

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 2 年 6 月 30 日現在

機関番号：82118

研究種目：挑戦的研究(萌芽)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K18999

研究課題名(和文) 角度分散型時間分解X線回折法による3次元衝撃圧縮状態の研究

研究課題名(英文) Study of 3-dimensional shock compression state using angle-dispersive XRD method

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) 4,900,000円

研究成果の概要(和文)：固体の衝撃圧縮状態を3次元で可視化するための放射光X線パルスを用いた角度分散型の時間分解X線回折法の技術開発を行った。高エネルギー加速器研究機構のPhoton Factory Advanced RingのAR-NW14Aで、高強ガラスレーザーによるレーザー駆動の衝撃波によって加圧されたときのSi単結晶の弾性・塑性変形の振る舞いを時間分解ラウエ回折により観測し、塑性破壊過程を観測した。その後、AR-NW2においてX線集光系を用いて角度分散型X線回折測定法の評価および、Si(111)における(004)の回折点を角度スキャンなしに測定することに成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまで高速かつ不可逆過程である衝撃波による材料の構造変化を直接観測するのは困難であったが、本研究で提案する放射光と角度分散型の時間分解X線回折測定を組み合わせることで極短時間における材料変化を3次元で観測することが可能になった。このX線パルスを用いた結晶構造の直接計測法を材料破壊の試験及び評価で使用出来れば、衝撃波による材料破壊の新規評価法として貢献が期待できる。

研究成果の概要(英文)：Synchrotron X-ray pulse is a widely used diagnostic technique for characterizing the shock compressed materials. Angular dispersive X-ray diffraction for measuring the 3-dimensional structural change under shock wave propagation has been developed at the AR-NW14A beamline at the Photon Advanced Ring (PF-AR) at the High Energy Accelerator Research Organization. An Elastic-plastic deformation process of shock compressed Silicon crystal (100) was able to observe by the time-resolved Laue diffraction at the AR-NW14A. Besides, we demonstrated the angular dispersive X-ray diffraction method at the AR-NW2A beamline. The (004) diffraction peak of Silicon crystal (111) was measured by the Angular dispersive XRD method without angular oscillation.

研究分野：衝撃超高压

キーワード：衝撃破壊 時間分解X線測定

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

高速衝突・爆発で発生する衝撃波により固体は極短時間で衝撃破壊される。この高い圧力の衝撃波は、速い歪み速度で物質を変化させ不可逆な衝撃破壊を発生させる。従来の衝撃超高压の研究は音速測定により衝撃波プロファイルを観測し衝撃波面での構造変化を Rankine-Hugoniot の式から推定してきたが、最近では放射光の高強度硬 X 線パルスを用いた In-situ の X 線回折の実験が始まっている。しかしながら両プローブでは、マクロな音速変化もしくは衝撃波伝搬方向のみの格子変化を観測しているだけである。そのため衝撃破壊に重要なせん断応力の緩和過程や、3次元の構造情報は取得できていない。

本研究は、レーザー誘起衝撃波の伝搬方向の構造変化と伝搬垂直方向の変化を同時に測定する時間分解 X 線回折測定法を開発し、衝撃波特有の現象である速い歪み速度場における弾性-塑性変形過程を明らかにする。衝撃圧縮過程は、不可逆過程であり計測の条件として 1 パルスで測定しなければならない。通常、放射光の X 線を用いた X 線回折による構造解析や構造変化を計測する場合、発散角が少ないため特定の回折点を測定するには単色 X 線を用いて角度スキャンをしなければならない。そのため単色 X 線の 1 パルスを用いた衝撃圧縮下の動的構造の計測は、結晶の方向性がない多結晶の試料に限定され、衝撃波伝搬方向に対して選択性を持って構造を測定することが難しい。そのため本研究で提案する手法は、集光ミラーを用いて指向性の良い X 線パルスを集光し角度発散を付けることで角度情報が位置情報に変換され一度に回折プロファイル測定することが可能になる。この計測法から試料に対して透過配置と反射配置を測定することで衝撃波伝搬方向と垂直方向の両方の構造変化を時系列で明らかにする。

### 2. 研究の目的

固体の衝撃圧縮状態を 3 次元で可視化するための角度分散型の時間分解 X 線回折測定法の技術開発を行う。高強度レーザー駆動の衝撃波によって加圧されたときの応力偏差を観測し、特に速い歪み速度領域で変形する際に起こる弾性-塑性転移ダイナミクスでの 1 軸圧縮から等方圧縮へ変化と衝撃圧縮下における等方圧縮性を明らかにする。

### 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 線測定ビームライン AR-NW14A と AR-NW2A で行う。始めに白色 X 線パルスを用いた時間分解ラウエ回折法により Si[100]単結晶の弾塑性転位ダイナミクスを観測し、その後集光ミラーを用いて 1 ショットで角度スキャンなしで測定する手法を開発する。AR-NW14A で放射光の X 線パルスと衝撃波駆動用レーザーの Nd ガラスレーザーの同期システムを構築し、レーザー誘起衝撃波による Si[100]単結晶の弾性変形と、弾性限界を超えたとき塑性破壊過程の観測を行った。次に AR-NW2 で集光ミラーを用いて Si[111]の(040)の回折点を角度スキャンなしで測定する手法の開発を行った。

### 4. 研究成果

#### (1) 放射光白色 X 線パルスを用いた時間分解ラウエ回折による Si の弾塑性転移過程の観測

レーザー誘起衝撃波は、高強度レーザーを試料表面に集光照射することで表面近傍の物質を吹き飛ばし、その反作用で高い圧力の衝撃波が試料内部に向かって伝搬する。その衝撃波伝搬過程で起こる Si の弾性変形 (伝搬する方向の変形) から、等方的な圧縮過程について時間分解ラウエ回折で測定した。Si[100]にたいして X 線を垂直に入射し、Si を 13° 傾けることで衝撃波伝搬方向の情報を拭くむ (13-1) と、伝搬方向に対して垂直方向の面である (004) と (022) を同時に測定することが出来た。白色 X 線パルスを用いた場合、Si の結晶格子の異方的な構造変化

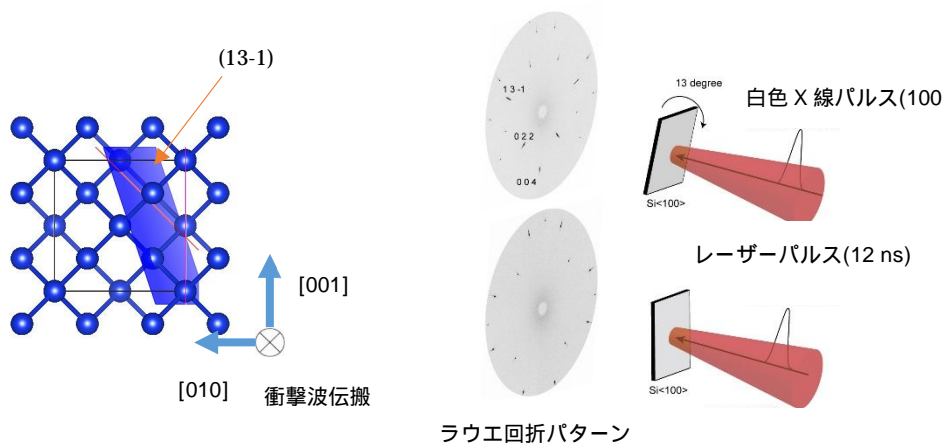


図 1 (左) Si 単結晶の[100]方向の衝撃波伝搬に対する格子面(13-1)、(022)と、(004)。(右) Si(100)単結晶の 13° 傾斜の時間分解ラウエ回折測定

に敏感であり回折スポットの位置は、各軸のアスペクト比(圧縮方向とせん断方向の格子面間隔)に対応する。衝撃波伝搬方向を含む格子面(13-1)構造変化は、異方的な弾性変形が観測され、衝撃波伝搬方向に対して垂直な面である(004)と(022)は結晶が塑性破壊したときX線の入射にたいして面傾きが不均一になりブロード化した。この回折ピークの変化から本研究の実験条件でSi[100]の圧縮で弾塑性変化していることが確認出来た。

## (2) 集光系を用いた角度分散型のX線回折法の開発

AR-NW2AでX線集光装置を使い角度分散型の時間分解X線回折の装置の評価を行った。湾曲Si(111)結晶を用いてX線を集光することで、本来指向性の良い単色の放射光X線をある程度角度を付けてSi[111]に照射した。検出器はPilatus 100 Kを用いて(004)の回折点を角度スキャンなしで測定を行った。まだ測定系の十分な最適化には至らなかったがレーザー衝撃実験で角度分散型のX線回折法の有用性が十分検証できた。

## 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 1件/うちオープンアクセス 1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 T. Shimizu, M. Luong, M. Cadatal-Raduban, M.F. Empizo, K. Yamanoi, R. Arita, Y. Minami, N. Sarukura, N. Mitsuo, H. Azechi, M. Pham, H. Nguyen, K. Ichiyangi, S. Nozawa, R. Fukaya, S. Adachi, K. G. Nakamura, K. Fukuda, Y. Kawazoe, K.G. Steenbergen, 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 ~ 141902
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 -

1. 著者名 一柳 光平、高木 壮大	4. 巻 27
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) 10.4131/jshpreview.27.119	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10件（うち招待講演 4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 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 (招待講演)
4. 発表年 2019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測
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@PF-AR/SACLA」（招待講演）
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 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
2. 発表標題 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
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 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 量子ビームサイエンスフェスタ
4. 発表年 2017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～」（招待講演）
4. 発表年 2017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