

無気泡微細多結晶氷作製装置の設計製作及び評価

○平見 鉄郎 ・ 東 信彦(長岡技科大)

1. 諸言

多結晶氷を作成する一般的な方法として、氷粒子をチャンバーに詰め上部から真空中に引きながら、下部から脱気した蒸留水を入れて凍結させる方法が用いられている。しかし、この方法では微小な気泡を完全に取り除くのは不可能である。この微小な気泡は氷結晶粒界の挙動に影響を及ぼす(Azuma et al., 2012) ので氷の力学物性など粒界拡散/粒界移動が関与する研究を行う場合には、微小気泡が含有していない完全無気泡の多結晶氷を用いる必要がある。本研究では無気泡で平均粒径が 0.1mm以下の多結晶氷を作成する装置を開発した。

2. 装置概要と実験方法

開発製作した装置を Fig.1 に示す。外径 130mm 内径 42mm のアルミ合金製チャンバーにシリコンオイルを満たし、その中に無気泡の氷を入れ、上からピストンで圧力媒体のシリコンオイルを実験環境温度-50℃で 350MPa まで加压できるように設計した。設計上の工夫と特徴を以下に示す。

【特徴】

- ・テフロン栓、コネクタ中心に穴を貫通させ、イモネジ栓を閉めることで、チャンバー内の空気抜きを行い、氷試料に静水压をかけることが可能。
- ・チャンバーとテフロン栓にテーパを設けることで加压時に圧漏れが起こることを防ぐ。
- ・押し棒とコネクタの間にテフロンスペーサを挟むことにより押し棒とコネクタのテーパにかかる負荷が軽減し、装置の破壊を防ぐ。

【試料】

氷試料は純水からゆっくり成長させた無気泡の多結晶氷を用いた。

多結晶氷の平均粒径は約 8mm である。

【実験方法】

1. 装置内部に氷試料とシリコンオイルを入れピストン、コネクタを挿入し中心の穴から空気抜きを行った後、Fig.1 に示す状態にセットする。
2. 本装置を油圧ジャッキの下にセットし、チャ

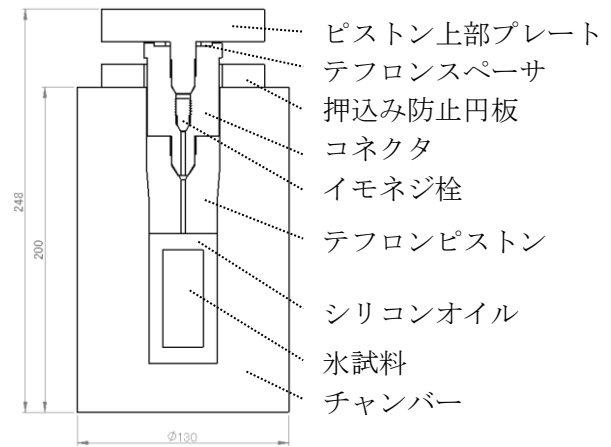


Fig.1 無気泡微細多結晶氷作成装置 (断面図)

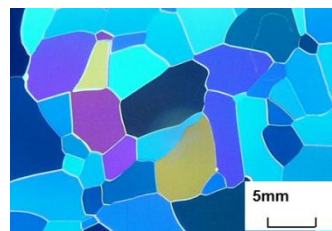


Fig.2 加压前氷試料

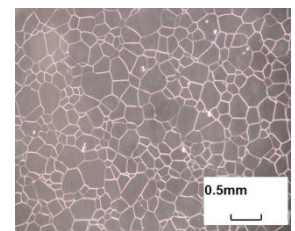


Fig.3 加压後氷試料

ンバーの周囲に-60℃に冷却した寒剤を敷き詰める。(実験室温度は-10℃)

3. 油圧ジャッキでピストン上部プレートを押し、テフロンピストンが変形し内部に押し込まれることで氷試料に静水压をかける。
4. 氷試料に 300MPa の静水压がかかるまで加压し、目標圧力値に達したら 2 時間加压し続ける。(氷 I h→氷 II)
5. 圧力を 100MPa に下げ、さらに 30 分加压する。(氷 II→氷 I h)
6. 圧力を 0.1MPa までゆっくり減圧し 30 分待つ。
7. 氷試料を取り出し、薄片を作成し観察を行う。

3. 実験結果及び考察

加压前の氷試料を Fig.2、加压後の氷試料を Fig.3 に示す。加压後には相変化による核生成で氷結晶が微細化していることがわかる。

参考文献：

Azuma, N. et al., Journal of Structural Geology, 42, 184-193 (2012)