

## 圧縮変形した単結晶氷の転位密度測定

### Dislocation density measurements of single crystal ice deformed by uniaxial compression

村上 拓哉 (北見工業大学), 堀 彰 (北見工業大学)

宮本 淳 (北海道大学低温科学研究所), 飯塚 芳徳 (北海道大学低温科学研究所)

Takuya Murakami, Akira Hori,

Atsushi Miyamoto, Yoshinori Iizuka

#### 1. はじめに

氷床の流動の際に氷床を構成する氷結晶は塑性変形し、結晶には転位が導入される。氷結晶の転位密度の測定はこれまで主として X 線トポグラフ法による画像解析により行われてきた<sup>1)</sup>。しかし、氷床コアは転位密度が高くてこの方法が適用できず<sup>2)</sup>、他の方法としてラウエ斑点の幅から求める方法では分解能に問題がある<sup>3)</sup>。そこでわれわれは、X 線回折法のロッキング・カーブ測定を行い、その幅から転位密度を求めた<sup>4)</sup>。しかしながら、実験室で作製して圧縮変形させた試料に対して変形前後の転位密度の変化をこの方法で検出できるかどうかは確認されていない。本研究は、実験室で作製した氷単結晶試料に対して 1 軸圧縮試験を行い、X 線回折法でロッキング・カーブを測定して転位密度を求め、変形による転位密度の増加を確認することを目的とする。

#### 2. 研究の方法

氷単結晶試料は直径約 10 cm の円柱容器の底に種結晶を貼り付け、下側からペルチエ素子で冷却し、成長方向を鉛直上向きにして作製した。そこから断面が 19.47 mm×17.92 mm、高さが 27.99 mm の試料を切り出し、一軸圧縮試験を行った。一軸圧縮試験は、応力： $1.8 \times 10^6$  N/m<sup>2</sup>、温度： $-15^\circ\text{C}$  で約 1500 時間圧縮して 1.2% 歪み、2 次クリープ領域の歪速度は  $6.5 \times 10^{-10}$  m/s であった。

変形前後の試料から薄片を作製して、X 線ラウエ法で結晶方位を測定し、 $-20^\circ\text{C}$  の低温室に設置された自動 X 線回折装置でロッキング・カーブを測定した (図 1)。

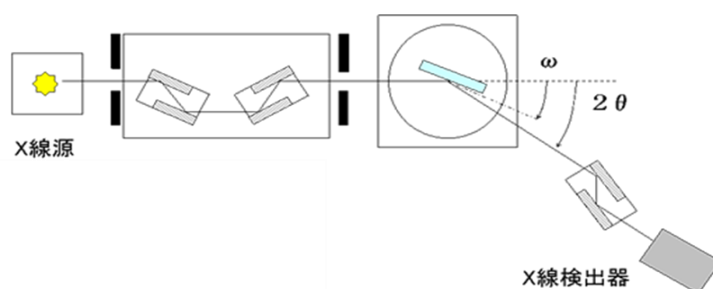


図 1 自動 X 線回折装置の模式図

ロッキング・カーブは X 線検出器の角度  $2\theta$  を固定した状態で、試料を回転 (角度  $\omega$ ) させながら X 線強度を測定して得られる。ロッキング・カーブの半値幅  $F$  から以下の式に従い、転位密度  $D$  を求めた。

$$D = \frac{F^2 - f^2 - f_0^2}{9b^2}$$

ここで、 $F$  はロッキング・カーブの半値幅、 $f$  は入射 X 線の幅、 $f_0$  は物質固有幅、 $b$  はバーガスベクトルの大きさ ( $4.52 \text{ \AA}$ ) である。

### 3. 結果および考察

単結晶氷の圧縮前後の(10-11)回折のロッキング・カーブの測定結果を図2に示す。変形前は半値幅が  $0.0040^\circ$  より小さい亜結晶が主に3つ集まって一つの結晶を構成していた。変形後のプロファイルは全体として複雑で幅が広がり、雑で、特に中央は細かいピークが多数からなると考えられるが、詳細な解析は行わず両端付近の明瞭なピークの解析を行った。解析の結果、半値幅  $0.04^\circ$  以上の亜結晶が少なくとも3個存在することがわかった。ソフトウェア OriginPro 8.1J を用いて Gauss 関数によるフィッティングを行い、得られた半値幅  $F$  から上式により転位密度  $D$  を求めた。転位密度は  $1 \times 10^9 \text{ m}^{-2}$  だったものが最大で  $2 \times 10^{11} \text{ m}^{-2}$  まで増加した。

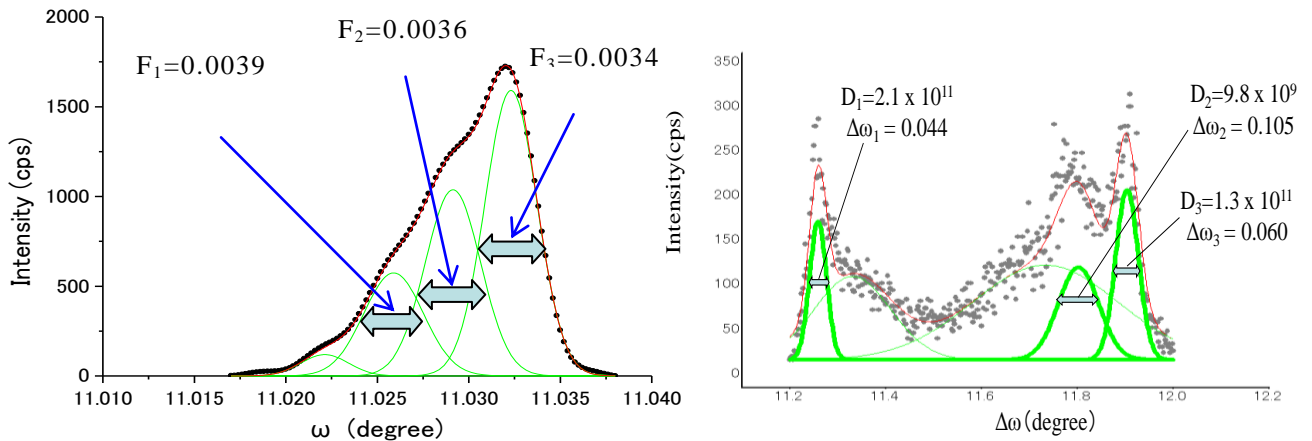


図2 氷単結晶の圧縮変形前（左）と変形後（右）の(10-10)回折のロッキング・カーブ

表1 圧縮前後のロッキング・カーブの半値幅  $F$  と転位密度  $D$

	半値幅 $F$ [degree]	転位密度 $D$ [ $\text{m}^{-2}$ ]
圧縮前	0.0034~0.0039	$1 \times 10^9$
圧縮後	0.0441~0.1055	$1 \times 10^{10} \sim 2 \times 10^{11}$

### 4. まとめ

一軸圧縮により変形した氷単結晶試料に対して、X線回折法によるロッキング・カーブの測定を行った。その幅から計算した転位密度は、変形の前後で  $1 \times 10^9 \text{ m}^{-2}$  から最大で  $2 \times 10^{11} \text{ m}^{-2}$  まで増加した。この方法で塑性変形による転位密度の増加を検出できることが確認できた。

#### 【参考・引用文献】

- 1) A. Higashi, 1988: *Lattice defects in ice crystals*, Sapporo, Hokkaido University Press.
- 2) D. Cullen and I. Baker, 2002: Observation of sulfate crystallites in Vostok accretion *Materials Characterization*, **48**, 263-269.
- 3) M. Montagnat and others, 2003: Lattice distortion in ice crystals from the Vostok core (Antarctica) revealed by hard X-ray diffraction; implication in the deformation of ice at low stresses. *Earth Planetary Science Letters*, 214, 369-378.
- 4) A. Hori, M. Oguro, T. Hondoh, and V. Y. Lipenkov, 2004: Ice lattice distortion along the deepest section of the Vostok core (Antarctica) from X-ray diffraction measurements, *Annals of Glaciology*, **39**, 501-504.