



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	走査型電子顕微鏡による氷の表面の観察 III : 氷のフラクトグラフィ
Author(s)	鈴木, 重尚; SUZUKI, Shigenao
Citation	低温科学. 物理篇, 33, 11-15
Issue Date	1976-03-30
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/18270
Type	departmental bulletin paper
File Information	33_p11-15.pdf



走査型電子顕微鏡による氷の表面の観察 III*

— 氷のフラクトグラフィ —

鈴木重尚

(低温科学研究所)

(昭和50年10月受理)

I. ま え が き

走査電子顕微鏡は焦点深度が深く、表面の立体的構造が観察できるので、試料の破断面の研究(フラクトグラフィ)には便利である。ここでは冷却型 SEM で調べた氷のフラクトグラフィの予備的観察結果についてのべる。

II. 破断面の作成

氷の破面形成が応力や温度によってどのような特徴を示すかを調べることは、破壊の生因やメカニズムを知る上に重要である¹⁾。そこで筆者は種々の条件下で作った破面の観測を行った。この報告では次の様な手順で鏡筒内で作成した破面についての結果である。

低温実験室にてあらかじめ結晶方位を調べられた氷のブロックは電顕用の試料ホルダーに固着されてから、鏡筒内に挿入される。衝撃破壊による破面は、電顕の予備排気室のコールド・ステージに置かれている氷のブロックを金属棒の遠隔操作で横からたたいて破壊して作った。また圧縮破壊による破面は、筆者が作成した電顕試料用、引張り、圧縮装置に収められた氷試料(1×2×0.1 cmの薄板)を鏡筒内部のコールド・ステージ上で-120°C以下に冷やしながら 7×10^{-7} /secの歪速度で約0.3%圧縮したとき氷が破壊して出来た破面である。破面はいずれも SEM の鏡筒内で 10^{-5} Torr.の真空中でつくられた。

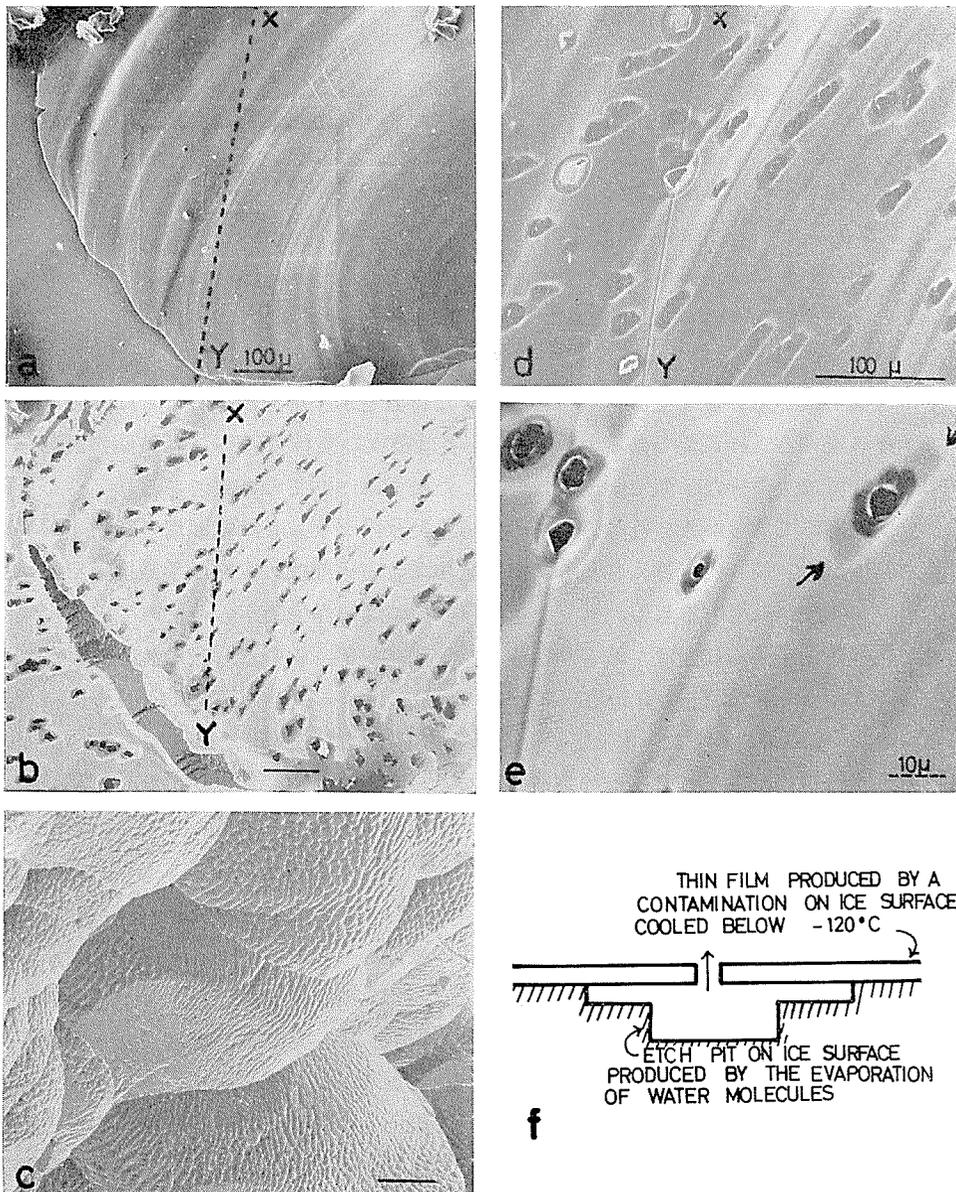
III. 観測結果

第1図 a は SEM の鏡体内部で-120°Cに冷えている多結晶氷を破断した破面の一部を撮影したものである。脆性破壊に特徴的な貝殻状の破面がみられる。あとで説明するがこの図で点線 XY で示す位置に直線状の結晶境界がある。貝殻状の破面は平らではなく貝殻のように曲率をもっており表面には細かい同心状の縞模様がある。境界 XY をはさんで両側の部分の結晶学的配位は異なる筈であるが縞模様は連続しており、結晶境界を横切ることによって模様が変わることはない。貝殻状の破面と左下の平らな破面との境界にはれこんだ溝があるが、これは結晶境界ではない。さてこの写真は-120°Cで試料を破断してから約200分放置して撮影

* 北海道大学低温科学研究所業績 第1717号

されたものである。したがって前報告^{2,3)}で述べたように、鏡体内部の残留異物分子の沈着によって表面は被覆されていると考えるべきである。貝殻状破面のうゑに3個の長方形の図形がみえるが、この図形は本来氷の破面に形成されたものではなく電子ビームの照射によって被膜の上につくり出された人工生成物である。

結晶を破断したときもっとも知りたい破面の情報の一つは破断面の結晶学的配位である。この要請は、氷の場合比較的容易に満たされる。それは鏡体内部で試料の温度を上げ氷の表面に蒸発ピットをつくることによって達成される。SEMの内部で試料の温度を -80°C ぐらいに

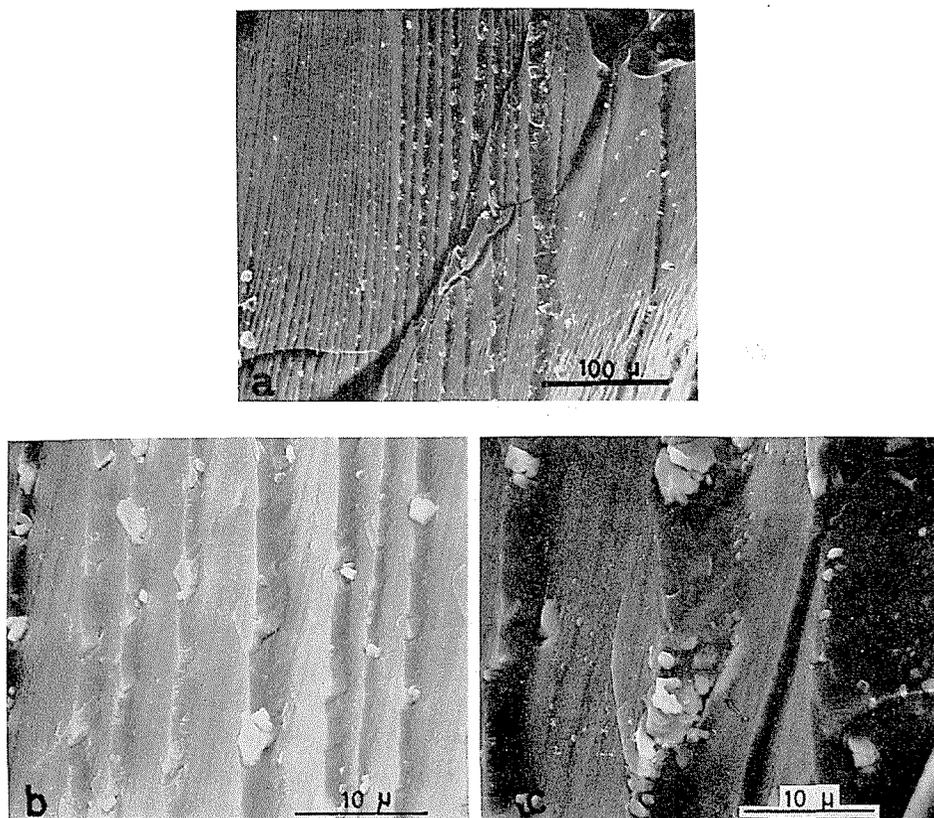


第1図 衝撃破壊でできた多結晶氷の破面と蝕像

すると試料の表面を覆っている被覆の孔を通じて水分子の蒸発がおこり結晶面に特有な形のピットを生ずることを前報で述べた。

第1図**b**は**a**の写真をとってから約100分後、温度を -80°C にしたとき破面の上に出現したピット群を示す。貝殻状の破面の上にあられたピットの形と方位は明らかに結晶境界X-Yの両側でちがっていることがわかる。蒸発が進行すると氷の表面に密着していた被膜ははがれ空中にうきあがる。同時に被覆は多少収縮するので張力を生じやぶれることがある。**b**図では左下の溝の位置のところで膜はきれて口が開いてしまった。膜がやぶれ口が開くと下地の氷が露出し蒸発は促進される。写真**c**は同じ温度で150分後に撮影したやぶれた膜の下の氷の表面である。丸い乳房状の曲面は細かい鱗片状の構造を示す。勿論**c**図は破断した直後のもとの構造を示すのではなく、被覆のやぶれを通して昇華蒸発がすすみ、最初の状態からかなり変化した表面をみていることになる。このことはとりもなおさずSEMよって氷のフラクトグラフィを観測しようとするときは、破断面が蒸発によって変調されることをさげなければならない。このため破面は少くとは $-120\sim-150^{\circ}\text{C}$ 以下の低温度で観測しなければならない。

第1図の**d**は**b**図の結晶境界X-Yの附近のピットを拡大したものである。ピットの形とその結晶学的方位は境界をはさむ両側でちがっている。写真**e**はそのようなピットの一部を拡大したものである。前報告で説明したように被膜の小孔を通して水分子の蒸発がおこり膜の下



第2図 氷河からとり出した単結晶氷の圧縮破壊でできた破断面

側にピットが形成されているのである。中央の丸い小孔の周りの黒い多角形は氷の表面の深くほれこんだ部分、外側の白い輪かくは浅く掘れこんだ部分である。スケッチ **f** はこのピットを矢印方向に切ったときの断面を示す。

第2図はアラスカより採集された氷河水の破断面を示す。この試料は SEM の鏡体内部で -150°C に冷却され、圧縮破壊によって作られた破断面である。衆知のごとく氷河水は、長年月の間に圧密され氷化したものである。氷河水は時間をかけてゆっくりと流動していく間に大小さまざまな大きさの岩石屑を氷体のなかにとりこむ。一見透明にみえる部分でもとくかしてみると、シルトに近い土粒子を含んでいることが多い。**b, c** は **a** 図の拡大図であるが、破面は脆性破壊に特徴的な階段状構造を示している。そして興味ある点は氷体にとじこめられている土粒子は列をなし階段のステップにならんでいる。破壊は多分、列状にならんだ土粒子に沿って進行したものと想像される。この写真は -150°C の低温で破壊直後に撮影されたものである。したがって冷却に起因する異物分子の表面への沈着も少なく、また試料表面からの水分子の昇華蒸発も極度に抑制されているので真に近い破断面を示していると考えられる。

IV. 結 語

SEM は光学顕微鏡に比べ分解能力も高く、焦点深度が深いためフラクトグラフィのよりに凹凸の大きい表面を観察するには威力を発揮する。但し、蒸気圧の高い氷のフラクトグラフィを観察する場合には試料を真空中の鏡体内部で破断し $-120\sim-150^{\circ}\text{C}$ 以下の低温で観察することがのぞましい。温度をあげると氷面からの昇華蒸発がさかんになり、破面の構造が乱されてしまうおそれがある。一般に不規則に破壊された破断面の結晶学的配位をきめることはむずかしい。しかし氷の場合は低温で長時間(少なくとも1時間以上)鏡体内部に試料を放置すると異物分子が表面に沈着して被膜が形成されるが、この被膜を通じて、氷を昇華させることによって破面の結晶学的配位に特徴的な蒸発ピットが形成されるので、容易に方位を知ることが出来る。

文 献

- 1) Regis, M. N. Pelloux and McMillan, J. C. 1965 The analysis of fracture surfaces by electron microscopy. In Preprint of International Conference on Fracture, No. 2 (Chapter B), Sendai, Japan, 27-59.
- 2) 鈴木重尚 1974 走査型電子顕微鏡による氷表面の観察. 低温科学, 物理篇, **32**, 1-12.
- 3) 鈴木重尚 1975 走査型電子顕微鏡による氷表面の観察 II. 低温科学, 物理篇, **33**, 1-9.

Summary

A preliminary result on the fractography of ice crystals observed by a scanning electron microscope (SEM) is reported in this paper. The scanning electron microscope mounted on a cold stage enables one to observe the unevenly fractured surface of an ice crystal with high resolving power and large depth of the focus. An ice crystal was fractured on the cold stage cooled below -150°C in vacuum in SEM and immediately photographed for the purpose of avoiding surface contamination due to thermal

precipitation of foreign molecules and evaporation from the fractured surface. If the fractured ice surface is kept at -150°C for 60~100 minutes in SEM, the surface is covered with a thin film created by the precipitation of foreign molecules, reducing the degree of fineness in the detail of the surface structure. As reported in the previous paper, when the temperature of the ice specimen was raised to near $-80\sim-90^{\circ}\text{C}$, many etch pits were formed on the fractured surface by the evaporation of water molecules through the film covered, allowing the easy determination of the crystallographic orientation of the fractured surface.