HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	氷の硬度の測定　II ： 主に結晶面による硬度の違いについて
Author(s)	北原, 武道; 河村, 俊行; 小林, 禎作
Citation	低温科學. 物理篇, 28, 81-95
Issue Date	1971-03-25
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/18140
Type	departmental bulletin paper
File Information	28_p81-95.pdf

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

Takemichi KITAHARA, Toshiyuki KAWAMURA and Teisaku KOBAYASHI 1970 Hardness of Single Ice Crystals. *Low Temperature Science, Ser. A, 28.* (With English Summary p. 95)

氷の硬度の測定 II*

—主に結晶面による硬度の違いについて—

北原武道　河村俊行
(北海道大学大学院　理学研究科)
小林禎作
(低温科学研究所)

(昭和45年9月受理)

I. まえがき

著者らを含む冬季オリンピック大会のためのスケート研究班は，これまでスケートの滑りやすさと氷の性質との関係を研究してきた[1)2)3)]。特に著者らは氷の“硬さ”に関する実験を行ない，その一部はすでに報告した[4)]。前回の報告では，市販の氷に頂角90°の円錐形の針を貫入させたとき，氷の温度が高くなる程，また針にかかる荷重を大きくする程，貫入量が増加すること，また貫入速度については，氷温 −2°C 付近で貫入が最初は急激におこるけれどもその後貫入量の増加は特徴的に小さいことを述べた。しかし氷の結晶面による硬さの違いや，氷が受ける変形に関しては検討しなかった。今回アラスカのメンデンホール氷河から採取された巨大単結晶を用いて実験を行ない，結晶面による氷の硬さの違い，および針の貫入に伴なう氷の変形の機構の違いについて研究した。

II. 実験の方法

測定装置および手順は前報[4)]に述べたものと全く同じである。前回の実験で，荷重および貫入時間と貫入量との関係が大体つかめたので，今回は荷重をすべて1kgとし，また貫入時間も2分までとした。

アラスカのメンデンホール氷河から採取された人頭大の氷の単結晶を2個用意し，そのうちの1個は常に結晶面 (0001) を，他の1個は常に結晶面 $(11\bar{2}0)$ を削り出し，これらの面に垂直に硬度計の針を貫入させ，硬度測定を行なった。

硬度測定を終了した直後，氷の表面に5% のレプリカ液（フォルムバールを重量パーセントで二塩化エチレンに溶かしたもの）をかけ，氷の表面構造のレプリカを取った。このレプリカ膜の観察から，硬度計の針を貫入させたときにひき起こされる氷の表面での変形の跡を知ることができた。しかしレプリカは表面の模様を記録するだけであるから，結晶内部でひき起こされた変形については何も分からない。そこで一部のものは氷の内部における変形の跡を，透

* 北海道大学低温科学研究所業績　第1102号

過光により顕微鏡下で観察した。後に述べるように，針の貫入によって氷は再結晶したり，小傾角粒界やクラックを生じたり，底面すべりを起こしたりする。これらの変形は結晶方位と密接な関係があると予測されたので，樋口の方法[5]により蒸発ピットを作り，これを観察した。硬度測定をした後，氷の表面に1% のレプリカ液をかけると，30分～1時間後にはフォルムバールの薄膜が残ると共に，この薄膜に存在する小孔を通して氷の表面分子が昇華し，氷の表面には，いわゆる蒸発ピットが形成される。ここで再び5% のレプリカ液をかけると，すでに形成されたフォルムバール膜を溶かし込んだ後固まる。したがって，このようにしてできたレプリカ膜は，硬度計の針によって生じた氷の変形の跡と蒸発ピットとを同時に記録している。これを観察することにより，針の貫入によって生じた氷の変形が，その結晶方位とどのように関係しているかを知ることができた。

III. 実験結果

(i) 測定結果

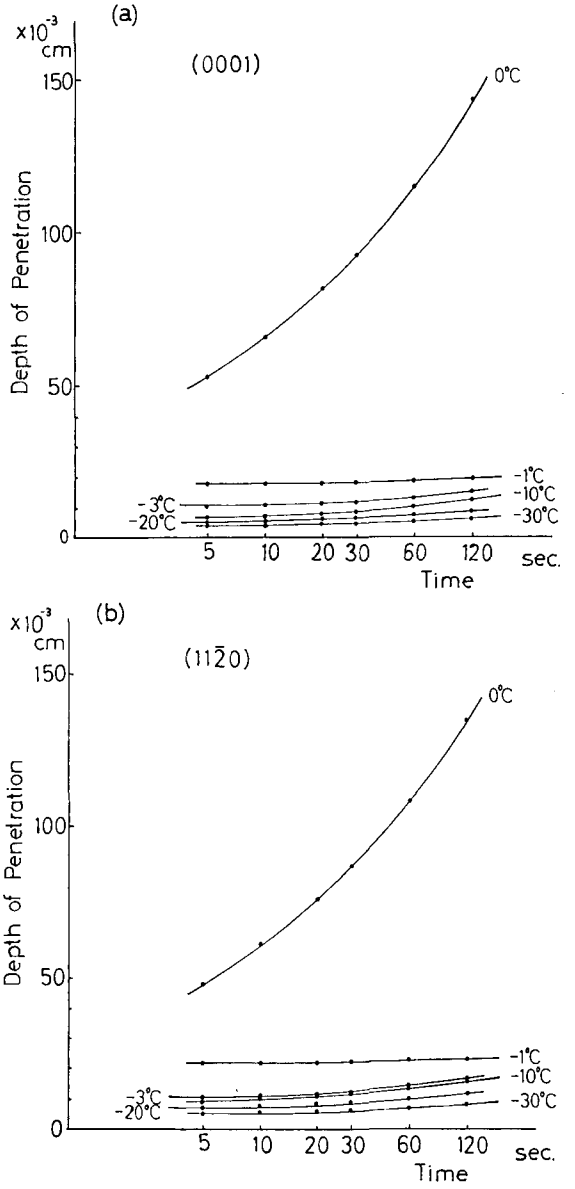
氷に硬度計の針を貫入させはじめてから，5, 10, 20, 30, 60, 120秒後の貫入量（貫入の深さ）を測定した。この測定を同じ結晶面，同じ温度について10回ずつ行ない平均をとった。第1表に5, 30, 120秒後の貫入量の平均値と平均値の平均誤差をかかげた。針が氷に接した瞬間のダイヤルゲージの目盛を読み取るのが最も難かしい作業であり，誤差の大部分はこの読みの

第1表 貫入量（貫入の深さ）の結晶面による違い （単位は 10^{-3} cm）

温度	結晶面	5 sec	30 sec	120 sec
0°C	(0001)	53± 2	93± 2	144± 2
	(11$\bar{2}$0)	48± 1	87± 2	135± 2
−1°C	(0001)	18.1±0.5	18.7±0.5	20.0±0.5
	(11$\bar{2}$0)	22.3±0.6	22.9±0.6	23.6±0.6
−2°C	(0001)	10.9±0.5	12.6±0.4	15.4±0.4
	(11$\bar{2}$0)	12.7±0.4	14.1±0.3	17.3±0.3
−3°C	(0001)	10.8±0.4	12.4±0.4	15.2±0.4
	(11$\bar{2}$0)	11.0±0.3	12.9±0.3	16.9±0.4
−5°C	(0001)	8.9±0.3	11.1±0.4	14.6±0.4
	(11$\bar{2}$0)	9.6±0.3	12.7±0.4	16.5±0.4
−10°C	(0001)	6.6±0.3	9.2±0.3	12.4±0.3
	(11$\bar{2}$0)	9.2±0.3	12.6±0.3	15.2±0.3
−20°C	(0001)	5.7±0.4	7.4±0.4	9.1±0.5
	(11$\bar{2}$0)	7.3±0.2	9.7±0.3	12.0±0.3
−30°C	(0001)	4.1±0.4	5.3±0.4	6.5±0.5
	(11$\bar{2}$0)	5.7±0.4	6.9±0.4	8.3±0.5

不確かさによる。氷温および氷の試料の周りの気温は熱電対で測定した。温度の測定そのものは ±5% の誤差を含むが，ふたつの氷は全く同じ温度条件に置かれているので，各結晶面での貫入量の違いは，明らかに結晶面の物理的性質に依る。0°C における測定は，ウォーターブルー紙（染料のウォーターブルーをガソリンに溶かし，ろ紙にしみこませたもので，水にぬれると青変する）がかすかに着色する程度に氷の表面がぬれている状態で行なわれた。第1図(**a**)は(0001)面に，第1図(**b**)は(11$\bar{2}$0)面に垂直に硬度計の針を押し込んだ場合の貫入量の時間的変化を示すグラフである。

第1図(**a**), (**b**)から，0°C では針の貫入量が非常に大きいことが分かる。また，−1°C のときには，最初の貫入量は大きいけれども，その後あまり貫入量が増加していない。このような特徴は市販の氷の場合，−2°C 付近で現われることを前報で述べた。[4] この違いは，前回の試料（比較的多くの不純物を含んでいると思われる市販の多結晶氷）と今回の試料（不純物の少ないメンデンホール氷河の単結晶氷）の物理，化学的な性質の違いによるものと思われる。(0001)面に垂直に針を押し込んだ場合と，(11$\bar{2}$0)面に垂直に針を押し込んだ場合の貫入量を第1表で比較してみると，0°C においては，(0001)面の場合の方が大きく，−1°C 以下では(11$\bar{2}$0)面の場合の方が大きい。これとよく似た結果は Butkovich[6] によって報告されている。彼は結晶主軸に垂直な面と結晶主軸をふくむ面とについて，氷のブリンネル硬度 (Brinell hardness) を測定し，低温（−10°C 以下）では結晶主軸に垂直な面の方が硬く，高温（−10°C 以上）では結晶主軸をふくむ面の方が硬いと述べている。

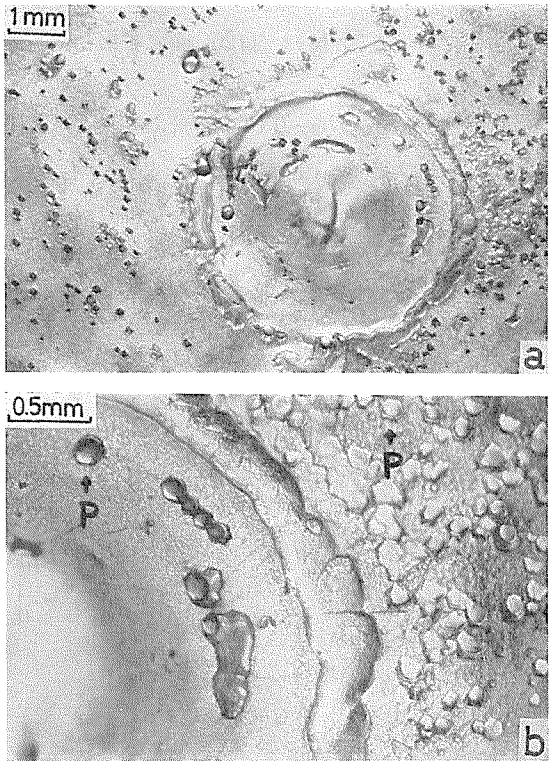


第1図 貫入量の時間的変化。(**a**) は (0001) 面に，(**b**) は (11$\bar{2}$0) 面に垂直に硬度計の針を押し込んだ場合

(ii) 変形の観察

氷に残された針の圧痕及びそれに伴なう変形の跡を顕微鏡により直接観察して，あるいはそれらのレプリカを観察して，以下に述べる現象が認められた。

氷の表面には針の形に円錐形のくぼみが生じ，そのくぼみの周りには押し出された氷の盛り上がりができていた。くぼみの部分および盛り上がりの部分では，再結晶による細胞化が起こるのが普通であり，温度が低いほど結晶粒は小さく数も多かった。しかし，0°C においてはこのような細胞化は認められなかった。第2図 (**a**) および (**b**) は，0°C において (0001) 面に垂直に針を貫入させた後の氷の表面のレプリカである。試料の表面およびくぼみの斜面には六角形の蒸発ピット (図中の **P**) が見られるが，その形および向きに変化がないことから判断すると，氷の表面は再結晶することなしにくぼんでいることが分かる。第3図は −30°C において (0001) 面に垂直に針を貫入させた後の氷の表面のレプリカであり，細胞化が認められる。

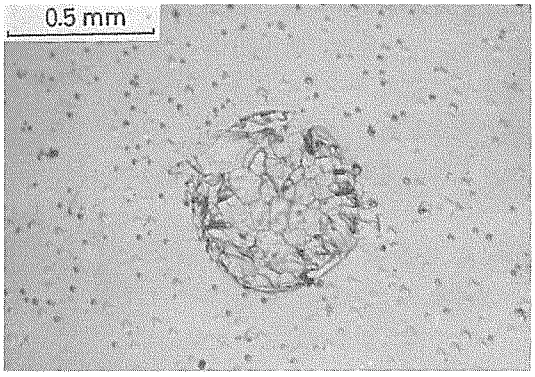


第2図 (0001) 面に垂直な押し込みによる圧痕のレプリカ (0°C)。(**b**) は (**a**) の一部を拡大したもの。**P** は蒸発ピットである

さらに，−1°C以下の温度では，$(11\bar{2}0)$ 面に垂直に針を貫入させた場合にのみ，針からかなり遠くまで変形が及んでいた。これらの変形について，以下に詳しく述べる。

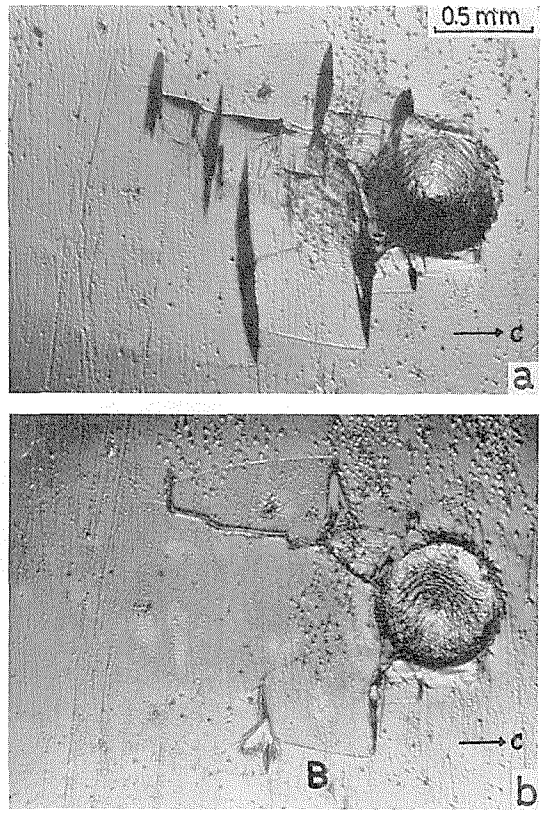
クラック

−2°C 以下の温度では，$(11\bar{2}0)$ 面に垂直に針を貫入させたとき，クラックが発生した。第4図は −15°C における圧痕で，クラックを伴った変形が起こっている。(**a**) は氷の試料を透過光で観察したもので，氷の内部に生じた変形も写っている。(**b**) は試料の表面のみを示すレプリカの写真である。このふたつの写真から，氷の内部で閉じてしまって表面には露出していないクラックもあることが分かる。ひとつのクラックの尖端から，となりのクラックに向って延びている線は，キンクによって生じた小傾角粒界である（第4図 (**b**) の **B**)。第5図は同様な圧痕であるが，氷の表面に蒸発ピット (**P**) が作られている。蒸発ピットの形から，氷の表面は $(11\bar{2}0)$ 面に完全には平行でないことがわかる。クラックが走っている方向は，



第3図 (0001) 面に垂直な押し込みによる圧痕のレプリカ (−30°C)

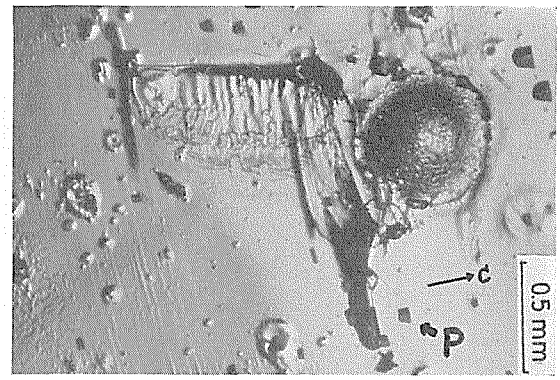
[0001] 方向およびこれに直角な [1$\bar{1}$00] 方向である。クラックはこのように，結晶底面に沿って，あるいは結晶底面に直角に，階段状に生じやすい。結晶底面に沿うクラックは，結晶底面が劈開したもので割れ目は平滑である。これに直角なクラックは，貝殻状に弯曲して氷の内部へと広がっていて，鉱物学でいう断口を示す。顕微鏡の焦点を変えて測定したところ，これらのクラックは −15°C の場合，数 100 μ 程度の深さまで及んでいた。



第 4 図 (11$\bar{2}$0) 面に垂直な押し込みによる圧痕 (−15°C)。(**a**) は氷の試料を直接観察したもの。(**b**) はレプリカの写真

すべり線

第 5 図で c 軸に直角な多数のすべり線が見られる*。したがって，(11$\bar{2}$0) 面に垂直に針を貫入させたときは，針からかなり遠くまで底面すべりが起こったことを示している。第 6 図 (**a**) は，−10°C において，(11$\bar{2}$0) 面に垂直に針を貫入させたときのレプリカ写真である。第 6 図 (**b**) は，その一部を拡大したものであり，(**c**) は (**b**) と同じ箇所を，ナトリウム D 線を用いて干渉顕微鏡で撮った写真である。これから，すべり線の存在領域では，表面が段差 0.1〜1 μ のステップをなしていることが分かる。ステップの幅，すなわちすべり線の間隔は数 10 μ の程度である。第 7 図のように，すべり線は弯曲している場合もあった。

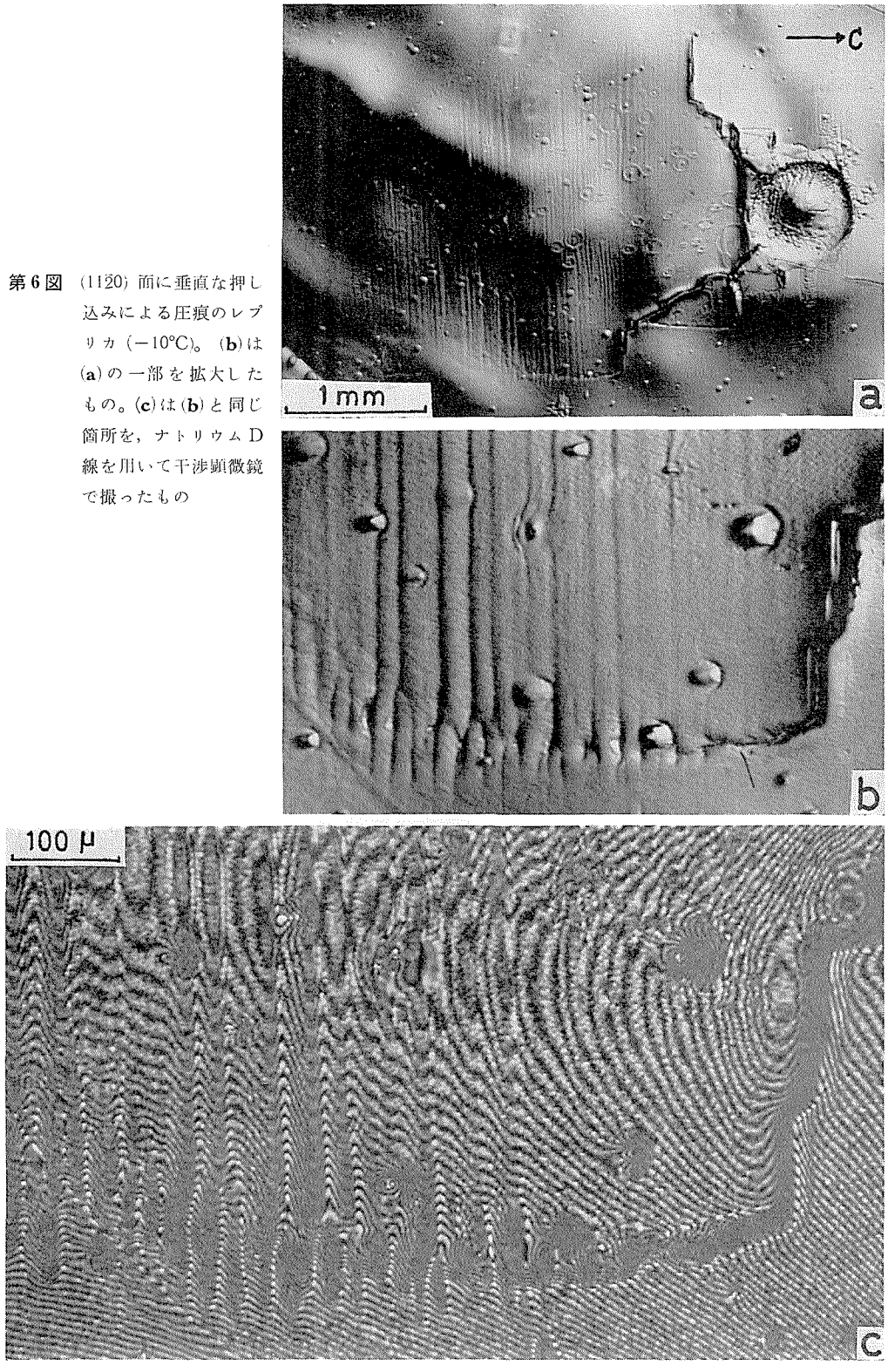


第 5 図 (11$\bar{2}$0) 面に垂直な押し込みによる圧痕 (−15°C)。氷の試料を直接観察したもの。**P** は蒸発ピットである

小傾角粒界

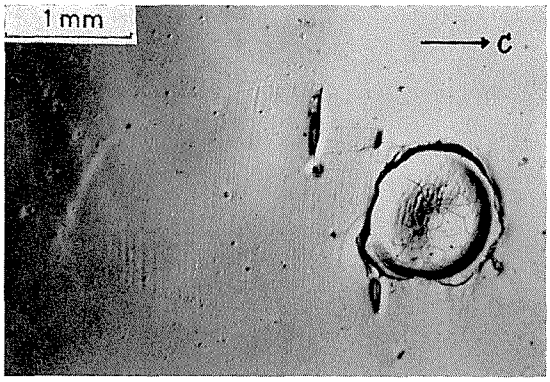
高温 (−1°C, −2°C) のときは，第 7 図のように小傾角粒界は，針の圧痕から [0001] 方向に舌状に延びたすべり領域の境界線として現われた。また低温 (−10〜−30°C) のときは，第 4 図 (**b**) のように，クラックの尖端からとなりのクラックに延びる線として，小傾角粒界が現われた。これらいず

* 第 4 図では，c 軸とやや斜交して多くの線が見られる。これは氷の表面を整形する時にできたカンナの刃の痕であり，すべり線ではない。注意して見ると，これとは別にすべり線も現われていることが分かる。



第6図 (11$\bar{2}$0) 面に垂直な押し込みによる圧痕のレプリカ (−10°C)。(**b**)は(**a**)の一部を拡大したもの。(**c**)は(**b**)と同じ箇所を，ナトリウムD線を用いて干渉顕微鏡で撮ったもの

れの場合にも，小傾角粒界はすべり線の終端となっていた。しかし，すべり線は必ずしも小傾角粒界によって囲まれているわけではなく，第6図のように明瞭な境界を持たずに徐々に消えてゆくものも多かった。



第7図 (11$\bar{2}$0) 面に垂直な押し込みによる圧痕のレプリカ (−2°C)

(11$\bar{2}$0) 面に垂直に針を貫入させたとき，クラック，すべり線，小傾角粒界を伴った変形域は，我々の実験においては常に圧痕の片側にのみ現われた。後に考察するように，本来なら圧痕の両側に対称的に現われるべきものである。片側にしか変形域が現われなかった原因は，氷の表面が正確に (11$\bar{2}$0) 面に平行でなかったこと，針が氷の表面に完全に垂直でなかったことのいずれか，あるいはその両方であろう。

IV. 塑性変形の跡についての考察

第 **III** 章で述べたように，硬度を測定した後の氷の表面には圧痕に伴って塑性変形の跡が見られた。この現象は結晶面による硬度の違いを考える上で非常に重要であると思われる。また，変形そのものにも興味のある事実が多い。以下，これらの変形について考察する。

氷は結晶質の異方体であるから，硬度計の針を貫入させたとき氷の中に生ずる応力を正確に知ることは難かしい。いま，氷を半無限の均質等方弾性体とし，その表面の一点で硬度計の針が垂直荷重を及ぼしているとする。

氷は結晶底面 (0001) で特にすべりやすく，その面ではどの方向にもすべることが知られている[7]。そこで (11$\bar{2}$0) 面および (0001) 面に垂直に硬度計の針を押し込んだとき，それぞれの場合の (0001) 面には，どのような剪断応力が働き，どのような変形が起こるかを調べてみた。氷は六方晶系に属するが，簡単のため，ここでは仮に立方晶系のものとして取り扱う。

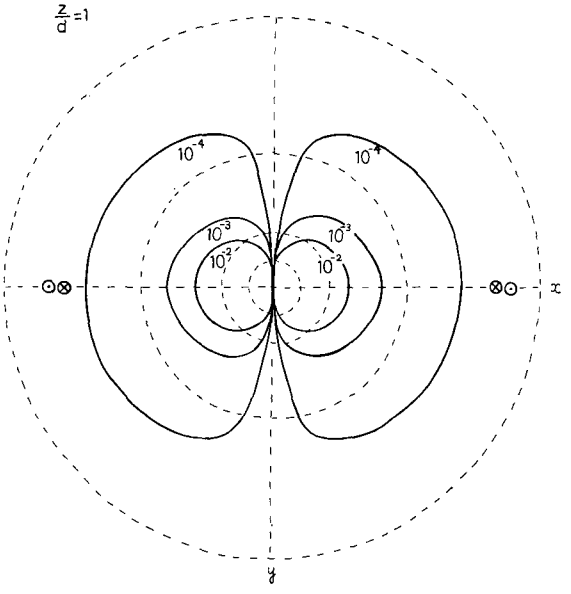
1. (11$\bar{2}$0) 面に垂直に硬度計の針を押し込んだとき

外力 P が働いている点を原点にとり，表面上で [0001] 方向に x 軸，[$\bar{1}$100] 方向に y 軸，深さの方向に z 軸を定める。結晶底面 (0001) は x 軸に垂直であるから，底面すべりに関係のある応力は p_{xz}, p_{xy} である。このふたつの剪断応力は

$$\left.\begin{aligned} p_{xz} &= -p_{rz}\cos\theta \\ &= -\frac{3P}{2\pi} rz^2 (r^2+z^2)^{-\frac{5}{2}} \cos\theta \\ p_{xy} &= \frac{1}{2}(p_{rr}-p_{\theta\theta})\sin 2\theta \\ &= \frac{P}{2\pi}\left[(1-2\nu)\left\{\frac{1}{r^2}-\frac{z}{r^2}(r^2+z^2)^{-\frac{1}{2}}-\frac{z}{2}(r^2+z^2)^{-\frac{3}{2}}\right\}-\frac{3}{2}r^2z(r^2+z^2)^{-\frac{5}{2}}\right]\sin 2\theta \end{aligned}\right\} \quad (1)$$

と表わされる[8]。ただし，θ は x–y 平面で，x 軸の方向から右まわりに測った角度である。

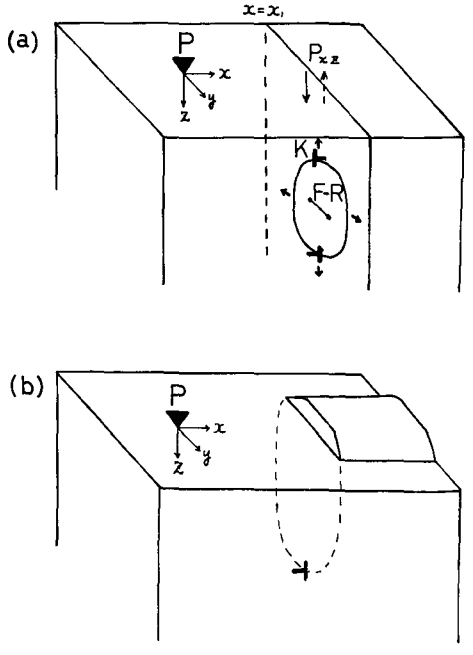
貫入の深さを d とすれば，くぼみの半径も d であり，荷重 P による垂直圧力の平均値 p は $\frac{P}{\pi d^2}$ で与えられる。(1) 式は点荷重についての式であるが，平均圧力 p が働いていると考える。(1) 式の両辺を πp で割ると，左辺は無次元応力 $\frac{p_{xz}}{\pi p}$，$\frac{p_{xy}}{\pi p}$ となり，右辺は r, z をそれぞれ無次元座標 $\frac{r}{d}$，$\frac{z}{d}$ でおきかえた式になる。$\nu=0.365$[9] として氷の表面からの深さ $\frac{z}{d}=1$ における平面上の $\frac{p_{xz}}{\pi p}$ の分布を示したのが第8図である。これらの応力は，深さが増すに従い，大きな値はとらなくなるけれども，ある大きさの応力が働く範囲は広がってゆく性質を持っている。



第8図 深さ $\frac{z}{d}=1$ なる平面上での無次元応力 $\frac{p_{xz}}{\pi p}$ の分布。(0001) 面は x 軸に垂直である。点線で描かれた4つの同心円は，原点からの距離 $\frac{r}{d}=1, 2, 5, 10$ を示している。⊗⊙ は剪断応力 p_{xz} の向きを示す

(i) 応力 p_{xz} による変形

第9図(**a**)に示すように，ある結晶底面 $x=x_1$ について考えてみよう（応力分布は y 軸に関して対称であるから，$x\geqq 0$ なる部分についてのみ考察する)。第8図で見たように，x_1 面に働く剪断応力 p_{xz} は，結晶の $x>x_1$ なる部分を $-z$ 方向に，$x<x_1$ なる部分を z 方向にずらせようとする向きを持っている。また図に示すようにこの応力の大きさは x 軸上で最も大きく，y 軸上では0になる。このような応力 p_{xz} は，第9図(**a**)に示されているような転位ループを増殖させうる。転位ループはフランク・リード源(**F-R**)のまわりに広がってゆくが[10]，**K** の部分は容易に氷の表面に抜けることができ，その結果，第9図(**b**)に示すようなステップが氷の表面に作られる。我々の実験において見られたすべり線は，このようにして生じたものであろう。したがって，ステップの両端は，多数の（あるいは非常に大きなバーガース・ベクトルを持った比較的少数の）混合転位（表面近くでは，転位は表面に垂直になる



第9図 応力 p_{xz} による変形

からむしろらせん転位に近い）の露頭となっているであろう。

つぎに，すべり線が現われた領域について検討してみる。我々の実験では，$d<0.03$ cm（−1°C 以下の場合）であるが，いま仮に，$d=0.03$ cm のときについて考えてみると，

$$p=\frac{P}{\pi d^2}=\frac{10^3\,\mathrm{gw}}{9\times10^{-4}\pi\,\mathrm{cm}^2}\approx\frac{10^6}{\pi}\left(\frac{\mathrm{gw}}{\mathrm{cm}^2}\right)$$

氷の底面すべりに寄与する臨界剪断応力を $100\frac{\mathrm{gw}}{\mathrm{cm}^2}$ の程度と考え[11]，

$$p_{xz}=100\frac{\mathrm{gw}}{\mathrm{cm}^2}$$

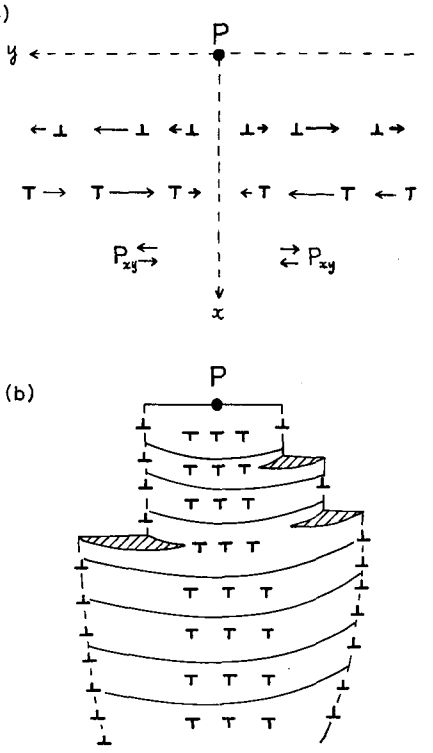
とおくと，

$$\frac{1}{\pi}\left(\frac{p_{xz}}{p}\right)=\frac{1}{\pi}\cdot\frac{10^2(\mathrm{gw/cm^2})}{10^6/\pi\,(\mathrm{gw/cm^2})}=10^{-4}$$

となる。したがって，第 8 図において 10^{-4} の等応力線の範囲内では，底面すべりが起こり得ることになる。10^{-4} の等応力線は $\frac{r}{d}=7$，すなわち中心からの距離が約 2 mm（d の 7 倍）の程度まで広がっている。我々の実験において，氷の表面にすべり線が見られたのは，圧痕から 2〜3 mm の範囲であった。この範囲は，上に考察した底面すべりが起こり得る範囲とほぼ一致している。

(ii) 応力 p_{xy} による変形

(1) 式から分かるようにやはり応力 p_{xy} の分布は y 軸に関して対称であるから，$x\geqq0$ なる部分についてのみ考察する。いま x_1 面に $x<x_1$ なる側に余分な原子面を持った刃状転位が存在したとき，この転位は応力 p_{xy} によって x 軸から遠ざかってゆく。一方，$x>x_1$ なる側に余分な原子面を持った刃状転位は，応力 p_{xy} によって x 軸の方に集まってくる（第 10 図 (**a**)）。らせん転位は応力 p_{xy} によって x_1 面上を z 方向あるいは $-z$ 方向に運動するが，我々の実験に見られた氷の表面の変形のなかでは，この運動が重要な役を演じたと思われるものはない。



第 10 図 応力 p_{xy} による変形

第 7 図などで見られるように，すべり線が弯曲している，すなわち [0001] 方向が小角度で変化している場合があった。この弯曲の原因は，第 10 図 (**b**) で示すように，$x>x_1$ なる側に余分な原子面を持った刃状転位が x 軸のまわりに集まってくることであろう。

つぎに，クラックに伴って見られた小傾角粒界（たとえば第 4 図）について考えてみよう。若狭[12]は小傾角粒界の移動に伴ってクラックが形成

される機構を詳しく研究している。その機構によって形成されたクラックは三角形の断面をなし，各頂点からは小傾角粒界が延びているのが特徴である。我々の実験で見られたクラックは，彼が述べたものと全く類似した形態をしているから，クラックの尖端から延びている線は小傾角粒界であると考えてよいであろう。すなわち，この小傾角粒界は $x<x_1$ なる側に余分な原子面を持った刃状転位が x 軸から遠ざかってきて一列に並んだものであろう（第 10 図 (**b**)）。しかし，我々の実験においては，このような小傾角粒界は氷の表面に現われたステップの境界となっている場合が多かった。(i) で述べたように，ステップが形成される機構は小傾角粒界の存在や運動とは全く独立であり得る。ステップ（z 方向のすべり）が，どのような理由によって，小傾角粒界（y 方向に運動する転位の列）でとり囲まれるかは，今後に残された問題である。x 軸から遠ざかってゆく小傾角粒界は，ステップの終端（すなわち転位が密集している部分）で，くい止められてしまうのかもしれない。

2. (0001) 面に垂直に硬度計の針を押し込んだとき

外力 P が働いている点を原点にとり，z 軸が深さの方向に向く円筒座標を使えば，結晶底面 (0001) は z 軸に垂直である。底面すべりはどの方向にも起こるから，変形に関係のある応力は p_{zr} である。応力 p_{zr} によって刃状転位は r 方向，らせん転位は θ 方向に，それぞれ結晶底面 (0001) 上を移動することができるが，これらの転位は氷の表面で観察されるような変形の跡を残すことはない。我々の実験においても，氷の表面には圧痕が残され，その内部や盛り上がりの部分が再結晶している以外には，何も変化が認められなかった（たとえば第 3 図）。

V. 結果の考察

押込試験による物質の硬さの測定は，一定の力で，一定形状の剛体を，一定時間だけ測定物質中に貫入させて行なわれ，“硬度”はその時のくぼみの直径または深さによって定義される。しかし氷の場合，たとえば (0001) 面の -1°C および -30°C における貫入量の比を求めてみると，貫入開始から 5 秒後では約 4.4 であるが，2 分後には約 3.1 になってしまう。我々の経験から，少なくともスケートリンクの氷の硬さを議論するためには，このように貫入時間を適当に定めて“硬度”を定義してしまうのは合理的とは思われない。しかし，我々は氷の“硬度”をどのように定義するのが最もよいかということについては，まだ明確な意見を持っていない。そこで，その前段階として，我々の実験における針の貫入を，少し量的に考えてみよう。

(i) 流動法則との関連性

貫入の初期においては，針と氷の接触面積は非常に小さいから，氷は針の近傍で非常に大きな応力を受け，応力が弾性限界を越えた所では塑性変形が起こる。貫入が進むにつれて針と氷の接触面積が大きくなり，応力は小さくなるから，変形の速度も小さくなってゆく。貫入速度が時間と共に減少してゆくのは，主にこのような理由によると考えられる。

時刻 t において貫入量が d であるとする。針の先は頂角 90° の円錐であるから，針にかかる荷重を W とすると，氷との接触面で針は平均 $p=\dfrac{W}{\pi d^2}$ の圧力を氷におよぼす。よって針の近傍における氷の中の応力成分を p に比例すると仮定し

$$p_{ij}=k_{ij}p \qquad (2)$$

とする。また歪成分は貫入量 d に比例し

$$\varepsilon_{ij} = h_{ij}d \tag{3}$$

とおけるとしよう。すると歪は針の近傍に限られるから，この歪成分 ε_{ij} は上の p_{ij} によって生じたものと考えてよい。一般に氷の塑性変形は流動法則

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = cp_{ij}^{n} \qquad (c, n \text{は定数}) \tag{4}$$

に従う。ここで簡単のために，c, n は i, j によらないと仮定すると，(2), (3), (4) より

$$\dot{d} = c\frac{(k_{ij})^n}{h_{ij}}p^n = c'p^n \tag{5}$$

が得られる。

時刻 $t-5$, t, $t+5$ 秒の時の貫入量をそれぞれ d_{t-5}, d_t, d_{t+5} (cm) として，

$$p = \frac{9.8\times10^5}{\pi d_t^2} \qquad \left(\frac{\text{dyne}}{\text{cm}^2}\right) \tag{6}$$

$$\dot{d} = \frac{1}{10}(d_{t+5}-d_{t-5}) \qquad \left(\frac{\text{cm}}{\text{sec}}\right) \tag{7}$$

を求め，その関係を第 11 図 **(a)** および **(b)** に示した。グラフはほぼ直線で，第 (5) 式の関係が成り立つことを表わしている。第 2 表はこれらの直線の勾配から求めた，各温度における n の値である。

ところで，氷の単結晶の柱および板を押したり曲げたりする実験により n の値を求めたものとして，

Steinemann[13] $n = 2.3\sim3.9$ $(-2.3°\text{C} \quad \tau = 0.2\sim3\ \text{kg/cm}^2)$

Butkovich and Landauer[14] $n = \begin{cases}2.49\\2.74\end{cases}$ $(-4\sim-6.5°\text{C} \quad \tau = 0.5\sim3\ \text{kg/cm}^2)$

若　浜[11] $n = 3$ $(-8\sim-12°\text{C} \quad \tau = 1.5\sim6\ \text{kg/cm}^2)$

などがあげられる。これらの測定は我々の場合と違って，単純な応力系において，また我々の場合に比べてはるかに小さい応力のもとで行なわれたものである。また，全て $-2°$C 以下の温度で行なわれている。これらの n の値は，我々の実験から得られた $-2°$C 以下での n の値とほぼ一致している。それゆえ $-2°$C 以下での針の貫入は，主に塑性変形によるものと考えてよいであろう。

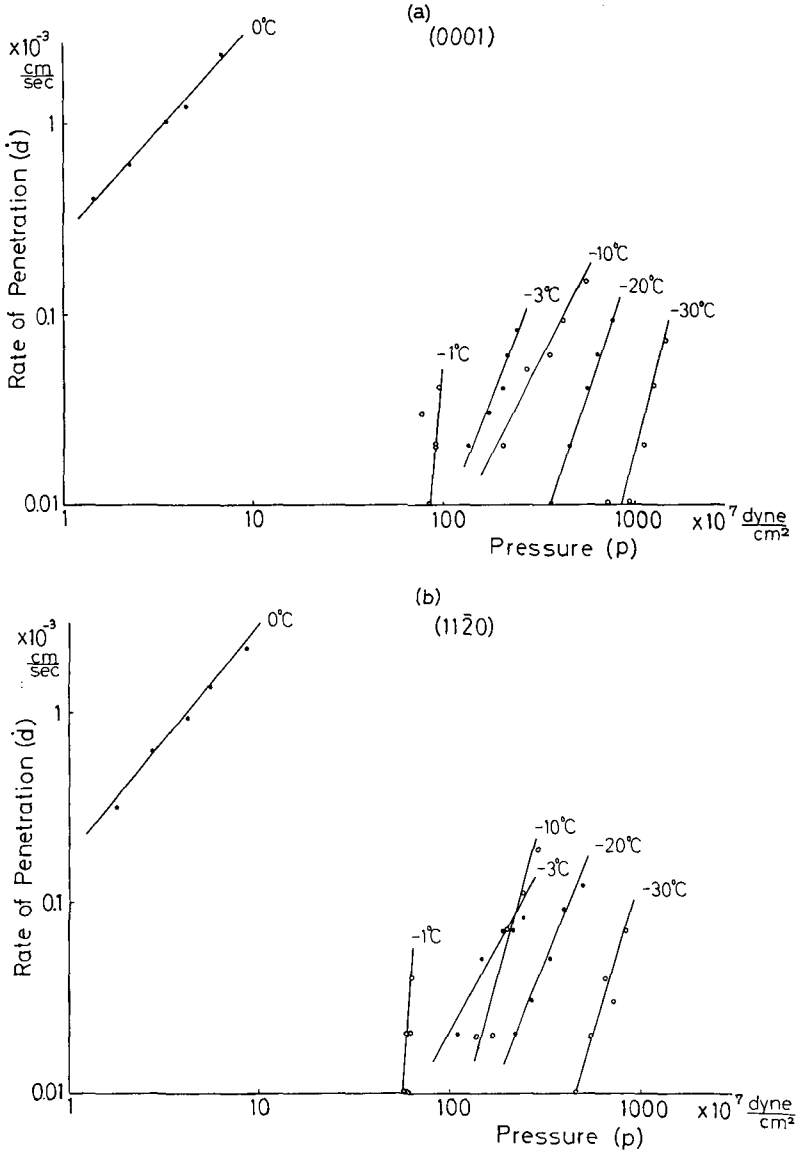
しかし，$0°$C では $n\approx1$，$-1°$C では $n\approx11\sim14$ という特異な値が得られたことからして，これらの温度では塑性変形以外の現象が非常に寄与していると思われる。

(ii) 圧力融解との関連性

氷の融解温度は Δp だけ圧力が増すと

$$\Delta T = -\frac{v_i - v_w}{\lambda}T\Delta p \tag{8}$$

で与えられる温度 ΔT だけ変化する。T は絶対温度，λ は融解の潜熱，v_i, v_w は氷および水の比容である。Δp を dyne/cm^2 で表わすと，



第11図 圧力 (p) と貫入速度 ($\dot{d}$) の関係。(**a**) は (0001) 面, (**b**) は (11$\bar{2}$0) 面に垂直に硬度計の針を押し込んだ場合

第2表 針の貫入に流動法則を適用してみて得られた n の値

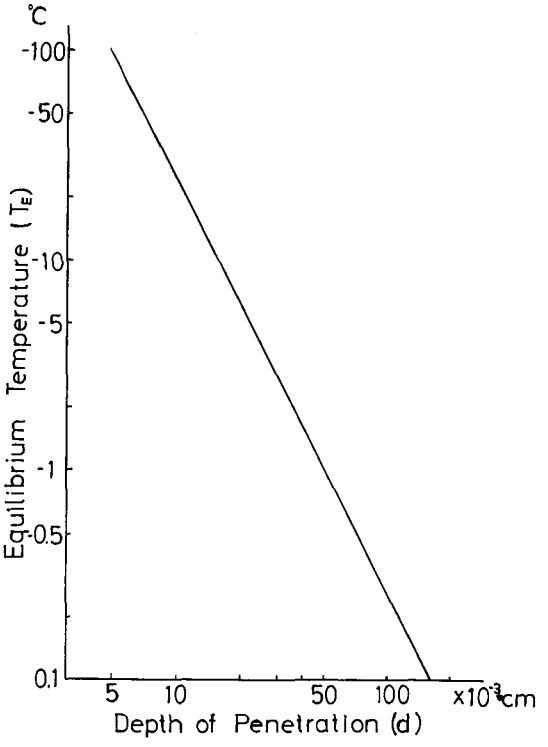
	0°C	−1°C	−2°C	−3°C	−5°C	−10°C	−20°C	−30°C
(0001)	1.1	11	2.2	2.6	1.7	2.0	3.0	3.7
(11$\bar{2}$0)	1.2	14	2.9	1.9	2.1	3.5	2.5	3.5

$$\Delta T = -0.0738\times10^{-7}\Delta p \qquad (\mathrm{deg})$$

となるから，Δp を針の圧力 p でおきかえると

$$\Delta T = -23.02\times10^{-4}\times\frac{1}{d^2} \qquad (\mathrm{deg}) \qquad (9)$$

が得られる。d の単位は cm である。この ΔT の値がそのまま，摂氏で表わした氷の融点であることは言うまでもない。貫入量 d と融点の関係を第 12 図に示した。実際に圧力融解がどの程度に起こるかを知るためには，潜熱の輸送について検討しなければならない。我々の実験には不備な点が多く，このようなことを量的に考察することはできない。ただ貫入のごく初期においては，圧力融解が起こっていることは疑いないことであろう。



第 12 図 貫入量 (d) と融点 (T_E) の関係

0°C においては第 **III** 章で述べたように，塑性変形の跡は見られず，$n\approx1$ であった。このことから，針の貫入はもっぱら氷の圧力融解によって起こったと思われる。また，−1°C においては，n の値が非常に大きく (0001) 面に垂直な貫入では 11，$(11\bar{2}0)$ 面に垂直な貫入では 14 であった。このことから，−1°C においては，貫入の前期においてのみ氷の圧力融解がかなり寄与していたと想像される。

(iii) 結晶面による貫入量の違いについて

−1°C 以下の温度では，$(11\bar{2}0)$ 面に垂直に針を貫入させた場合には針からかなり遠くまで変形がおよび，(0001) 面の場合にはこのような現象は見られなかった。−1°C 以下では，$(11\bar{2}0)$ 面に垂直に針を貫入させたときの方が，常に (0001) 面の場合よりも貫入量が大きかったが，これはふたつの場合における塑性変形の起こりやすさの違いが原因であると考えられる。

氷の塑性変形は，主に結晶底面 (0001) 上を転位が移動することによってひき起こされる。(0001) 面に垂直に針を押し込んだとき，転位は試料の表面に平行に運動するから，表面に抜け出ることはない。また，試料は十分大きいから，転位は試料の側面に抜け出ることもなく，結晶内部で止まってしまうと考えられる。結晶内部で止まってしまった多くの転位は，逆の応力場を生じ，ひきつづく転位の増殖や運動，すなわち塑性変形を起こりにくくさせる。いっぽう，$(11\bar{2}0)$ 面に垂直に針を押し込んだときは，転位の一部は試料の表面に抜け出る。

したがって，塑性変形に対しては，(0001) 面に平行な表面の方が，$(11\bar{2}0)$ 面に平行な表面

に比べて“硬い”と考えられる。

いっぽう，0°Cにおいては，どちらの場合にも針の遠くには変形の跡は見られなかったが，$(11\bar{2}0)$面での貫入量の方が(0001)面でのそれよりも小さかった。この理由については今のところよく分からない。

VI. あとがき

頂角90°の円錐形の鋼鉄針を，1 kgの荷重で氷の表面に押し込み，氷の硬度を測定した。測定された氷の表面は，ほぼ(0001)面および$(11\bar{2}0)$面に平行な面である。

貫入量(深さ)の測定結果が第1表および第1図(**a**), (**b**)に示されている。0°Cでは貫入量が非常に大きいこと，−1°Cでは貫入速度の減衰が著しいことが特徴であった。また，−1°C以下では，$(11\bar{2}0)$面に垂直に針を押し込んだ場合の方が，(0001)面の場合よりも常に貫入量が大きかった。

硬度計の針による圧痕を顕微鏡で観察したところ，−1°C以下では，圧痕の部分および押し出された氷の盛り上がりの部分に，再結晶による細胞化が見られた。さらに，$(11\bar{2}0)$面に垂直に針を押し込んだ場合にのみ，変形は針からかなり遠くまで及び，そこにはクラック，すべり線，小傾角粒界が見られた。

針の貫入は，0°Cの場合は主に氷の圧力融解によって起こったと推定され，−1°C以下の場合には主に氷の塑性変形によって起こったと推定される。−1°Cの場合には貫入の前期においてのみ圧力融解がかなり寄与していたと想像される。

氷の表面に垂直に針を押し込んだとき，塑性変形に対しては，(0001)面に平行な表面の方が$(11\bar{2}0)$面に平行な表面よりも“硬い”と考えられる。

この研究をすすめるにあたって，北大低温科学研究所応用物理学部門の吉田順五教授，若浜五郎助教授から多くの御教示を受けた。黒岩大助教授をはじめ，同研究所物理学部門の方々には，有益な討論をしていただいた。これらの方々の御好意に対し，心からお礼申し上げます。

文　献

1) 小林禎作・北原武道 1968 スケートリンクの氷質調査. 低温科学, 物理篇, **26**, 297–313.
2) 小林禎作・北原武道・河村俊行 1969 スケートリンクの氷質調査 II. 低温科学, 物理篇, **27**, 267–287.
3) 小林禎作・北原武道・中尾正義・進士康信 1970 テスト・スケートによるリンク氷の動摩擦係数の測定—スケートリンクの氷質調査 III—. 低温科学, 物理篇, **28**, 243–260.
4) 北原武道・河村俊行・小林禎作 1969 氷の硬度の測定. 低温科学, 物理篇, **27**, 289–293.
5) Higuchi, K. 1958 The etching of ice crystals. *Acta Metall.*, **6**, 636–642.
6) Butkovich, T. R. 1954 Hardness of single ice crystals. *SIPRE Reserch Paper*, **9**, 1–12.
7) Glen, J. W. 1958 The mechanical properties of ice., I. The plastic properties of ice. *Advances in Phys.*, **7**, 254–265.
8) Timoshenko, S. and Goodier, J. N. 1951 Theory of Elasticity. Second Edition, McGraw-Hill Book Co., York, Pa. 506 pp.
9) Dorsey, N. E. 1940 Properties of Ordinary Water Substance. Reinhold. Pub. Co., New York 466 pp.
10) 若浜五郎 1962 氷の塑性変形について I. 低温科学, 物理篇, **20**, 57–75.

11) 若浜五郎 1962 氷の塑性変形について II. 低温科学, 物理篇, **20**, 77-100.
12) 若浜五郎 1965 氷の内部破壊について. 低温科学, 物理篇, **23**, 39-50.
13) Steinemann, S. 1954 Results of preliminary experiments on the plasticity of ice crystals. *J. Glaciol.*, **2**, 404-412.
14) Butkovich, T. R. and Landauer, J. K. 1959 The flow law for ice. *SIPRE Research Paper.* **56**, 1-17.

Summary

A series of hardness tests for single ice crystals were made by measuring the depth of penetration of a steel cone with a vertical angle of 90° under a load of 1 kg. One of the test pieces of the ice crystals had a surface parallel to (0001) and another to $(11\bar{2}0)$.

The results are shown in Table 1 and Fig. 1. These results were discussed in relation to the flow-law $\dot{\varepsilon} \propto p^n$. Values of n were obtained approximately in a range of 2～3.5 at temperatures below −2°C, but with 11～14 at −1°C and 1 at 0°C.

Scars on the ice surface, which were produced by the penetration of the steel cone, were observed directly or by a replica technique under a microscope (Figs. 2～7). At 0°C no paticular deformation structures were seen but a cone-shaped pit was seen remaining. Below −1°C, when the steel cone was impressed onto the surface in parallel to (0001), cellular structure due to recrystalization was seen at the surface of the pit, and when impressed onto the surface in parallel to $(11\bar{2}0)$, not only cellular structure but also cracks were seen together with slip lines and small angle grain boundaries expanding from the pit in the direction of [0001]. The majority of these deformation structures appeared at temperatures below −1°C, this might be explained by the dislocation movement.

From the experiments described above, the following conclusions may be obtained. When the steel cone was impressed on the ice crystals, penetration might be caused predominantly by pressure melting of ice at 0°C, but it may also be caused by plastic flow at temperatures below −1°C. At −1°C pressure melting might be effective only at an earlier stage of the penetration. When the penetration of the cone is caused predominantly by plastic flow of ice, at temperatures below −1°C in our experiments, the surface in parallel to (0001) is harder than that of $(11\bar{2}0)$. The reason may be as follows; in the case where the surface in parallel to (0001) is being impressed, it is more difficult than in the case of $(11\bar{2}0)$ in which dislocations moving on glide planes (0001) pass out from the crystal. But, it is one of the remaining questions as to whether the surface in parallel to $(11\bar{2}0)$ was harder than that of (0001) at 0°C.