



Title	介在物を含む氷単結晶の塑性変形
Author(s)	橋本, 雅之; HASHIMOTO, Masayuki; 若浜, 五郎 他
Citation	低温科学. 物理篇, 42, 11-19
Issue Date	1984-03-05
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/18479
Type	departmental bulletin paper
File Information	42_p11-19.pdf



介在物を含む氷単結晶の塑性変形*

橋本 雅之

(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58年10月受理)

I. 緒 言

氷河の底面付近や末端付近の氷崖には、岩屑を含んだ氷の層がしばしばみられる。岩屑のような介在物が氷体中に含まれている場合、介在物が氷の塑性変形にどのような影響をおよぼすかを調べるため、従来は岩屑を含んだ人工多結晶氷のクリープ実験が行なわれてきた^{1)~4)}。Hookeら¹⁾は、介在物として用いた砂粒の体積比がおよそ10%以下では、クリープ速度は純氷のクリープ速度より速い場合も、遅い場合もあり、それ以上の体積比ではクリープ速度は介在物の増加とともに指数関数的に減少することを示した。また Baker²⁾は、砂粒の体積比が約7%以下ではクリープ速度は純氷のクリープ速度とほとんど違いがないと報告している。

しかし、彼らの用いた氷試料は、氷粒子と砂粒とを混合させた後、0°Cの蒸留水を浸透させ凍結させたものである。この作成方法では砂粒の多くは結晶粒界に偏析し、結晶粒内に分散する砂粒は少ない。また、多結晶氷を変形させると、変形中に再結晶や粒界すべり、屈折面の形成等が生じるので⁵⁾、介在物の影響だけを観察するためには多結晶氷では複雑すぎる。そこで筆者らは単結晶を試料として用いることにした。実験結果の解釈を簡単にするために、介在物として球状のガラスビーズを用い、それらが氷体中に一様に分布するように氷単結晶内に含有させた。介在物の体積比は、従来純氷とクリープ速度との差がほとんどみられないとされている数%程度の量にした。

筆者らは介在物を含む氷単結晶を一定速度で圧縮するとともに、変形の過程を直接観察して介在物の変形におよぼす影響を調べた。以下に得られた結果について報告する。

II. 試料の作成及び実験方法

介在物として用いた平均直径58 μ mのガラスビーズは氷試料作成前にあらかじめエタノールで洗った後、煮沸した蒸留水中でよく洗浄した。このガラスビーズを含む氷単結晶を作成するために第1図に示したような装置を製作した。底面が真鍮製、内径が6.5 cm、高さが18.5 cmの氷作成用アクリル容器が冷却箱(A)の上に置かれている。装置全体を0.5 \pm 0.2°Cに温度

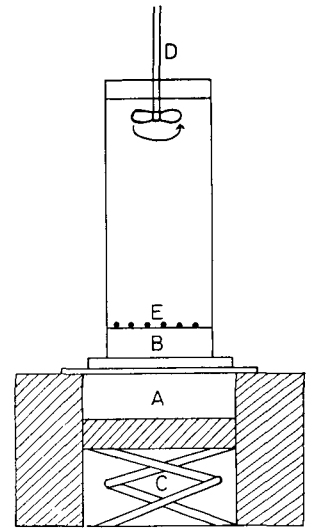
* 北海道大学低温科学研究所業績 第2606号

制御された低温室内に設置した。アクリル容器内には種氷(B)として直径約6.5 cm, 厚さ約1 cmの氷単結晶を結晶のc軸を容器底面に平行になるように容器底面に凍着させ、0°C近くに冷した蒸留水を加える。冷却箱は細かく砕かれたドライアイスで満たされているので、容器中の蒸留水は下から凍結する。氷の成長速度は冷却箱をのせているサポートジャッキ(C)を上下させることで調節し、 $(1.4 \pm 0.3) \times 10^{-6}$ m/sの速度で凍結させた。成長界面で気泡が氷に捕捉されるのを防ぐために、蒸留水をかくはん棒(D)でかくはんした。

次にガラスビーズを水体中に包含させるために、かくはんを一時停止させ、容器の上方より蒸留水に浸したガラスビーズを少量入れる。凍結面上にゆっくりと落下し、一様に分布したガラスビーズ(E)は、氷が下方より成長してくるので、水体中に包含されていく。以上の操作を実験に必要な介在物の量に応じて20~30回程度くり返していく。第2図がこのようにして作成した氷単結晶の偏光写真である。ガラスビーズの体積比は0.5%である。ガラスビーズは水体中にほぼ一様に分散しており、気泡は含まれていない。氷は光学的には単結晶である。

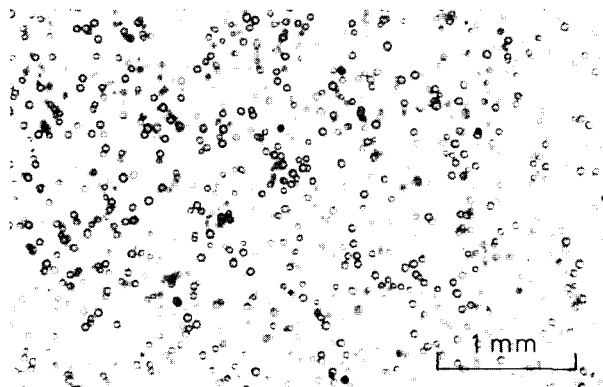
この氷から長さ35 mm, 幅15 mm, 厚さ2 mmの薄板を切り出し、長さ方向に圧縮した。このとき結晶のc軸は薄板の最大面積の面に平行、かつ圧縮軸とc軸とのなす角度が45°となるようにした。c軸方位はフォルムパールの二塩化エチレン溶液を用いた蒸発蝕像法によって決定した。

このようにして作成した氷の薄板試料を一定速度で圧縮させる装置は、すでに若浜⁶⁾が氷単結晶の変形に使用したものと原理は全く同じである。圧縮装置全体は低温室内に置かれた恒温箱内に入れられ、写真撮影等、一切の実験操作は恒温箱の外からできるようにした。この報告で述べる実験の温度は $-10 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で、圧縮速度は 2.8×10^{-7} m/sである。試料の介在物の



第1図 介在物を含む氷単結晶作成装置

A: ドライアイスを入れた冷却箱
B: 種氷 C: サポートジャッキ
D: かくはん棒 E: ガラスビーズ



第2図 体積比0.5%の介在物を含んだ氷単結晶の偏光写真

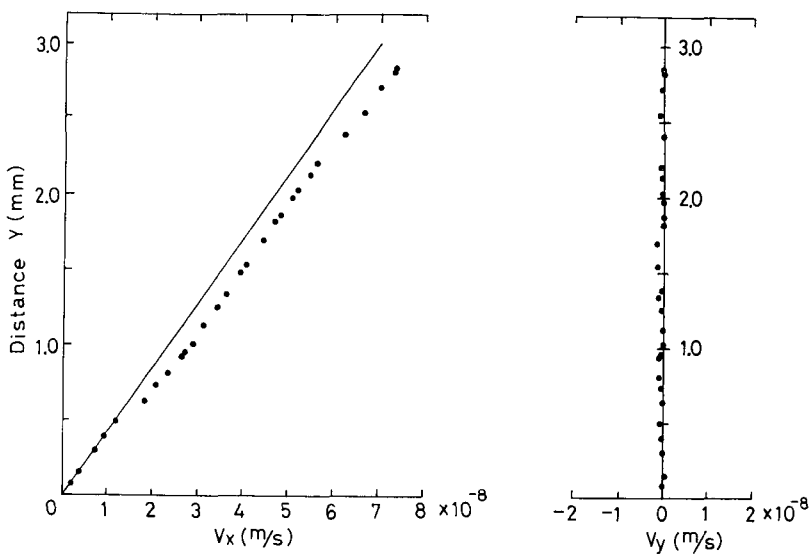
体積比は0% から4.4% の範囲で変え、圧縮による氷試料の変形の様子を接写装置や顕微鏡によって撮影し、圧縮に対する氷の反抗力をロードセルで測定した。

III. 実験結果

1. 氷試料の変形の観察

介在物を含む氷を変形させると、純氷と同様に基底面に平行なすべり線が観察される。このことは介在物を含んだ場合でも主すべり面は基底面であることを示している。そこで氷の変形を詳しく調べるために、試料中の介在物をマーカーとして、任意の1個の介在物を座標の原点にとり、この介在物に対する近傍の介在物の相対速度を測定した。座標軸は、基底面に平行で、かつ試料の最大面積の面に平行な方向にx軸、c軸方向にy軸をとり、変形前後の介在物の座標より、相対速度を計算した。第3図は、体積比で0.5%の介在物を含んだ試料の基底面に平行な方向の相対速度 V_x (図の左側) とc軸方向の相対速度 V_y (図の右側) を示している。縦軸は原点をとった介在物との変形前の距離のc軸方向成分である。基底面に平行な方向の速度は介在物間の距離が離れるにつれ直線的に増加しているのに対し、c軸方向にはほとんど動いていないことがわかる。また、試料が基底面すべりによって均一に変形したと仮定したとき、圧縮速度から計算した相対速度を第3図のグラフ内に実線で示す。わずかに実測値の方が大きな値をとっているのは、介在物間距離が $y=0.5\sim 0.6$ mm の箇所では局部的にすべり変形の量が多いためと考えられる。この付近を除けば、均一に基底面すべりをしたと仮定した場合の直線の傾きと実測値との傾きはほとんど等しい。したがって氷は介在物近傍では基底面すべりでは変形できないが、試料全体としてみれば主すべり面は基底面であることがわかる。

また、氷試料を変形し続けると、介在物の近傍に基底面に平行で、かつすべり方向に伸びた板状の空洞が発達しているのがみられた(第4図)。この写真は、0.5%の介在物を含んだ試料



第3図 介在物の基底面方向の相対速度 (V_x) とc軸方向の相対速度 (V_y)

に51%の圧縮ひずみを与えたときの介在物の近傍をとったものである。介在物の含有量を変化させても空洞は生ずるが、 -2°C の融点直下の温度ではほとんど発生しなかった。また、この写真では介在物の二方向に空洞がみられるが一方向だけにしか伸びていない場合や、全く空洞が発生していない介在物もみられた。

2. 応力-歪曲線

次に、主すべり系に対する分解せん断応力 τ と、せん断歪 ε との関係を求めてみよう。分解せん断応力 τ は

$$\tau = \frac{F}{A} \cos \phi \cos \varphi \quad (1)$$

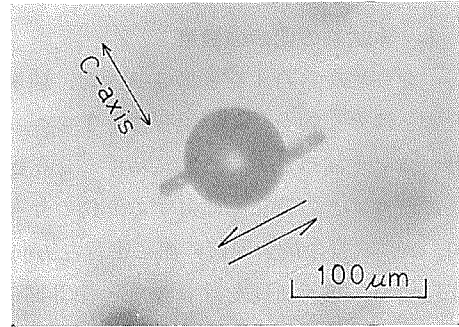
と表わされる。ここで F は荷重、 A は試料の断面積、 ϕ はすべり面の垂線と試料の圧縮軸の方向とのなす角、 φ はすべり方向と圧縮軸の方向とのなす角である。ここにあらわれる因子 $\cos \phi \cos \varphi$ は Schmid 因子とよばれる。

試料を変形させると、断面積 A と Schmid 因子は時々刻々変化していく。いま試料の基底面の面積に変化がなく、均一に基底面すべりによって変形すると仮定し、氷は最大せん断応力の方向にすべる $\left(\varphi = \frac{\pi}{\phi} - \tau\right)$ と仮定すると、(1)式は

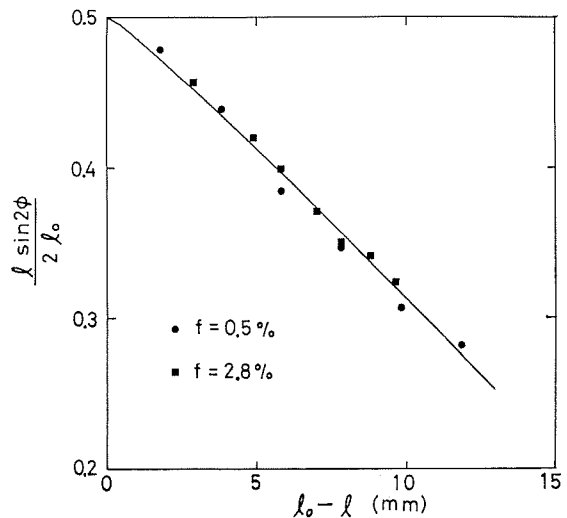
$$\tau = \frac{F}{A_0} \cdot \frac{l \sin 2\phi}{2l_0} \quad (2)$$

となる。ここで A_0 は変形前の試料の断面積、 l_0 は変形前の試料の長さ、 l は変形時の試料の長さである。第5図に氷が基底面すべりによって均一に変形すると仮定したときの $\frac{l \sin 2\phi}{2l_0}$ の計算値(実線)と0.5%と2.8%の介在物を含んだ氷試料を変形させたときの実測値との比較を示す。実測値との誤差は最大でも4%以内であるので、氷試料は基底面すべりによって均一に変形すると仮定し、(2)式を用いて分解せん断応力を計算することにした。

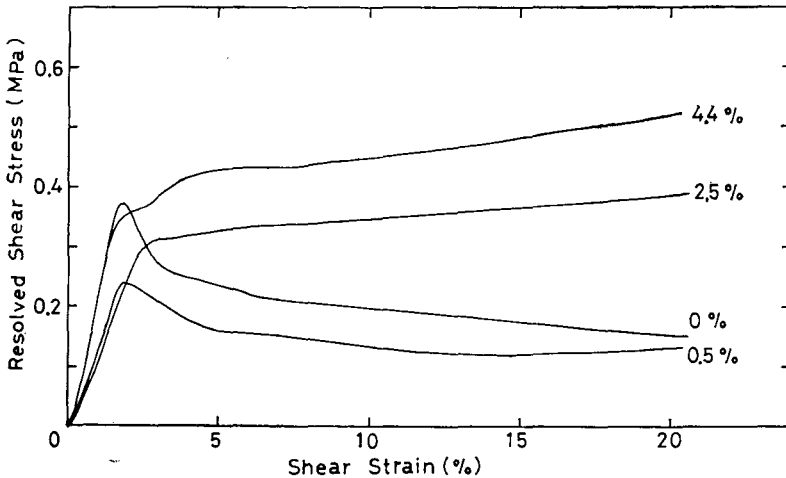
第6図に介在物の含有量を変えたときの応力-歪曲線を示す。純氷の場合、せん断歪が数%のとき降伏応力に達し、その後急激な応力降下を示す。しかし、介在物の体積比が0.5%の場合、純氷のような大きな降伏値は示さず、その後の応力降下量も小さい。また歪が15%程度となると応力は増加し始め、加工硬化



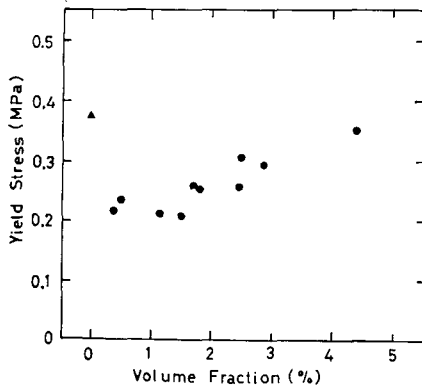
第4図 体積比0.5%の介在物を含んだ試料に51%の圧縮歪を与えたときの介在物近傍の顕微鏡写真。矢印はせん断変形の方向を示す



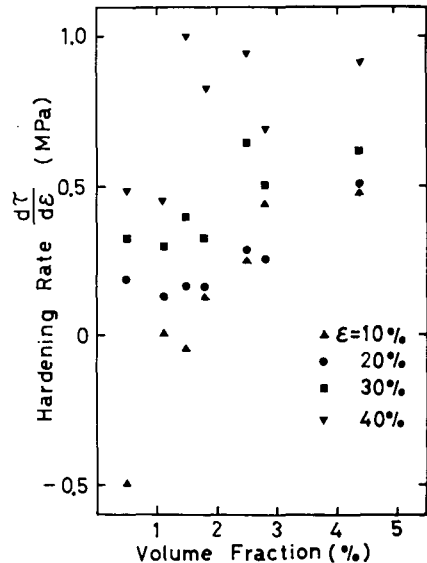
第5図 圧縮量 $(l_0 - l)$ と $\frac{l \sin 2\phi}{2 l_0}$ との関係



第6図 介在物の体積比を変化させたときの応力-歪曲線



第7図 降伏応力と介在物の体積比との関係
▲印は純氷の降伏応力



第8図 加工硬化率と介在物の体積比との関係

の様相を示す。介在物の体積比が2.5%以上になると降伏応力は増大し、応力降下はほとんどみられず変形の初期から加工硬化を示す。第7図に氷試料の降伏応力 τ_y が介在物の体積比によってどのように変化するかを示す。4.4%以下の量では、降伏応力は純氷の降伏応力よりも小さい。また、介在物の体積比が1%以上では介在物の体積比が増加するにつれ、降伏応力はほぼ直線的に増大している。

介在物を含むと降伏応力が減少する原因の一つとして、純氷と介在物を含んだ氷との変形前の転位密度の相違が考えられる。そこで、フォルムパールの二塩化エチレン溶液を腐食液とした二段レプリカ法⁷⁾によって変形前の氷試料の基底面上にエッチピットを作り、その密度を求めた。その結果、純氷では $1 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 、0.5%の介在物を含んだ氷では $2 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ であった。したがって変形前の初期転位密度が純氷より高いために、介在物を含む氷が純氷より小さな降伏応力を示したと考えられる。

先に述べたように、介在物を含む氷試料の応力-歪曲線に特徴的な点は、加工硬化を示すことである。そこで、せん断歪 ϵ が 10%, 20%, 30%, 40% のときの加工硬化率 $d\tau/d\epsilon$ を求めたのが第 8 図である。介在物の体積比や歪が増加するにしたがい、加工硬化率は増大する傾向があることがわかる。

IV. 考 察

介在物を含んだ氷の塑性変形の問題は、母金属中に強度の大きい変形し難い粒子を分散させることによって強化した合金、すなわち分散強化合金の変形の問題と類似している。そこで、本実験結果を分散強化合金の硬化理論と比較してみる。

1. 降伏応力

Ansell と Weertman⁸⁾ は融点近くの高温ではすべり面内にある介在物の前面に堆積した刃状転位が上昇して介在物を乗り越えるというモデルを提案した。このモデルによると、介在物を分散させたことによる降伏応力の増加量 ($\tau_y - \tau_0$) は、

$$\tau_y - \tau_0 = \left(\frac{\epsilon d \mu^3 k T}{6 L^2 D} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (3)$$

と表わされる。ここで、 τ_0 は純氷の降伏応力、 ϵ は歪速度 ($\epsilon = 1.4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)、 d は介在物の平均直径 ($d = 58 \mu\text{m}$)、 μ は氷の剛性率 ($\mu = 3 \times 10^9 \text{ Pa}$)⁹⁾、 k はボルツマン定数 ($k = 1.381 \times 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$)、 T は絶対温度 ($T = 263 \text{ K}$)、 L は介在物の平均間隔 D は氷の自己拡散係数 ($D = 5.8 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$)⁹⁾ である。

τ_0 の値は実験では 0.37 MPa であるが、介在物を含む氷との初期転位密度が異なると考えられるので、実験値そのままを使って純氷と降伏応力の値を比較するには無理がある。この点を補正するために、 τ_0 は転位密度が 0.5% の介在物を含んだ氷と等しい $2 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ であるときの値を用いることにする。

一般に歪速度 ϵ は、

$$\epsilon = b N v \quad (4)$$

と表わされる。 b はバーガスベクトルの大きさ ($b = 4.5 \times 10^{-10} \text{ m}$)⁹⁾、 N は転位密度、 v は転位の移動速度で、

$$v = \left(\frac{\tau}{B} \right)^m$$

という関係があるので、(4) 式は

$$\epsilon = b N \left(\frac{\tau}{B} \right)^m \quad (5)$$

となる。ここで、 B と m は定数である。氷では、 $m \doteq 1$ であり¹⁰⁾、初期転位密度 N_0 を $N_0 = 1 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ としたとき、 $\tau_0 = 0.37 \text{ MPa}$ であるので、 $N_0 = 2 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ の場合、 $\tau_0 = 0.185 \text{ MPa}$ となる。

第 9 図に Ansell と Weertman のモデルによる理論値 (実線) と本実験による降伏応力値の増加量 ($\tau_y - \tau_0$) を比較した。実験値のバラツキが大きいことはいえないが、降伏応力はおおよそこのモデルで説明できそうに思われる。

2. 加工硬化

Ashby¹¹ は硬い球状介在物を含む合金について介在物近傍で2次すべりが生ずる必然性を説明し、それに基づいて加工硬化の理論を提出している。Ashby は、簡単のために単純立方格子の母金属中に球状介在物を考え、外部応力が働いているが、介在物が硬く、わずかな弾性変形しかしないとすると、介在物境界付近で2次すべりが生じると考えた。この場合について、変形が進むにつれ2次すべりによって生ずる転位ループの数が増加し、これらが転位のすべり運動に抵抗を与えるとすると、この場合による加工硬化量が求められ、降伏応力を τ_y 、歪が ε のときのせん断応力を τ とすると、

$$\tau - \tau_y = \alpha \mu \sqrt{\frac{bf\varepsilon}{d}} \quad (6)$$

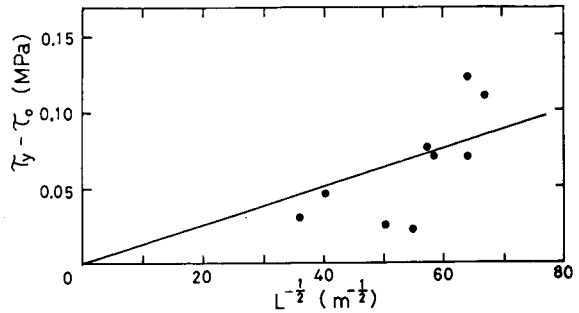
と表わされる。ここで α は 0.2 から 0.4 の定数であり、 f は介在物の体積比である。

第10図は、いろいろな体積比の介在物を含む氷試料について、加工硬化量 $(\tau - \tau_y)$ と $\mu \sqrt{\frac{bf\varepsilon}{d}}$ の関係を示したものである。図の実測値を直線近似して α の値を求めると $\alpha = 0.44$ となり、 $\alpha = 0.2 \sim 0.4$ という理論値とほぼ一致している。したがって氷においても2次すべりが生じている可能性が強いと考えられる。

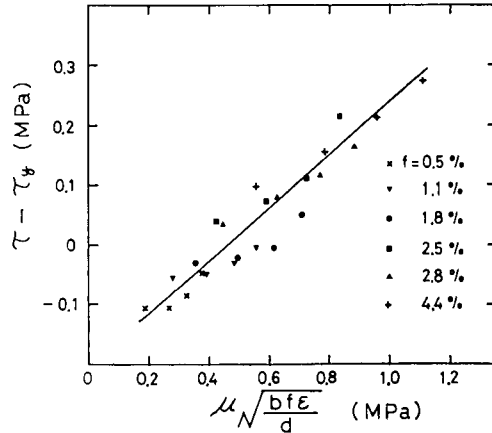
V. ま と め

介在物として、平均直径 $58 \mu\text{m}$ のガラスビーズを含む氷単結晶試料を作成し、 -10°C の温度の下で $2.8 \times 10^{-7} \text{ m/s}$ の一定速度で圧縮変形した。その結果以下のことがわかった。

- (1) 介在物を含んだ氷でも主すべり面は基底面である。また、介在物近傍に基底面に沿ってすべり方向に伸びた空洞が観察された。
- (2) 降伏応力は介在物の体積比が4.4%以下では純氷の降伏応力より小さかった。この原因は、初期転位密度が純氷より高いためと考えられる。
- (3) 降伏応力は介在物の体積比が増加するにしたがい、ほぼ直線的に増加した。
- (4) 介在物を含む氷は加工硬化を示す。加工硬化率は、介在物の体積比が増加する程、



第9図 降伏応力の増加量と介在物間距離との関係。実線は Ansell と Weertman による理論値



第10図 加工硬化量と $\mu \sqrt{\frac{bf\varepsilon}{d}}$ との関係

また試料の歪が増加する程、大きな値を示した。

(5) 降伏応力と加工硬化について、分散強化合金の硬化理論との比較を行なった。その結果、実験値と理論値との間には比較的よい一致がみられた。

文 献

- 1) Hooke, R. L., Dahlin, B. B. and Kauper, M. T. 1972 Creep of ice containing dispersed fine sand. *J. Glaciol.*, **11**, 327-335.
- 2) Baker, R. W. 1978 The influence of ice-crystal size on creep. *J. Glaciol.*, **21**, 485-500.
- 3) Nayar, H. S., Lenel, F. V. and Ansell, G. S. 1971 Creep of dispersions of ultrafine amorphous silica in ice. *J. Appl. Phys.*, **42**, 3786-3789.
- 4) Baker, R. W. and Gerberich, W. W. 1979 The effect of crystal size and dispersed-solid inclusions on the activation energy for creep of ice. *J. Glaciol.*, **24**, 179-194.
- 5) 若浜五郎 1964 氷の塑性変形について V. 低温科学, 物理篇, **22**, 1-24.
- 6) Wakahama, G. 1967 On the plastic deformation of single crystal of ice. *In Physics of Snow and Ice*, Pt. 1, 291-311.
- 7) Muguruma, J. 1961 Spiral etch-pits of ice crystals, *Nature*, **190**, 37-38.
- 8) Ansell, G. S. and Weertman, J. 1959 Creep of a dispersion-hardened aluminum alloy. *Trans. AIME.*, **215**, 838-843.
- 9) 東 晃 1981 寒地工学基礎論. 今古書院, 東京, 247 pp. (202 p. 参照).
- 10) Fukuda, A. and Higashi, A. 1974 Dynamical behaviour of dislocations in ice crystals. *Crystal Lattice Defects*, **4**, 203-210.
- 11) Ashby, M. F. 1966 Work hardening of dispersion-hardened crystals. *Phil. Mag.*, **14**, 1157-1178.

Summary

Debris-rich ice layers are often found near the bed and the terminus of glaciers. In order to investigate the effect of inclusions such as debris on the plastic deformation of ice, many previous workers have conducted creep tests on artificial polycrystalline ice containing sand particles. However, as the inclusions are located on crystal boundaries, the polycrystalline ice is not suitable for investigating the effect of the inclusions. Therefore, ice single crystals were used in this experiment. Inclusions used in the experiment were glass beads whose average diameter was $58\ \mu\text{m}$. Figure 2 shows an artificial single crystal of ice containing 0.5 volume % inclusions. The inclusions were dispersed randomly in the ice.

The ice single crystal containing inclusions was cut to prepare a sample 35 mm in length, 15 mm in width and 2 mm in thickness so that the basal plane of it was 45° to the long axis of the sample and normal to its largest face. Compression test at a constant speed 2.8×10^{-7} m/s were conducted at -10°C with the volume fraction of inclusions ranging from 0 to 4.4 volume %.

To investigate the deformation of the ice samples quantitatively, the relative velocity to one inclusion was calculated from the observed movement of other inclusions. Figure 3 shows the results for the ice containing 0.5 volume % inclusions. The velocity parallel to the basal plane, V_x , increased with increasing distance, Y , between the inclusions. The velocity parallel to the c-axis, V_y , is, however, almost zero. This indicates that the primary glide occurs on the basal plane.

During the process of deformation, the voids were often found around the inclusions. The

photograph of Fig. 4 shows an ice sample deformed by 51%, which contains 0.5 volume % inclusions. Two plate-shaped voids elongate along the glide direction on the basal plane.

Stress-strain curves for the varying volume fractions of inclusions are shown in Fig. 6. The yield drop of an ice sample containing 0.5 volume % inclusions is small, compared with the large yield drop of pure ice. The resolved shear stress of ice samples containing inclusions above 2.5 volume % increases with increasing shear strain. Namely, the stress-strain curve shows work-hardening. The yield stress for the varying volume fractions of inclusions is shown in Fig. 7. The yield stress of ice samples containing inclusions below 4.4 volume % is smaller than that of pure ice. It is probably due to the difference in initial dislocation density between pure ice and ice bearing inclusions as the density of etch pits is $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ on the basal plane of pure ice and $2 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ on the basal plane of ice containing 0.5 volume % inclusions. The yield stress increases with increasing volume fraction of inclusions. Figure 8 shows the work-hardening rate at various shear strain for the varying volume fractions of inclusions. The work-hardening rate increases with increasing volume fraction and shear strain.

The problem of an increase in yield stress and work-hardening with an increase in volume fraction of inclusions is analogous to the problem of dispersion hardened alloys. The experimental results were compared with the theoretical results of dispersion hardening. Ansell and Weertman suggested that dislocations can climb around the inclusions at high temperature. The inclined line in Fig. 9 shows the theoretical value of yield stress obtained from their model expressed by Eq. 3. The order-of-magnitude agreement suggests that the dislocation may climb around the inclusions. Ashby suggested that the secondary slip occurs around inclusions as the matrix undergoes shear deformation and that as a result the tangle of dislocations is formed and inhibits the movement of primary glide dislocations. He suggested that a stress increment is expressed by Eq. 6. Figure 10 shows the stress increment plotted against $\mu \sqrt{\frac{bf\varepsilon}{\alpha}}$ for various volume fractions of inclusions, where μ is the shear modulus of ice, b is the Burgers vector, f is the volume fraction of inclusions, ε is the shear strain, and d is the average diameter of inclusions. The slope, α , of the inclined line in Fig. 10 is 0.44. This experimental result agrees nearly with values of α , 0.2~0.4, obtained from Ashby's model. This suggests that the secondary slip may occur around the inclusions.