



Title	多結晶氷のくり返し再結晶実験
Author(s)	黄, 茂桓; Huang, Maohuan; 大伴, 武都美 他
Citation	低温科学. 物理篇, 41, 13-23
Issue Date	1983-03-22
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/18453
Type	departmental bulletin paper
File Information	41_p13-23.pdf



多結晶氷のくり返し再結晶実験*

黄 茂 桓**

(中国科学院蘭州氷河凍土研究所)

大伴武都美

(北海道大学大学院理学研究科)

若 浜 五 郎

(低温科学研究所)

(昭和 57 年 10 月受理)

I. 緒 言

氷河や氷床の構造や流動と関連して従来、氷河氷の結晶主軸方位分布が多くの研究者によって調べられてきた¹⁻⁴⁾。それによると、氷河を構成する結晶粒の結晶主軸方位は乱雑に配向しているのではなく、ある特定の方向に集中して配向していることが多い。例えば、主軸方位が一方向に集中する一極大型をはじめ、二方向、三方向、四方向に集中するそれぞれ二極大型、三極大型、四極大型（ダイヤモンド型といわれる）あるいは帯状分布（ガードル）などがこれである。

このような結晶主軸の選択方位配向 (Preferred orientation) を室内で実験的に再現しようという試みや、その形成機構を解明しようという実験がこれ迄に多くなされてきた。しかし今のところ、上記の一極大型、二極大型、三極大型、およびガードル型は実験的な再現に成功したものの、四極大型は未だ成功した例はない。また、選択方位配向の機構についても不明に残された点が多々ある。

自然界に存在するものが実験的に再現できない理由はいくつか考えられる。例えば、従来行なわれてきた多くの実験では、10 bar ていどの大きな偏差応力を与えつつ試料には数十%という大きな歪を与えたために極めて著しい再結晶が急激に起るが、このようなことは実際の氷河では起らない。また、従来の実験では、変形・焼鈍による再結晶過程を1回しか実現していないが、実際の氷河では、山地を流下する間に、くり返し何回も再結晶過程をへてきている。

そこで我々は実際の氷河における再結晶過程になるべく近い条件で多結晶氷の再結晶実験を行なった。すなわち、融点直下の温度 (-1°C) で変形・焼鈍を十数回くり返し、また、1回の変形で試料に与える歪を10%にとどめ、再結晶がゆるやかに起るようにした。焼鈍は通常の無負荷状態で行なったほか、氷河内部の応力状態に少しでも近づけるため 1 kg/cm^2 の荷重をか

* 北海道大学低温科学研究所業績 第 2499 号

** 低温科学研究所研究留学生

けた場合の再結晶実験も行なった。

その結果、従来実験的には一例しか再現例のない三極大型²⁾や、まだ再現された例のない四極大型が実験で得られた。以下にそれを報告する。

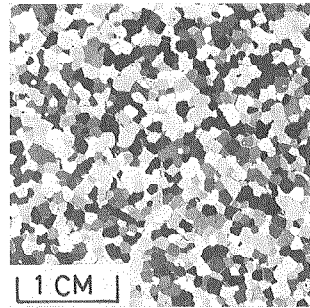
II. 実験方法

実験に用いた氷試料はふるいにかけた雪を型に満たした後、型の底の方から静かに蒸留水をしみこませ凍結させて作った。試料の密度は約 0.90 g/cm^3 であった。第1図、第2図にそれぞれ試料から切り出した薄片の偏光写真および等面積投影法で表示した結晶主軸方位分布を示す。この試料から縦10 cm、横10 cm、高さ約20 cmの直方体試料を切り出し、万能試験機を使用して -1°C で歪が10%に達するまで定速一軸圧縮を行なった。変形終了後、試料を -1°C の下で60~70時間焼鈍 (Annealing) した。焼鈍終了後、試料から薄片を切り出したのち再び試料に10%の圧縮歪を与えた。試料を変形することから始まり、焼鈍終了後薄片を切り出すまでの操作をひとつの実験単位とすると本実験ではこの単位を十数回くり返した。最終的に試料に与えられた全歪量 (Total strain) は75%に達した。それぞれの実験単位終了後、切り出した薄片について結晶主軸方位、粒径を測定すると共に定量形態学的手法^{5,6)}を用いて結晶粒の形態を調べた。

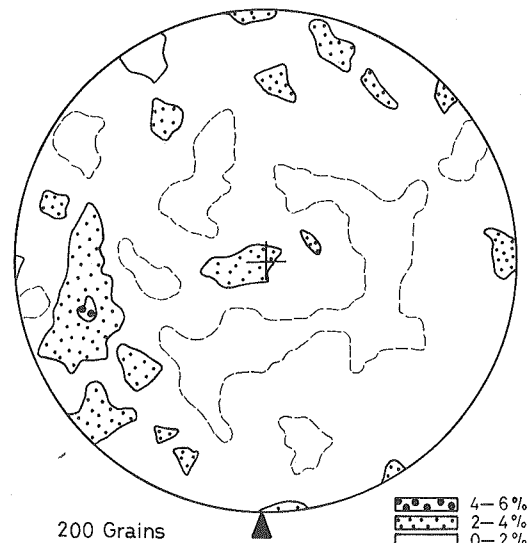
III. 実験結果

まず変形終了後、単に焼鈍した場合(今後、これをAシリーズと呼ぶ)に得られた結果をのべる。第3図 a)~f)に1~12回までの変形のうち偶数回の変形時の応力-歪曲線を歪速度 ($\dot{\epsilon}$) と全歪量と共に示す。この図から、与えた歪速度、結晶主軸方位分布、および粒径分布などの変化に従って、降伏応力や応力-歪曲線の形が変化することがわかる。

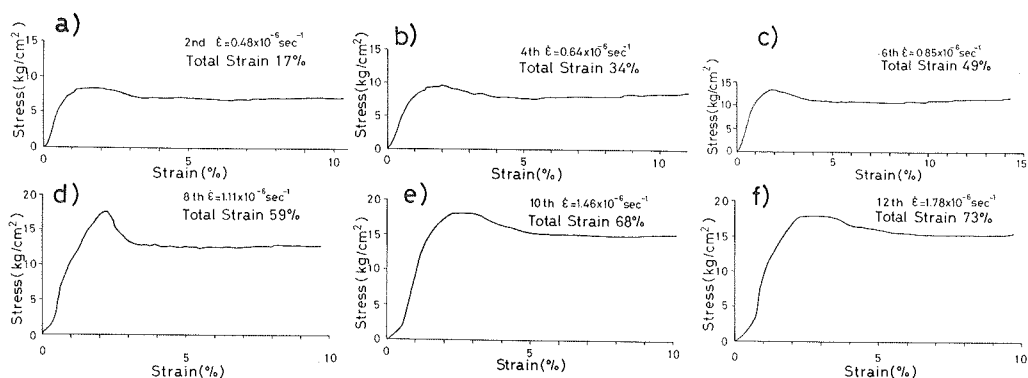
第4図 a)~f)には1~12回のうち偶数回の焼鈍後に撮影した、試料の圧縮軸に垂直な面の薄片の偏光写真を示す。偶数回の焼鈍後に測定した結晶主軸方位分布は圧縮軸を投影の中心とする等面積投影法で第5図 a)~f)に示す。図に見られるように、結晶主軸方位分布は最初は



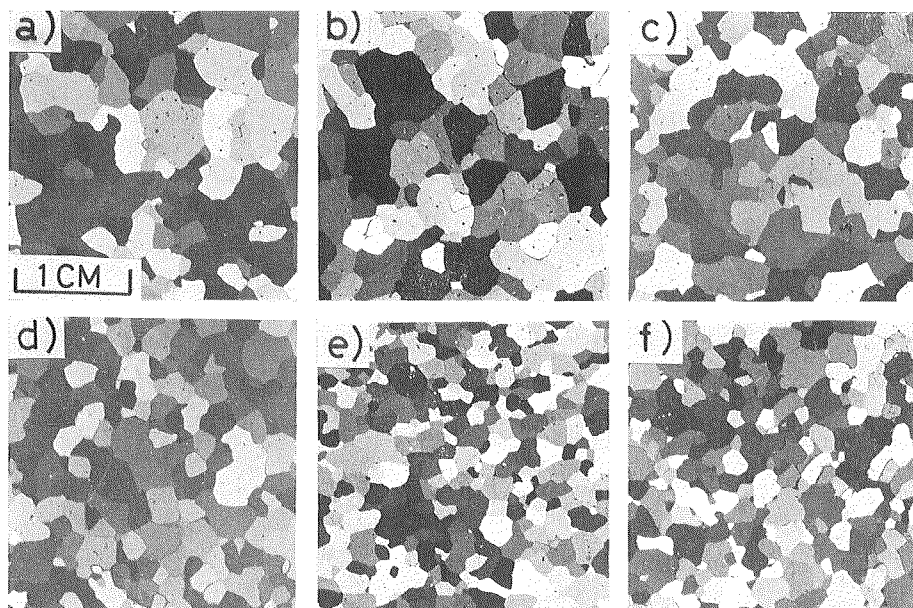
第1図 実験に用いた試料の薄片の偏光写真



第2図 実験に用いた試料の結晶主軸方位分布を等面積投影法で示す



第3図 A シリーズの実験における応力-歪曲線, 歪速度 ($\dot{\epsilon}$) および全歪。a)~f) まで各々1~12回までの変形のうちの偶数回ものを順に示す

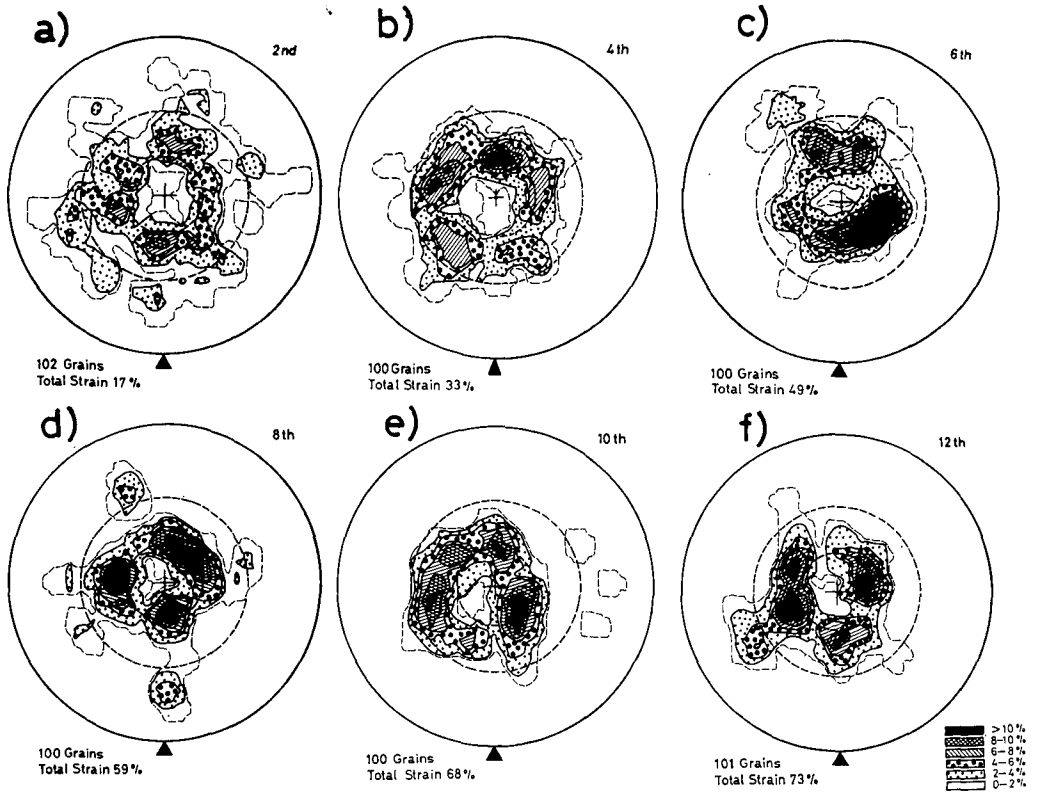


第4図 A シリーズの実験における焼鈍後の試料の薄片偏光写真。圧縮軸は紙面に垂直な方向。a)~f) まで各々1~12回目までのうちの偶数回の再結晶過程を順に示す

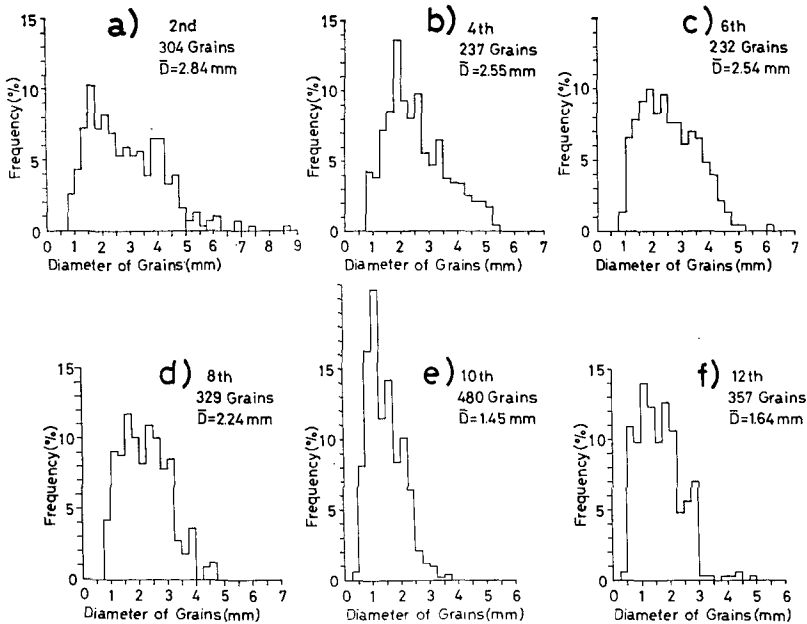
徐々に圧縮軸を中心とする小円ガードルに近づく (第5図 a~c) が, その後しだいに三ないし四極大型に移行する (第5図 d~f)。同時に極大域を含むガードルの中心は, 圧縮軸からしだいにずれてゆく。

試料の結晶粒径分布と平均粒径 (\bar{D}) を第6図 a)~f) にかかげる。最初分散の大きかった結晶粒径分布は, 再結晶過程を重ねるに従って分散が小さくなり, また, 平均粒径も徐々に小さくなる傾向にある。

A シリーズ実験における隣接結晶粒間の結晶主軸方位差分布を第7図 a)~f) に示す。隣接結晶粒間の方位差角は, 初期には大きな分散を示していたが, 再結晶過程をくり返すに従って, 40~50°前後と 10°前後に集中してきた。

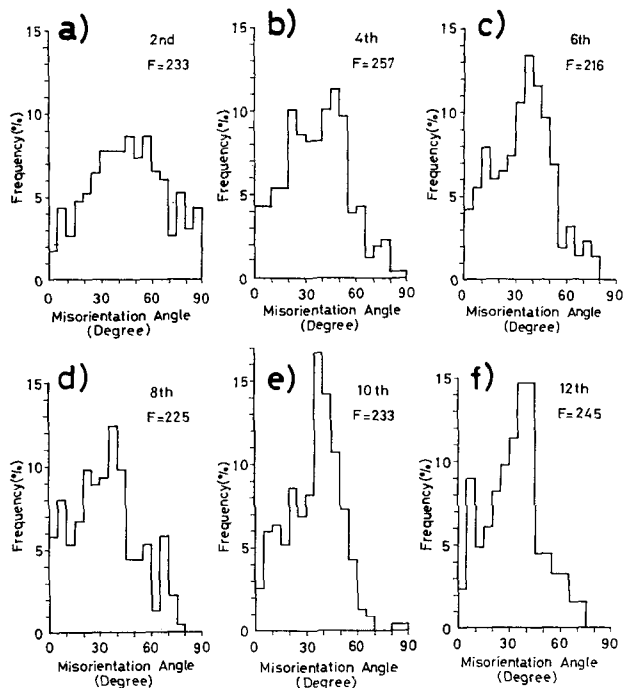


第5図 A シリーズの実験で得られた結晶主軸方位分布。圧縮軸を投影内の中心とした等面積投影法で示す。点線で描かれた円はそれぞれ圧縮軸から20°と45°の角度を示す。a)~f)までそれぞれ1~12回目の再結晶過程を順に示す

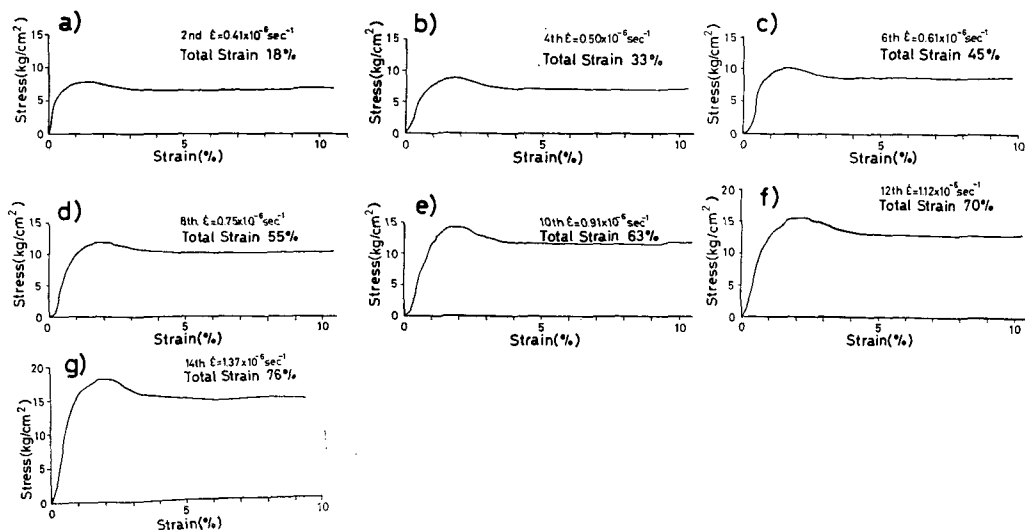


第6図 第4図の薄片について求めた結晶粒径分布と平均粒径(\bar{D})。a)~f)はそれぞれ1~12回目までの再結晶過程のうち偶数回のもを示す

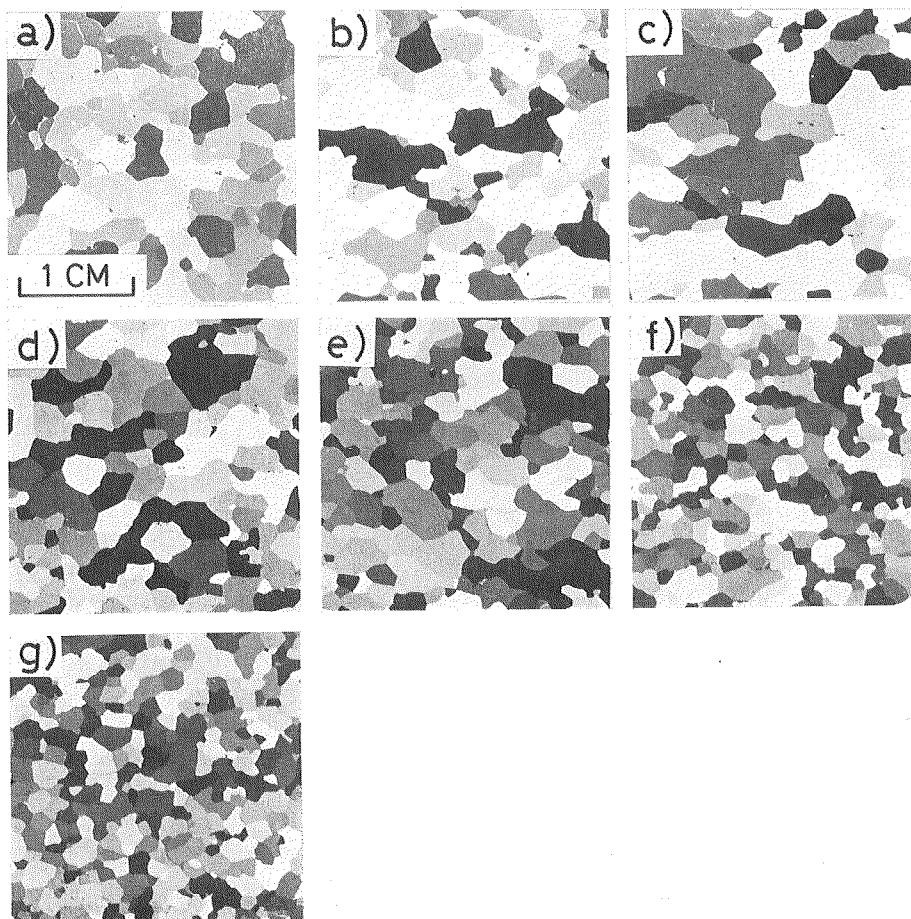
次に焼鈍時に約 1 kg/cm^2 の荷重を加えた実験 (B シリーズと呼ぶ) の結果を示す。まず第 8 図 a)~g) に 14 回までの変形過程のうちの偶数回の変形時の応力-歪曲線を歪速度と全歪量とに示す。また偶数回の焼鈍後に圧縮軸に平行な面から切り出した薄片の偏光写真を第 9 図



第 7 図 A シリーズの実験の試料について求めた隣接結晶粒間の結晶主軸方位差角。a)~f) はそれぞれ 1~12 回のうち偶数回の再結晶過程を示す



第 8 図 B シリーズの試料の応力-歪曲線と歪速度 (e) および全歪。a)~g) まで各々 1~14 回までの変形過程のうち偶数回のものを示す



第9図 Bシリーズの実験の試料の焼鈍後の薄片の偏光写真。圧縮軸は紙面に平行に上下の方向。a)~g)は各々1~14回までの再結晶過程のうちで偶数回のもを示す

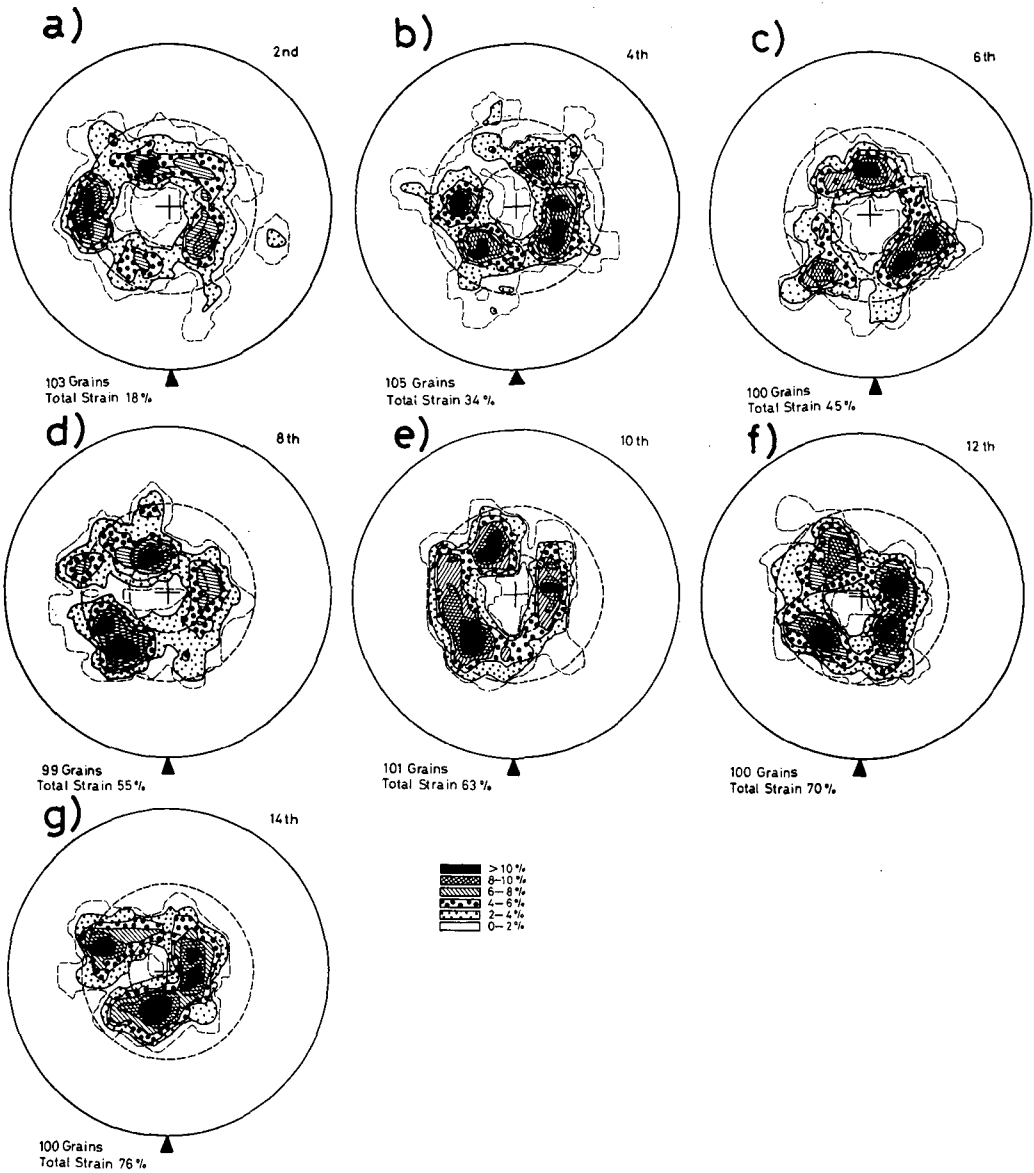
a)~g)に示す。

それぞれの再結晶過程終了後に測定した結晶主軸方位分布を応力軸を投影の中心にして第10図 a)~g)に示す。結晶主軸方位分布は、Aシリーズと同様最初は小円ガードルであるが、やがてガードル上に極大が出現し、しだいに三ないし四極大型へ移行し、また、ガードルの中心は圧縮軸からしだいにずれる傾向が見られる。しかしBシリーズではガードル型の形成や多極大への移行がAシリーズよりも早く起り、またガードルの一部が消失することがある(第10図 b, d, e および g)。

結晶粒径分布と平均粒径を第11図 a)~g)に示したが、これもAシリーズと同様、再結晶過程を重ねるに従って粒径の分散が小さくなり、また平均粒径も減少する傾向がみられる。

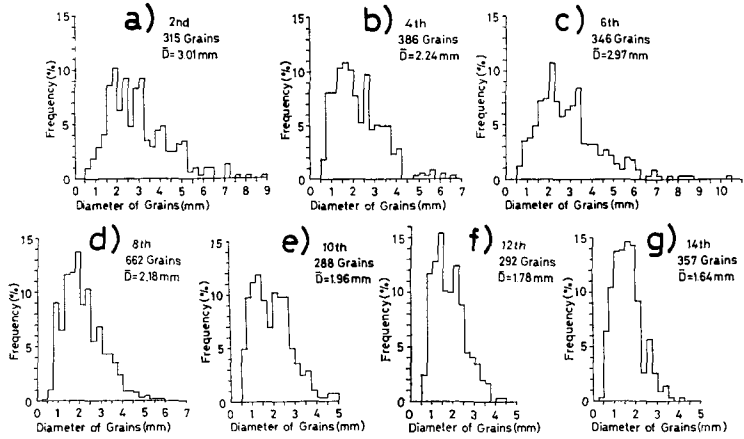
隣接結晶粒間の主軸の方位差角も、Aシリーズと同様、再結晶過程をくり返すに従って40~50°前後と10°前後に集中してきた。第12図 a)~g)にそれを示す。

第12回の再結晶過程終了後に圧縮軸に平行な面から切り出した薄片を用いて求めた形態学的な解析の結果を両シリーズについてそれぞれ第13図 a), b)に示す。この図から、A, B

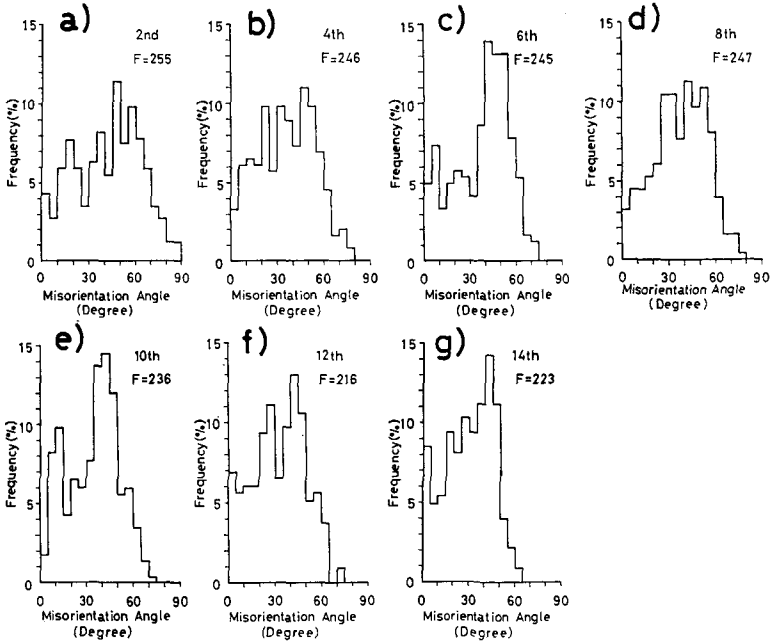


第10図 Bシリーズの実験の試料の結晶主軸方位分布。圧縮軸を投影円の中心とした等面積投影法で示す。点線で描かれた円はそれぞれ圧縮軸から20°と45°の角度を示す。a)~g)まで各々1~14回の再結晶過程のうち偶数回のものを示す

いずれのシリーズにおいても平均軸比(\bar{R})で示されるように個々の結晶粒は伸長した形態をもつことがわかる。また形の配向を量的に表す配向度(Q)^{5,6)}は小さいが、線配向(Linear oriented structure in plane: 図中の線 a-b)を示すことがわかる。試料の構造を吟味した結果、圧縮軸に平行でかつこの薄片面に直交した面においても線配向が認められたので、この試料は空間的には面配向(Planar oriented structure in space)をもつと考えられる^{5,6)}。この配向面と薄片との交線が前述の配向線(第13図 a), b) 両図中の線 a-b)である。



第 11 図 第 9 図の薄片について求めた結晶粒径分布と平均粒径 (\bar{D})。a)~g) はそれぞれ 1~14 回までの再結晶の過程のうち偶数回のものを示す

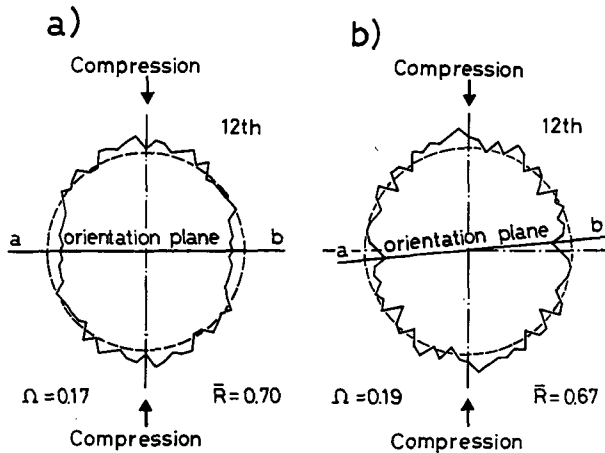


第 12 図 B シリーズ試料の隣接結晶粒間の結晶主軸方位差角。a)~g) はそれぞれ 1~14 回の再結晶過程のうち偶数回のものを示す

IV. 考 察

1. 結晶主軸方位分布

第 5 図と第 10 図に示したように、十数回のくり返し再結晶過程によりはじめ乱雑だった結晶主軸方位分布はしだいにガードルをもつ三ないし四極大パターンに移行した。それと共に、ガードルの中心は圧縮軸の中心からずれてきた。これらの結果は、明らかに従来の実験結果とは異なる^{1~4)}。従来の一軸圧縮による再結晶実験では三ないし四極大型の結晶主軸集中は得ら



第13図 圧縮軸に平行な面における結晶粒の形態の配向を示す花形グラフ、配向度 (Ω) および平均軸比 (R)。両図とも配向面と薄片の交線を直線 a-b で示す

- a) Aシリーズの12回目の再結晶終了後
- b) Bシリーズの12回目の再結晶終了後

れなかったし、またガードルの中心は常に圧縮軸と一致していた。この違いは今回の実験が再結晶過程を十数回もくり返し与えたために生じたものと考えられる。

ところで第7図と第12図に示したように、隣接結晶粒間の主軸方位差は再結晶をくり返すと共に $40\sim 50^\circ$ にしだいに集中した。この結果は単結晶氷試料による再結晶実験⁶⁾ や氷河氷の解析結果⁹⁾ とかなりより一致を示す。

また、第7図、第12図に見られるように、結晶主軸の方位差は 10° 附近にも集中している。これは隣接結晶粒間に小傾角粒界が多数形成されたことを示している。小傾角粒界で境された隣接結晶は大傾角粒界で境された結晶同士よりも変形の際の抵抗が小さいことが知られている⁹⁾。そのため小傾角粒界は再結晶の核が発生するに必要な歪エネルギーが蓄積されにくいので、ひとたび形成されると比較的安定に存在する。これはひとたび極大域が形成されると、極大域は安定に存在することを意味する。このような理由で、変形・焼鈍をくり返しても極大域はほとんどそのまま保存され、安定に存在したと考えられる。

本実験の結果から、三極大あるいは四極大型のような氷河氷において特徴的な結晶主軸方位分布が、再結晶過程を重ねることによって得られることが明らかである。しかしその際に重要なのは、一回の再結晶過程で急激な再結晶を起さないことである。これは、再結晶過程をくり返して、しだいに三ないし四極大型の結晶主軸方位分布に移行する際にそれぞれの再結晶過程で発達した結晶主軸方位分布が、重要な役割を果たしていることを示している。

2. 結晶粒径分布と結晶粒の形態

結晶粒径分布は、初期には大きな分散を示すが、しだいに分散が小さくなることを第6図第11図に示した。これは再結晶過程を重ねるうちに、粒径が特に大きいものと小さいものが新たに発生した再結晶粒に食われてしまうためと考えられる。また平均粒径がわずかであるが

しだいに減少している。これは変形をくり返すに従って歪速度 ($\dot{\epsilon}$) が増加してその結果、核発生速度が増加して多数の再結晶粒が発生したためと考えられる。

V. ま と め

結晶主軸が無定方位の多結晶氷試料に温度 -1°C で約 70 時間焼鈍 (A シリーズ実験), あるいは -1°C で約 1 kg/cm^2 の荷重を加えながら 60 時間焼鈍 (B シリーズ実験) して再結晶粒を成長させるという操作を十数回くり返した。このように再結晶過程をくり返し与えると再結晶過程の初期には A, B 両シリーズ共圧縮軸をほぼ中心とする小円ガードルの形成が見られたが, 再結晶過程が進むとともにガードルはしだいに不明瞭となり, 従来実験的にほとんど再現されたことがなかった三あるいは四極大型へと移行した。ただし焼鈍中も荷重を加えた B シリーズの方が無荷重で焼鈍した A シリーズのときよりも早く三極大ないし四極大へと移行した。

本実験の実験データの処理には北海道大学大型計算機センターの HITAC M-200 H システムを利用した。

文 献

- 1) 渡辺興亜・大浦浩文 1968 偏圧による氷結晶主軸の定方位についての実験的研究 I. 低温科学, 物理篇, **26**, 1-28.
- 2) Tanaka, H. 1972 On preferred orientation of glacier and experimentally deformed ice. *J. Geol. Soc. Japan*, **78**, 659-675.
- 3) Kamb, B. 1973 Experimental recrystallization of ice under stress. *Geophys. Mon.* **16**, 211-352.
- 4) Wilson, C. J. L. and Russel-Head, D. S. 1982 Steady-state preferred orientation of ice deformed in plane strain at -1°C . *J. Glaciol.*, **28**, 145-164.
- 5) Underwood, E. E. 1970 Quantitative Stereology, Addison-Wesley, N. Y., 48-79.
- 6) 大伴武都美・若浜五郎 1982 氷河氷の形態と結晶軸方位の関係. 低温科学, 物理篇, **41**, 151-158.
- 7) 大伴武都美・若浜五郎 1982 氷再結晶粒の結晶軸方位. 低温科学, 物理篇, **41**, 1-11.
- 8) Matsuda, M. and Wakahama, G. 1978 Crystallographic structure of polycrystalline ice. *J. Glaciol.*, **21**, 607-620.
- 9) 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.

Summary

A new type of recrystallization experiment using a polycrystalline sample was conducted. In the past experiments stress or strain for the deformation of a sample was rather too large to reproduce the condition of glacier flow. Therefore, it was not suitable to discuss the change of fabrics pattern between before and after recrystallization, because the recrystallization or fracture during the deformation prevented a valid comparison. It is clear that repeated processes of recrystallization play an important role in the formation process of preferred orientation of polycrystalline ice in the glacier. In addition to this it was revealed by other experiment using a single crystal of ice that the crystallographic orientation relation between the c-axis of recrystallized grain and that of the deformed matrix is nearly 50° . Under the circumstances, this new type of recrystallization experiment aimed at investigating the change of

fabric pattern of polycrystalline ice by reproducing the repeated recrystallization processes during the glacier flow.

The sample used in the experiment is fine-grained, and randomly oriented polycrystalline ice (Figs. 1 and 2). First, a rectangular solid sample, $10 \times 10 \times 20$ cm in dimensions, was cut as a specimen. Next, the specimen was deformed by 10% at 272 K. Then it was annealed at this temperature. One was without stress (called series A); the other with the stress of about 0.1 Mpa (series B). Recrystallization was repeated 12 and 14 times for series A and B respectively. Then, a thin section was prepared by cutting out from each specimen (Figs. 4 and 9). Data were obtained for crystallographic orientation (Figs. 5 and 10), grain size distribution (Figs. 6 and 11), misorientation angle between adjoining grains (Figs. 7 and 12), and stress-strain curve (Figs. 3 and 8).

The fabric pattern of both series gradually changed to have 3 or 4 maxima with a girdle. Moreover, c-axes of both specimen did not concentrate on having a misorientation of 45° to the stress axis. It is considered that these patterns are caused by repeated recrystallization processes.

Concerning the formation mechanism of preferred orientation it is considered that the distribution of crystallographic orientation of the specimens before recrystallization plays virtual role in both supplying the driving force and characterizing the crystallographic orientation of a recrystallized grain.