

## 粗大結晶氷の破壊靱性

楠本 韶\*・木村 宣夫\*  
 木寺 亨\*・梶 聖悟\*  
 竹内 博文\*\*

## Fracture Toughness of Large Grained Ice

by

Sho KUSUMOTO\*, Nobuo KIMURA\*, Tohru KIDERA\*

Seigo KAJI\* and Hirofumi TAKEUCHI\*\*

Fracture Toughness of ice has been investigated using sharply edge-notched specimens in four point bending at  $-10$  and  $-30^{\circ}\text{C}$  with loading rate  $\dot{K}_I = 0.1, 1.0, 10 \text{ MPa m}^{1/2}/\text{min}$ . Molds mounting a razor blade inside were used to make ice blocks for specimens. Distilled water poured to the mold was cooled into ice block with a sharp notch formed at the blade. Specimens were shaped up out of these ice blocks. Two types of specimens were used, parallel and orthogonal, which mean the directions of the notch plane be parallel and orthogonal respectively to the crystal growing direction. Fracture Toughness presented by  $K_{Ic}$  in this paper was calculated by ordinarily used equation of  $K_I$  in pure bend. Experimental results are as follows.

The order of  $K_{Ic}$  values was  $0.1 \text{ MPa m}^{1/2}$ , which is smaller than that of glass, about  $0.4 \text{ MPa m}^{1/2}$ . The fracture toughness  $K_{Ic}$  decreases as the loading rate increase or as the temperature decreases. The fracture toughness  $K_{Ic}$  of orthogonal specimen is larger than that of parallel specimen. This result relates very closely to the direction of the crystal growth or the direction of c-axis. The experimental results have been examined statistically because of their extremely scattering characteristics.

## 1. 緒言

氷の強度については、積雪や氷河の流動に関して、微視的かつ物理的な考察あるいは巨視的なレオロジーの立場に立った研究が多く、研究者によって行われてきた。しかし、これまで行われてきた氷の強度についての研究は変形に関するものが多く、破壊強度に関するものは比較的少ないように思われる。一方破壊強度については、船舶関係の進路の砕氷、航空機・船

舶の着氷、凍土の強度などの工学的問題の解決が進められている。また近年の北極圏での油田発掘事業の活発化にともない、氷の破碎の設計、海洋構造物に働く氷の力の評価などに取り組む技術者にとっても、氷の力学的性質の知識が不可欠となっている。他方、氷は実験室で、欠陥を含む試料も比較的容易に製作できるので、破壊力学の研究に利用できると考えられる。

我々の目的の中には、氷試験片を用いた応力拡大係

昭和58年4月30日受理

\*機械工学第二学科 (Department of Mechanical Engineering II)

\*\*機械工学専攻 (Graduate Student, Mechanical Engineering)

数の実験の決定も含まれている。本報告ではこれらの諸問題へのアプローチの第一段階として、切欠きを持った水の破壊靱性値を実験的に求め、負荷速度や温度条件の違い、あるいは氷の結晶成長方向と切欠き面方向との違いが破壊靱性値にどのような影響を与えるかを調べた。我々の得た実験結果は、線形破壊力学の手法によって整理したが、相当なバラツキが生じたので、結果の整理にあたっては統計的取り扱いを試みた。

## 2. 試験片の製作

今回用いた水試験片は蒸留水を単に型に入れて下面から上向きに一方方向に凍結させる方法、すなわち我々が放置凝固法と呼んでいる方法、によって作ったものであって<sup>1)</sup>、サブグレインを持つ粗大結晶水 (Large Grained Ice) である。なお本報告においては平行試験片と直交試験片の2種類を用いた。ここで平行試験片とは Fig. 1 (a) に示すように、矢印で示す結晶成長方向と、試験片中央の切欠き面のなす角  $\alpha$  が  $0^\circ$  のものである。また Fig. 1 (b) に示す直交試験片では、試験片中央部において、結晶成長方向と切欠き面のなす角  $\alpha$  が  $90^\circ$  となっているものである。

平行試験片は、Fig. 2 の寸法を持った底板のないアクリル製の枠を Fig. 3 の容器 (内側寸法  $280 \times 350 \times$  高さ  $100\text{mm}$ ) 中に並べて置き、容器ごと  $-15^\circ\text{C}$  の冷凍庫に入れ、 $0^\circ\text{C}$  の蒸留水を注ぎ凍結させた。この時側面からの凍結を断熱材を用いて防ぎ、さらに容器の上カバーに付けたヒータで上部温度を高めて温度勾配を作り、氷結晶を底面から上方向に成長させた。これによって、

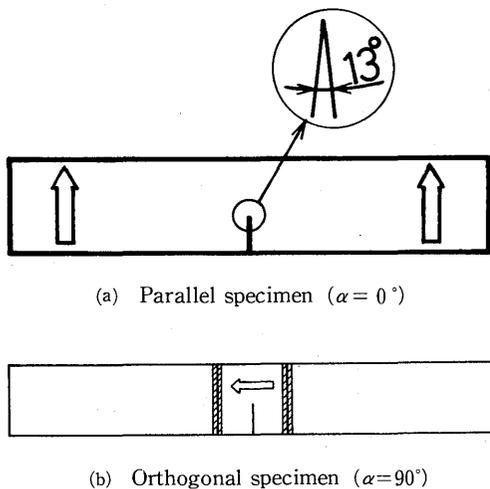


Fig. 1 Schematic configuration of specimen; arrows denote crystal growth direction

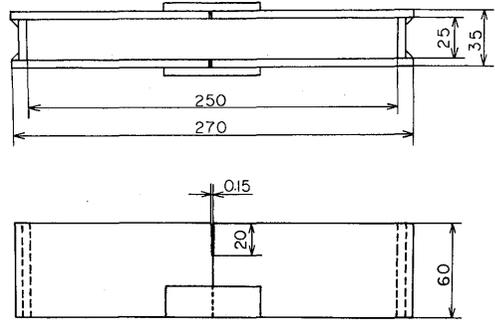


Fig. 2 Dimensions of mold; bottom plate-less, acrylic acid resin plates

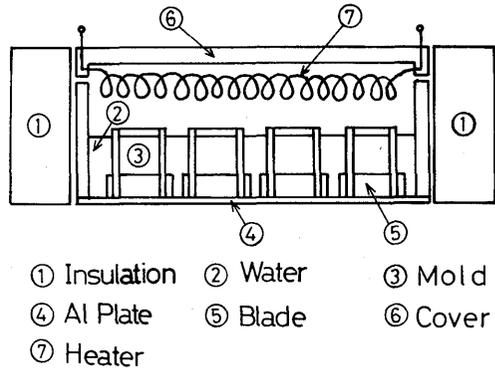


Fig. 3 Schematic configuration of freezing tray

およそ35時間で気泡を含まない透明な氷ブロックが得られた。試験片中央の切欠きは、あらかじめ厚さ  $0.1\text{mm}$ 、先端角度  $13^\circ$  のカミソリ刃をアクリル製枠に装着することによって作った。またカミソリ刃と枠には抜き取りを容易にするために、液状のテフロン系ワックスを塗布しておいた。最終的な形状は  $-10^\circ\text{C}$  の低温室でホットプレートを用いて、不必要部分の融解除去および面仕上げを行った。

直交試験片の製作は次のようにした。Fig. 4 (a) に示すアクリル製枠は④、⑥2つの部分より成り、ガムテープで接着してある。これにカミソリ刃を④、⑥の間に装着した後、平行試験片と同様な手順で、試験片中央部分だけを作る。枠から抜き取った氷ブロックは  $-10^\circ\text{C}$  の低温室で Fig. 4 (b) に示す形状に成形した。次に持ちしろ部分を接着する。この作業は  $-20^\circ\text{C}$  の低温室で行った。接着する部分に削り氷を付け、 $0^\circ\text{C}$  の蒸留水をスポイトで注入しながら接合した。接合した部分は再び削り氷と  $0^\circ\text{C}$  の水で補強作業を行った。平行試

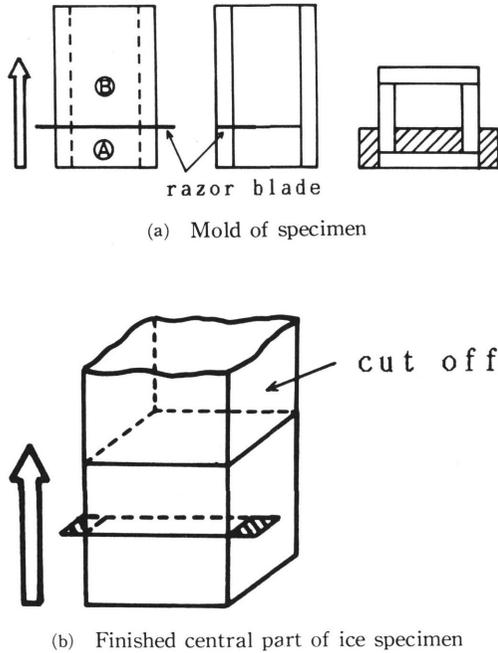


Fig. 4 Mold for central part of orthogonal specimen; arrows denote crystal growth direction

験片と同様に最終的な形状は $-10^{\circ}\text{C}$ の低温室でホットプレートを用いて、不必要部分を融解除去することによって得られた。

平行試験片も直交試験片も加工成形した後、残留応力を除くために、また氷試験片の昇華を防ぐために一昼夜所定温度 ( $-10^{\circ}\text{C}$ ,  $-30^{\circ}\text{C}$ ) の灯油中に保存した。

得られた試験片の結晶成長方向と氷の結晶主軸 (c 軸) との関係を知るために、樋口<sup>2)</sup>によるエッチピット法を用いた。氷のエッチングは、氷の表面からの水分子のゆっくりとした昇華によって起こるものである。樋口のエッチピット法は、この昇華作用を内部に微小な穴をもつレプリカフィルムで覆うことによって穴の部分のみに昇華を限定させることを狙ったものであり、穴の付近にエッチピットが出来上がる。このレプリカフィルムとして必要な条件は、(i)氷に対する溶解性がないこと、(ii)微小な穴がランダムに分布している、その穴を通して氷の昇華が行われるようになっていること、(iii)穴の数などを制御できることなどである。実際に用いたレプリカフィルムはポリビニルホルマールで、これを二塩化エチレンに1~5 wt %溶かしたレプリカ溶液を準備した。我々の実験では2 wt %レプリカ溶液を用いたが、 $-10^{\circ}\text{C}$ の低温室においてはおよそ

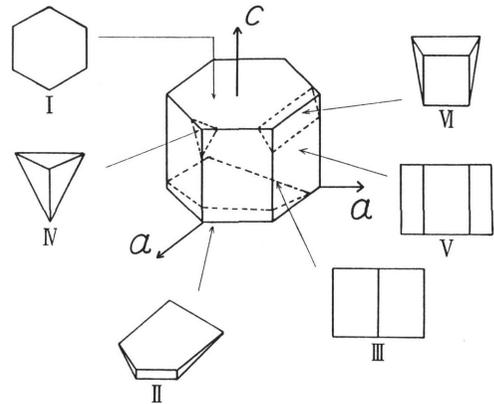


Fig. 5 Schematic diagrams of various shapes of etch pits<sup>2)</sup> (Higuchi, H; THE ETCHING OF ICE CRYSTALS, Acta Metallurgica, Vol. 6 (1958), 636)

10~15分後に顕微鏡下でエッチピットが観察された。Fig. 5に結晶面に表われるエッチピットの幾何学的形状を示す<sup>2)</sup>。図中の六角柱は氷の結晶を示すものである。c及びaの矢印は、それぞれc軸、a軸方向を表わす。この図からわかるようにエッチピットの形状は、六角柱から試料表面(図では点線で表わされた部分)によって切り取られた形状に一致する。Fig. 6に成長方向から見たエッチピットの顕微鏡写真( $\times 90$ )を示す。ここではc軸方向を示す六角形ピットが表われていることがわかる。Fig. 7に成長方向に対して垂直な面の顕微鏡写真( $\times 90$ )を示す。この面では写真のような四角形エッチピットが多く見られる。これらのことより、今回用いた放置凝固法によって作った粗大結晶氷

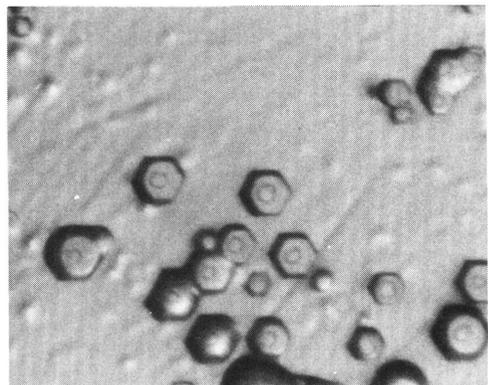


Fig. 6 Etch pits; view from crystal growth direction



Fig. 7 Etch pits; view from side surface

では、結晶成長方向とc軸方向とがほぼ平行であることがわかった。なお、同図で成長は左右方向である。

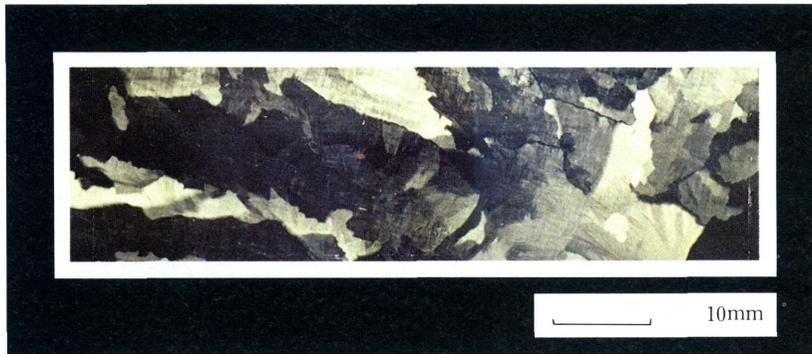
Fig. 8 (a), (b)に直交ニコルでの試験片の偏光写真を示す。この写真からも成長方向から見た Fig. 8 (a)は全体的に暗く、ほぼc軸方向であることを示している。

また試験片は色々な形のサブグレインから出来ていることがわかる。一方、Fig. 8 (b)は広い範囲にわたって、黒以外の、同じ色であって全体的に（サブグレインはあっても）単結晶に近い結晶構造になっていることを裏付けている。

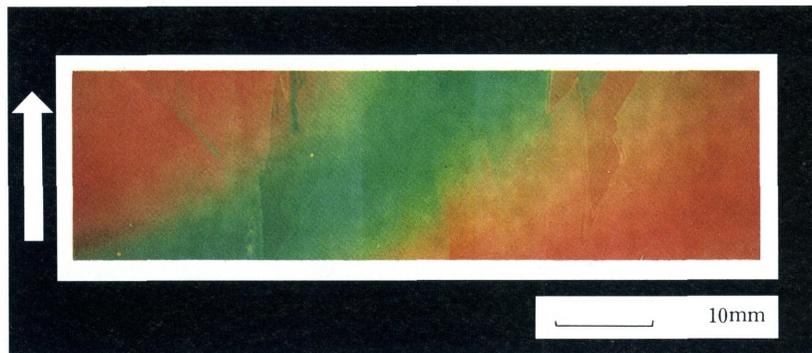
### 3. 実験方法

実験はすべて、低温室で4点曲げ試験によって行った。試験装置の概略を Fig. 9 に示す。荷重はリング形荷重計からペンレコーダによって計測した。負荷速度は応力拡大係数の時間変化  $\dot{K}_I = 0.1 \pm 0.01, 1.0 \pm 0.1, 10 \pm 1 \text{ MPam}^{1/2}/\text{min}$  の3種類を選んだ。また、試験温度は  $-10^\circ\text{C}$  及び  $-30^\circ\text{C}$  の2種類で環境温度と一致させた。試験温度の変動は  $\pm 1^\circ\text{C}$  以内である。試験片寸法は、Fig. 10 で  $L=200\text{mm}$ ,  $B=25\text{mm}$ ,  $W=25\text{mm}$ ,  $a=10\text{mm}$  とした。

応力拡大係数の算出は次式によった<sup>3)</sup>。



(a) Horizontally sliced



(b) Vertically sliced

Fig. 8 Sliced specimen of L. G. I.  $\alpha=0^\circ$ ; polarized light, arrows denote crystal growth direction

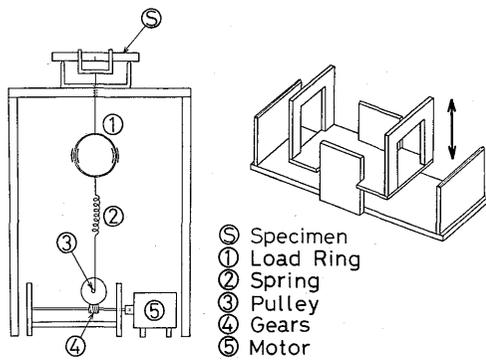


Fig. 9 Loading system

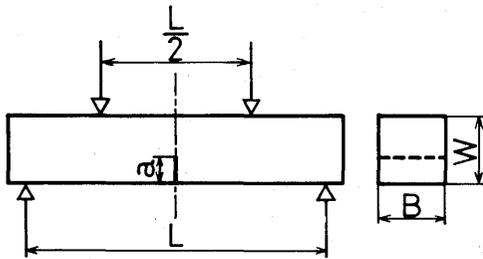


Fig. 10 Dimensions of specimen

$$K_I = \frac{6M\sqrt{a}}{BW^2} f(a/w) \quad (1)$$

ここで、曲げモーメント  $M = PL/8$

$$f(a/w) = 1.99 - 2.47(a/w) + 12.97(a/w)^2 - 23.17(a/w)^3 + 24.80(a/w)^4 \quad (2)$$

ただし、式(1)、(2)で  $P$  は荷重、 $B$  は板厚、 $a$ 、 $W$  は切欠き長さ及び試験片の幅、 $L$  は支点間距離である。

#### 4. 結果と考察

##### 4.1 破壊靱性値の負荷速度依存性

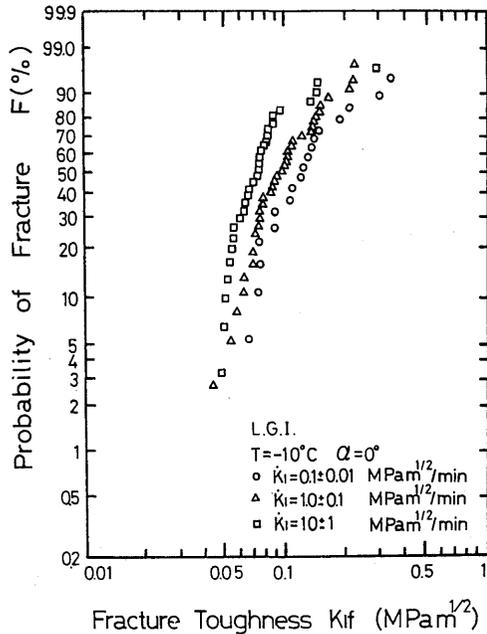
通常の4点曲げ試験から得られる破壊靱性値としては  $K_{Ic}$  値が用いられている。また  $K_{Ic}$  値の測定も行われているが、本実験では、pop-in、CODなどの計測に困難が多く、 $K_{Ic}$  は把握できなかった。そこで、巨視的に破壊荷重と見られた最大荷重に対する  $K_I$  値を  $K_{I_f}$  で表わすことにした。

得られた測定結果を Table 1 に示す。表の第1列は、結晶成長方向と切欠き面のなす角  $\alpha$  を表わす。第4列は累積破壊確率  $F$  が50%での  $K_{I_f}$ 、第5列は算術平均値、第6列は変動係数  $c. o. v.$  (coefficient of variation) をそれぞれ示す。よく知られているように

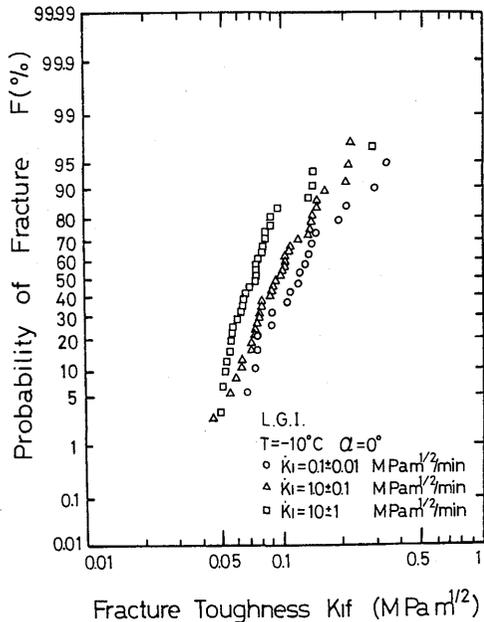
Table 1 Fracture toughness values of L. G. I.

$\alpha$ (deg.)	TEMP. ( $^{\circ}C$ )	$\dot{K}_I$ ( $MPa\sqrt{m}^{1/2}/min$ )	$K_{I_f}$ ( $MPa\sqrt{m}^{1/2}$ )		C.O.V. (%)	Sample Size
			F(50%)	mean		
0 L.G.I.	-10	0.1 $\pm$ 0.01	0.123	0.142	53.2	18
		1.0 $\pm$ 0.1	0.097	0.108	42.0	36
		1.0 $\pm$ 1.0	0.076	0.085	54.8	30
	-30	0.1 $\pm$ 0.01	0.083	0.084	30.4	27
		1.0 $\pm$ 0.1	0.077	0.082	26.8	34
		1.0 $\pm$ 1.0	0.063	0.066	19.7	34
90 L.G.I.	-10	0.1 $\pm$ 0.01	0.121	0.121	16.1	31
		1.0 $\pm$ 0.1	0.098	0.104	22.4	31
		1.0 $\pm$ 1.0	0.106	0.106	13.1	29
	-30	0.1 $\pm$ 0.01	0.123	0.126	23.9	31
		1.0 $\pm$ 0.1	0.102	0.108	22.8	31
		1.0 $\pm$ 1.0	0.100	0.107	20.6	30

c. o. v. は、データの標準偏差  $\sigma$  と算術平均値  $\mu$  の比  $\sigma/\mu$  で表わされ、データのバラツキ具合を定量的に示す。



(a) Weibull probability paper



(b) Log-normal Probability paper

Fig. 11 Loading rate dependence of  $K_{Ic}$  at  $-10^\circ\text{C}$  ( $\alpha=0^\circ$ )

Fig. 11 (a), (b)は試験温度 $-10^\circ\text{C}$ での平行試験片 ( $\alpha=0^\circ$ )の負荷速度依存性をワイブル確率紙及び対数正規確率紙上にプロットしたものである。横軸には対数値を、縦軸には各々の累積破壊確率値を平均ランク法でプロットした。両者とも折点を有していることがわかる。折点より右側、 $K_{Ic}$ の大きい部分では、クラック先端での塑性域が大きくなり、詳細な解析には非線形破壊力学の取り扱いが必要であると考えられる。同様に、試験温度 $-30^\circ\text{C}$ での結果をワイブル確率紙上で整理したものをFig. 12に示す。 $-10^\circ\text{C}$ の場合と同じような傾向を示しているが、折れ曲り方が少なくなっている。Table 1の変動数も $-30^\circ\text{C}$ の方が小さい値が得られた。また、両温度条件下で共通していることは、負荷速度 $\dot{K}_{Ic}$ の増加に伴い $K_{Ic}$ のグラフが左側にシフトしていること、すなわち減少していることである。

Fig. 13, Fig. 14は直交試験片 ( $\alpha=90^\circ$ )の $-10^\circ\text{C}$ と $-30^\circ\text{C}$ の条件での結果をワイブル確率紙上にプロットしたものである。平行試験片の場合と同様に $\dot{K}_{Ic}$ の増加とともに $K_{Ic}$ は減少しているようであるが、 $\dot{K}_{Ic}$ が1.0と10MPa $m^{1/2}/\text{min}$ とでは明確な有意差は見られなかった。

#### 4. 2 $K_{Ic}$ の温度依存性

Fig. 15 (a), (b), (c)は平行試験片で負荷速度 $\dot{K}_{Ic}$ がそれ

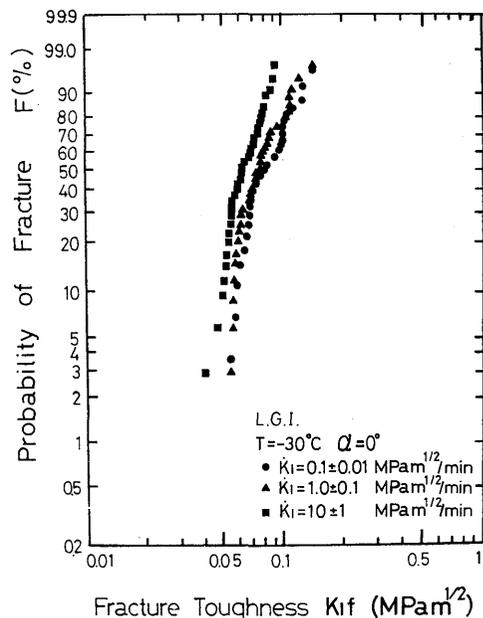


Fig. 12 Loading rate dependence of  $K_{Ic}$  at  $-30^\circ\text{C}$  ( $\alpha=0^\circ$ ); Weibull

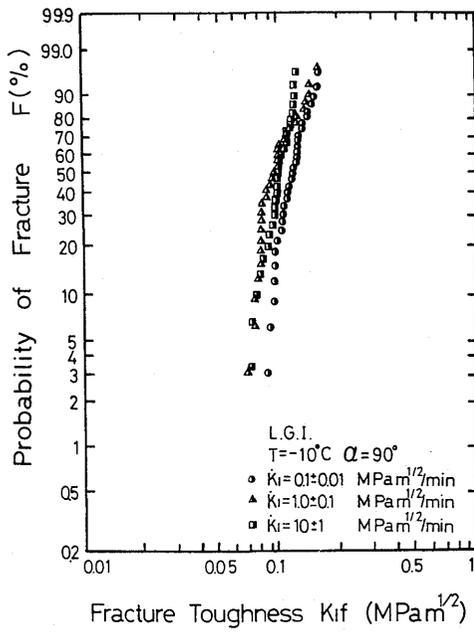


Fig. 13 Loading rate dependence of  $K_{I,f}$  at  $-10^{\circ}\text{C}$  ( $\alpha=90^{\circ}$ ); Weibull

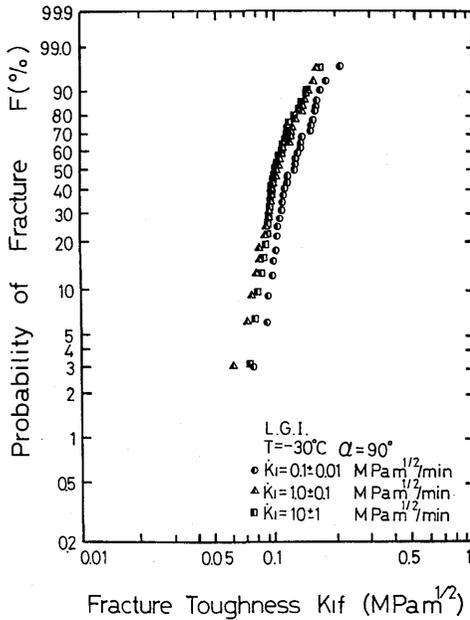
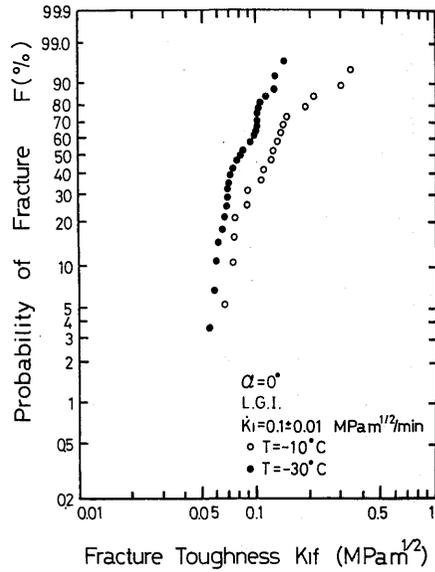


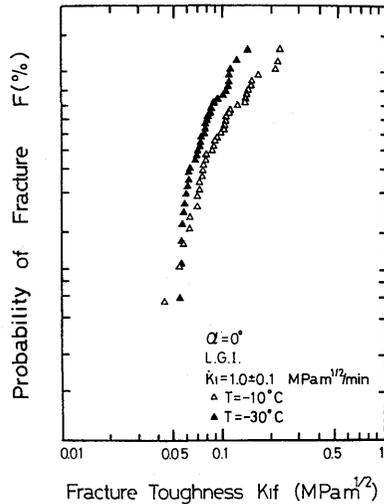
Fig. 14 Loading rate dependence of  $K_{I,f}$  at  $-30^{\circ}\text{C}$  ( $\alpha=90^{\circ}$ ); Weibull

ぞれ0.1, 1.0, 10MPam<sup>1/2</sup>/minの場合の結果である。温度が $-10^{\circ}\text{C}$ と $-30^{\circ}\text{C}$ の場合の $K_{I,f}$ をワイブル確率紙上で比較して示した。いずれの場合にも温度の低い方が $K_{I,f}$ の値が小さいことが示されている。

同様に、直交試験片での $K_{I,f}$ の温度依存性について、Fig. 16(a), (b), (c)に示す。ここでは温度による有意差は現われていない。



(a)  $\dot{K}_I = 0.1$  MPam<sup>1/2</sup>/min



(b)  $\dot{K}_I = 1.0$  MPam<sup>1/2</sup>/min

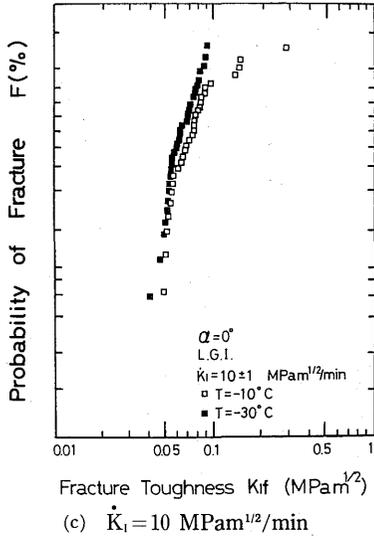
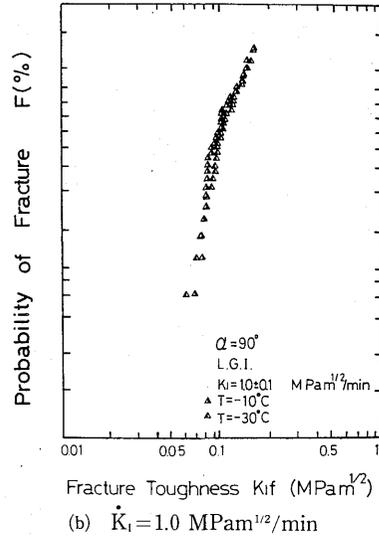


Fig. 15 Temperature dependence of  $K_{I,r}$  ( $\alpha=0^\circ$ )

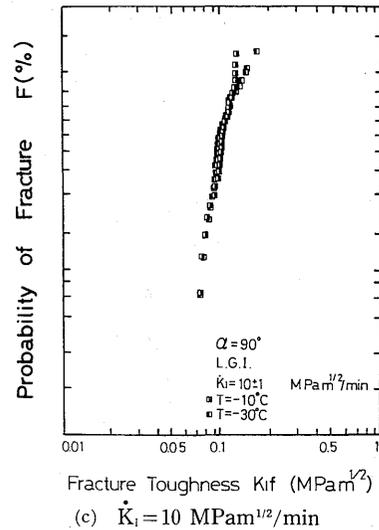


(b)  $\dot{K}_I=1.0 \text{ MPa m}^{1/2}/\text{min}$

4. 3.  $K_{I,r}$ の成長方向, c 軸方向依存性

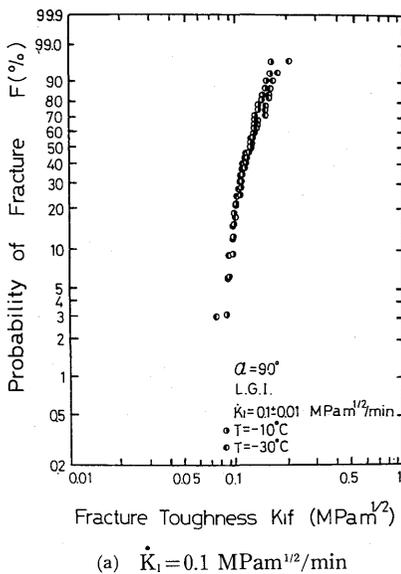
Fig. 17(a), (b)に $\dot{K}_I=10 \text{ MPa m}^{1/2}/\text{min}$ , 温度が $-10^\circ\text{C}$ と $-30^\circ\text{C}$ の場合について, 平行試験片と直交試験片の $K_{I,r}$ の比較を示す. 直交試験片の $K_{I,r}$ の方が大きいことがわかる.

Table 1及びFig. 17(a), (b)は, 実験結果を結晶の成長方向を主体にしてまとめている. 一方, 2. で述べたように, 本実験で使用した氷試験片は成長方向とc軸方向はほぼ一致している. また十分な観察はできなかった



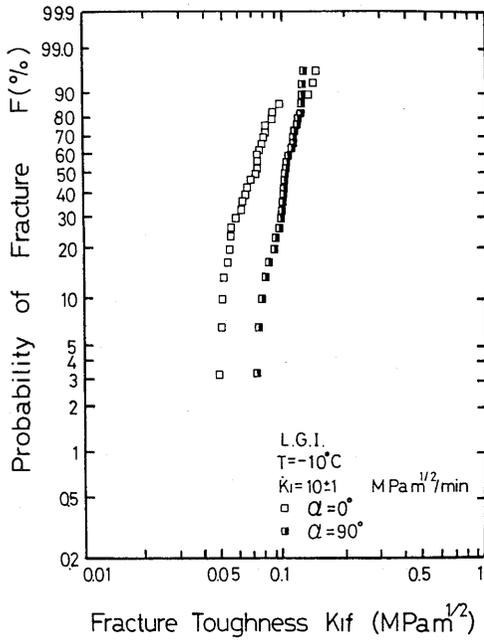
(c)  $\dot{K}_I=10 \text{ MPa m}^{1/2}/\text{min}$

Fig. 16 Temperature dependence of  $K_{I,r}$  ( $\alpha=90^\circ$ )

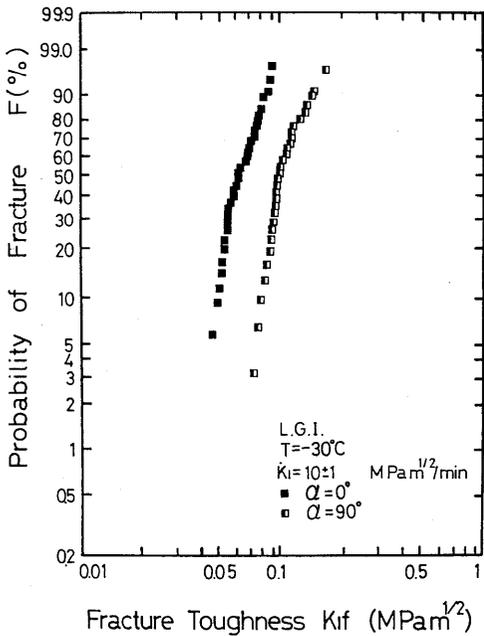


(a)  $\dot{K}_I=0.1 \text{ MPa m}^{1/2}/\text{min}$

たが, 巨視的な破面は試験片の軸にほぼ垂直であるが, 平行試験片は比較的大きな凹凸が散見されるのに対して, 直交試験片はそれが少なく, へき開面である六方晶の底面に沿った破壊のように思われる. Fig. 8の偏光写真からもわかるように, 切欠先端, すなわち同写真で長手方向に直角に引いた線と交差する結晶の数は比較的多く, この試験片の破壊強さは多数の結晶のうち最も弱いものによって決まるいわゆる最弱リンクモデルの適用は無理が無いと思われる. このように破壊が本来確率論的課程に基づくものであることを考えると, 今回の実験結果のパラツキの大きさも説明され



(a)  $T = -10^{\circ}\text{C}$



(b)  $T = -30^{\circ}\text{C}$

Fig. 17 Comparison of  $K_{Ic}$  between parallel and orthogonal specimen;  $\dot{K}_I = 10 \text{ MPa m}^{1/2}/\text{min}$

と思われる。しかし、この点については今後さらに十分な検討を要する。

5. 結 論

破壊靱性値  $K_{Ic}$  の負荷速度依存性、温度依存性、成長方向及び  $c$  軸方向依存性について次のような知見を得た。すなわち、本実験の温度、負荷速度の範囲において、

- (1) 負荷速度  $\dot{K}_I$  の増加は、破壊靱性値  $K_{Ic}$  の減少をもたらす。
- (2) 平行試験片では、温度が低い方が  $K_{Ic}$  が小さかったが、直交試験片では、温度による影響について有意差は見られなかった。
- (3) 切欠き面が結晶成長方向 ( $c$  軸方向) と平行な平行試験片 ( $\alpha = 0^{\circ}$ ) の方が、切欠き面が結晶成長方向に垂直な直交試験片 ( $\alpha = 90^{\circ}$ ) より、同一条件で  $K_{Ic}$  は小さい。また、直交試験片ではへき開破壊が主要な破壊であると思われるが、この点については、今後なお十分な検討を行いたい。
- (4) 氷の破壊強度に、線形破壊力学的手法とその極値統計学的手法の応用が充分価値のあることが見出された。

本研究は昭和55年3月に本学に設置された実験設備によって実施したものである。同設備設置について多大の御尽力を戴き、また有益な御討議などを戴いた機械工学科真武教授、今井助教授に厚く感謝申し上げる。

参考文献

- 1) 楠本, 木村, 木寺; 氷の破壊靱性, 日本機械学会長崎地方講演会講演論文集, No838-2 (昭和58-5), 4
- 2) H. Higuchi; THE ETCHING OF ICE CRYSTALS, Acta Metallurgica, Vol. 6 (1958), 636
- 3) 石田; き裂の弾性解析と応力拡大係数 (昭和53), 178, 培風館

