

# X線回折・散乱を用いたダイナミクスの研究

シングルショット時間分解X線回折・散乱測定  
を使ったレーザー衝撃圧縮実験

東京大学大学院新領域創成科学研究科

一柳 光平



第2回コンパクトERLサイエンスワークショップ

# Outline

1. 衝撃圧縮について
2. シングルショット時間分解X線回折・散乱
3. 溶融石英の衝撃圧縮下における中間距離構造変化
4. 3%イットリアドーピングジルコニアセラミックスの相転移ダイナミクス
5. ビスマス多結晶フィルムの相転移ダイナミクス
6. cERLを用いた衝撃実験

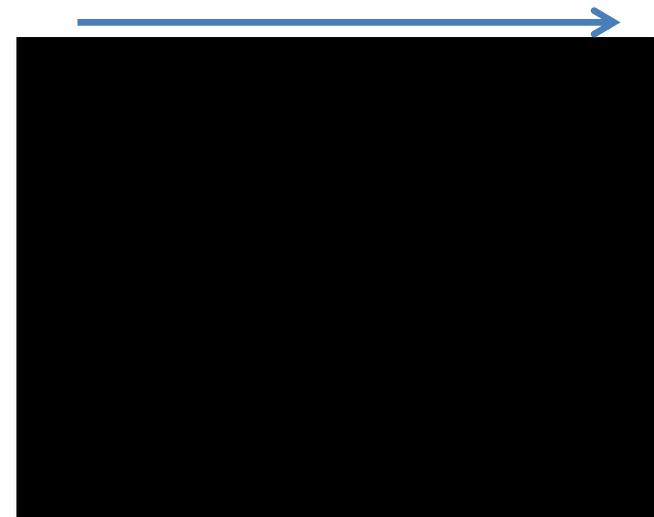
# 衝撃圧縮について

## 媒質中を伝搬する非線形な圧力波 (断熱圧縮)

### X線パルスを使った衝撃圧縮状態の観測

- ✓ 圧力-体積-**時間** (相転移ダイナミクス、短寿命の中間構造)
- ✓ 衝撃破壊のメカニズム解明 (圧縮-膨張-破碎) 不可逆過程
- ✓ 超高圧力における物理、状態方程式 (EOS)

Shock wave



# 放射光X線パルスを用いた衝撃実験

## 多層膜を用いたX線スペクトルの制御

White X-ray pulse ( $\Delta E/E = 15\%$ )



Single crystals  
(semiconductors and metals)

シリコン単結晶  
硫化カドミウム単結晶

High-flux X-ray pulse ( $\Delta E/E = 1-5\%$ )

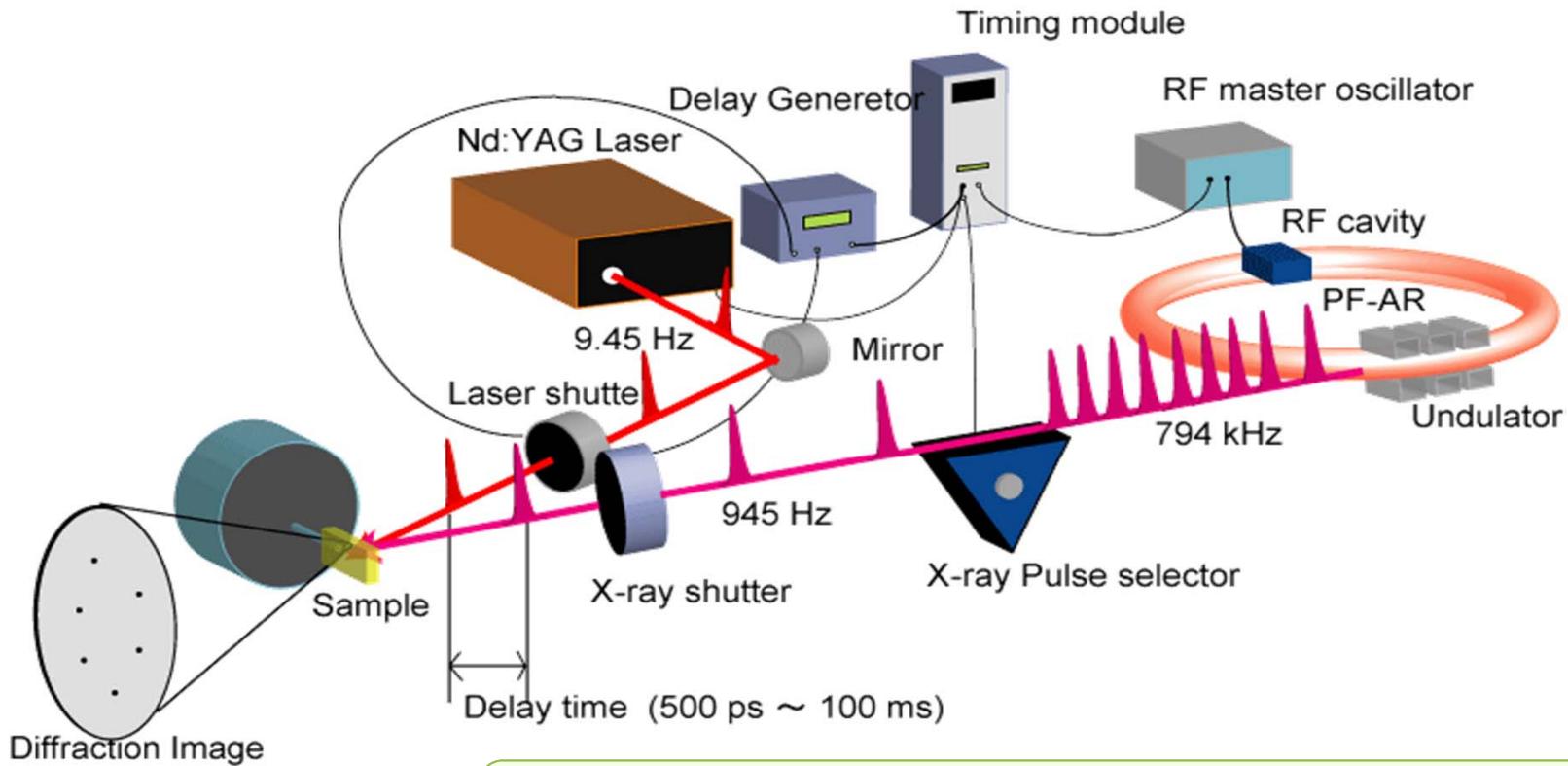


Polycrystal and amorphous  
(fused quartz and metal)

(擬似的な単色光源)

熔融石英  
セラミックス  
金属多結晶体  
複合材料系

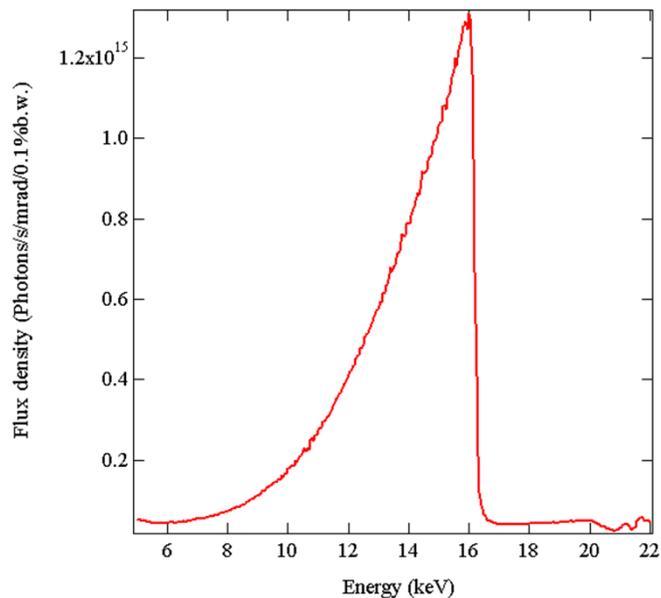
# Laser-pump X-ray-probe experimental setup @NW14A, KEK



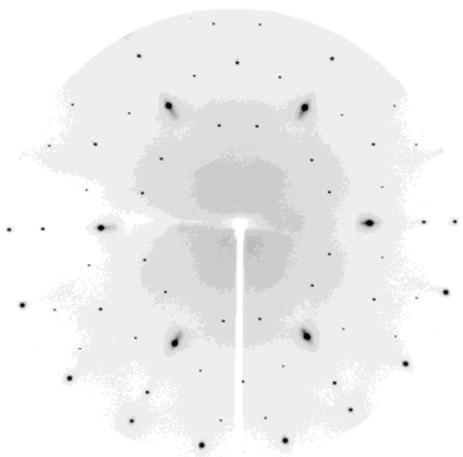
X-ray	15 keV ( $\Delta E/E = 15\%$ ), 100 ps, 945 Hz
Laser	1064 nm, 8 ns, 9.45 Hz

- 時間分解能 : 1 ns
- 遅延時間 : 1 ns – 100 ms

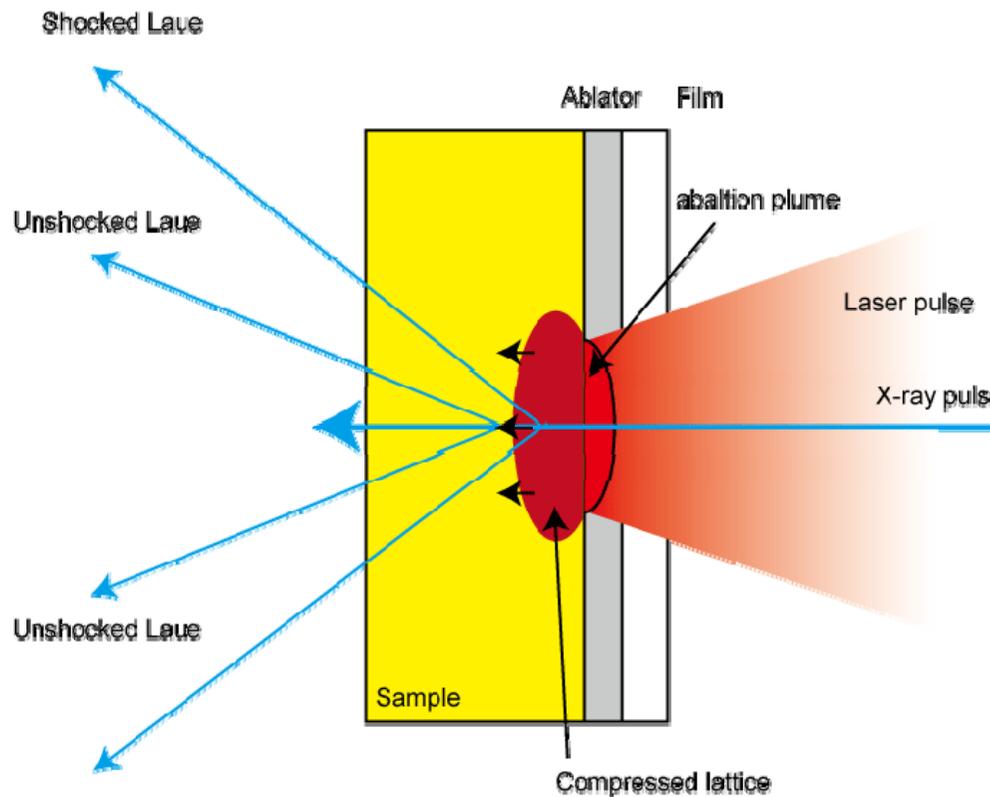
# Laue images of CdS single crystal at ambient condition



Wide-bandwidth X-ray ( $\Delta E/E = 15\%$ )



Laue image of CdS at ambient pressure

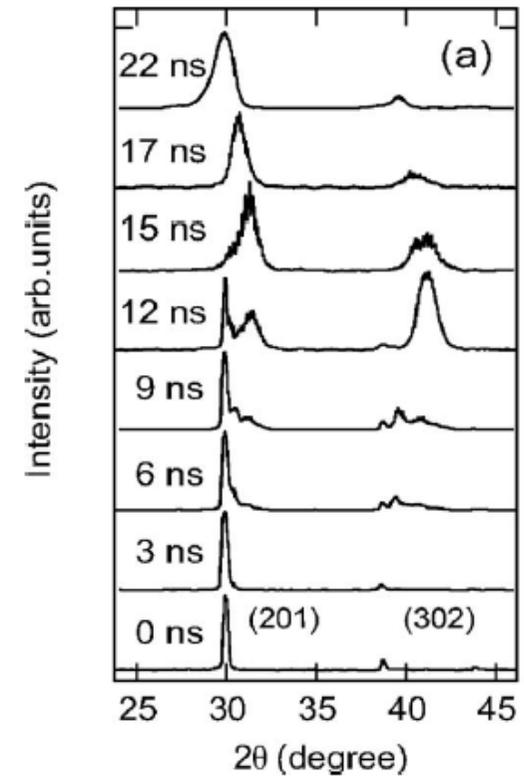
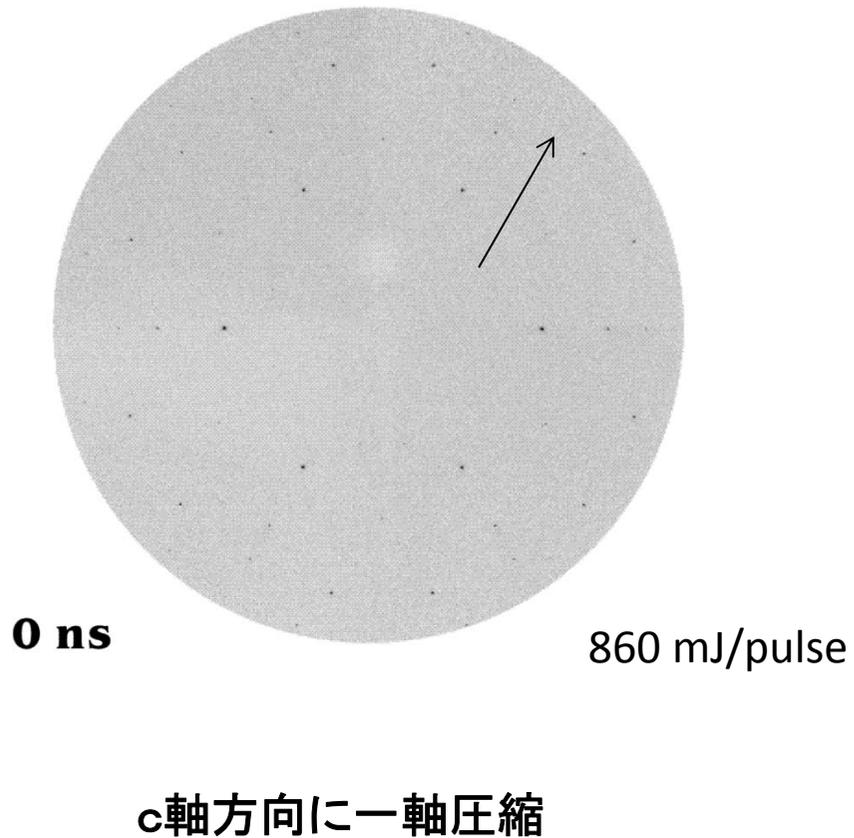


CdS(111)	50 $\mu\text{m}$ t
Ablator Al	50 nmt
Film	25 $\mu\text{m}$ t

X-ray focusing size : 400  $\mu\text{m}$  x 250  $\mu\text{m}$

Laser focusing size : 450  $\mu\text{m}$  $\phi$

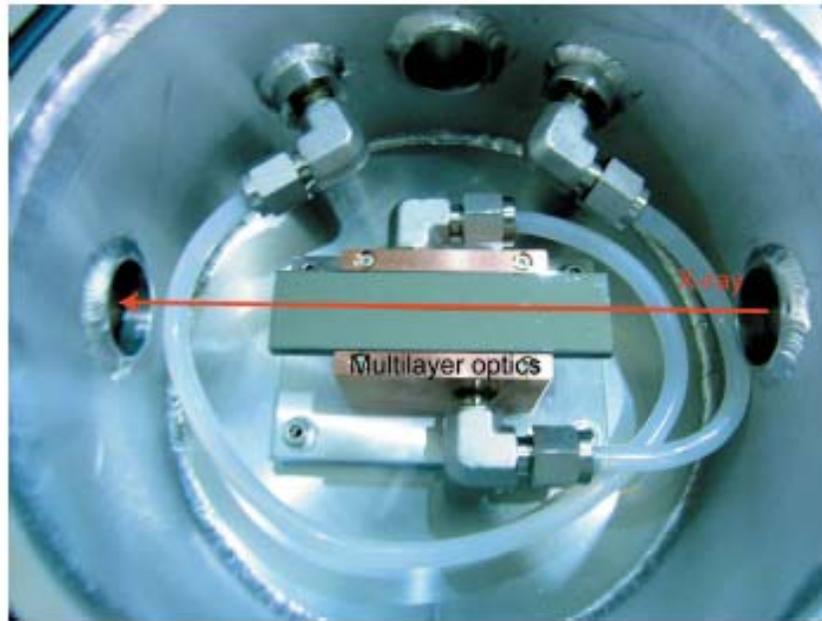
# Structural dynamics of CdS single crystal under shock wave loading



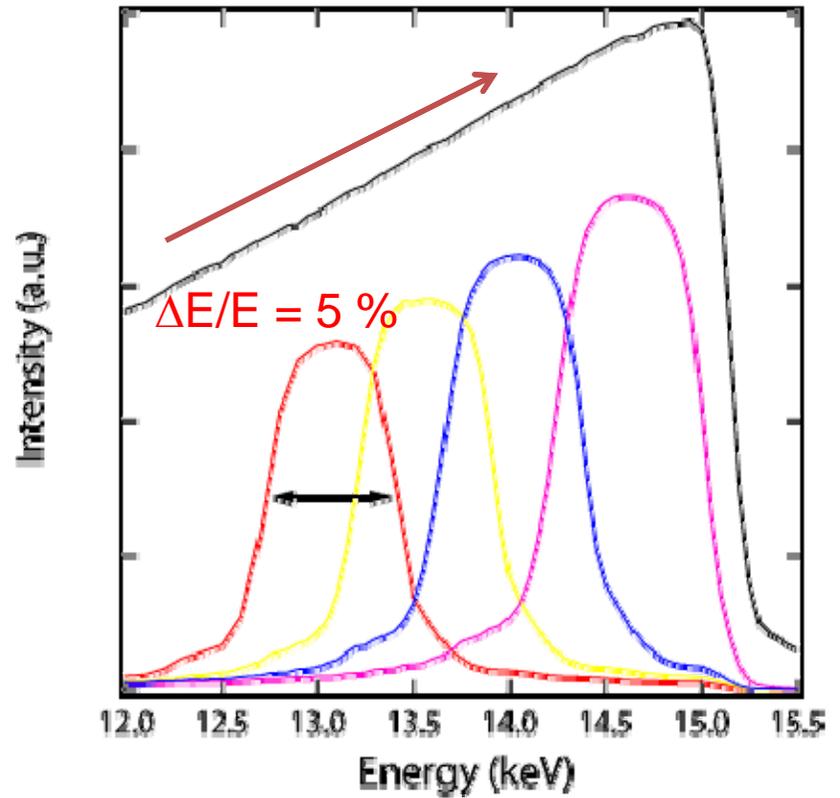
The 15 % bandwidth X-ray

K. Ichiyana, *et. al.*, Appl.Phys.Lett, (2007).

# Multilayer optics



The depth-graded Ru/C multilayer X-ray optics



K. Ichiyanagi, et al., J. Synchrotron. Rad, (2009).

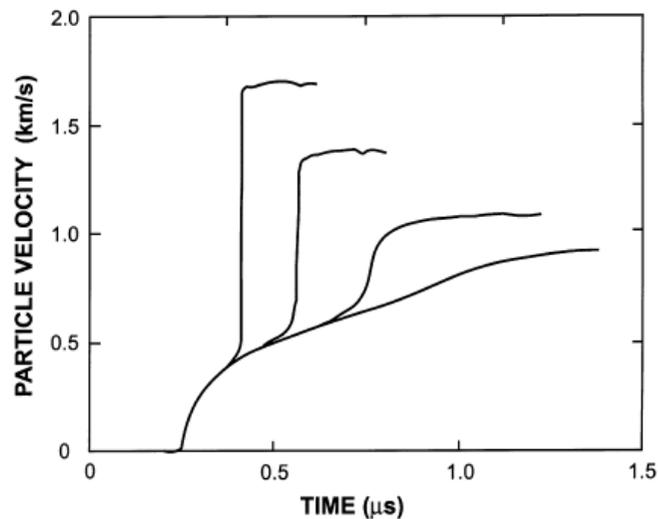
溶融石英の衝撃圧縮下における中間距離構造変化

3%イットリアドーピングジルコニアセラミックス  
の相転移ダイナミクス

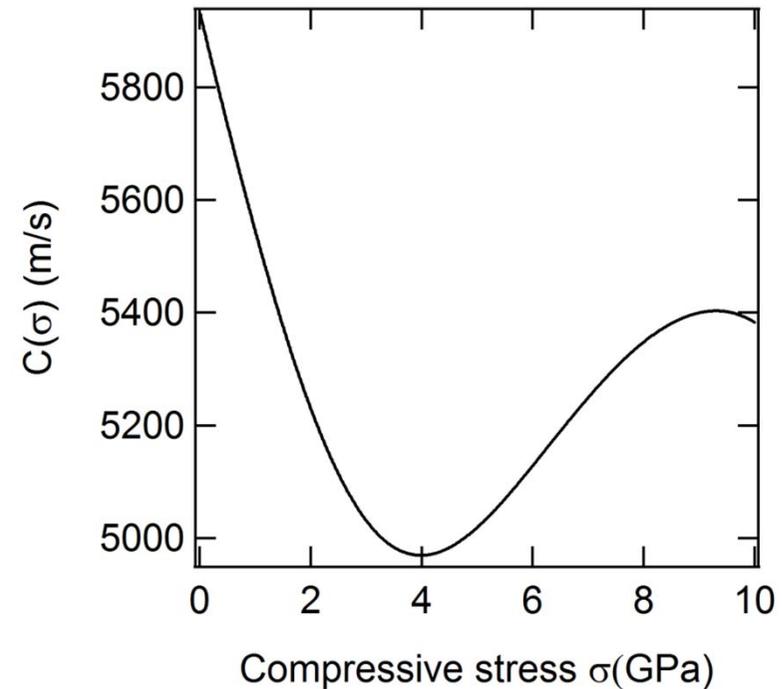
ビスマスの相転移ダイナミクス

# 熔融石英の非線形弾性応答

ramp-wave front up to 4 GPa.



Pressure profile of Soda-lime glass (Grady, Mech Mat, (1998) )



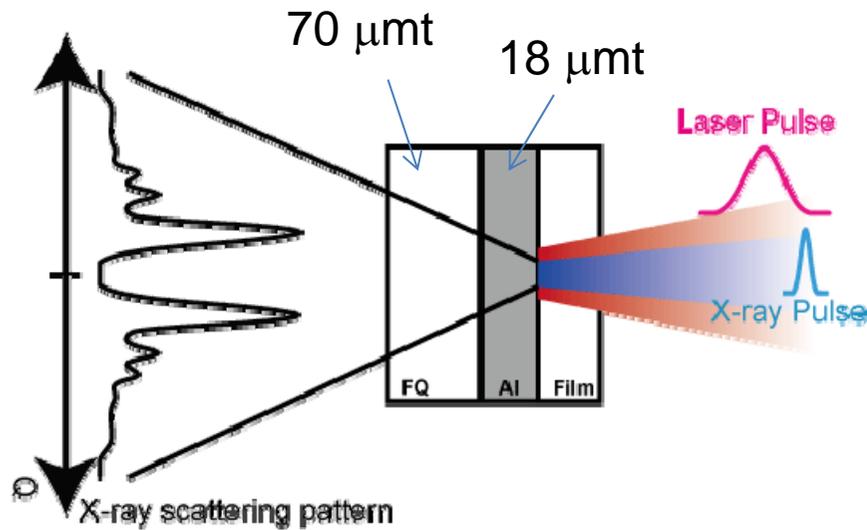
Nonlinear elastic response below 9.8 GPa

Barker and Hollenbach, J.Appl.Phys, (1970).

Forth-order stress-strain relation of fused quartz in elastic region

# 石英ガラスのシングルショット時間分解X線散乱

First Sharp Diffraction Peak (FSDP)

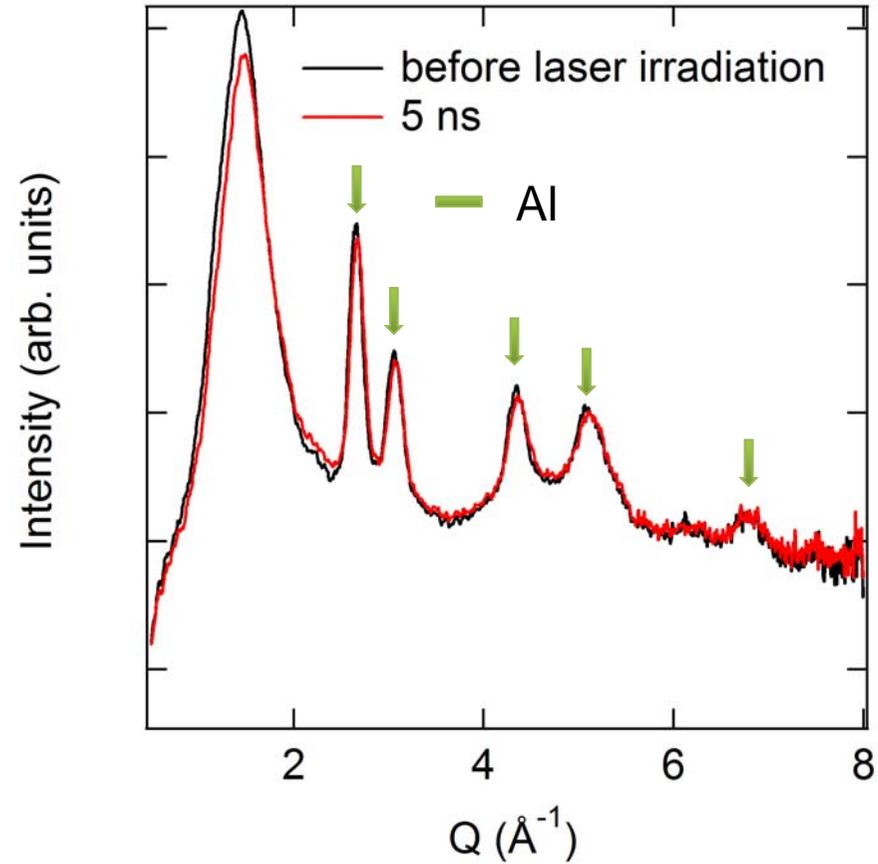


Sample

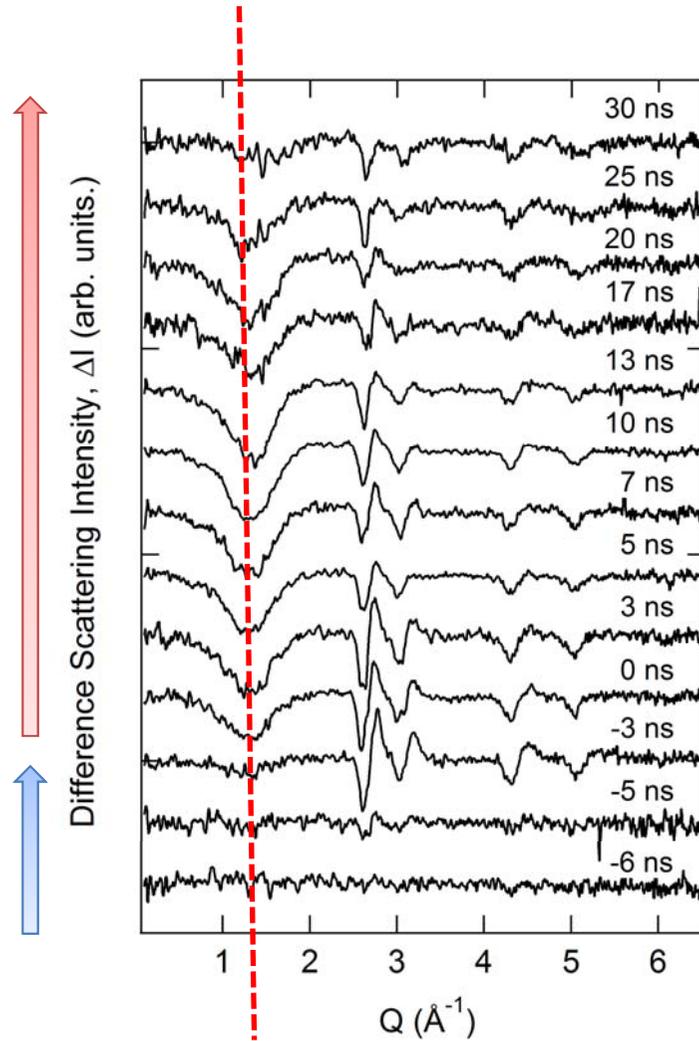
X-ray : 15.68 keV ( $\Delta E/E = 4.6\%$ )  
(0.45  $\mu\text{m}$  x 0.25  $\mu\text{m}$ )

Laser : 1064nm, 10 ns  
1.2 J/pulse  
(0.5  $\mu\text{m}\phi$ )

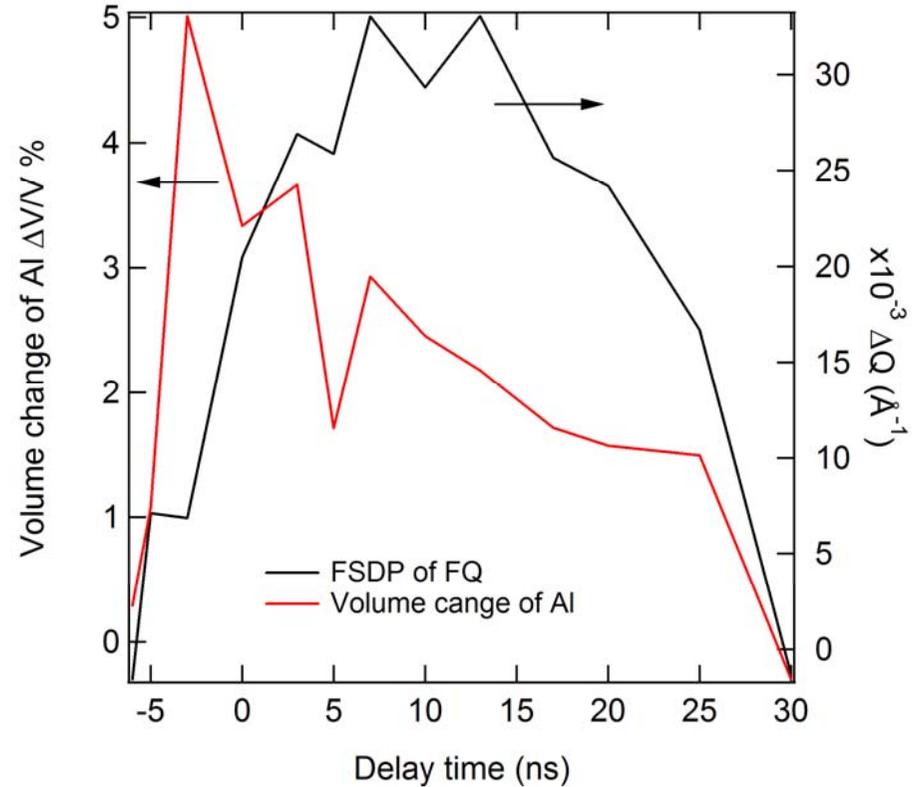
$2\pi/Q \approx 4\text{\AA}$



# Differential X-ray scattering curves



- Aluminum
- Fused quartz



$$\Delta Q = 0.035 \text{ \AA}^{-1} @ 3.65 \text{ GPa}$$

# イットリア安定化ジルコニアの高压構造相転移

3%-doped-YSZ

Shocked at 11 GPa

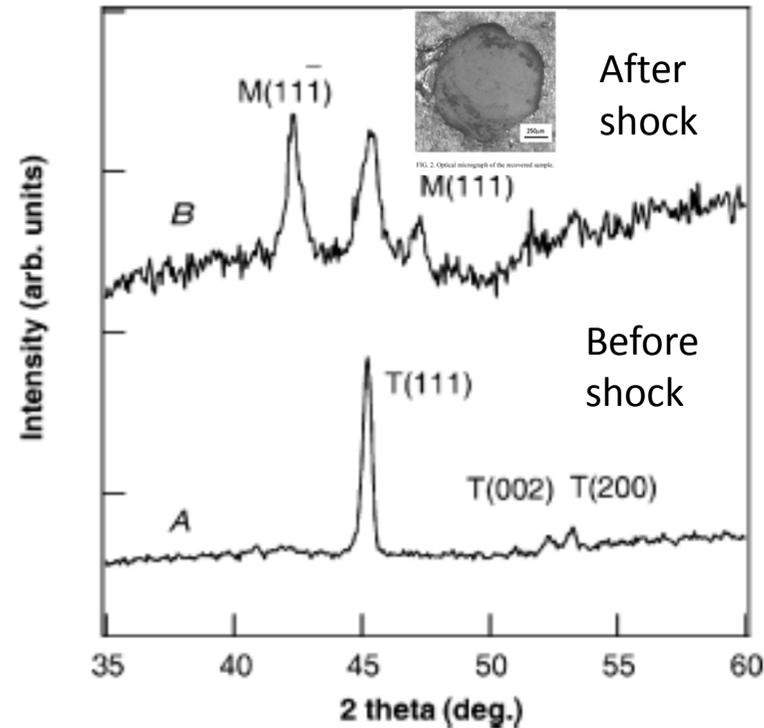
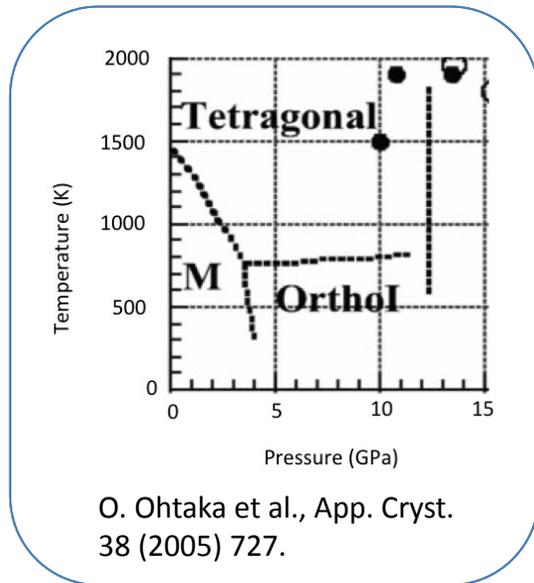
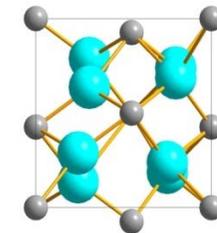


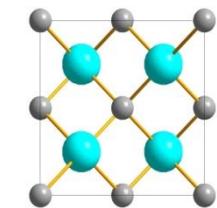
Fig. 7. X-ray diffraction patterns from pristine 3Y-TZP (A) and the 3Y-TZP recovered after pressure-pulse loading at 11 GPa (B).

A. Matsuda, K. G. Nakamura et al., STAM 5 (2004) 511

Monoclinic



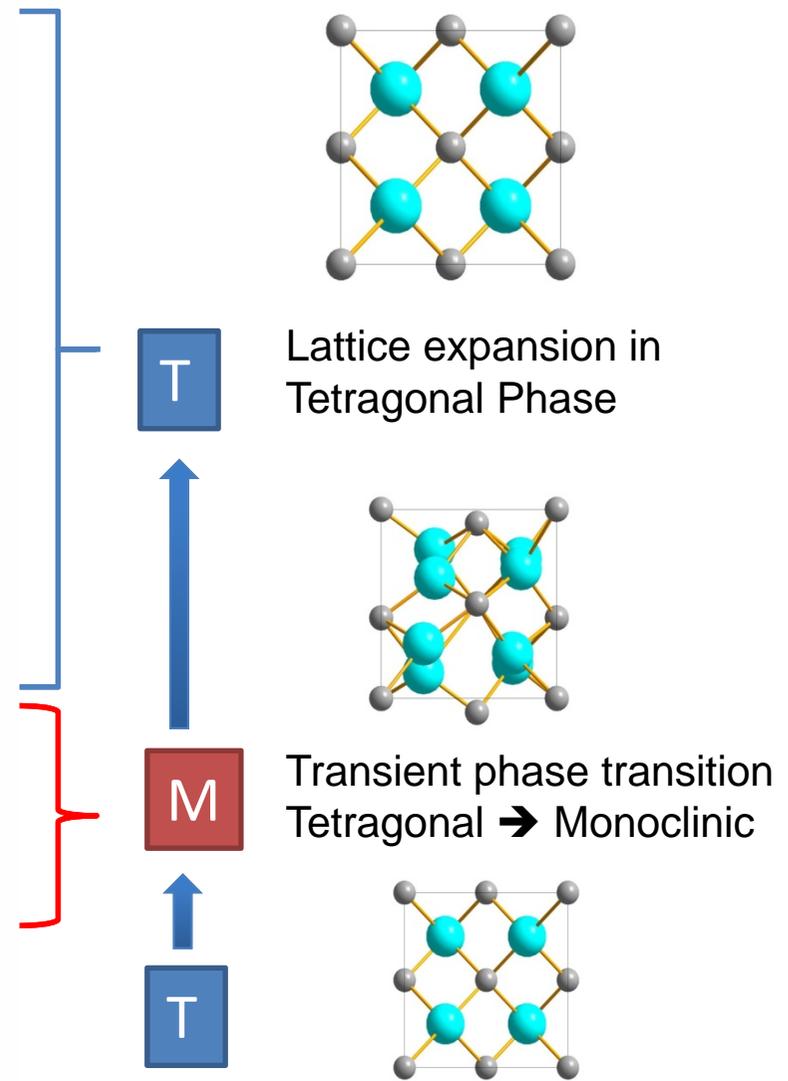
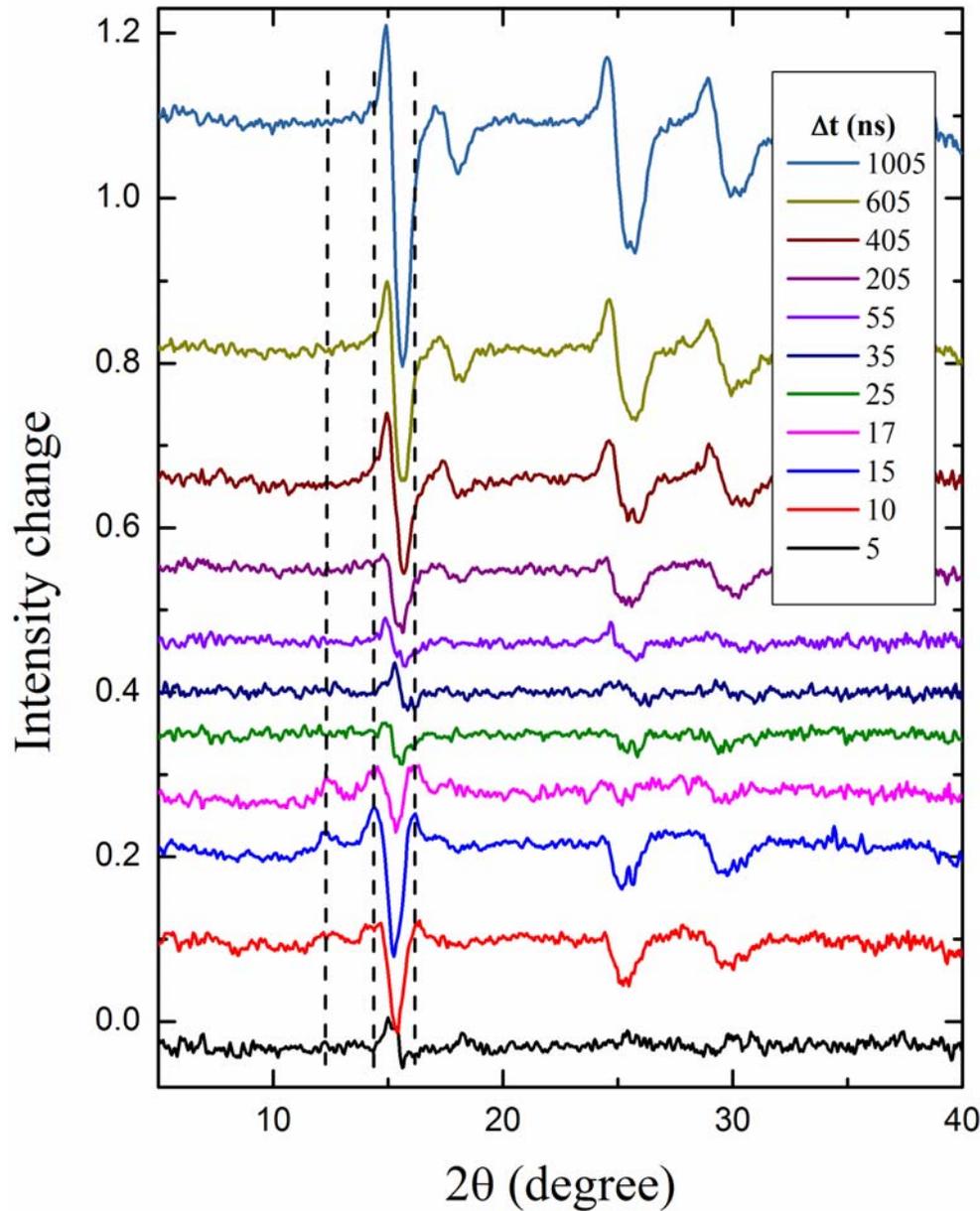
Tetragonal



変位型構造転移

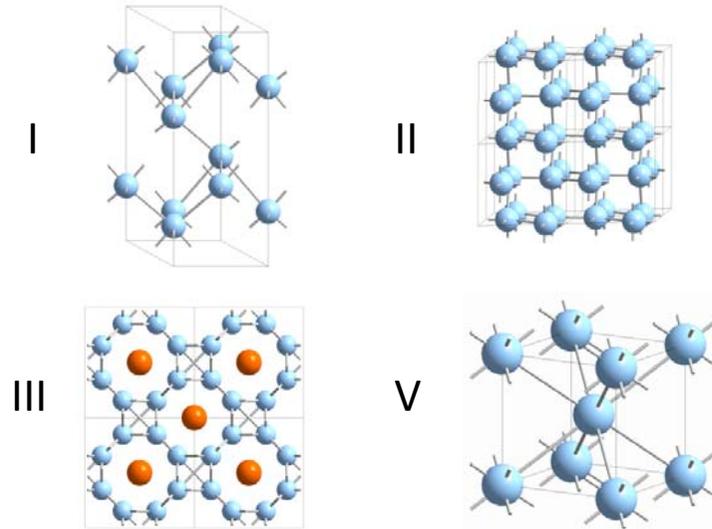
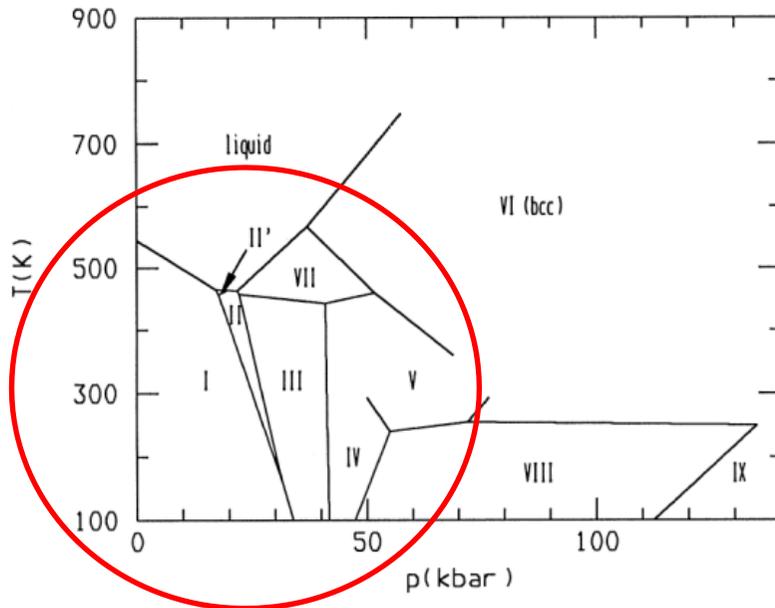
準安定相の高压構造転移のダイナミクス

# Time evolution of the differential rocking curves



# ビスマスの高圧構造相転移ダイナミクス

ビスマスは10GPa以下の圧力で多様な構造相をもち、高圧力基準物質のひとつ

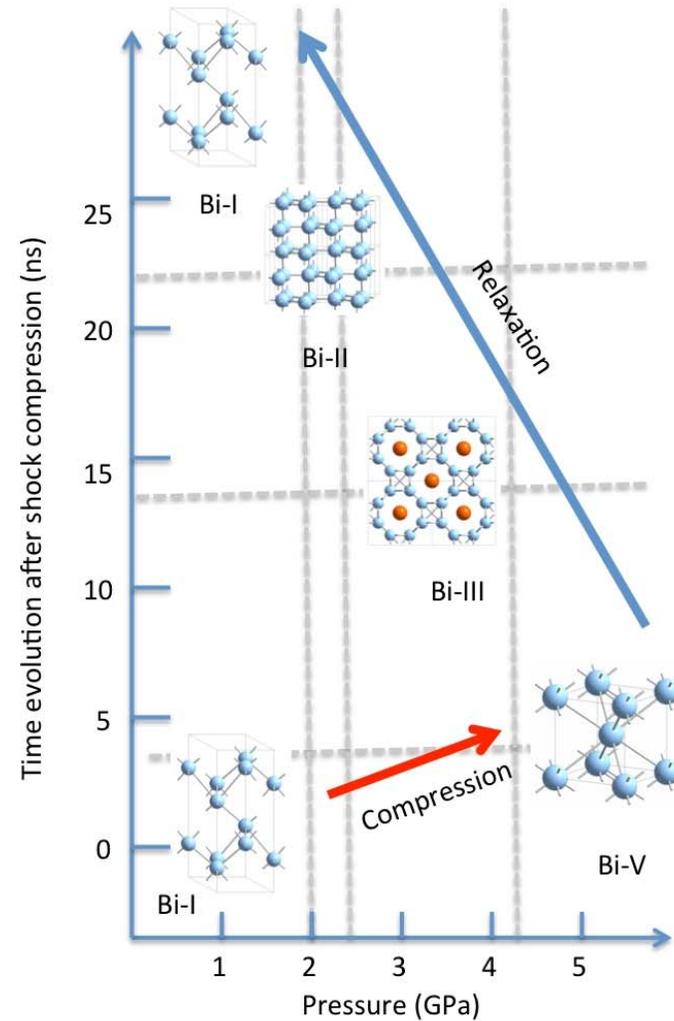
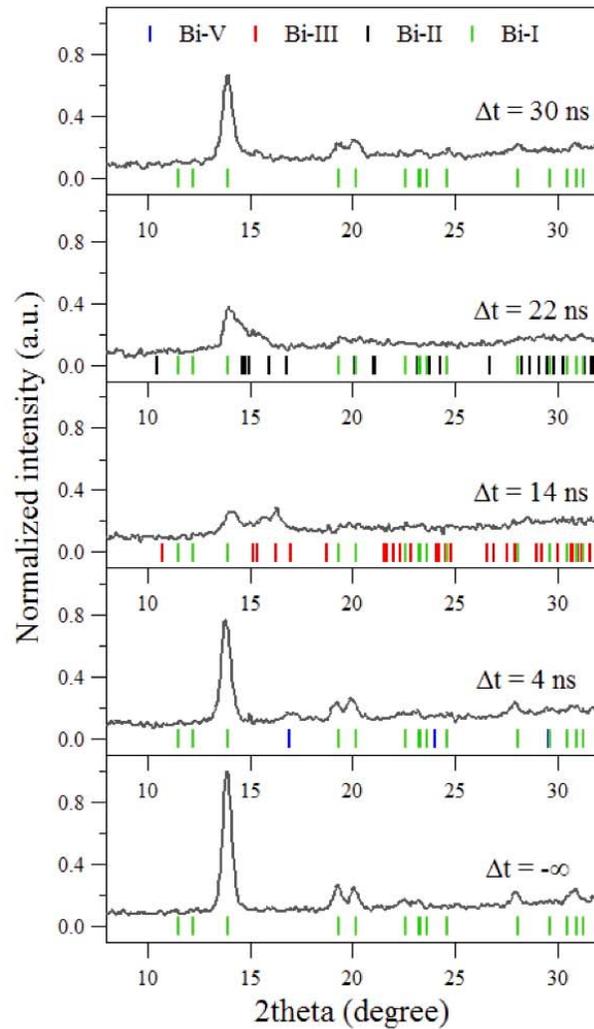


再編型構造転移

再編型の構造相転移のダイナミクス  
(転移の時間スケールはどの位か?)

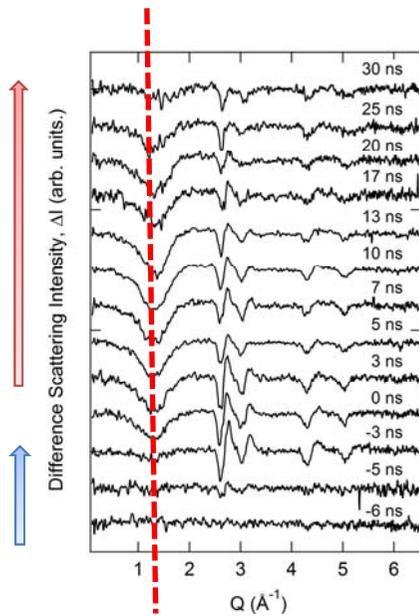
# ns-TRXRD of Bi polycrystal under shock compression

Reconstructive phase transition occurs within 5 ns!

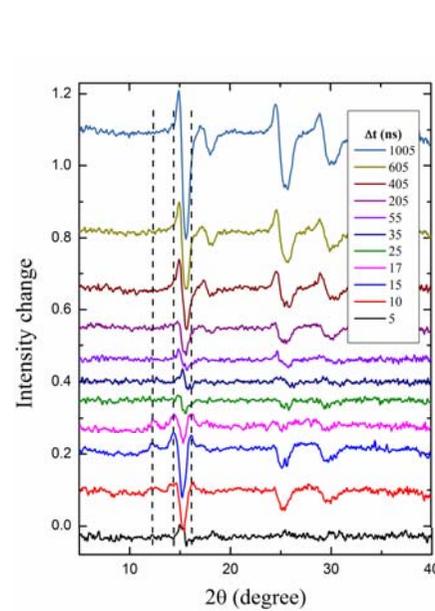


# Summary

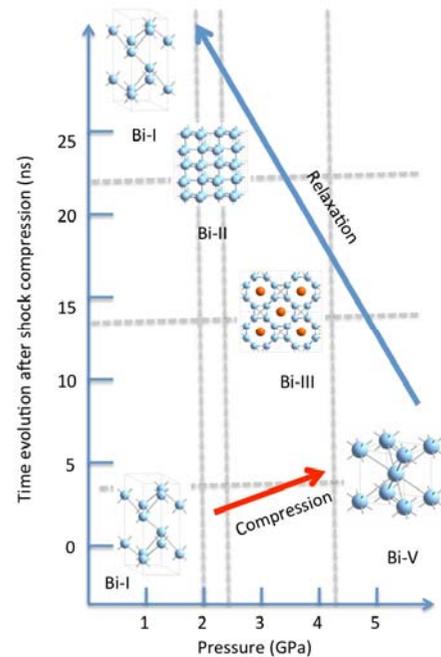
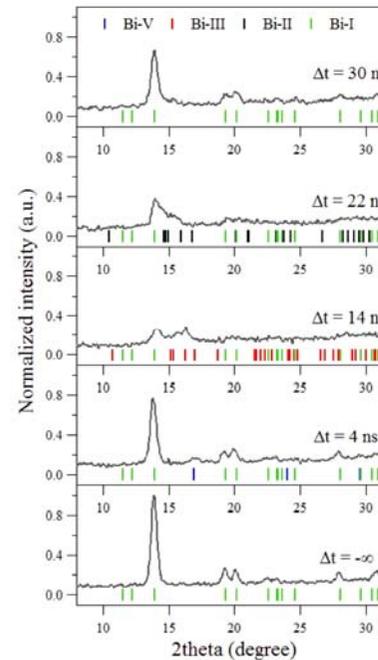
白色X線( $\Delta E/E = 15\%$ )と擬似単色X線 ( $\Delta E/E = 1\sim 5\%$ )を使い分けることで多くの材料系のレーザー衝撃圧縮実験が可能になった。



glass



ceramics



metal

✓非線形弾性域におけるアモルファスの中間距離構造変化はナノ秒で応答するが、静水圧実験と比べて構造変化が小さい。

✓3Y-TZPでは短寿命の低圧相 (Monoclinic) が観測された。

✓BiはV相に高压相転移をし、その後中間相を経てI相に戻ると示唆される。

# cERLを用いた衝撃実験例

短X線パルスを用いた時間分解X回折による衝撃実験  
 弾性-塑性変形ダイナミクス、psオーダーの相転移ダイナミクス

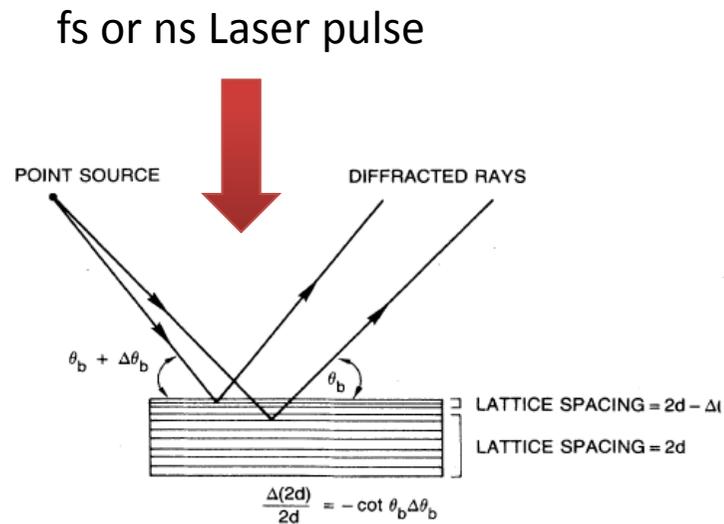


FIG. 1. Schematic diagram of the basic concept showing the shift in Bragg angle with compression.

図はレーザー誘起X線を用いた衝撃実験例  
 (時間分解ではないです)

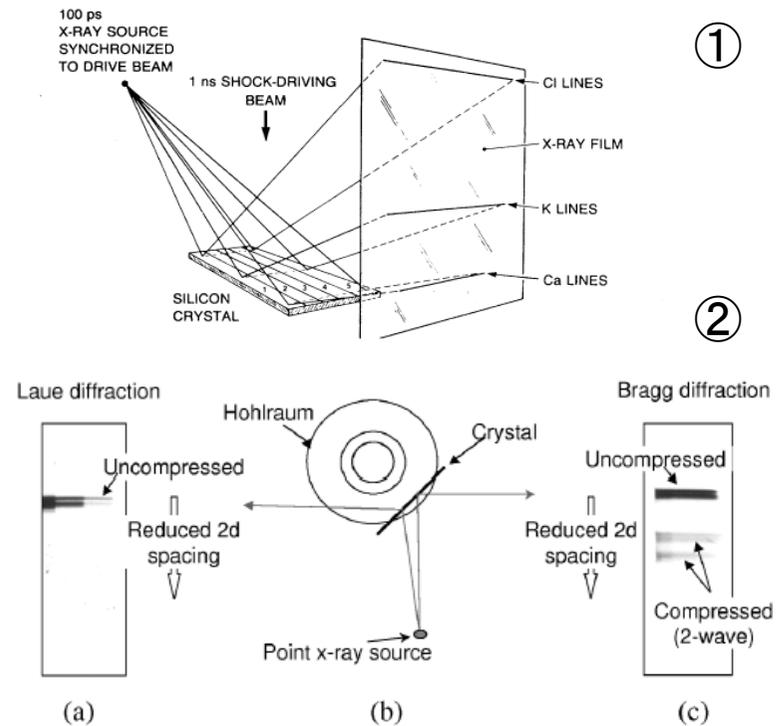


FIG. 1. A schematic diagram of the experimental setup is shown in (b), along with time integrated (a) Laue and (c) Bragg x-ray diffraction signals (see text for details).

A. Loveridge-Smith, et al., PRL (2001)

# Acknowledgements

東京大学

佐々木裕次

JASRI

関口博史

KEK (NW14A スタッフ)

足立伸一

野澤俊介

佐藤篤志

富田文菜

東工大

星野学

東京工業大学

中村一隆

Jainbo Hu

JAXA

川合伸明