

令和 4 年 5 月 13 日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04985

研究課題名（和文）結晶方位解析における対数角（回転行列の対数の成分）の有用性

研究課題名（英文）Validity of log angles (elements of logarithm of rotation matrix) to consider orientation changes in crystals

研究代表者

尾中 晋 (Onaka, Susumu)

東京工業大学・物質理工学院・教授

研究者番号：40194576

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）： 転位の配列により亜粒界が形成されると結晶粒内の方位は場所により変化するため、結晶方位の位置依存性は塑性変形によって形成される材料組織を考察する際の重要な因子となる。結晶方位変化を示す回転行列の対数は三つの独立な実数成分を持ち、それらの成分は対数角と呼ばれる。この対数角は基準軸回りの回転角の成分とみなせ、方位変化を解析するうえでの重要な特性角である。冷間圧延による銅双結晶中の方位変化、そして超微細結晶粒のアルミニウムの結晶粒における塑性変形による方位変化、これらについての実験結果の解析に対数角を応用してその有用性を示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまでの方位変化の解析はスカラー的な回転角度であるミスオリエンテーション角の評価に限られていることが多く、回転の成分性は情報として活かされていない。回転角の基準軸周りの成分とみなせる対数角は、方位変化解析における重要な変数であり、材料の組織評価に極めて有効である。塑性変形に伴う材料中の方位変化の位置依存性の解析に対数角を応用し、その有用性を実証したことに本研究の学術的な意義がある。

研究成果の概要（英文）： Orientation changes are important factors when considering microstructural changes in materials caused by plastic deformation because these are related to the arrangement and density of dislocations. The three elements of a logarithm of a rotation matrix are called log angles, which can be used as a parameter to represent crystal orientations. Experimental results of orientation changes in a cold-rolled Cu bicrystal and ultra-fine grained Al polycrystals are considered to evaluate the validity of the log angles.

研究分野：材料科学

キーワード：結晶方位 転位組織 回転行列 対数角 塑性変形

1. 研究開始当初の背景

近年の SEM/EBSD 法の飛躍的な発達により、結晶性材料における精密な方位変化測定は cm 四方程度までの広い領域について可能になってきた。このような結晶方位の精密測定をもたらす知見の一つは、塑性変形についてのより良い理解である。塑性変形による結晶方位変化の主因は転位の運動と堆積、そして転位組織の形成であるため、活動するすべり系との関連や塑性変形量依存性を含めて方位変化を系統的に調べれば、転位に関する諸機構を定量的に理解するための有力な情報が得られる。そのため、種々の材料について塑性変形による方位変化が調べられてきた。

2. 研究の目的

本研究開始時における方位変化についての解析方法は、スカラー的な回転角度であるミスオリエンテーション角の評価と SEM/EBSD 法の解析ソフトに標準装備されているオイラー角の評価に限られていることが多かった。しかし、そのような解析方法では、変形や回転のテンソル性を踏まえて結晶方位変化をもたらす機構を十分に議論することはできない。そこで本研究では、方位変化を示す回転行列の対数を取ることで得られる三つの独立な実数成分が、材料中の結晶方位変化の詳細を考察することを可能にする有用な特性角であることを示す。そして、対数角による方位回転の解析が、結晶性材料の組織評価に極めて有効であることを実証する。

3. 研究の方法

結晶方位を記述する空間の回転は行列 \mathbf{R} (回転行列) で表現でき、 \mathbf{R} はその対数 $\ln \mathbf{R}$ を使って無限級数の和として定義できる。このことは、以下の様に表現できる。

・ \mathbf{R} と $\ln \mathbf{R}$ のあいだには、 \mathbf{E} を単位行列として、以下の関係が成立する。

$$\mathbf{R} = \left[\mathbf{E} + \ln \mathbf{R} + \frac{(\ln \mathbf{R})^2}{2!} + \frac{(\ln \mathbf{R})^3}{3!} + \dots + \frac{(\ln \mathbf{R})^n}{n!} + \dots \right] = \lim_{p \rightarrow \infty} (\mathbf{E} + \ln \mathbf{R} / p)^p.$$

よって、 N を $N \gg 1$ なる十分大きな整数とすると、 $\delta \mathbf{R} = \mathbf{E} + \ln \mathbf{R} / N$ を使って、 \mathbf{R} は近似的な表現として以下のように書くことができる。

$$\mathbf{R} \approx (\delta \mathbf{R})^N \approx (\mathbf{E} + \ln \mathbf{R} / N)^N.$$

一方、回転はある軸回りのある角度の回転としても表現できるため、行列 \mathbf{R} の成分は、単位ベクトル (h, k, l) 回りの角度 Φ の回転を使って表現することもできる。この考え方に対応して、以下を得る。

・ \mathbf{R} の対数 $\ln \mathbf{R}$ は、 (h, k, l) と Φ によって以下の式の第二辺のように与えられ、それらの三つの独立な成分、 $w_1 = h\Phi$, $w_2 = k\Phi$, $w_3 = l\Phi$ が対数角である。

$$\ln \mathbf{R} = \begin{pmatrix} 0 & -l\Phi & k\Phi \\ l\Phi & 0 & -h\Phi \\ -k\Phi & h\Phi & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & -w_3 & w_2 \\ w_3 & 0 & -w_1 \\ -w_2 & w_1 & 0 \end{pmatrix}$$

よって、 $\delta \mathbf{R}$ が微小回転の回転行列であり、 $\delta \mathbf{R} = \mathbf{E} + \ln \mathbf{R} / N$ であることから、ある回転 \mathbf{R} の基準軸周りでの回転角成分は、 N 分割した対数角の総和、対数角そのものとして定義できる。このような基準軸周りでの回転角成分についての考察は、スカラー量であるミスオリエンテーション角の評価のみでは不可能である。また、オイラー角は、対数角とは異なり、回転軸と回転の順番についての定義を必要とする角度の組であるので回転角度の成分として扱うことはできない。

以上を踏まえ、本研究では、塑性変形を加えた材料中の結晶方位変化を測定して対数角を求める。そして、これらの対数角を基準軸回りの回転の成分として評価し、転位の配列や密度といった材料中の組織因子と結びつけて考える。このようにして、材料組織の新しい評価要素である対数角について、それらの有用性を実証する。

4. 研究成果

4-1 銅双結晶の圧延に伴う方位変化に及ぼす結晶粒界の影響

銅双結晶の圧延に伴う方位変化に及ぼす結晶粒界の影響について考察した。図1は実験に用いた銅双結晶の模式図であり、Grain 1とGrain 2のあいだの青色を付した粒界面の面法線方向が圧延方向(RD)となる圧延(圧下量は15%)を施した。図1には、圧延方向(RD)、圧延面法線方向(ND)そして側面法線方向(TD)についてのGrain 1における結晶学的方向も示してある。圧延後に試験片を切断して、Grain 1の内部、図1で薄墨をつけた面をSEM/EBSD法によって観察した。圧延による結晶方位の変化を粒界からの距離 d の変化として測定した。

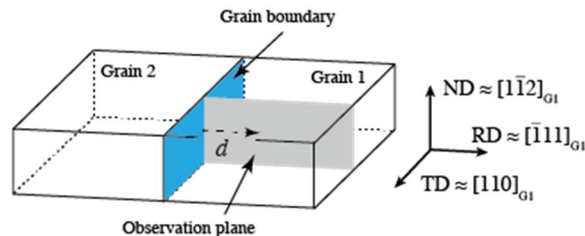


図1 圧延とその後の方位測定に用いた銅双結晶の模式図

塑性変形に伴う結晶中の方位変化は結晶粒界の影響を受ける。図2は、Grain 1の内部、粒界近傍の位置を基準にして、粒界からの距離 d の変化に伴う方位変化を調べた結果である。この図における縦軸は方位差角であるが、この関係の整理においても対数角の考え方が使われている。すなわち、 $d = 0$ である原点Oにおける方位を基準にしての方位変化を示す回転行列が、位置 d_1 では回転行列P、位置 d_2 では回転行列Qと示されるとする。このようなP、Qは、SEM/EBSD法によって求めることができる。材料中における組織の状態を議論する際には、位置 d_1 における方位を基準にしての位置 d_2 における方位が議論の対象になる事が多い。この方位は、対数角の考えのもとで2つの回転行列の対数の差額、 $\ln P - \ln Q$ を使って精度高く評価できることがわかった。これにより、材料中の位置の変化に伴う方位変化を、行列の乗算除算ではなく、その対数の加算減算として容易に扱う合理的な根拠が得られた。これは、対数角の考え方の有用性を示している。

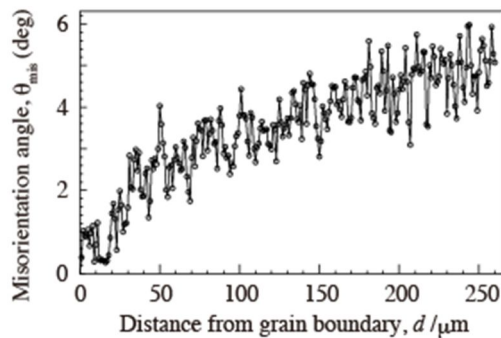


図2 Grain 1の内部、粒界近傍の位置を基準にしての粒界からの距離 d の変化に伴う方位変化

4-2 超微細結晶粒材料における大きな塑性変形による組織の変化

純度2NのAlに超強加工を施して作製した超微細結晶粒材料について、その後の大きな塑性変形に伴う結晶粒内の方位変化を調べ、結晶粒内での転位密度の変化を議論した。これは、以下のような測定と考察により行われた。

- ・Al超微細結晶粒材料について、引張試験とSEM/EBSD法による同一視野観察を繰り返し、塑性変形の進行に伴う結晶粒内での方位変化を測定した。
- ・塑性変形の進行に伴う結晶粒内での方位変化より、格子湾曲テンソル κ の成分を求めることができる。観察面内での方位測定から、9つある κ の成分のうちの6つの成分を決めることができる。

・求められた κ の成分より，ある直交座標系を基準としての転位密度テンソル，その 9 つの成分のうち 4 つの成分を求めることができる．これらの転位密度テンソル成分についての結果から，大きな塑性変形に伴う結晶粒内での組織変化の機構を議論することができた．図 3 に上記の方法で求めた結晶粒内の転位密度テンソル成分 ρ_{ij} の値をカラーバーを使って示す．図 4 は，図 3 に示す観察結果等から得た，塑性変形に伴う結晶粒内での低角粒界の生成と消滅の機構を示す模式図である．

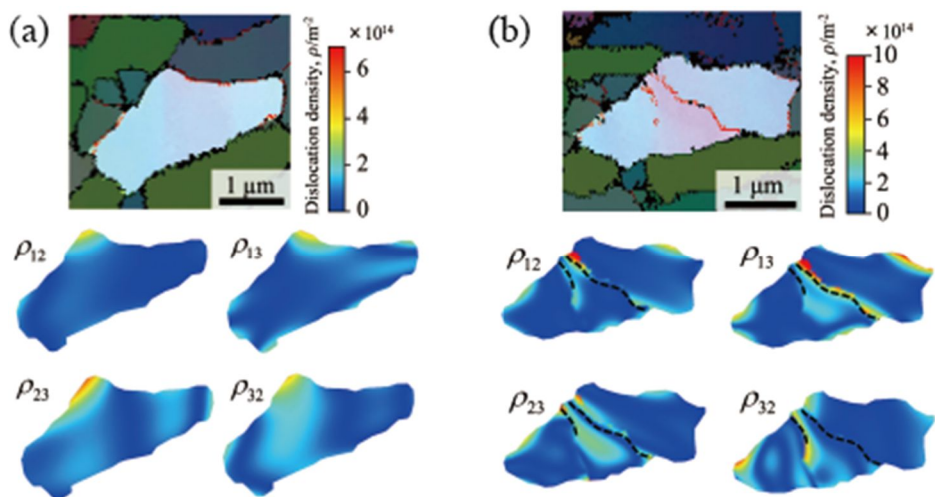


図 3 Al 超微細結晶粒材料における塑性変形における組織変化（上部の IPF マップ）と転位密度変化（下部の結晶粒内部についてのカラーマップ）. ECAP 後の塑性変形量は，せん断量で，(a)では 0.10，(b)では 0.39．転位密度の値を示すカラーマップは，右上のカラーバーを参照のこと．塑性変形の増大により，転位密度の増加と結晶粒内での低角粒界の形成がわかる．

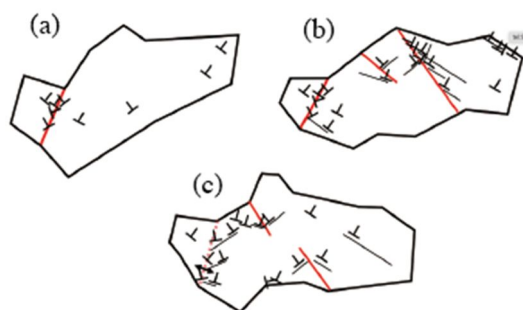


図 4 塑性変形量の増加に伴う結晶粒内での低角粒界（図中の赤線）の生成と消滅の機構を示す模式図．(a) (b), (c) の順で塑性変形量が増加して，結晶粒内部の状態が変化している．これらは，結晶粒内での転位の量と状態の変化が低角粒界の変化をもたらす機構であることを示している．

結晶方位の位置依存性は塑性変形によって形成される材料組織を考察する際の重要な因子である．本研究では，結晶方位変化を示す回転行列の対数を取ることで得られる三つの独立な実数成分，対数角について考察した．そして，冷間圧延を行った銅双結晶中の方位変化，そして超微細結晶粒のアルミニウムの結晶粒における塑性変形における方位変化，これらについての実験結果の解析を，方位変化を解析するうえで有用な対数角を使って行った．

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 5件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 R. Matsutani, T. Sakuragi, N. Yamagishi, N. Miyazawa, N. Nakada and S. Onaka	4. 巻 62
2. 論文標題 SEM/EBSD analysis of grain refinement and coarsening of ultra-fine-grained Al during simple shear deformation	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.MT-M2021026	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Susumu ONAKA	4. 巻 55
2. 論文標題 Approximate rotation vector expressions to consider crystal orientation changes in plastically deformed materials	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science	6. 最初と最後の頁 2186-2192
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1007/s10853-019-04030-5	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Susumu ONAKA	4. 巻 -
2. 論文標題 Arrangements of three to six cubes with maximum disorientation angles	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Philosophical Magazine	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1080/14786435.2020.1733695	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Yoshimasu Fumito, Miyazawa Naoki, Nakada Nobuo, Onaka Susumu	4. 巻 57
2. 論文標題 Probability densities of disorientation angles among randomly oriented grains in tricrystals	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science	6. 最初と最後の頁 3010 ~ 3017
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1007/s10853-021-06729-w	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 T. Ogasawara, N. Miyazawa, N. Nakada and S. Onaka	4. 巻 102
2. 論文標題 Effects of number of slip systems on slip transmission between neighbouring grains	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Philosophical Magazine	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計8件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件)

1. 発表者名 松谷亮輔, 宮澤直己, 尾中 晋
2. 発表標題 超微細粒Alのせん断変形前後における組織変化の対数角による評価
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 小笠原拓哉, 宮澤直己, 尾中 晋
2. 発表標題 Fe-3 mass%Al合金粗大結晶粒材におけるすべり線近傍での方位変化
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 古谷玲, 服部夏実, 宮澤直己, 尾中 晋
2. 発表標題 圧痕周辺での結晶方位の変化: 対数角による回転角度成分の解析
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 松谷亮輔, 古谷玲, 服部夏実, 尾中 晋
2. 発表標題 対数角を利用した格子湾曲テンソルの評価とその応用
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 松谷亮輔, 櫻木智仁, 尾中 晋
2. 発表標題 超微細粒Alのせん断変形前後における組織変化
3. 学会等名 日本金属学会春期講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 松谷亮輔, 宮澤直己, 尾中 晋
2. 発表標題 超微細粒Alのせん断変形前後における組織変化の対数角による評価
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 田中健司, 宮澤直己, 尾中 晋
2. 発表標題 Fe合金単結晶の硬さ試験による圧痕周辺の結晶方位変化
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 綾 文哉, 宮澤直己, 尾中 晋
2. 発表標題 差方位角分布図による粒界三重線周りの結晶粒間における方位関係の解析
3. 学会等名 日本金属学会春期講演大会
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関