

令和 6 年 9 月 18 日現在

機関番号：84502

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21H01677

研究課題名（和文）衝撃波誘起塑性破壊下における転位生成・成長のフォノン粘性抵抗依存性の解明

研究課題名（英文）Phonon viscous resistance dependence of dislocation formation and growth under shock wave induced plastic fracture

研究代表者

一柳 光平 (Ichiyangi, Kouhei)

公益財団法人高輝度光科学研究センター・回折・散乱推進室・研究員

研究者番号：70435618

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,800,000 円

研究成果の概要（和文）：衝撃波による材料破壊メカニズムは、音速で伝搬する衝撃波内部で高速かつ不連続的に発生する現象であり、その場計測を含めて極めて定量化が難しい。本研究は、時間分解X線回折測定を駆使し、衝撃圧縮下における単結晶の塑性破壊メカニズムをその場観測を行った。Si[001]単結晶の衝撃波伝搬方向と、衝撃波伝搬方向と垂直方向の結晶格子面の同時測定として時間分解ラウエ回折測定と、角度分散型の時間分解X線回折測定を構築した。Si[001]単結晶を用いて、弾性限界以上の高い歪みの衝撃圧縮を加えて、塑性破壊時における格子の応答の直接観測に成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究は、社会生活における安全な生活を送るための材料評価法およびその衝撃破壊の物理的なメカニズムの解明を目的として行った。特に、衝撃波による破壊現象は、身近にあるなかで発生した場合、人体および社会生活に大きな影響を及ぼす現象である。放射光のX線パルスにより、その場観察から高速破壊現象を定量化することで安心・安全な社会生活の構築を目指す研究である。

研究成果の概要（英文）：The mechanism of material fracture by shock waves is extremely difficult to quantify, including in-situ measurements, because it is a fast and discontinuous phenomenon occurring inside shock waves propagating at the speed of sound. In this study, time-resolved X-ray diffraction measurements were used to observe the plastic fracture mechanism of single crystals under shock compression, and time-resolved Laue diffraction measurements and angle-dispersive time-resolved X-ray diffraction measurements were constructed to simultaneously measure the shock wave propagation direction and the crystal lattice plane perpendicular to the shock wave propagation direction for Si[001] single crystals. Direct observation of the lattice response during plastic fracture of Si[001] single crystals was successfully achieved by applying shock compression at high strains above the elastic limit.

Translated with www.DeepL.com/Translator (free version)

研究分野：衝撃圧縮、時間分解X線回折

キーワード：衝撃高圧

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

衝撃波による材料破壊メカニズムは、音速で伝搬する衝撃波内部で高速かつ不連続的に発生する現象であり、その場計測を含めて極めて定量化が難しい。特に、衝撃波伝搬過程のような高い歪み速度における材料の衝撃破壊は、低い歪み速度における破壊現象と大きく異なることが示唆されている。例えば、 10^5 s^{-1} 以上の領域では降伏応力とその温度依存性が不連続的に変化することが知られている。その高い歪み速度領域は、温度上昇とともに降伏応力が増加するような現象が起こる。降伏現象にともなう塑性破壊は、静的な歪み速度場では熱活性過程で破壊の初期現象である転位の成長が起こるが、高い歪み速度場ではフォノン粘性抵抗に依存した転位生成・成長過程になることが知られている。

高い応力の衝撃波が物質内に伝搬したとき、音速の異なる弾性波が先行し、その後に塑性波が後続する。弾性限界を超えた場合、弾性波を追従する塑性波の波面で高速に塑性破壊が進行し、3次元的な圧力状態へと移行することがマクロな音速測定から明らかになっている。しかし、弾塑性転移近傍での原子スケールおよびメソスコピック領域における構造ダイナミクスが明らかになっていない。これまでの計測では、衝撃波伝搬方向のみであり、せん断横領などは直接求めることが出来なため衝撃波による塑性破壊にともなう欠陥と転位の生成メカニズムは十分に理解できていない。衝撃波内における転位生成メカニズムの解明のためには放射光の高強度 X 線パルスを用いたシングルショット型時間分解測定による、原子レベルでの弾塑性ダイナミクスの解明が必要である。

2. 研究の目的

高強度レーザー誘起による衝撃波発生法と、放射光 X 線パルスを組み合わせたシングルショット型時間分解 X 線回折測定法を用いて3次元的に圧縮状態を測定するシステムを構築する。白色 X 線パルスを用いた X 線回折測定とシングルショット型の角度分散時間分解 X 線回折測定装置を開発する。この計測装置を用いて衝撃波伝搬下における転位生成・成長メカニズムを解明することを目的とする。衝撃波による塑性破壊は、引っ張り試験のような通常の変形による塑性破壊とは異なるフォノン粘性抵抗に依存することが示唆されている。高い歪み速度における材料破壊の基礎的な現象を理解し、材料の変形・破壊現象に新しい実験的実証を示すことを目的として行った。

3. 研究の方法

本研究開発では、高エネルギー加速器研究機構の 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 を用いて行った。高い圧力の衝撃波を発生するためのレーザーに物質に約 10 万気圧以上の圧力を印可出来る Nd: ガラスアンプが付いている高強度ナノ秒レーザーを用いた[1,2]。波長は 1064 nm、パルス幅は約 12 ns であり、おおよそ 12 ns の間、高圧力を保持できる。12 J/pulse のレーザーは 500 μm に集光させた。その衝撃波が伝搬する過程を直接観測するために、PF-AR の硬 X 線パルスを用いた。PF-AR は通年シングルバンチモード運転されており、エネルギーバンド幅にも依存するが他の国内外の施設と比べて 1 パルスあたりのフォトンフラックスが最大 10^9 photons/pulse と非常に高い。このプローブとなる X 線パルスと、衝撃波を駆動するレーザーの時間を同期させて衝撃圧縮下におけるその場 X 線回折測定を実現している。

通常、衝撃波は 1 方向に伝搬する応力波である。そのため従来の手法では主に伝搬方向の歪みプロファイルを測定するか、X 線パルスを用いて伝搬方向の結晶格子の変化を測定してきた。本研究開発は、弾塑性転移をまたぐ弾塑性転移メカニズムの解明のため衝撃波伝搬方向の結晶格子変形と、伝搬方向に対して横方向の結晶格子の両方を測定するシステムを構築した。

白色 X 線パルスを用いた時間分解ラウエ回折を用い、衝撃波伝搬方向と垂直方向の格子面の同時計測法を確立した。透過型 X 線配置では、X 線パルスとレーザーパルスは同時方向に照射するが、15 keV にピークを持つ $\Delta E/E = 15\%$ のエネルギー幅、パルス幅が 100 ps の X 線パルスを用いた。X 線は $450 \mu\text{m} \times 250$

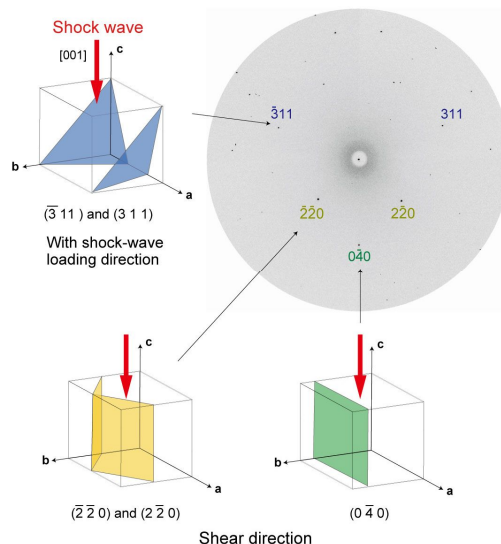


図 1. [001]から 13° 傾けて測定した Si[001]のラウエ回折像

μm にレーザー照射面に集光した。試料は、Si 単結晶の[001]に 50 μm の厚さでカットし、両面研磨を施し、衝撃波を駆動するアブレーターにアルミニウム 200 nm を蒸着した PET フィルムをレーザー照射面に接着した。Si 単結晶試料を 13 度に回転させることで衝撃波伝搬方向の格子面と伝搬方向に対して垂直な格子面の同時測定が可能になった。Si [001] の 1 パルスで測定したラウエ回折像を図 1 に示す。衝撃波伝搬方向は[001]であり、伝搬方向の情報を含む (-311) と (311) 以外に、[001]に垂直な(0-40)と(-2-20)と(2-20)が同時測定出来るよう X 線のエネルギーと試料の角度を調整した。この時間分解測定の結果については研究成果で述べる。

準白色 X 線パルス ($\Delta E/E = 1\%$) を用いた角度分解型測定の開発を行った。この測定法のねらいは、単結晶試料の X 線プロファイルの測定を角度スキャンなしに測定する手法である。通常単結晶の X 線回折測定は、試料を X 線軸に対して角度を振りながら測定する必要がある。その場合、角度を振って測定するため衝撃波伝搬過程のような不可逆過程の現象を測定するシングルショット型の測定とは非常に相性が悪い。本研究開発は、湾曲した Ru/C の多層膜結晶を用いて一軸集光することにより発散角を付けてシングルショットで X 線プロファイル測定する技術を検証した。

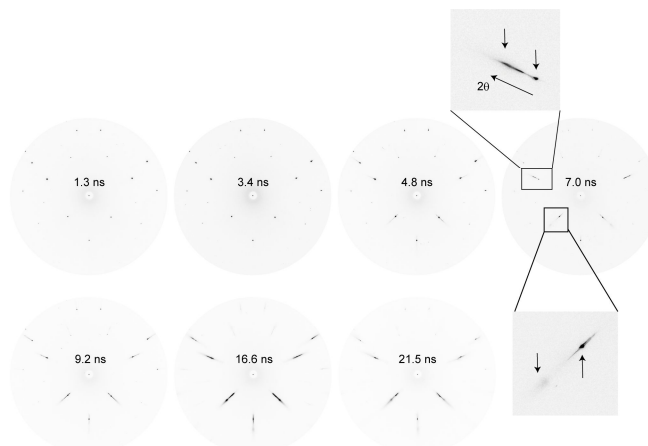


図 2. 衝撃波伝搬下における Si[001]の時間分解ラウエ回折像

4. 研究成果

白色 X 線パルスを用いた時間分解ラウエ回折法による Si 結晶の塑性破壊過程の計測結果を示すラウエ回折像の時間発展を図 2 に示す。(-311)と(311)は時間と共に広角側にシフトすることが分かる。これは、衝撃波伝搬方向に弾性変形している結果である[3]。完全弾性変形を仮定すると音速測定から決定している弾性限界を超えており、弾塑性転移を引き起こす 9 GPa 以上の応力が試料に印可していることが分かる(参考文献)。対照的に、衝撃波伝搬方向と垂直方向である(0-40)、(-2-20)、(2-20)は、衝撃波伝搬とともにブロードニングが起こり塑性破壊による完全結晶性の崩れを示すモザイク化が進行していることが明らかである。また(-2-20)と(2-20)は、広角側に幅の広い新しい回折ピークが出現した。この回折ピークは、Si の面心立方格子のせん断面{111}に対して塑性破壊による転位の生成から格子面回転が発生していることが示された。衝撃波による塑性破壊が進展するとともに圧縮方向に対して積層欠陥部分の結晶格子が高速回転した結果であると考えられる。この研究成果は、論文掲載に向けて準備している。

角度分散型測定の開発は、Ru/C の多層膜ミラーを純銅静製の治具の湾曲面に高い熱伝導性を持つ接着剤により張り付けることで Working distance が 4.5 mm 集光の角度が 1.5° で集光出来たことが確認できた。半値幅で 450 μm の幅を持つ X 線を 30 μm まで集光することが可能になった。この集光系システムを白色ラウエ時間分解 X 線回折装置に組み込むことで角度分散型の X 線回折測定が可能になる。

本研究では、衝撃圧縮下における弾塑性転移の直接観測が可能になった。この結果は、衝撃波伝搬に対して様々な格子面の変化を追跡し、塑性変形の初期過程を解明する重要なデータとなる。今後、角度分散型の時間分解 X 線回折測定の開発を進めていくことで、衝撃波による物質の破壊過程をより詳細に明らかになることで材料開発に貢献していくことが期待できる。

参考文献

- [1] Takagi, S., Ichiyangi, K., Kyono, A., Nozawa, S., Kawai, N., Fukaya, R., Funamori, N., and Adachi, S.I., (2020) Journal of Synchrotron Radiation, 27, 371.
- [2] Ichiyangi, K. and Nakamura, Kazuaka. G (2016) Metals, **, **.
- [3] Ichiyangi, K., Adachi, S.I., Nozawa, S., Hironaka, Y., Nakamura, K.G., Sato, T., Tomita, A., and Koshihara, S.Y., (2007) Applied Physics Letters, 91, 231918.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 0件）

| | |
|--|-------------------------------|
| 1. 著者名 Takagi Sota, Inukai Koji, Kawai Nobuaki, Nozawa Shunsuke, Kyono Atsushi, Fukaya Ryo, Adachi Shin-ichi, Ichiyonagi Kouhei | 4. 巻 118 |
| 2. 論文標題 Visualization of transformation toughening of zirconia ceramics during dynamic fracture | 5. 発行年 2021年 |
| 3. 雑誌名 Applied Physics Letters | 6. 最初と最後の頁 231901 ~ 231901 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/5.0044607 | 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 Jiangtao Li, Qiannan Wang, Liang Xu, Lei Liu, Hang Zhang, Sota Takagi, Kouhei Ichiyonagi, Ryo Fukaya, Shunsuke Nozawa, Jianbo Hu | 4. 巻 33 |
| 2. 論文標題 In situ observation of the phase transformation kinetics of bismuth during shock release | 5. 発行年 2024年 |
| 3. 雑誌名 Chinese Physics B | 6. 最初と最後の頁 046401 ~ 046401 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1088/1674-1056/ad0ec6 | 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 Niwa Yasuhiro, Takahashi Kei, Sato Tokushi, Ichiyonagi Kouhei, Abe Hitoshi, Kimura Masao | 4. 巻 831 |
| 2. 論文標題 Unique atomic structure of metals at the moment of fracture induced by laser shock | 5. 発行年 2022年 |
| 3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A | 6. 最初と最後の頁 142199 ~ 142199 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2021.142199 | 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2件（うち招待講演 1件/うち国際学会 1件）

| |
|---|
| 1. 発表者名 一柳光平、高木壮大、川合信明、深谷亮、野澤俊介 |
| 2. 発表標題 放射光X線パルスを使った時間分解X線回折測定による衝撃波伝搬下の物質構造ダイナミクス研究 |
| 3. 学会等名 2022年度衝撃波シンポジウム（招待講演） |
| 4. 発表年 2022年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 Kawai, Nobuaki ; Takagi, Sota ; Tracy, Sally ; Kobayashi, Takamichi ; Ichiyangi, Kouhei |
| 2. 発表標題 High-pressure phase transition of magnesium fluoride under shock compression |
| 3. 学会等名 APS Topical Conference on the Shock Compression of Matter 2022 (国際学会) |
| 4. 発表年 2022年 |

〔図書〕 計1件

| | |
|----------------------|-----------------|
| 1. 著者名 一柳光平他 | 4. 発行年 2022年 |
| 2. 出版社 朝倉書店 | 5. 総ページ数 458 |
| 3. 書名 高圧力の科学・技術事典 | |

〔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 |
|---------|---------|
|---------|---------|