

単結晶氷の破壊じん性およびマクロフラクトグラフィ

内田 武*・楠本 韶**
高瀬 徹**・梶 聖悟**

Fracture Toughness and Macrofractography of Single Crystal Ice

by

Takeshi UCHIDA*・Sho KUSUMOTO**
Tooru TAKASE** and Seigo KAJI**

Fracture toughness of single crystal ice was investigated using sharply edge-notched specimens by three point bending at -10°C . The loading rate \dot{K}_I was about $200 \text{ kPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$. The notch of the specimens was made by pressing the edge of a razor blade on the bottom of the saw cut slot.

Four types of specimen were used, in which C-axis of the crystal was placed at an angle 0° , 45° (I), 45° (II), 90° respectively to the notch plane. Observation on the patterns of fracture surface relating to the angle θ and γ is also described.

1. 緒言

自然環境のもとで見られる氷は、多結晶氷がほとんどであるが、多結晶氷の破壊じん性は、き裂底に存在する個々の結晶のうち、最弱の状態にあるものの強度に支配されるという考え方が多い。そのため、基本的には単結晶氷による研究を重要と考え、前報¹⁾に引き続き、結晶軸方位依存性を調べてきた。

氷は、一般に粒内破壊を呈することが多い。また、単結晶氷の破壊強度の結晶軸方位依存性については、平滑試験片を用いた引張り試験によって詳細な研究が行われている^{2), 3)}。一方、き裂や鋭い切欠きを持った単結晶氷試験片の破壊じん性の結晶軸方位依存性の研究は少ないように思われる。

本研究では、三点曲げ試験によって、切欠き底断面（破壊は、ほぼこの断面で生ずるので、便宜的に破断面と書くことにする。）と結晶軸方位のなす角度が異なる4種類の単結晶氷試験片を用いて、強度比較を行うとともに、破断面外観の結晶軸方位依存性について検討した。

なお、強度比較には、極値統計的手法によって、ワ

イブル確率紙を用いて検討を行った。

2. 実験方法

2.1 試験片の製作

Table 1 に示すように、氷試験片は結晶主軸（以下C軸）と破断面とのなす角度 θ とC軸の破断面上への投影が Fig. 1 中に示した中心線となす角度 γ との組合せによって、4種類を製作した。また、Fig. 1 に θ および γ のとり方を示す。C軸は、本文中に示している破断面レプリカ写真の紙面に垂直で上向きにとるものとし、 γ は同図の中心線より左回りを正、右回りを負とする。ここで、 45° (I)試験片は、 $\theta=45^{\circ}$ ・ $\gamma=\pm 90^{\circ}$ であって、前報¹⁾で述べた $\theta=45^{\circ}$ 試験片と同じC軸方位をもつ試験片である。

前報¹⁾では、 $\theta=45^{\circ}$ 試験片は、氷製造容器寸法の制約のため、試験片断面寸法が厚さ35×高さ50mmであったが、他試験片寸法と同じにするために、大型の単結晶氷製造装置（容器寸法：縦380×横380×高さ470mm、アクリル樹脂製）を製作した。単結晶氷の製造方法は、前報と同じく、製造容器の中へ頭部に直径約1

昭和61年4月30日受理

*機械工学科 (Department of Mechanical Engineering)

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

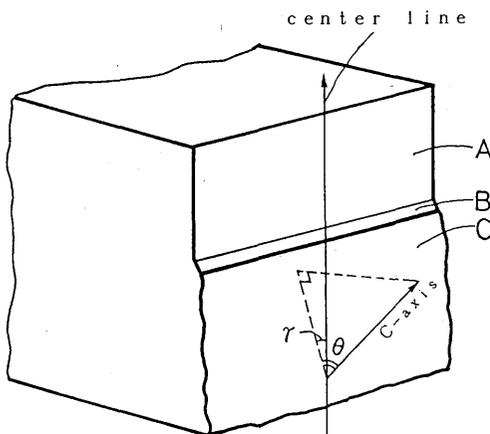
mmの穴をもつ底板なしの内容容器（縦84×横84×高さ250mm、アクリル樹脂製）をセット後、蒸留水をしゃ沸・冷却して注入する。次に、製造容器の側面と底面をヒータで加熱し、上面を低温空気で冷却することで、下向き凍結^{1), 4), 5)}を行った。凍結スピードは、約 $10^{\circ}/\text{day}$ とした。この大型の製造装置の場合には、取出しまでに約40日を要した。大型の製造装置を用いることで、すべての試験片断面寸法を厚さ50×高さ50mmと統一することができた。

Table 1 Classification of specimens

θ : angle between C-axis and fracture surface

γ : angle between shadow of C-axis and the center line indicated in Fig. 1

試験片の分類	θ	γ
$\theta = 0^{\circ}$	$0^{\circ} \sim 15^{\circ}$	$0^{\circ} \pm 15^{\circ}$ $180^{\circ} \pm 15^{\circ}$
$\theta = 45^{\circ}(I)$	$45^{\circ} \pm 15^{\circ}$	$90^{\circ} \pm 15^{\circ}$ $-90^{\circ} \pm 15^{\circ}$
$\theta = 45^{\circ}(II)$	$45^{\circ} \pm 15^{\circ}$	$0^{\circ} \pm 15^{\circ}$ $180^{\circ} \pm 15^{\circ}$
$\theta = 90^{\circ}$	$90^{\circ} \pm 15^{\circ}$	free

Fig. 1 Definition of θ and γ

θ : angle between C-axis and fracture surface

γ : angle between shadow of C-axis and the center line

(A: notch surface, B: notch surface at the edge of the razor blade,

C: plane of minimum section)

単結晶氷は、試験片中央部付近のみに使用し、持ちしる部分には柱状多結晶氷 (Columnar Grained Ice, C. G. I.) を接着することで試験片とした。今回は、試験片中央部の単結晶氷をあらかじめエッチピット法によりC軸方位を把握し、所定の試験片ができるように成形したのち、持ちしる部分との接着を行った。また、試験片最終形状 (50×50×250mm) には、ホットプレートを用いて成形した。Fig. 2 に今回用いた単結晶氷試験片の模式図を示す。

切欠き形成は、単結晶氷部分の中央・所定の方向に厚さ0.38mmのノコ (PIRANHA SAW, MILCO製) で約15mm切り込み、その先に厚さ0.15mm・先端角度 13° のカミソリ刃 (フェザー製) を挿入し、これに荷重 (5 kgf) を加えて、 -1°C の灯油中に約24時間放置するこ

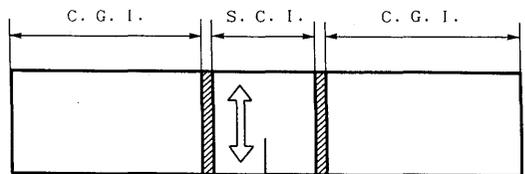
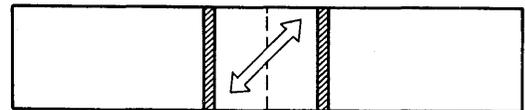
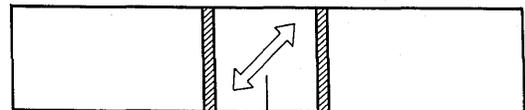
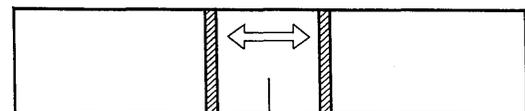
(a) S. C. I., $\theta = 0^{\circ}$ (b) S. C. I., $\theta = 45^{\circ}(I)$ (c) S. C. I., $\theta = 45^{\circ}(II)$ (d) S. C. I., $\theta = 90^{\circ}$

Fig. 2 Schematic configuration of S. C. I. specimens; arrows denote C-axis direction (S. C. I. : Single Crystal Ice, C. G. I. : Columnar Grained Ice)

とで氷母材へ圧入する方法をとった。¹¹⁾

荷重除去後、残留応力の除去と空気中での昇華による試験片形状の変化を防ぐため、曲げ試験予定温度(-10℃)の灯油中に一昼夜以上保存した。

2.2 実験方法

前報¹⁾と同じく、MTS万能試験機(容量10ton)を利用し、-10℃のもとで3点曲げ試験を行った。エッチは直径20mmのステンレス丸鋼を用い、ロードセルは自作のステンレス鋼製ロードセル(バネ定数 $k=550 \text{ kgf/mm}$)と特注のバネ鋼製ロードセル(バネ定数 $k=6.6 \text{ kgf/mm}$ および $k=19.3 \text{ kgf/mm}$)を使い分けて使用した。動ひずみ計(三栄測器製, 6M61)は、出力0.5 $\text{V}/\mu\text{m}$ ・周波数帯域DC~2kHzであり、レコーダ(横河北辰電機製, Model 3655)は、周波数帯域 DC~20kHzのものを用いた。

レコーダから出力された負荷荷重~時間線図の傾きより、荷重速度 \dot{P} および応力拡大係数の時間変化率 \dot{K}_I を算出した。今回は、破断面外観の観察に重点を置いたため、負荷速度 \dot{K}_I は、破壊じん性 K_{II} に影響を与えない領域に固定し、約 $200 \text{ kPa}\cdot\text{m}^{3/2}/\text{s}$ とした。

試験後直ちにエグザフレックス(歯科用印象材、而至歯科工業製)を用いて、破断面の片方について破断面レプリカを採取した。また、もう片方の破断面を用いてエッチピット法によりC軸方位を観察し、 θ および γ を求めた。この θ および γ を用いて、最終的な試験片の分類を行った。しかし、破断面上でのエッチピット観察を行っていないものについては、切欠き底付近で水平に切り出した氷薄片での方位を破断面上での方位に換算することで分類を行った。それぞれの試験片において、 θ ・ γ には15°の許容範囲を設け、例えば完成した試験片のC軸方位をエッチピットを用いて調べたとき、 θ ・ γ の値が $\theta=0^\circ\sim 15^\circ$ 、 $\gamma=0^\circ\pm 15^\circ$ の範囲内であれば、 $\theta=0^\circ$ ・ $\gamma=0^\circ$ の試験片として取扱った。

破壊じん性 K_{II} を求める場合に用いる応力拡大係数 K_I の算出は、次式を用いた。

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot f(a/h) \quad (1)$$

ここで、応力 σ は、

$$\sigma = \frac{6M}{bh^2} = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (2)$$

また、 $f(a/h)$ は、試験片の形状・負荷様式によって異なり、曲げ試験の場合、一般に

$$f(a/h) = A_0 + A_1 (a/h) + A_2 (a/h)^2 + A_3 (a/h)^3 + A_4 (a/h)^4 \quad (3)$$

(但し、 $a/h \leq 0.6$ で0.2%以下の誤差)

式(1)~式(3)で、 P は荷重、 L は支点間距離、 b は試験片厚さ、 h は試験片高さ、 a は切欠き深さである。また、式(3)中の $A_0\sim A_4$ の値は、(L/h)によって決まり、3点曲げかつ $L/h=4$ の場合、 $A_0=1.090$ 、 $A_1=-1.735$ 、 $A_2=8.20$ 、 $A_3=-14.18$ 、 $A_4=14.57$ となる。⁶⁾

3. 実験結果

3.1 破壊じん性値のC軸方位依存性

Fig. 3は、今回対象とした負荷速度 $K_I \cong 200 \text{ kPa}\cdot\text{m}^{3/2}/\text{s}$ での4種類の単結晶氷試験片による破壊じん性値のC軸方位依存性を示すワイブルプロットである。前報では、 $\theta=0^\circ$ と $\theta=90^\circ$ 試験片の K_{II} 値は、ほぼ同程度となったので、まとめることで他方位の試験片と強度比較を行った。ところが、破断面上でのエッチピット等詳細に調べてみると、 K_{II} 値に差が生じたので、それぞれについてプロットしている。各試験片について、試験片本数が少ないという問題点は残るが、傾向は見る事ができる。

すなわち、 $\theta=90^\circ$ 試験片が最も強度が大きく、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片が最も強度が小さい。その中間に位置して、 $\theta=0^\circ$ と $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片がある。 $\theta=0^\circ$ 試験片は、累積破壊確率 F が50%以下では $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片と同程度の強度を示し、 F 値が50%以上になると $\theta=90^\circ$ 試験片の強度へ近づいている。 $\theta=45^\circ(\text{I})$ と $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片

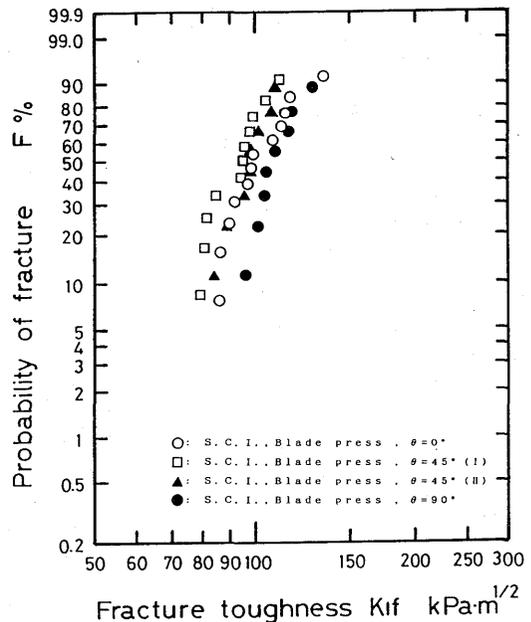


Fig. 3 Weibull plots of fracture toughness; loading rate $K_I \cong 200 \text{ kPa}\cdot\text{m}^{3/2}/\text{s}$

で比較してみると、Fig. 2 に示したように切欠き面に対するC軸方位は異なっているが、切欠き先端近傍での応力状態は未解析である。そして、Fig. 3 に見られるだけの差が生じた。また、次節でも述べるように、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ と $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片では、き裂の進展機構にはかなりの差がみられる。

次に、累積破壊確率Fが50%での強度比較を行ってみると、 $\theta=90^\circ$ 試験片は $K_{IF}=107\text{kPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ で最も大きい。また、 $\theta=0^\circ$ 、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 、 $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片は、それぞれ99、95、99 $\text{KPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ とほぼ一致している。追述すると、 $\theta=0^\circ$ 試験片については、C軸の回転角に大別して2つのタイプがあり、次節で言うタイプIでは、強度が $\theta=90^\circ$ 試験片とよく一致し、タイプIIでは、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片とよく一致する傾向がみられるようである。これらの点については、試験片本数の増加および $\theta\cdot\gamma$ のばらつき範囲の縮小等による改善が必要と思われる。

3.2 マクロフラクトグラフィ

エグザフレックスを用いることで、比較的忠実な破断面レプリカが得られる。あわせて、破断面上でのエッチピット観察により、C軸方位が前報より正確に把握できるようになった。

今回限定した負荷速度 K_I (約 $200\text{kPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$)で得られたレプリカは、 $\theta=0^\circ$ 試験片が12個、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片が11個、 $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片が8個、 $\theta=90^\circ$ 試験片が8個である。Fig. 4 に代表的なレプリカ写真を示す。

3.2.1. $\theta=0^\circ$ 試験片

破断面上でのエッチピット等による詳細な観察の結果、得られた12個の破断面レプリカは大別して2つのタイプに分類ができた。これは、C軸の回転角の違いによるもので、氷結晶のa軸の1つが切欠き底と平行しているタイプ(以下これをタイプIと呼ぶ)と、切欠き底と直交しているタイプ(以下これをタイプIIと呼ぶ)の2つのタイプである。

タイプIの場合、Fig. 4(a)に示すように、切欠き底と垂直な方向に細かい縦すじが破断面全体に見られる。この縦すじは、 K_{IF} 値が大きくなるにつれて、すじの幅が広く、また本数が少なくなり、それに代わって、破断面の起状が大きくなる傾向がある。

タイプIIの場合、Fig. 4(b)に示すように、ぜい性破断面と思われる非常に滑らかな破面をしている。六方晶系をなす結晶では、C軸と垂直な基底面(ミラー指数(0001))、あるいはC軸と平行な柱面(ミラー指数(1010))がへき開面として知られているが、エッ

チピットで調べた結果では、同図に示されているぜい性破面は、柱面ではなく、(1120)であった。

$\theta=0^\circ$ 試験片において、タイプIで縦すじ状の凹凸のある破断面となるのは、Fig. 5 に示すように、切欠き面位置上の多数の点で(1120)に沿ったき裂が進行し、これらが互いにつながって全体の破面を形成しているためだと思われる。

3.2.2. $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片

Fig. 4(c)に示すように、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片では縦すじ状の凹凸が見られる。また、 K_{IF} 値が大きくなるにつれて、凹凸が大きくなる傾向がある。切欠き先端付近では、同図で切欠き中央位置に見られるように、切欠き先端と約 45° をなしてき裂が発生し、切欠き底からある程度離れると縦すじとなり、最終破断部まで続いている。

破断面上でのエッチピット観察の結果、切欠き先端でのレプリカの傾斜面、すなわち切欠き先端での破面は、結晶の基底面とほぼ一致していることがわかった。

3.2.3. $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片

Fig. 4(d)に示すように、 $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片では、凹凸が水平方向のすじとして見られる。また、 K_{IF} 値が大きくなるにつれてすじの間隔が大きくなり、見かけ上凹凸の程度が小さくなる傾向にある。詳細を見ると、切欠き先端付近では、切欠き面と約 45° をなしてき裂が発生し、その後、せんたく板状の凹凸となって最終破断部まで続いている。

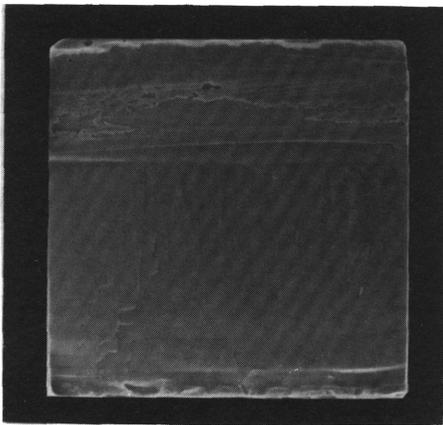
破断面上でのエッチピット観察の結果、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片と同じく切欠き先端でのレプリカの傾斜面は、結晶の基底面とほぼ一致することがわかった。

3.2.4. $\theta=90^\circ$ 試験片

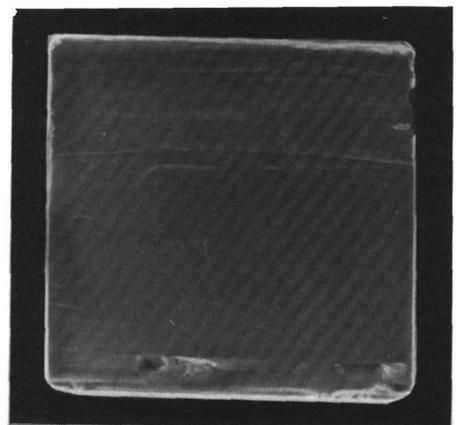
Fig. 4(e)に示すように、 $\theta=90^\circ$ 試験片では平坦で滑らかなぜい性破面を示しており、 K_{IF} 値によるきわだった変化は見られなかった。

エッチピット観察の結果、破断面は結晶の基底面とほぼ一致することがわかった。このように $\theta=90^\circ$ 試験片では、典型的な六方晶系のへき開面での破壊を起こしているために、平坦で滑らかなぜい性破面となっている。

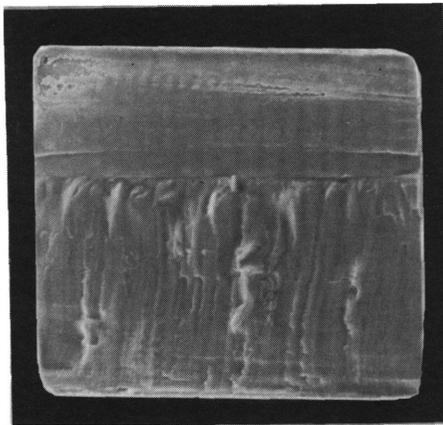
今回は、全ての単結晶氷試験片において、負荷速度 $K_I \cong 200\text{kPa}\cdot\text{m}^{1/2}/\text{s}$ を対象とした比較を行ったが、これより高負荷速度および低負荷速度領域での強度のC軸方位依存性とフラクトグラフィに関しては、今後の課題である。



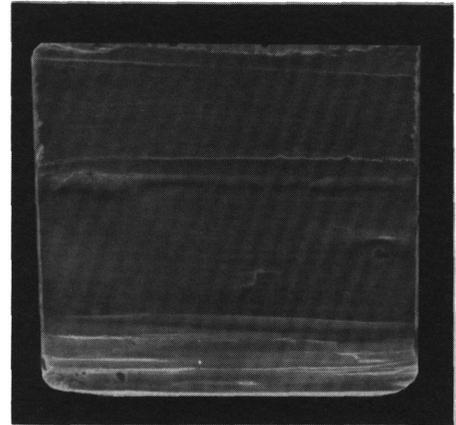
(a) S.C.I. $\theta=0^\circ$, Type I
($\theta=0^\circ$, $\gamma=0^\circ$)



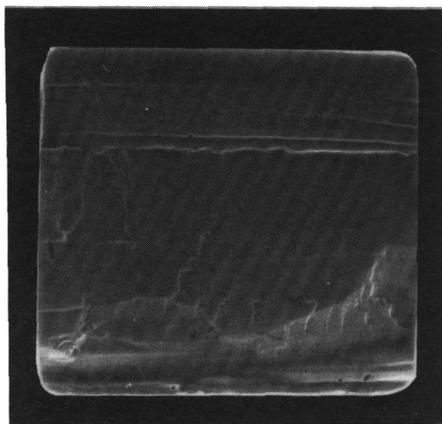
(b) S.C.I. $\theta=0^\circ$, Type II
($\theta=0^\circ$, $\gamma=0^\circ$)



(c) S.C.I. $\theta=45^\circ(I)$
($\theta=50^\circ$, $\gamma=-90^\circ$)



(d) S.C.I. $\theta=45^\circ(II)$
($\theta=45^\circ$, $\gamma=-5^\circ$)



(e) S.C.I. $\theta=90^\circ$
($\theta=85^\circ$, $\gamma=0^\circ$)

┌──────────┐ 10mm

Fig. 4 Examples of replica of fracture surface; loading rate $K_I \cong 200 \text{ kPa} \cdot \text{m}^{1/2} / \text{s}$, numbers in parentheses express the observed angle of θ and γ

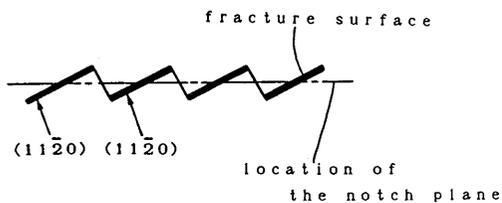


Fig. 5 Formation of type I fracture surface of $\theta=0^\circ$ specimen; schematic

4. 結論

θ および γ の組合せが異なる4種類の単結晶氷試験片 ($\theta=0^\circ$, $45^\circ(\text{I})$, $45^\circ(\text{II})$, 90° 試験片)を用いて、試験温度 -10°C 、3点曲げによる実験的研究を行った。その中でも、負荷速度 $K_I \cong 200 \text{ kPa}\cdot\text{m}^{3/2}$ で行った破壊じん性 K_{II} のC軸方位依存性および巨視的な破面観察の結果を以下に示す。

1) 破壊じん性値のC軸方位依存性

$\theta=90^\circ$ 試験片が最も強く、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片が最も弱い。その中間に位置して、 $\theta=0^\circ$ と $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片がある。また、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ と $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片について、切欠き先端近傍での応力状態は未解析であるが、破壊じん性値に差を生じた。

2) マクロフラクトグラフィ

① $\theta=0^\circ$ 試験片には2つのタイプの破面があり、本文中に示したタイプIでは、起伏はあまりないが、切欠き底と垂直方向に細かい縦すじが、破断面の全面に見られた。タイプIIでは、ぜい性破面と思われる非常に滑らかな破面が見られたが、この面はエッチピットでの観察によると、 $(11\bar{2}0)$ 面であるように思われる。

② $\theta=45^\circ(\text{I})$ 、 $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片では、どちらについても切欠き先端付近では、氷結晶の基底面に沿ってき裂が進行している。その後、 $\theta=45^\circ(\text{I})$ 試験片は切欠き底と垂直な縦すじが、 $\theta=45^\circ(\text{II})$ 試験片では切欠き底と平行なせんたく板状の凹凸が最終破断部まで続いている。

エッチピットによる観察の結果、どちらの試験片についても結晶の基底面に沿った破壊を生じていることがわかった。

③ $\theta=90^\circ$ 試験片では、氷結晶の基底面でのぜい性破壊が生じており、平坦で滑らかな破面を示していた。

3) エッチピットによる結晶軸方位の測定値には、まだ不正確さが残る。また、実験本数も少ない。これらの点については、今後改善を図りたい。

最後に、本研究の実施に当り多くの御援助を戴いた本学真武教授(当時)に厚く御礼申し上げます。また、本実験に協力された大学院学生の橋口正君をはじめ卒業研究の学生諸君に感謝いたします。

参考文献

- 1) 楠本, 高瀬, 内田, 木寺, 梶; 単結晶氷および多結晶柱状氷の破壊じん性, 長大工研究報告, 15, 25, (昭60), 19
- 2) Bernard Michel; The Strength of Polycrystalline Ice, Canadian Journal of Civil Engineering, 5, 3, (1978), 285
- 3) Jiro Muguruma 他2名; Void Formation by Non-basal Glide in Ice Single Crystals, Phil. Mag., 13, (1966), 625
- 4) 若浜; 氷の曲げ試験, 低温科学物理編, 17, (昭33), 87
- 5) 東; X線回折顕微法による氷の研究, 理学電機ジャーナル, 10, 1, (昭54), 6
- 6) 岡村; 線形破壊力学入門, (昭51), 218, 培風館