった。

このような部位による組織の違いはせん断ひずみ量とともに摩擦が大きく影響している。Fig.3-3 せん断変形の様子を模式的に示した図である。(a)に示すように理論的にはせん断ひずみは半径に比例し, 高さに反比例している。しかし実際には側壁と粉末の間に大きな摩擦が生じるため駆動ダイスから離れた場所では外周部であってもねじりの効果が少なく, やや内側に入ったところで最も大きなせん断変形をうける。また, (b)は駆動側外周部の駆動ダイスと接する面について示したものである[3]。駆動側外周部では, 摩擦の影響で r-q 面上の q 方向のせん断は小さくなり, h-q 面上の q 方向のせん断が非常に大きくなるため, ねじりの効果が著しく大きくなる。

続いて, X線マイクロアナライザーにより波長分散 X線分光 (WDX) 分析を行った結果を Fig.3-4 に示す。ここではそれぞれの組織について調べるため, (a)アルミニウム, チタンとも全く原形をとどめない組織, (b)やや微細化している組織, (c)ほとんど微細化していない組織とした。(a)では微細化されたチタンの残留粒子がわずかに見ら

れるものの、ほぼ全体でアルミニウムおよびチタンのイメージが重なっている。せん断変形を与えることで固相拡散によりチタンとアルミニウムからなる金属間化合物が生成していることがわかる。このような組織は駆動側外周部で見られる。(b)でも黒いアルミニウム部と白いチタン部の間に両イメージが重なっている部分が見られ、アルミニウム、チタン、金属間化合物が混在する組織となっている。(c)ではアルミニウムとチタンのイメージは重なっておらず、チタンとアルミニウムの粉末粒子がただ固化されただけである。中心部や固定側はおもにこのような組織となっている。

駆動側外周部で生成した金属間化合物相を同定するため、X線回折分析を行った。その結果を Fig.3-5 に示す。(a)圧縮成形で作製した試料ではチタンおよびアルミニウムのピークのみが確認でき、その他の反応相は見られない。(b)の圧縮ねじり成形で作製した試料では、駆動側外周部でチタン、アルミニウムともに大きく減少し、加えて Al_3Ti のピークが見られた。また、EDX 分析の結果でもチタンとアルミニウムの構成比は約 1:3 となっていた。これらの結果から、せん断変形が最も大きい駆動側外周部では金属間化合物相 Al_3Ti が生成していることが確認できた。しかし駆動側についても中心部では圧縮のみと同様、チタンとアルミニウムのみが存在し、 Al_3Ti の生成は確認できなかった。

3.1.3 成形条件の影響

前項で純アルミニウムおよび純チタンの混合粉末を素材として圧縮ねじり成形した場合、駆動側に近い部分で金属間化合物相である Al_3Ti が生成することを確認した。以下では、成形体高さ、成形温度、成形圧力、ねじり回数(成形時間)をパラメータとし、金属間化合物相の生成領域変化について、固化成形する際の成形条件の影響を詳細に調査した。

(1) 成形体高さの影響

前述したように本装置では下ダイスのみの片押し片ねじり負荷であるので、成形体の高さ方向でのせん断変形の程度に差が生じる。そこで成形体高さによる金属間化合物相の生成領域の違いを調べるため、高さ 3mm の試料を作製し、組織観察および硬さ測定を行い、前節の高さ 9mm のものと比較した。なお成形温度 773K、圧縮圧力 75MPa、ねじり周波数 1/6Hz、ねじり角度 45deg、ねじり回数 30 (成形時間では 180s)、成形体高さ 3mm を標準条件とし、その他の成形条件の影響を調べる時もこの条件で作製した試料を基準とした。

Fig.3-6 に成形体高さ 3mm で作製した試料を組織観察した結果を示す。駆動側外周部①では 9mm で作製したものと同様、非常に微細化され一様に金属間化合物が生成し

ている。中間部②、⑤の位置では9mmのものとは比べ、3mmで作成したものの方がより微細化されており、金属間化合物の生成領域も広がっている。せん断変形の少ない③、④、⑥の位置では9mm同様、ほとんど微細化されていなかった。

成形体高さ9mm、3mmの各試料について硬さ分布を測定した結果をそれぞれFig.4-7に示す。なお、9mmのものは3mmのものとは比較するため、凹凸部を除いた駆動側から3mmの範囲の硬さ分布を示した。どちらの試料についても、固定ダイス側では半径位置による差はほとんどなく、約40~60の値を示している。純アルミニウムおよび純チタンが示す硬さ値がそれぞれ30、60であり、混合体としての値を示しているものと考えられる。また駆動ダイス側でもせん断変形が小さいと考えられる試料中心部では硬さの上昇はほとんど見られないが、せん断変形が大きい外周部の硬さは著しく上昇しており、ねじり負荷の硬さにおよぼす効果をはっきりと認めている。前節で示したように生成した金属間化合物相は Al_3Ti であり、ほぼ一様に Al_3Ti が生成している駆動側外周部では文献値680[5]に近い高い値を示している。組織写真で示したように試料中心部に近づくにつれ金属間化合物相の領域は減少しており、チタンやアルミニウムが多く残留している部分では硬さが大きく低下している。硬さの上昇の原因としてせん断変形を加えたことによる緻密化の差も考えられるが、最も大きな影響を及ぼすのは金属間化合物相の生成によるものである。3mmと9mmの試料の比較では、成形体高さが減少すると硬さが上昇している領域、すなわち Al_3Ti の生成領域が拡大している。これはFig.3-3(a)に示したようにせん断ひずみは単純に高さに比例するため、成形体高さの高いものではせん断ひずみが小さくなり、金属間化合物生成領域も減少したものと考えられる。

(2) 成形温度の影響

成形圧力75MPa、ねじり周波数1/6Hz、ねじり角度45度、ねじり回数30cycle（成形時間180s）、成形体高さ3mmと一定にし、成形温度の影響を調べた。成形温度は573、673、773Kと変化させた。それらの結果をFig.3-8（573K組織）、Fig.3-9（673K組織）、Fig.3-6（773K、組織、前出）に示す。

773Kで成形したものでは、駆動側外周部で非常に微細化されており、チタン、アルミニウムの残留粒子はほとんど見られず、ほぼ一様に金属間化合物相が生成している。また、②、④、⑤のそれぞれの部位でもせん断の効果による微細化が生じ、チタンとアルミニウムの上に金属間化合物相が見られるが、試料の中心部である③、⑥では粒子の微細化、金属間化合物相の生成ともにほとんど見られず圧縮のみで作製した試料とほとんど変わらない組織であった。

673K、573Kと成形温度の低下につれて全体的に粒子微細化の効果が小さくなっており、573Kで成形したものについては駆動側外周部①においてもチタン、アルミニウムが多く残留する組織となっていた。また巨視組織から見られるように成形温度の低下に

ともない試料の下部に割れが生じ、573Kで成形したものについては大きく割れが入っていた。Fig.3-11に573K、773Kで成形したときのねじりトルクを示す。773Kで成形したものはねじり回数が増加するにつれてねじりトルクが徐々に上昇しているが、573Kで成形したものでは一度上がっては下がるという挙動を繰り返し、徐々にトルクが低下している。これは生成した Al_3Ti は低温での延性が低いため、ある程度 Al_3Ti が生成すると割れが入り、さらに Al_3Ti が生成した割れが進展するということを繰り返しているためと思われる。その結果、割れた部分で試料にすべりが生じ、それ以上ねじりの効果が伝達せず金属間化合物相の生成が妨げられてしまったため、チタン、アルミニウムが多く残留する組織となっているのである。

各温度で成形した試料の硬さ分布の結果を Fig.3-10 に示す。硬さが上昇した領域は573, 673, 773K各温度でそれほど大きな差はなかったが、温度が上昇するにつれ硬さの最高値が大きく上昇した。773Kで成形したものについては400を超える値を示しており、ほぼ一様に Al_3Ti が生成しているといえるが、573Kで成形したものでは最高でも200前後の値となっている。硬さは金属間化合物相の生成に大きく影響しているため、チタンやアルミニウムが多く残留する低温で成形した試料については硬さが大きく低下したと考えられる。

(3) 成形圧力の影響

成形温度773K、ねじり周波数1/6Hz、ねじり角度45度、ねじり回数30cycle（成形時間180s）、成形体高さ3mmと一定にし、成形圧力の影響を調べた。成形圧力は50, 75, 100MPaと変化させた。それらの結果を Fig.3-12（50MPa組織）、Fig.3-6（75MPa組織、前出）、Fig.3-13（100MPa、組織）に示す。

50, 75, 100MPaのいずれの圧力で成形した試料についても駆動側外周部①では全体にほぼ一様に金属間化合物相が生成している組織が見られる。50MPaの低圧力で成形したものについては駆動側中間部②や固定側中間部④でも粒子が微細化され金属間化合物が生成していることがわかる。しかし75, 100MPaと成形圧力が上昇するにつれ粒子の微細化効果は小さくなり金属間化合物相領域も減少している。またいずれの試料についてもせん断変形の小さい③、④、⑥ではあいかわらず粒子の微細化はほとんど見られない。

各圧力で成形した試料の硬さ分布の結果を Fig.3-14 に示す。組織観察の結果と同様50MPaの成形圧力で作製した試料についてはかなり広い領域にわたって硬さの上昇が見られるのがわかる。しかし生成領域が広い反面、硬さの最高値が400を超えるものではなく、チタンやアルミニウムが残留していることが考えられる。また、75, 100MPaと成形圧力が上昇するにつれ硬さが上昇する領域減少し、100MPaで成形したものでは駆動ダイス側のかかなり狭い領域でのみ硬さが上昇している。しかし成形圧力が高いものでは硬さの最高値が400を超え、一様に金属間化合物が生成しているといえる。考え

られる理由としては 成形圧力が低いと圧縮力による側壁から受ける摩擦力の影響が減少するため、ねじりの効果は試料上部まで伝達するが、静水圧が低いためメカニカルアロイングの効果が少なくなり、原料粒子が残留してしまう。逆に成形圧力が高くなると側壁から受ける摩擦力も上昇するため、試料上部にまでねじりの効果が伝達しにくい、局所的に金属間化合物相が生成する。

(4) ねじり回数の影響

ねじり回数の影響を調べるため、成形温度 773K、成形圧力 75MPa、ねじり周波数 1/6Hz、ねじり角度 45 度、成形体高さ 3mm と一定にし、ねじり回数を、10, 30, 60cycle (成形時間 60, 180, 360s) と変化させて成形を行った。それらの結果を Fig.3-15 (10cycle 組織), Fig.3-6 (30cycle 組織, 前出), Fig.3-16 (60cycle 組織) に示す。

10cycle で作製した試料では、最もせん断変形の大きい駆動側外周部①で微細化が見られ、金属間化合物相が確認できた。駆動側中間部②でもわずかに微細化がみられるが、その他の部位ではほとんど微細化が確認できなかった。30cycle で作製した試料では駆動側外周部①はもちろん、駆動側中間部②でもかなりの微細化が見られチタン、アルミニウムの残留粒子は見られるものの広く金属間化合物相が生成しているのが分かる。また固定側中間部⑤でもわずかながら微細化が見られる。さらに 60cycle で成形したものは駆動側中間部②でもほぼ一様に金属間化合物が生成している。またせん断変形の小さい駆動側中心部③でも粒子の微細化が見られる。固定側外周部④では理論的には大きなせん断変形がかかると考えられるが、外壁との摩擦の影響が大きいため、回数を増加してもねじりの効果が試料上部にまで伝達せず、粒子の微細化効果が小さい。

各ねじり回数で成形した試料の硬さ分布の結果を Fig.3-17 に示す。硬さが上昇した領域は 10cycle で成形したもでは駆動側外周部①のわずかな領域であったが、30cycle, 60cycle とねじり回数が増加するにつれその領域は半径方向内側に大きく拡大している。特に 60cycle で成形したものについては試料の全体にわたって広い領域で硬さが上昇しており、金属間化合物相の生成領域は総せん断ひずみ量に比例しているといえる。しかし 60cycle のねじり回数では駆動ダイス側で空孔があるため硬さ測定が出来ない領域 (中心から 5mm の付近) があり、また全体的にも上昇した硬さの値が大きくばらついている。これは金属間化合物の生成後、さらに過剰のねじり回数を与えたため、試料に欠陥が生じてしまったものと考えられる。

3.1.4 円環状試料の作製

前項で示したように、本成形法では半径方向に大きく分布があり、試料中心部ではほとんどねじりの効果があらわれていない。そこで、外径 25mm、内径 15mm、高さ約

3mm（凹凸を除く）の円環状成形体（Fig.3-2 右下）を作製した。成形条件については、まず円盤状試料を作製したときの標準条件である、成形温度 773K、圧縮圧力 75MPa、ねじり周波数 1/6Hz、ねじり角度 45deg、ねじり回数 30（成形時間では 180s）、成形体高さ 3mm で成形し、円盤状試料と比較した。また円環状試料ではさらに高い成形圧力が負荷できるため 150MPa で作製した試料についても比較検討した。

まず、標準条件で成形した円環状試料の微視組織観察の結果を Fig.3-18 に示す。駆動側外周部①では円盤状試料と同様、粒子が微細化されほぼ一様に金属間化合物相が見られる。また、内周部③でも①とほぼ同様に微細化され全体で金属間化合物相が見られる。さらに中間部②でもややチタンの残留粒子が目立つもののよく微細化している。これは外周部だけでなく、内周部でも摩擦の影響で大きなせん断変形を受けるため、内外両方から微細化が進行していくためである。また、固定側内周部⑥でもわずかに微細化が見られるが円盤状試料の同位置と比べてかなり小さい。円盤状試料の成形では側壁から受ける圧縮力による摩擦の影響で駆動側外周部ではねじりの効果が試料上部にまで伝達しないと述べたが、円環状試料の成形では内側にも側壁があるため、摩擦の影響を内外両方から受け、せん断変形が駆動側に集中してしまうのである。これは Fig.3-20(a)の硬さ試験からも同様の結果が得られ、駆動側で著しい硬さの上昇が見られ、せん断変形の効果が認められたが、その効果が試料上部にまで伝達することはなく硬さの上昇はほとんど見られなかった。

次に成形圧力 150MPa で成形した試料の組織写真を Fig.3-19 に示す。駆動側外周部①および内周部③では、残留粒子もほとんどなく一様に金属間化合物相が生成していることが確認できるが、中間部②ではやや大きいチタンやアルミニウムの粒子が残留している。また、固定側でも外周部④で駆動側外周部①や内周部③とほぼ同じ組織となっており、さらに中間部⑤や内周部⑥でも微細化による金属間化合物の生成が確認できることから、ねじりの効果が試料の全体におよんでいるのが分かる。Fig.3-20(b)に 150MPa で成形した試料の硬さ分布を示す。外周部全体で非常に高い硬さを示しているが、中間部や固定側中心部では硬さの上昇が少ない。低い成形圧力では、側壁から受ける摩擦力の影響が大きく外周部では試料上部にまでねじりの効果が伝達しにくくなるが、さらに高い圧力を負荷することで摩擦の影響よりも静水圧の影響が大きくなり、せん断ひずみが大きい領域から固化されることになる。低圧力のときのように駆動側にねじりの効果が集中しないため、駆動側でもせん断ひずみの少ない中間部では、微細化が少なく残留のチタンやアルミニウムが目立つ組織となり硬さもあまり上昇していないのである。

Table3-1 Chemical composition of materials

pure aluminum powder mean diameter : -44 μ m

composition	Al	Fe	Cu	Si	Mn	Ti
/wt%	99.34	0.46	0.03	0.16	trace	0.01
particle size / μ m	-44	+44	+63	+74	+105	+149
/wt%	67.1	13.2	8.2	8.2	3.2	trace

pure titanium powder mean diameter : -44 μ m

composition	Ti	Al	Ca	Cr	Fe	Mg	Na
/wt%	99.9	0.02	0.001	0.004	0.03	0.003	0.003

temperature	T / K	773
pressure	P / MPa	75
frequency	f / Hz	-
twist angle	θ / deg	-
twist cycle	$C / -$	-
height	h / mm	9

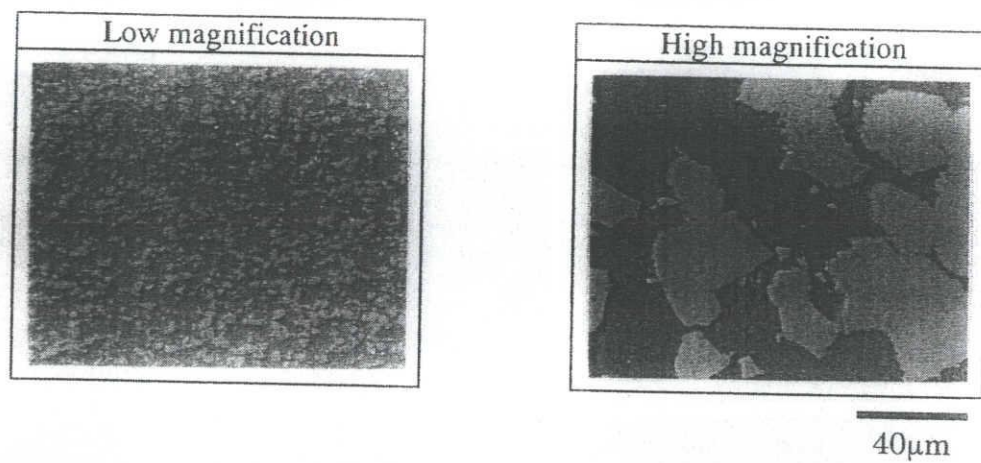
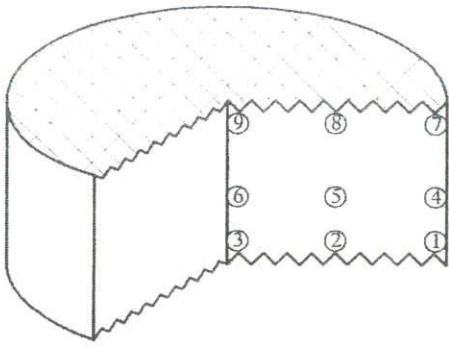
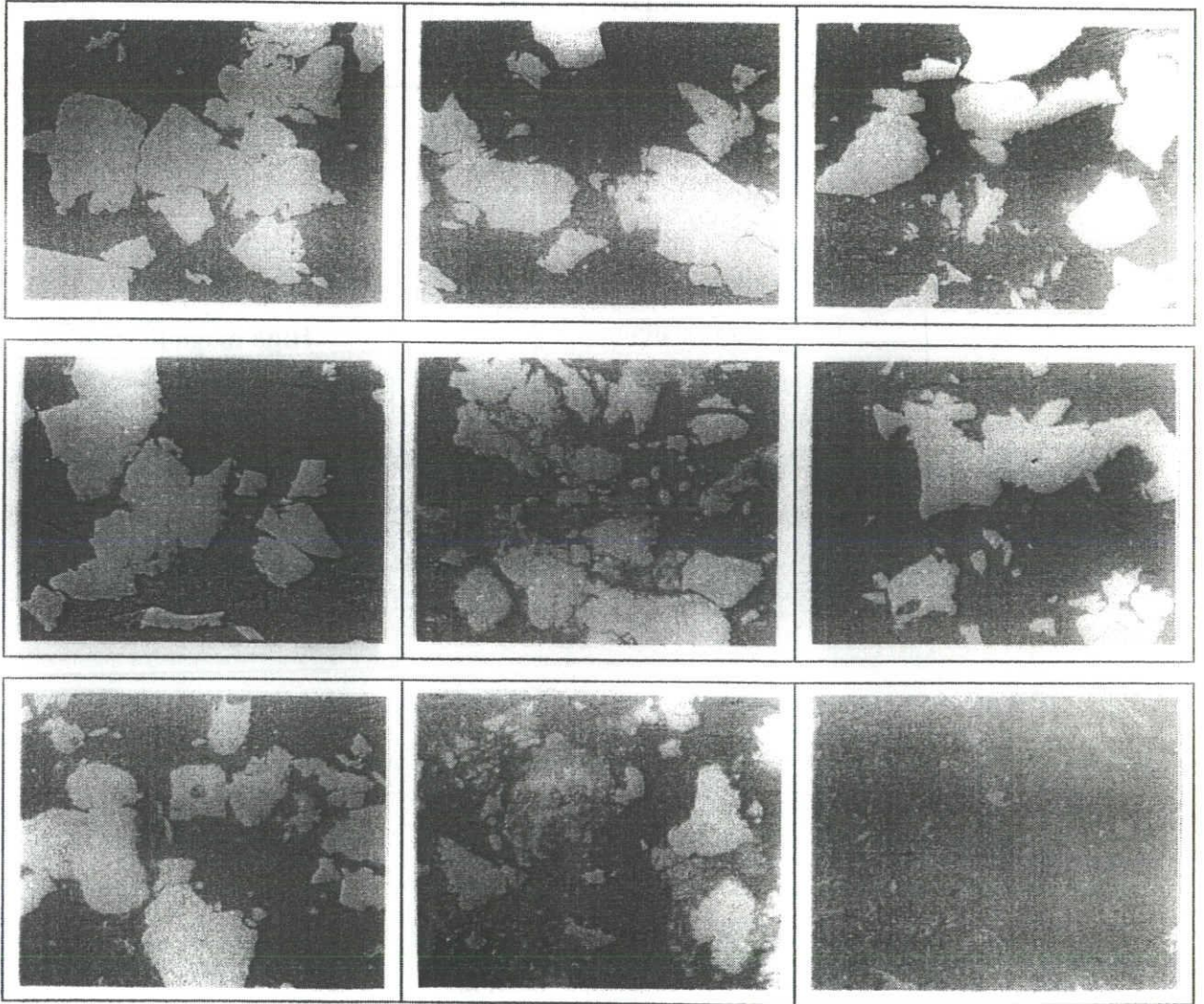


Fig. 3-1 Microstructure after compressive forming.



temperature	T / K	773
pressure	P / MPa	75
frequency	f / Hz	1/6
twist angle	θ / deg	± 45
twist cycle	$C / -$	30
height	h / mm	9

■ rigid side ■

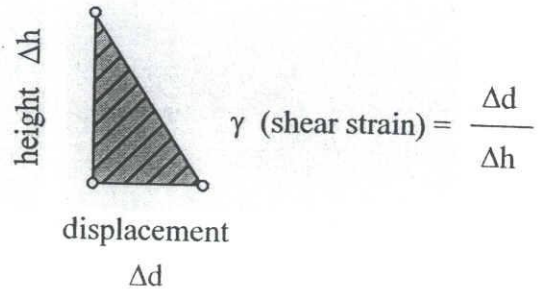
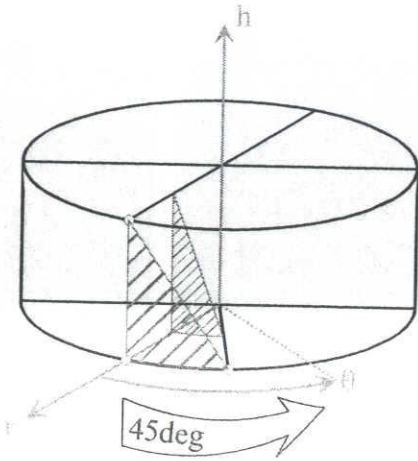


center $\left(\begin{array}{c} \text{twist side} \\ \rightarrow \end{array} \right)$ outer section

40 μm

Fig. 3-2 Microstructure after compressive torsion forming.

(a)



(b)

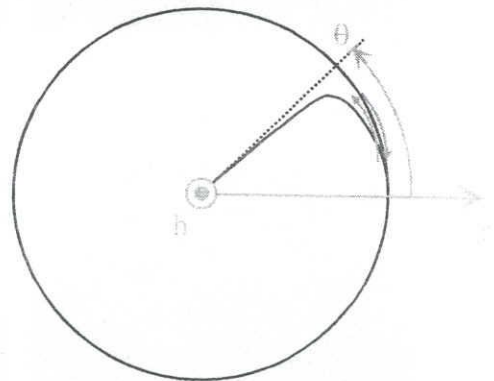
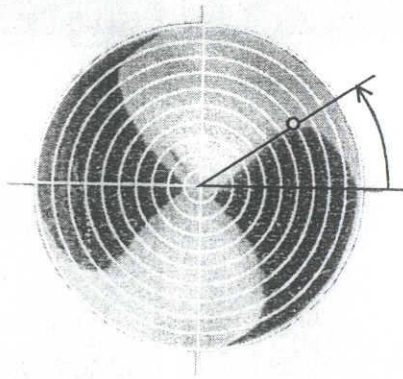


Fig.3-3 Schematic illustration of shear strain.

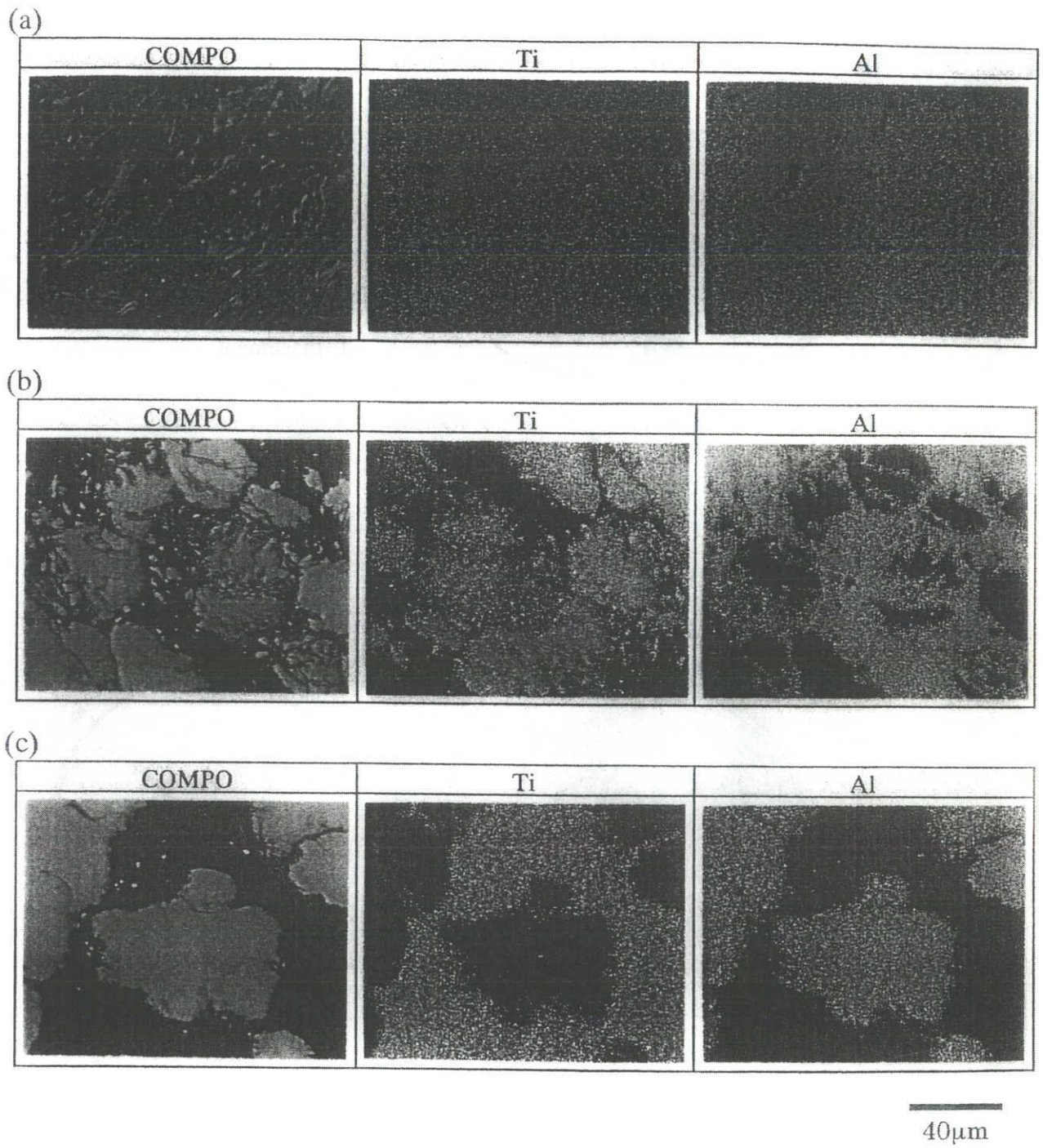


Fig. 3-4 COMPO image and X-ray dot map of Al and Ti.

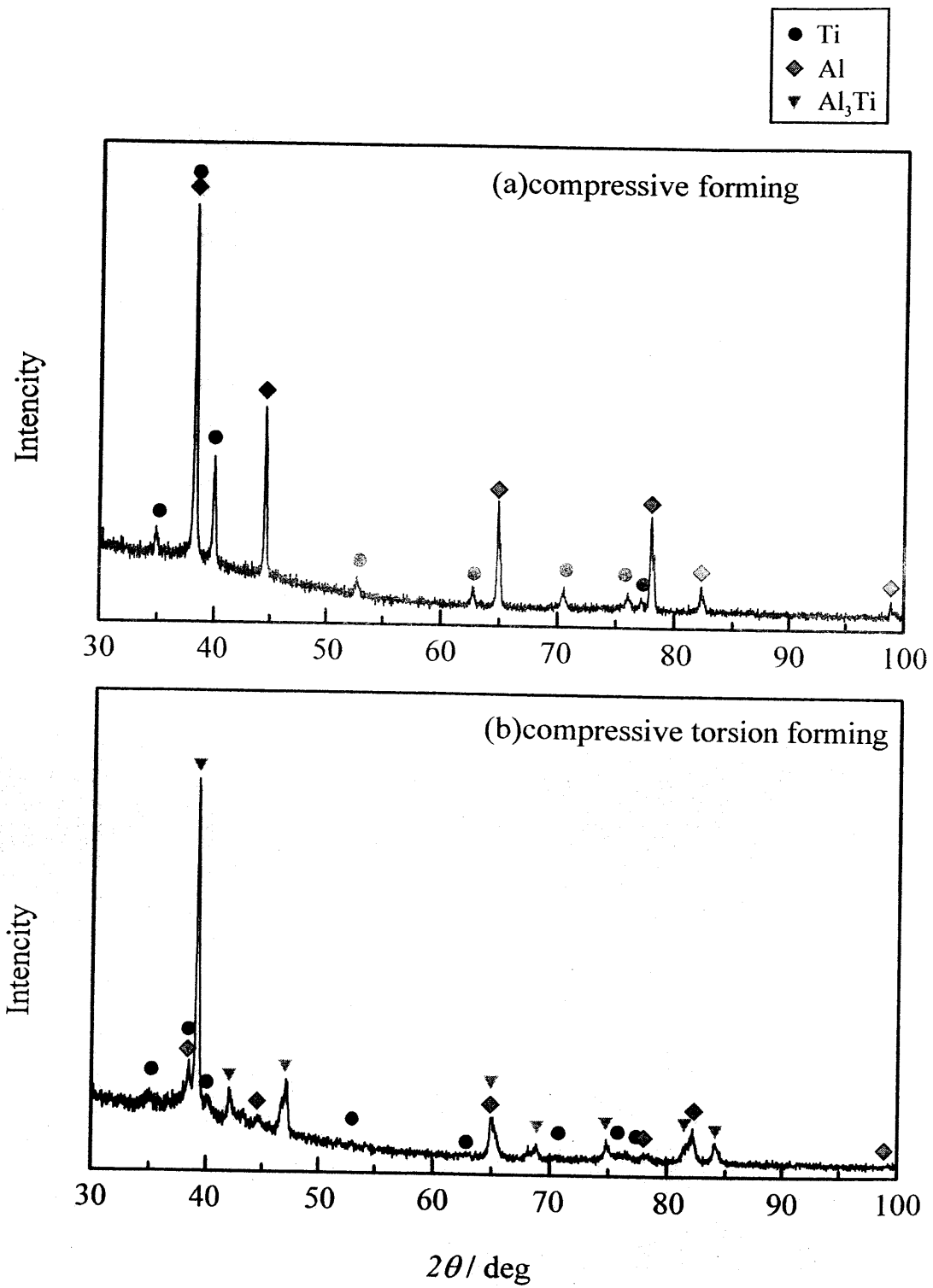
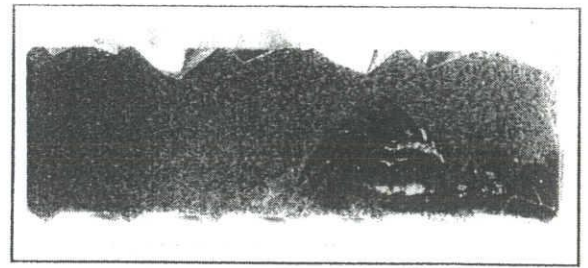
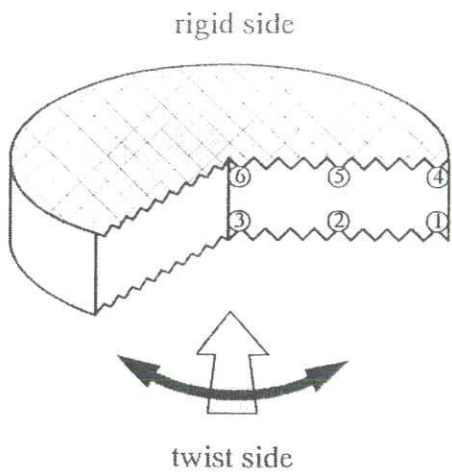


Fig.3-5 X-ray diffraction patterns of Ti-Al specimens consolidated with (a)compressive, (b)compressive torsion forming.



temperature	T / K	773
pressure	P / MPa	75
frequency	f / Hz	1/6
twist angle	θ / deg	± 45
twist cycle	$C / -$	30
height	h / mm	3

■ rigid side ■

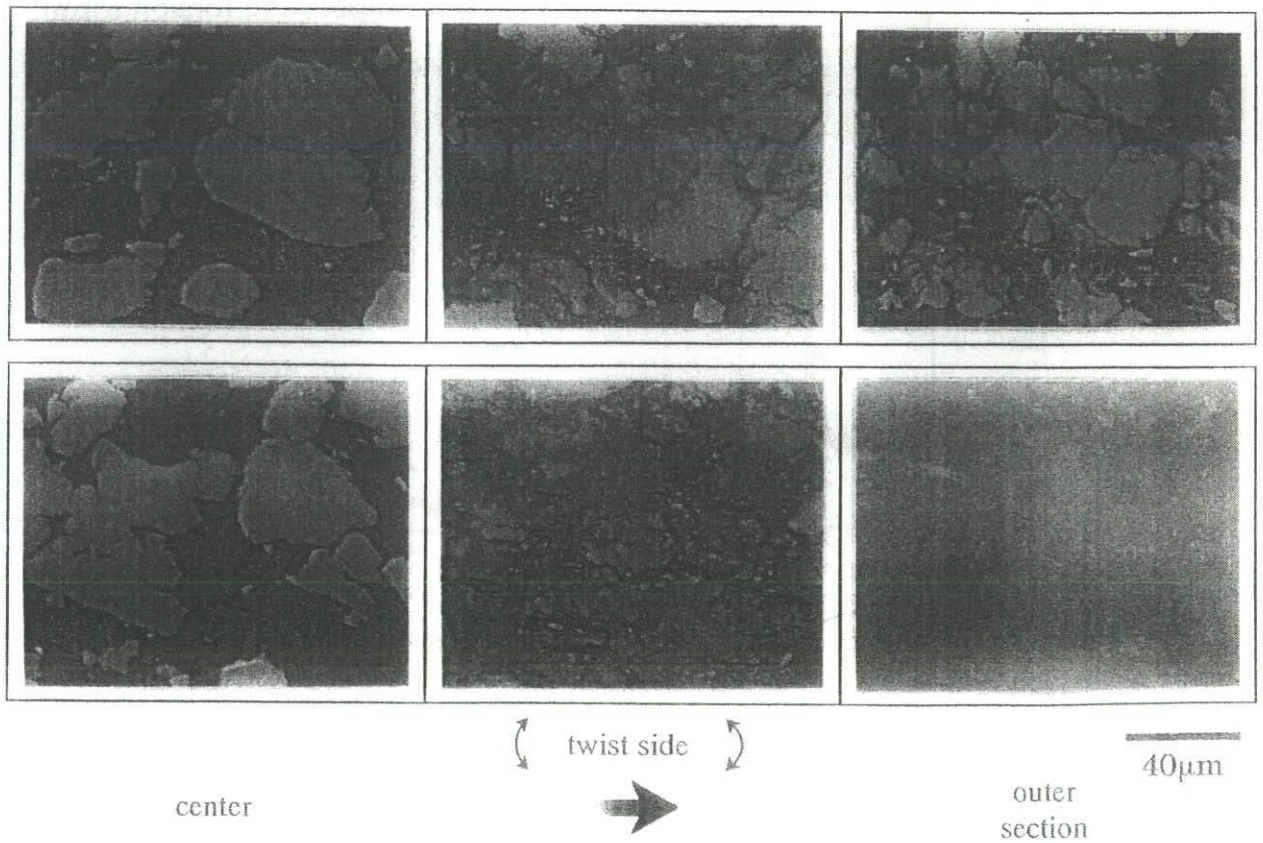


Fig. 3-6 Macro and microstructure after compressive torsion forming, 3mm.

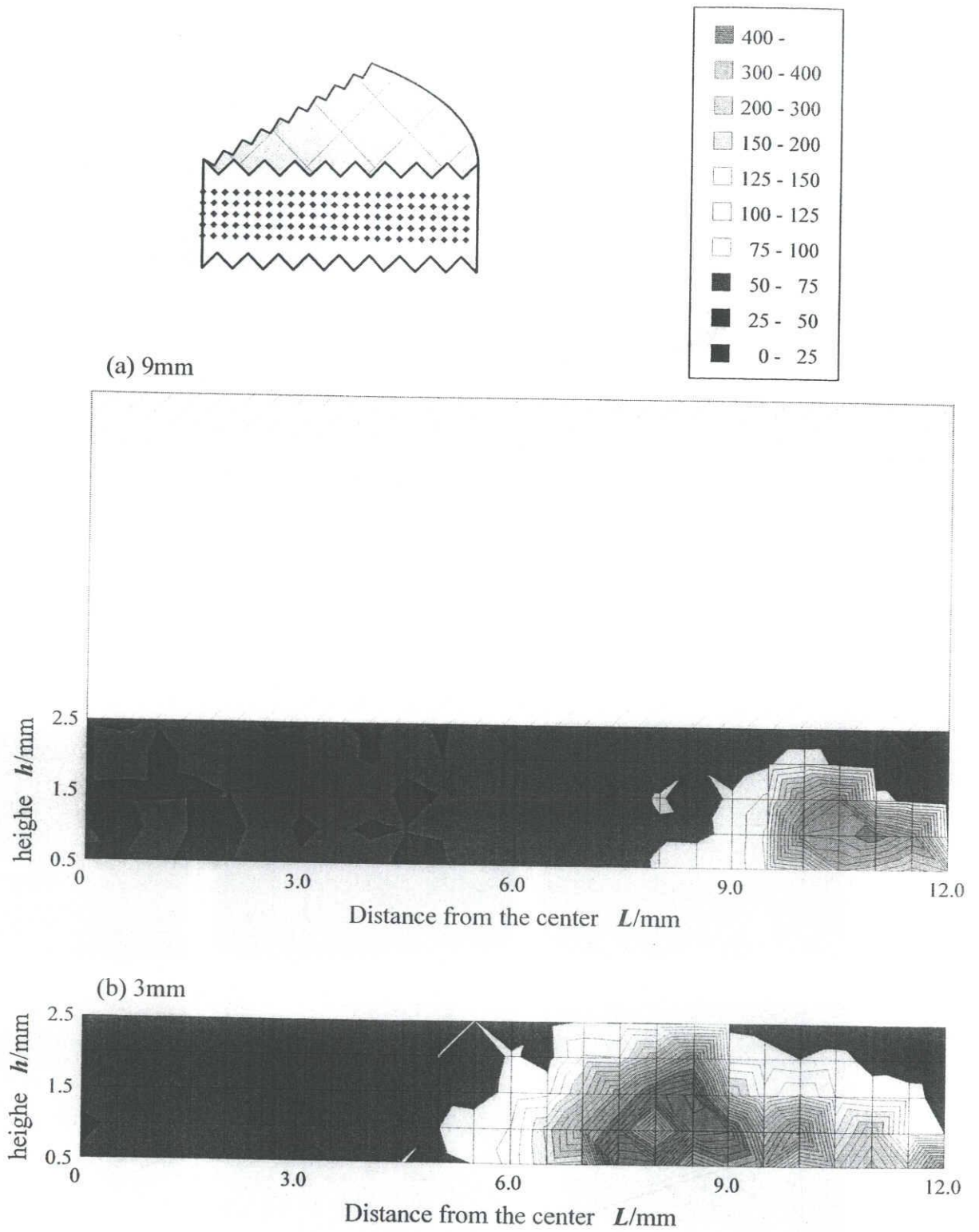


Fig.3-7 Effects of forming height on distribution of hardness, (a)9mm, (b)3mm.

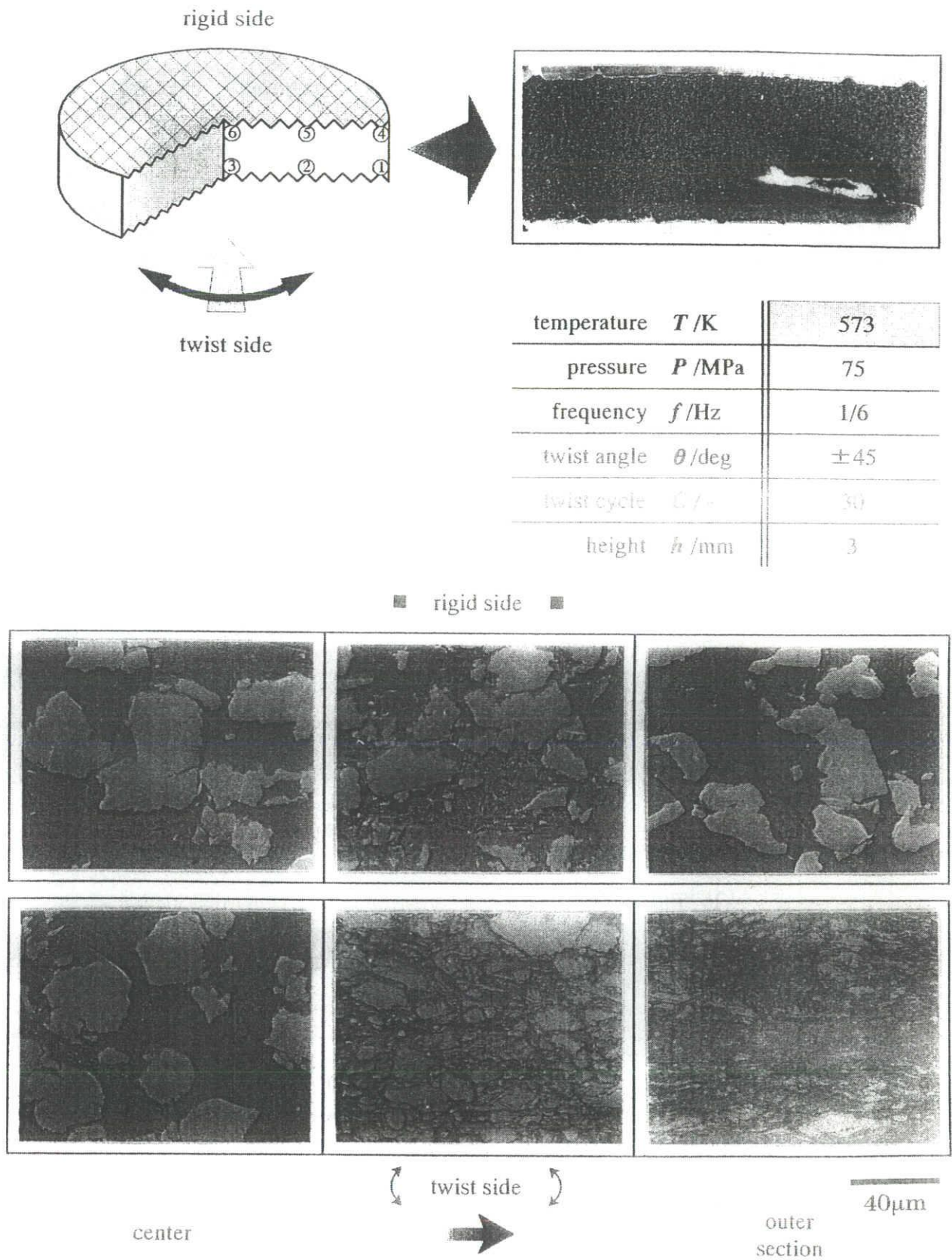
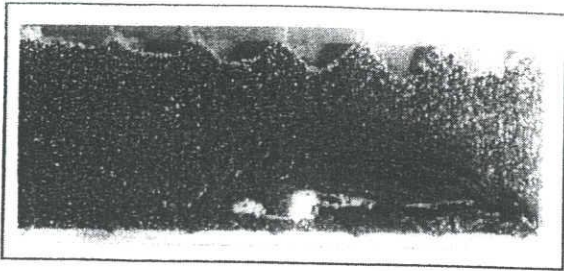
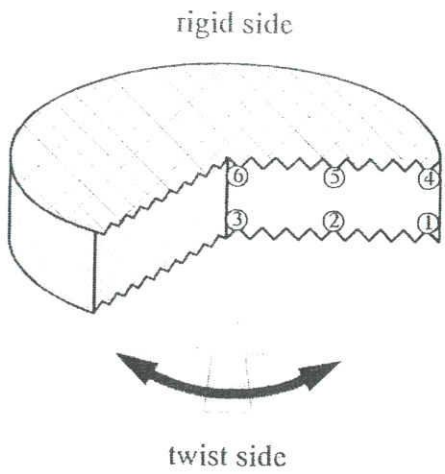
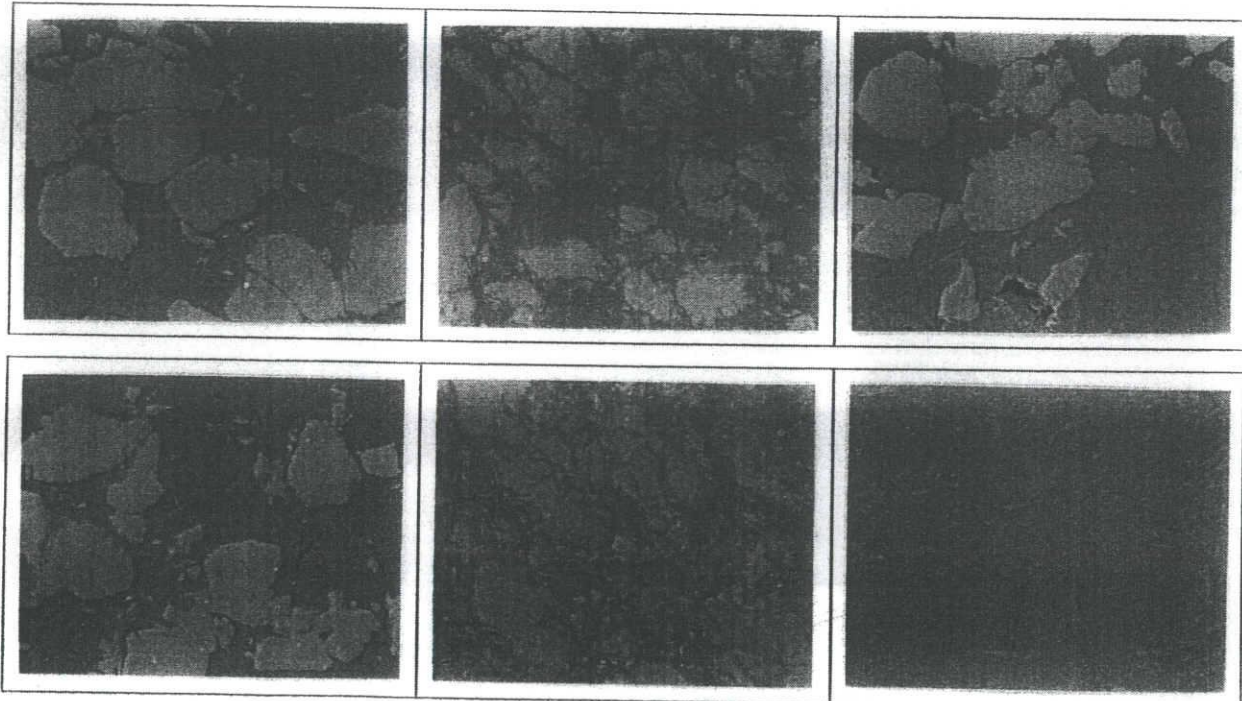


Fig. 3-8 Macro and microstructure after compressive torsion forming, 573K.



temperature	T / K	673
pressure	P / MPa	75
frequency	f / Hz	1/6
twist angle	θ / deg	± 45
twist cycle	$C / -$	30
height	h / mm	3

■ rigid side ■



center

twist side

outer section

40 μm

Fig. 3-9 Macro and microstructure after compressive torsion forming, 673K.

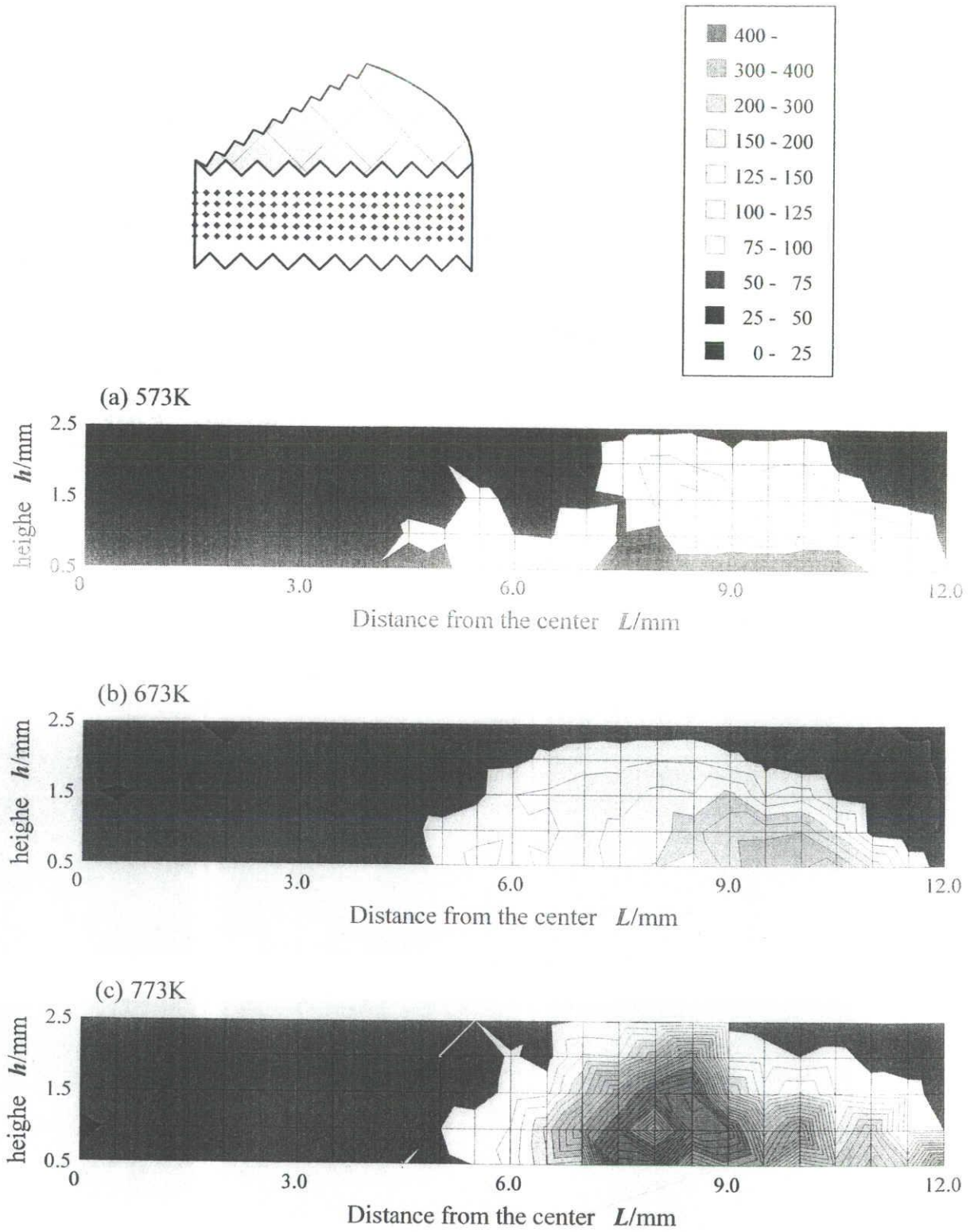


Fig.3-10 Effects of forming temperature on distribution of hardness, (a)573K, (b)673K, (c)773K.

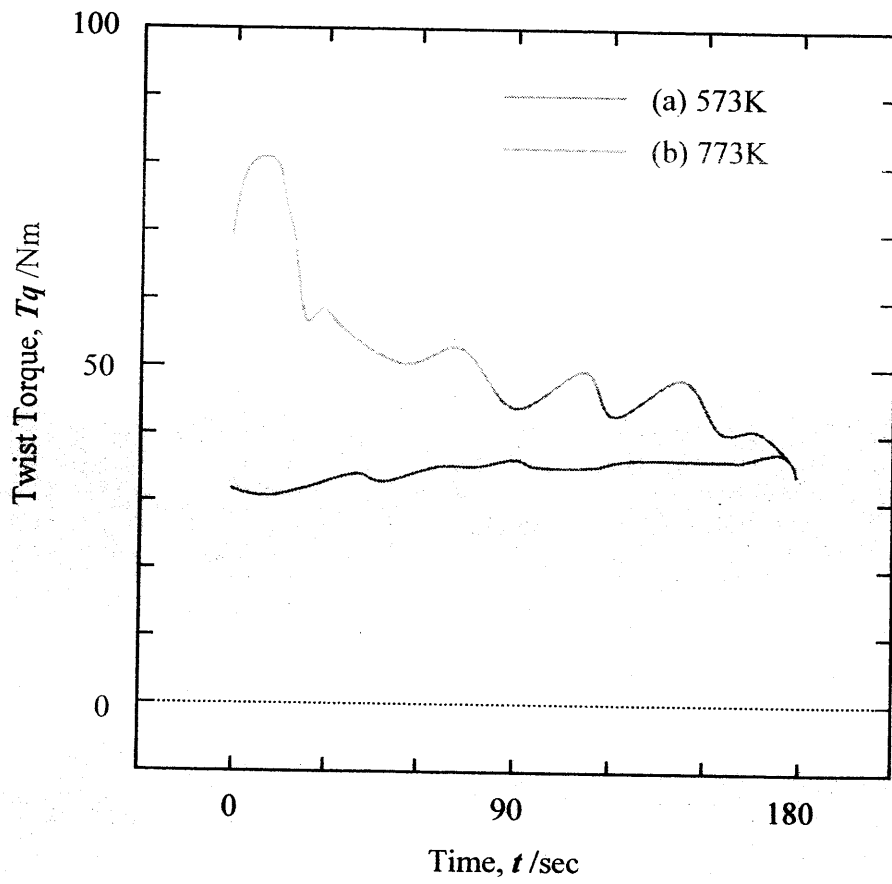
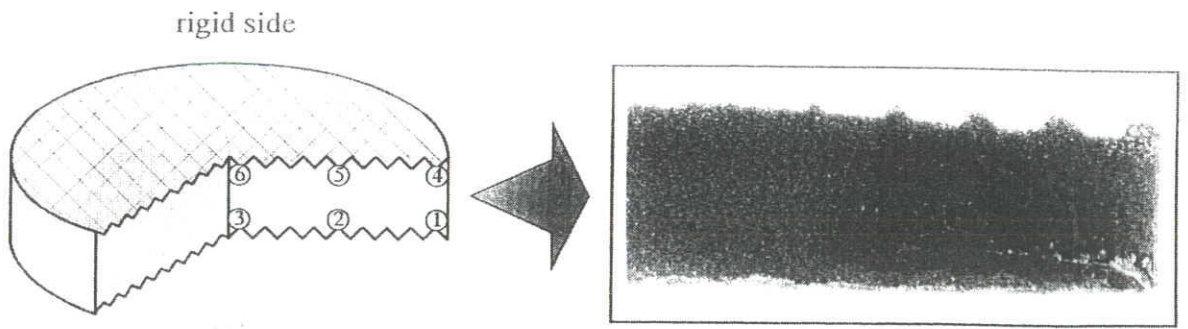


Fig.3-11 Twist torque during compressive torsion forming, (a)573K, (b)773K.



temperature	T / K	773
pressure	P / MPa	50
frequency	f / Hz	1/6
twist angle	θ / deg	± 45
twist cycle	$C / -$	30
height	h / mm	3

■ rigid side ■

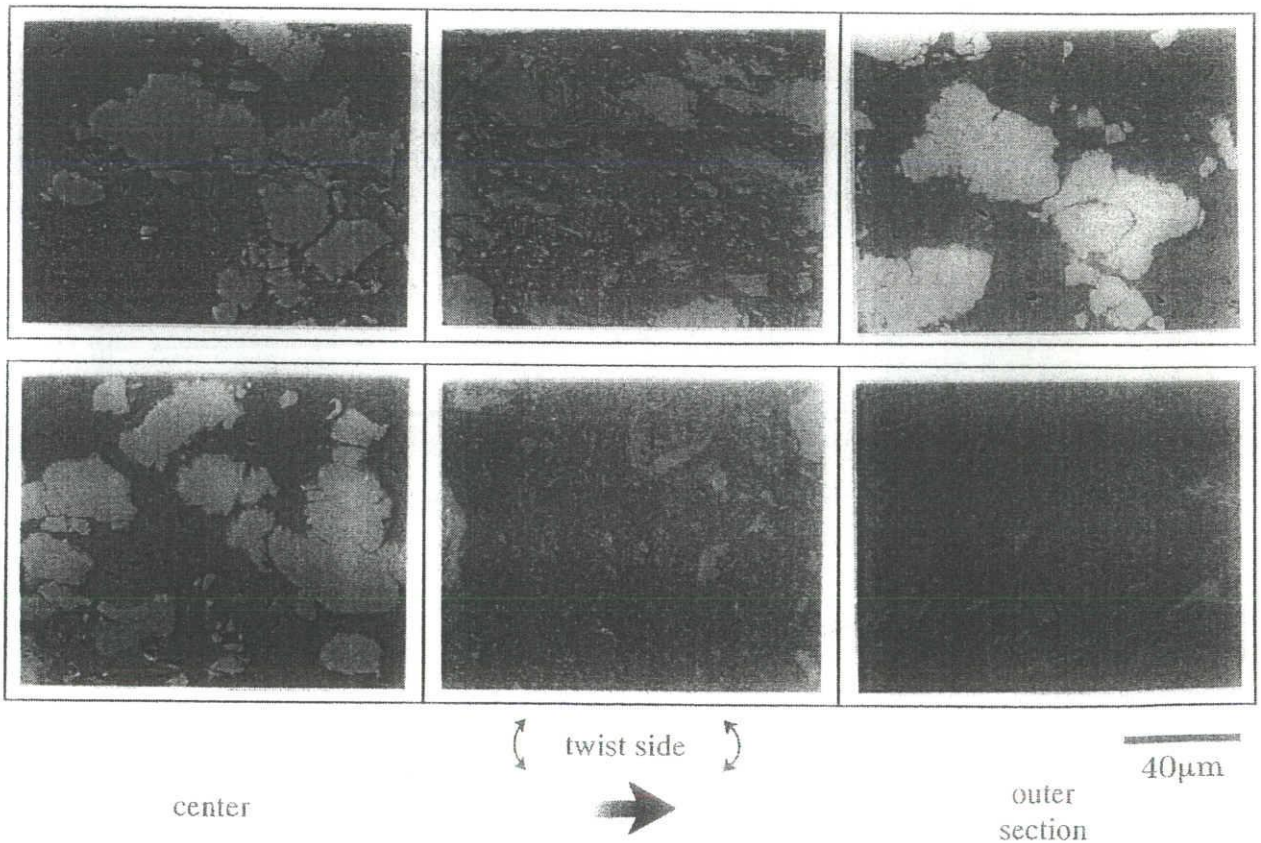


Fig. 3-12 Macro and microstructure after compressive torsion forming, 50MPa.

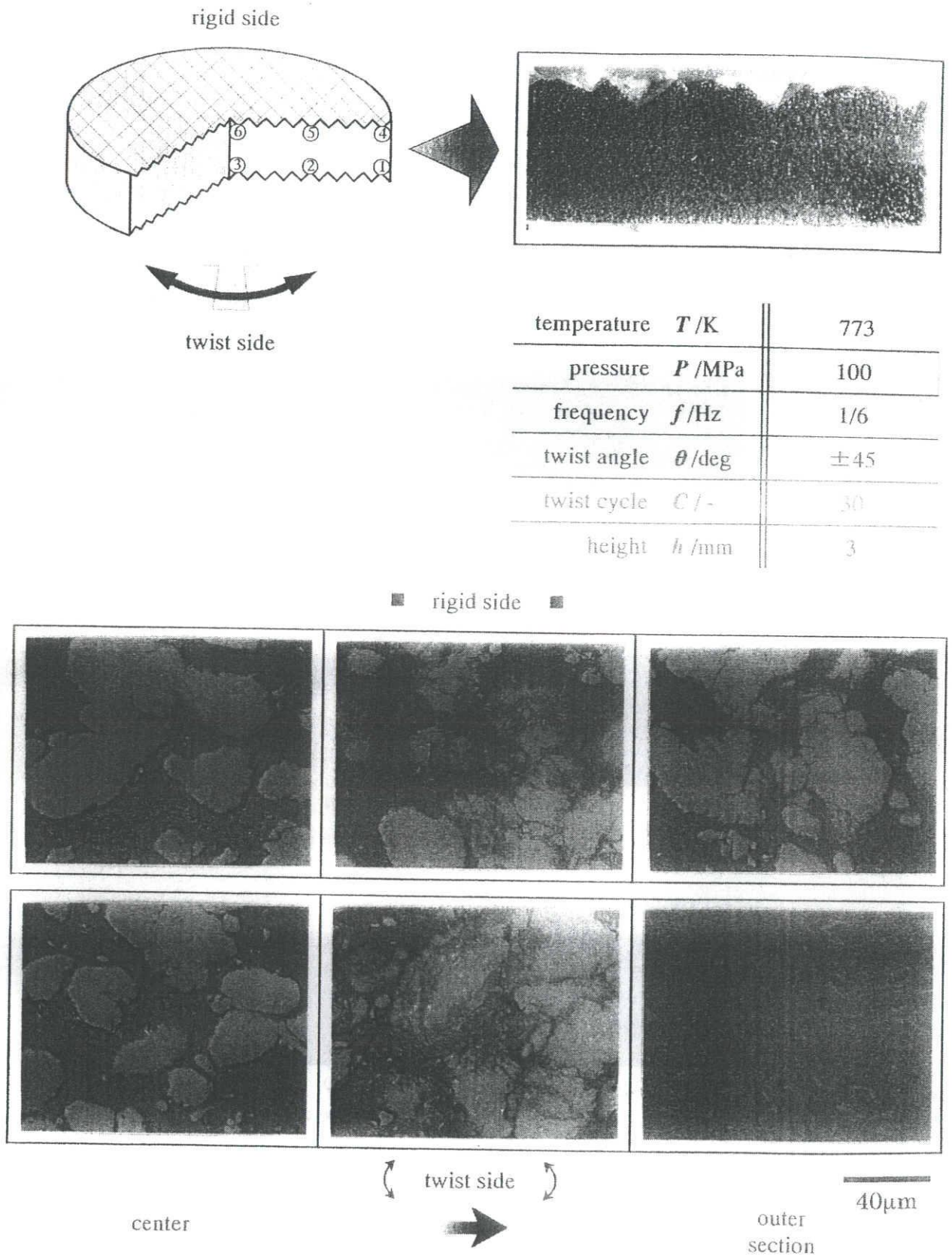


Fig. 3-13 Macro and microstructure after compressive torsion forming, 100MPa.

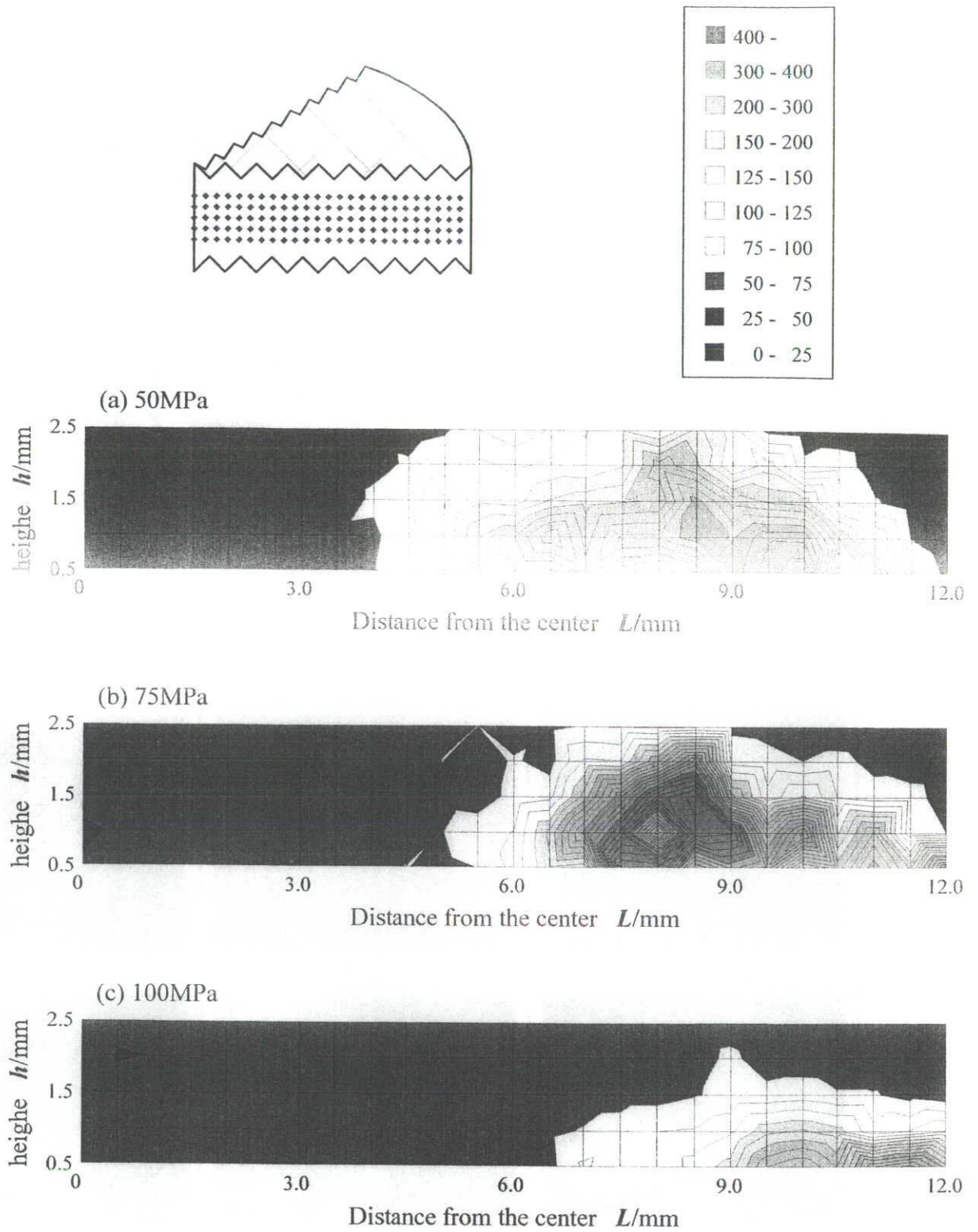
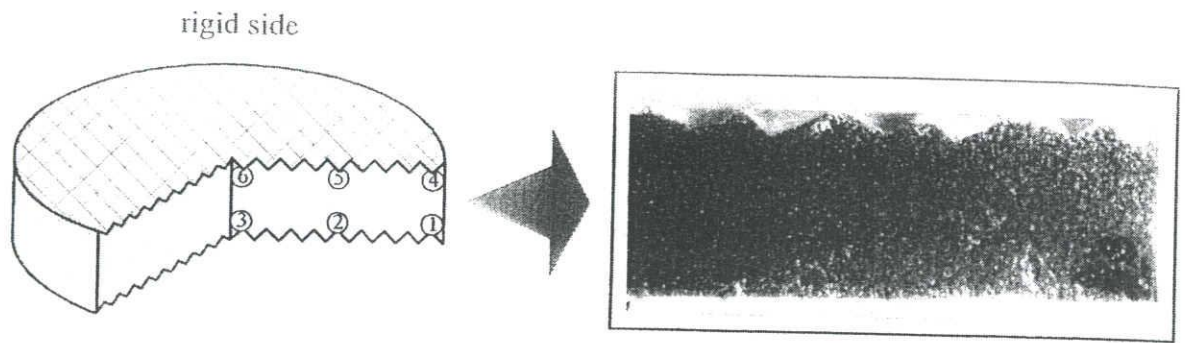


Fig.3-14 Effects of forming pressure on distribution of hardness, (a)50MPa, (b)75MPa, (c)100MPa.



temperature	T / K	773
pressure	P / MPa	75
frequency	f / Hz	1/6
twist angle	θ / deg	± 45
twist cycle	$C / -$	10
height	h / mm	3

■ rigid side ■

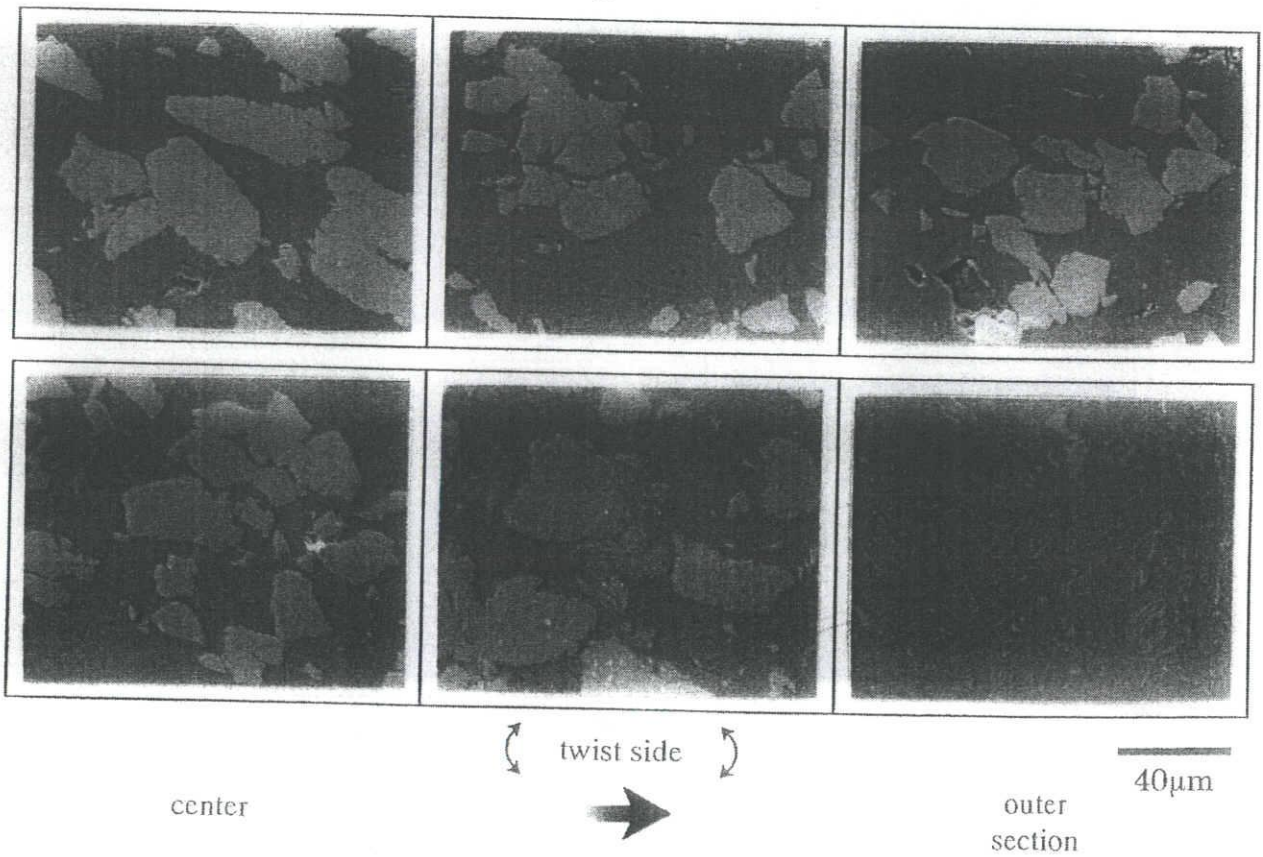


Fig. 3-15 Macro and microstructure after compressive torsion forming, 10cycle.

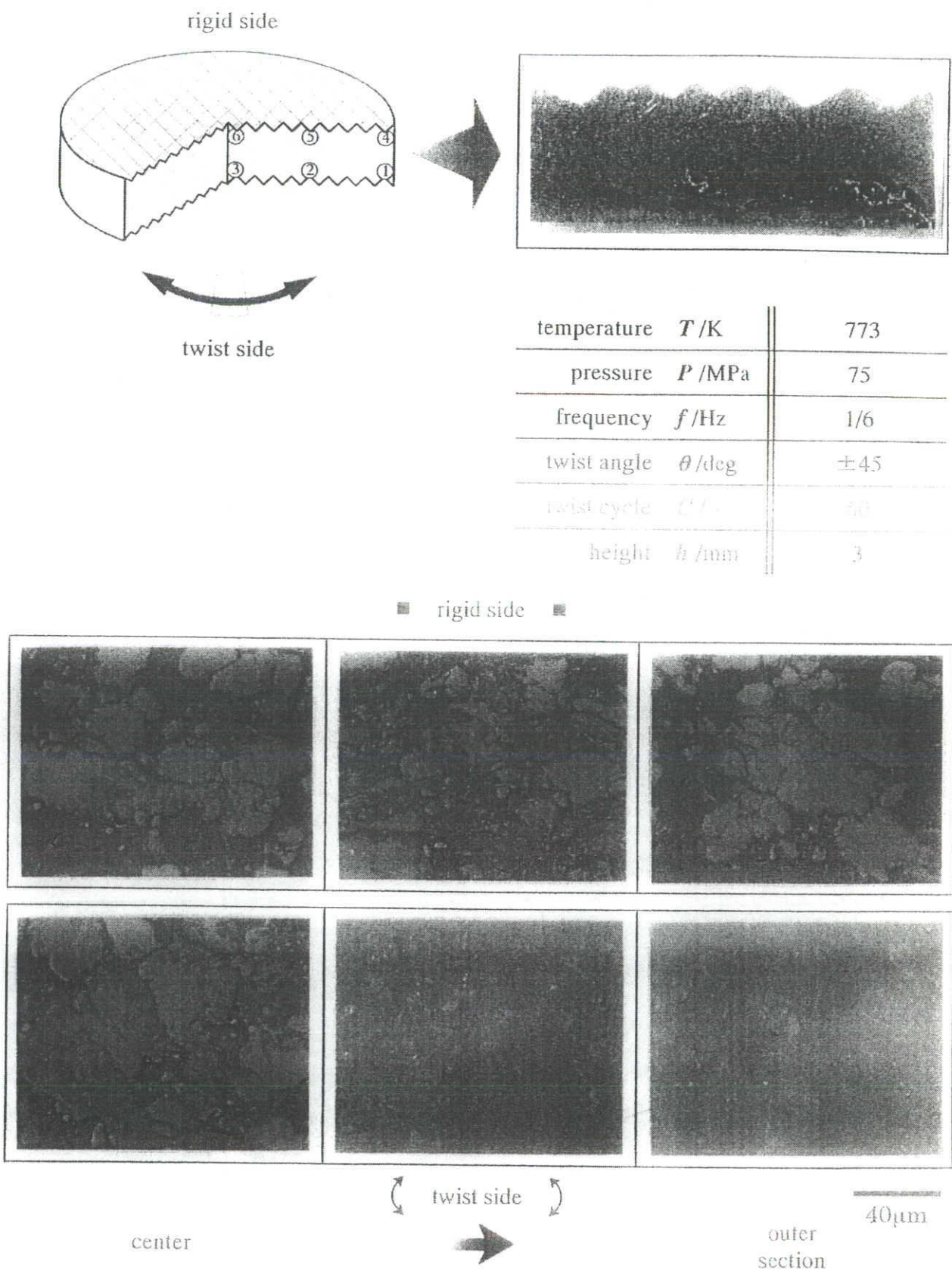


Fig. 3-16 Macro and microstructure after compressive torsion forming, 60cycle.

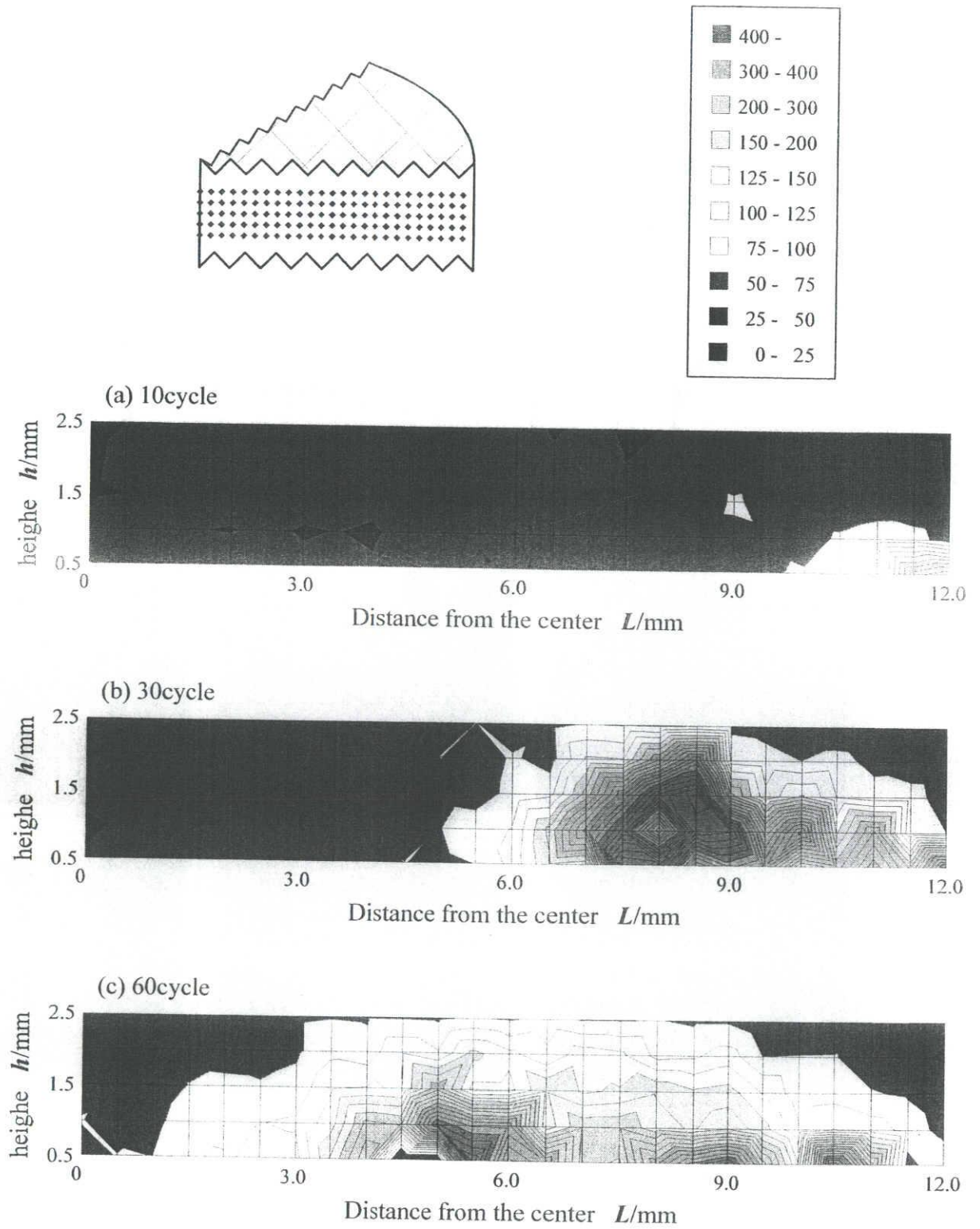
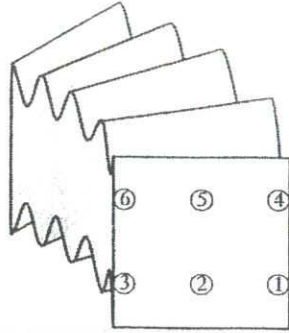


Fig.3-17 Effects of torsion cycle on distribution of hardness, (a)10cycle, (b)30cycle, (c)60cycle.



temperature	T/K	773
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
twist angle	θ/deg	± 45
twist cycle	$C/-$	30
height	h/mm	3

■ rigid side ■

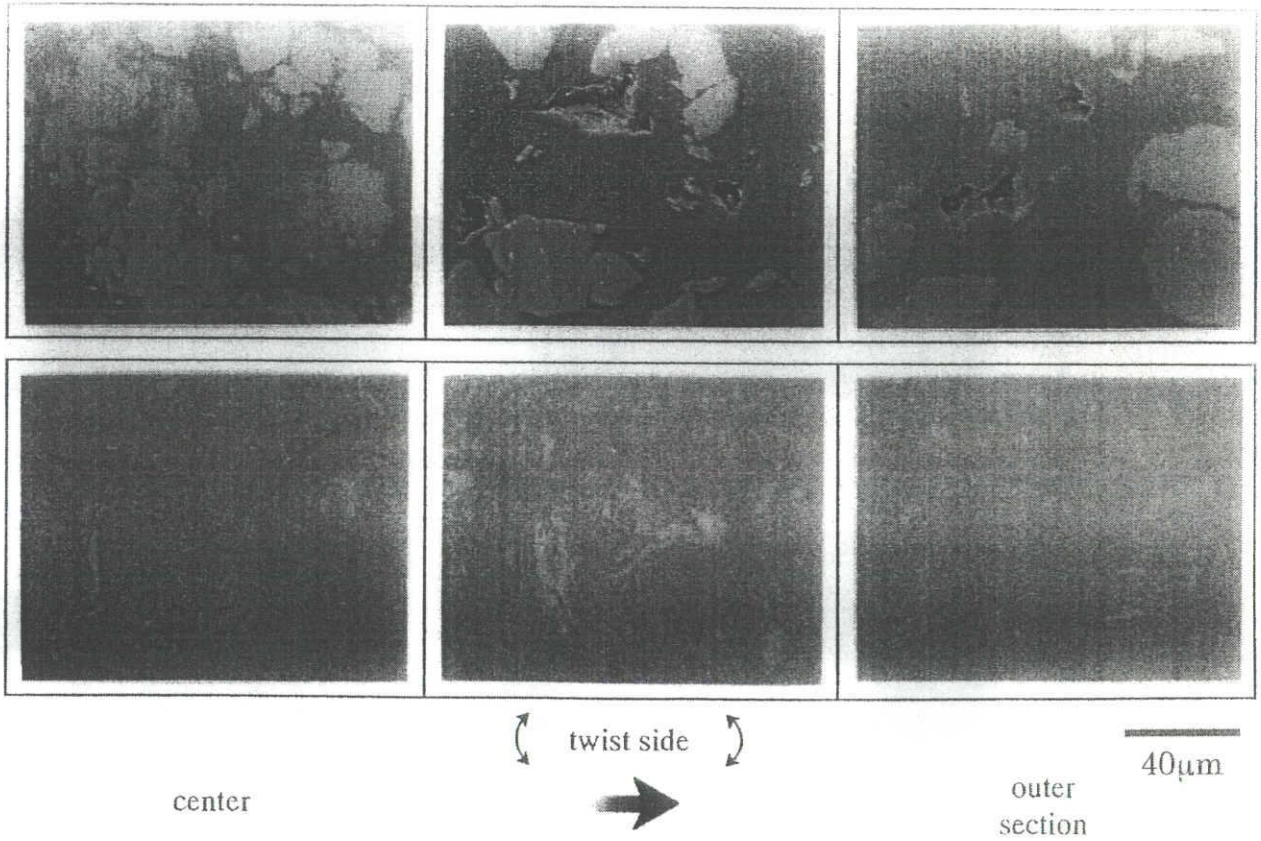
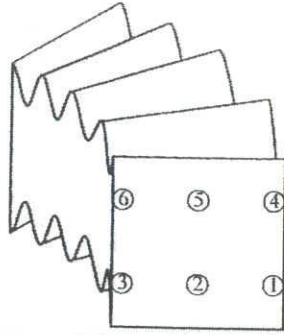


Fig. 3-18 Microstructure in ring type specimen after compressive torsion forming.



temperature	T/K	773
pressure	P/MPa	150
frequency	f/Hz	1/6
twist angle	θ/deg	± 45
twist cycle	$C/-$	30
height	h/mm	3

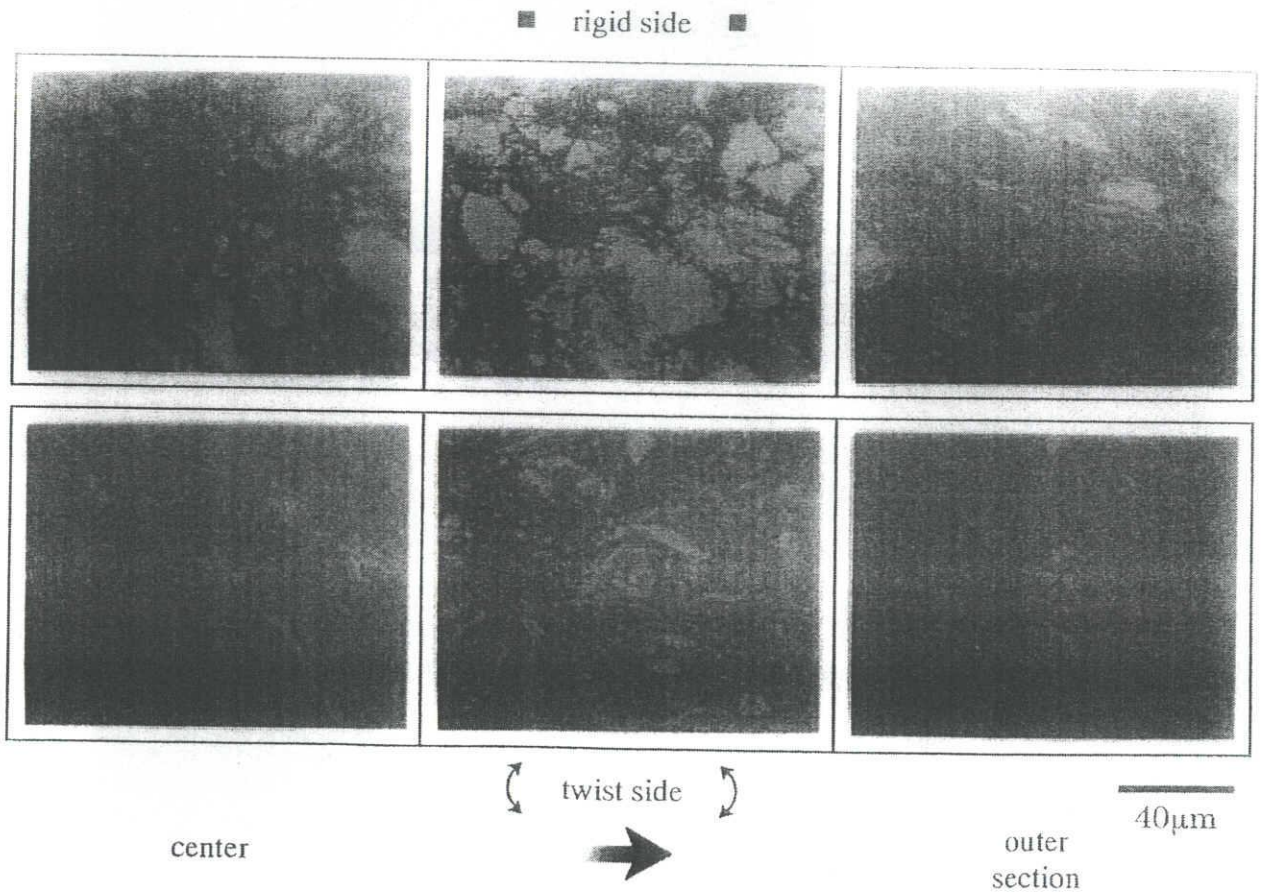


Fig. 3-19 Microstructure in ring type specimen after compressive torsion forming, 150MPa.

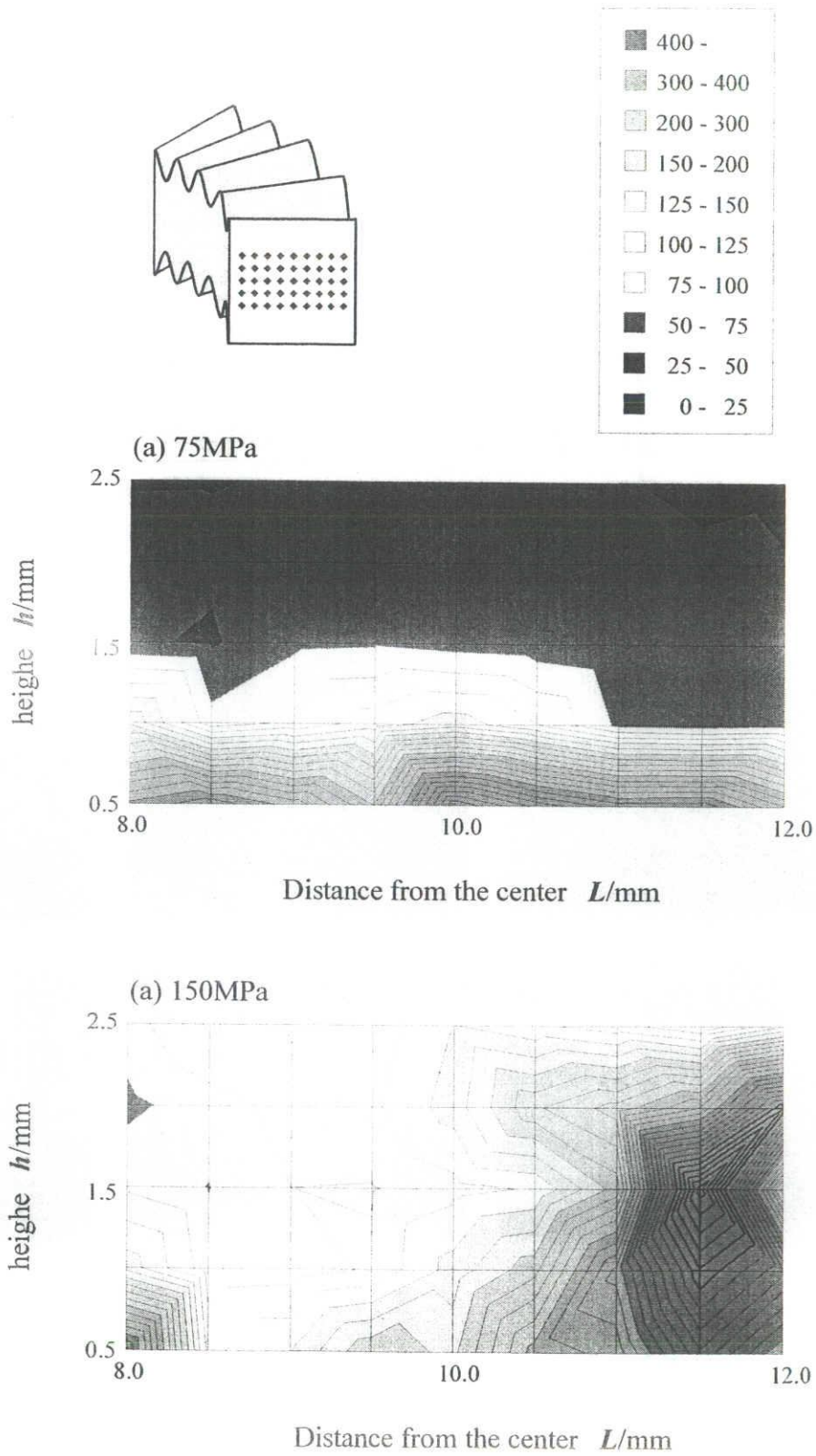


Fig.3-20 Effects of forming pressure on distribution of hardness in ring type specimens, (a)75MPa, (b)150MPa.

3.2 金属間化合物と金属との合成同時接合

前節まででチタンとアルミニウムの混合粉末を圧縮ねじり成形することにより金属間化合物相である Al_3Ti が生成し、成形パラメータによってその生成領域が変化することを確認した。また本成形法は、アルミニウムや銅の溶製材を用いることで溶製材料上へ複合材料素粉末（混合粉末）を直接固化成形し、二層複合材料を良好に作製できることがすでに確認されている[3]。そこで粉末材料にチタンとアルミニウムの混合粉末を用いることにより、金属溶製材で金属間化合物相を生成させると同時に接合する成形を試み、組織観察および硬さ試験を行うことによってその可能性を検討した。

3.2.1 実験方法

Fig.3-21 に示すように、固定側（上ダイス側）にベース材として純アルミニウムあるいは純銅の溶製材を用い、駆動側（下ダイス側）には前述（Table3-1）と同じ Ti-Al 混合粉末を用いた。そして混合粉末層の成形後の厚さが 3mm、金属材料の厚さが 5mm、合計 8mm（表面の凹凸を除いた実質寸法）になるように配置して成形を行った。ベース材には混合粉末と比較して変形抵抗の高い純銅および変形抵抗の低い純アルミニウムを選んだ。各材料単体に本成形装置でねじり負荷を加えた際のねじりトルクを Fig.3-22 に示す。図の横軸は成形時間であり、Fig.2-2 に示したようなねじりトルクの極大値を結んだ曲線で示した。塑性加工の際の成形荷重は純粋変形抵抗と摩擦抵抗を含む。しかし、ほとんどの場合には工具と材料の間の摩擦に関しては不明である。ここでは便宜上、ねじりトルクを材料の変形抵抗の大小を示す指標として考える。成形条件は混合粉末の固化成形に適当な成形温度 773K、圧縮圧力 75MPa、ねじり角度 45 度、ねじり周波数 1/6Hz とし、ねじり回数を 10, 30, 60cycle（成形時間 60, 180, 360s）と変化させて成形を行った。成形後の混合粉末部分の硬さ分布を測定し、成形体の界面および組織観察から成形可否を判定した。

3.2.2 アルミニウムとの接合

ベース材に混合粉末よりも変形抵抗の低い純アルミニウム押出し材を用い、成形温度 773K、成形圧力 75MPa、ねじり周波数 1/6Hz、ねじり角度 45 度と一定にし、ねじり回数を、10, 30, 60cycle（成形時間 60, 180, 360s）と変化させ、Fig.3-21 のように駆動側に混合粉末 3mm、固定側に溶製材 5mm の合計 8mm（凹凸を除く）となるように成形を行った。それらを組織観察した結果をそれぞれ Fig.3-23, Fig.3-24, Fig.3-25 に示す。

10cycle のねじり回数で成形したものでは駆動側外周部①で粒子の微細化が見られ、金属間化合物の生成が見られるものの、駆動側中間部②や中心部③では全く微細化効果は見られずアルミニウム粒子が変形してチタン粒子の間に入り込み密に詰まっただけの組織が得られた。また、混合粉末にベース材と同じ純アルミニウムが含まれるため、接合界面付近ではチタン粒子がベース材側まで入り込み、組織観察からはよく接合されていると言える。ねじり回数が 30cycle に増加するとねじりの効果は中心に向かって拡大し半径中間部②においても微細化による金属間化合物の生成が認められる。またマクロ観察からわかるように接合界面は平滑になっておらず外周部でベース材側に大きなせん断変形がかかっていることがわかる。さらに 60cycle まで増加させるとベース側のアルミニウムはコンテナ内壁に沿って駆動側に流れ出るような組織になっている。また接合界面の外周部④でチタン粒子は微細化され金属間化合物が見られる。これはベース側のアルミニウムが界面付近で流動することによりチタン粒子とともに激しく攪拌され、金属間化合物が生成したものと思われる。

それぞれの試料について混合粉末の領域の硬さ分布をとった結果を Fig.3-26 に示す。10cycle, 30cycle とねじり回数が増加するにつれて硬さの上昇した領域は拡大している。しかし、同条件で成形した成形体高さ 3mm の試料 (Fig.3-17) と比べて明らかにその領域は狭くなっていることがわかる。また、60cycle で成形したものでは硬さが上昇した領域が半径方向内側に拡大していない。これは組織写真で示したようにベース材のアルミニウムが駆動側まで流れ出てアルミニウムで被ってしまい、混合粉末側はそのまま回転するだけとなるため、せん断変形が加わらなかったためと考えられる。

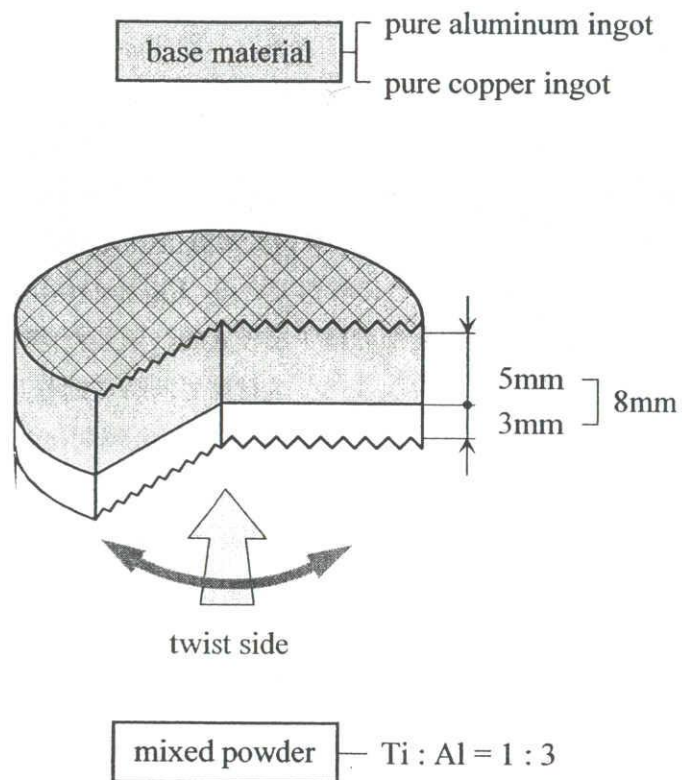
3.2.3 銅との接合

ベース材に混合粉末と比べて変形抵抗の高い純銅の溶製材を用い、同条件で成形を行った。10, 30, 60cycle で成形を行った試料を組織観察した結果をそれぞれ Fig.3-27, Fig.3-28, Fig.3-29 に示す。

駆動側については円盤状試料で作製したものと同様、10cycle では外周部①で大きな微細化効果があり、中間部②や中心部③ではほとんど粒子の微細化は見られないが、30cycle, 60cycle とねじり回数が増加するにつれ粒子の微細化効果が内側に拡大していき、60cycle で成形したものでは外周部①や中間部②でほぼ全体で金属間化合物が生成しており、また中心部でもわずかではあるが微細化していることがわかる。接合界面付近でも摩擦の影響の大きい外周部④やせん断変形量の少ない中心部⑥ではほとんど微細化は見られないものの、中間部⑤では 30cycle で微細化による金属間化合物の生成がわずかに見られ、60cycle で成形したものではさらにそれが進んでいるのがわかる。また接合界面のアルミニウム部では連続した反応相が確認できる。これらは EDX 分析の

結果からアルミニウム側に Al_2Cu 、銅側に $AlCu_2$ あるいは $AlCu$ と推定される。この層は回数が増加するにつれ成長しているが、その影響はごくわずかである。

Fig.3-30 にそれぞれの試料について硬さ試験を行い、分布をとった結果を示す。硬さ試験の結果からもねじり回数の増加にともない硬さの上昇した領域が拡大し、組織観察結果と同様、金属間化合物の生成領域が拡大していることがわかる。これは円盤状試料を単独で作製したときの結果 (Fig3-17) に匹敵しており、60cycle のねじり回数を与えたものでは試料全体にわたってかなり広い領域にまで金属間化合物の生成がおよんでいることがわかる。このようにベース材の変形抵抗の大小によって金属間化合物の生成状態が異なるが、それは次のように説明できる。Fig.3-31(a)は変形抵抗が低い材料をベース材に用いたときのせん断変形の様子を模式的に示した図である。ベース材の変形抵抗が低いときは混合粉末だけでなくベース材側も同時に回転してしまい、図に示すようにせん断ひずみが小さくなってしまう。その結果、金属間化合物相生成領域が減少しているのである。ベース材の変形抵抗が高いとき (Fig.3-31(b)) は、より変形抵抗の低い混合粉末が先に固化するため、ベース材は固定ダイスと一体となり、駆動ダイス側の回転によりせん断変形を受けることがないため、円盤状試料を単独で作製したときの結果とほぼ同じ結果を示したのである。



temperature	T/K	773
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
twist angle	θ/deg	± 45
twist cycle	$C/-$	10, 30, 60

Fig.3-21 Schematic illustration of consolidation with metal ingot and conditions.

temperature	T/K	773
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
twist angle	θ/deg	± 45

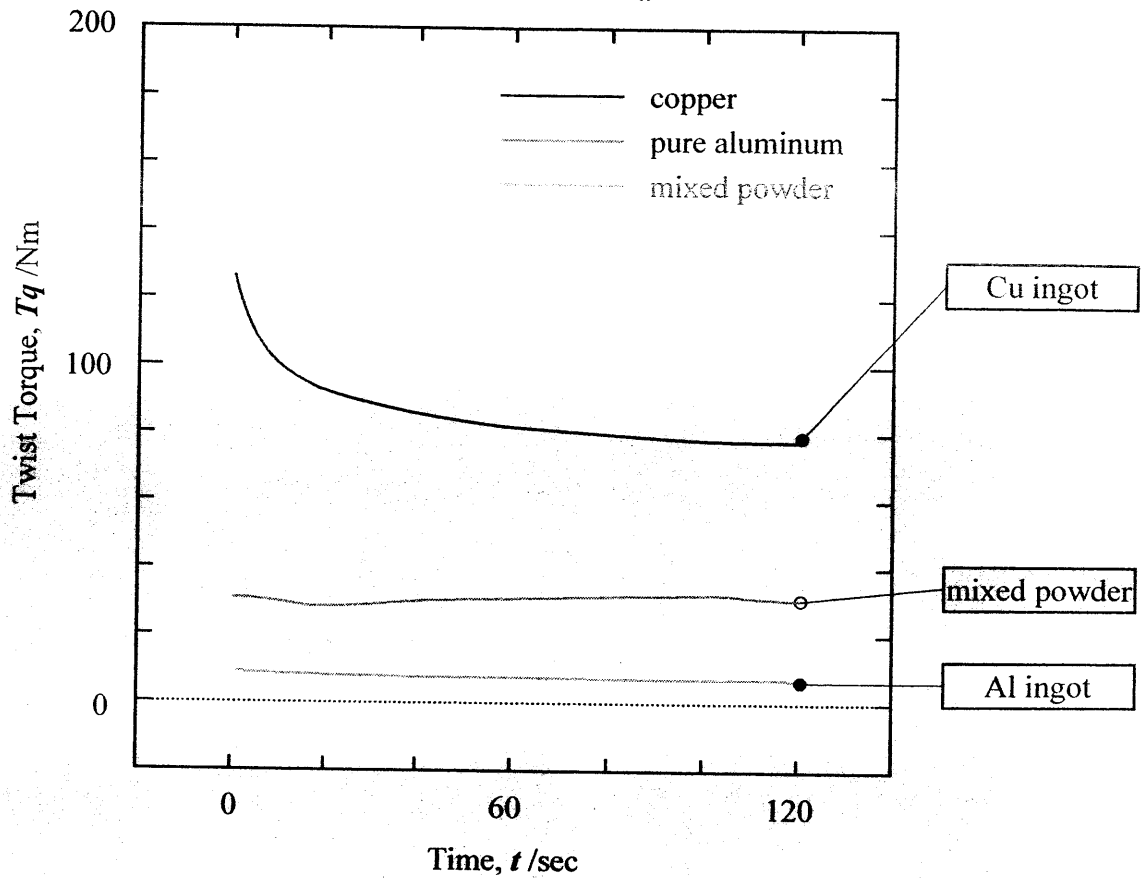


Fig.3-22 Twist torque during compressive torsion forming.

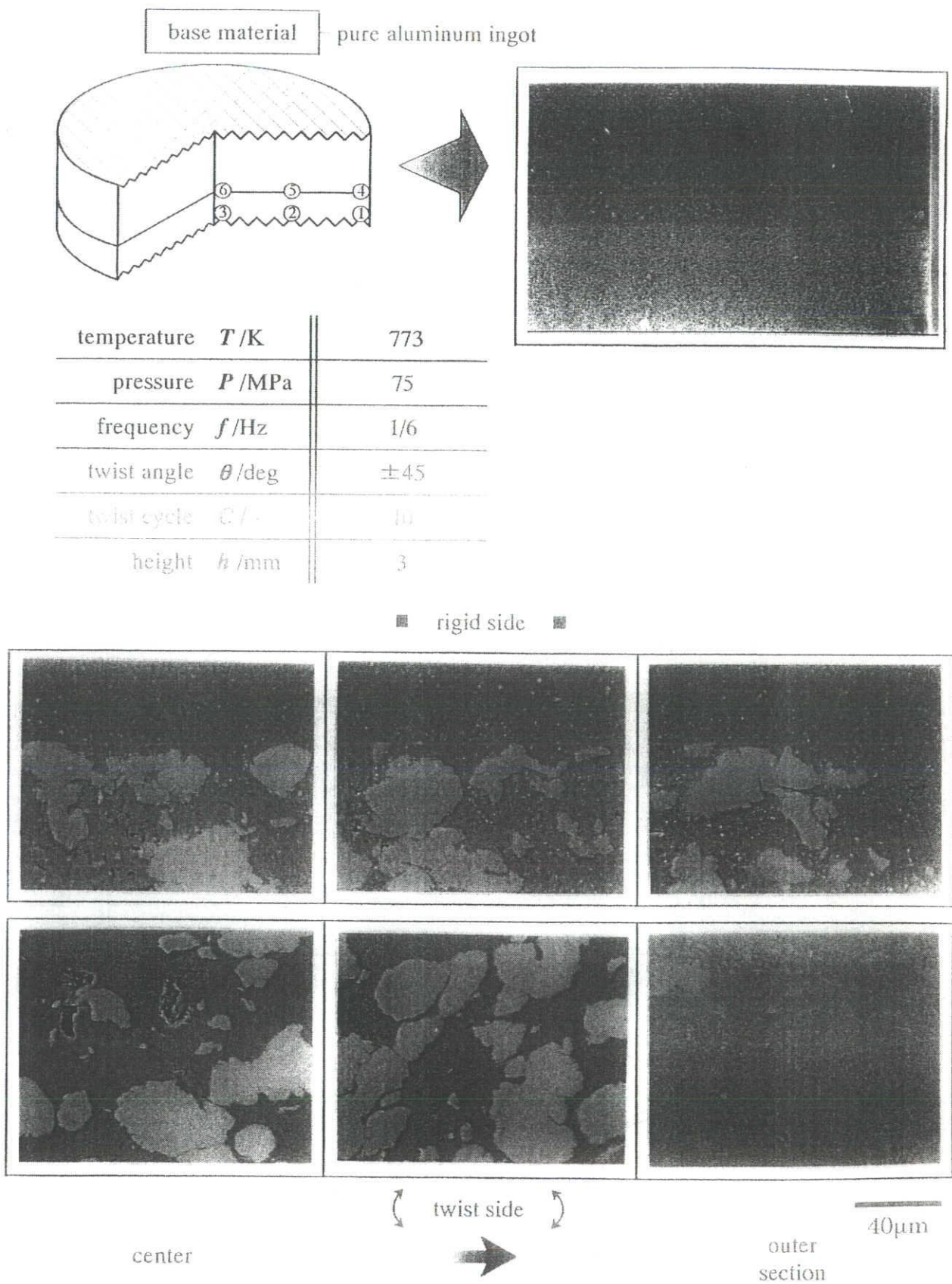
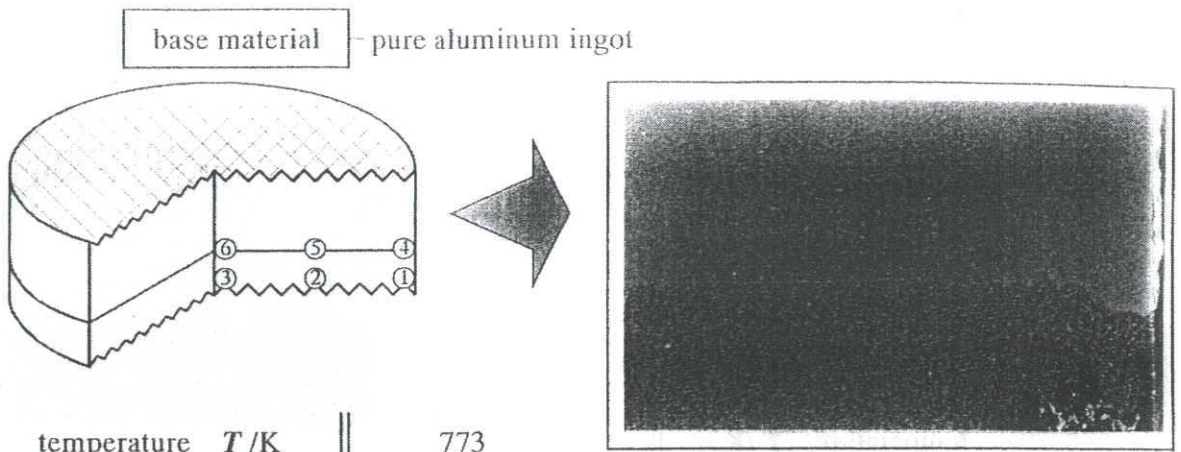


Fig. 3-23 Macro and microstructure in Ti-Al specimen consolidated with pure aluminum ingot, 10 cycle.



temperature	T / K	773
pressure	P / MPa	75
frequency	f / Hz	1/6
twist angle	θ / deg	± 45
twist cycle	$C / -$	30
height	h / mm	3

■ rigid side ■

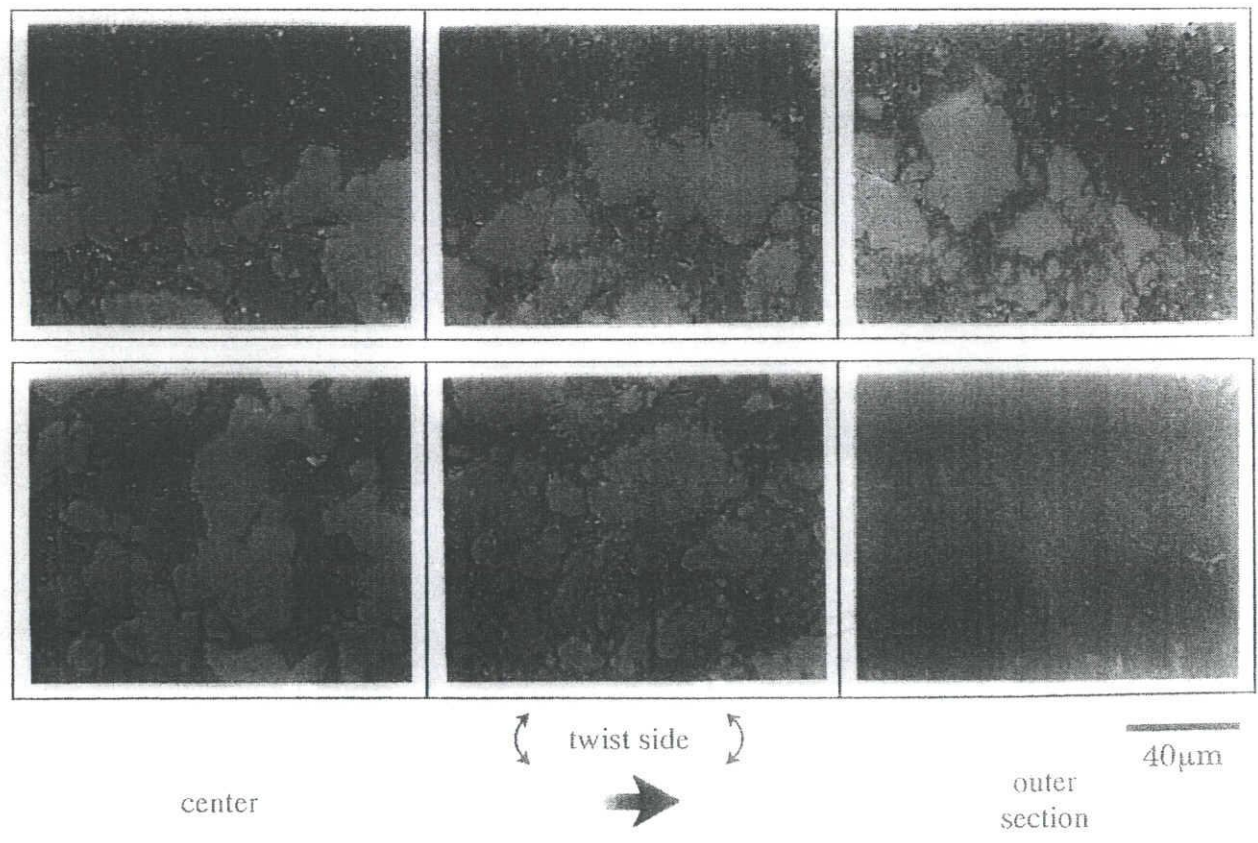


Fig. 3-24 Macro and microstructure in Ti-Al specimen consolidated with pure aluminum ingot, 30 cycle.

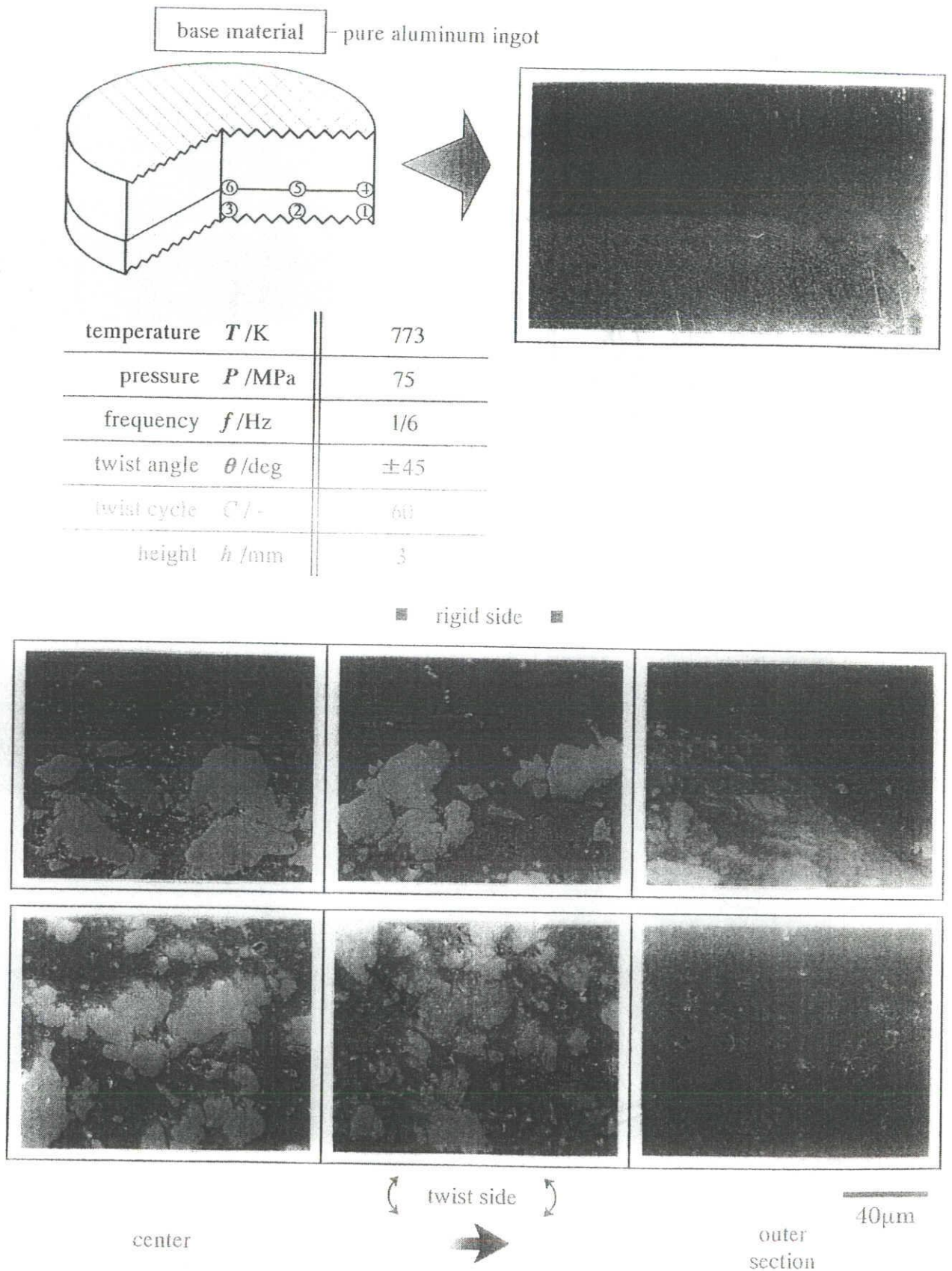


Fig. 3-25 Macro and microstructure in Ti-Al specimen consolidated with pure aluminum ingot, 60 cycle.

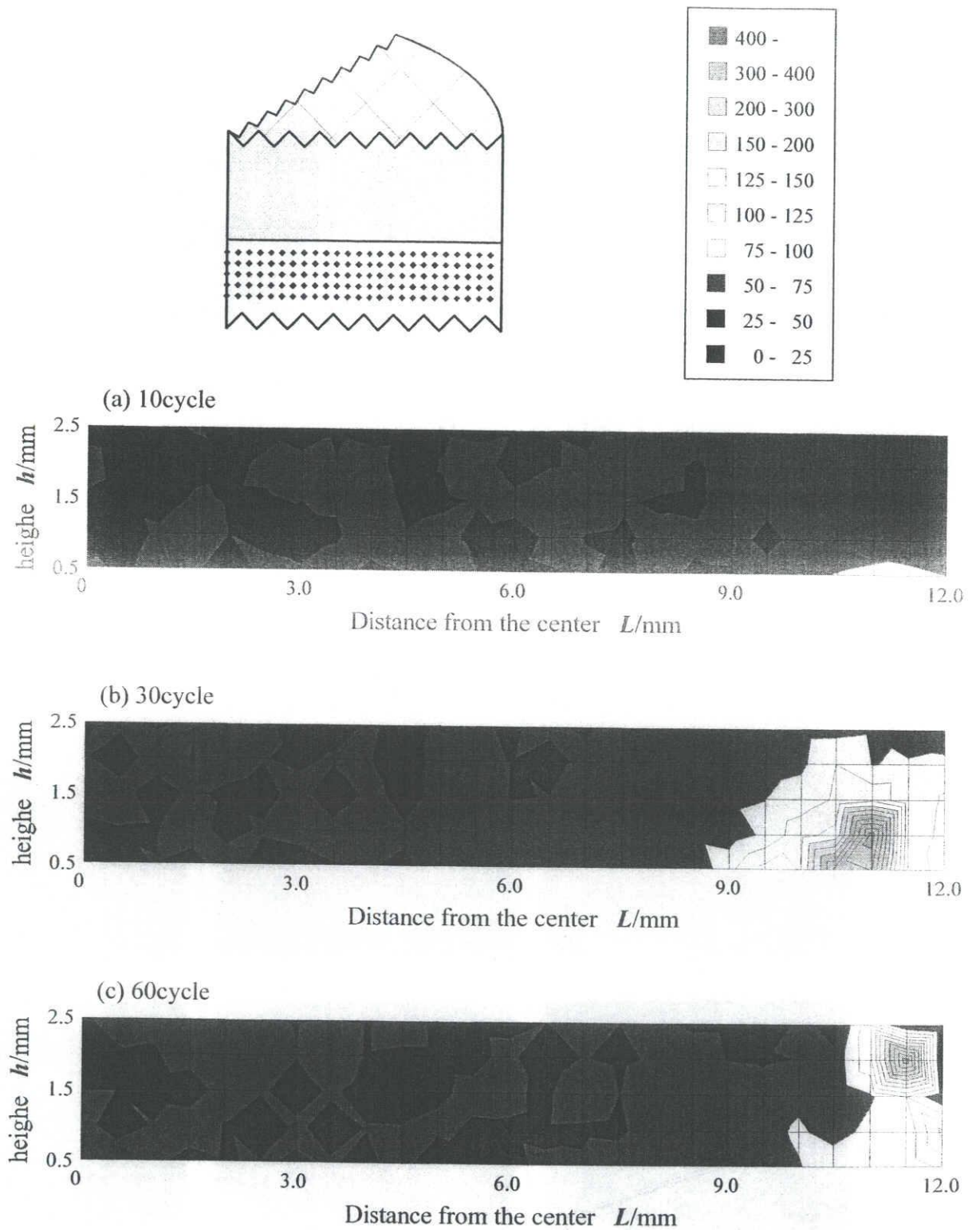
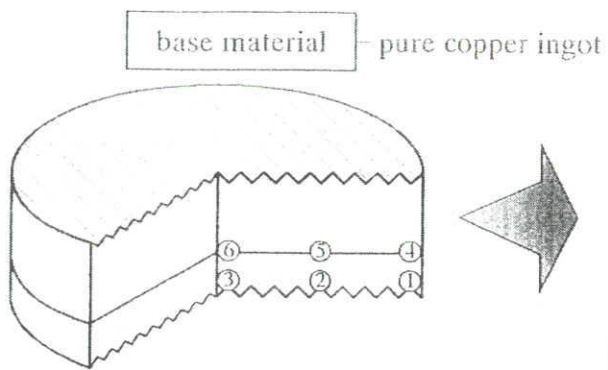
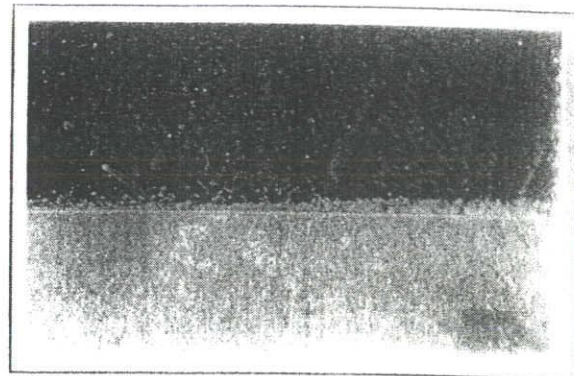


Fig.3-26 Effects of torsion cycle on distribution of hardness in Ti-Al specimens consolidated with pure aluminum ingot, (a)10cycle, (b)30cycle, (c)60cycle.

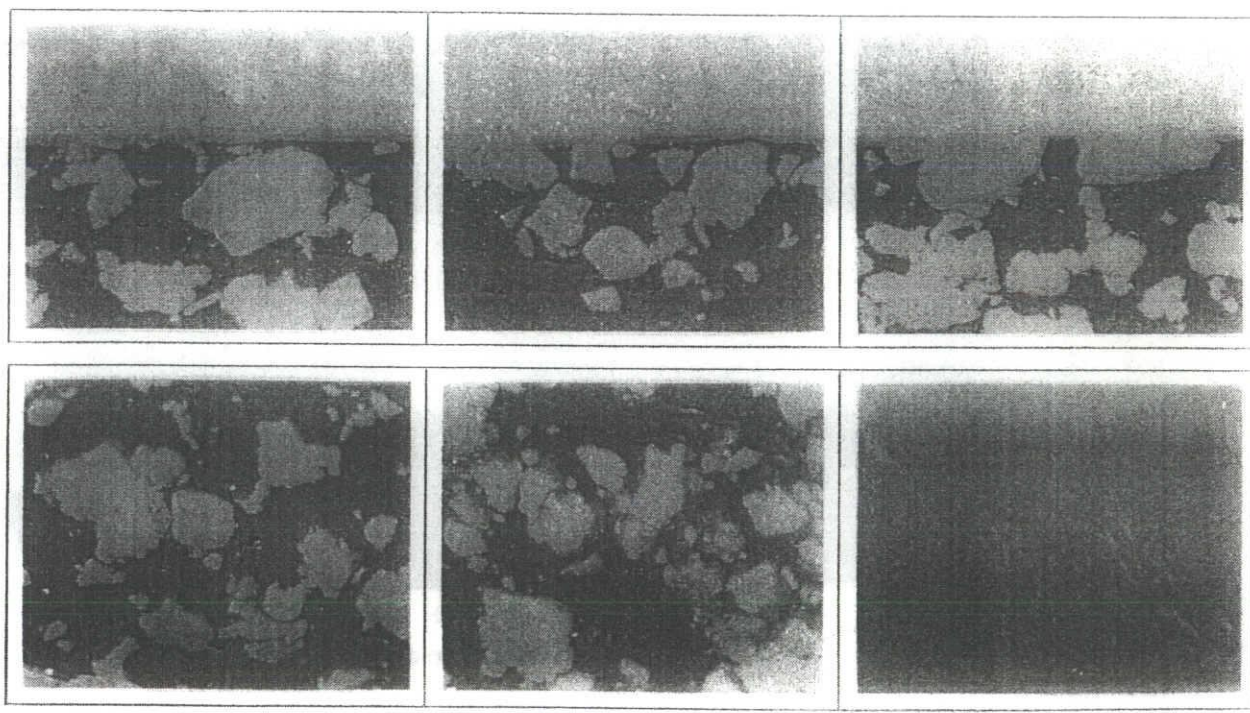


base material — pure copper ingot



temperature	T/K	773
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
twist angle	θ/deg	± 45
twist cycle	$C/-$	10
height	h/mm	3

■ rigid side ■



center twist side outer section

40 μ m

Fig. 3-27 Macro and microstructure in Ti-Al specimen consolidated with pure copper ingot, 10 cycle.

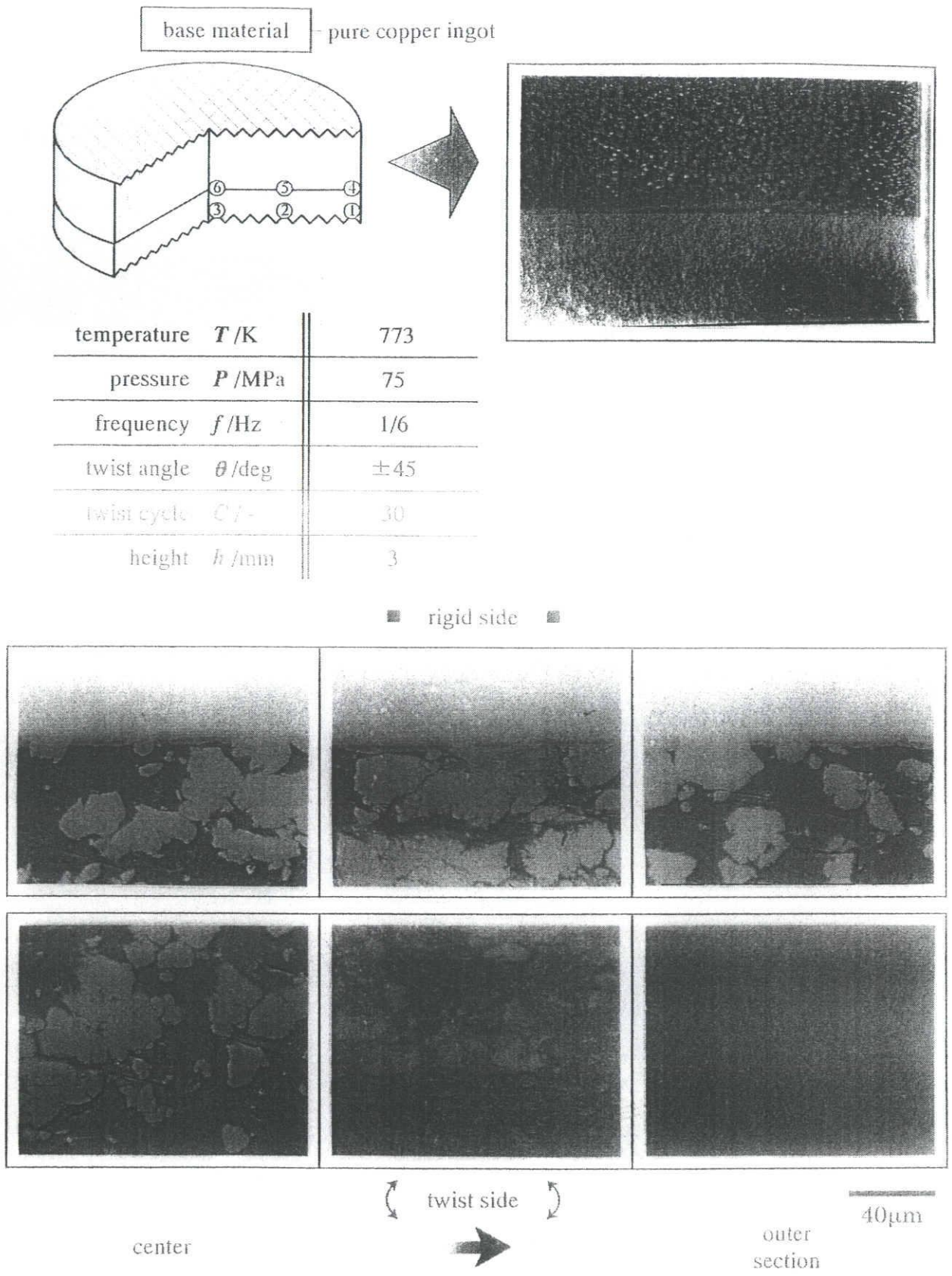


Fig. 3-28 Macro and microstructure in Ti-Al specimen consolidated with pure copper ingot, 30 cycle.

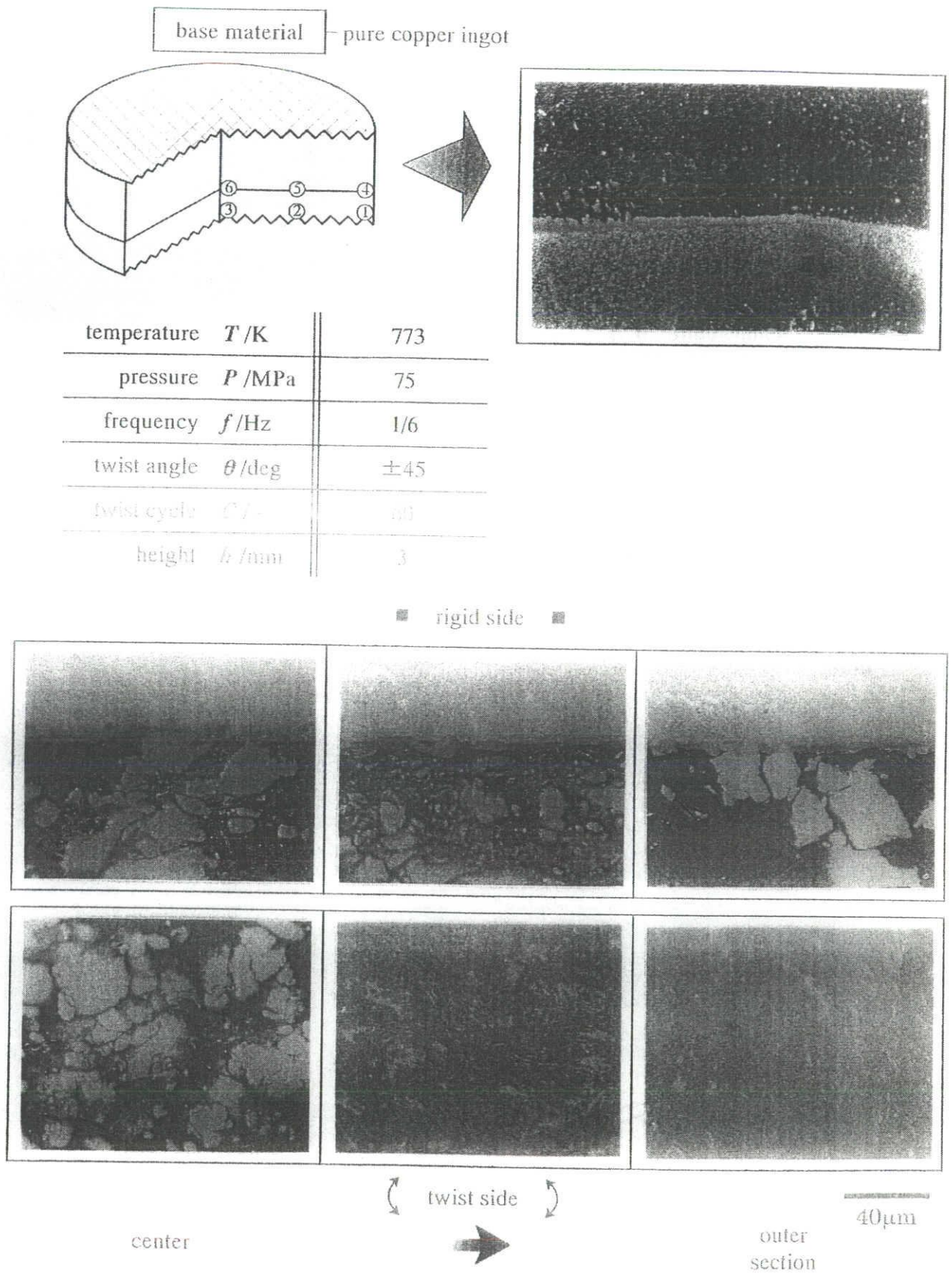


Fig. 3-29 Macro and microstructure in Ti-Al specimen consolidated with pure copper ingot, 60 cycle.

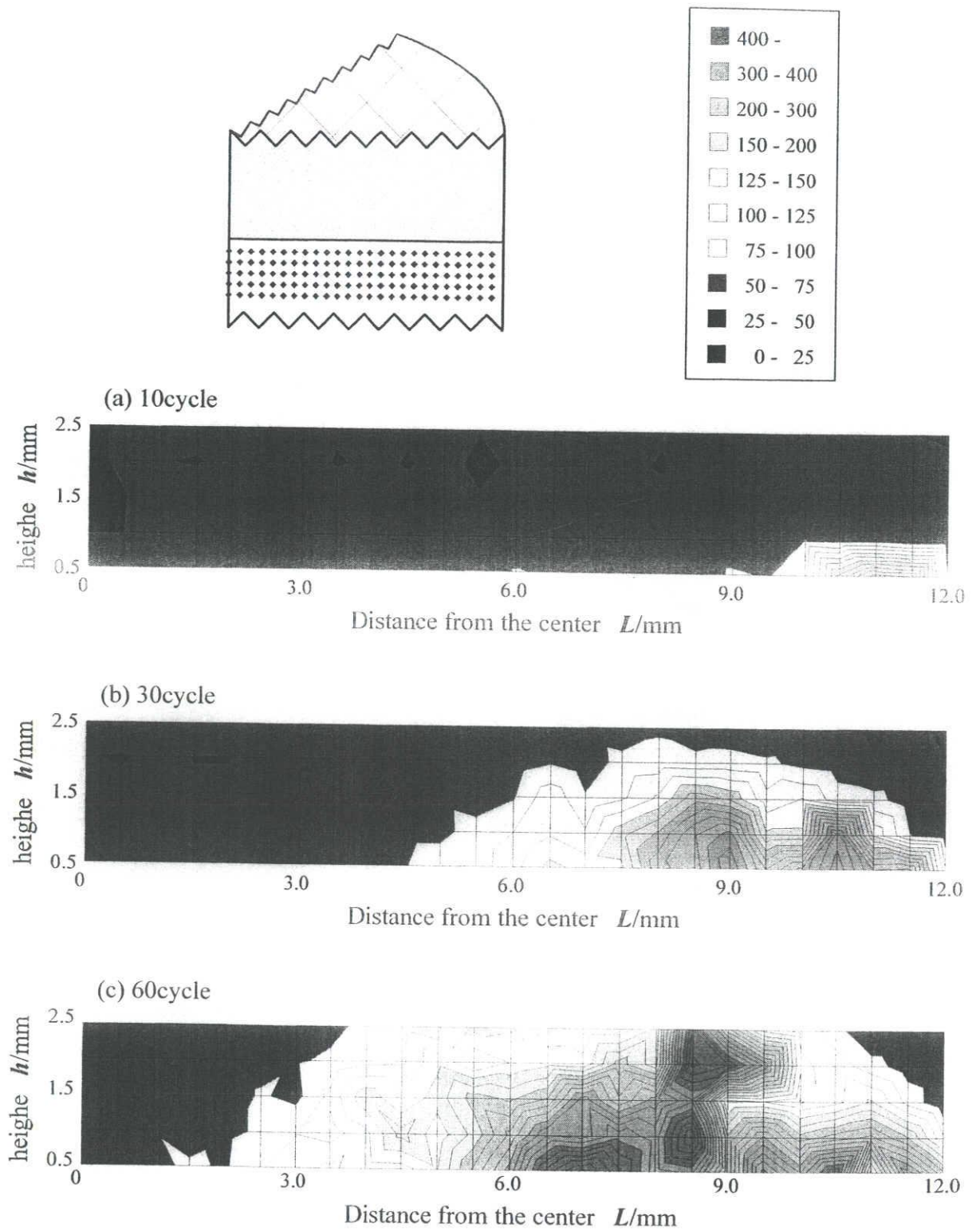
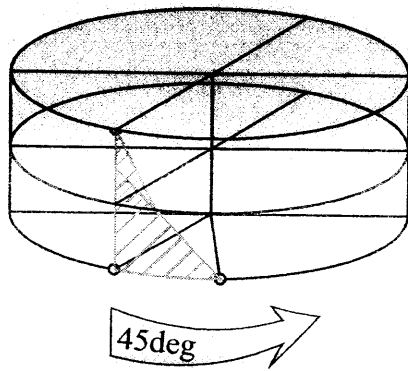
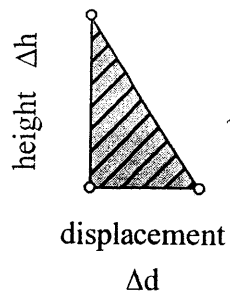
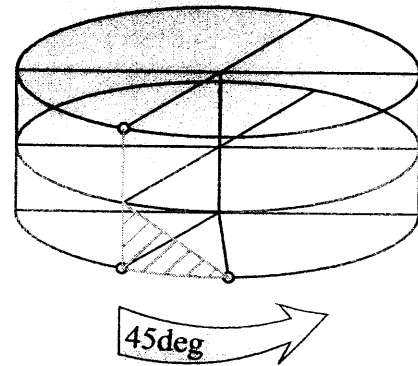


Fig.3-30 Effects of torsion cycle on distribution of hardness in Ti-Al specimens consolidated with pure copper ingot, (a)10cycle, (b)30cycle, (c)60cycle.

(a)



(b)



$$\gamma \text{ (shear strain)} = \frac{\Delta d}{\Delta h}$$

Fig.3-31 Schematic illustration of consolidation mechanism with metal ingot.

3.3 まとめ

- (1) 圧縮負荷とねじり負荷を同時に加える本成形法は、組織の微細化にかなり効果があり、せん断変形の大きい駆動側外周部では金属間化合物相である Al_3Ti が生成していることがわかった。しかしその効果は、コンテナ内壁からの摩擦の影響により試料上部に拡大しなかった。
- (2) 成形温度 773K で成形することで駆動側外周部に一様な金属間化合物の生成が確認できる。573K でも金属間化合物の生成は確認できるが低温での延性が低い Al_3Ti の生成により割れが入ってしまい、ねじりの効果の伝達が少ない。
- (3) 成形圧力は 100MPa まででは、圧力の上昇にともない、化合物生成領域は減少した。低圧力では圧縮力からのコンテナ内壁からの摩擦力の影響が大きくなるからである。しかし、さらに高圧力の条件では、圧縮力の影響が大きくなるため外周部では固定側付近まで金属間化合物相の領域が拡大した。
- (4) 成形体高さ、ねじり回数についてはせん断ひずみ量が大きく影響しており、成形体高さは低いほうが、ねじり回数については多いほうが金属間化合物相の生成領域が拡大している。
- (5) 金属間化合物を生成させるのと同時に、純アルミニウムあるいは純銅のバルク材に接合させることが可能であった。
- (6) 異種材料との接合では、変形抵抗の低い領域が優先的に変形するため、ベース材として変形抵抗の低い材料を用いたときは金属間化合物の生成領域は拡大しなかったが、混合粉末より変形抵抗が高い材料をベース材に用いることで混合粉末部分を効果的に攪拌することができ、回数の増加にともない金属間化合物の生成領域も大きく拡大した。

第4章 純アルミニウムの結晶粒微細化

4.1 実験方法

4.1.1 供試材料及び加工条件

供試材料として純アルミニウム 1050 の押し出し材を用いており、加工条件における各因子がどのように結晶粒微細化に影響を及ぼすかを調査している。押し出し棒から高さが 10mm または 3mm となるように試料を切り出し、結晶粒の大きさを整えるために熱処理を行っており、熱処理条件は 618K(345℃)で 5 分間保持した後に放冷している。

本実験での加工条件は、圧縮荷重 75MPa、ねじり回数 50cycle、加工温度 573K、周波数 1/6Hz、試料高さ 10mm を基準条件としている。この基準条件に対し加工圧力 (50MPa, 75MPa, 100MPa)、ねじり回数 (10cycle, 50cycle, 100cycle)、加工温度 (473K, 573K, 673K, 773K)、周波数 (1/30Hz, 1/6Hz, 1/2Hz, 1Hz)、試料高さ (3mm, 10mm) の各因子を単独に変化して、圧縮ねじり加工を行なった。なお、ねじり角度 ($\pm 45^\circ$) は一定としている。加工後の試料はコンテナから取り出し空冷としている。加工前 (熱処理後) の組織観察結果を Fig.4-1 に示す。結晶粒径は約 100 μm であり、試料は押し出しを写真の上下方向に行なっているため、図のように縦に伸びた結晶粒が観察された。

4.1.2 加工後の評価

加工後の円柱状試験片を、半径を含む縦断面で扇状に切断した後、エポキシ樹脂に埋め込んだ。その後、エメリー紙 (220, 500, 1000, 1200) を用いて湿式研磨をした後、エメリー紙 (1200) に中性洗剤を垂らし研磨を行なった。その後ダイヤモンドペーストでのバフ研磨 (3mm, 1 mm) の順に湿式研磨を行ない、仕上げ研磨として Kulzer:社製の 10% Final liquid で手研磨を行なった。また、各研磨を終え、次の研磨に移る際には、中性洗剤を含んだ脱脂綿で試料を洗浄した。研磨後の試料について、結晶粒を観察するために 10% のフッ化水素酸にてエッチングを行なった。エッチング条件は、純アルミニウム (1050) は約 2 分間、Al-Mg 合金は約 1 分間となっている。試料は、光学顕微鏡にて偏光をかけて観察した。

硬さはピッカース微小硬度計を用い、圧子荷重 500g、15 秒間負荷の条件で測定した。圧縮ねじり加工法では、前述したようにひずみ量が試料部位により異なるので成形体内部での結晶粒微細化に影響が出ることが考えられる。そこで半径を含む縦断面にて

1mm 間隔で基盤目状に硬さ分布を測定した。

4.2 実験結果及び考察

4.2.1 基準条件で加工した試料

基準の条件(573K,50cycle,75MPa,1/6Hz,10mm)で圧縮ねじり加工を試みた試料の組織観察結果を Fig.4-2 に示す。組織観察位置は、図中の模式図に示す 9ヶ所で観察し、便宜上①～⑨の数字を割り当てている。これらの写真に示すように、駆動側外周部⑨では顕著な結晶粒微細化効果が見られ 10mm 以下の結晶粒が観察されたのに対し、固定側中心部①では約 100mm の結晶粒であり、結晶粒微細化効果が見られなかった。また、加工後においても縦に伸びた結晶粒が観察された。これは、試料上部までねじり負荷が伝達していないためと考えられる。すなわち、固定コンテナでは片押し片ねじり加工により駆動側のみに顕著にひずみが蓄積し固定側ではコンテナとの摩擦のために、試料上部まで十分なひずみが伝達されない。そのため固定側外周部③の結晶粒径は約 20mm である。また、理論的にはひずみ量が 0 と考えられる駆動側試料中心部付近⑦でも結晶粒が微細化しており、結晶粒形は約 20mm である。結晶粒径 20mm～50mm 程度の若干微細化した領域は、結晶粒内の滑りによって双晶が生じたことによって説明できると考えられる。双晶を繰り返すことによりある程度(20mm)まで微細化し、更にひずみが導入された場合に動的再結晶が起こり 10mm 以下の結晶粒が生成されることが考えられる [6]。

4.2.2 成形条件の影響

(1) ねじり回数の影響

ねじり回数を変える事で、試料に与えるひずみ量を変化させて組織にどのような影響がどうかを調べた。ねじり回数は、10cycle,50cycle,100cycle としている。これらの組織観察結果について Fig.4-3, Fig.4-2, Fig.4-4 に示す。ねじり回数 10cycle の試料では、駆動側外周部⑨において若干の結晶粒微細化効果が観察され約 20mm の結晶粒が観察されるが、試料の多くの部分で加工前の組織と同程度の結晶粒径であり、十分なひずみ量が負荷されていないものと考えられる。これと比較してねじり回数 50cycle,100cycle と試料に与えるひずみ量を増やすことにより、駆動側外周部における結晶粒径が 10mm 以下へと微細化していく。また微細化している領域も駆動側外周部⑨から固定側外周部

③, 駆動側中心部⑦へと拡大していくことが分かる. これは, ねじり回数の増加により (試料に負荷されるひずみ量の増加により), 駆動側外周部だけでなく駆動側中心部また固定側外周部方向へとひずみが導入されたためと考えられる.

顕著に結晶粒が微細化していたねじり回数 50cycle, 100cycle で加工した試料の駆動側外周部⑨の高倍率での組織観察結果を Fig.4-5 に示す. これらの写真によると駆動側外周部の結晶粒径は, ねじり回数を増加させても約 5mm である. ねじり回数を増加させても粒径に変化が無かった理由は次のように考えることができる. 駆動側外周部ではねじり回数 50cycle で十分な結晶粒微細化効果が得られている. そのため, 更にねじり回数を増加させても駆動側外周部へはひずみが更に蓄積される訳ではなく, 随時動的再結晶が起こっている.

(2) 加工温度の影響

加工温度を 473K, 573K, 773K として圧縮ねじり加工を行なった結果について報告する. Fig.4-6 は 473K, Fig.4-2 は 573K, Fig.4-7 は 773K で圧縮ねじり加工を行なった結果である. なお, 773K は純アルミニウムの静的再結晶温度(約 600K)より高い温度である. また顕著に結晶粒微細化効果が観察された 473K, 573K の駆動側外周部⑨の高倍率での組織観察結果を Fig.4-8 に示す.

まず始めに, 静的再結晶温度以下の 473K, 573K で加工した試料について考察する. より低温の 473K で加工した試料において, 微細化した領域が駆動側中心部⑦へと広がっているのが観察された. 10mm 以下の結晶粒が観察される領域も駆動側中央部付近⑧まで広がっており駆動側中心部付近⑦の結晶粒も約 20mm であった. 更に, 高倍率での組織観察結果からも低温ほど微細化の効果が顕著であることが分かった. 駆動側外周部⑨における結晶粒径は 573K で約 5mm であったが, 473K では 1,2 mm となっている. これは, 低温になるほど試料に蓄積される転位密度が高くなることによる. 高転位密度の試料では, 核生成位置が非常に多くなっている. そのため動的再結晶が起こる際に微細結晶粒が生成されると考えられる. しかし, 固定側においては 573K と 473K の間に有意な微細化効果の差が認められなかった. これは, ひずみが伝達されづらい固定側においては加工温度による影響が薄いことを示している.

次に, 静的再結晶温度以上の 773K で加工した試料について考察する. 駆動側⑦, ⑧, ⑨においてほぼ一樣な大きさの結晶粒径(20mm)が観察された. この理由は, 変形抵抗が低くなったためにひずみが駆動側中心部まで伝達されたと考えることができる. 一般に, 加工温度が高くなるほど転位が動きやすくなる, 加工硬化の度合いが低くなるなどの理由で変形抵抗が低くなる. 変形抵抗が低くなったため, 駆動側中心部⑦までひずみが伝達したと考えることができる. また, 一見して分かるように加工温度が高くなると結晶粒微細化効果が薄れている. さらに, 固定側においては粗大化する傾向が見られた. この理由としては 773K という高温のため, 十分なひずみが加わっていない試料上部で

は二次再結晶が起き、結晶粒が粗大化したと考えることができる。結晶粒界エネルギーによる二次再結晶の駆動力は、ひずみエネルギーを駆動力とする一次再結晶の駆動力と比べ桁違いに低い。そのため、二次再結晶の温度は一次再結晶より高温領域にあり、高温での加工では結晶粒が粗大化する。

(3) 加工圧力の影響

加工圧力を50MPa,75MPa,100MPaとして圧縮ねじり加工を行なった結果を Fig.4-9, Fig.4-2, Fig.4-10 に示す。またそれぞれの条件において、駆動側外周部⑨で顕著な結晶粒微細化効果が観察されたので、高倍率での組織観察結果を Fig.4-11 に示す。駆動側外周部を中心として結晶粒微細化効果が見られ、固定側外周部③・駆動側中心部⑦へと微細化効果が拡がっていく点が酷似しており結晶粒径も特に差はない。駆動側外周部⑨の高倍率で撮影した組織でも、どの条件においても約5 μ mの粒径を持つ結晶粒が観察され、加工圧力は結晶粒微細化効果には特に影響が無いものと考えられる。ただし、10MPaの圧力で圧縮ねじり加工を試みた際には下部ポンチと試料の間で滑りが生じ、ねじり負荷が効果的に伝達されなかった。このことから圧縮ねじり加工法においては、下部ポンチと試料間に滑りが生じない程度の圧力が必要であり、またねじり負荷を伝達することができる最低限の圧力があれば圧力の大きさに影響は無いものと考えられる。

(4) 試料高さの影響

試料高さ3mm,10mmで加工を行なった結果を Fig.4-12, Fig.3-2 に示す。また、それぞれの試料において顕著に微細化していた駆動側外周部を高倍率で組織観察した結果を Fig.4-13 に示す。これらの組織観察から比較すると試料高さを低くすることで試料中心部付近までひずみが伝達されやすくなり、ねじり回数50cycleで駆動側中心部⑥でも結晶粒径約20 μ mまで微細化できることが分かった。また、固定側においても中心部を除いて20~50 μ mまで結晶粒は微細化している。このことは、試料高さが小さいと試料内に負荷されるひずみ量が増加することにより説明できる。幾何学的に予測すると、試料高さ10mmではねじり回数1cycleごとにひずみ量約4、試料高さ3mmではねじり1cycleごとにひずみ量約13となる。このため、ねじり回数50cycle後では固定側や試料中心部に負荷されるひずみ量に大きな差が出ることとなり、加工後の組織は大きな影響を受ける。しかし、駆動側外周部の高倍率での組織観察結果で比較すると試料高さを低くしてもそれほど結晶粒径に差は生じない。これは、この加工温度(573K)では駆動側外周部においてこれ以上ひずみを蓄積することができないためと考えられる。この条件下では、ひずみが導入されると同時に動的再結晶が起これり、ひずみが蓄積しないために結晶粒微細化には限界がある。

(5) 周波数の影響

周波数を 1/30Hz, 1/6Hz, 1/2Hz, 1Hz と変化させた結果について Fig.4-14, Fig.4-2, Fig.4-15, Fig.4-16 に示す。また, Fig.4-17 は 1/30Hz, 1/6Hz, 1Hz での駆動側外周部の高倍率での組織観察結果である。それぞれの条件において, 結晶粒微細化効果は駆動側外周部に集中しており 10mm 以下の結晶粒が観察されているが, 固定側では結晶粒の微細化が認められなかった。

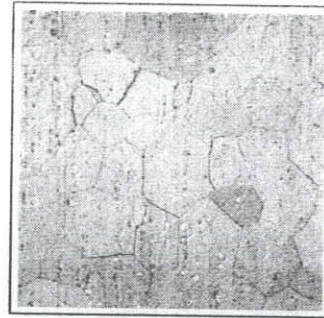
周波数 1/30Hz で加工した試料では, 他の条件で若干の微細化効果があった固定側外周部③が微細化できていない。これは加工時間が長く(約 40 分)なったため試料が熱影響を受け, ひずみがわずかにしか伝達されていない領域では, ひずみは熱により解放され微細化効果は望めない。逆に高周波数 1Hz で加工すると, 駆動側外周部の結晶粒径は他の条件と比較して若干大きくなっており約 10mm となる。

4.2.3 上下反転負荷した試料

前節までに示した結果では, 片押し・片ねじり加工法に起因して駆動側外周部は顕著な結晶粒微細化効果が観察され 10mm 以下となっていたが, 固定側においてはひずみが上部まで十分に伝達せずに微細化の効果が特に見られなかった。更に微細化効果を試料全体に拡げるために, 一度圧縮ねじり加工した試料について上下を反転させて再度ねじることによって微細化領域を拡げることを検討した。その組織を Fig.4-18 に示す。この試料では, 1 度目の圧縮ねじり負荷により試料上部が微細化されただけでなく, 2 度目の圧縮ねじり負荷により試料下部も微細化された。またその結晶粒径は Fig.4-19 に示すように 10mm 以下となっている。試料上部の組織(1 回目の圧縮ねじり負荷により顕著に微細化された領域)が 2 回目の加工中に粗大化することも考えられたが結晶粒径に有意な差はなく, 573K では静的再結晶が起こらないと考えられる。

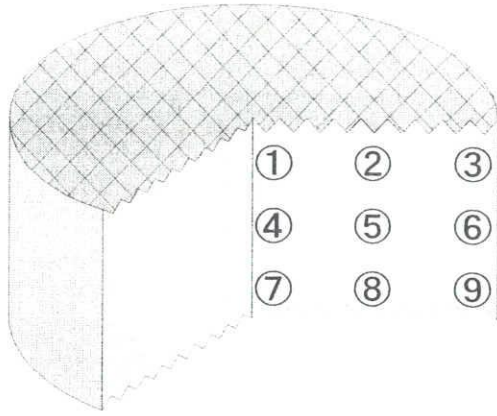


—
100 μ m

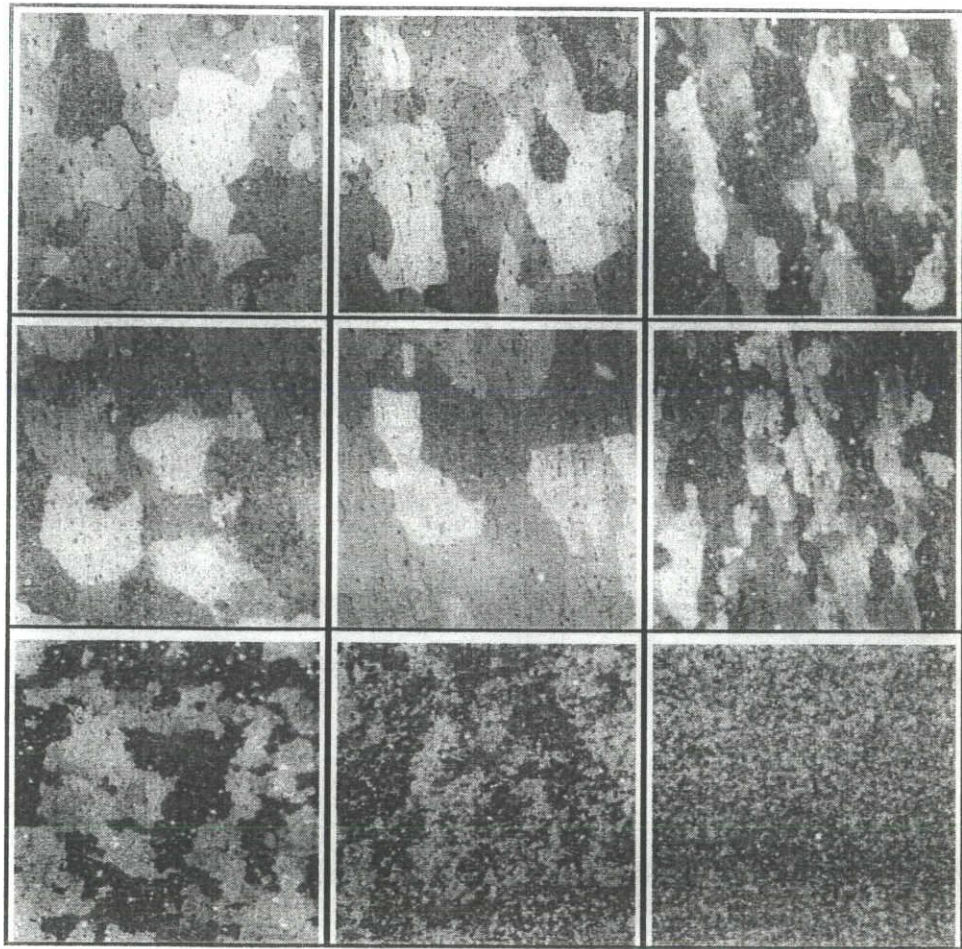


—
100 μ m

Fig.4-1 Microstructure before compressive torsion loading
(a) pure aluminum 1050 (b) Al-Mg alloy

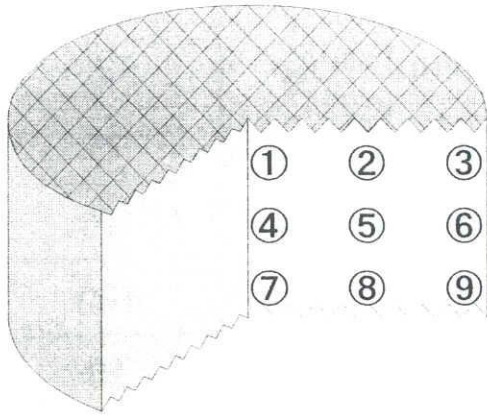


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

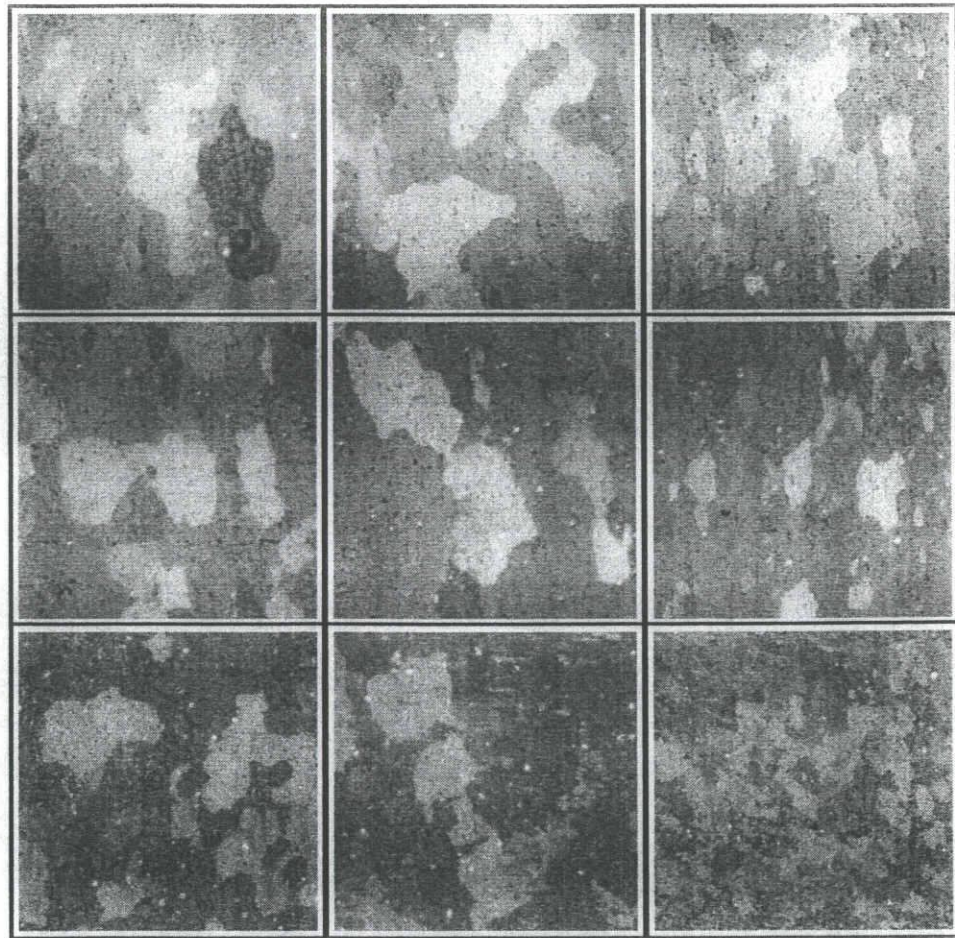


100μm

Fig. 4-2 Microstructure after compressive torsion forming , standard condition by fixed container

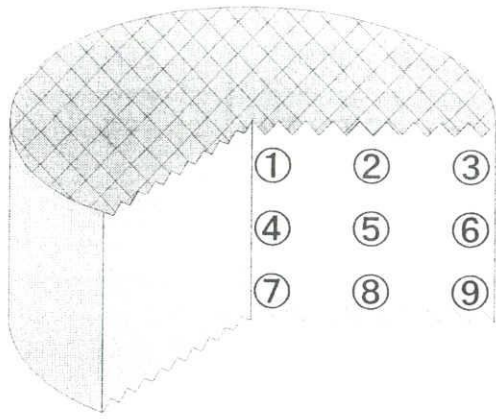


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	10
height	H/mm	10

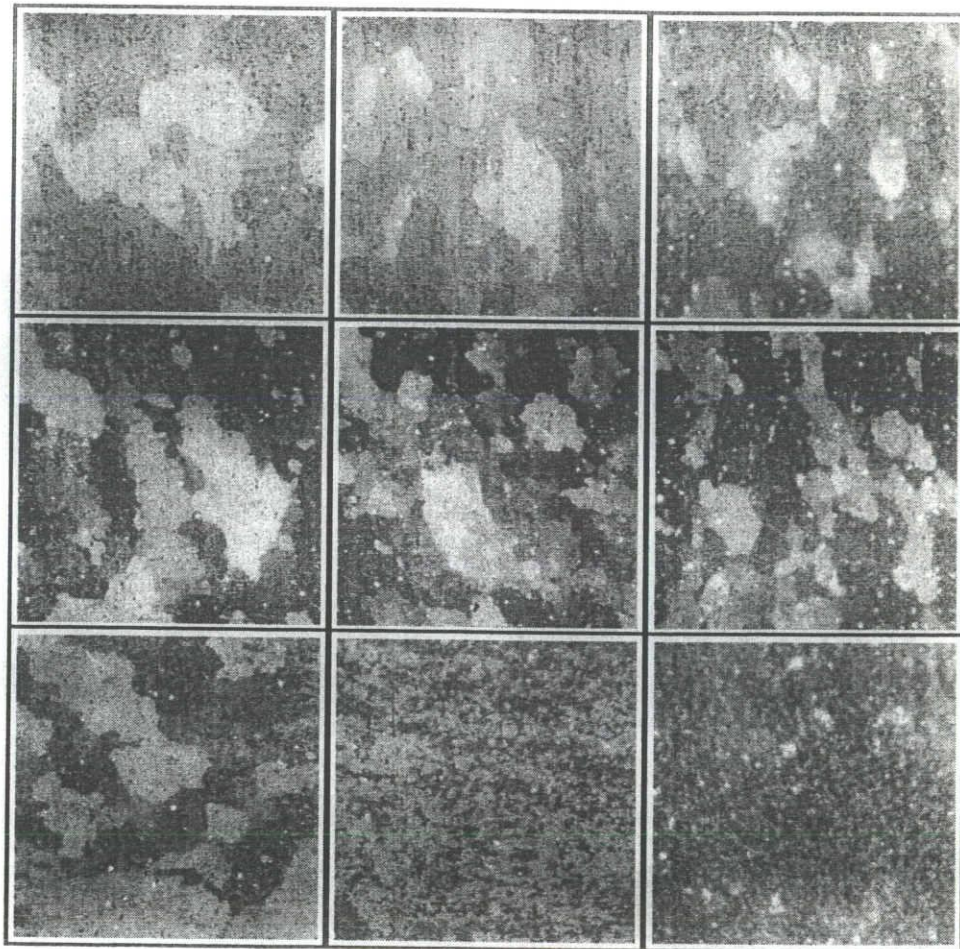


100 μ m

Fig. 4-3 Microstructure after compressive torsion forming ,
10cycle by fixed container

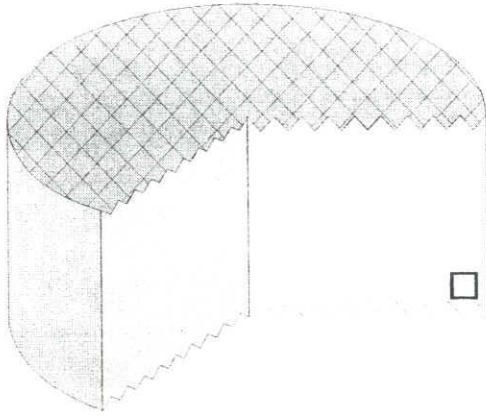


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	100
height	H/mm	10



100 μ m

Fig.4-4 Microstructure after compressive torsion forming , 100cycle by fixed container



temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50 , 100
height	H/mm	10

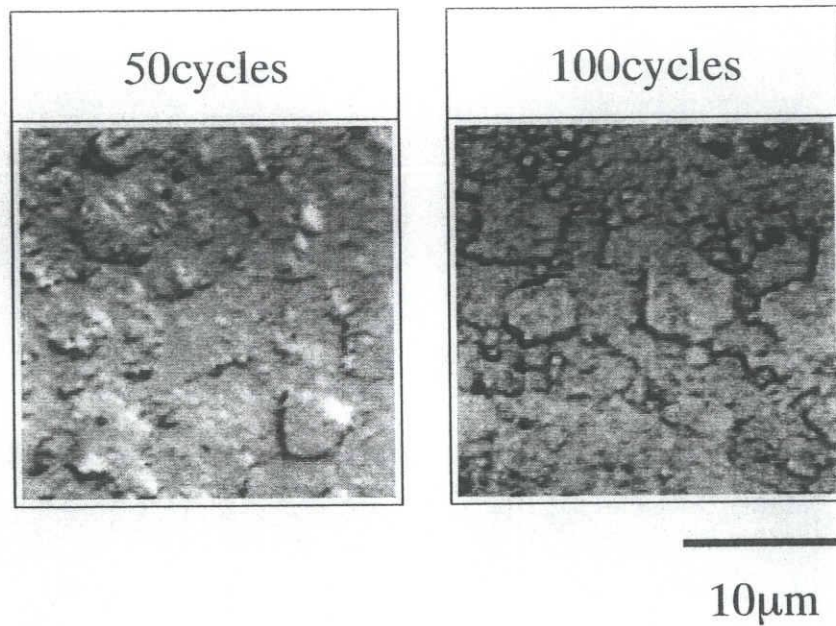
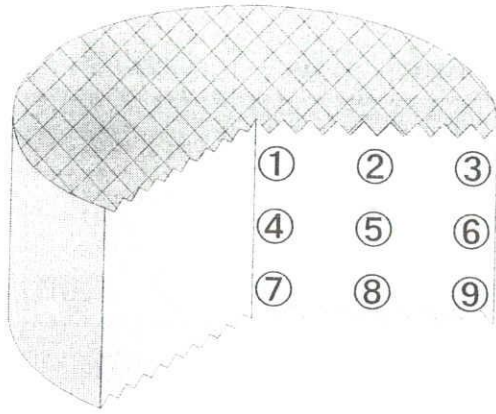
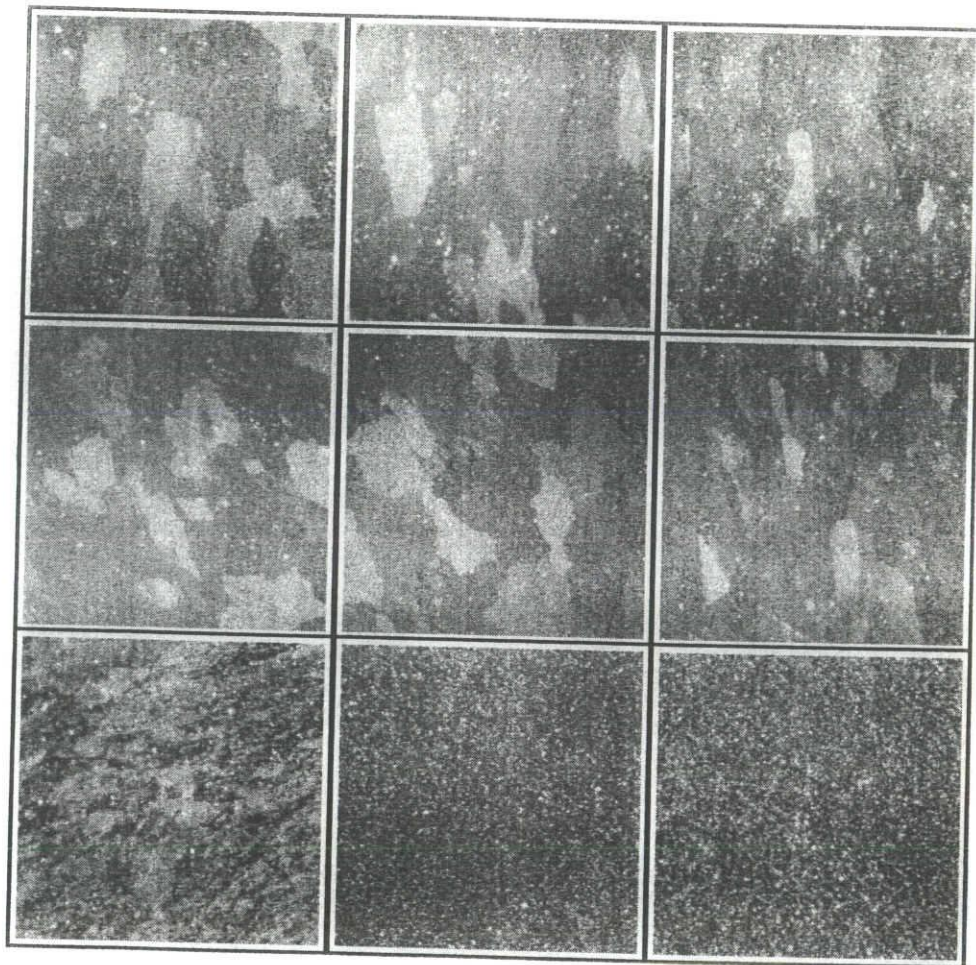


Fig. 4-5 Microstructure after compressive torsion forming ,
50 , 100cycle at twist side-outer section

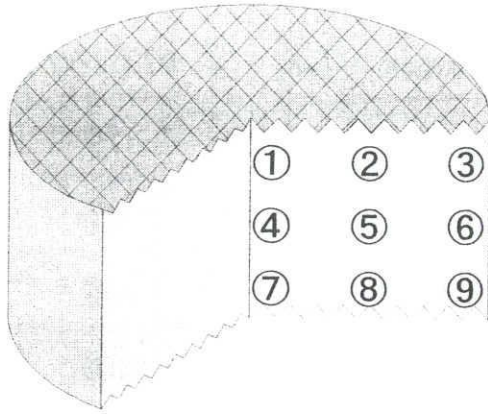


temperature	T/K	473
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

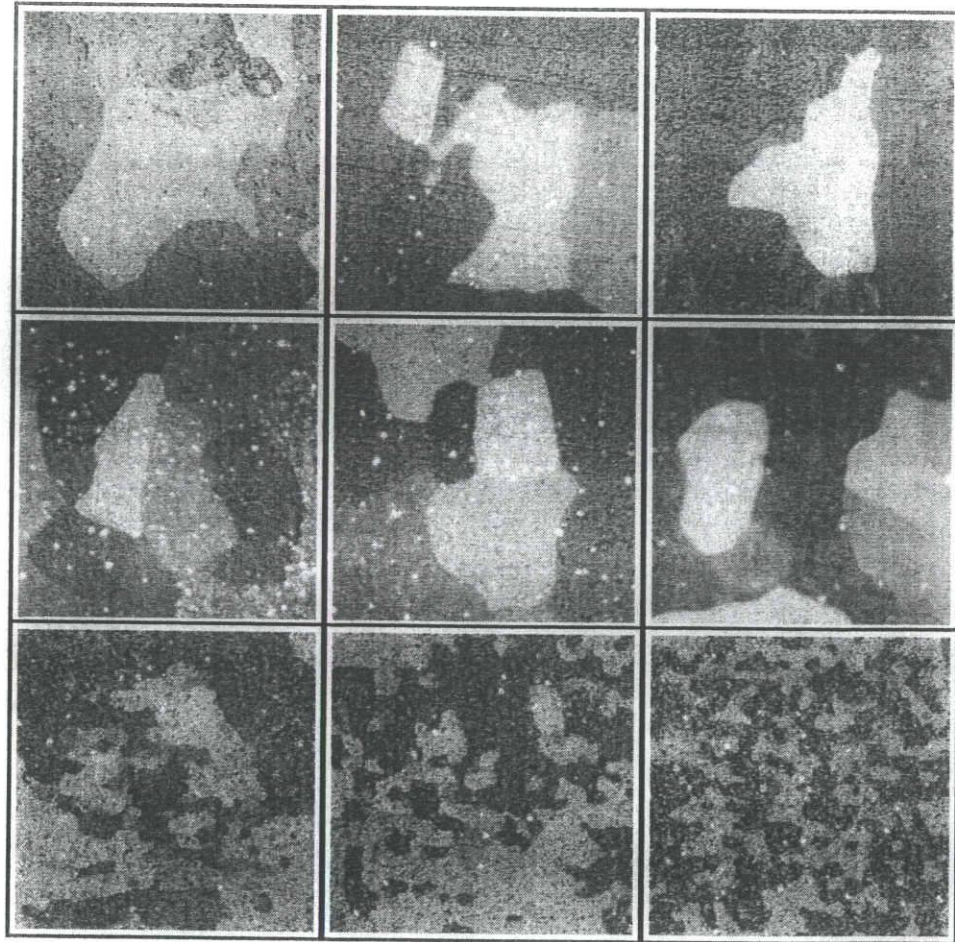


100μm

Fig. 4-6 Microstructure after compressive torsion forming ,
473K by fixed container

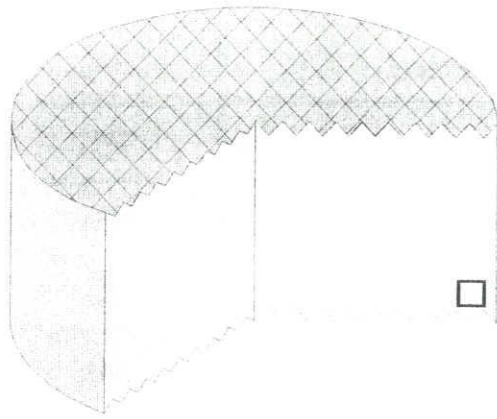


temperature	T/K	773
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10



100 μ m

Fig. 4-7 Microstructure after compressive torsion forming ,
773K by fixed container



temperature	T/K	473 , 573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

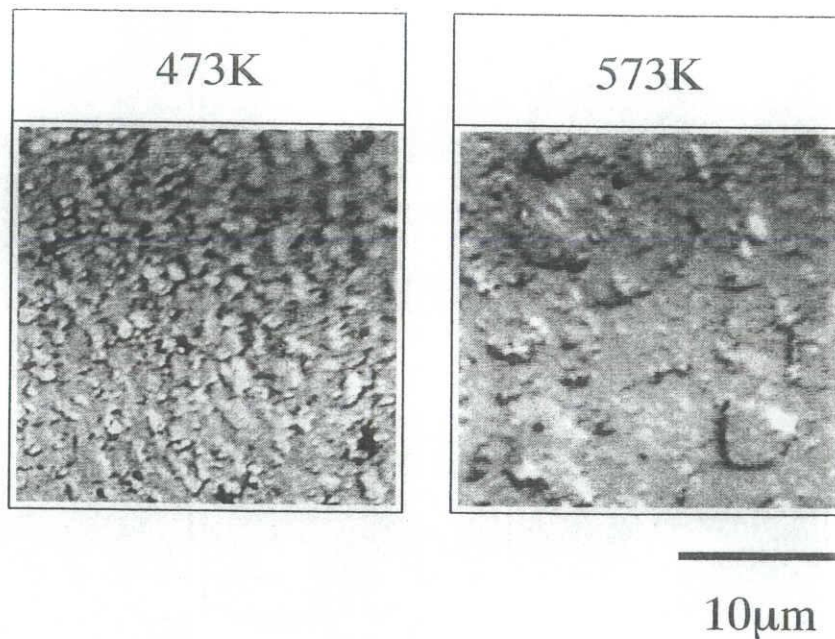
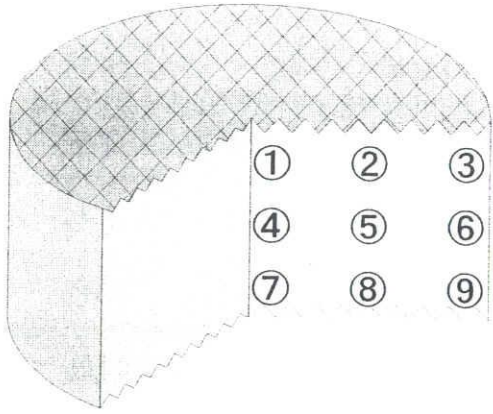
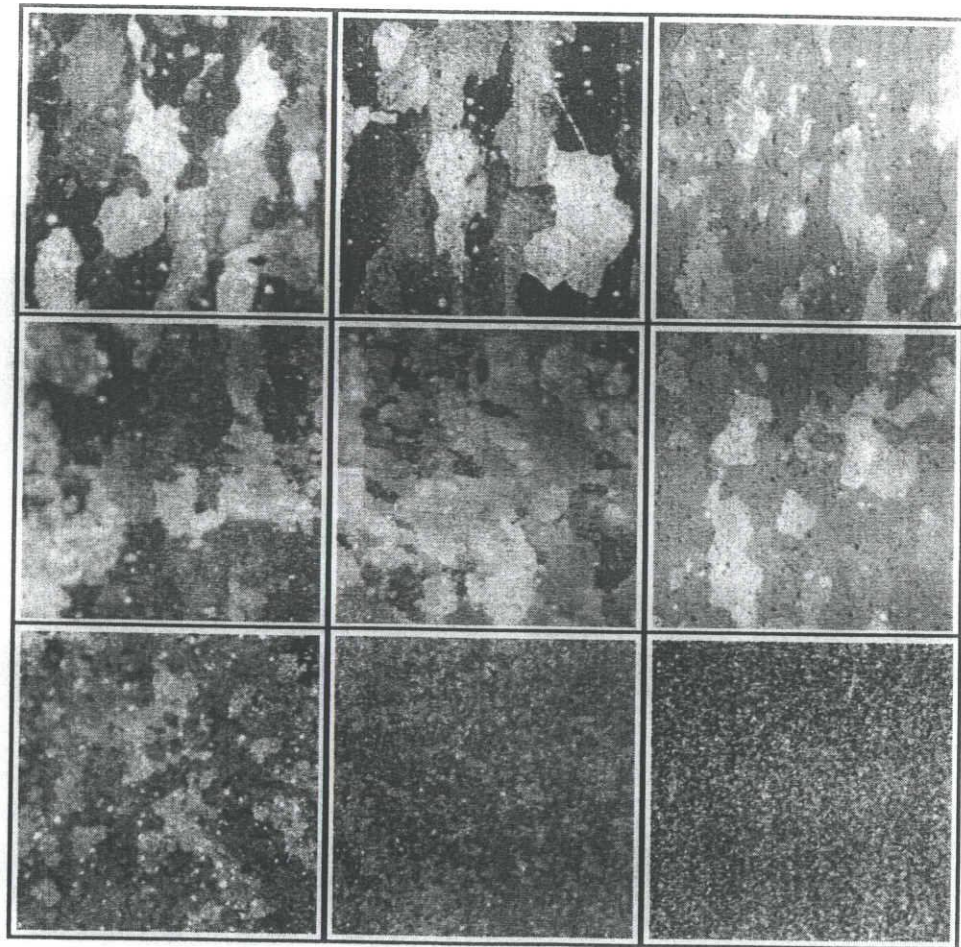


Fig. 4-8 Microstructure after compressive torsion forming ,
473 , 573K at twist side-outer section

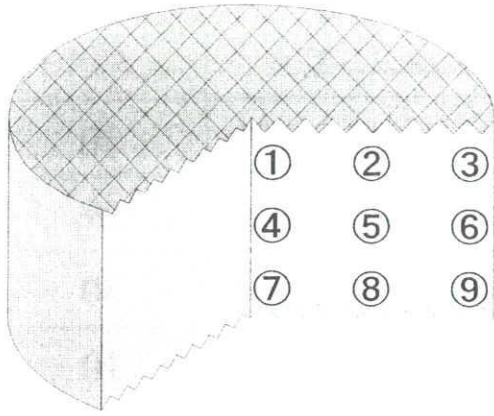


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	50
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

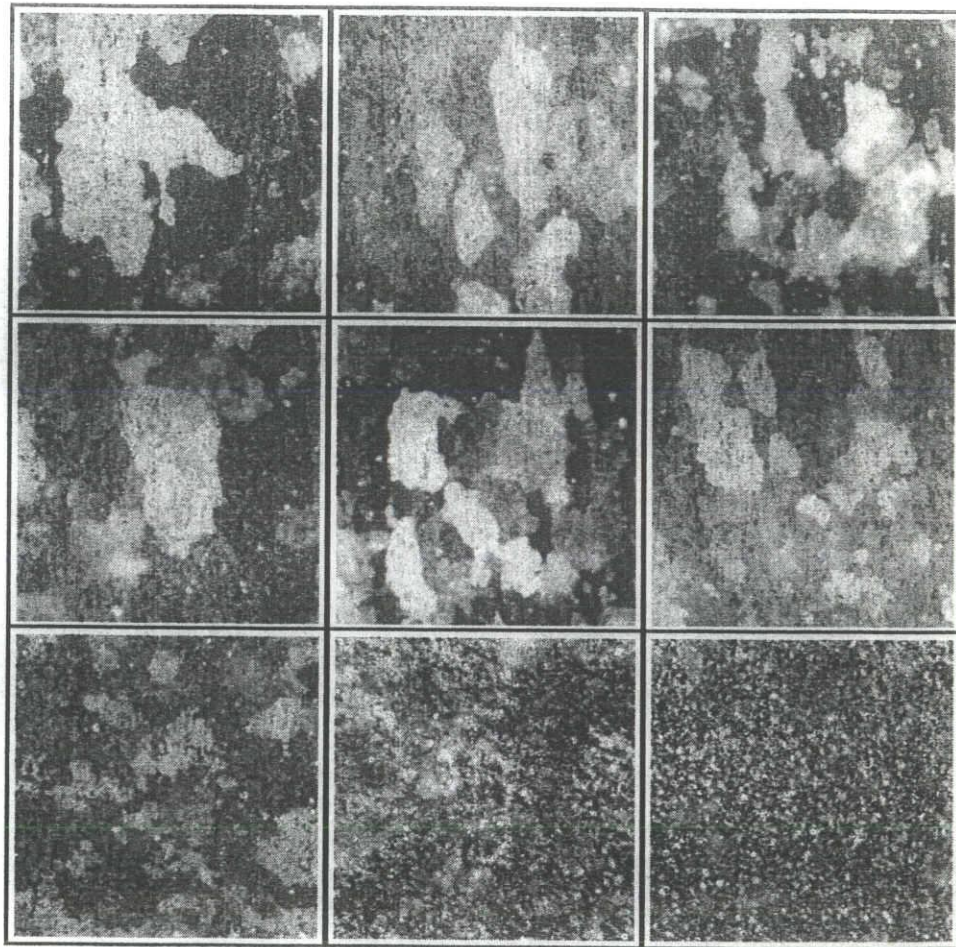


100 μ m

Fig. 4-9 Microstructure after compressive torsion forming ,
50MPa by fixed container

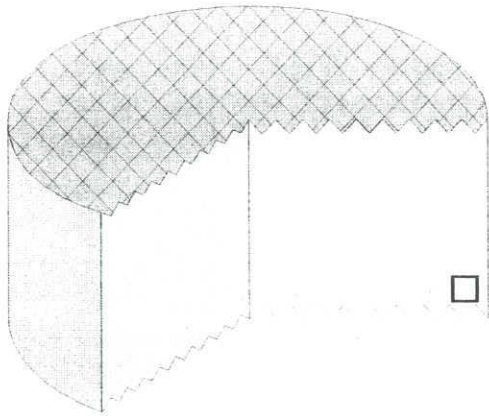


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	100
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10



100μm

Fig. 4-10 Microstructure after compressive torsion forming ,
100MPa by fixed container



temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	50 , 75 , 100
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

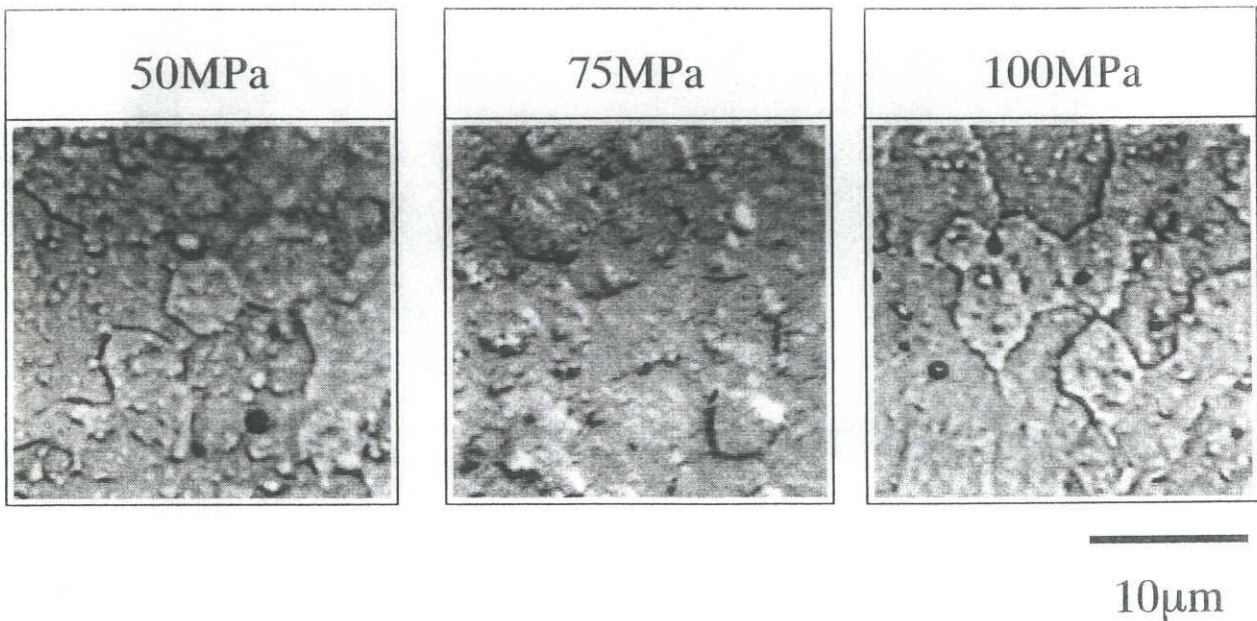
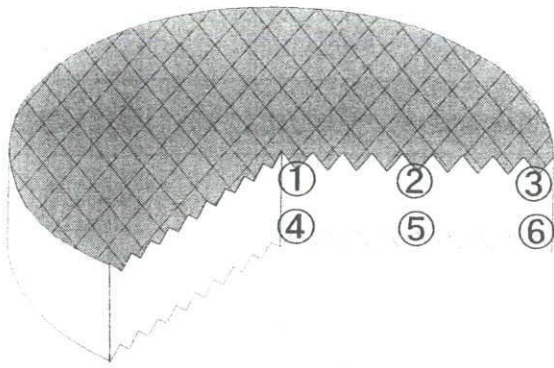


Fig. 4-11 Microstructure after compressive torsion forming ,
50 , 75 , 100MPa at twist side-outer section



temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	3

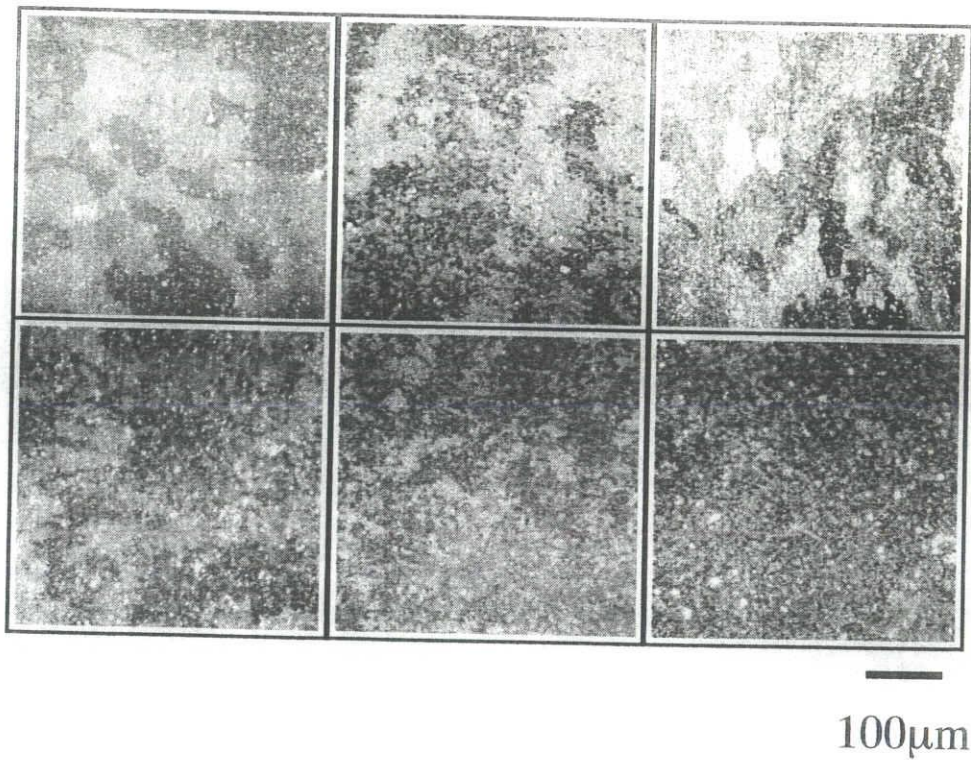
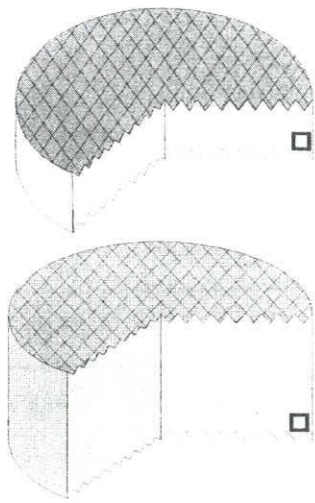


Fig. 4-12 Microstructure after compressive torsion forming ,
3mm by fixed container



temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	3, 10

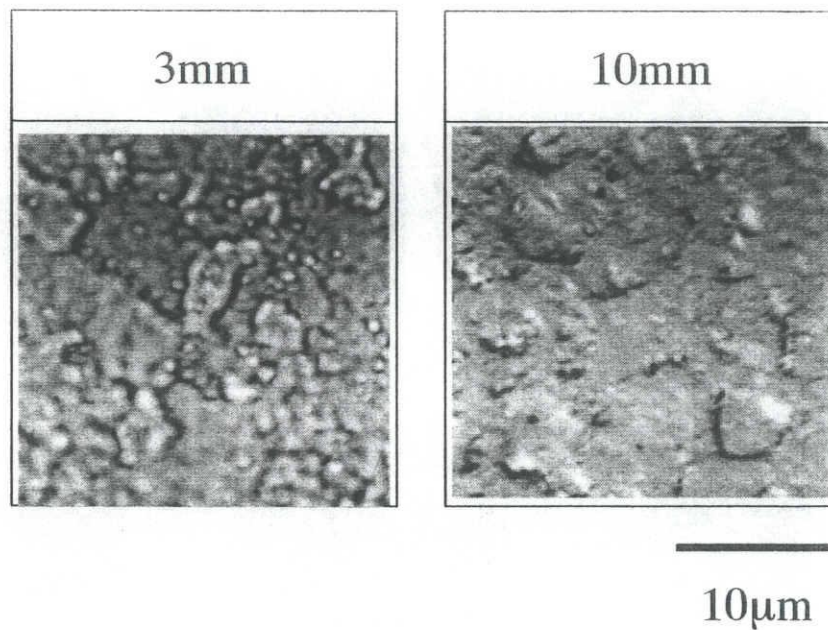
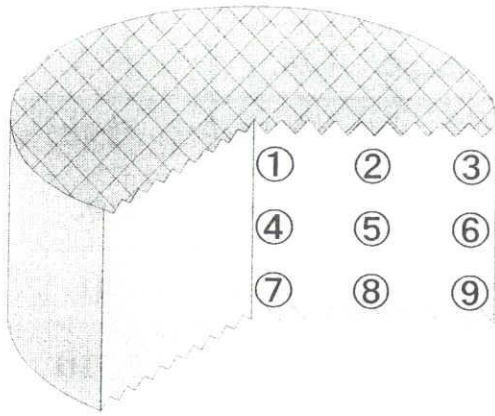
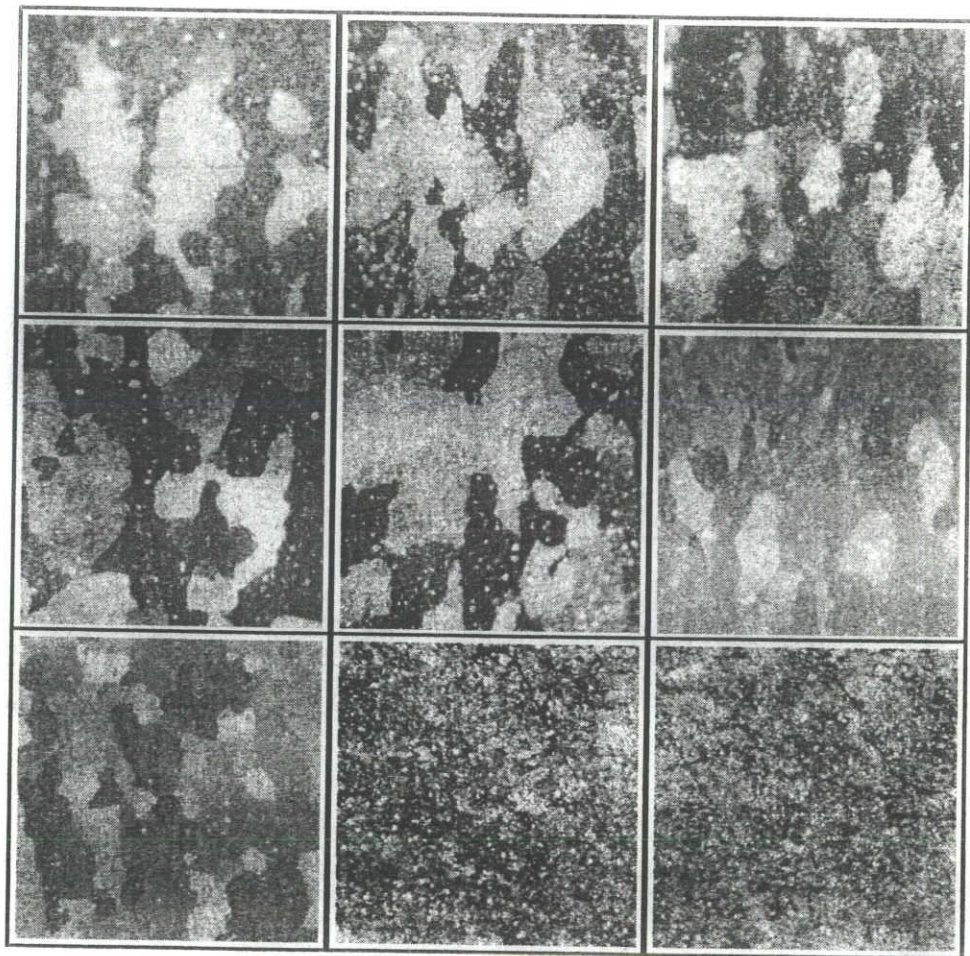


Fig. 4-13 Microstructure after compressive torsion forming ,
3 , 10mm at twist side-outer section

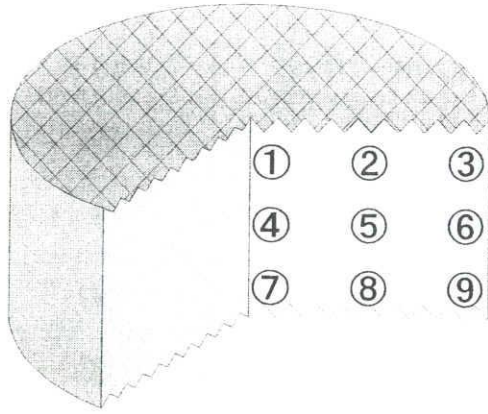


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/30
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

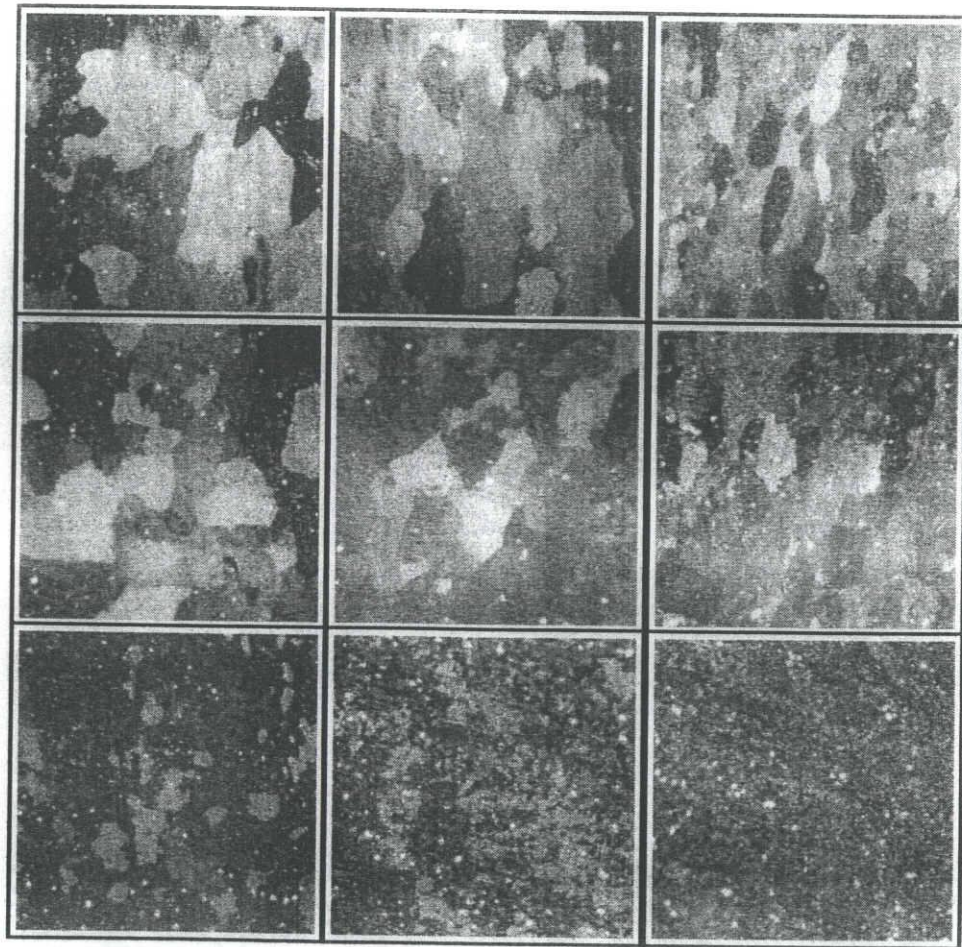


100 μ m

Fig. 4-14 Microstructure after compressive torsion forming ,
1/30Hz by fixed container

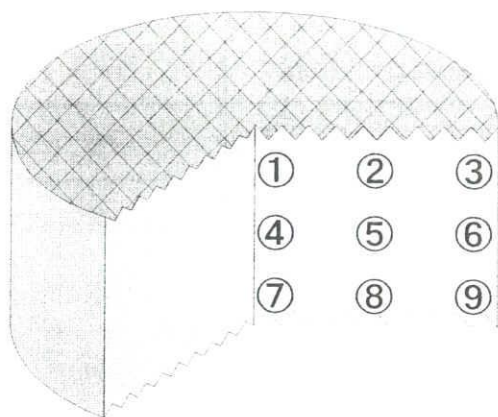


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/2
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

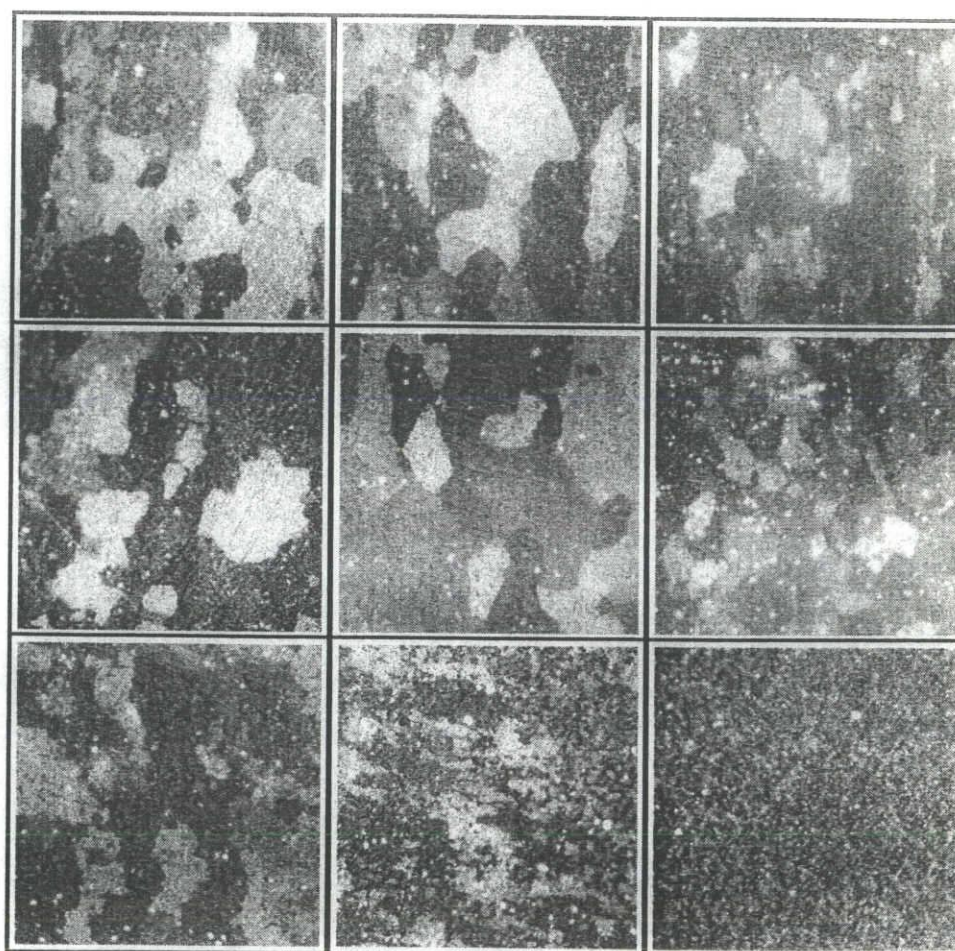


100 μ m

Fig. 4-15 Microstructure after compressive torsion forming ,
1/2Hz by fixed container

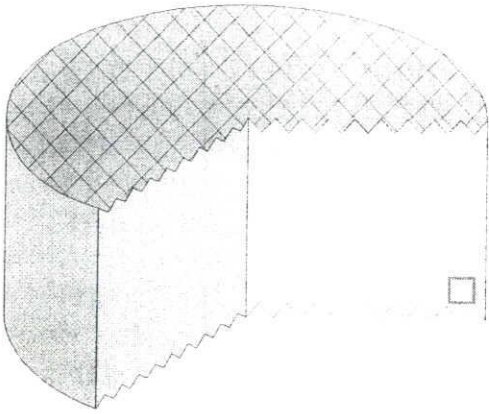


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10



100 μ m

Fig. 4-16 Microstructure after compressive torsion forming ,
1Hz by fixed container



temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/30 , 1/6 , 1
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

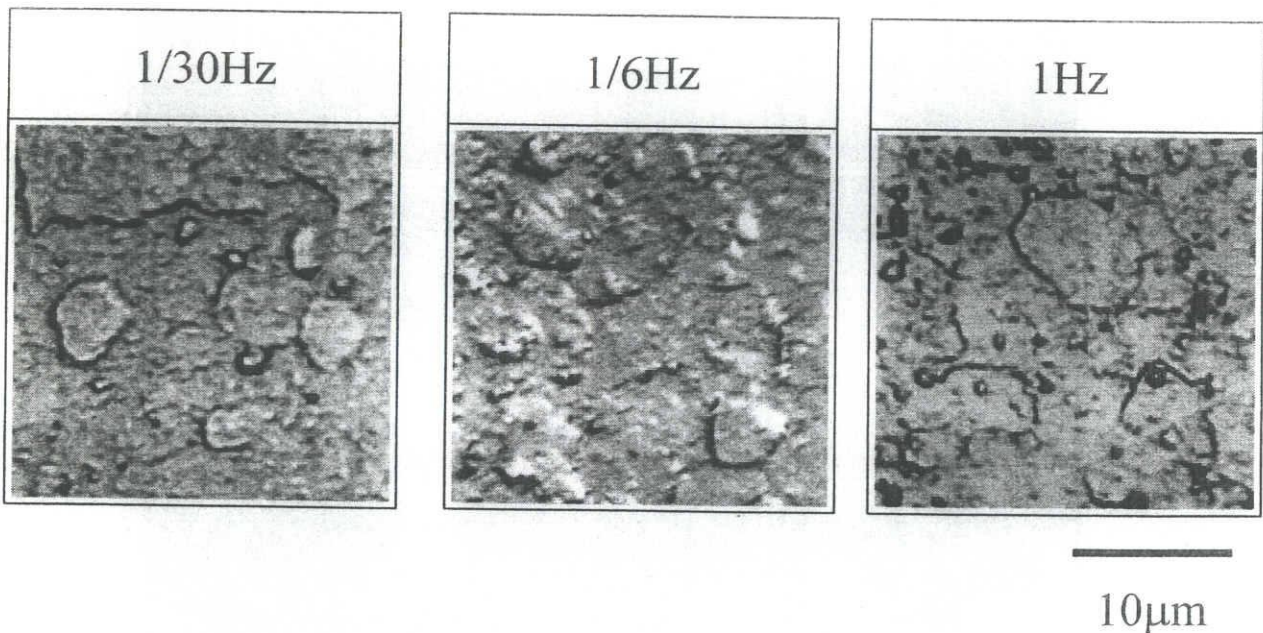
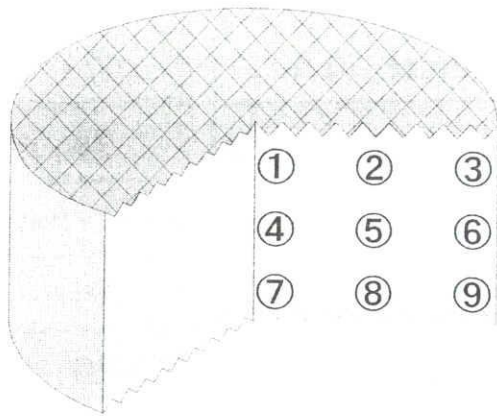
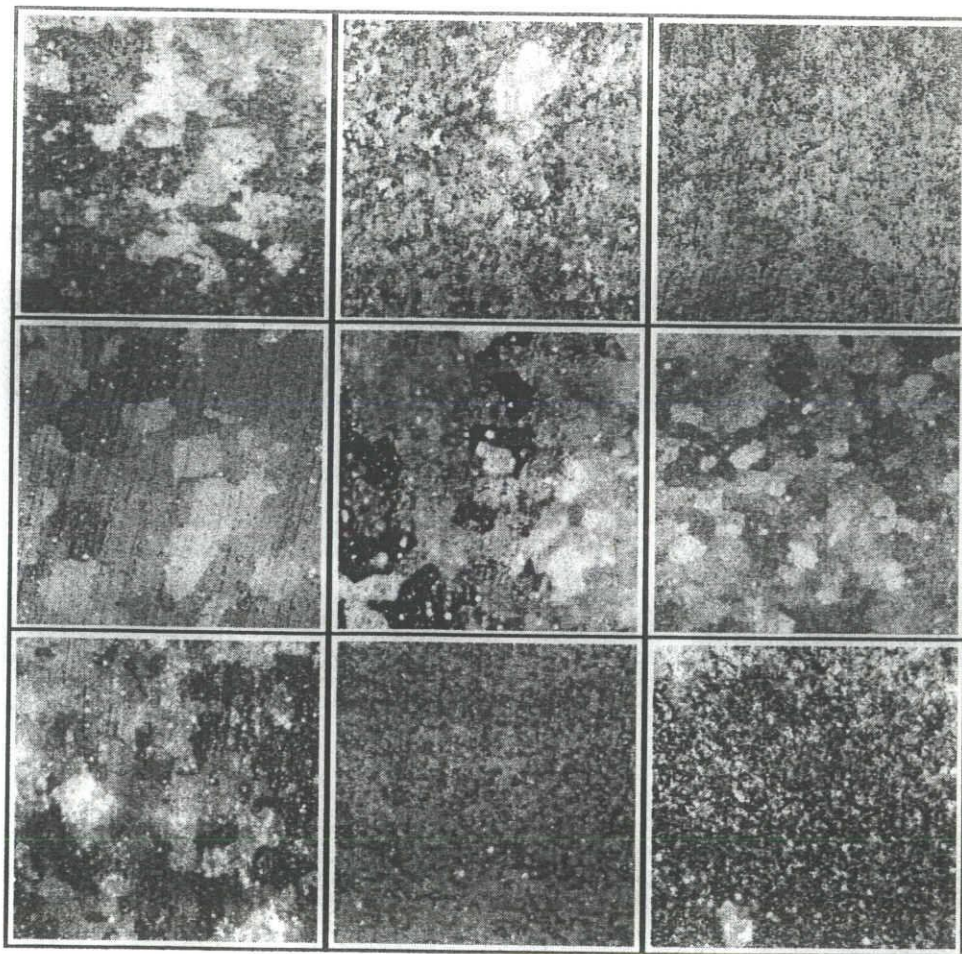


Fig.4-17 Microstructure after compressive torsion forming ,
1/30 , 1/6 , 1Hz at twist side-outer section

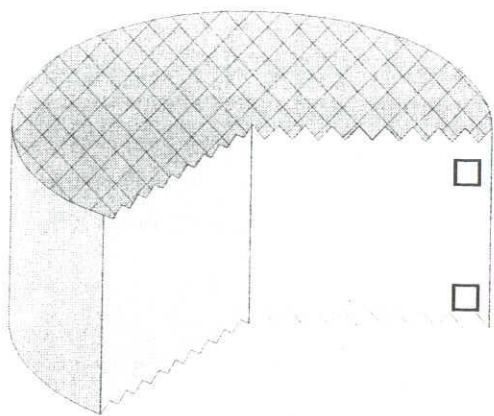


temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10



100 μ m

Fig. 4-18 Microstructure after compressive torsion forming , upside down by fixed container



temperature	T/K	573
pressure	P/MPa	75
frequency	f/Hz	1/6
Twist cycle	C/-	50
height	H/mm	10

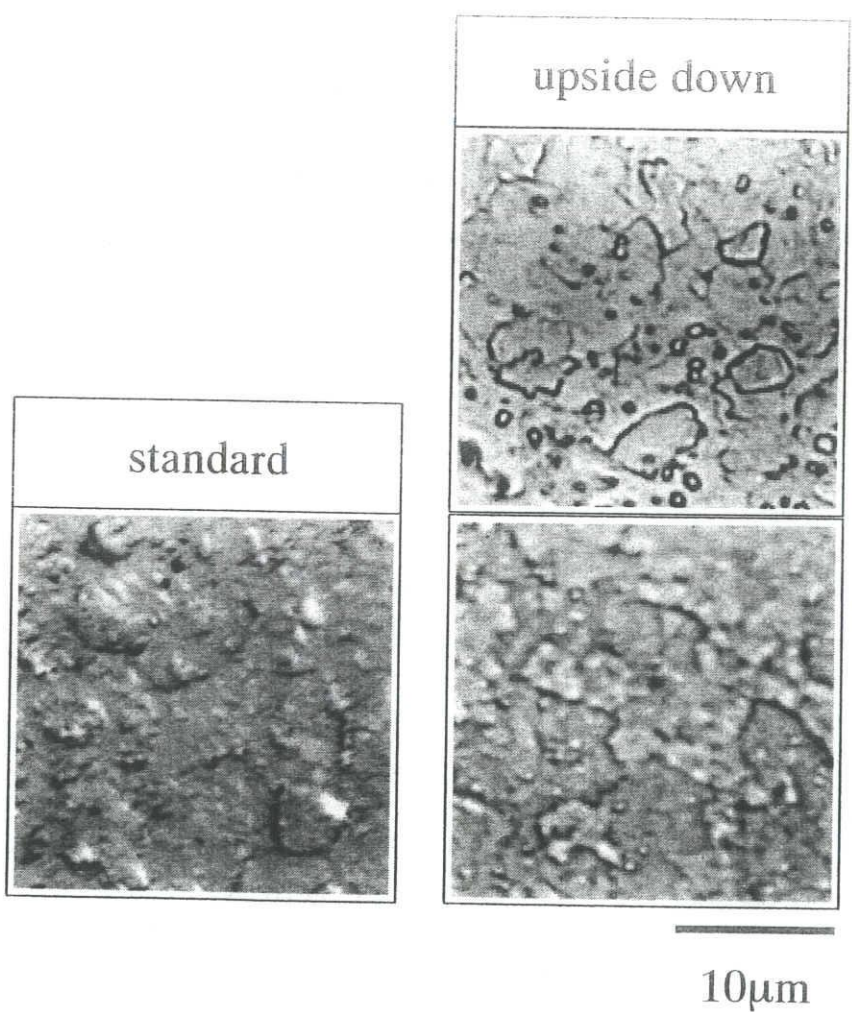


Fig. 4-19 Microstructure after compressive torsion forming , standard , upside down at twist side-outer section

4.3 まとめ

- (1) 圧縮ねじり加工法により結晶粒微細化が可能であり，駆動側外周部では粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の結晶粒が観察された．しかし，固定側においては加工前の結晶粒径のままであった．
- (2) 上下反転して繰返しねじり負荷を加えることにより，試料下部だけでなく，試料上部の結晶粒微細化も可能である．
- (3) $473\text{K}\sim 773\text{K}$ の範囲では，加工温度が低いほど結晶粒微細化効果が顕著に現われる．静的再結晶温度以下では，ねじり回数の増加とともに微細化した領域が広がる．一方，静的再結晶温度以上でも，大ひずみが付与される領域では微細化が可能であるが，結晶粒が粗大化する領域もある．
- (4) 圧縮圧力 $50\sim 100\text{Mpa}$ の範囲では，結晶粒微細化効果に圧力の影響は見られない．ただし，試料とポンチ間にすべりが生じない程度の圧力が必要とされる．
- (5) 周波数 $1/30\text{Hz}$ で加工した試料では加工時間が長くなったため，試料が熱影響を受け，ひずみがわずかにしか伝達されていない領域では微細化効果は望めない．逆に高周波数の 1Hz で加工すると摩擦熱のために，結晶粒径は若干大きくなる．
- (6) 試料高さが低いほど微細化効果は顕著で，その範囲も広くなる．

第5章 結 論

新しい粉末固化成形法として開発された「圧縮ねじり成形法」は、せん断変形の積極的導入に着目し、金属粉末の固化成形に重要な「温度」、「静水圧応力」、「せん断変形」の3要素を単純に融合させた方法で、軸回転によりせん断変形を与えている。この「圧縮ねじり成形法」には、被加工材の形状を変えずに材料内部に大きな塑性ひずみを導入できるという大きな特徴がある。本研究はこの特徴を有効に利用し、粉末の固化成形のみならず、軽金属材料を対象に材料内部の組織を積極的に制御するプロセスへの適用を検討した。

具体的な検討プロセスの一つとして、アルミニウムとチタンの混合粉末に圧縮・せん断複合負荷を与えて、メカニカルアロイングの効果により金属間化合物を合成と同時に成形する可能性、そのためのプロセス条件の最適化、さらに合成と同時にバルク材に接合する可能性などを検討した。その結果得られた成果を要約すると以下のものである。

- (1) 圧縮負荷とねじり負荷を同時に加える本成形法は、組織の微細化にかなり効果があり、せん断変形の大きい駆動側外周部では金属間化合物相である Al_3Ti が生成していることがわかった。しかしその効果は、コンテナ内壁からの摩擦の影響により試料上部に拡大しなかった。
- (2) 成形温度 773K で成形することで駆動側外周部に一様な金属間化合物の生成が確認できる。573K でも金属間化合物の生成は確認できるが低温での延性が低い Al_3Ti の生成により割れが入ってしまい、ねじりの効果の伝達が少ない。
- (3) 成形圧力は 100MPa まででは、圧力の上昇にともない、化合物生成領域は減少した。低圧力では圧縮力からのコンテナ内壁からの摩擦力の影響が大きくなるからである。しかし、さらに高圧力の条件では、圧縮力の影響が大きくなるため外周部では固定側付近まで金属間化合物相の領域が拡大した。
- (4) 成形体高さ、ねじり回数についてはせん断ひずみ量が大きく影響しており、成形体高さは低いほうが、ねじり回数については多いほうが金属間化合物相の生成領域が拡大している。
- (5) 金属間化合物を生成させるのと同時に、純アルミニウムあるいは純銅のバルク材に接合させることが可能であった。
- (6) 異種材料との接合では、変形抵抗の低い領域が優先的に変形するため、ベース材として変形抵抗の低い材料を用いたときは金属間化合物の生成領域は拡大しなかったが、混合粉末より変形抵抗が高い材料をベース材に用いることで混合粉末部分を効果的に攪拌することができ、回数の増加にともない金属間化合物の生成領域も大きく拡

大した。

もう一つの検討プロセスとして、材料の強度・靱性・延性などの特性を同時に高めることができる結晶粒微細化制御を目指して、純アルミニウムを対象に圧縮ねじり加工による結晶粒微細化の可能性と、加工条件の影響を検討した。その結果得られた成果を要約すると以下のようなものである。

- (1) 圧縮ねじり加工法により結晶粒微細化が可能であり、駆動側外周部では粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の結晶粒が観察された。しかし、固定側においては加工前の結晶粒径のままであった。
- (2) 上下反転して繰返しねじり負荷を加えることにより、試料下部だけでなく、試料上部の結晶粒微細化も可能である。
- (3) $473\text{K}\sim 773\text{K}$ の範囲では、加工温度が低いほど結晶粒微細化効果が顕著に現われる。静的再結晶温度以下では、ねじり回数の増加とともに微細化した領域が広がる。一方、静的再結晶温度以上でも、大ひずみが付与される領域では微細化が可能であるが、結晶粒が粗大化する領域もある。
- (4) 圧縮圧力 $50\sim 100\text{Mpa}$ の範囲では、結晶粒微細化効果に圧力の影響は見られない。ただし、試料とポンチ間にすべりが生じない程度の圧力が必要とされる。
- (5) 周波数 $1/30\text{Hz}$ で加工した試料では加工時間が長くなったため、試料が熱影響を受け、ひずみがわずかにしか伝達されていない領域では微細化効果は望めない。逆に高周波数の 1Hz で加工すると摩擦熱のために、結晶粒径は若干大きくなる。
- (6) 試料高さが低いほど微細化効果は顕著で、その範囲も広くなる。

以上、本研究における成果を簡単にまとめた。「圧縮ねじり成形法」の大きな特徴であるメカニカルアロイング的な効果、すなわち被加工材の形状を変えずにバルク体のまま材料の内部に大きな塑性ひずみの導入が可能である特徴に注目し、金属間化合物の合成同時成形やアルミニウムの結晶粒微細化プロセスについて検討した。その結果、いずれのプロセスにおいても、「圧縮ねじり成形法」が圧縮・せん断複合負荷による組織制御成形法として有効であることを明らかにできた。しかしながら、本研究の範囲では片押し片ねじり負荷による圧縮ねじり成形であったため、金属間化合物が生成や結晶粒微細化などの組織制御が駆動側外周部の比較的狭い領域に限られていた。この「圧縮ねじり成形法」を圧縮・せん断複合負荷が可能な材料加工法として更に発展させるためには、両押し両ねじり負荷方法、上下逆方向回転によるねじり負荷、圧縮負荷とねじり負荷の交互負荷あるいはステップ負荷など、更なる検討事項と大きな可能性が秘められており、継続した検討が必要である。

参 考 文 献

- [1] 前田英嗣, 金武直幸, 長 隆郎: 塑性と加工, 37-431,(1996),1291.
- [2] 前田英嗣, 金武直幸, 長 隆郎: 塑性と加工, 39-445,(1998),143.
- [3] 前田英嗣, 金武直幸, 長 隆郎: 塑性と加工, 40-456,(1999),35.
- [4] 前田英嗣, 金武直幸, 長 隆郎: 塑性と加工, 40-456,(1999),40.
- [5] ゲ・ヴェ・サムソノフら: 高融点化合物便覧, (1976).
- [6] 古林英一: 再結晶と材料組織,内田老鶴圃, 23