

令和元年6月4日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06703

研究課題名(和文) 回転行列の対数が与える特性角による材料中の結晶方位評価

研究課題名(英文) Evaluation of crystal orientations in materials using characteristic angles given by the logarithm of rotation matrix

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) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：結晶方位とその変化は材料組織を考えるうえでの重要な因子である。結晶方位は基準座標系に対する回転行列 R によって記述されるが、 R の対数、 $\ln R$ は三つの独立な実数を要素とする歪対称行列になる。本研究ではこの三つの独立な要素が R の特性角で基準軸周りの回転角の成分と解釈できることを示し、対数角と名付けた。対数角は結晶方位変化を議論するために有用な値であり、例えば結晶方位の位置依存性は対数角の位置依存性として議論できる。応用として、実験で得られた塑性変形による結晶方位変化を対数角で解析し、金属中に形成される転位配列の状態を議論した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

方位変化を解析する際、従来はミスオリエンテーション角(MA)やオイラー角(EA)が使われてきた。しかし、MAは回転軸を無視して回転角のみに注目しており、方位変化を再現することはできない。一方、EAは方位変化が再現可能な基準軸周りの三つの角度の組であるが、回転の結果は基準軸での回転の順番に依存するので、回転角の成分として扱うことはできない。これらとは異なり、合理的に回転の成分とみなせるとい特徴が対数角にはあり、このような特性角を導いた点に本研究の学術的な意義がある。また、回転という現象には普遍性があり、このような普遍的な現象に対数角という新規な概念を与えた点に本研究の社会的な意義がある。

研究成果の概要(英文)：Crystal orientations and their changes are important factors when we consider microstructures of materials. A rotation matrix R with respect to a reference frame is used to describe a certain crystal orientation. The logarithm of R , $\ln R$ is a skew symmetric tensor with three independent elements of real numbers. We have shown that the three independent elements called log angles are the characteristic angles of R and can be interpreted as components of rotation angles around coordinate axes. The log angles are useful values to discuss changes in crystal orientations. For example, we can discuss the position dependence of crystal orientations by the position dependence of the log angles. As an application, dislocation arrangement in metals caused by plastic deformation is discussed by the log-angle analysis on experimental results of changes in crystal orientations.

研究分野：材料科学，結晶学

キーワード：結晶方位 材料組織 回転行列 対数角 塑性変形 転位組織

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

最近四半世紀程度の SEM (走査型電子顕微鏡) / EBSD (電子後方散乱回折) 法の飛躍的な発達により, 結晶性材料における方位変化を数 mm 程度四方の広い領域について高い分解能で測定できるようになってきた. 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, 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はずである. そのため, 単純な結晶構造を持つ FCC 金属をモデル材料として, 圧延にともなう単結晶の方位変化や超強加工後の微細結晶粒内の方位変化が調べられてきた. しかし, 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く, これらのみでは, 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状況になっていた. そこで, 材料中の結晶方位変化を考察することを可能にする有用な特性角の定義と導出, そして, それらによる結晶性材料の組織評価が必要であると考え, 本研究を開始するに至った.

2. 研究の目的

ベクトルとしての力, テンソルとしての応力がそうであるように, 物理量についての定量的な考察はそれらを適切に成分に分割することから始まる. しかし, 結晶方位の変化を成分に分解し, 材料組織と定量的に結びつけるための明快な解析方法は過去には示されていないので, 適切な方法で結晶方位の成分を定義する必要がある. 本研究ではこれを行う.

研究代表者は, 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, 材料中の結晶方位を評価するための特性角となることに気付いた. 行列の対数は, 代数における群論についての考察から得られた概念である. 本研究では, この特性角 (対数角) が結晶性材料の組織評価に有効であることを示す.

以上の状況のもと, 実際の材料中の結晶方位回転を測定して新しい特性角である対数角を求め, それらの値を基準座標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. これが本研究の目的である.

3. 研究の方法

結晶方位を記述する空間の回転は, 代数における群, 特に Lie 群の 3 次元回転群 $SO(3)$ として理解できる. この 3 次元回転群 $SO(3)$ の元を行列で表現すると, その行列の対数はもとの行列の無限級数の和として定義できる. これらの結果をまとめれば, 以下のようになる.

・ \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

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

と書くことができる.

・ 回転行列 \mathbf{R} が単位ベクトル (h, k, l) 回りに角度 Φ の回転を与えるものであるとする. このとき, \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.

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

$\delta \mathbf{R}$ が微小回転の回転行列であり, \mathbf{R} が $\delta \mathbf{R}$ の N 乗であることは, 図 1 のように図示できる. すなわち $\delta \mathbf{R}$ は, 図 1 のなかの球体内の機械モデルのように, N 分割した対数角を要素とする基準軸周りの微小回転の積とみなせる. 微小回転なので, これらの積は可換で球体内の部品の並びは交換可能である. \mathbf{R} はこの $\delta \mathbf{R}$ を N 回繰り返したものである. 回転行列の基準軸回りの成分は, N 分割した対数角の総和, つまり, もとの対数角と定義できる. 回転角の基準軸回りの成分についての図 1 に示す機械モデルによる理解, これは本研究における極めて独創的な視点であり, 本研究の基礎となる考え方である.

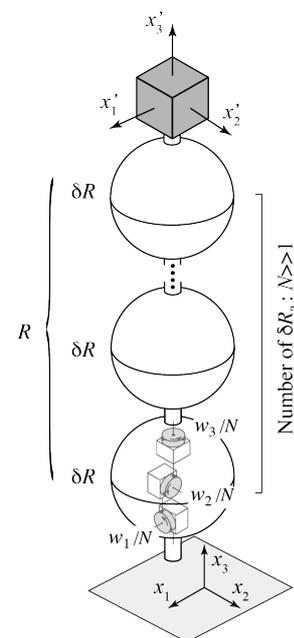


図 1 対数角の機械モデル

上記の考え方のもと、理論的研究としては結晶性材料における方位変化を考察対象としての対数角の意味付けを明確にする。また、実験的研究としては、銅の単結晶や多結晶について、塑性変形にともなう結晶方位の変化を結晶粒内における場所の関数として高精度に測定する。得られた結果を対数角の考え方で解析し、塑性変形にともなう結晶方位の変化を総合的、系統的に考察する。そして、このような結晶方位情報を使って転位組織とその形成過程を考察し、塑性変形にともなう材料組織の遷移と転位による塑性変形の進展を明らかにする。

4. 研究成果

材料の強度に関する本質的な理解を得るためには、結晶内での塑性変形の進展や不均一性、つまり転位の運動や分布を調べることが必要である。結晶中に転位組織が形成されるとその状態に応じて方位が場所により変化するため、方位の場所による変化から塑性変形後の転位組織の状態を明らかにする試みが行われてきている。このような試みの出発点の一つは1953年に発表されたNyeの理論的な研究であり、結晶中での方位の場所による変化を格子湾曲テンソル(Lattice Curvature Tensor) κ として評価すれば、結晶中の転位密度を定量的に議論できることが記されている。この格子湾曲テンソル κ とは、 $x_1 - x_2 - x_3$ 直交座標を使って、結晶内での位置の変化 δx_j にともなう x_i 軸周りの方位変化の角度 $\delta\phi_i$ を $\kappa_{ij} = \delta\phi_i / \delta x_j$ とまとめたものである。

しかし、過去の研究には、SEM/EBSD法で得られるデータから $\kappa_{ij} = \delta\phi_i / \delta x_j$ を求める方法は必ずしも明確には記されていない。いくつかの過去の論文には、結晶方位変化が単位ベクトル n_i 周りの回転角 $\Delta\Phi$ で示される場合、 n_i と $\Delta\Phi$ の積 $\Delta\Phi n_i$ もベクトルであり、その成分 $\Delta\Phi n_i$ が回転角の x_i 軸周りの成分であるとしている。しかし、Euler角のような異なる軸周りの連続回転では、回転の順番が異なると、それぞれの軸周りの回転角が同じ値でも連続回転の結果は一般に異なってくる。これにより、 $\Delta\Phi n_i$ を成分分解可能なベクトルとみなすことは自明ではない。よって、 $\Delta\Phi n_i$ を x_i 軸周りの回転成分とみなすことができるならば、その理由を明確にすることには意味がある。そこで本研究では、系統的な考察によって、結晶内での位置の変化 Δx_i に伴う方位回転 ΔR の対数角を Δw_i とすれば、 $\Delta w_i / \Delta x_j$ が $\kappa_{ij} = \Delta w_i / \Delta x_j = \delta\phi_i / \delta x_j$ となることを示した。これにより、SEM/EBSD法で得られるデータから格子湾曲テンソルの成分を求めることができる。図2がこの関係が成立することを概念的に示すものであり、本報告書でも既に記した δR を N 回繰り返した回転が R そのものであるという関係から、対数角の位置による変化が位置の変化 Δx に伴う方位回転 ΔR についての平均的格子湾曲テンソルの成分を与えることがわかる。以上が理論的な研究により得られた成果の一つである。

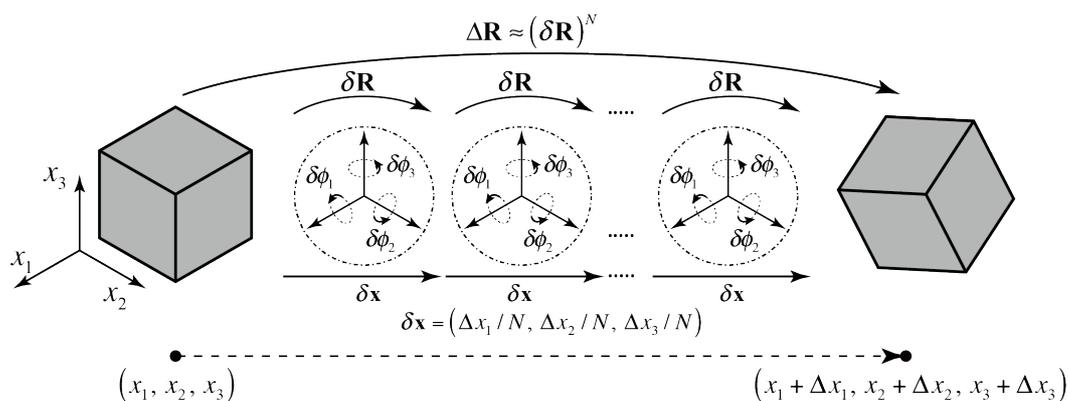


図2 結晶内での位置の変化 Δx_i に伴う方位回転 ΔR の対数角を Δw_i とすれば、 $\Delta w_i / \Delta x_j$ が $\kappa_{ij} = \Delta w_i / \Delta x_j = \delta\phi_i / \delta x_j$ となり、対数角の位置による変化が平均的格子湾曲テンソルの成分を与えることを示す概念図。

また、実験的な研究の成果の一例としては、巨大ひずみ加工によって作製された銅の超微細結晶粒材料を対象にして、塑性変形に伴う結晶粒の大きさや形状の変化、そして結晶粒内における方位変化を本研究で得られた知見を応用して観察し、それらの変化の原因を考察した。そして、巨大ひずみ加工後の更なる塑性変形によって結晶粒内で方位変化が生じることは材料中のどの結晶粒で共通であっても、塑性変形方向と結晶粒方位の相対的な関係の違いや結晶粒の大きさの違いを原因として、結晶粒ごとに微細化と粗大化という全く異なる組織変化が同一の超微細結晶粒材料のなかで起こることを見出した。これは、巨大ひずみ加工による材料の微細化に限界があり、ある限界量以上のひずみを付与しても微細化が進行しなくなる現象に合理的な解釈を与えるものである。

さらに実験的な研究についての成果のもう一つの例について記す。銅単結晶を用いて塑性変形にともなう方位変化,すなわち,初期方位からの変化,塑性変形後の方位の場所による変化,塑性変形による方位の分裂,といった現象を調べた。図3(a)は圧延前の銅単結晶の形状と方位を示しており,図中のRDが圧延方向,NDが圧延面法線方向,TDがそれらと直交する試験片側面法線方向である。この単結晶に厚さ減少率が15%の圧延加工を室温で行い,図3(a)に示す色つけ箇所において方位の場所による変化を調べた。図3(b)が,この箇所の圧延後のNDと平行な結晶方位を示すEBSD測定結果(逆極点図マップ)である。図3(b)に記載されている線分OAに沿った位置の変化による方位変化を111極点図により示しているのが図3(c)であり,ステレオ投影図が示す方位は線分の原点Oにおける結晶方位である。これらの結果より,図3(b)に縞状の色の帯で示されている方位変化がTD回りの回転であり,この図中に記入したような観察面と交差する刃状転位列の形成によって説明できるものであることがわかる。

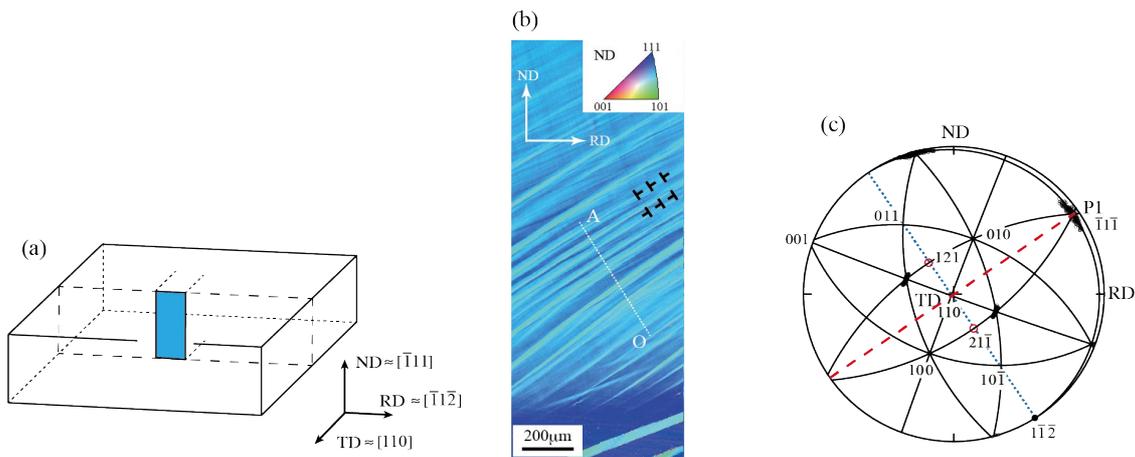


図3 塑性変形にともなう方位変化を調べるために行った実験の概要と得られた結果。(a)圧延に供した銅単結晶方位と圧延後に方位観察を行った面,(b)圧延後の結晶方位の場所による変化を示すEBSD測定結果(逆極点図マップ),(c)圧延後の結晶方位の場所による変化を示す111極点図。

図3に示した方位変化の考察を,対数角の概念を用いて方位変化の成分に注目して行った。その結果,圧延時の塑性変形の機構と圧延により形成される転位組織について,以下のような知見を得ることができた。

- ・圧延による塑性変形は,図4(a)に示す,傾いた $\{111\}$ 面上での転位の運動によって進行し,これらの転位が形成する正負の転位壁の並びが図3(b)と(c)に示される方位変化をもたらす。
- ・圧延によって形成される転位壁は巨視的には図4(b)に示すような刃状転位壁とみなせるが,これは二重すべりの結果であり,微視的には図4(c)に示す異なるバーガスベクトルを持つ二種類の刃状転位壁が共存することによって構成されている。これは,圧延による方位変化を対数角の概念によって成分分割すると,図4(c)に示す二種類の刃状転位壁に対応する成分が共存していることからわかることである。

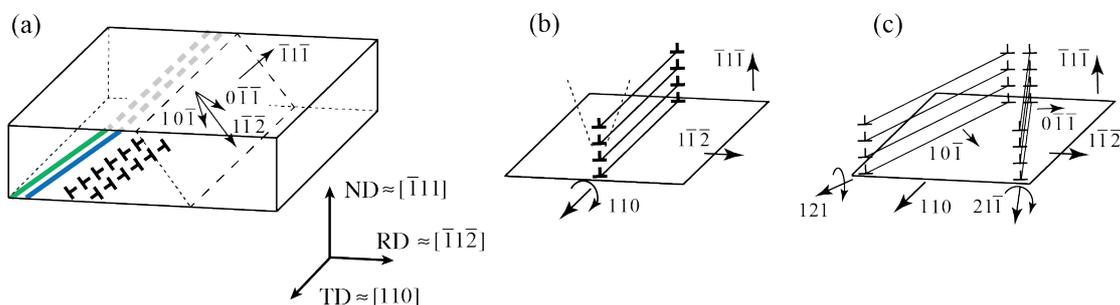


図4 圧延後の銅単結晶における方位変化を説明するための模式図。(a)図3(b)に示されている縞状の方位変化は,この図中に点線で囲んだすべり面上の転位の活動と堆積によって正負の転位壁の並びが形成された結果として説明することができる。形成された転位壁は巨視的には図(b)中の方位を持ち,図中のTD//110周りの結晶回転をもたらすものと説明できる。しかし,微視的には,この転位壁は図(c)中の異なるバーガスベクトルを持つ二種類の刃状転位壁が共存することによって構成されていることが対数角を使った解析でわかった。

以上、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、材料中の結晶方位を評価するための特性角であることを示した。そして、塑性変形後の単結晶や多結晶における結晶方位回転について対数角を測定し、解析を行った。さらに、対数角の値の変化を基準座標系回りの回転成分の変化として評価し、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た。これらによって、結晶内での塑性変形の進展や不均一性、つまり転位の運動や分布を調べるための新しい指導原理を示すことができた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計8件)

S. Onaka and K. Hayashi, Interpretation of elements of the logarithm of a rotation matrix as rotation components around coordinate axes of a reference frame, *Journal of Mathematical Chemistry*, 査読有, Vol.54, 2016, pp.1686-95.

DOI:10.1007/s10910-016-0644-5

鯉坂祐介, 宮嶋陽司, 尾中 晋, 冷間圧延による{111} 112 銅単結晶の方位変化の SEM/EBSD 解析, 日本金属学会誌, 査読有, Vol.80, 2016, pp.553-61.

DOI:10.2320/jinstmet.J2016016

③S. Onaka and K. Hayashi, Description of Changes in Crystal Orientations by the Elements of Logarithm of a Rotation Matrix, *Scanning*, 査読有, 2017, Accession Number 29109815, pp.4893956.

DOI:10.1155/2017/4893956

④K. Hayashi and S. Onaka, Analysis of Inhomogeneous Crystal Rotation in a Grain after Plastic Deformation of a Polycrystalline Low Carbon Steel, *Materials Transactions*, 査読有, Vol.59, 2018, pp.386-92.

DOI:10.2320/matertrans.M2017337

松谷亮輔, 宮嶋陽司, 尾中 晋, 巨大ひずみ加工により作製された超微細粒銅の引張せん断試験での結晶粒の微細化と粗大化, 日本金属学会誌, 査読有, Vol.82, 2018, pp.442-48.

DOI:10.2320/jinstmet.JAW201804

松谷亮輔, 尾中 晋, 対数角による Nye の Lattice Curvature Tensor の表現, 日本金属学会誌, 査読有, Vol.82, 2018, pp.415-18.

DOI:10.2320/jinstmet.JAW2018033

R. Matsutani, T. Miyajima and S. Onaka, Refinement and Coarsening of Grains Caused by Tensile-Shear Tests in Ultra-Fine Grained Cu Processed by Severe Plastic Deformation, *Materials Transactions*, 査読有, Vol.60, 2019, pp.751-757.

DOI:10.2320/matertrans.M2018379

R. Matsutani and S. Onaka, Representation of Nye's Lattice Curvature Tensor by Log Angles, *Materials Transactions*, 査読有, Vol.60, 2019, pp.935-938.

DOI:10.2320/matertrans.M2019049

〔学会発表〕(計10件)

林 邦夫, 尾中 晋, 塑性変形後の結晶粒内方位解析による結晶粒微細化の初期段階の調査, 塑性加工春季講演会, 2017.6.9, じゅうろくプラザ(岐阜県・岐阜市).

林 邦夫, 尾中 晋, 低炭素鋼の塑性変形に伴う結晶回転の解析, 日本鉄鋼協会秋季講演大会, 2017.9.6, 北海道大学(北海道・札幌市).

高増宣仁, 小ヶ倉勇樹, 宮嶋陽司, 尾中 晋, 超微細粒 Ni 多結晶材の集合組織と弾性変形挙動の評価, 日本金属学会秋期講演大会, 2017.9.6, 北海道大学(北海道・札幌市).

松谷亮輔, 宮嶋陽司, 尾中 晋, 超微細粒銅の塑性変形に伴う結晶粒の形状と方位の変化, 日本金属学会秋期講演大会, 2017.9.6, 北海道大学(北海道・札幌市).

浜野航貴, 宮嶋陽司, 尾中 晋, 双結晶銅における圧延による方位変化に及ぼす粒界と低温焼鈍の影響, 日本金属学会秋期講演大会, 2017.9.6, 北海道大学(北海道・札幌市).

松谷亮輔, 宮嶋陽司, 尾中 晋, 大変形前後における超微細粒銅での同一領域での組織変化の観察, 日本金属学会春期講演大会, 2018.3.19, 千葉工業大学(千葉県・習志野市).

服部夏実,宮嶋陽司,尾中 晋,Cu 単結晶における圧痕周りでの結晶方位変化の位置依存性,日本金属学会秋期講演大会,2018.9.19,東北大学(宮城県・仙台市).

古谷 玲,宮嶋陽司,尾中 晋,引張変形により延性破壊した銅単結晶試料表面の方位測定,日本金属学会秋期講演大会,2018.9.19,東北大学(宮城県・仙台市).

松谷亮輔,宮嶋陽司,尾中 晋,ECAP 加工で作製した超微細粒銅の引張変形時における単純せん断変形,日本金属学会秋期講演大会,2018.9.19,東北大学(宮城県・仙台市).

松谷亮輔,中田伸生,尾中 晋,超微細粒銅における単純せん断変形の誘起による引張変形時の破断伸びの増大,日本金属学会春期講演大会,2019.3.20,東京電機大学(東京都・足立区).

〔図書〕(計0件)

なし

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

なし

取得状況(計0件)

なし

〔その他〕

ホームページ等

なし

6. 研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名:宮嶋 陽司

ローマ字氏名:MIYAJIMA, Yoji

所属研究機関名:東京工業大学

部局名:物質理工学院

職名:助教

研究者番号(8桁):80506254

(削除:2018年3月28日.金沢大学へ異動のため)

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。