

氷試料の表面形状計測技術

寒冷陸域部門・雪氷変動

奥山 純一

要旨

氷多結晶体の粒界特性の解明を目的に、氷試料の表面形状計測技術の開発が技術部において進められている。これまでに、「共焦点レーザー顕微鏡用氷試料設置容器」と「サンプル・ホルダー」が製作され、30mm×30mm×0.5mmの氷試料について、その表面形状を水蒸気飽和環境下において計測する技術が確立された。これにより、氷多結晶体の粒界特性を解明する上で欠かすことのできない界面エネルギーの比(粒界エネルギー/固気界面エネルギー)を定量的に議論することが可能となった。

1.はじめに

多結晶体の性質は粒界の構造と動的な挙動に強く起因する。しかし、氷多結晶体については、その粒界の性格を記述する最も普遍的な物理量 粒界エネルギーの詳細が明らかにされていない。そのため、氷多結晶体の結晶粒成長や氷多結晶体中に固溶する溶質原子の粒界拡散といった物理現象の議論については、かなり憶測の入る余地がある。そこで、氷多結晶体の粒界特性の解明を目的に、氷の界面エネルギーに着目した実験的研究を進めている。

界面エネルギーの比は、多結晶体試料の表面において形成されるグループの形状を計測することにより求めることができる(図 1)。ここで、氷試料の表面に形成されるグループの形状測定に際しては、氷試料表面における昇華を防ぐために、水蒸気飽和環境下において実験を行う必要がある。しかし、低温室の相対湿度は10%程度と低く(図 1)、氷試料の表面において著しい昇華が生じる。また、多結晶体の粒界特性を解明するにあたっては、統計的に意義ある結果を得るために、多数のグループについて形状測定を行う必要がある。そこで、30mm×30mm×0.5mmの氷試料について、その表面形状を水蒸気飽和環境下において計測するための技術開発が技術部において行われた。

本稿では、技術部で製作された「共焦点レーザー顕微鏡用氷試料設置容器」を2章で、そして氷試料のグループ形状測定結果の1例を3章において報告する。

Grain boundary groove

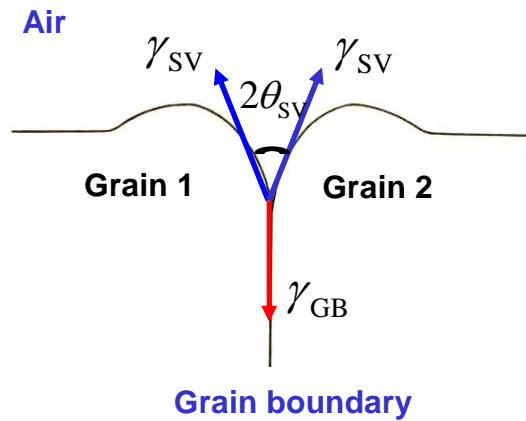


図 1: 固気界面における力の釣り合い

図中の γ_{gb} は粒界エネルギーであり、 γ_{sv} は固気界面エネルギーを示す。また、 $2\theta_{sv}$ は固気界面 2 面角を示す。界面エネルギーの比 (γ_{gb}/γ_{sv}) は、グローブの形状を計測し、その固気界面 2 面角を計算することにより求まる。

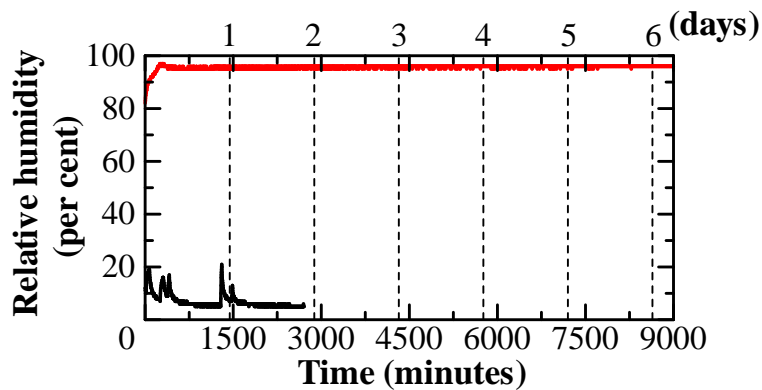


図 2: 低温室(-15)、および共焦点レーザー顕微鏡用氷試料設置容器内部の相対湿度

図中の黒線は共焦点レーザー顕微鏡を設置している-15 の低温室(図 3a を参照)の相対湿度を、赤線は技術部において開発された「共焦点レーザー顕微鏡用氷試料設置容器」の内部の相対湿度を示す。「氷試料設置容器」を製作することにより、水蒸気飽和環境下(氷試料の表面において起こる昇華-凝結の割合が平衡している状態)において、氷試料の表面形状を計測することが可能となった。

2. グループ形状の測定手法

氷試料の表面形状の計測は、共焦点レーザー顕微鏡を用いて行った(図 3a)。ここで、氷試料はその表面での昇華を避けるために、氷粉体を入れた「氷試料設置容器」(図 3b)の内部に設置した。グループの形状測定は、マイクロトームを用いて氷試料の表面を整形した後に行った。

図 3a

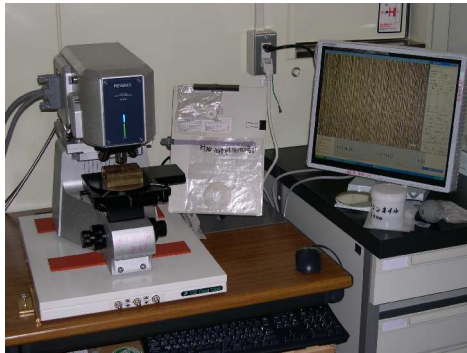


図 3b

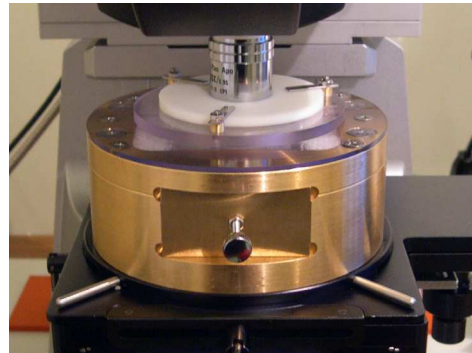


図 3: 共焦点レーザー顕微鏡と氷試料設置容器

図 3a は-15 の低温室に設置した共焦点レーザー顕微鏡を、また図 3b は共焦点レーザー顕微鏡の試料ステージ上に設置した「氷試料設置容器」を示す。対物レンズを中心とした半径 30mm の範囲内について試料ステージを動かすことができるよう、「氷試料設置容器」を設計した。これにより、30mm 角の氷試料の表面形状を計測することが可能となった。

3. グループ形状の測定結果

図 4 にグループの固気界面 2 面角の時間変化を、図 5 にその形状の時間変化を示す。測定開始時刻(0 hrs)は、グループが形成され始めた直後に相当し(図 5 の最上段プロファイルを参照)、その 2 面角は 157° である。その後、氷の表面拡散によるグループの形状変化に伴い、固気界面 2 面角は減少する。測定を開始してから 6 時間後以降は、固気界面 2 面角は $144^\circ \pm 1^\circ$ と一定になり、グループは準熱平衡状態に達する。ここで、固気界面 2 面角が準熱平衡状態に達することは、「氷試料設置容器」の内部の相対湿度が一定の状態(水蒸気飽和状態)にあることに他ならぬ(図 2)。結論として、技術部で製作された「共焦点レーザー顕微鏡用氷試料設置容器」を用いることにより、界面エネルギーの比について再現性のある結果を得ることができる。

本実験の温度は、共焦点レーザー顕微鏡を設置している低温室の温度、すなわち -15 に限られている。そこで、実験温度(-50~0)の制御を目的とした「共焦点レーザー顕微鏡用冷却システム」の開発が、現在技術部で進められている。これにより粒界エネルギーの温度依存性、および氷の表面拡散係数について新たな知見が得られると期待

される。

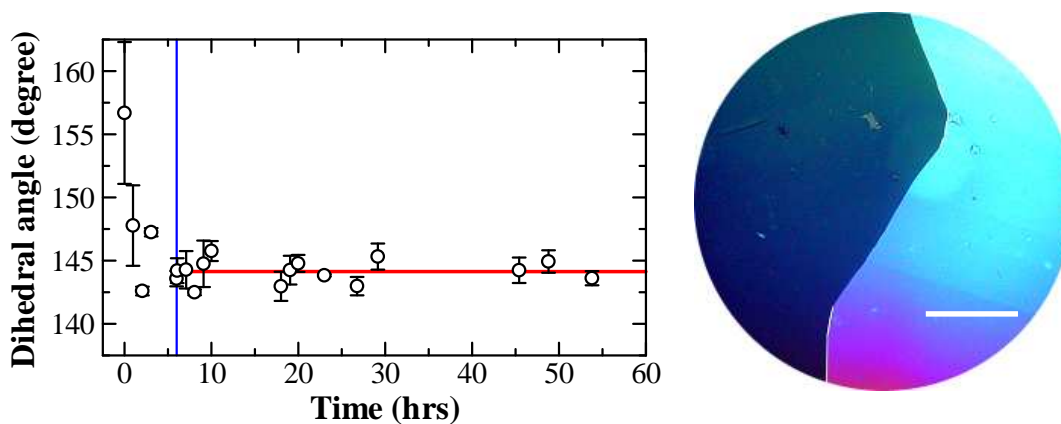


図 4: $\langle 10\text{-}10 \rangle / 34.1^\circ$ 粒界における固気界面 2 面角の時間変化

図は、-15 において、 $\langle 10\text{-}10 \rangle / 34.1^\circ$ バイクリスタル(写真: bar は 5mm に相当)の固気界面において形成されたグループの 2 面角の時間変化を示す。 は 5 箇所において測定した固気界面 2 面角の平均値を、またエラー・バーはその平均値からの標準偏差(1)を示す。

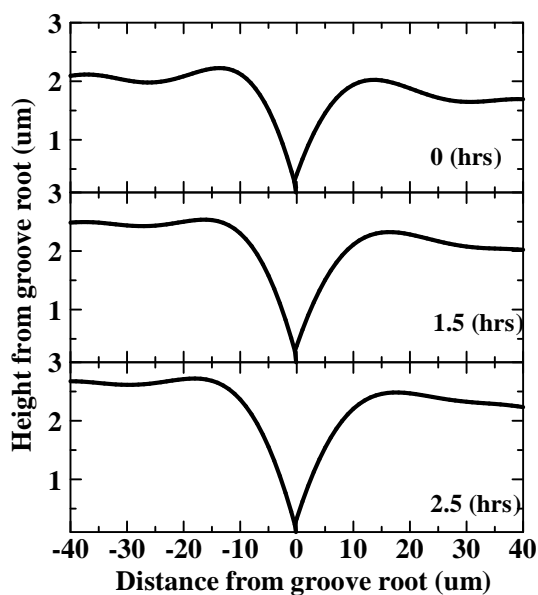


図 5: $\langle 10\text{-}10 \rangle / 34.1^\circ$ 粒界に形成されたグループの形状変化

図は、時間の経過とともに、グループは深くなり、またその幅は広がることを示す。ここで、グループの発達には表面拡散によって生じる。従って、固気界面に形成されたグループの幅(もしくは深さ)の時間変化から、氷の表面拡散係数を求めることができる。