



HOKKAIDO UNIVERSITY

| | |
|------------------|---|
| Title | X線による氷の空像の観察 |
| Author(s) | 水野, 悠紀子; MIZUNO, Yukiko |
| Citation | 低温科学. 物理篇, 33, 17-27 |
| Issue Date | 1976-03-30 |
| Doc URL | https://hdl.handle.net/2115/18271 |
| Type | departmental bulletin paper |
| File Information | 33_p17-27.pdf |



X線による氷の空像の観察*

水野悠紀子

(低温科学研究所)

(昭和50年10月受理)

I. 緒 言

天然の氷の内部には、しばしば六角板状の空像がみられる。空像の内部は、その温度での飽和蒸気圧を持つだけで空気は入っていない。中谷¹⁾は空像の成因とその熱的な性質に関する研究をおこなった。その結果、空像は内部融解像(チンダル像)が再凍結するとき、氷と水の体積差から生じた真空泡が氷の結晶の中に捕えられて残ったものであることを明らかにした。まれに、チンダル像を再凍結させても空像が残らずに完全な単結晶に戻ることもある。しかし、これは凍結がチンダル像の周囲から一様に起り、内部の水の膜が凍り切るまで真空泡が存在するばあいだけである。一般には不均整な凍結をするために空像が残ってしまう。Knight²⁾は氷の中に真空ポンプに連結した注射針をさしこんで人工的に負の結晶を作ったが、これを別にすれば、天然の氷にみられる空像は氷の内部融解と再凍結という過程を経ている。

この研究は巨視的な結晶欠陥ともいえる空像のまわりで結晶構造がどのようになっているかをX線トポグラフで観察することを目的としたものである。Krüger³⁾は一度内部融解を起こした氷が再凍結した後、再び熱線を照射すると、前にチンダル像が発生した場所にまたチンダル像が現われることを観察した。このことから、内部の結晶欠陥が内部融解像の核として作用するという結論を出した。これに対して、前野⁴⁾は機械的な曲げ変形を与えて転位を導入した氷と、焼鈍した氷とを使いその中に発生するチンダル像の数に差がないことから、転位欠陥が内部融解の核として働くことには否定的である。中谷はチンダル像が再凍結した場所に極めて大きな内部歪が残されることを指摘しているが、実際にそれを観察した例はほとんどない。X線による観察は転位などの欠陥が内部融解の核として作用することの可能性を調べるためにも意義のあることである。

六角板状の空像を含む単結晶をX線トポグラフで観察した結果、空像の中心部分に $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 又は $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向の転位密度が高い部分があるほかに空像の周辺には転位が集積した小傾角粒界が形成されていることがわかった。空像部分の転位線の多くは、六角板の辺、又は頂点のところで消滅しているようにみえるが、これらの転位が集積して小傾角粒界を作るばあいには、この粒界は空像から出発し、空像をとりまく結晶粒界に向かってのびている。

* 北海道大学低温科学研究所業績 第1702号

II. 試料及び観察方法

観察に用いた試料はアラスカ州メンデンホール氷河の単結晶で、さしわたし2~5 mmの六角板の空像を含んでいるものである。結晶の表面や、大きな気泡の囲りは、空像が密集していたり微細な空像が不透明な層を形成していることがある。メンデンホール氷河の氷は光学的には良質の単結晶であるが、普通転位密度が $10^4/\text{cm}^2$ くらいの転位を含んでいる。したがって気泡の囲りや、不透明な層ではそれ以上の転位があり今の観察には適しない。透明な単結晶でしかも1~2個の空像が離れて存在しているものだけを選んだ。空像が試料の中心にくるようにして、1辺が約2 cmの立方体の氷塊を切り出し、それを1 cmの厚さになるまでかんなで削った。その後表面の歪を取り除くために、結晶表面と平行に、すなわち、空像の六角形の面が試料の表面と平行になるようにアルコールで融かしながら最終的には1~1.5 mmの厚さにした。第1図に空像と試料の関係を模式的に示したが、約1.5~2 mmの厚さの氷の中心部分に空像があるようにした。

成形した試料を2枚のマイラー膜に挟んで昇華を防いだ。氷の試料はマイラー膜を介して金属の試料ホルダーに取り付けられた。こうすることにより、氷に応力が発生したり、又、氷の温度が急変したり、温度勾配が生じることはなかった。

空像は真空泡が氷の中に取り込まれた直後には円形であるが、時間の経過とともに結晶学的な面で囲まれた六角板状になる。一般に結晶底面に沿って成長するため主軸の方向には薄い。このため、X線トポグラフで観察する面も底面(0001)面に限られる。

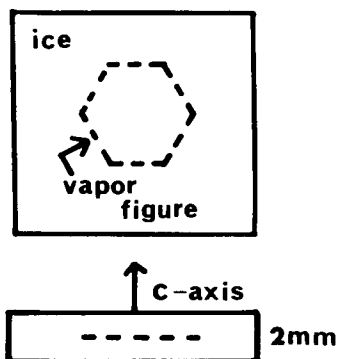
ほとんどの試料は作製後、 -10°C 以下の温度で保存し、X線による観察も -10°C の低温実験室でおこなった。この他に赤外線ランプを照射して人為的にチンダル像を作り、その直後に試料を作製して観察したものもある。しかし、 -10°C の低温室では、熱線の照射をやめると融解像はただちに再凍結し始めるために、内部に水を含んだチンダル像そのものの観察はできなかった。

どの試料も走査面は(0001)面、反射面は $\{11\bar{2}0\}$ 、 $\{10\bar{1}0\}$ 面である。理学電機製マイクロフレックス、LangカメラA-3型を使用し、銅とモリブデンの K_α 線によって回折像を得た。

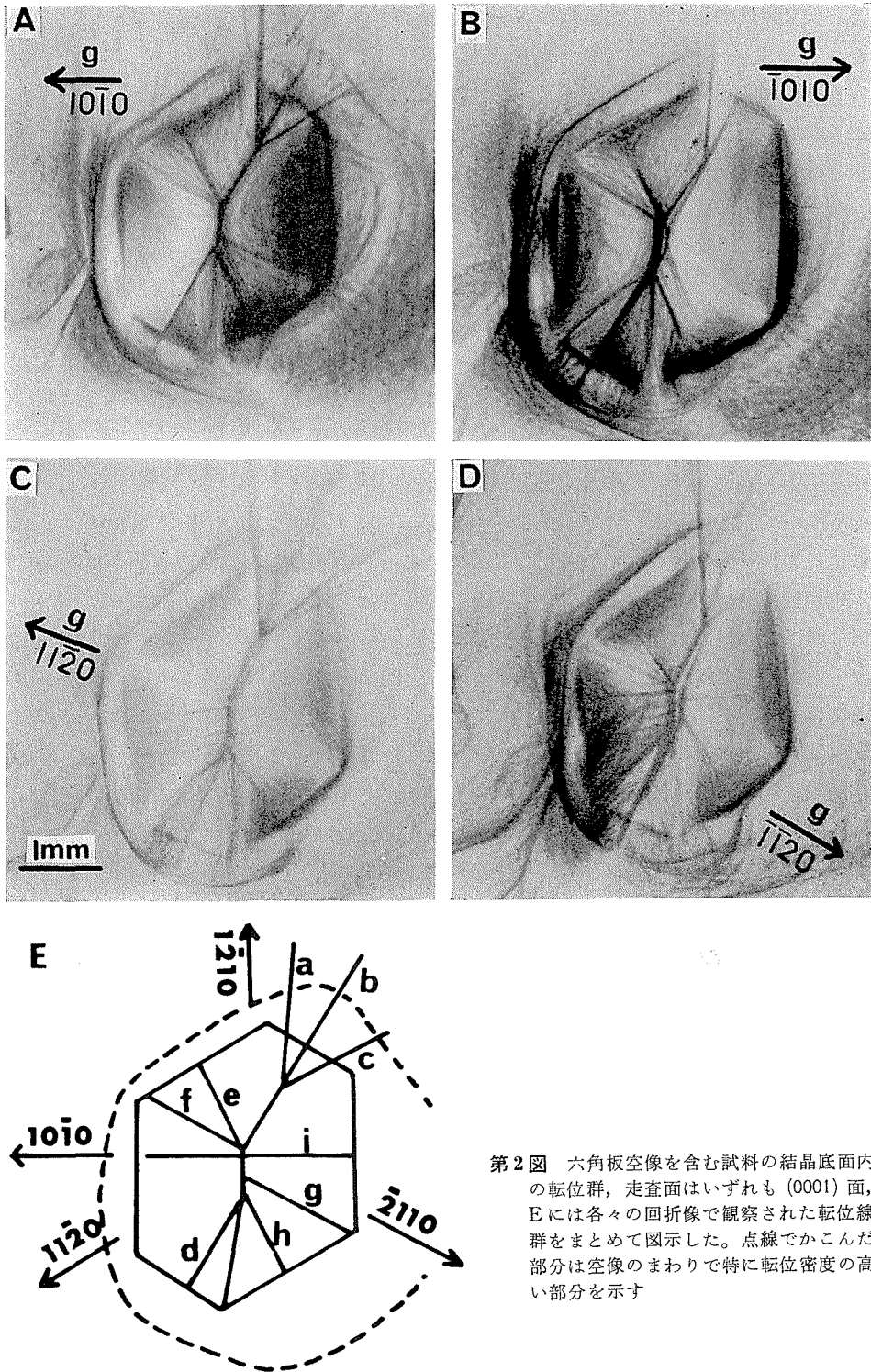
III. 観察結果

a. 空像部分にみられる転位線群

前節で述べたように空像は、1~1.5 mmの厚さの試料のほぼ中心にくるようにした。空像は六角板の形をしているが2枚の底面と、6枚の柱面とで囲まれた薄い六角柱の負の結晶と考えることができる。したがって観察する結晶底面は薄い六角柱の空像を包んでいる氷の部分

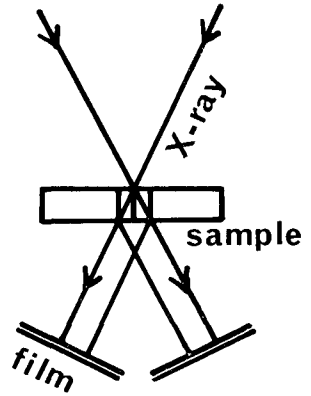


第1図 結晶底面を観察するために作製した試料中での空像の位置を示す。約1.5~2 mmの厚さの試料の中心に底面と平行な空像がある



第2図 六角板空像を含む試料の結晶底面内の転位群，走査面はいずれも(0001)面，Eには各々の回折像で観察された転位線群をまとめて図示した。点線でかこんだ部分は空像のまわりで特に転位密度の高い部分を示す

である。第2図に空像を含んだ試料のX線トポグラフの1例を示した。第2図AからDまでの写真は同一の試料を反射ベクトルを変えて撮ったもので、それぞれ順に $(10\bar{1}0)$, $(\bar{1}010)$, $(11\bar{2}0)$, $(\bar{1}\bar{1}20)$ を反射面としたときのものである。反射面を $(10\bar{1}0)$ と $(\bar{1}010)$ 又は $(11\bar{2}0)$ と $(\bar{1}\bar{1}20)$ のようにして観察することは、同一の格子面に対して、表と裏の両方からみることに相当する。第3図にこの関係を模式的に示した。一般に $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ の消滅則から転位のバーガスベクトルや種類を決めるために種々の反射面での回折像を観察する必要がある。同一の結晶面を、表と裏とから観察することにより更に転位の符号をも決めることができる。



第3図 同一の結晶面を反対方向の2つの \mathbf{g} ベクトルで観察するばあいの試料とX線の関係

第2図からその内部に空像を持っている試料には多くの転位線があることがわかる。この転位線群の方向は主に $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 及び $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ の方向である。特に空像の中心部分に相当する結晶底面には、転位線が集中交叉して転位群を作っている。更に特徴的なことは、これらの転位線群が、巨視的な結晶面、すなわち、六角板の空像の頂点又は辺の中心部分で最も密になっていることである。

第2図、AからDまでの回折条件で観察された主な転位線群をスケッチして第2図Eに示した。したがってEに示された転位群のうち、回折条件の違いからA~Dの写真のどれかで消えているものがあることはいうまでもない。例えば、転位群Cは強度の違いはあるにせよ第2図A, C, Dでは観察されるが第2図Bでは消滅している。aからiまでの主要な転位線群について、4つの異なった \mathbf{g} ベクトルでの回折で、X線トポグラフに表われるものには○印を、消滅するものには×印をつけて第1表にまとめた。

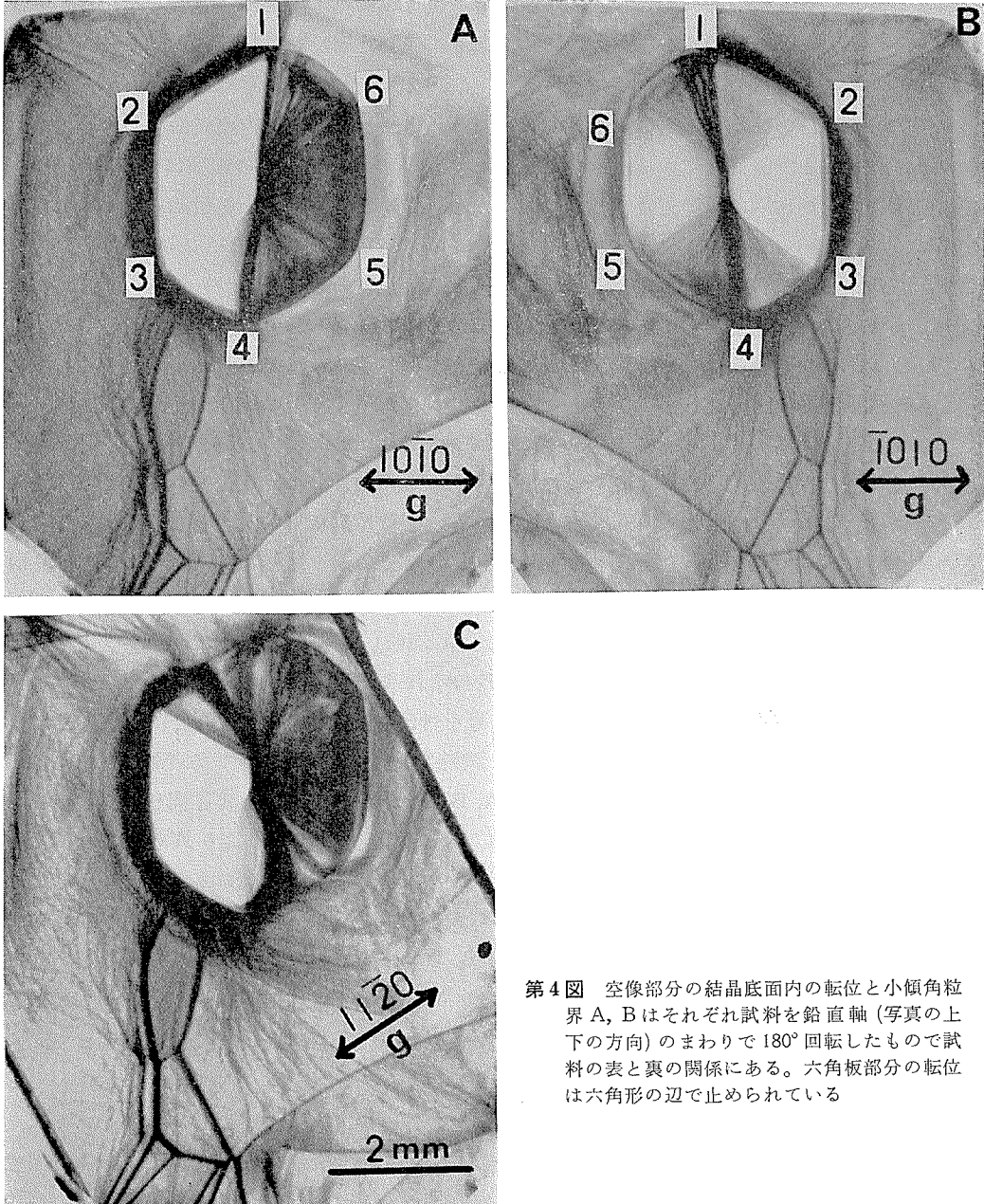
\mathbf{g} ベクトルを $[10\bar{1}0]$ としたばあいに完全に消え、 $[11\bar{2}0]$ とした場合に現われる転位線 i は、バーガスベクトルが $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 方向をもつ 60° 転位と考える事ができる。これに対し \mathbf{g} を $[11\bar{2}0]$ としたときに消滅する転位群 e, f, g はバーガスベクトルが $[1\bar{1}00]$ 方向の転位である。さらに a, b, c, d 及び h の転位群は $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 型のバーガスベクトルをもつ転位である。

氷の結晶の底面内にあつてすべり変形に最も寄与している転位は、 $\frac{a}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ のバーガスベクトルをもつ螺旋転位であることは今までの研究で明らかにされている^{5,6)}。ここで観察された転位群の多くがこの種の転位であることは上の結果からも明らかである。

第1表 第2図で観察された主な転位線 a~i について、 \mathbf{g} ベクトルを変えた場合の回折の有無を示す。各々の \mathbf{g} ベクトルで観察される転位線は○印で、消滅するものは×印で示した

| 転位 | \mathbf{g} ベクトル | | | |
|----|-------------------|----------------|----------------|----------------------|
| | $[10\bar{1}0]$ | $[\bar{1}010]$ | $[11\bar{2}0]$ | $[\bar{1}\bar{1}20]$ |
| a | ○ | ○ | ○ | ○ |
| b | ○ | ○ | ○ | ○ |
| c | ○ | × | ○ | ○ |
| d | ○ | ○ | ○ | ○ |
| e | ○ | ○ | × | ○ |
| f | ○ | ○ | × | ○ |
| g | ○ | × | × | × |
| h | ○ | ○ | ○ | ○ |
| i | × | × | ○ | ○ |

数はあまり多くはないが観察された $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 型のバーガスベクトルをもつ転位は、 $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle + \frac{a}{3} \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle \rightarrow a \langle 10\bar{1}0 \rangle$ という反応の結果生じたと考えれば説明することができる。これは互いに 60° をなす2つの $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 型のバーガスベクトルが交叉して生じたもので、同じような転位は霜の結晶でも観察された⁷⁾。この種の転位が空像の成長過程で導入されるかどうかは明らかでない。 $a \langle 10\bar{1}0 \rangle$ という大きなバーガスベクトルは、氷の結晶構造からは考えにくいが $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 型のバーガスベクトルを持つ転位が互いに交叉した結果生じた2次的なものであろう。



第4図 空像部分の結晶底面内の転位と小傾角粒界 A, Bはそれぞれ試料を鉛直軸(写真の上下の方向)のまわりで 180° 回転したもので試料の表と裏の関係にある。六角板部分の転位は六角形の辺で止められている

b. 空像周辺のひずみ

空像の成因から考えて、その周りには大きな内部歪があることは容易に予想することができる。中谷¹⁾の実験ではチンダル像が再凍結していく過程を偏光で観察して大きな歪を認めている。筆者がここで使った試料の中に含まれている空像は成長してかなりの年月を経たものでこの部分を偏光で観察しても歪を認めることはできなかった。

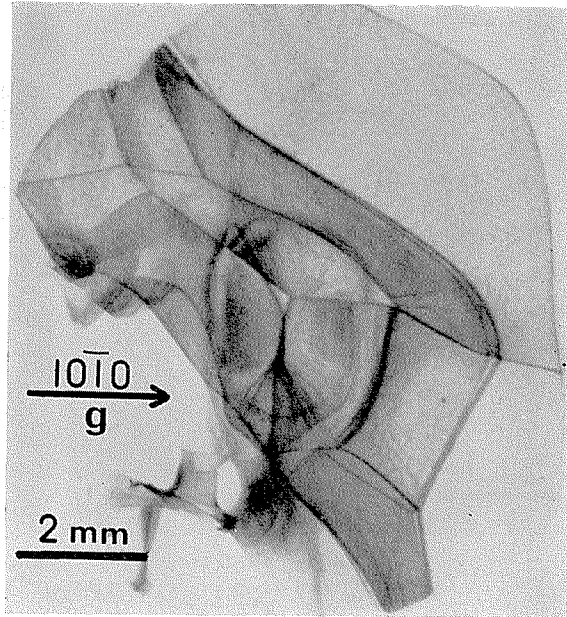
第4図 A, B, C に別な試料の X 線トポグラフを示した。g ベクトルはそれぞれ図に示した通りである。空像の中心に相当するところから六角板の頂点、及び辺の方向にのびる転位線群がみられることは第2図に示した例と同じである。約 20 個の試料を観察した結果、ほとんど総てがこのような転位分布を示した。

空像の輪郭が強いコントラストで表われるのは、空像が作る結晶内の表面での弾性歪が大きいためであると考えられる。この歪の広がり空像のまわり数 mm の範囲にわたっている。先に空像の中心から六角板の辺及び頂点に向かう転位群が最も多いことを指摘した。これらの転位は、第4図から明らかなように角板の辺のところでは消滅しているばかりでなく、ここに示された X 線トポグラフは結晶底面内にある転位を表わしている。したがって空像の輪郭内にある結晶は空像を挟んでいる上下の水の部分の結晶底面にある転位である事はいまでもない。氷の実質部分は空像を除けば1個の単結晶として連続しているため、空像の辺のところでは転位が消滅することはない。これとは逆に空像を包む結晶部分の転位が空像の辺のところでは消滅することがあっても、これは空像の表面に転位が出てしまったと解釈することができる。しかし第4図の写真にみられるように、空像に対応する六角板の中にある転位に関しては上述のように考えることはできない。六角板中にみられる転位が六角板の辺のところでは消滅しているのは、実際に転位が止められてしまったか、又は異なったバーガスベクトルを持つ他の結晶面に移ったかのどちらかであろう。第4図 A と B とはそれぞれ同一試料の裏側と表側とのトポグラフである。すなわち試料を鉛直軸の周りに 180° 回転したものである。回折ベクトルはしたがって第4図 A のばあいを $[10\bar{1}0]$ とすれば B のそれは $[\bar{1}010]$ となる。いま便宜上六角板空像の頂点に図に示したように 1 から 6 までの番号を付ける。第4図 A と B とは互いに鏡映の関係にあることは実験条件から明らかである。試料の厚さは約 1.5 mm であるから氷による X 線の吸収はきわめて小さい。このため第4図 A, B のトポグラフがほとんど同じ転位分布を示している。しかし、空像部分での頂点 1 から 4 に連なる転位線群は B より A の方が鮮明である。このことからここにみられる転位が空像を挟んでいる氷のどちら側にあるかが解る。いまかりに B を裏の面とすれば、空像部分の中心から頂点 2 及び 3 の方向に伸びた転位線は裏の面にあることになる。これらの転位は主に $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 型の 60° 転位である。これに対し反射ベクトルを $[11\bar{2}0]$ としたときに得られた X 線トポグラフ第4図 C で、中心から $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向の転位線群は同じように $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ のバーガスベクトルをもつ 30° 転位である。いずれの転位も先に指摘したように空像の辺のところでは消滅している。

c. 小傾角粒界の形成

偏光での観察結果、試料は光学的には完全な単結晶であった。しかし第4図又は第5図で観察されるように、空像を含んだ結晶には多くの粒界が存在する。結晶粒間の方位の違いが約

15~20分以上になると回折条件からはずれてしまうためにトポグラフには表われない。ここにみられる結晶粒の方位はそれ以下の小角度しかずれていないことになる。したがってこれらの粒界は偏光では観察されないほど隣接結晶の方位の差が小さい小傾角粒界である。第5図の中心部に六角板の空像があるが、小傾角粒界は空像の部分とそのまわりの結晶にも連続している。これは前述の六角板の辺のところでは消滅している転位群とは異なっている。空像部分にある粒界の方向は $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 又は $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ の方向とよく一致するため、このような小傾角粒界は第2図又は第4図で観察された転位と同じ種類の転位が集積して形成されたものであると考えられる。観察に使った空像は

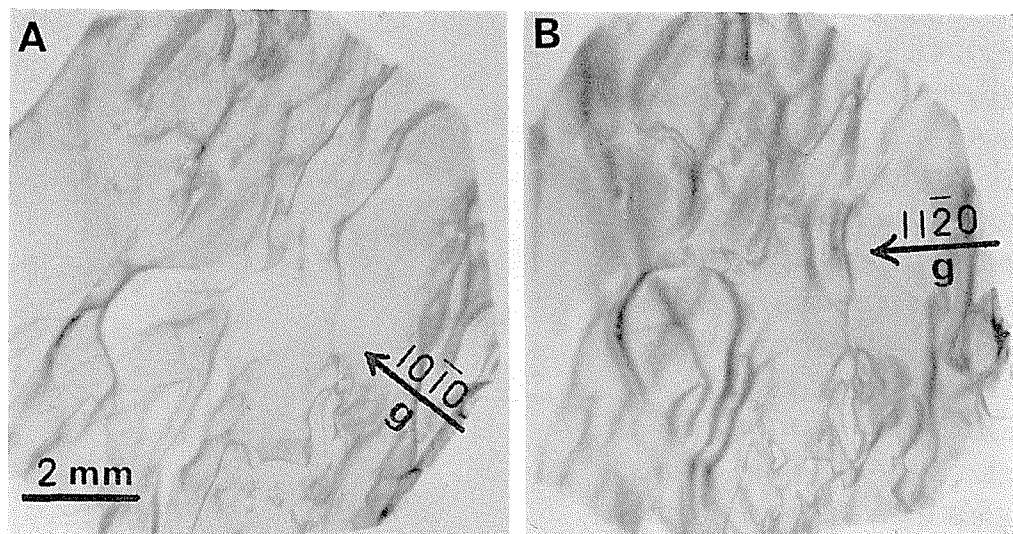


第5図 転位が集積によって作られた小傾角粒界
空像部分の粒界がその周囲の結晶部分ともつながっている

いずれもメンデンホール氷河の単結晶の中にもともと形成されていたものである。単結晶は3年以上低温室におかれていたものであるが、氷河で日射を吸収し、チンダル像が発生しその後再凍結して空像を残したとすれば、空像が作られてから長年月を経ていることになる。この間にチンダル像の凍結過程で生じた転位、及び内部応力のために凍結後に発生した転位が再配列し、いわゆるポリゴン化が進んだものと考えられる。

d. チンダル像作製直後の回折像

第2図、第4図及び第5図に示したX線トポグラフは氷河氷の中に作られてから長い時間経過した空像を含む単結晶氷のものである。この節では氷河の単結晶に赤外線ランプを照射して人工的にチンダル像を作り、その直後に観察した回折像について述べる。すなわち新しい空像を持つ試料についての観察結果である。X線の観察に適する大きさ(1×1×0.2 cm)の単結晶を作ってそれに熱線を照射してもその内部にかならずチンダル像が発生するとは限らない。これは内部融解核が試片内に存在しなかったことになる。氷の多結晶に熱線を照射しても多数の融解像が発生する結晶粒と全く発生しない結晶粒とがあることはよく知られているが、切り出した結晶片の中に融解像の核が存在するかどうかをみきわめる事はむずかしい。最近前野⁴⁾はチンダル像を作る核として溶存気体を含む微小な気体の作用を指摘している。このようなことから大きな単結晶の塊に赤外線を照射し、融解像が発生した部分から試料としての結晶片を切り出した。融解像は、はじめ小さな円形であるが、次第に角板状になり、更に赤外線ランプの照射を続けると樹枝状の成長を始める。試料の作製に関しては前節と同じ手順に従った。赤外線の照射をやめて試料を成形し始めるとチンダル像の樹枝状の部分は再凍結し始め、



第6図 樹枝状のチンダル像が凍結した直後につくられた六角空像とそのまわりの再凍結部分のX線トポグラフ、A、Bの g ベクトルはそれぞれ $[10\bar{1}0]$ 及び $[\bar{1}1\bar{2}0]$ である

肉眼では認めることができなくなる。内部に真空泡を持った六角板状のチンダル像だけが残る。X線の管電圧、管電流をそれぞれ50 kV、1300 μ Aとし、走査範囲を約1 cmとしたばあい回折像を得るために要する時間は約2時間であった。そのため初期の段階では融解した水の膜と真空泡があったとしても、この間に水の膜は凍結してしまう。第6図に示したX線回折像にみられる六角形の像は、熱線照射直後に氷の中にみられたチンダル像とほとんどその大きさも位置も変わっていない。もしチンダル像の中の水の膜が再凍結して水と氷との体積差だけの空像を残したとすれば、形も大きさも変化しなければならないだろう。 -10°C で数時間経過した後にチンダル像内部の水膜が未凍結のまま残っているとは考えられないが、又一方チンダル像と同じ大きさの空像がそのままの位置に残るということも解釈しにくい。回折像の六角板が内部に水を含んでいるチンダル像であるか、いわゆる空像であるかは今の場合結論することはできないが、空像であることの可能性の方が大きい。

第6図の回折像は、これまで示してきた例とはいく分異なっていて、転位群や、空像の六角形の辺での回折が明瞭に表われていない。この写真は、中心にみられる六角形の像の周囲に形成されていた樹枝状の内部融解像が、再凍結した直後のものである。熱線を照射すると、結晶全体が融点近くまで昇温されるために、肉眼で観察できるチンダル像のような巨視的な結晶欠陥がえられるだけでなく、転位なども動きやすい不安定な状態にあると考えられる。六角板の輪郭や転位像が明瞭でないのは、主に、このような熱的效果のためと思われる。このため、作られてから長年月経た古い空像を含む試料にみられた転位線群や小傾角粒界は観察されなかった。

IV. ま と め

氷河水や湖の氷の内部にみられる六角板状の空像は、結晶学的、幾何学的な面で囲まれてはいるが、氷の内部に作られた巨視的な結晶欠陥ということができる。中谷は、空像はチンダル像が再凍結する時に不均整な凍結をするために、氷と水との体積差から生じた真空泡が氷の結晶にとりこまれた結果発生したものであることを明らかにした。このような成因を考えると空像の囲りは融解、再凍結による結晶構造の乱れが十分予想される。

今回は氷河水の中で比較的長期間安定な状態で存在していたと思われる空像、及び実験室内で赤外線ランプを照射して作ったチンダル像が凍結して残した空像をX線トポグラフで観察した。これらの観察の結果、空像周辺に最も歪の大きい部分があり、これが空像から数mm離れているところまで及び、転位密度の高い部分を形成している。空像部分の結晶底面には $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 、又は $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向の転位線が最も顕著である。転位線群の多くは $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ のバーガスベクトルをもつ螺旋転位、 60° 転位、 30° 転位であるが、 $a \langle 10\bar{1}0 \rangle$ 型のバーガスベクトルを持った転位であると考えられるものも観察された。転位のバーガスベクトル及びその種類はこれまでのX線トポグラフによる研究結果とよく一致した。

空像部分の結晶底面にある転位は特徴的な分布を示した。すなわち、空像部分の中心が最も密でそこから六角板の頂点又は辺の方向に直線的な転位線群が多いことである。更にこの転位線群が空像の六角板の辺のところまで消滅している。転位は表面に出てしまわない限り、結晶内部で終端をもたないから、これらの転位は実際に空像周辺の歪場で止められているか、又は底面から他の結晶面に移ったために回折条件を満たさなくなったかのどちらかであるが、今の段階ではそのいずれかは明らかでない。

転位線が集積し小傾角粒界を形成しているばあいもある。第5図に示した試料はこの種の結晶であるが、特に空像部分に連続している粒界は第2図及び第3図で観察された転位群の方向とよく一致している。

Krüger³⁾と中谷¹⁾は、チンダル像が凍結した後再び熱線を照射すると以前にチンダル像が作られた付近に再び内部融解像が現われることから、内部歪が集中しているところが融解の核になる可能性があることを指摘した。X線トポグラフで直接観察をした結果、空像の周辺はきわめて転位密度が高いこと及び、小傾角粒界があることが明らかになった。このことから、このような部分が二次的に融解の核になる可能性はあるようである。転位欠陥が本当に核として作用するかどうかは、同一の試料を、熱線照射の前後で観察する方法がとられなければならないが、薄い試料を使わなければならないという実験上の困難さのためにまだおこなわれていない。

おわりにこの報告を書くにあたり、有益な議論と原稿の校閲をして下さった若浜五郎教授に心から感謝の意を表します。

文 献

- 1) Nakaya, U. 1956 Properties of single crystals of ice revealed by internal melting. *SIPRE Res. Rept.*, **13**, 1-80.
- 2) Knight, C. A. and Knight, N. C. 1965 Negative crystals in ice; A method for growth. *Science*, **150**, 1819-21.
- 3) Krüger, G. J. and Magun, S. 1955 Negative schnee kristalle. *Photographie und Forschung*, **8**, 3-8.
- 4) Maeno, N. 1968 Nuclei of Tyndall figures and surface melting of ice. *Can. J. Phys.*, **46**, 313-13.
前野紀一 1970 氷の内部融解と表面融解の観察. 低温科学, 物理篇, **28**, 23-31.
- 5) Webb, W. W. and Hayes, C. E. 1967 Dislocation and plastic deformation of ice. *Phil. Mag.*, **16**, 909-925.
- 6) Fukuda, A. and Higashi, A. 1969 X-ray diffraction topographic studies of the deformation behavior of ice single crystals. In *Physics of Ice* (N. Riehl, B. Bullemer and H. Engelhardt, ed.) New York: Pleum, 239-250.
- 7) 水野悠紀子 1974 X線トポグラフによる霜及び平板氷の結晶欠陥の研究. 低温科学, 物理篇, **32**, 13-24.

Summary

Thin hexagonal voids of the order of 1 cm in diameter are often found in a large single crystal of glacier or lake ice. Formed by the ununiform refreezing of Tyndall flowers (or Tyndall figures) in ice crystals, these voids are called "vapourfigures". Vapour figures are saturated with water vapour, but do not contain air in them. Nakaya extensively studied the formation processes of vapour figures in conjunction with the thermal behaviour of Tyndall flowers; he showed that some internal strains were left in the crystal lattices of ice around the vapour figures after the freezing of Tyndall flowers.

For a more direct and detailed study of the local strain in ice in the vicinity of a vapour figure, X-ray topographic observations were conducted in order that crystal imperfections in ice are revealed around it. A block of ice containing a hexagonal vapour figure was cut from a large single crystal of ice brought from Mendenhall Glacier in Alaska. Rectangular thin plates of ice of 2 mm in thickness were prepared by the chemical polishing of the block of ice so that a hexagonal vapour figure was placed at the center of the ice plate as schematically shown in Fig. 1. Since a hexagonal vapour figure is parallel with the crystallographic basal plane (0001), the crystallographic c-axis of the ice is perpendicular to the largest plane of the ice plate (Fig. 1).

X-ray diffraction topographs were taken with four different diffracting vectors, $[10\bar{1}0]$, $[\bar{1}010]$, $[11\bar{2}0]$ and $[\bar{1}\bar{1}20]$, for each sample of ice plates (See Fig. 3). Typical examples of the topographs in the vicinity of a vapour figure are illustrated in Figs. 2A, B, C and D, in which the diffracting vector is denoted by an arrow "g". It can be seen in these photographs that the dislocation density is markedly high along the periphery of hexagon and that the greater majority of dislocations within the hexagon are running toward the vertices or sides of the hexagon. It should be noted that most of the dislocations in the hexagon disappear at the periphery of the vapour hexagon.

Similar situations were observed on the other twenty samples used in the present experiment. The configurations of dislocations observed in and around the hexagon are schematically shown in Fig. 2-E, in which solid straight lines labelled with a, b, ... and i represent a bundle of dislocations in the hexagonal area and a broken line indicates the area of high dislocation density. By using the extinction condition on dislocation images, the majority of these dislocations were found to be pure screw, 60° and 30° dislocations, which are all of the $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ type.

The X-ray diffraction topographs of another ice plate are illustrated in Fig. 4. The configurations of dislocations are very similar to those in Fig. 2. These illustrations in Figs. 2 and 4 strongly suggest that ice crystal lattices near a vapour figure are heavily distorted by a number of dislocations. Networks of small angle grain boundaries, that is, arrays of numerous dislocations, were observed in the vicinity of a vapour figure as shown in Figs. 4 and 5. The difference in crystallographic orientations between the neighbouring grains are so small, less than twenty minutes, that these grain boundaries can't be seen under polarized light. It may be noteworthy that these small angle grain boundaries coincide in direction with dislocation lines observed in the hexagonal area, i. e., $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ and $\langle 11\bar{2}0 \rangle$.

The vapour figures described above are old and stable ones, because the samples were from the ice which had originally formed in Mendenhall Glacier in natural circumstances many years ago and had been stored in a cold room for more than 5 years before the observations.

For a comparison of the configurations of dislocations around an old vapour figure with those around a newly-born one, vapour figures were prepared by refreezing of artificially produced Tyndall flowers. The X-ray topographs taken immediately after the formation of a new vapour figure are illustrated in Fig. 6. The new vapour hexagon can be seen immediately on the left of the center in each photograph. Dislocation images are very indistinct compared with those around the old vapour figures, which suggests that the dislocations are still in an unstable state.