

令和 2 年 6 月 29 日現在

機関番号：82118

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2017～2019

課題番号：17H04820

研究課題名(和文) 時間分解ラウエ回折法による衝撃破壊素過程の解明

研究課題名(英文) Study of shock-wave induced fracture process using time-resolved Laue diffraction

研究代表者

一柳 光平 (Ichiyangi, Kouhei)

大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所・研究員

研究者番号：70435618

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 15,300,000円

研究成果の概要(和文)：衝撃波を誘起するための高強度NdガラスレーザーとPhoton-Factory Advanced Ringから得られる放射光の硬X線パルスを用いたポンプ・プローブ型の時間分解X線回折測定システムの開発に成功した。開発したタイミング制御装置により任意のタイミングで放射光から得られる100ピコ秒の硬X線パルスを用いて、レーザー衝撃圧縮時における金属の衝撃微細化過程やセラミックスの衝撃誘起相転移のX線回折データを取得するとともに、データ解析を行った。これにより、衝撃波内部で金属粒子がナノサイズ化をナノ秒の時間で起こすことが明らかとなり、その時生成された転位の密度も精度良く決定することが出来た。

研究成果の学術的意義や社会的意義

材料の衝撃破壊過程は不可逆かつ瞬間的な動的現象であり、衝撃破壊時における物質の変形過程をその場測定するのは難しい。本研究では、放射光の硬X線パルスと衝撃波を発生させる高強度レーザーを組み合わせた時間分解X線回折法により衝撃波が伝搬する際の材料変形機構の観測を可能にした。衝撃波による材料変化をその場測定することで、耐衝撃性の材料評価や材料設計開発の研究指針となる。

研究成果の概要(英文)：We developed snap-shot and pump-probe time-resolved X-ray diffraction system using a High power Nd:Glass laser and a hard X-ray pulse required from the Photon Factory Advanced Ring. The wavelength, pulse width, and energy of the high power laser, which driven shock wave are 1064 nm, 12 ns, and 15 J/pulse, respectively. We succeeded in constructing the synchronization system of the high power laser and the hard X-ray, which has the 100 ps pulse width. By using this equipment system, we measure the refinement of metal particle and phase transition of ceramics materials under laser-induced laser shock wave loading. The grain of aluminum metal was reduced from micro- to nano-size within a few nanosecond. In addition, the in-situ dislocation density can be determined from X-ray diffraction data under shock wave loading.

研究分野：衝撃超高压

キーワード：衝撃破壊

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

従来、高速衝突や高強度レーザーによって発生する衝撃波を用いた動的高圧実験では、主に高圧の状態方程式についての音速測定の結果から議論されてきた。しかし、材料の衝撃破壊過程や反応に関わる衝撃現象の詳細な解析には、状態方程式だけではなく、衝撃圧縮に伴う構造ダイナミクスの時定数の情報が必須である。固体内に伝搬する衝撃波が弾性-塑性転移もしくは相転移を含んだ場合、その衝撃波の構造は各成分の密度に依存した多段衝撃波になることが分かっている。固体材料で重要な 10 万-100 万気圧程度の圧縮の場合、1 軸圧縮から等方圧縮へと変化する弾性-塑性転移と高圧相転移によって衝撃波プロファイルの中で複雑に構造変化することがレーザー速度干渉計による音速測定と状態方程式研究により分かっている。また弾塑性転移で衝撃圧縮された固体が等方圧縮されることで流体的になるとされているが十分に検証されていない。その理由として音速測定はバルクの情報であり構造情報は持たず圧力 P と体積 V の関係のみの情報しか得ることが出来ない。そのため固体の弾性-塑性転移 (<10 GPa) を理解するためには衝撃波伝搬方向も考慮した 3 次元の構造変化を同時に観測しなければならない。弾性限界での構造変化を議論するうえで必要な圧力・温度履歴と 3 次元の構造履歴の相関性を議論することが出来れば、衝撃圧縮のような歪み速度が速い場合の降伏現象と衝撃波破壊の素過程の解明を行うことが可能になる。

2. 研究の目的

固体に衝撃波を与えた場合、弾性波と呼ばれる 1 軸の応力波が先に進み、弾性限界を超えたときの降伏における応力緩和により等方圧縮へ転移し塑性波となる衝撃波特有の現象がある。この弾性-塑性転移は衝撃破壊の素過程であり、この固体の弾性限界 (HEL: Hugoniot Elastic Limit) は歪み速度に依存する。衝撃波プロファイル測定からナノ秒オーダーの時定数の応力緩和現象が観測されているが、弾性限界時に起こる動的構造変化である欠陥・転位生成メカニズムは明らかにされていない。申請者は、マクロな音速測定と 3 次元の結晶構造を観測出来る白色 X 線パルスを用いた時間分解ラウエ回折法を組み合わせ、衝撃圧縮の高い歪み速度場における固体の弾性-塑性転移ダイナミクスを明らかにすることを目的とする。

3. 研究の方法

本研究は、高エネルギー加速器研究機構 (KEK) の Photon Factory Advanced Ring (PF-AR) の時間分解 X 線測定専用ビームラインの AR-NW14A に 100 ピコ秒の白色 X 線パルス(中心波長 8) と高強度 Nd ガラスレーザーを組み合わせた時間分解ラウエ回折、または時間分解粉末 X 線回折を開発する。さらにレーザー速度干渉計 (VISAR: Velocimetry Interferometer System of Any Reflector) により衝撃波プロファイルを測定し、圧力履歴と構造の相関性を明らかにすることで衝撃圧縮下の 3 次元圧縮状態の可視化法を開発する。

放射光 X 線パルスと高出力 Nd ガラスレーザーを用いた時間分解 X 線回折により多結晶アルミニウムにより衝撃波発生過程や圧力値を最適化し、Si(100)単結晶の弾塑性転移過程を時間分解ラウエ回折により明らかにする。

4. 研究成果

(1) 放射光 X 線パルスと高強度 Nd ガラスレーザーを利用した時間分解 X 線回折の開発

固体の弾-塑性転移メカニズムを明らかにするためパルス幅が 100 ps の放射光 X 線パルスを用いたレーザー衝撃圧下の時間分解 X 線回折を AR-NW14A で実施した。衝撃波駆動レーザーとして、3 段で構成される Nd ガラス増幅装置と種光となる Nd:YAG レーザーからなる高強度 Nd ガラスレーザー (16 J/pulse、パルス幅 12 ns、波長 1064 nm) を設置した。高強度 Nd:レーザーパルスと、PF-AR の X 線パルスをピコ秒の時間精度で合わせ、レーザーを集光照射 (10^{12} W/cm²) することによりアブレタがプラズマ化して吹き飛ばす反作用により 10 万気圧以上の圧力波を伝搬させる (図 1 参照)。回折パターンを 1 遅延時間毎に X 線 1 パルスを用いて 2 次元検出器により測定した。

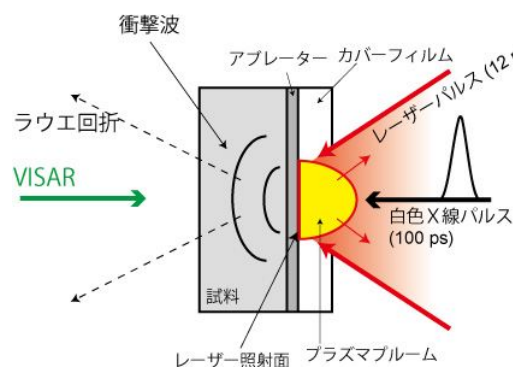


図 1. 放射光 X 線パルスを用いたレーザー衝撃実験

(2) 多結晶アルミによる衝撃圧力の最適化

図 2 に、2 次元検出器により測定した多結晶アルミニウム 111 の Debye-Sherrer リングを動径方向に積分した回折プロファイルの時間変化を示す。衝撃波伝搬とともに広角側に圧縮されたアルミニウム 111 のピークが出現し、衝撃波が裏面に到達すると衝撃波の反射とともに衝撃圧力が解放される様子も観測が出来た。アルミニウムの 111 面の面間隔変化から等方圧縮を仮定する

と 20 GPa 以上の圧力が達成されたことを確認した。

(3) Si[100]単結晶の弾性-塑性転移過程の直接観測

図 3 に、100 μm の Si[100]単結晶の時間分解ラウエ回折を示す。Si[001]は約 9 GPa の HEL を持つことが先行研究の音速測定から明らかになっている。16 keV のピークを持ち $\Delta E/E = 15\%$ のエネルギー幅を持つ放射光 X 線パルスを [100] 方向から 13° 傾けることで衝撃波伝搬方向と垂直の (02-2)、(0-2-2) や (00-4) と、衝撃波伝搬報告の情報を含む (133) を同時に測定する傾斜型の時間分解ラウエ回折測定法に成功した。各回折点は弾塑性転移点を超えると、塑性破壊により回折点がブロード化した。衝撃波伝搬と共に音速が異なる弾性波と塑性波が分離することで (131) の回折点が分離し、広角側に新しいピークが出現したのが分かる。(022) と (040) は衝撃波による弾性変形の方でないことからピークの分離は観測されず塑性変形による不均一性の増大から回折ピークのブロード化が進むこと様子が観測された。さらに (022) から広角側に新しい回折点が出現し、これは 12 GPa 付近で現れる $-\text{Sn}$ 相もしくは Imma 相と考えられる。

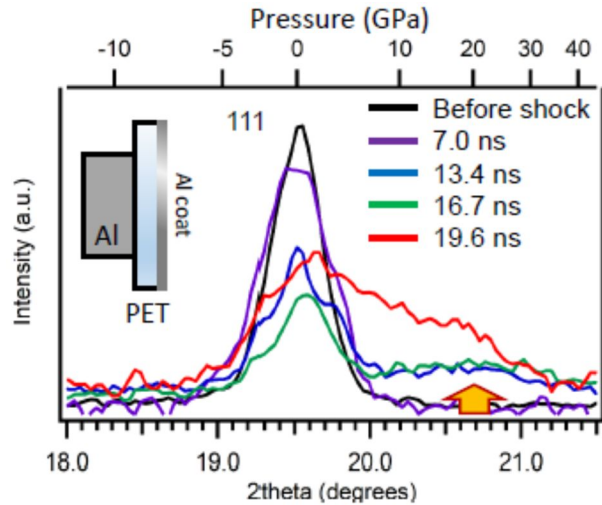


図 2. Nd ガラスレーザーによる衝撃圧の見積もり、多結晶アルミニウム 111 の回折ピークシフトの時間変化と圧力の関係

さらに (022) から広角側に新しい回折点が出現し、これは 12 GPa 付近で現れる $-\text{Sn}$ 相もしくは Imma 相と考えられる。

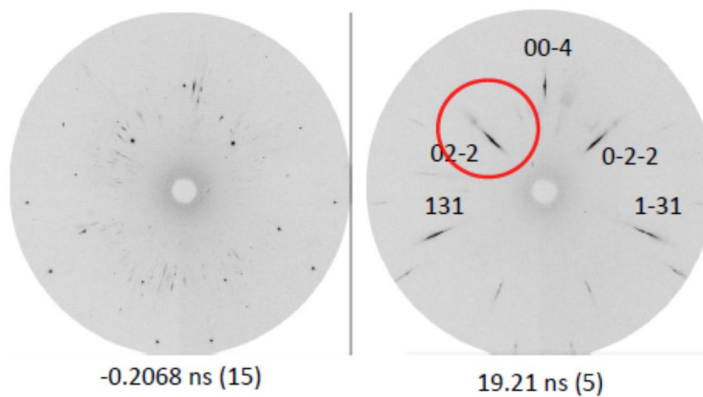


図 3. Si(100)を 13° 傾けた透過型ラウエ回折の結果。レーザー照射タイミングに対して -0.2 ns と 19.2 ns の回折パターン。衝撃波伝搬方向に対して垂直方向の (02-2) と (0-2-2)、(00-4) の回折点の塑性破壊によるブロードニング

以上、Nd ガラスレーザーと放射光白色 X 線パルスを利用した時間分解ラウエ回折で得られた実験結果から Si[100]の弾塑性転移と、弾塑性転移にともなう構造相転移が本研究によって明らかとなった。放射光を用いたレーザー衝撃実験の応用へ向けた制御法や、衝撃現象特有の弾塑性転移と材料の衝撃破壊特性を評価し新規材料研究の指針となることを期待する。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Takagi Sota, Ichiyangi Kouhei, Kyono Atsushi, Nozawa Shunsuke, Kawai Nobuaki, Fukaya Ryo, Funamori Nobumasa, Adachi Shin-ichi	4. 巻 27
2. 論文標題 Development of shock-dynamics study with synchrotron-based time-resolved X-ray diffraction using an Nd:glass laser system	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Synchrotron Radiation	6. 最初と最後の頁 371 ~ 377
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1107/S1600577519016084	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 Ichiyangi Kouhei, Takagi Sota, Kawai Nobuaki, Fukaya Ryo, Nozawa Shunsuke, Nakamura Kazutaka G., Liss Klaus-Dieter, Kimura Masao, Adachi Shin-ichi	4. 巻 9
2. 論文標題 Microstructural deformation process of shock-compressed polycrystalline aluminum	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 7604
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-019-43876-2	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する
1. 著者名 2.T. Shimizu, M.V. Luong, M. Cadtal-Raduban, M. J. F. Empizo, K. Yamanoi, R. Arita, Y. Minami, N. Sarukura, N. Mitsuo, H. Azechi, M.H. Pham, H.D. Nguyen, K. Ichiyangi, S. Nozawa, R. Fukaya, S. Adachi, K. G. Nakamura, K. Fukuda, Y. Kawazoe, K. G. Steenbergen, and P. Schwerdtfeger	4. 巻 110
2. 論文標題 High pressure band gap modification of LiCaAlF6	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 Applied Physics Letters	6. 最初と最後の頁 141902-4
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/1.4979106	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 該当する
1. 著者名 一柳光平、高木壮大	4. 巻 29
2. 論文標題 放射光X線パルスを用いた時間分解X線回折法による衝撃圧縮下の構造ダイナミクス	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 高圧力の科学と技術	6. 最初と最後の頁 119-128
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 オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

〔学会発表〕 計12件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 高木壮大、興野純、野澤俊介、一柳光平
2. 発表標題 時間分解XRD・DXAFSを用いたAlCuFe準結晶形成メカニズムの解明
3. 学会等名 2019年度量子ビームサイエンスフェスタ
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 K. Ichiyangi
2. 発表標題 In situ observation of microstructure deformation in shock compressed polycrystalline aluminum using synchrotron source based time-resolved X-ray diffraction
3. 学会等名 4th International conference on Matter and Radiation at Extreme
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 高木壮大、一柳光平、川合伸明、深谷亮、野澤俊介、興野純、船守展正、足立伸一
2. 発表標題 Direct observation of the transformation toughening of tetragonal stabilized zirconia under shock deformation condition by ns time-resolved XRD
3. 学会等名 日本地球惑星科学連合2019年大会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 K. Ichiyangi
2. 発表標題 The elastic-plastic deformation process of shock compressed silicon using time-resolved Laue diffraction
3. 学会等名 LSC 2018（招待講演）（国際学会）
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 高木壮大、一柳光平、川合伸明、深谷亮、野澤俊介、興野純、船守展正、足立伸一
2. 発表標題 3YTZPの静的・動的圧縮下での挙動のその場観察
3. 学会等名 第32回日本放射光学会年会放射光科学合同シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 一柳光平、高木壮大、川合伸明、深谷亮、野澤俊介、中村一隆、船守展正、木村正雄、足立伸一
2. 発表標題 パルスレーザー照射時における金属材料の衝撃誘起塑性破壊過程
3. 学会等名 第32回日本放射光学会年会放射光科学合同シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 稲本壮志、川合伸明、一柳光平
2. 発表標題 ジルコニアセラミックスの衝撃応答特性
3. 学会等名 第59回高圧討論会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 一柳光平
2. 発表標題 放射光X線パルスで観測する衝撃圧縮下の弾塑性転移ダイナミクス
3. 学会等名 CMRC研究会「P-V-T-d /dT構造物性：衝撃圧縮実験@SACLA/PF-AR」（招待講演）
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 高木壮大、一柳光平、川合伸明、野澤俊介、深谷亮、興野純、船守展正、足立伸一
2. 発表標題 イットリア添加正方晶ジルコニアの静的・動的圧縮下での挙動
3. 学会等名 第59回高圧討論会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 一柳光平、高木壮大、川合伸明、野澤俊介、深谷亮、福本恵紀、若林大佑、興野純、中村一隆、船守展正、足立伸一
2. 発表標題 高強度レーザー誘起衝撃圧縮下における 構造・反応ダイナミクス
3. 学会等名 2017年度量子ビームサイエンスフェスタ
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 高木壮大、一柳光平、深谷亮、野澤俊介、川合伸明、興野純、船守展正、足立伸一
2. 発表標題 レーザー衝撃圧縮下でのナノ秒時間分解XRD装置の開発
3. 学会等名 日本地球惑星科学連合2018年大会
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 川合伸明、一柳光平
2. 発表標題 物質の衝撃応答における不均一性
3. 学会等名 PF研究会「測定しているけど見えていない情報を引き出すためには？～不可逆反応、不均一反応での情報科学/計算科学×計測技術の融合～」
4. 発表年 2017年～2018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
--	---------------------------	-----------------------	----