

純氷の破壊じん性値に及ぼす負荷速度・試験温度および結晶軸方位の影響

内田, 武

<https://doi.org/10.11501/3065583>

出版情報：九州大学, 1992, 博士（工学）, 論文博士
バージョン：
権利関係：

5. 7 結 言

鋭い切欠きを持ったLGI試験片およびCGI試験片を製作し、LGI試験片の場合は負荷速度 $\dot{K}_I \cong 1.0 \sim 3.0 \times 10^3 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ 、試験温度 $-10, -30^\circ\text{C}$ （一部 $-5, -50^\circ\text{C}$ ）、CGI試験片の場合は負荷速度 $\dot{K}_I \cong 0.7 \sim 3.5 \times 10^3 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ 、試験温度 $-5, -10, -30^\circ\text{C}$ （一部 -50°C ）の条件下で、3点曲げ試験による破壊じん性値 K_{Ic} の測定および破断面観察を行うと共に、低負荷速度領域でのポップ・イン観察を行った。結果は、以下の通りである。

(1) LGI試験片の場合、高負荷速度領域（ $\dot{K}_I \geq \text{約} 100 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ ）では試験温度の影響はほとんどなく、低負荷速度領域では試験温度の低い -30°C の方が K_{Ic} 値が小さくなった。

(2) CGI試験片の場合、高負荷速度領域（ $\dot{K}_I \geq \text{約} 30 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ ）では、LGI試験片と同様に K_{Ic} 値は試験温度の影響をほとんど受けなかった。低負荷速度領域では -5°C での K_{Ic} 値に比べて -30°C の K_{Ic} 値が低く、 -10°C の K_{Ic} 値が大きかった。

(3) -5°C と -10°C では、破断面様相に及ぼす試験温度の影響にきわだった差は認められず、負荷速度 $\dot{K}_I \geq 30 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ で比較的フラットであり、 $\dot{K}_I \leq 30 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ で凹凸の程度が大きくなる。一方、 -30°C の場合、全負荷速度領域にわたって比較的フラットな面を呈した。

(4) ポップ・インは最終破断荷重の約70%時に発生しており、そのほとんどが氷結晶の粒界面およびへき開面に沿って進行している。

6. 1 緒 言

天然氷の結晶条件を模擬して人工的に製造した氷の力学的性質に関する研究⁽²³⁾が盛んに検討されているが、第1章でも述べたようにこれまでの氷に関する研究では、氷の変形や強度に関するものが多く、氷の破壊挙動に関する研究は比較的少ない。また、筆者らのこれまでの研究により、氷試験片においても最終破断以前に部分的な破壊（ポップ・イン）が発生し^{(26)・(29)}、5.6節にも述べたように、そのほとんどが氷結晶の粒界面およびへき界面に沿って進行しており、ポップ・イン発生時の破壊じん性値は高負荷速度領域での破壊じん性値と同程度であることがわかってきた。ところが、ポップ・インはほとんどが目視による観察に頼っていたため、かなり低負荷速度領域での議論にとどまっていた。そこで、金属やセラミックス・複合材料など新素材の材料評価にも用いられ、変形や破壊挙動を知る有力な手法とされ、プラント機器類の異常検出にも一役を担っているアコースティック・エミッション法（AE法）を氷の破壊挙動を知る実験的研究に取り入れた。それによりポップ・インをAEとして捕らえることを試み、より高負荷速度領域でのポップ・イン現象の有無の議論に拡張することをここでの主目的としている。

これまでも、純氷の発するAE（可聴音を含む）に関する実験的研究^{(31) - (36)}がなされているが、それらは一軸圧縮負荷時のみのAEがほと

んどであり，今回行ったような曲げによる氷の強度や破壊挙動に対する AEの研究は比較的少ない．そこで，柱状多結晶氷試験片を用いて試験温度 -5°C のもとで 3 点曲げ試験を行い，AE特性と曲げ強さ，AE特性とポップ・インの関係およびカイザー効果などについて検討を行った．

6. 2 氷試験片および試験方法

柱状多結晶氷は、3.1節で述べた方法^{(7)・(9)・(15)・(23)・(26)}により製造した。試験片寸法は、図6.1に示すように平滑試験片で厚さ25×幅50×長さ250mm、切欠き試験片で50×50×250mmである。切欠き試験片は、試験片中央部にカミソリ刃（厚さ0.1mm、先端角度11°）により形成した、先端の鋭い切欠きを有している。得られた試験片の平均結晶粒径は、図示の試験片上面で5mm、切欠き底で10mm、下面で12mmであった。

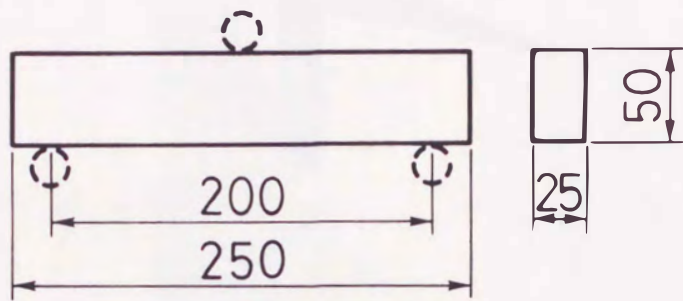
成形された氷試験片は、直接空気に触れることによる昇華変形を防ぎ残留応力の影響を除去するため、試験温度-5℃の灯油中に一昼夜以上保存した。

AE計測には、図6.2に示す形状の140kHz付近に共振点を持つPZT（ジルコン酸チタン酸鉛磁器、 $(\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ ）を圧電素子とするAEセンサ（NF社製、φ12mm）を使用し、AEテスタ（NF社製）で計測信号の各種処理を行った。このAEテスタは、小型軽量な簡易AE計測装置であるため十分な解析は期待できないが、図6.3に示すようなブロック図を構成しており、AE計測に必要な最小限の信号処理ができる。ここで、RF信号は100kHzのHPF（ハイ・パス・フィルタ）を経て増幅されたAE原波形（減衰波形）であり、設定したAE検出レベル設定値（しきい値）を越えるとEvent信号として1ms以上の間、負のパルスが出力され、その発生率がRecorder信号として出力される。また、Average信号はRF信号を半波整流した直流（脈流）である。本実験では、入力からRF信号までの総利得を66dBとし、図中に示したEvent信号およびAverage信号を計測

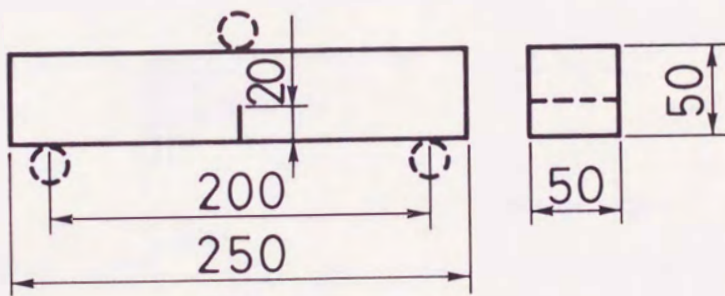
することで、しきい値を25mVと125mVの2段階としたAE発生数の計数を行った。ここでの計数法は、休止時間を持つイベント計数法⁽⁷⁴⁾である。

試験は、低温室内に設置されたMTS万能試験機を利用し、試験温度 -5℃・支点間距離200mmで3点曲げを行った。その際、荷重は氷結晶の成長方向に負荷し、長円形のばね鋼製ロードセル(ばね定数： $1.90 \times 10^5 \text{N/m}$)で検出した。AEセンサは、上部支点から約60mm離れた氷試験片表面に0℃の水を接着剤として固着させた。また、各支点と氷試験片の間にはビニルシリコン系の印象材(而至歯科工業(株)製)で作った吸振シート(厚さ約2mm)を挿入することで、治具のガタおよび支点とのこすれ等によるAEの発生防止を心がけた。図6.4は、本実験の計測系ブロック図である。AEテストからのRF信号は、オシロスコープ(National製、VP-5230A/S)で観察し、Average信号とEvent信号および荷重信号はデータレコーダ(TEAC製、MR-30)に記録した。レコーダに記録された3信号は、試験後アナライジングレコーダ(横河北辰電機製、Model 3655)に再生し解析を行った。その際、Event信号には自作のカウンタを接続して、しきい値25mVのAE発生数を計数した。

上述した試験方法により、平滑試験片ではAEのカイザー効果および曲げ強さとAE計数の関係を、切欠き試験片ではポップ・インとAE振幅の関係について、負荷速度をそれぞれ高、低の二条件で検討した。



(a) 平滑試験片



(b) 切欠き試験片

図6.1 試験片の形状・寸法



図 6.2 AE センサ

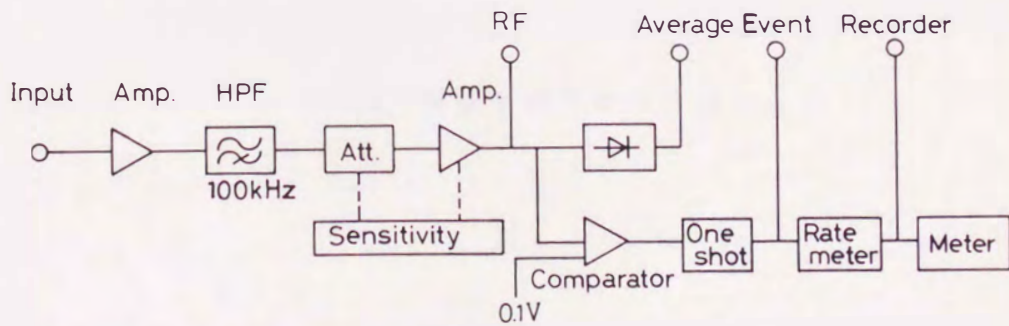
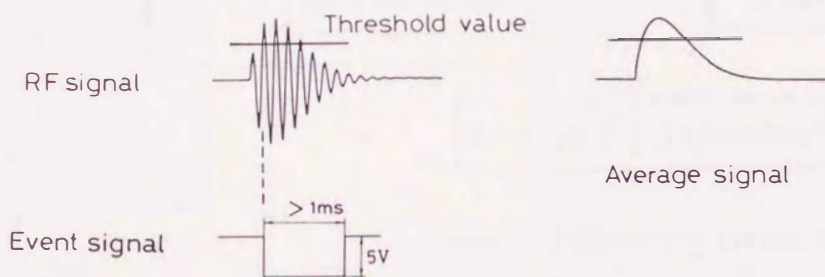


図 6.3 AE テスタの内部構成ブロック図

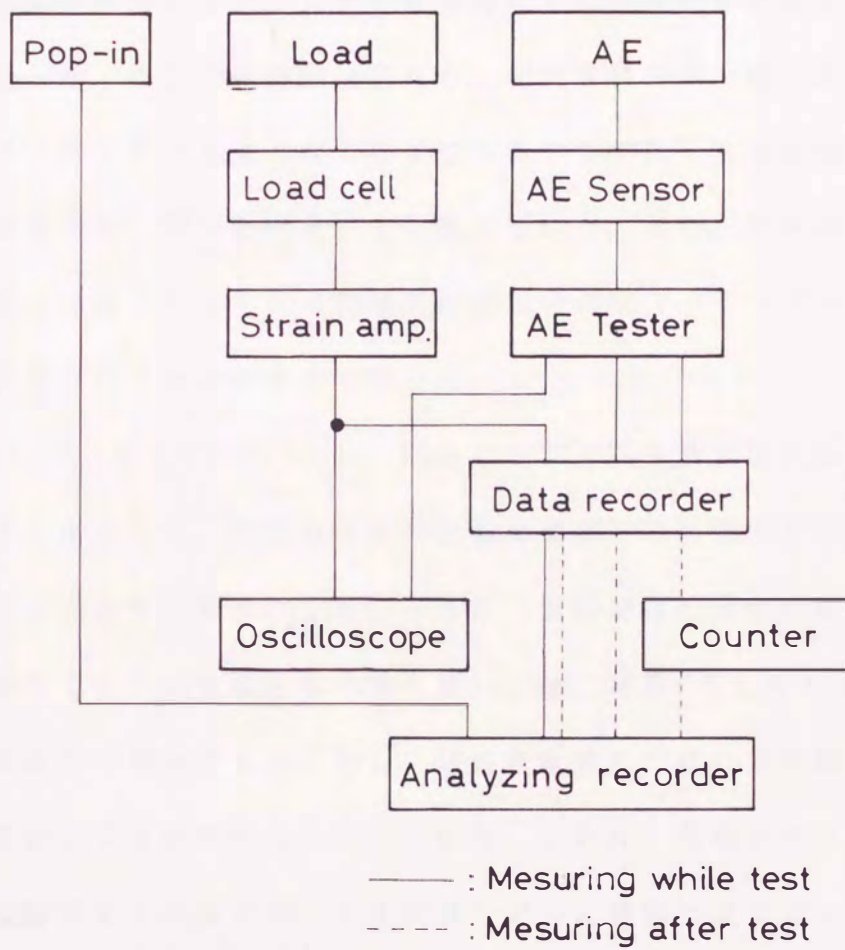


図 6.4 計測系のブロック図

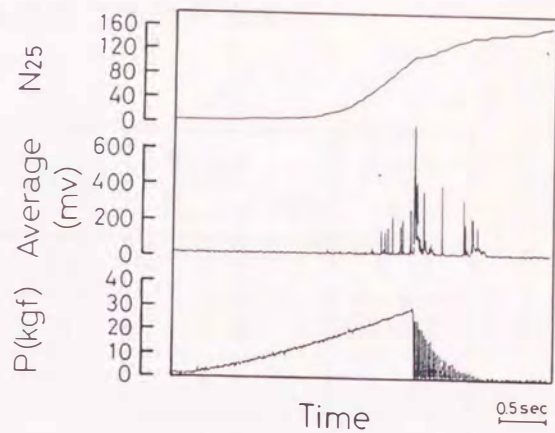
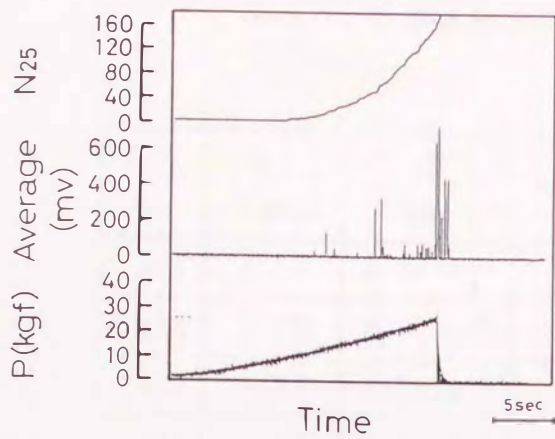
6. 3 AE発生数の特徴

平滑試験片では負荷速度 $\dot{\sigma}$ を75, 750kPa/s, 切欠き試験片では負荷速度 \dot{K}_I を4.2, 390 kPa $\sqrt{\text{m}}$ /s のそれぞれ高, 低二条件で6~10本の試験片を用いて, 個々の試験片にAEセンサを取り付けてAE発生数の特徴についての試験を行った. ここでは詳細は省くが, 切欠き試験片で得られた破壊じん性値は, 第3章でも述べたこれまでに筆者らが行ってきた同サイズ試験片の結果⁽²⁶⁾⁻⁽²⁹⁾とほとんど一致していた. また, 平滑試験片, 切欠き試験片の両方ともそれらの強度は低負荷速度でバラツキが大きく, 高負荷速度ではバラツキが小さくなった.

図6.5(a), (b)および図6.6(a), (b)は, それぞれ平滑試験片および切欠き試験片で得られた, 低負荷速度と高負荷速度での荷重およびAE信号の計測結果の代表例である. これによると, 負荷速度の変化に関わりなく平滑試験片では25mVを越えるAE発生数 N_{25} は, 荷重Pの上昇と共に滑らかな指数関数的に増加するのに対し, 切欠き試験片ではAE発生数自身が少なく階段状の不連続な増加となっている. これは, 負荷をかけることによる氷試験片中での滑りが, 平滑試験片では広範囲で発生するのに対し, 切欠き試験片では切欠き先端部に限られることに起因するものである. 図中に示した Average信号として観察される様な大振幅のAEは, 切欠きの有無および負荷速度によらず負荷の途中で突発的に発生している.

また, 表6.1および表6.2は, それぞれ平滑試験片と切欠き試験片の低負荷速度域での試験結果で, 第4および5列はそれぞれしきい値が25mVおよび125mVを越えるAEの発生総数であり, 第6列はそれらの比を示してい

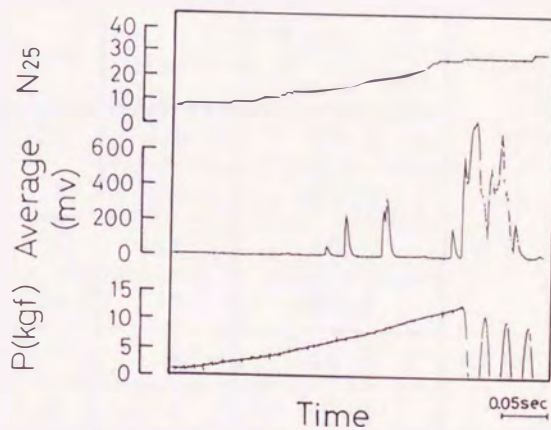
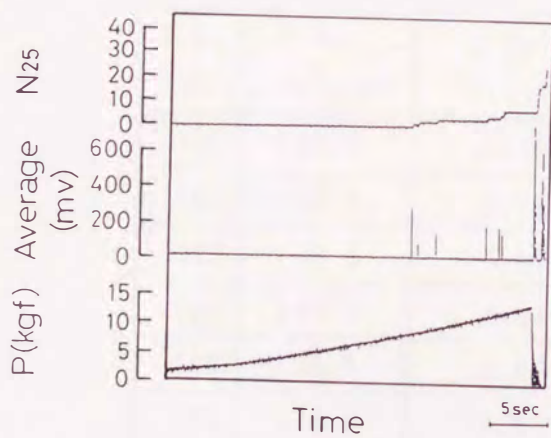
る。これによると、切欠き試験片ではAEの発生総数比 (N_{125f}/N_{25f}) の値が、平滑試験片の場合より数倍以上大きくなっている。このことは、125mV を越えるAEが切欠き試験片の最終的な破断を強く支配しているものと考えられる。ところが、上述の様に切欠き試験片の場合AE発生数自身が少ないこと、試験本数が少ないことならびに負荷速度の実験点数が少ないことなどの理由により、AEと応力拡大係数（破壊じん性値）との相関を見るまでには到らなかった。



(a) 低負荷速度 ($\dot{\sigma} = 75 \text{ kPa/s}$)

(b) 高負荷速度 ($\dot{\sigma} = 750 \text{ kPa/s}$)

図6.5 荷重とAE信号の計測結果 (平滑試験片)



(a) 低負荷速度 ($\dot{K}_I = 4.2 \text{ kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$)

(b) 高負荷速度 ($\dot{K}_I = 390 \text{ kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$)

図6.6 荷重とAE信号の計測結果 (切欠き試験片)

表6.1 平滑試験片の試験結果（低負荷速度）

T. P. No.	σ_f (MPa)	$\dot{\sigma}$ (MPa/s)	N_{25f}	N_{125f}	$\frac{N_{125f}}{N_{25f}}$ (%)	σ_{AES} (MPa)
401	1.83	8.1×10^{-2}	318	13	4.1	0.44
402	1.20	6.8×10^{-2}	177	4	2.3	0.30
403	1.93	7.9×10^{-2}	726	34	4.7	0.21
404	1.16	7.2×10^{-2}	104	2	1.9	0.27
405	1.86	7.4×10^{-2}	106	2	1.9	0.43
406	1.36	7.4×10^{-2}	46	4	8.7	0.28

表6.2 切欠き試験片の試験結果（低負荷速度）

T. P. No.	Kc (kPa \sqrt{m})	\dot{K}_I (kPa \sqrt{m}/s)	N_{25f}	N_{125f}	$\frac{N_{125f}}{N_{25f}}$ (%)
101	133.5	4.18	24	5	20.8
102	96.3	3.92	2	1	50.0
103	90.2	4.01	5	2	40.0
104	118.3	4.24	28	7	25.0
105	94.1	4.03	7	3	42.9
106	120.8	4.28	16	1	6.3
107	90.7	3.75	1	1	100
108	97.2	4.05	11	1	9.1
110	88.8	4.04	13	3	23.1
111	88.8	4.07	16	5	31.3
112	127.9	4.10	22	6	27.3
113	147.1	5.29	21	7	33.3

6. 4 ポップ・インとAE振幅

使用している柱状多結晶氷試験片は透明なので、図6.7の模式図に示すように切欠き試験片を用いた低負荷速度領域での試験において切欠き底付近を注意して観察すると、試験片の最終的破断以前に図中の斜線部分のように、切欠き先端にき裂が発生しそれが停留するのが目視で観察されることがある。この現象は荷重～時間曲線記録上での変化は検出できないがポップ・インの一種とみなせ、これに伴って時としてかすかな可聴音が観測される。この可聴音は可聴周波数帯域でのAEの一種とも考えられ、そこでこのポップ・イン現象をAEとして捕らえることを試みた。

その結果、低負荷速度 ($\dot{K}_I=4.2 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$) での試験において、ポップ・インが目視により観察されると、同時に測定レンジを越える程の大振幅AE (Average信号で500mV以上) が検出され、この大振幅AEを捕えることでポップ・インを把握できることがわかった。

図6.8は、これまでポップ・インの目視による観察が不可能であった高負荷速度 (例えば、 $\dot{K}_I=390\text{kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$) でのAE計測の例である。上述した大振幅AEの発生が認められ、高負荷速度領域でもポップ・イン現象が存在し、それはAEでの検出が可能であろうことがわかった。数多くの試験を行うことで、氷試験片の破壊挙動の解明につながるものと思われる。

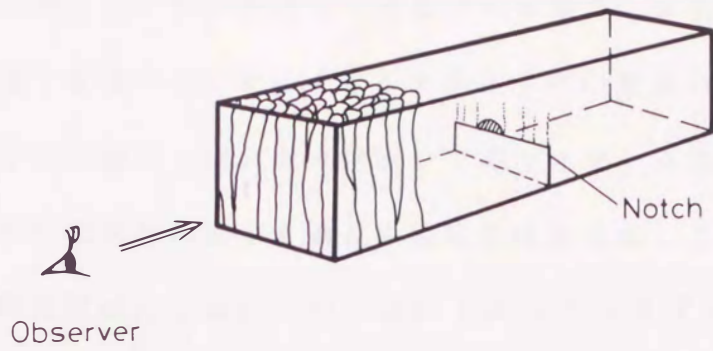


図6.7 ポップ・イン観察

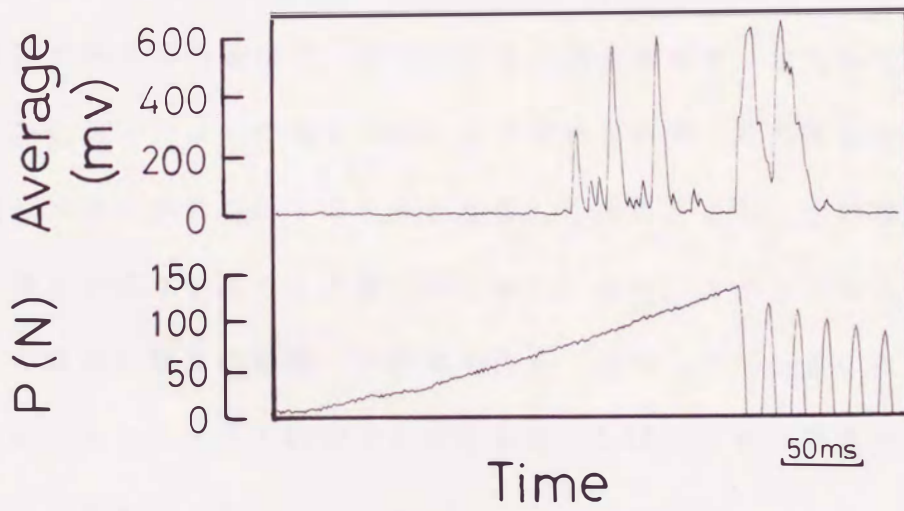


図6.8 荷重とAE信号の計測結果（高負荷速度）
（切欠き試験片， $\dot{K}_I = 390 \text{ kPa}\cdot\text{mm}/\text{s}$ ）

6. 5 氷試験片でのカイザー効果

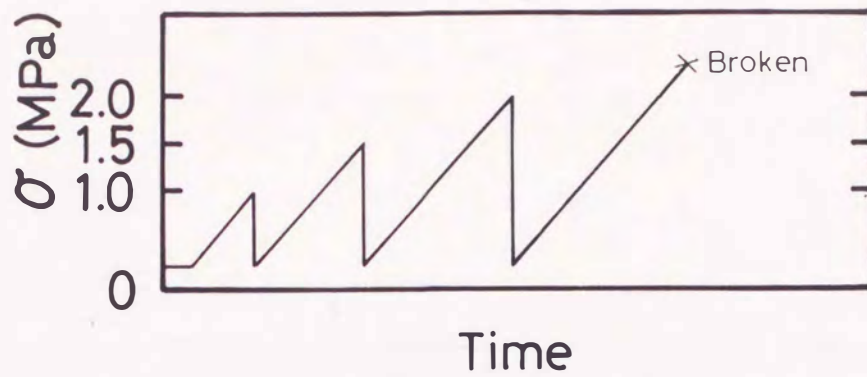
カイザー効果とは、供試体に応力履歴がある場合、以前に加えられた最大応力に達するまでは、ほとんどAEが発生しない現象のことを言う。ここでは、平滑試験片を用いた氷試験片でのカイザー効果の存在確認とカイザー効果の消失が荷重除去後どの程度の時間で起こるかを調べた。

試験は、同形試験片に図6.9(a), (b), (c)に示す3タイプの繰り返し荷重を負荷することで行った。すなわち、除荷の後休止することなく次に前負荷より大きな負荷をかけるAタイプ、負荷間に50分以上の大休止をとるBタイプ、負荷間に15秒の小休止から6時間の大休止までをとるCタイプとし、それぞれ4本程度の試験片を使用した。負荷速度 $\dot{\sigma}$ は、100~160 kPa/sで行った。

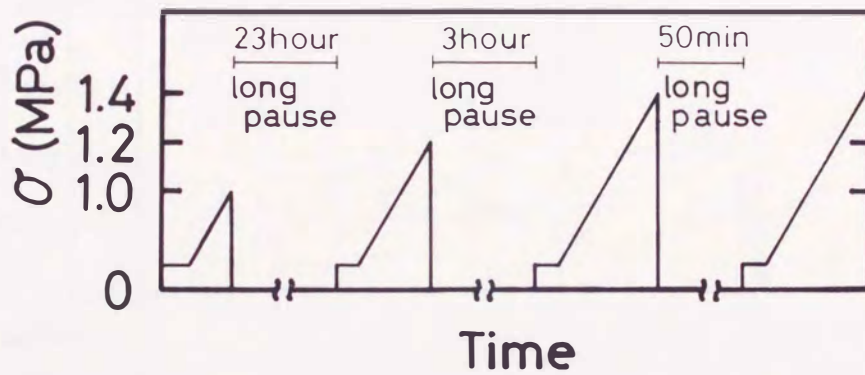
図6.10に、Aタイプの繰り返し負荷の場合の結果を示す。これをみると除荷後の再負荷の過程で、前負荷荷重に達するまで、すなわち図中の K_1 および K_2 区間ではAEの発生がほとんど認められず、その荷重を越えると再度AEが検出されていることがわかる。このことより、氷の場合もカイザー効果が成立することの確認ができた。また、BタイプならびにCタイプの繰り返し負荷の結果、15秒の小休止ではカイザー効果が現れるが、3分の小休止およびそれ以上の大休止をとればカイザー効果の消失が起こることがわかった。

岩石・コンクリート等では、まだいくらかの問題はあるものの、このカイザー効果を利用した供試体の先行荷重の決定⁽⁷⁵⁾がなされることがある。しかし、氷の場合は、この決定には除荷後の放置時間がかなり短

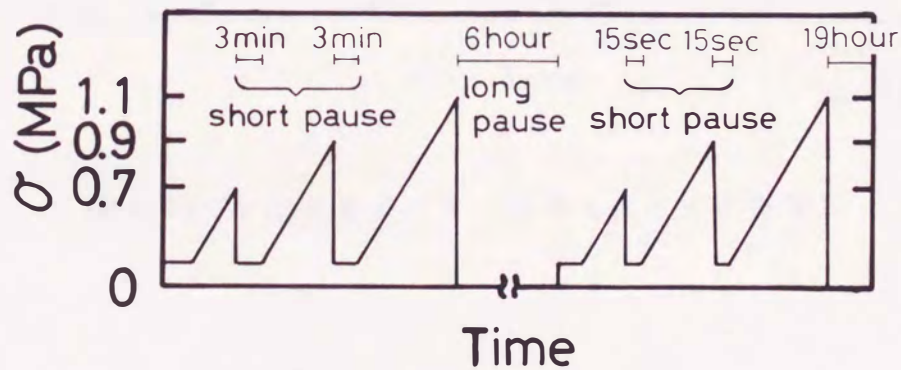
い時間内に限られるようである。これは、今回の試験を -5°C という氷にとっては融点付近で行ったため、ある程度以上の負荷の休止（ここでは3分以上）をとることで熱処理効果が起こり、滑りの固定が生じカイザ―効果が消失したものと考えられる。



(a) Aタイプ (負荷速度 $\dot{\sigma} \approx 1.4 \times 10^{-1}$ MPa/s)



(b) Bタイプ (負荷速度 $\dot{\sigma} \approx 1.2 \times 10^{-1}$ MPa/s)



(b) Cタイプ (負荷速度 $\dot{\sigma} \approx 1.1 \times 10^{-1}$ MPa/s)

図6.9 カイザー効果試験の負荷パターン

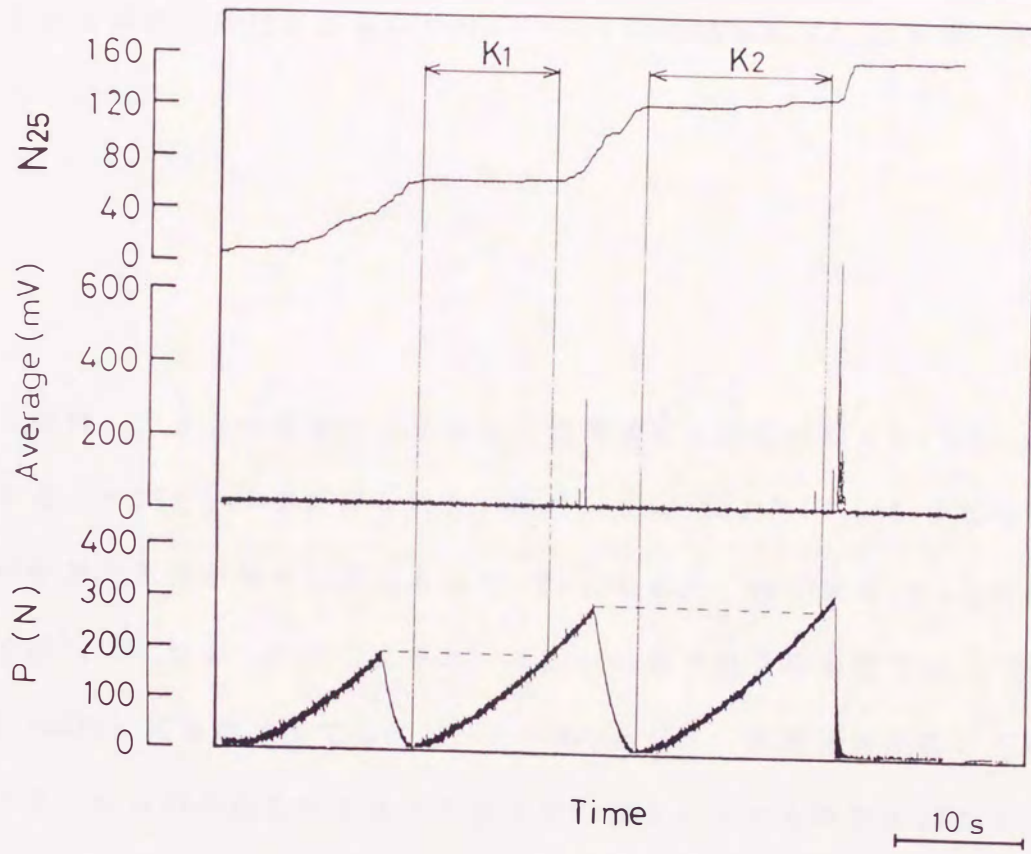


図6.10 氷によるカイザー効果 (Aタイプ負荷)

6. 6 曲げ強さとAE計数

図6.11は、平滑氷試験片において、負荷をかけてから破断に到るまでの任意応力 σ と、その応力に達するまでに発生した25mVを越えるAEの累積計数 N_{25} を両対数表示したものである。その結果、 N_{25} が5を越える応力域から直線性がみられたので、その領域を次式により直線回帰を行った。

$$N_{25} = b \cdot \sigma^a \quad (6.1)$$

この時、グラフの傾きを示す a 値は負荷速度に関わりなく2~4で、平均すると3.04という値が得られた。次に、式(6.1)より $N_{25}=1$ すなわち25mVを越えるAEが発生し始める応力 σ_{AES} を求め、曲げ強さ σ_f との関係を図6.12に示す。これによると、 σ_{AES} の値は低負荷速度では0.21~0.44MPa、高負荷速度では0.10~0.40MPaとなり、負荷速度の高い方が若干早くからAEが発生するようであるが、ほとんどのものが0.4MPaまでにはAEが発生することがわかる。これは、筆者らが別途行った柱状多結晶氷の切欠き試験片を用いたCOD試験の結果、氷試験片の降伏応力は0.07~0.2MPa⁽⁷⁶⁾の値が得られており、今回の σ_{AES} の値とよい一致を示している。すなわち、25mV付近のAEは氷試験片における滑りと深い関わりを持っているものと思われる。

また、図をみると σ_{AES} の値が大きくなるほど、すなわちAEが遅く発

生するほど曲げ強さ σ_f が大きくなるようであるが、その傾向は負荷速度により差を生じている。一方、図6.13に示すように σ_{AES} と σ_{AES}/σ_f の関係で再整理してみると、先ほどの σ_{AES} と σ_f の関係とは異なり、負荷速度に関わりなく両者にはほぼ比例関係が成り立つことがわかる。これは、25mVをしきい値としたイベント計数において、注意深いAE計測を行い第一発目のAEイベントを捕らえることで、平滑氷試験片の曲げ強さ予知の可能性があることを意味している。

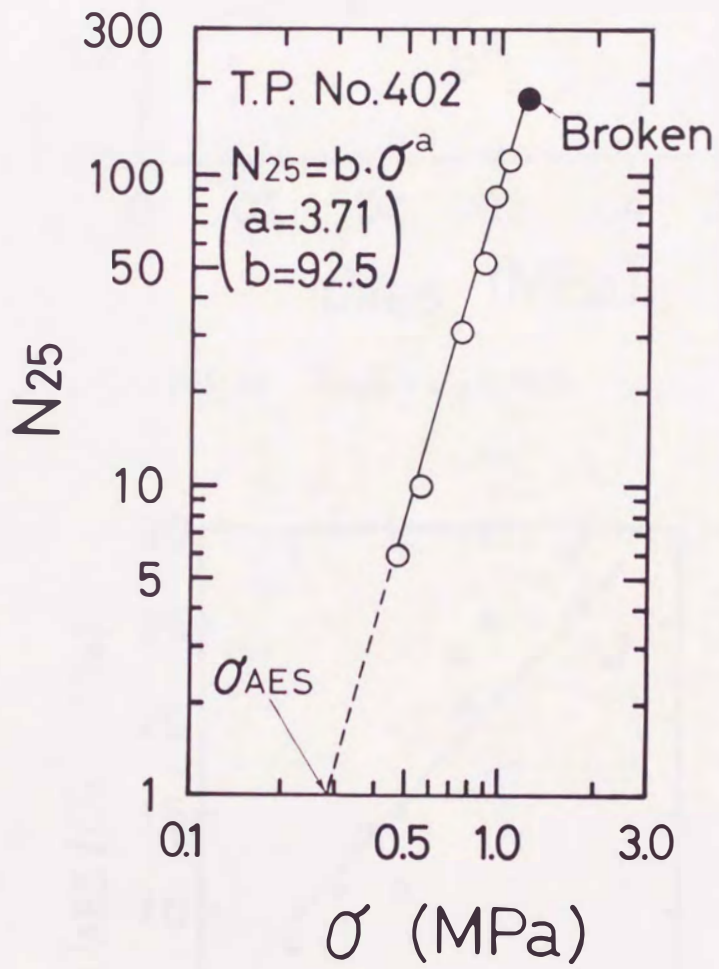


図6.11 σ と N_{25} の関係

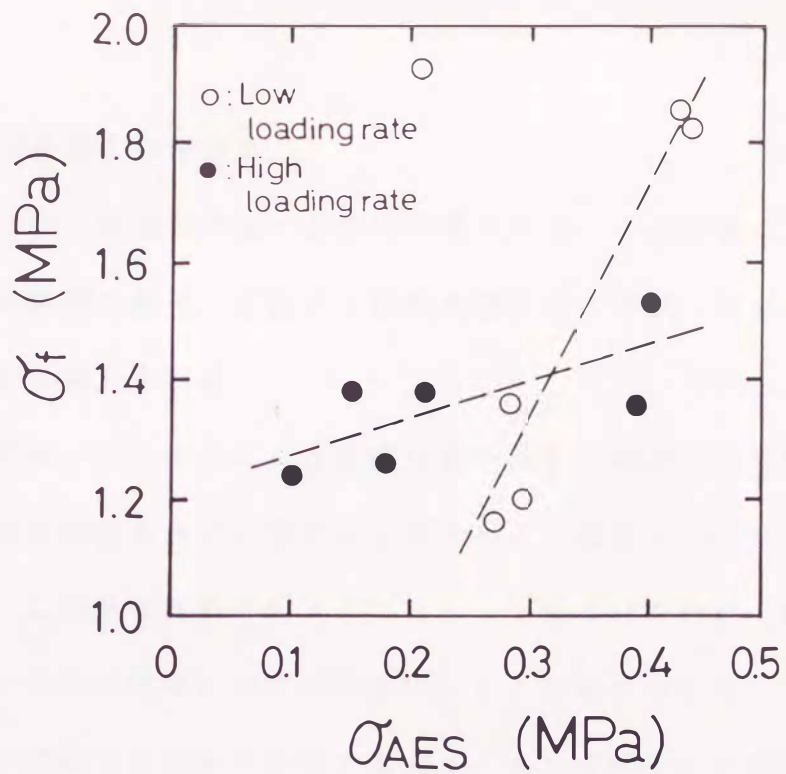


図6.12 σ_{AES} と σ_f の関係

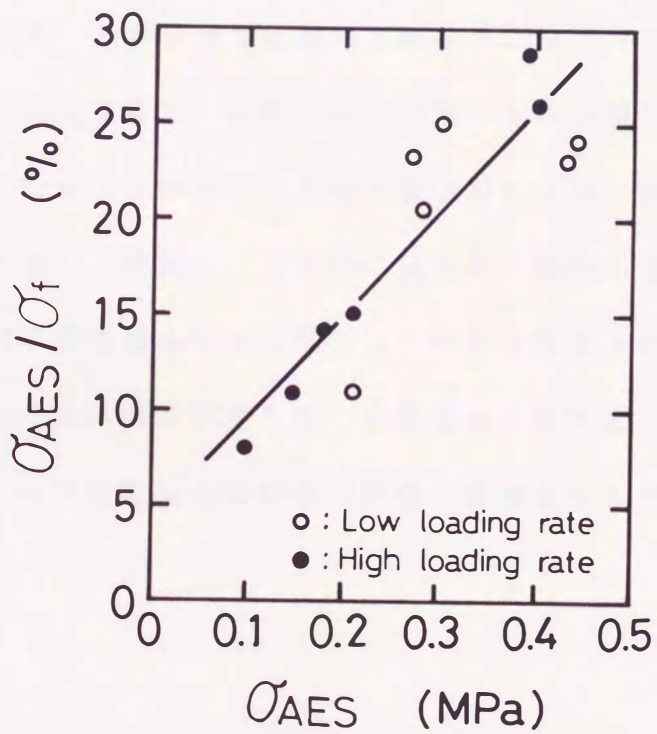


図6.13 σ_{AES} と σ_{AES}/σ_f の関係

6. 7 AE計測上の諸注意

AE計測では、雑音が非常に重要な問題となる。この雑音は、電氣的雑音の他に試験機の振動、試験片と試験装置とのこすれ、治具のガタによるものなどが考えられる。

本実験では、AEテスタによる計測は最大感度（66dB）にて行ったが、電氣的雑音は低温室内での電灯などのスイッチ類のON-OFFである事が確認された。この雑音は振幅が大きいため、大振幅AEの計数、特にAE発生数が少ない切欠き試験片でのAE計数に大きく影響を与える。今後、氷の塑性などに関連するAEまで計測するには、より高感度の計測を行うとともに、雑音についてさらに注意を払う必要がある。

次に、各支点と氷試験片の間に挿入した吸振シートの有無によるAEの発生状況をみると、低負荷域では差異は観察されなかったが、負荷が高くなり一度AEが発生すると、吸振シートが無いものは明らかに発生率が増していた。この事より今回行ったAE計測においては、試験機の振動の影響はほとんど無く、吸振シートはAEの反射波の吸収ならびに支点とのこすれによるAEの発生防止などに役立っていると考えられる。

一方、治具のガタによるAE発生は、予荷重を負荷することで防止できるが、そのための予荷重は小振幅のAE計数に影響を与えない程度でなければならない。

6. 8 結 言

柱状多結晶氷の発するAEについて、平滑試験片ならびに切欠き試験片を用いた基礎的実験を行った。試験温度 -5°C で3点曲げ試験を行い、AE計数のしきい値を25mVと125mVの2段階とすることで、平滑試験片においてはAEのカイザー効果ならびに曲げ強さとAE計数の関係を、切欠き試験片においてはポップ・インとAE振幅の関係について検討した。その結果、以下のような結果を得た。

(1) 平滑試験片では25mVを越す小振幅AEの発生数が多いが、切欠き試験片では少なくその累積は階段状の増加を示す。

(2) AEを用いてポップ・インの検出ができることがわかり、特にこれまで目視観察が不可能であった高負荷速度領域への議論の拡張が可能であると考えられる。

(3) 氷の場合もカイザー効果が現れるが、それは約3分程度の負荷の休止により消失する。

(4) 平滑試験片において、 $N_{25}=b \cdot \sigma^a$ の関係式から外挿した $N_{25}=1$ での応力を σ_{AES} とすると、ほとんどのものが0.4MPaまでにはAEを発生している。また、25mV付近のAEは氷試験片における滑りと深い関わりを持っているものと思われる。

(5) 平滑試験片では、 σ_{AES} と σ_{AES}/σ_f との間にほぼ比例関係が成立するため、AE計測結果からの曲げ強さ予知の可能性がある。

7. 1 緒 言

自然環境のもとでみられる氷は、多結晶氷がほとんどであるが、多結晶氷の強度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ならびに結晶軸方位分布の差、あるいは結晶粒界の存在などに強く支配される。そのため、氷の物性とくにその力学的性質を探るためには、基本的にはき裂底の結晶が1個である単結晶氷による研究も重要と考えられる。

氷の物性研究の材料として単結晶氷が用いられ、人工単結晶氷を融液（蒸留水）から育成する方法として、Bridgman法⁽⁴⁹⁾、⁽⁷⁷⁾、⁽⁷⁸⁾、引上げ法⁽⁷⁹⁾、Zone-refine法⁽⁸⁰⁾などが考え出され、それらを用いた研究が行われてきた。また、氷河中で長年月かかって成長した天然の単結晶氷は、人工単結晶氷に比べより欠陥が少ないことから、例えばアラスカの氷河から採取した天然の巨大単結晶氷を用いて、単結晶氷の塑性変形⁽⁴⁰⁾ - ⁽⁴⁵⁾ や摩擦⁽⁴⁶⁾ - ⁽⁴⁸⁾ に対する結晶軸方位による異方性などの特性を調べた例もある。

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る研究が行われている⁽¹⁹⁾、⁽⁵⁰⁾。一方、き裂や鋭い切欠きを持った単結晶氷試験片による、破壊じん性値の結晶軸方位依存性の研究は、これまでにはほとんど行われていない。

筆者らは、Bridgman法により人工単結晶氷を融液（蒸留水）から育成

させて、偏光による検査でも肉眼でみた限りではサブグレインなどの異常の認められない良好な単結晶氷が製造できた。この人工単結晶氷により製作した試験片を用いて、破壊じん性値の結晶軸方位依存性ならびに巨視的にみた破断面様相の結晶軸方位依存性について調べた。試験片は、切欠き面と結晶軸方位のなす角度が異なる4種類を製作し、試験温度 -10°C ・負荷速度 $\dot{K}_I \cong 200 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ の条件下で3点曲げ試験を行った。さらに、得られた単結晶氷の強度から柱状多結晶氷の強度を推定し、実験値との比較・検討を行った。

7. 2 単結晶氷の製造

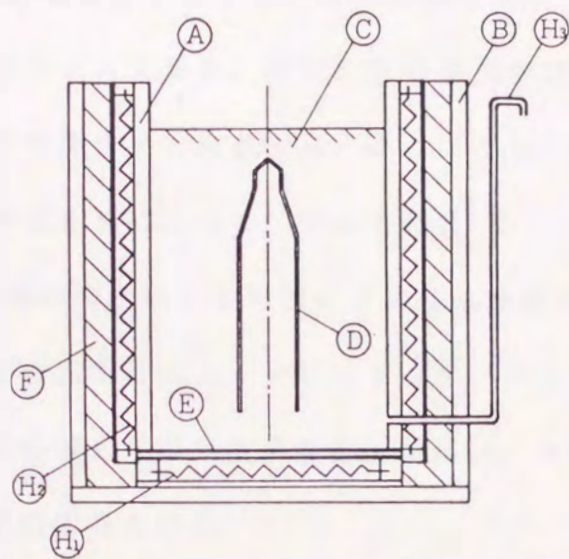
図7.1に、今回用いた単結晶氷製造装置の断面図を示す。これは、融液である蒸留水の上面から下面へ向かって徐々に人工単結晶氷を育成させるもので、若浜による方法⁽⁴⁹⁾に部分的な改良を加えた装置である。

蒸留水を十分にしゃ沸することで中に溶け込んだ空気を除去し常温まで冷却した後、容器Aに注入し、頭部に直径約1mmの穴をもつ底板なしの容器Dを9本容器Aの中にセットする。容器に付着した気泡は、スポイトなどでていねいに除去し、この装置全体を $-15\sim-20^{\circ}\text{C}$ のフリーザー内に設置する。容器Dを用いることで、容器外の結晶軸の影響を受けることなく単結晶氷の育成ができる。この際、容器底部の蒸留水温度が約 4°C となるように、また容器側面からの凍結を防ぐために、底面ヒータ H_1 ・側面ヒータ H_2 でそれぞれを加熱する。この方法により、蒸留水は容器上面から徐々に凍結して行き、直径約1mmの穴を通過した結晶氷が持つ結晶軸方位を保ったまま、容器Dの中で単結晶氷として成長して行く。凍結のスピードは、約 10mm/day とした。凍結の時には体積膨張を伴うので、上部から凍結が進むにつれて下部の未凍結部分の水を逃がす必要がある。このために、パイプ H_3 （凍結防止用のヒータ付）を取り付けた。

一般に、単結晶を育成する場合種氷を用いるが、筆者らは上述の装置で、試みとして種氷を使用せずに氷の製造を行ったところ、ほとんどの場合結晶主軸（以下C軸）が結晶成長方向とほぼ平行であった。これは、結晶成長に際しまず樹枝状結晶が水の表面全体を覆うように凍結してお

り、この結晶のC軸が水の表面にほぼ直交していることから、その部分が種氷の役目を果たしたものと考えられる。この方法により得られる氷は、ほとんどが単結晶氷であるが、時々内容器Dの穴部から2つの単結晶に分かれたまま成長して二結晶になる場合があった。それでも、それぞれの結晶は結晶軸方位がそろっており、偏光による検査でも乱れはほとんどなかった。

ここで、今回行うような単結晶氷の力学的試験に耐える程度の結晶の完全性は、光学的にみて完全な結晶（転移密度 約 10^4cm^{-2} ）で充分⁽⁷⁸⁾とされている。そこで、筆者らは比較的測定評価の簡便な偏光を用いた検査方法と腐食法により、C軸方位の測定およびその乱れを観察した。偏光を用いる検査方法としては、4軸ユニバーサルステージ⁽⁶⁹⁾を使用する方法と干渉色による方法、腐食法ではポリビニルホルマールと二塩化エチレンの混合液（Formvar溶液）によるピット形成による方法（エッチピット法）をそれぞれ使用した。



- A : Freezing tray (acryl)
- B : Wood box
- C : Distilled water
- D : Freezing case (polyester)
- E : Alminum plate
- F : Insulation
- H1 : Bottom heater
- H2 : Side heater
- H3 : Heater coiled pipe

図7.1 人工単結晶氷の製造装置（断面図）

7. 3 単結晶氷試験片の分類と氷試験片の製作

切欠き面とC軸のなす角度の異なる4種類の単結晶氷試験片を製作した。図7.2に単結晶氷試験片のC軸方位の定義を示す。すなわち、切欠き底断面とC軸のなす角度を θ 、またC軸の切欠き底断面への投影が図中の中心線となす角度を γ と定義する。これにより、表7.1に示すような θ と γ との組み合わせによって、それぞれ $\theta = 0^\circ$ ・ $\theta = 45^\circ$ (I)・ $\theta = 45^\circ$ (II)・ $\theta = 90^\circ$ 試験片という4種類の単結晶氷試験片を用意した。なお、このC軸方位の測定にはエッチピット法を、単結晶氷の結晶の完全性の観察には上述の偏光を用いた検査方法を用い、 θ および γ にはそれぞれ $\pm 10^\circ$ の許容範囲を設けた。

図7.3に単結晶氷試験片の形状・寸法を示す。大きな単結晶氷を造るのは大変なので、図7.3のAで示す切欠きのある試験片の中央部分(長さ約50mm)のみに単結晶氷を用い、Bで示す持ちしろ部分には別途製作した柱状多結晶氷を接合した。接合作業は -10°C の低温室内で行い、接合面に目の細かいふるい(メッシュサイズ #32)でふるった細かい氷をはさみ込み、 0°C の蒸留水をスポイトで注意深く注入して接合した。最終的な試験片形状(50×50×250 mm)は、ホットプレートを用いて注意深く成形した。図7.4は、出来上がった $\theta = 0^\circ$ 試験片について、単結晶氷を含む付近の薄片偏光写真である。図の上下が試験片の厚さ方向、左右が試験片の長手方向である。これによると、使用した人工単結晶氷が肉眼でみて乱れのないことがよくわかる。

切欠き形成は、柱状多結晶氷の製造で筆者らが行っているカミソリ刃

埋込による方法⁽²⁶⁾では、カミソリ刃の平面が結晶成長方向と一致しない場合には結晶成長が乱されて単結晶氷が得られにくいため、今回はカミソリ刃圧入という方法を用いた。これは、単結晶氷部分の中央・所定の方向に厚さ0.34mmの薄刃ノコ（MILCO製）で約15mm切り込み、さらにその先に厚さ0.15mm・先端角度13°のカミソリ刃（フェザー製）を挿入し、これに静荷重を加えて-1°Cの灯油中に約24時間放置し、氷母材に圧入する方法である。

また、柱状多結晶氷について、単結晶氷試験片と同寸法のカミソリ刃埋込試験片ならびにカミソリ刃圧入試験片を用意した。このカミソリ刃埋込試験片⁽²⁶⁾・⁽²⁷⁾とは、3.1節でも述べたように、柱状多結晶氷の製造過程でカミソリ刃をあらかじめ切欠き位置にセットして製造した試験片のことである。なお、すべての試験片は、残留応力の除去と空気中での昇華による試験片の形状変化を防ぐため、試験予定温度-10°Cの灯油中に一昼夜以上保存した。

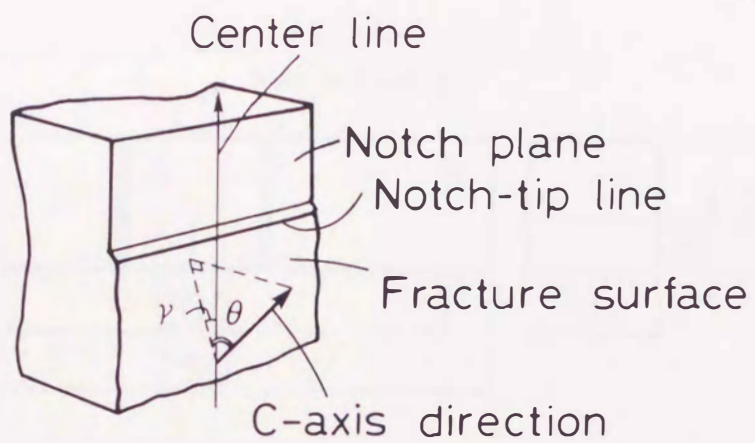


図 7.2 結晶主軸方位の定義

表 7.1 単結晶氷試験片の分類

Classification	θ	γ
$\theta = 0^\circ$	0°	0°
$\theta = 45^\circ (I)$	45°	90°
$\theta = 45^\circ (II)$	45°	0°
$\theta = 90^\circ$	90°	—

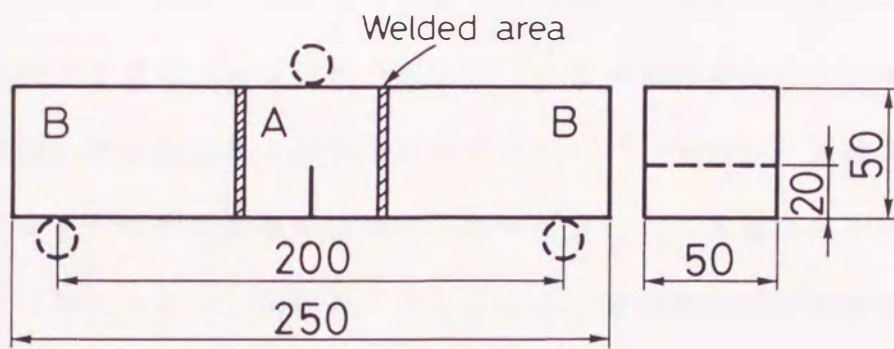


図 7.3 単結晶氷試験片の形状・寸法

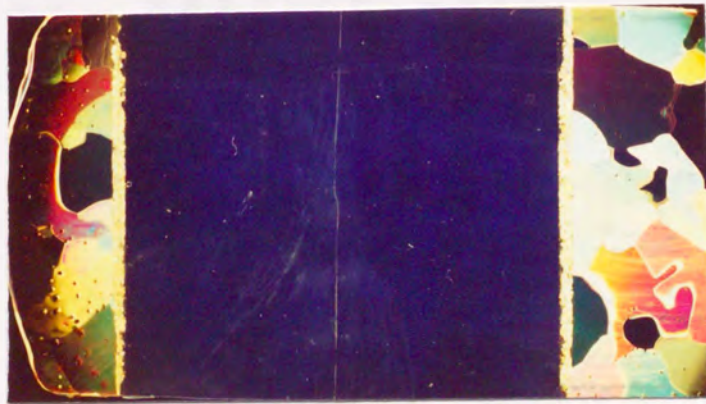


図 7.4 単結晶氷試験片の薄片偏光写真 ($\theta = 0^\circ$ 試験片)

7. 4 試験方法

実験方法は、第3章の内容と同じであって、 -10°C の低温室内でMTS万能試験機を用いて3点曲げ試験で行った。下支点間距離と試験片幅との比は4とした。また、先に述べたように高負荷で破壊した場合、小規模降伏の条件が満足されない場合も生じている可能性はあるが、便宜的に線形破壊力学の応力拡大係数の計算式⁽⁵⁴⁾、⁽⁵⁵⁾を用い、試験片破断時の最大荷重から求めた値を破壊じん性値 K_{Ic} とした。荷重の検出には、自作した円形のステンレス製ロードセルおよび長円形のばね鋼製ロードセルを用いた。柱状多結晶氷試験片について、負荷速度 \dot{K}_I を約 $1.0\sim 1.0\times 10^4\text{kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ の間で変化させ、 K_{Ic} 値に及ぼすカミソリ刃圧入の影響をまず調べ、続いて $\dot{K}_I = 200\text{kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ において、単結晶氷試験片の破壊じん性値ならびに巨視的にみた破断面様相に及ぼす結晶軸方位の影響について調査した。さらに、得られた単結晶氷試験片の強度から柱状多結晶氷試験片の強度を推定し、実験値との比較・検討を行った。

破断後直ちに、歯科用印象材の1種であるエグザフレックス（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。この材料は、2.3節でも述べたように付加重合型ビニルシリコン印象材で氷の破断面のマクロレプリカ用として有効である。なお、このレプリカはゴム状で、ナイフでの切断もやさしく容易にシャープなレプリカの断面が得られる。また、もう片方の破断面ではエッチピット法によりC軸方位の測定を行った。その後、切欠き先端直下部分の薄片を作り、単結晶氷の完全性などを偏光により観察した。

7. 5 切欠き形成方法の差異による強度への影響

単結晶氷試験片の切欠き形成は、カミソリ刃の圧入という方法をとったのは7.3節で述べた通りである。ここでは柱状多結晶氷の場合を例にして、カミソリ刃を圧入することによる破壊じん性値への影響をカミソリ刃埋込の結果と比較した。

図7.5は、柱状多結晶氷におけるカミソリ刃埋込試験片（以下、埋込試験片）とカミソリ刃圧入試験片（以下、圧入試験片）の実験結果である。図中の○印・●印は、それぞれ埋込・圧入試験片での破壊じん性値の中央値を表している。これによると、圧入試験片の方が埋込試験片よりKc値が高くなっており、特に低負荷速度領域（ $\dot{K}_I < 10 \text{ kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ ）で顕著に影響が現れている。この主な原因は、カミソリ刃の圧入による刃先付近での氷の塑性変形や再結晶による結晶格子の乱れの影響が考えられる。また、どちらの試験片とも負荷速度が約30 $\text{kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ 以上の領域では、破壊じん性値に及ぼす負荷速度の影響がほとんどないことがわかる。この領域での破壊じん性値の差は10 $\text{kPa}\cdot\text{m}$ 程度であった。

このように、カミソリ刃を圧入した場合、破壊じん性値への影響が現れることがわかり検討の余地はある。しかし、単結晶氷試験片の切欠き形成について、カミソリ刃埋込による単結晶氷の育成が困難であることから、この方法に従った結果について以下に述べる。

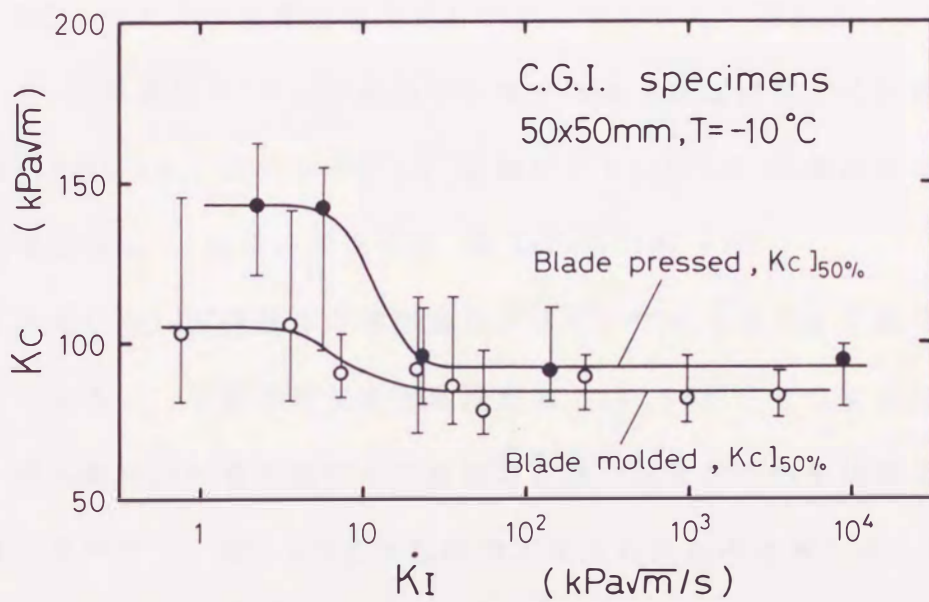


図 7.5 柱状多結晶氷の Kc 値に及ぼす負荷速度の影響
(切欠き形成方法の差異による影響)

7. 6 単結晶氷試験片強度の結晶軸方位依存性

カミソリ刃の圧入による試験においても、破壊じん性値に及ぼす負荷速度の影響がほとんどみられない領域について、表7.1に示した4種類の単結晶氷試験片を用いた、破壊じん性値の結晶軸方位依存性について調べた。ここでは、負荷速度 \dot{K}_I は約200kPa $\sqrt{\text{m}}$ /sとした。

図7.6は、それらの結果をワイブルプロットしたものである。これによると、 $\theta = 0^\circ$ 試験片と $\theta = 90^\circ$ 試験片の場合の強度はほぼ等しくKc値の中央値は110.5kPa $\sqrt{\text{m}}$ 、また $\theta = 45^\circ$ (I)試験片と $\theta = 45^\circ$ (II)試験片の場合の強度もほぼ等しくKc値の中央値は99.2kPa $\sqrt{\text{m}}$ であった。

強度が低い $\theta = 45^\circ$ 試験片の破断面レプリカについて切欠き先端付近を観察してみると、き裂は切欠き面延長方向と $40^\circ \sim 60^\circ$ をなして進行していた。せん断応力の最大面付近に基底面を持つ試験片がへき開面での滑りが起こりやすく、図7.6のような結果が得られたものと考えられる。このことは、Michel⁽¹⁹⁾が行った単結晶氷の引張試験、Deruyttereら⁽⁸¹⁾、⁽⁸²⁾が行った純亜鉛単結晶の引張試験において、引張軸と基底面（ミラー指数(0001)面）のなす角が 45° の時引張強さが最小となり、 0° 及び 90° に近づくとつれて引張強さが大きくなるという結果によく一致する。すなわち、六方晶系をなす氷結晶の破壊においてもある程度の滑りを必要とし、より低い負荷で滑りが起こる $\theta = 45^\circ$ 試験片の強度が、 $\theta = 0^\circ$ 及び $\theta = 90^\circ$ 試験片の強度に比べ弱くなるものと思われる。

なお、図7.7は $\theta = 0^\circ$ と $\theta = 90^\circ$ 試験片の強度を一まとめにし、また $\theta = 45^\circ$ (I)試験片と $\theta = 45^\circ$ (II)試験片の強度を同じく一まとめにしてワイブ

ルプロットしたものである。図中の曲線は、それぞれの強度分布が次式に示す3母数ワイブル分布に従うものと仮定し、その

$$F(Kc) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{Kc-C}{b} \right)^a \right\} \quad (7.1)$$

3母数を相関係数法⁽²⁷⁾により推定して描いたものである。ここで示した曲線は、実験データとよく一致していることが伺える。このカーブを用いた単結晶氷の強度から柱状多結晶氷の強度の推定については、7.8節で述べる。

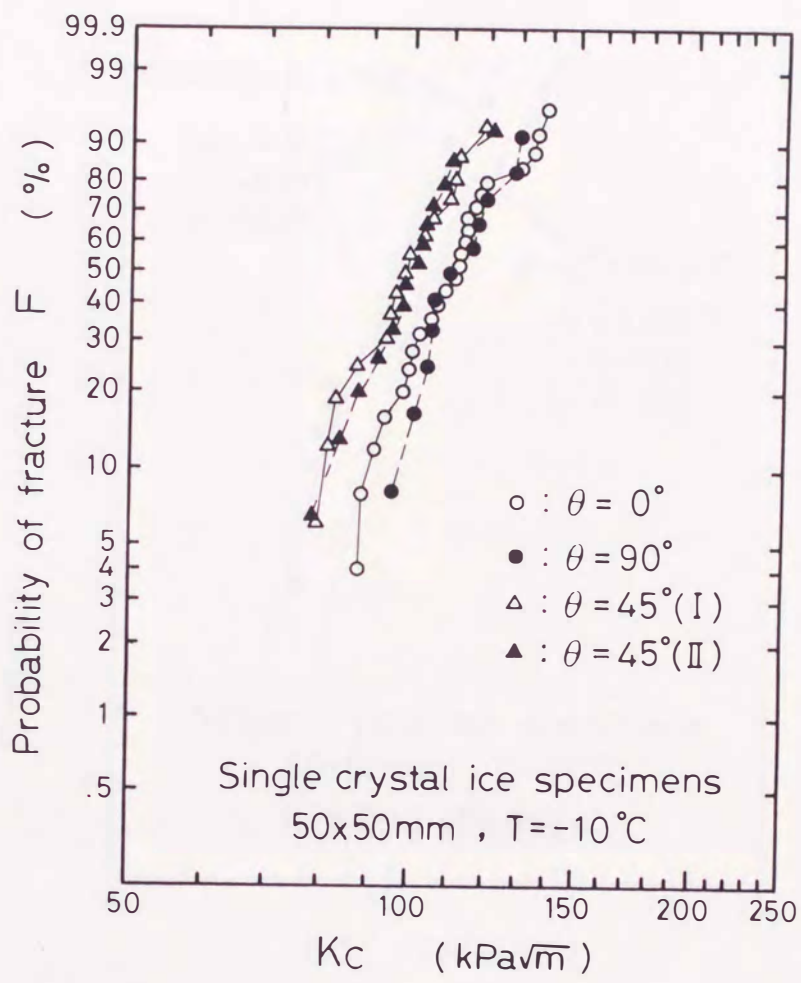


図 7.6 単結晶氷の K_c 値に及ぼす結晶軸方位の影響
(ワイブルプロット, 負荷速度 $\dot{K}_I \cong 200 \text{ kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$)

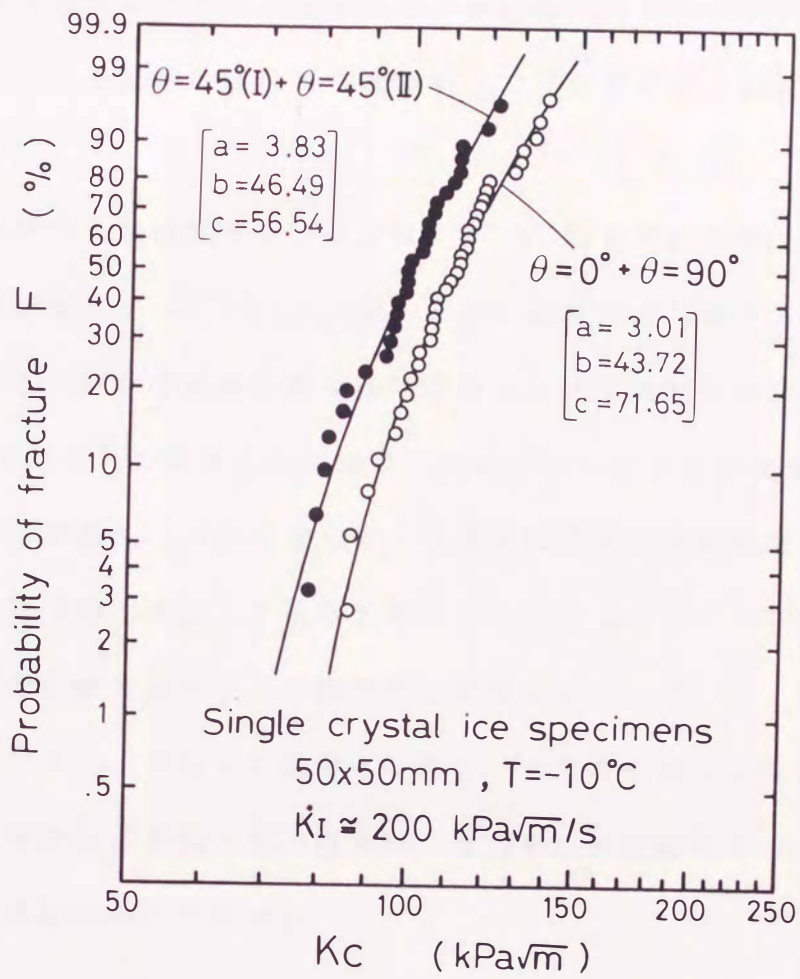


図7.7 単結晶氷の K_c 値のワイブルプロット
 (負荷速度 $\dot{K}_I \approx 200 \text{ kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$)

7. 7 巨視的にみた破断面様相の結晶軸方位依存性

歯科用印象材（エグザフレックス）を用いることで，氷試験片破断面の比較的忠実なレプリカが得られた．合わせて，エッチピット法により容易に，しかも比較的精度良く破断面上でのC軸方位の測定を行うことができた．

ここで使用した破断面レプリカは， $\theta = 0^\circ$ 試験片が24個， $\theta = 45^\circ$ （I）試験片が15個， $\theta = 45^\circ$ （II）が14個， $\theta = 90^\circ$ 試験片が11個である．また，比較のために柱状多結晶氷試験片の破断面レプリカ24個も使用した．図7.8は，それぞれの試験片から採取した破断面レプリカの代表例である．ほとんどの試験片にほぼ共通して，進展中のき裂の先端位置を示す横筋がき裂進展方向と直交して幾筋も見られることがある．これは，き裂の進展・停留を繰り返すような間欠的な破壊が起こっていることを示すものである．また，単結晶氷試験片の場合，切欠き先端の1箇所からのき裂発生がほとんどであった．以下に，それぞれの試験片でみられた破断面様相の特徴について述べる．

（a） $\theta = 0^\circ$ 試験片

$\theta = 0^\circ$ 試験片の破断面を図7.8(a)に示す．この試験片の場合，C軸は紙面の上下方向を向いており，図に示すようにぜい性破面と思われる非常に滑らかな破断面様相を示した．氷結晶を含む六方晶系をなす結晶では，C軸と直交する基底面（ミラー指数 $\{0001\}$ 面）およびC軸と平行な柱面（ミラー指数 $\{10\bar{1}0\}$ 面）がへき開面として知られている．ここでみ

られる $\theta = 0^\circ$ 試験片の破断面はエッチピット法による観察の結果、柱面ないしそれに近い面であった。

図7.9は、図7.8の上下方向にみた切欠き先端の線に直交するレプリカの断面である。この図から、破断面は切欠き面の延長方向とほぼ一致しており、しかも破断面が非常に滑らかであることがわかる。凹凸の最大は、0.74mm程度であった。

(b) $\theta = 45^\circ$ (I) 試験片

$\theta = 45^\circ$ (I) 試験片の破断面を図7.8(b)に示す。この試験片の場合、C軸は紙面と 50° をなしており、図に示すように切欠き先端部から最終破断部まで続く縦筋の形状をなす凹凸が多数見られた。この縦筋は、他の試験片にはみられない特徴で、凹凸の程度はKc値が高くなるにつれて大きくなる傾向にあった。

図7.10(a)は、図7.9と同様に切欠き先端の線に直交するレプリカの断面であり、合わせて切欠き先端付近の拡大も示している。図7.10(b)は、切欠き先端直下部分の水平断面（レプリカ）の一部である。これらの図および破断面でのC軸方位測定の結果、き裂は基底面に沿って発生し、切欠き先端に近い部分では切欠き面の延長方向と $40^\circ \sim 60^\circ$ をなして進行していることがわかった。破断面の凹凸は1.73mm程度であった。また、図7.10(b)には切欠き先端の位置を破線で示しているが、切欠き先端直下部分の破断面は小刻みな凹凸が認められ、同図中で矢印を記した傾斜部分では、切欠き面となす角度がその試験片での θ 値 (45° 前後) をな

しており、氷結晶の基底面と考えるとよい面であった。さらに、それぞれの傾斜面が最終破断部まで継続することで、図7.8(b)にみられる縦筋となっていた。

(c) $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片

$\theta = 45^\circ$ (II) 試験片の破断面を図7.8(c)に示す。この試験片の場合、C軸は紙面と 45° をなしており、図に示すように横筋の形状をなす凹凸が多数見られた。この横筋状の凹凸は、先に述べたき裂の進展・停留を示す横筋とは異なるものであり、他の試験片には見られなかった。

図7.11は図7.9と同様に、切欠き先端の線に直交するレプリカの断面であり、合わせて切欠き先端付近(A部)およびき裂進展の中途(B部)の拡大も示している。これらの図および破断面でのC軸方位測定の結果、 $\theta = 45^\circ$ (I) 試験片と同様にき裂は基底面に沿って発生し、切欠き先端に近い部分では切欠き面の延長方向と $40^\circ \sim 60^\circ$ をなして進行していることがわかった。破断面の凹凸は、4種類の試験片の中で一番大きく2.65mm程度であり、図7.11のB部拡大図の矢印部分のように、き裂は進行に伴ってその途中で小刻みに進路を変えながら進行していた。これは、氷結晶の基底面に沿ったき裂の進行、即ち図7.11のA部詳細図に示した傾斜部と平行な面に沿ったき裂の進行およびその面同志をつなぐように進行するき裂が交互に繰り返すことにより現れるものであるが、急激な方向変化をしてシャープに出現するわけではなく、どちらかというとなめらかな方向変化を繰り返し丸みを帯びた凹凸として出現する。さらに、それ

らは試験片の全厚にわたり続き、図7.8(c)にみられる横筋となっている。

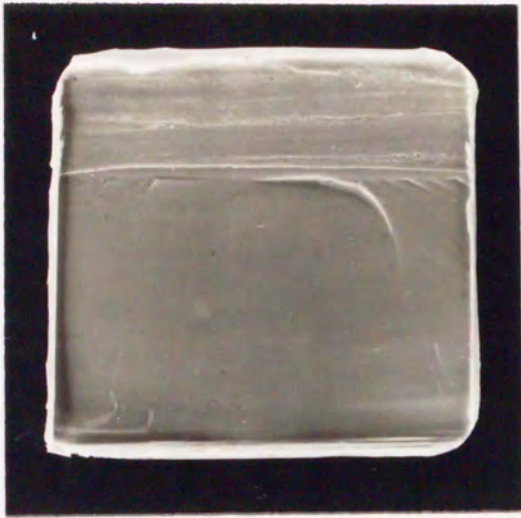
(d) $\theta = 90^\circ$ 試験片

$\theta = 90^\circ$ 試験片の破断面を図7.8(d)に示す。この試験片の場合、C軸は紙面と直交しており、 $\theta = 0^\circ$ 試験片と同様にぜい性破面と思われる非常に滑らかな破断面をしていた。この試験片では、まさに氷結晶の基底面でのへき開破壊を起こしているものと思われる。

図7.12は図7.9と同様に、切欠き先端の線に直交するレプリカの断面である。 $\theta = 0^\circ$ 試験片と同様に破断面は切欠き面の延長方向とほぼ一致しており、しかも破断面が非常に滑らかであることがわかる。凹凸は、4種類の試験片中で一番小さく0.55mm程度であった。

(e) 柱状多結晶氷試験片

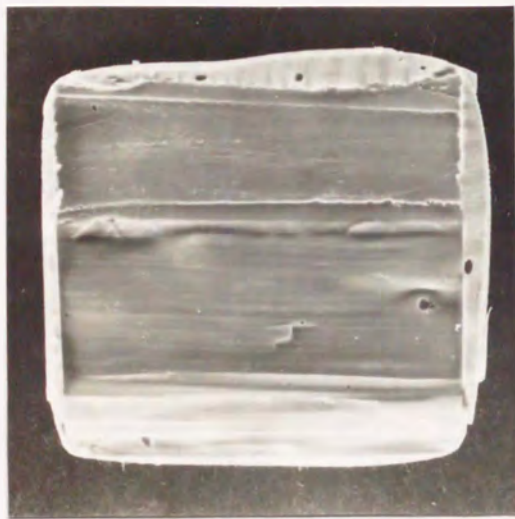
柱状多結晶氷を用いて、カミソリ刃圧入により切欠きを形成した、本実験と同寸法の試験片から得られた破断面の代表例を図7.8(e)に示す。これによると、結晶粒界を示す縦筋およびき裂が進展・停留を繰り返して進行したことを示す横筋がくっきりと見え、単結晶氷試験片の破断面に比べはるかに起伏が激しいことがわかる。この横筋は、柱状多結晶氷を構成している個々の柱状氷毎にみると、微妙なずれを生じていたり、ほとんど認められないものもあった。これは、個々の柱状氷が持つC軸方位が異なることに起因している。



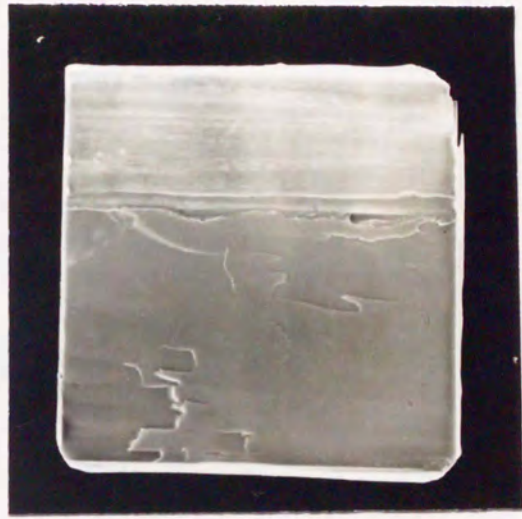
(a) 単結晶氷 $\theta = 0^\circ$ 試験片



(b) 単結晶氷 $\theta = 45^\circ$ (I) 試験片



(c) 単結晶氷 $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片



(d) 単結晶氷 $\theta = 90^\circ$ 試験片



(e) 柱状多結晶氷試験片

図7.8 破断面レプリカの代表例

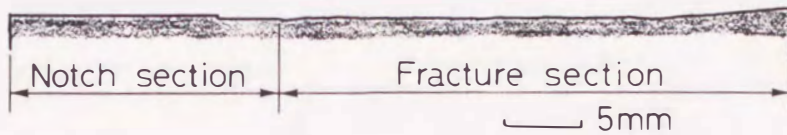
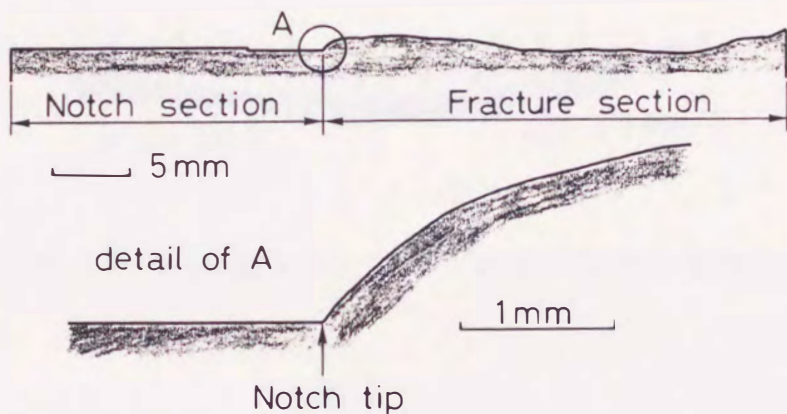


図7.9 $\theta = 0^\circ$ 試験片のレプリカ断面（切欠き先端の線に直交）



(a) 切欠き先端の線に直交



(b) 切欠き先端直下部分（水平断面）

図7.10 $\theta = 45^\circ$ (I) 試験片のレプリカ断面

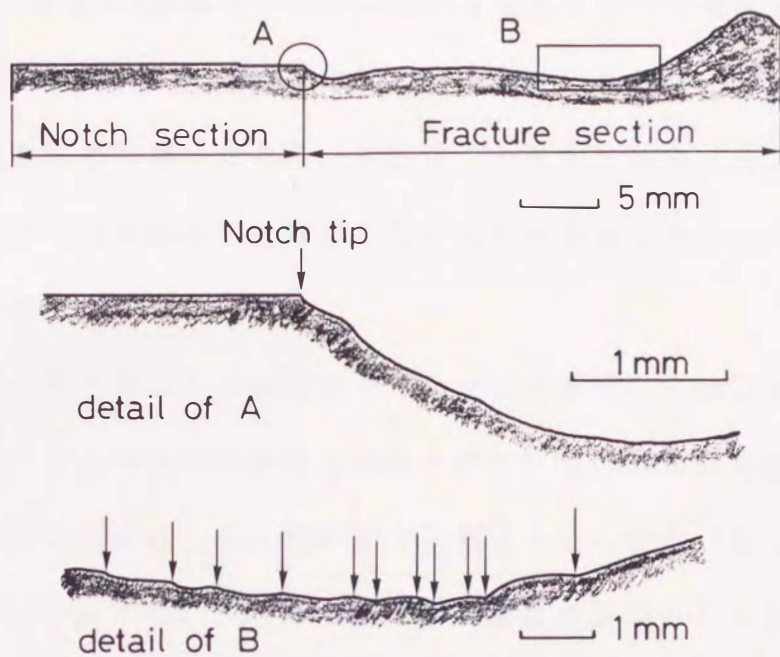


図 7.11 $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片のレプリカ断面 (切欠き先端の線に直交)

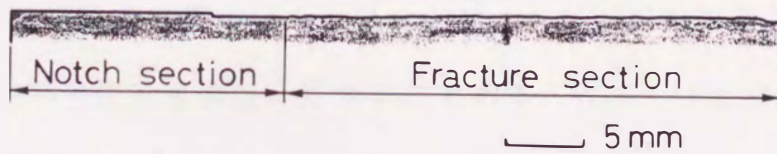


図 7.12 $\theta = 90^\circ$ 試験片のレプリカ断面 (切欠き先端の線に直交)

7. 8 単結晶氷の強度から柱状多結晶氷の強度の推定

図7.7に示した3母数ワイブル分布により得られた単結晶氷 $\theta = 45^\circ$ (I) ・ 45° (II) 試験片ならびに $\theta = 0^\circ \cdot 90^\circ$ 試験片の強度分布曲線を用いて、柱状多結晶氷の強度を推定し、実験値との比較・検討を行った。本研究に使用した柱状多結晶氷を構成している各柱状氷の長手方向は、図7.2の上下方向である。

まず7.6節で得られた結果をもとに、切欠き面とC軸方位のなす角 θ が任意の大きさをもつ単結晶氷試験片について、ある累積破壊確率 $F(\%)$ での破壊じん性値 $K_\theta]_F$ を次式のように近似する。なお、ここでは図7.6の $\theta = 45^\circ$ (I) と $\theta = 45^\circ$ (II) の試験片間で強度の差がほとんどないことを考慮して、表7.1に示した γ の影響を無視し θ 値のみの関数で近似した。

$$K_\theta]_F = K_0]_F - p_F \cdot \sin 2\theta \quad (7.2)$$

ここで、 $K_0]_F$ および p_F はそれぞれ、ある累積破壊確率 $F(\%)$ での単結晶氷 $\theta = 0^\circ \cdot 90^\circ$ 試験片の破壊じん性値および $\theta = 0^\circ \cdot 90^\circ$ 試験片と $\theta = 45^\circ$ (I) ・ 45° (II) 試験片の破壊じん性値の差である。なお、それぞれの単結晶氷試験片の破壊じん性値は、式(7.1)より得られる値である。

また、 θ 値が $0^\circ \sim 90^\circ$ の範囲内で自由に存在しその発生確率が等しい場合、ある累積破壊確率 $F(\%)$ に対する破壊じん性値 $K_c]_F$ は、次式により算出できる。

$$\begin{aligned}
K_{C]F} &= \frac{2}{\pi} \int_0^{\pi/2} K_{\theta]F} d\theta \\
&= \frac{2}{\pi} \int_0^{\pi/2} (K_{0]F} - p_F \sin 2\theta) d\theta \\
&= K_{0]F} - \frac{2}{\pi} \cdot p_F
\end{aligned}
\tag{7.3}$$

この式(7.3)を用いて、何点かの累積破壊確率 $F(\%)$ について $K_{C]F}$ 値を求め、それらをワイブル確率紙上に描くと図7.13の実線のようになる。一点鎖線は、 $\theta = 0^\circ \cdot 90^\circ$ 試験片および $\theta = 45^\circ (I) \cdot 45^\circ (II)$ 試験片の累積破壊確率分布である。この実線で描いた曲線は、切欠き面とC軸方位のなす角 θ が確率的に任意に存在する単結晶氷試験片を多数試験することで得られる強度を表している。また、柱状多結晶氷に適用して考えると、この曲線は柱状多結晶氷の強度が氷試験片最弱部の欠陥の強度に支配され、かつ試験片を構成している各柱状氷のC軸方位と切欠き面とのなす角度が任意の大きさをもっている場合における、強度分布を表しているとも言える。

一方、式(7.3)は θ 値が均一分布とした場合であるが、実測によると柱状多結晶氷を構成している各柱状氷の θ 値は均一分布ではなかった。本研究に使用した柱状多結晶氷試験片について、各柱状氷のC軸方位の測定を905個の柱状氷について行った結果、 θ は $30^\circ \sim 60^\circ$ 、 γ は 50°

～70° の方位を持つものが多く、頻度最大での値は θ が約45°， γ が約65°であった。このことから判断すると、筆者らが製造した柱状多結晶氷試験片の強度は、図7.13の実線というより $\theta = 45^\circ$ (I)・ 45° (II) 試験片の強度に近いものと考えられる。

これによると、柱状多結晶氷試験片強度の実験値は累積破壊確率の低い範囲では推定値と一致しているが、ほとんどの部分で推定値より強度的に弱い結果となっている。この理由として、柱状多結晶氷試験片の結晶粒界からのき裂発生が考えられる。そこで、本実験に用いた柱状多結晶氷のカミソリ刃圧入試験片の破断面レプリカ42個を観察し、き裂発生起点を調べた。その結果、ほとんどのものが結晶粒界を起点としてき裂が発生していることが観察され、上記の理由づけを支持している。今後、さらに結晶粒界の存在による氷試験片強度への弱化の程度を検討する必要がある。

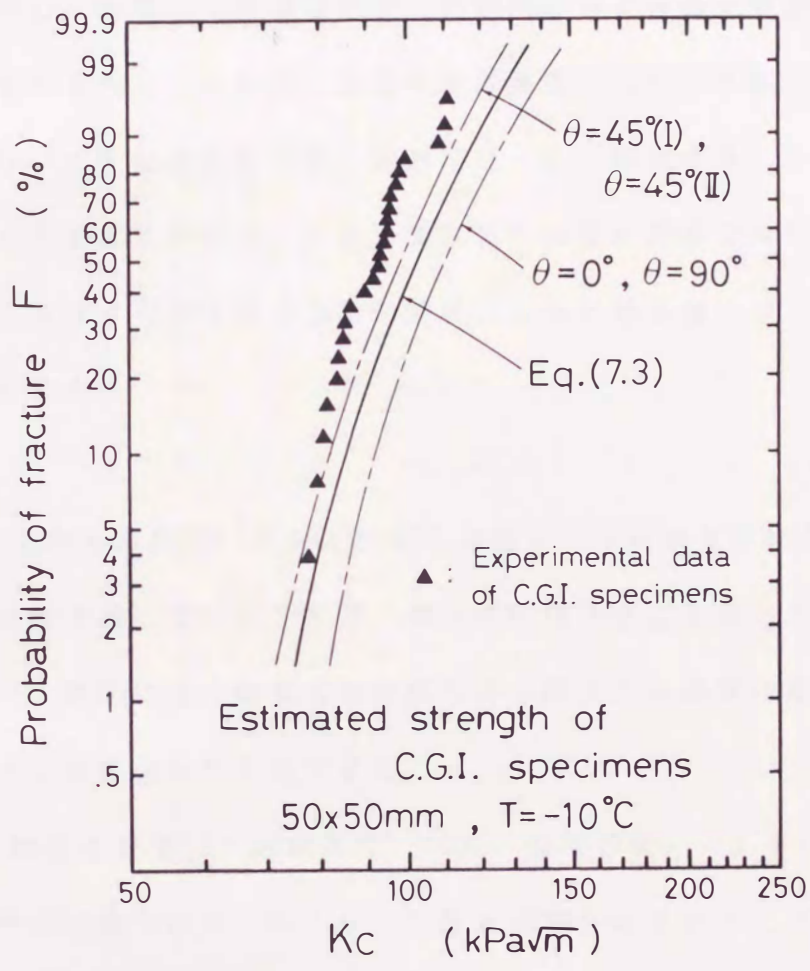


図7.13 単結晶氷強度から柱状多結晶氷強度の推定

7. 9 結 言

人工単結晶氷を用いて、切欠き面とC軸方位のなす角度 θ が $0^\circ \cdot 45^\circ$ (I)・ 45° (II)および 90° である断面寸法 $50 \times 50 \text{mm}$ の4種類の単結晶氷試験片を製作し、破壊じん性値ならびに巨視的にみた破断面様相の結晶軸方位依存性を調べた。さらに、単結晶氷の強度から柱状多結晶氷の強度の推定を行い、実験値との比較・検討を行った。切欠きは、カミソリ刃の圧入により形成したので、実験に先立ち柱状多結晶氷を用いて、破壊じん性値に及ぼす切欠き形成方法の差異による影響を調べた。結果は、以下の通りである。

(1)容器の上面を冷却し、底面と側面を加熱して蒸留水を下向きに約 10mm/day の速度で凍結させることで、種氷を使用せずに気泡のほとんど認められない、偏光による検査でも肉眼でみた限りでは異常の認められない良好な人工単結晶氷が製造できた。

(2)柱状多結晶氷を用いた試験温度 -10°C ・負荷速度 $\dot{K}_I \approx 1.0 \sim 1.0 \times 10^4 \text{kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ での実験の結果、カミソリ刃圧入試験片の方がカミソリ刃埋込試験片より破壊じん性値が高く、特に低負荷速度領域で顕著である。ところが、 $\dot{K}_I > 30 \text{kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ の領域ではどちらの試験片も破壊じん性値に及ぼす負荷速度の影響はほとんど見られず、また両者の差は $10 \text{kPa}\cdot\text{m}$ 程度であった。

(3)単結晶氷を用いた試験温度 -10°C ・ $\dot{K}_I \approx 200 \text{kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ での実験の結果、 $\theta = 0^\circ$ 試験片と $\theta = 90^\circ$ 試験片の強度はほぼ等しく、また $\theta = 45^\circ$ (I)試験

片と $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片の強度もほぼ等しかった。六方晶系をなす氷結晶の破壊においてもある程度の滑りを必要としているようである。

(4) 単結晶氷試験片の場合、き裂はほとんどが切欠き先端の 1 箇所から発生しており、巨視的にみた破断面様相には次に示すような、結晶軸方位の影響が認められた。

① $\theta = 0^\circ$ 試験片および $\theta = 90^\circ$ 試験片の場合、ぜい性破面と思われる非常に滑らかな破断面をしていた。これらの試験片は、それぞれ氷結晶のへき開面である柱面 (ミラー指数 $\{10\bar{1}0\}$ 面) あるいは基底面 (ミラー指数 $\{0001\}$ 面) に沿った破壊を起こしていた。

② $\theta = 45^\circ$ (I) 試験片および $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片の場合、き裂は基底面に沿って発生し進行していた。また、破断面レプリカに残された条痕として、 $\theta = 45^\circ$ (I) 試験片では切欠き先端の線と直交する縦筋が、 $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片では切欠き先端の線と平行な洗濯板状の横筋が最終破断部まで継続しているのが認められた。

③ 柱状多結晶氷試験片の場合、結晶粒界を示す縦筋がくっきりと見え、単結晶氷試験片の破断面に比べはるかに起伏が激しかった。これは個々の柱状氷の結晶軸方位の違いによるものと思われる。

(5) 柱状多結晶氷の強度の実験値は、単結晶氷の強度から推定した柱状多結晶氷の強度より弱い結果となった。これは、柱状多結晶氷試験片の結晶粒界からのき裂発生が主な原因と思われる。

第 8 章 総 括

粗大結晶氷試験片ならびに柱状多結晶氷試験片の破壊じん性値に及ぼす負荷速度の影響，試験温度の影響，試験片断面寸法の影響について検討した。また，各種氷試験片の破壊じん性値に関して負荷速度効果の数式化を試みるとともに，柱状多結晶氷試験片のアコースティック・エミッションについて実験的考察を加えた。さらに，人工単結晶氷試験片の破壊じん性値に及ぼす結晶軸方位の影響を検討した。

また，全ての氷試験片について破断面の忠実なレプリカを歯科用印象材により採取し，上で述べた各種因子の及ぼす影響に関して，巨視的にみたフラクトグラフィ的検討を行った。

ここで，使用した試験片の断面寸法は，粗大結晶氷試験片では 25×25 mmと 50×50 mmの2種類（それぞれを 25×25 mmLGI試験片， 50×50 mmLGI試験片），柱状多結晶氷試験片では 25×50 mm， 50×50 mmおよび 200×50 mmの3種類（それぞれを 25×50 mmCGI試験片， 50×50 mmCGI試験片， 200×50 mmCGI試験片），単結晶氷試験片では 50×50 mmであり，試験片中央部には先端の鋭い人工切欠きを有している。負荷速度 K_I （破壊じん性値の時間変化率）は $0.1 \sim 1.0 \times 10^4$ kPa \sqrt{m} /s，試験温度は $-5 \sim -50$ °Cの範囲から適宜選び，3点曲げにより試験を実施した。

以下に，各項目に対する結論を要約する。

I. 負荷速度および試験片断面寸法の影響について (LGI, CGI)

(1) 氷試験片の種類および寸法によらず、負荷速度が $10\sim 100\text{kPa}\cdot\text{m}/\text{s}$ にかけて負荷速度の増加と共に破壊じん性値が急激に低下する遷移領域があり、それ以上の高負荷速度領域においては破壊じん性値に及ぼす負荷速度の影響はきわめて小さくなる。

(2) 小断面寸法の試験片では破壊じん性値に大きなバラツキがあるが、断面寸法が大きくなると破壊じん性値の最大値・中央値ならびにバラツキはともに減少する。最小値は氷試験片の種類および寸法によらず $70\sim 80\text{kPa}\cdot\text{m}$ の狭い範囲内にあり、負荷速度の影響をほとんど受けない。

(3) 柱状多結晶氷試験片の寸法効果に関連して、最弱リンク説により試験片厚さ 50mm から 200mm の試験片強度を導いたところ、累積破壊確率の低い領域では実験値の方が高い破壊じん性値を示した。

(4) 低負荷速度領域での破断面は、高負荷速度領域のものに比べ破断面の凹凸の程度が大きい。また、ほとんどの試験片の破断面に共通して、き裂が進展と停留を繰り返す間欠的な破壊を起こしていることを示す横筋が、き裂の進展方向と直交して幾筋も認められた。

(5) 低負荷速度領域の試験でしかも比較的高い破壊じん性値で破断した試験片の中には、き裂が小高い丘陵面を形成するものがあり、その起点付近ではき裂は氷結晶の基底面に沿って進行している場合が多かった。

(6) ポップ・インは最終破断荷重の約 70% 時に発生しており、そのほとんどが氷結晶の粒界面およびへき開面に沿って進行している。

(7) 破壊じん性値への負荷速度効果の数式化

- ① 各累積破壊確率（10, 30, 50, 70, 80および90%）においても，高負荷速度領域での破壊じん性値は負荷速度の影響をほとんど受けない，それぞれ固有の値となることがわかった。
- ② 高負荷速度領域での破壊じん性値は，試験片断面寸法が大きくなるにつれて，また粗大結晶氷より柱状多結晶氷の方が小さく，この関係は低負荷速度領域においてもそのまま成立していた。
- ③ 低負荷速度領域と高負荷速度領域の破壊じん性値の間には密接な関係があり，この関係の数式化を行ったところ実験値とよい一致を示した。

II. 試験温度の影響について（LGI, CGI）

- (1) 高負荷速度領域では，破壊じん性値は試験温度の影響をほとんど受けない。一方，低負荷速度領域では -5°C の破壊じん性値に比べて -30°C の破壊じん性値が低く， -10°C の破壊じん性値が大きかった。
- (2) -5°C と -10°C では，破断面様相に及ぼす試験温度の影響にきわだった差は認められず，負荷速度 $\dot{K}_I \geq 30 \text{ kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ で比較的フラットであり， $\dot{K}_I \leq 30 \text{ kPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ で凹凸の程度が大きくなる。一方， -30°C の場合，全負荷速度領域にわたって比較的フラットな面を呈した。

Ⅲ. 柱状多結晶氷のアコースティック・エミッション (AE) について

- (1) 平滑試験片では25mVを越す小振幅AEの発生数が多いが、切欠き試験片では少なくその累積は階段状の増加を示す。また、25mV付近のAEは氷試験片における滑りと深い関わりを持っているものと思われる。
- (2) AEを用いてポップ・インの検出ができることがわかり、高負荷速度領域への議論の拡張が可能となった。
- (3) 氷の場合もカイザー効果が現れるが、それは約3分程度の負荷の休止により消失する。
- (4) 平滑試験片では、AE計測結果からの曲げ強さ予知の可能性がある。

Ⅳ. 単結晶氷について

- (1) 容器の上面を冷却し、底面と側面を加熱して蒸留水を下向きに凍結させることで、偏光による検査でも肉眼でみた限りでは異常の認められない良好な人工単結晶氷が製造できた。
- (2) $\theta = 0^\circ$ 試験片と $\theta = 90^\circ$ 試験片の強度ならびに $\theta = 45^\circ$ (Ⅰ)試験片と $\theta = 45^\circ$ (Ⅱ)試験片の強度はほぼ等しかった。
- (3) 柱状多結晶氷の強度の実験値は、単結晶氷の強度から推定した柱状多結晶氷の強度より弱い結果となった。これは、柱状多結晶氷試験片の結晶粒界からのき裂発生が主な原因と思われる。
- (4) き裂はほとんどが切欠き先端の1箇所から発生しており、巨視的にみた破断面様相には、以下のような結晶軸方位の影響が認められた。

- ① $\theta = 0^\circ$ および $\theta = 90^\circ$ 試験片の場合，氷結晶のへき開面である柱面（ミラー指数 $\{10\bar{1}0\}$ 面）あるいは基底面（ミラー指数 $\{0001\}$ 面）に沿った破壊を起こしており，非常に滑らかな破断面であった。
- ② $\theta = 45^\circ$ (I) および $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片の場合，き裂は基底面に沿って発生し進行していた。また，破断面レプリカには条痕として， $\theta = 45^\circ$ (I) 試験片では切欠き先端の線と直交する縦筋が， $\theta = 45^\circ$ (II) 試験片では切欠き先端の線と平行な洗濯板状の横筋が認められた。

謝 辞

本論文をまとめるに当たり、九州大学工学部 西谷 弘信教授の懇切な御指導と御助言を賜りました。また、九州大学工学部 尾崎 龍夫教授、市丸 和徳教授ならびに村上 敬宜教授からは、種々の有益な御教示を頂きました。ここに、心から厚く御礼申し上げます。

長崎大学ならびに国立北九州工業高等専門学校の名誉教授である真武友一先生には、本研究の実施に当たって多くの御援助を頂きました。

本研究を進めるに当たり、当初から長崎大学工学部 楠本 韶教授（現在、九州産業大学教授）より、直接御指導頂き、熱心な討議と終始変わらぬ暖かい御鞭撻を賜りました。ここに、心より感謝の意を表します。

長崎大学工学部 今井 康文教授、高瀬 徹助教授、安藤 司文助教授（現在、敬和学園大学）、木村 宣夫助手（現在、DODWELL & CO. LTD., 学術博士）、木寺亨助手（現在、三菱電機エンジニアリング(株)）、越智利彦助手（現在、住友精密工業(株)）ならびに梶 聖悟技官より、研究に関する貴重な御助言と暖かい御支援を頂きました。また、長崎大学工学部 材料強度学研究室の大学院学生ならびに卒業研究学生の方々からは、終始熱心な協力を頂きました。

さらに、国立北九州工業高等専門学校 植田 安昭校長、機械工学科主任 川口 巖教授ならびに機械工学科の教官各位には、数々の御力添えと便宜を計って頂きました。

以上の方々に、衷心より感謝と共に厚く御礼申し上げます。

参 考 文 献

- (1)Gold, L.W.; "Crack formation in ice plates by thermal shock", Canadian Journal of Physics, No.41 (1963), p.1712-1728.
- (2)Liu, H.W. and Loop, Sp.W.; "Fracture toughness of fresh-water ice", CRREL, Hannover, New Hampshire, U.S.A. (1972).
- (3)Liu, H.W. and Loop, L.W.C.; "Fracture toughness of fresh-water ice", Personal communication (1974).
- (4)Goodman, D.J.;"Creep and fracture of ice, and surface strain measurments on glaciers and sea ice", Ph. D. dissertation, University of Cambridge (1977), England.
- (5)Vaudrey, K.D.; "Ice engineering-study of related properties of floating sea-ice sheets and summary of elastic and visco-elastic analysis", Tech. Rept. R860, Civil Engineering Laboratry, Naval Constraction Battalion Center, Port Hueneme, California, U.S.A. (1977).
- (6)Goodman, D.J. and Tabor, D.; "Fracture toughness of ice: a preliminary account of some new experiments", Journal of Glaciology, No.21 (1978), p.651-660.
- (7)Goodman, D.J.; "Critical stress intensity factor(K_{Ic}) measurments at high loading rates for polycrystalline ice", Proceedings of IUTAM Symposium on the Physics and Mechanics on ice, Copenhagen, August (1979), p.129-146.
- (8)Goodman, D.J.; "The fracture toughness of ice" Data report, 北海道大学研究報告レポート.
- (9)Hamza, H. and Muggeridge, D.B.; "Plane strain fracture toughness (K_{Ic}) of fresh water ice", Port and Ocean Engineering under Arctic Condition (POAC) 79 (1979), p.697-707.
- (10)Timco, G.W. and Frederking, R.M.W.; "Flexural strength and fracture toughness of sea ice", Cold regions Science and Technology, No.8 (1982), p.35-41.

- (11)浦辺 浪夫;"氷の破壊靱性", 鉄と鋼, Vol.67, No.7(1981), p.68-76.
- (12)Urabe, N. and Yoshitake, A.; "Strain rate dependent fracture toughness (K_{Ic}) of pure ice and sea ice", Proc. IAHR Symp. on Ice (1981), Quebec City, Canada, Vol. II, p.551-563.
- (13)Urabe, N., Iwasaki, T. and Yoshitake, A.;"Fracture toughness of sea ice", Cold Regions Science and Technology, No.3(1980), p.29-37.
- (14)Urabe, N. and Yoshitake, A.; "Fracture toughness of sea ice - in-situ measurement and its application -", Proc. POAC 81 (1981), Quebec City, Canada, Vol. I, p.356-365.
- (15)Liu, H.W. and Miller, K.J.; "Fracture toughness of fresh water ice", Journal of Glaciology, Vol.22, No.86 (1979), p.135-142.
- (16)Miller, K.J.; "The application of fracture mechanics to ice problems", Proceeding of the IUTEM Symposium on the Physics and Mechanics of Ice, Copenhagen, August (1979), p.265-276.
- (17)Miller, K.J.; "The mechanics of fracture applied to ice", The International Karakoram Project, Vol.1, Proceedings of the international conference held at Quaid-i-Azam University, Islamabad, Pakistan. Cambridge, etc., Cambridge University Press (1984), p.135-146.
- (18)Andrews, R.M.; "Measurement of the fracture toughness of glacier ice", Journal of Glaciology, Vol.31, No.108 (1985) p.171-176.
- (19)Michel, B.; "The strength of polycrystalline ice", Canadian Journal of Civil Engineering, Vol.5, No.3 (1978), p.285-300.
- (20)Hooke, R.LeB. and Mellor, M.; "Mechanical properties of polycrystalline ice: An assessment of current knowledge and priorities for research", Cold Regions Science and Technology, No.3 (1980), p.263-275.
- (21)Timco, G.W. and Frederking, R.M.W.; "Comparative strengths of fresh water ice", Cold Regions Science and Technology, No.6 (1982), p.21-27.

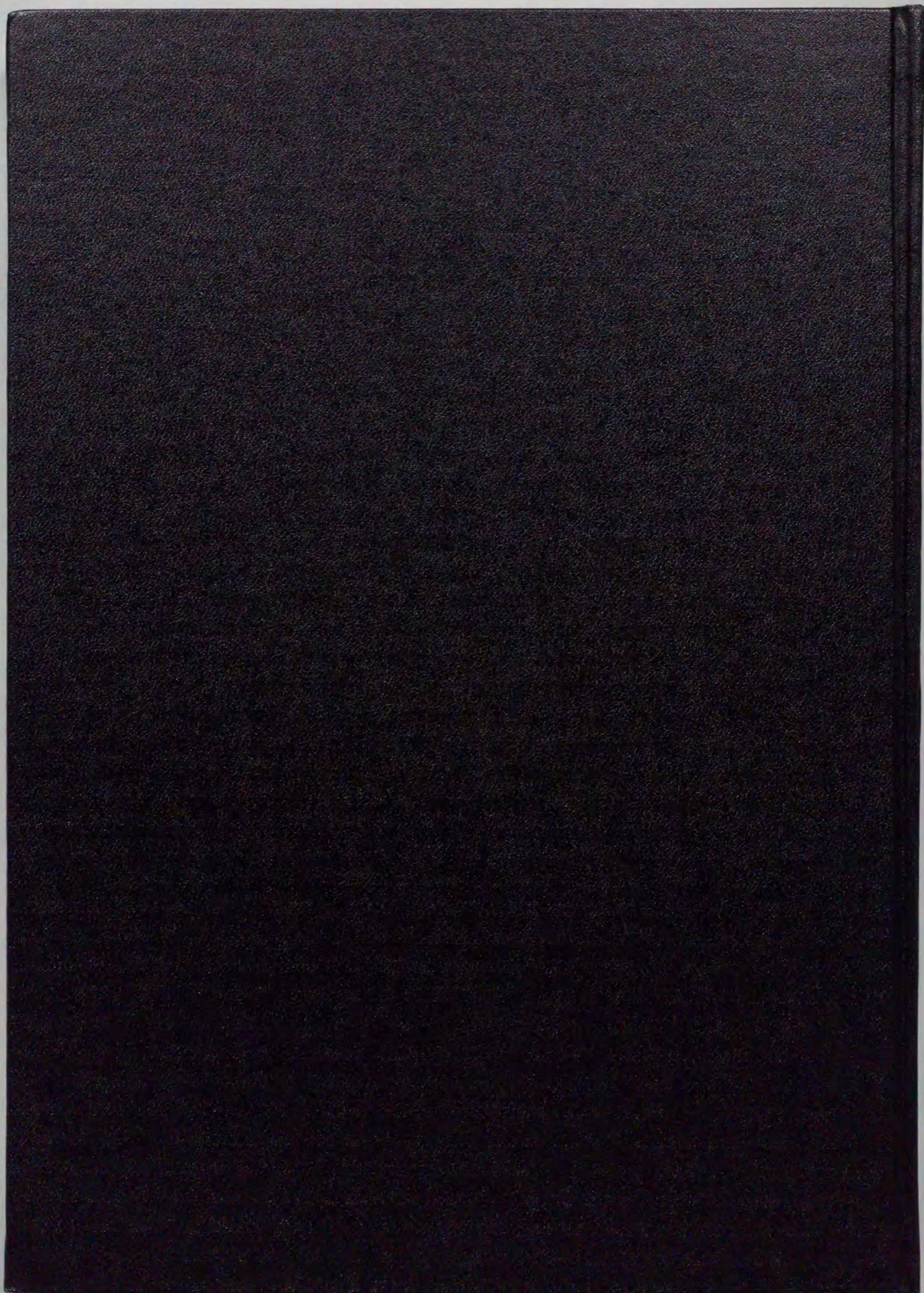
- (22) Hamza, H. and Muggeridge, D.B.; "An analysis of the visco-elastic fracture toughness and crack growth in ice", Cold Regions Science and Technology, No.9 (1984), p.249-258.
- (23) 浦辺 浪夫; "天然氷の破壊じん性", 材料, Vol.35, No.398 (1986) p.1335-1336.
- (24) Cammaert, A.B. and Muggeridge, D.B.; "Ice interaction with offshore structures", (1988), Van Nostrand Reinhold.
- (25) 楠本, 木村, 内田, 高瀬; "粗大結晶氷の破壊じん性および試験片寸法の影響", 材料, Vol.35, No.393 (1986), p.659-663.
- (26) 楠本, 木村, 高瀬, 木寺; "大型試験片を用いた柱状結晶氷の破壊じん性の検討", 材料, Vol.35, No.395 (1986), p.887-891.
- (27) 木村, 楠本, 内田, 安藤, 越智; "氷の破壊じん性に関する統計的研究", 材料, Vol.38, No.434 (1989), p.1261-1267.
- (28) Kusumoto, S., Uchida, T., Kimura, N. and Ochi, T.; "Effect of test conditions on fracture toughness of fresh-water ice", 材料学会, Current Japanese Materials Research, Vol.8 (Fracture Mechanics), (1991), p.43-63.
- (29) 内田, 楠本, 越智; "柱状多結晶氷の破壊じん性値に及ぼす試験温度の影響", 機論, Vol.57, No.534 (1991), p.303-307.
- (30) Brown, E.; "Experiments on strength of ice", St. Lawrence Waterway Project, Report of Joint Board of Enrineers, Appendix F (1926), p.423-453.
- (31) Gold, L.W.; "The cracking activity in ice during creep", Canadian Journal of Physics, Vol.38, No.9(1960),p.1137-1148.
- (32) Zaretsky, Y.K., Fish, A.M., Cavvilo, V.P. and Gusev, A.V.; "Short-term ice creep and microcrack formation kinetics.", CRREL, Draft Transl., No.539 (1976), p.196-202.
- (33) Zaretsky, Y.K., Chumichev, B.D. and Solomatin, V.I.; "Ice behavior under load", Engineering Geology, No.13 (1979), p.299-309.

- (34) Epifanov, V.P.; "On the mechanical properties of ice", Izv. An SSSR., Mekhanika Tverdogo Tela, Vol.17, No.1 (1982), p.172-176.
- (35) St. Lawrence, W.F. and Cole, D.M.; "Acoustic emissions from polycrystalline ice", Cold Regions Science and Technology, No.5 (1982), p.183-199.
- (36) Sinha, N.K.; "Acoustic emission and microcracking in ice", Proc. Joint Conference on Experimental Mechanics, Society of Experimental Stress Analysis/ Japan Society for Mechanical Engineers, Honolulu/Maui, Hawaii, May(1982), Part II, p.767-772.
- (37) Sinha, N.K.; "Acoustic emission study on multi-year sea ice in an arctic field laboratory", The Second International Conference on Acoustic Emission, (1985), p.s290-s293.
- (38) Yepifanov, V.P. and Kuz'menko, V.P.; "Acoustic emission methods applied to avalanche-formation studies", Journal of Glaciology, Vol.34, No.117 (1988), p.232-235.
- (39) 内田, 安藤, 楠本; "柱状多結晶氷のアコースティック・エミッションについて", 機論, Vol.57, No.536 (1991), p.973-976.
- (40) 中谷; "氷の単結晶の変形(1)", 金属物理, Vol.4, No.3 (1958), p.89-96; "氷の単結晶の変形(2)", 金属物理, Vol.4, No.4 (1958), p.133-139.
- (41) 若浜; "氷の塑性変形について I ~ IV", 低温科学 物理編, No.20 (1962), p.57-75, p.77-100, p.101-116, p.117-130.
- (42) 東; "氷の単結晶の塑性", 応用物理, Vol.34, No.2(1965), p.80-90.
- (43) 東; "氷結晶の形態と物性", 日本機械学会誌, Vol.80, No.709 (1977), p.1239-1244.
- (44) Higashi, A., Koinuma, S. and Mae, S.; "Plastic yielding in ice single crystals", Japanese Journal of Applied Physics, Vol.3, No.10 (1964), p.610-616.
- (45) Higashi, A., Koinuma, S. and Mae, S.; "Bending creep of ice single crystals", Japanese Journal of Applied Physics, Vol.4, No.8 (1965), p.575-582.

- (46)黒岩, 山地; "多結晶及び単結晶の氷の内部摩擦", 低温科学 物理編, No.18 (1959), p.97-114.
- (47)対馬; "単結晶氷の摩擦の異方性", 低温科学 物理編, No.30 (1972), p.211-213.
- (48)対馬; "単結晶氷の摩擦に関する研究 I ~ III", 低温科学 物理編, No.35 (1977), p.1-22, p.23-33, p.35-47.
- (49)若浜; "氷の曲げ試験", 低温科学 物理編, No.17(1958), p.87-97.
- (50)Muguruma, J., Mae, S. and Higashi, A.; "Void formation by non-basal glide in ice single crystals", Phil. Mag., No.13 (1966), p.625-629.
- (51)内田, 楠本, 安藤; "単結晶氷の破壊じん性値に及ぼす結晶軸方位の影響", 機論, Vol.57, No.537 (1991), p.1079-1084.
- (52)内田, 楠本, 安藤; "巨視的にみた単結晶氷試験片の破断面様相に及ぼす結晶軸方位の影響", 機論, Vol.57, No.537(1991), p.1228-1232.
- (53)佐伯 浩; "氷工学に関する現状と将来", 日本雪氷学会誌「雪氷」, Vol.50, No.4 (1988), p.237-239.
- (54)岡村弘之; "破壊力学と材料強度講座① - 線形破壊力学入門", p.218 (1976), 培風館.
- (55)石田 誠; "破壊力学と材料強度講座② - き裂の弾性解析と応力拡大係数", p.179 (1979), 培風館.
- (56)岡村, 板垣; "破壊力学と材料強度講座⑥ - 強度の統計的取扱い", (1980), 培風館.
- (57)真壁 肇; "ワイブル確率紙の使い方 - 信頼性のための統計的解析 -", 日本規格協会.
- (58)日本科学技術連盟編; "信頼性データの解析 - 日科技連ワイブル確率紙の使い方 -", (1981), 日科技連出版社.
- (59)田中, 酒井; "3母数ワイブル分布の母数推定について (疲労寿命分布の母数推定に関連して)", 材料, Vol.28, No.304 (1979), p.13-19.

- (60) 酒井, 田中; "3母数ワイブル分布の母数推定について (疲労寿命分布の母数推定に関連して) 続報", 材料, Vol. 29, No. 316 (1980), p. 17-23.
- (61) 酒井, 田中; "講座: 機械・構造物の信頼性設計 - 6. 母数推定の統計的手法", 材料, Vol. 31, No. 348 (1982), p. 941-947.
- (62) Higuchi, K.; "The etching of ice crystals", ACTA METALLURGICA, Vol. 6 (1958), p. 636-642.
- (63) 田口弘一; "カラー偏光による氷の結晶軸の決定", 長崎大学工学部卒業論文, (1983).
- (64) 内田 武; "氷の結晶方向と破壊靱性に関する研究", 長崎大学工学部修士論文, (1985).
- (65) 浜野健也; "偏光顕微鏡の使い方", (1970), 技報堂.
- (66) 坪井誠太郎; "偏光顕微鏡 - 透明固態物質の光学的鏡検法 -", (1970), 岩波書店.
- (67) 森野; "化学便覧 ~ 基礎編 II ~", p. 1114 (1971), 丸善.
- (68) 国立天文台編; "理科年表", p. 518 (1990), 丸善.
- (69) Chester C. Langway Jr.; "Ice fabrics and the universal stage", U.S. Army Snow Ice and Permafrost Research Establishment, Technical Report 62 (1958).
- (70) 楠本, 木村, 木寺, 梶, 竹内; "粗大結晶氷の破壊靱性", 長崎大学工学部研究報告, Vol. 13, No. 21 (1983), p. 123-131.
- (71) 楠本, 木村, 木寺, 梶, 竹内; "柱状結晶氷及び層状氷の破壊靱性", 長崎大学工学部研究報告, Vol. 13, No. 21 (1983), p. 133-141.
- (72) 楠本, 木村, 木寺, 梶; "氷の破壊靱性値に対する負荷速度の影響", 長崎大学工学部研究報告, Vol. 14, No. 23 (1984), p. 121-128.
- (73) 前野紀一; "氷の科学", p. 123 (1981), 北海道大学図書刊行会.
- (74) 大津政康; "アコースティック・エミッションの特性と理論 - 構造物の稼働時の非破壊検査法 -", (1988), p. 19, 森北出版.

- (75)金川, 林, 仲佐; "岩石における地圧成分の Acoustic Emission による推定の試み", 土木学会論文報告集, No.258 (1977), p.63-75.
- (76)大坪, 小田切; "多結晶氷の破壊機構", 長崎大学工学部卒業論文, (1987).
- (77)Griggs, D.T. and Cole, N.E.; SIPRE Report, No.11 (1954), p.24.
- (78)東 晃; "X線回折顕微法による氷の研究", 理学電機ジャーナル, Vol.10, No.1 (1979), p.6-12.
- (79)例えば Bilgram J.H., Wenzl H. and G. Mair ; J. Crystal Growth, No.20 (1973), p.319.
- (80)例えば Brill, R. and Camp, P.R.; SIPRE Report, No.68 (1961), p.1.
- (81)Deruyttere, A.E. and Greenough, G.B.; Nature Lond., No.172 (1953), p.170.
- (82)横堀武夫; "材料強度学 - 強度・破壊および疲労 -", p.96 (1971) 技報堂.



Inches 1 2 3 4 5 6 7 8
cm 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19

Kodak Color Control Patches

© Kodak, 2007 TM: Kodak

Blue	Cyan	Green	Yellow	Red	Magenta	White	3/Color	Black
Light Blue	Light Cyan	Light Green	Light Yellow	Light Red	Light Magenta	White	Light Skin	Light Gray
Dark Blue	Dark Cyan	Dark Green	Dark Yellow	Dark Red	Dark Magenta	White	Dark Skin	Dark Gray

Kodak Gray Scale



© Kodak, 2007 TM: Kodak

A 1 2 3 4 5 6 M 8 9 10 11 12 13 14 15 B 17 18 19

