

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 22 日現在

機関番号：13102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2013

課題番号：24656033

研究課題名(和文)高精度レーザー干渉測長による氷の粒界構造と粒界拡散の研究

研究課題名(英文) Investigation of grain boundary structure and grain boundary diffusion of ice using a laser interferometer

研究代表者

東 信彦 (Azuma, Nobuhiko)

長岡技術科学大学・工学部・教授

研究者番号：70182996

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文)：レーザー干渉計を用いた粒界厚さなど評価および微細な結晶組織をもつ氷による力学的特性に及ぼす結晶粒界の影響を調べることを目的として研究を実施した。レーザー干渉計による手法は主として計測の安定化に徹した。微細結晶組織をもつ氷は、相変化を利用した方法で、平均結晶粒径0.01mm程度の氷試料の作成に成功した。この氷試料の一軸圧縮試験を行った。歪速度は、通常の粒径をもつ氷試料に比べ、数百倍高速であることが分かった。また、歪-歪速度線図は、通常の結晶粒径の試料では歪量が数%で表れる最小歪速度が、10%となっても表れないなど、傾向が異なった。これらより、粒界が力学的性質に大きく寄与していることが示唆された。

研究成果の概要(英文)：Purpose of this study was determination of grain boundary thickness and etc. using a laser interferometer, and physical properties of ice with fine grain size. Laser interferometer was only carried out stability of equipment. Making of ice samples with fine grain size, 0.01mm order, were success by ice phase transition. Uniaxial creep tests were carried out using the fine grain ice samples. The temperature and stress conditions were test parameters. Strain rate at 10% strain is several 100 times faster than normal grain size ice. And minimum strain rate does not appear for cold temperature test conditions. It normally appears around several percent of strain. These result suggest that grain boundary strongly affect to deformation of ice.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎 ・薄膜・表面界面物性

キーワード：粒界体積 粒界拡散 レーザー位相変調ホモダイン干渉法

1. 研究開始当初の背景

本研究は、これまでの技術では測定不可能であった、氷の微小変位を最先端の精密計測技術で測定し、氷の粒界や異相界面の密度や厚みの情報を得るとともに、応力下での氷の粒界の挙動と粒界拡散による物質移動速度を明らかとするものであった。

2. 研究の目的

氷多結晶（人工および氷床コア氷）の粒界厚さと三叉粒界断面積とその温度依存性、氷の粒界拡散係数とその温度依存性、力学的性質への粒界の寄与、を明らかにするのが目的である。

3. 研究の方法

2つアプローチより氷結晶の粒界について検討した。一つは、レーザー位相変調ホモダイン干渉法による微小変位計測により、結晶粒界の挙動や厚みと密度を評価する実験的手法である。

もう一つは、微細な結晶粒組織の氷試料を用いた一軸圧縮試験による、結晶粒界が力学的性質に及ぼす影響について検討する実験的手法である。

4. 研究成果

レーザー位相変調ホモダイン干渉による方法は、計測の安定化を目的とした干渉計の計測部の改良のみが、主な研究実施内容であり、当初予定していた研究成果は達せられなかった。

微細な結晶粒組織の氷試料を用いた方法は、従来の実験結果や先行研究とは異なる傾向を示し、興味深い結果を得ることができた。このため、本報告書では、この成果について述べることにする。

まず、微細な結晶組織をもち、一軸圧縮試験が可能な寸法の氷試料を作成することがこの方法を行う前提であり、本手法の実施において困難を伴ったところである。この氷試料作成のため、通常の mm 程度の結晶粒径で

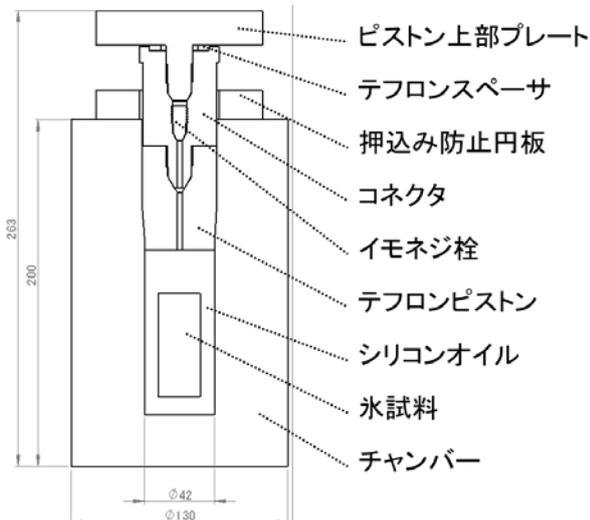


図1 微細結晶粒をもつ氷試料作成装置の概要

ある氷試料から、微細な結晶組織をもつ氷試料を作製するための装置を設計製作した。この概要を図1に示す。この装置は、基本的には加圧容器である。氷試料を液体（シリコンオイル）の中に入れ、この上部を樹脂素材（テフロン）で密閉し、空気抜きをした後、油圧ジャッキとピストンで、このテフロンを押し込むことにより、シリコンオイルに静水圧をかけ、氷試料に圧力を与える。通常の圧力では、氷は Ih の結晶構造であるが、氷は温度と圧力の条件により様々な結晶構造をとる。氷 Ih を  $-40^{\circ}$  程度で加圧すると、氷 II の結晶構造となる。この結晶構造に相変化させるため、シリコンオイルが 300MPa 程度の圧力となるよう加圧する。加圧後、氷試料が相変化に十分な時間、加圧を継続する。その後大気圧まで2段階で減圧し、元の氷 Ih に戻す。この相変化により、微細な結晶組織をもつ氷試料を得ることが出来る。図2に結晶粒組織の微細化処理の前後の写真を示す。初期試料の平均結晶粒径は、0.1mm オーダーであるが、この氷 Ih  $\rightarrow$  氷 II  $\rightarrow$  氷 I と相変化を利用した結晶粒組織の微細化処理を行うことにより、平均結晶粒径が 0.01mm オーダーとなった。従来の結晶粒サイズに比べ 1/100 程度の細かな試料を得ることができ、試料内の粒界の総面積では  $10^2$  オーダーで大きな試料である。このため、結晶粒界が力学的性質に及ぼす影響を検討するために、十分な違いが存在している。試料サイズは、一軸圧縮試験に必要な、直径 25 mm、長さ 40 mm の条件を満足するものであった。また、同様の作成方法で、試料に  $0.3\mu\text{m}$  の微粒子 ( $\text{SiO}_2$ ) を含有させた氷試料では、より微細な結晶粒組織の試料を得ることが出来た。ただし、同様の結晶粒微細化処理を行っても、ほぼ変化のない氷である場合もあり、更なる手法の確立が必要である。

上述の結晶粒の微細化処理を施した試料

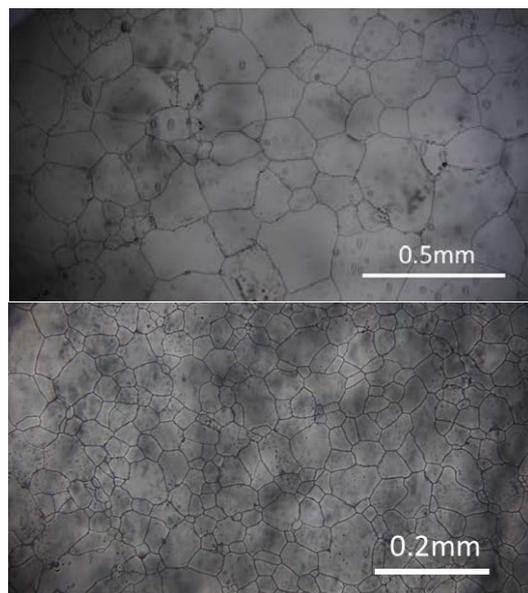


図2 結晶粒写真（上段：初期、下段：微細化処理後）

を用い、氷の一軸圧縮実験を実施した。一軸圧縮実験とは、試料上部に荷重をかけ、試料の変位を測定するものである。一定の時間間隔で変位を測定し、歪と歪速度を計算した。歪とは、変位を試料長さで割ったもので、試料長さに依存しない無次元量となるため、先行研究と比較が可能な物理量である。一軸圧縮試験開始前の氷試料の初期長さは、40 mmであり、変形（変位）とともに試料長さは短くなるのでこれを考慮している。歪速度とは、単位時間（1秒）あたりの歪の増加量である。実験条件として、温度と応力を変化させた。一軸圧縮試験の結果例を図3に示す。この結果は、応力を0.3MPa一定とし、温度を-5、-10、-15、-20、-30℃と変化させたものである。氷試料は、1%の微粒子を含んだものである。図3(a)は経過時間に対する氷試料の歪量を表している。いずれの温度条件においても、時間経過とともに歪が増加している。また、温度が高いほど、早く変形が生じている。この傾向は、これまでに実施した実験結果や先行研究と同じであり、氷試料の一軸圧縮試験が問題なく行えたと考えられる。これを歪と歪速度の関係としたものが、図3(b)である。多結晶氷の一軸圧縮試験では、歪速度は、まず歪の増加とともに減少し、次に歪が数%までに最小値をとり、そして更なる歪の増加で若干増加し、最終的に一定となる、という傾向である。また、一定となった歪速度は、応力を一定とすると、温度が高いほど大きい。-5℃および-10℃の実験結果は、これらの傾向が見受けられる。しかし、-15、-20、-30℃の結果においては歪量が10%となっても歪速度が継続して減少している。また、

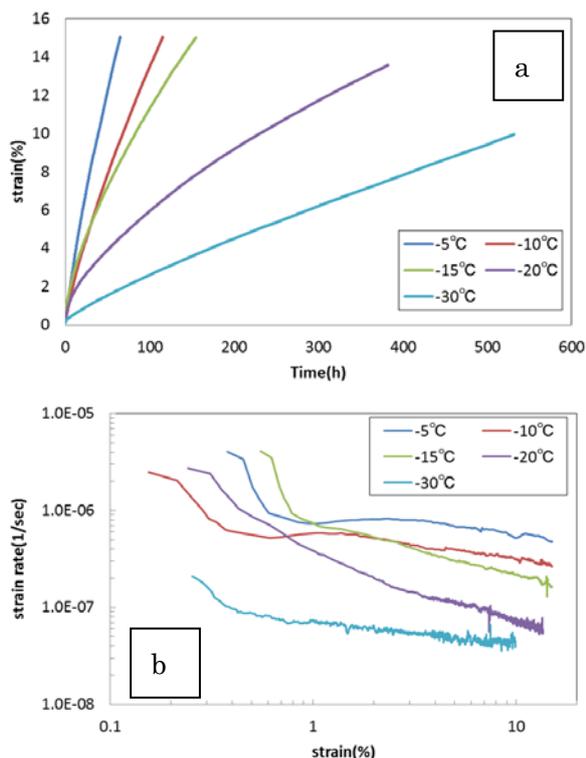


図3 微細結晶粒をもつ氷試料の一軸圧縮試験結果

歪量10%での歪速度は、いずれの温度条件においても、先行研究と比較して100倍オーダーで高速であるということが分かった。これらの結果から、結晶粒界は、氷の変形に寄与する効果が大きく、力学的性質に影響を与えることを示唆した。ただし、結晶粒の成長を妨げるために微粒子を含有させた氷であるため、この影響も無視できない可能性もあり、更なる研究を継続しているところである。

#### 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 2件)

- ① Sérgio H. Faria, Ilka Weikusat, Nobuhiko Azuma, The microstructure of polar ice. Part I: Highlights from ice core research, Journal of Structural Geology, 査読有, Volume 61, 2014, 2-20, DOI: 10.1016/j.jsg.2013.09.010. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0191814113001740>
- ② Sérgio H. Faria, Ilka Weikusat, Nobuhiko Azuma, The microstructure of polar ice. Part II: State of the art, Journal of Structural Geology, 査読有, Volume 61, 2014, 21-49, DOI: 10.1016/j.jsg.2013.11.003. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0191814113002009>

〔学会発表〕(計 2件)

- ① 平見鉄郎, 東信彦, 微細多結晶氷の作成とそのクリープ実験, 雪氷研究大会(2013・北見), 2013年9月19日, 北見市.
- ② 平見鉄郎, 東信彦, 無気泡微細多結晶氷作成装置の設計製作及び評価, 日本雪氷学会北信越支部 研究発表会・製品発表討論会, 2013年5月11日, 新潟市.

〔図書〕(計 0件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計 0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
出願年月日:  
国内外の別:

○取得状況(計 0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
取得年月日:

国内外の別：

〔その他〕  
ホームページ等  
なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

東 信彦 (AZUMA, Nobuhiko)  
長岡技術科学大学・工学部・教授  
研究者番号：70182996

(2) 研究分担者

高田 守昌 (TAKATA, Morimasa)  
長岡技術学大学・工学部・助教  
研究者番号：50377222

(3) 連携研究者

( )

研究者番号：