

宋 旻, David M Cole, Ian Baker. 微粒对多晶冰流变行为的影响——() 滞弹性行为. 地球物理学报, 2007, 50(4): 1156 ~ 1160
Song M, David M Cole, Ian Baker. Effect of fine particles on the flow behavior of polycrystalline ice—() anelastic behavior. *Chinese J. Geophys.* (in Chinese), 2007, 50(4): 1156 ~ 1160

微粒对多晶冰流变行为的影响——() 滞弹性行为

宋 旻¹, David M Cole², Ian Baker³

1 中南大学粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083

2 US Army Cold Regions Research and Engineering Laboratory, Hanover, NH 03755, USA

3 Thayer School of Engineering, Dartmouth College, Hanover, NH 03755, USA

摘 要 用反相直接加载的方法研究了微粒对多晶冰滞弹性的影响. 结果表明: 在较高频率时(1 Hz 和 10^{-1} Hz), 滞弹性应变与应力峰值呈线性关系; 在较低频率时(10^{-2} Hz), 其应力/应变偏离线性关系. 微粒在高频时(1 Hz) 通过阻碍晶界滑移对晶界弛豫产生重要影响, 增加了模量和降低了内耗. 但微粒对低频时的位错弛豫没有明显的影响. 通过滞弹性实验计算了非线性弛豫模型的两个重要参数, 计算表明 K 值约为 0.07 Pa, τ 值约为 0.54.

关键词 冰与冰川, 滞弹性, 弛豫模型, 流变

文章编号 0001-5733(2007)04-1156-05

中图分类号 P512

收稿日期 2005-11-21, 2007-03-07 收修定稿

Effect of fine particles on the flow behavior of polycrystalline ice—() anelastic behavior

SONG Min¹, David M Cole², Ian Baker³

1 State Key Laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China

2 US Army Cold Regions Research and Engineering Laboratory, Hanover, NH 03755, U. S. A.

3 Thayer School of Engineering, Dartmouth College, Hanover, NH 03755, U. S. A.

Abstract Effects of particles on the anelasticity of polycrystalline ice have been studied by the inverse-direct loading method. The results indicated that at relatively higher frequencies (1 Hz and 10^{-1} Hz), anelastic strain has a linear relationship with the stress; and at relatively lower frequency (10^{-2} Hz), the stress/strain deviates from linear relationship. Particles have severe influence on the grain boundary relaxation through inhibiting grain boundary sliding at high frequency (1 Hz), and thus increase the modulus and decrease the internal friction. However, particles have no obvious influence on the dislocation relaxation. Two important parameters have been calculated through the anelastic experiments. The results indicated that K value is ~ 0.07 Pa and τ value is ~ 0.54 .

Keywords Ice and glaciers, Anelasticity, Relaxation model, Flow

1 引 言

淡水冰、海水冰及冰川的滞弹性行为得到了广泛的研究^[1~9]. 在千赫兹的频率范围内, 冰展示了一

个由应力诱发的质子有序化的力学弛豫现象^[8]; 而在兆赫兹的频率范围内, 冰展示了一个动态的位错弛豫峰^[9]. 与位错在基面上的滑移以及晶界滑移相比, 这两种弛豫现象的强度非常弱(质子有序化和动态位错的弛豫强度分别为: 内耗 $\tan \delta_{\max} = 9 \times 10^{-3}$

基金项目 美国国家科学基金(National Science Foundation) 极地科学研究部(OPP 011737) 资助.

作者简介 宋 旻, 男, 1975 年 7 月生, 2005 年毕业于美国 Dartmouth 学院, 博士, 主要从事冰川流变行为和金属力学行为的研究.

E-mail: josha3508@sina.com

和 4×10^{-4} ; 位错在基面上的滑移以及晶界滑移的弛豫强度分别为: 内耗 $\tan \delta_{\max}$ 0.4 和 0.08), 因此从实际的角度来说, 了解基面上的位错滑移及晶界滑移对弛豫的贡献就可基本了解冰的滞弹性. Cole^[6,7] 详细研究了冰中位错滑移及晶界滑移对滞弹性的贡献. 一些关于金属及合金滞弹性的研究^[10~12] 表明: 晶界的沉淀相将会阻止晶界滑移, 从而阻碍晶界弛豫过程. 然而, 现缺少关于细小微粒对冰的位错弛豫及晶界弛豫影响的研究, 其主要困难在于目前国际上还没有制备含微粒均匀分布的冰的有效方法.

文献^[13] 发展了一个基于位错的非线性弛豫模型, 模型通过滞弹性实验提供了一个量化位错密度的方法. 通过流变实验、滞弹性实验以及模型计算, 流变速率、位错密度与流变应力的关系就可以确定. 而模型中所必须的一些参数, 比如位错的中心弛豫频率, 弛豫强度需要通过滞弹性实验获得.

作为系统研究冰及含微粒的冰流变行为的第二步, 本文研究了微粒对多晶冰滞弹性的影响并确定了非线性弛豫模型的参数.

2 实验方法

用 Cole^[14] 发明的方法生长含与不含淤泥的冰样品. 其中淤泥的含量分别为 0.1wt. %, 0.5wt. %, 1wt. %, 4wt. %, 晶粒的尺寸约为 5 mm, 单个淤泥颗粒的尺寸约为 0.05 mm, 样品的长度为 127 mm, 直径为 50.4 mm. 由于微粒在样品内分布的位置(如晶界和晶内)对滞弹性可能带来不同的影响, 在生长含微粒的冰时选择了两种微粒分布方式: (1) 淤泥只分布在晶界上, 用于研究微粒对晶界弛豫的影响; (2) 淤泥同时均匀地分布在晶界与晶内, 用于研究淤泥对位错弛豫和晶界弛豫的影响. 具体生长这两种冰的方法可参看文献^[15]. 图 1 是冰的样品图及其显微组织. 图 1a 中冰样品两端的亚麻基底盖用于将样品连接到加载装置上. 盖由含酚的亚麻基制品做成, 具有与冰类似的热膨胀系数, 从而减少了生长及在随后的加载过程中由于温度变化造成的内应力. 从图 1c 可以看出, 淤泥只分布在晶界上; 从图 1d 可以看出, 淤泥均匀地分布在晶界和晶内.

滞弹性实验采用了反相直接加载的方法^[7], 这种方法的详细描述可参看文献^[16]. 加载方式是平均值为零的正弦应力. 一个载荷测试装置与样品直接相连用于监控轴向载荷的变化, 两个位移传感器

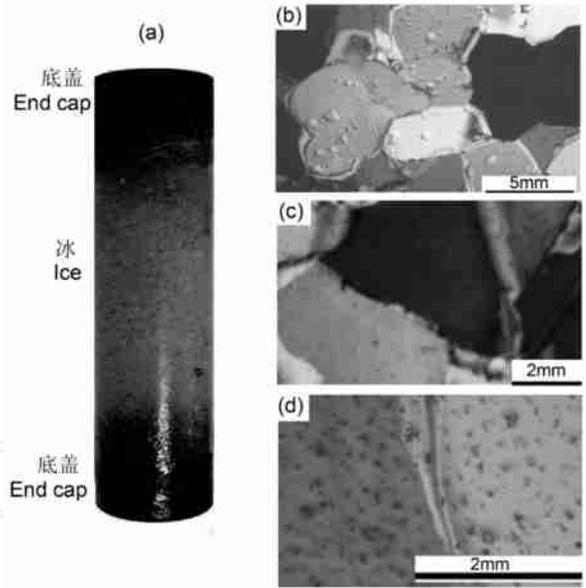


图 1 冰的样品及相应的显微组织
(a) 样品; (b) 不含微粒的冰; (c) 微粒 (1 wt. %) 只分布在晶界的冰; (d) 微粒 (1 wt. %) 同时分布在晶界及晶内的冰.

Fig. 1 Ice specimen and its microstructures
(a) specimen; (b) particle-free ice; (c) ice with 1 wt. % particles distributed only along the grain boundaries; (d) ice with 1 wt. % particles distributed both along the grain boundaries and in the grain interiors.

直接连在样品的周边用于监控样品的位移. 无论交变载荷的周期长短, 在每个周期内位移传感器均测量 200 个原始数据. 原始的数据采用由 Cole 和 Durell^[7] 开发的软件处理, 内耗以及弹性模量的计算均采用处理后的数据.

图 2 是温度为 -12 以及正弦应力 () 峰值为 0.6 MPa 时在 4 种频率下 ($1, 10^{-1}, 10^{-2}$ 和 10^{-3} Hz) 含 1 wt % 微粒的冰样品的典型弛豫环. 样品在卸载

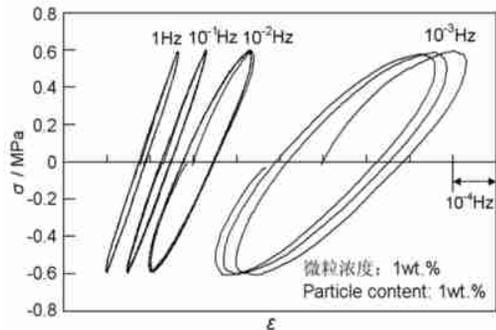


图 2 应力峰值为 ± 0.6 MPa 及温度为 -12 时四种频率下的典型弛豫环
实验的样品为含 1 wt. % 微粒的冰 (微粒同时分布在晶界与晶内).

Fig. 2 Typical hysteresis loops at $\sigma = \pm 0.6$ MPa and $T = -12$ for four test frequencies as indicated. This particular test is for ice with 1 wt. % particles distributed both along the grain boundaries and in the grain interiors.

后需要至少一个加载周期的时间来实现力学回复 (滞弹性回复), 从而使得位移传感器无法测得样品的位移变化. 从图 2 可以看出, 滞弹性内耗 (滞后环宽度和面积) 强烈地依靠频率. 随着频率的降低, 弛豫接近位错的中心弛豫频率, 于是弛豫加强, 内耗增大, 滞后环的宽度和面积增大.

3 结果与讨论

图 3 是温度为 -12°C 时三种冰样品滞后环宽度与应力的关系. 可以看出, 在频率为 1 Hz 和 10^{-1} Hz 时, 滞后环的宽度与应力峰值呈线性关系; 然而曲线在频率为 10^{-2} Hz 时由于样品产生永久塑性变形而偏离线性关系. 这种结果表明: 在 -12°C 时, 滞弹性应变与应力呈线性关系. 同时还可以看出, 三种冰的滞弹性应变在同一频率下并不完全相同, 这是由于样品的初始位错密度不同造成的. 样品在生长过程中位错密度会有差异, 使得在滞弹性实验中的滞后环宽度、面积、模量和内耗有差别.

图 4 是含与不含微粒的冰的模量、内耗与交变载荷频率的关系. 图 4a 是不含微粒的冰及微粒只分

布在晶界的冰的模量与内耗, 图 4b 是不含微粒的冰及微粒同时分布在晶界和晶内的冰的模量与内耗. 从图可以看出: 不同微粒含量的冰 (包括微粒只分布在晶界的冰与微粒同时分布在晶界及晶内的冰) 的模量与内耗在低频时 (10^{-2} 及 10^{-3} Hz) 有类似的值, 但是当频率达到 10^{-1} Hz 时, 含微粒的冰的模量增加. 在 1 Hz 时, 含微粒的冰的模量要比不含微粒的冰的模量高约 30% . 与此同时, 含微粒的冰的内耗明显降低.

Cole^[6]指出: 通常情况下位错弛豫的强度比晶界弛豫的强度要大一个数量级, -12°C 时晶界弛豫的中心频率约位于 5 Hz , 而位错弛豫的中心频率约位于 $2 \times 10^{-4}\text{ Hz}$. 1 Hz 时模量的增加以及内耗的降低是由于分布在晶界的微粒降低了晶界弛豫的强度所致. Shigenaka^[12]在金属 (Cu - Fe 和 Cu - SiO_2) 中也观察到了这种现象. 当微粒分布在晶界时, 微粒通过发展内应力阻碍了晶界滑移, 降低了滑移的自由程与弛豫时间, 因此增加了模量和降低了内耗. 低频下位错弛豫的物理过程是在正弦交变应力下位错在基面上的摆动, 这种摆动过程不会受到晶界微粒的影响. 同时, 由于微粒的间距远大于位错的摆动位移, 分布在晶内的微粒也不会对位错的摆动产生影响,

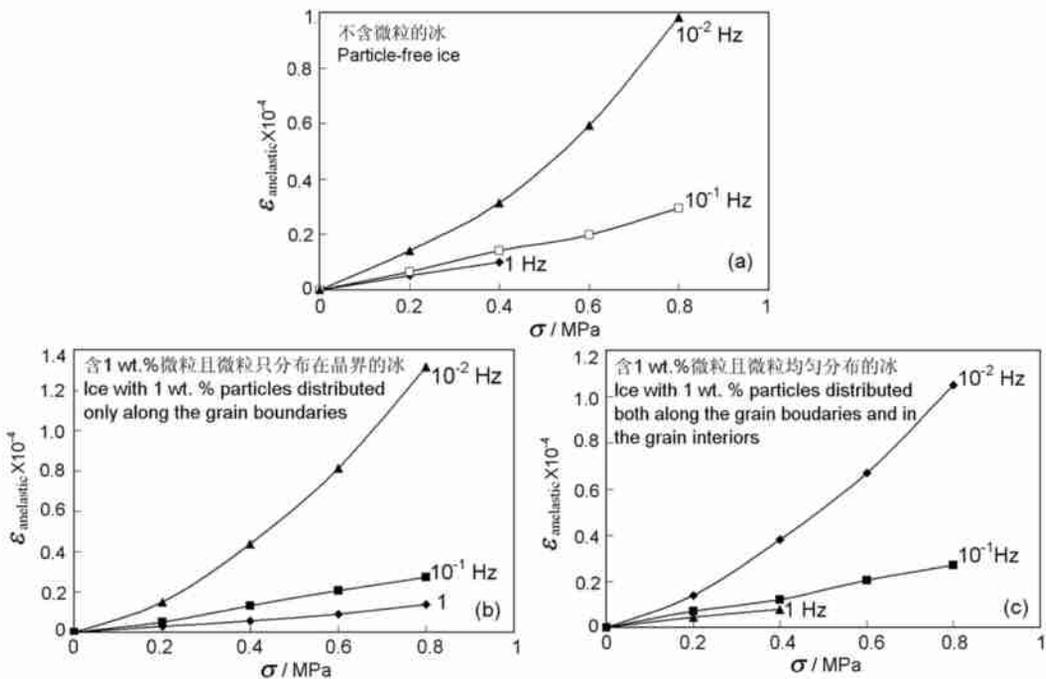


图 3 滞后环宽度与应力的关系

(a) 不含微粒的冰; (b) 微粒 (1 wt. %) 只分布在晶界的冰; (c) 微粒 (1 wt. %) 同时分布在晶界及晶内的冰.

Fig. 3 Loop width as a function of stress for (a) particle-free ice; (b) ice with 1 wt. % particles distributed only along the grain boundaries; (c) ice with 1 wt. % particles distributed both along the grain boundaries and in the grain interiors

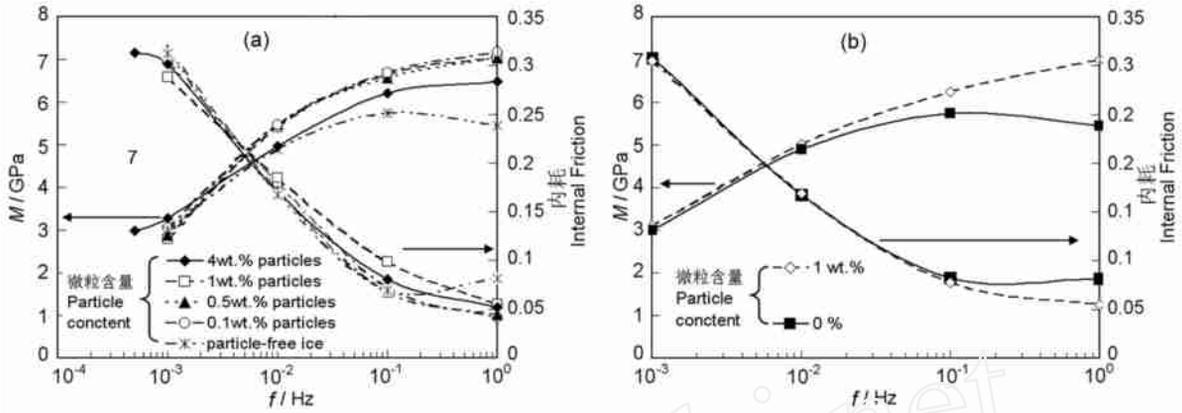


图 4 不含及含微粒的冰的模量、内耗与交变载荷频率的关系

(a) 微粒只分布在晶界; (b) 微粒同时分布在晶界及晶内.

Fig. 4 Modules and internal friction as a function of cyclic loading frequency for particle-free ice and ice with different particle concentrations

(a) Particles distributed only along the grain boundaries; (b) Particles distributed both along the grain boundaries and in the grain interiors.

因此低频时冰的位错弛豫不受微粒的影响.

4 弛豫模型参数的确定

文献[13]发展了一个基于位错的非线性弛豫模型,模型通过滞弹性实验提供了一个量化位错密度的方法.通过流变实验、滞弹性实验以及模型计算,流变速率、位错密度与流变应力的关系就可以确定.模型表示如下:

$$\mu_{full-loop} = \frac{4^3 (1 - \nu) b A^2}{\mu b l_{sl}^2 + 2^2 (1 - \nu) A l_{sl}}, \quad (1)$$

$$D_2 = D \frac{1}{\exp(s) + \exp(-s)}, \quad (2)$$

$$D_1 = D_u + \frac{2}{s_i} D_2 d[\ln(\dots)]$$

$$= D_u + D \left\{ 1 - \frac{2}{s_i} \tan^{-1} [\exp(s_i)] \right\}, \quad (3)$$

$$D = \frac{b^2}{K}, \quad (4)$$

$$s = \ln(\dots), \quad (5)$$

μ 是剪切模量, $b = 4.52 \times 10^{-10}$ m 是冰中位错的泊氏矢量, ρ 是位错密度 (m^{-2}), l_{sl} 是滑移面间距, ν 是方向因子, σ 是外加应力, $A = (0.25 - \nu^2)^{1/2}$ 是常数, $\nu = 0.33$ 是泊松比, D_2 是柔量在交变载荷下的损耗 (loss compliance), D_1 是柔量在交变载荷下的剩余 (storage compliance), D 是弛豫强度, D_u 是无弛豫时的柔量, $\omega = 2\pi f$ 是交变载荷的角频率, τ 是位错的弛豫时间, Δ 是描述位错弛豫峰宽度的参数, K 是交变载荷下的回复力常数 (Pa), s_i 是相对于 $\ln(\dots)$ 的积分下限.

模型中的一些重要参数,如 K 和 Δ 需要通过滞弹性实验获得. K 值的大小决定位错弛豫过程的中心频率. Weertman^[17] 在内耗模型中讨论了 K 值的重要性; Lakki et al.^[18] 研究含微量氧化钇的氧化锆的应力/应变时发展了一个内耗模型,模型中同样也含有一个类似于 K 的重要参数.实际上, K 值可以通过在滞弹性实验中所观察到的弛豫中心频率 F_{cen} 和基于温度的位错拖曳 $B(T)$ 来计算:

$$K = B(T) F_{cen}, \quad (6)$$

基于温度的位错拖曳 $B(T)$ 可由下式计算^[6]:

$$B(T) = B_0 \exp\left(\frac{Q}{kT}\right), \quad (7)$$

$B_0 = 1.205 \times 10^{-9}$ Pa·s 是常数, $Q = 0.55$ eV 是激活能, k 是玻尔兹曼常数(关于 $B(T)$ 的详细讨论可参考文献[6]).

模型同时还有一个弛豫峰宽的参数 Δ . 一个单一的力学弛豫过程没有弛豫时间的分布,其 Δ 值为 1. 这种弛豫过程被称为德拜弛豫 (Debye relaxation).

Δ 值的降低使得弛豫分布变宽,但其积分值保持不变. 对含有弛豫时间分布的弛豫过程来说, Δ 值总小于 1 并且随 Δ 值的降低,弛豫峰变宽,峰值降低.

在计算 K 和 Δ 时,需要用到频率迁移以及最小平方方法. 不同温度下测得的数据通过频率迁移变换到 -10 时的值,从而使 -10 时有足够的数据来确定弛豫的峰值频率(中心频率). 频率迁移使用(8)式^[19]将不同温度下的数据变换到 -10 时的值,

$$\ln(\Delta_2 / \Delta_1) = (Q/k)(T_1^{-1} - T_2^{-1}). \quad (8)$$

图 5 是归一化后(与最大值的比值)的弛豫强度与频率的关系. 需要指出的是弛豫强度只包括滞弹

性的贡献,低频时永久塑性变形的贡献已经被去除.从图可以看出,位错弛豫的中心频率位于 2×10^{-4} Hz,用最小平方法计算表明: K 值约为 0.07 Pa, α 值约为 0.54.同时还可以看出,在 1 Hz 处有一个小的峰,这个峰是由于晶界滑移造成的(在 -10 时晶界弛豫的中心频率约为 5 Hz).上节曾说明晶界弛豫峰存在于不含微粒的冰中,而不存在于含微粒的冰中(微粒阻碍了晶界滑移),因此构成小峰的数据均来自于不含微粒的冰.

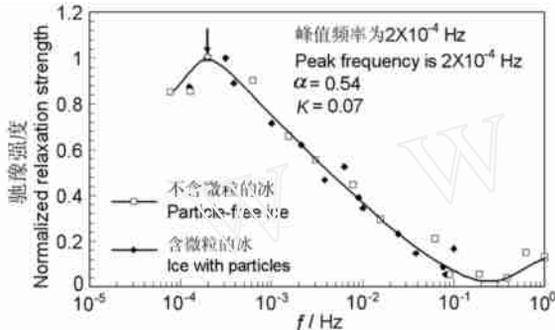


图 5 含与不含微粒的冰归一化后的弛豫强度与频率的关系

不同温度下的数据通过频率迁移变换到 $T = -10$ 时的值. 曲线通过最小平方法计算所得.

Fig. 5 A plot of normalized relaxation strength against frequency from freshwater ice with and without particles

The points have been shifted to lie along a $T = -10$ master curve. The line is the calculated value using a least-squares error analysis.

5 结 论

通过反相直接加载的方法研究了微粒(淤泥)对多晶冰滞弹性的影响,微粒分别分布在晶界或同时分布在晶界与晶内.研究的结果表明:在频率为 1 Hz 和 10^{-1} Hz 时,由于多晶冰的滞弹性行为造成的滞后环宽度与加载应力峰值呈线性关系;然而曲线在频率为 10^{-2} Hz 时由于样品产生永久塑性变形而偏离线性关系.分布在晶界的微粒在高频时(1 Hz)对晶界弛豫有重要影响,微粒通过发展内应力阻碍了晶界滑移,增加了模量和降低了内耗.但微粒对低频时的位错弛豫没有影响.通过滞弹性实验结果计算了发展的非线性弛豫力学模型的两个重要参数,计算表明 K 值约为 0.07 Pa, α 值约为 0.54.

参考文献 (References)

[1] Vaudrey KD. Ice engineering—Study of related properties of floating sea-ice sheets and summary of elastic and viscoelastic analyses. Port

Hueneme, CA, Naval Construction Battalion Center, Civil Engineering Laboratory, Technical Report R 860, 1977

- [2] Vassoille R, Mai C, Perez J. Inelastic behaviour of ice Ih single crystals in the low-frequency range due to dislocations. *J. Glaciol.*, 1978, **21** (85): 375 ~ 384
- [3] Duval P. Anelastic behavior of polycrystalline ice. *J. Glaciol.*, 1978, **21** (85): 621 ~ 628
- [4] Cole D M. Reversed direct stress testing of ice: Initial experimental results and analysis. *Cold Reg. Sci. Technol.*, 1990, **18** (3): 303 ~ 321
- [5] Cole D M. Modeling the cyclic loading response of sea ice. *Int. J. Solids Struct.*, 1998, **35** (31, 32): 4067 ~ 4075
- [6] Cole D M. A model for the anelastic straining of saline ice subjected to cyclic loading. *Philos. Mag.*, 1995, **72** (A1): 231 ~ 248
- [7] Cole D M, Durell G D. The cyclic loading of saline ice. *Philos. Mag.*, 1995, **72** (A1): 209 ~ 229
- [8] Onsager L, Runnels L K. Diffusion and relaxation phenomena in ice. *J. Chem. Phys.*, 1969, **50** (3): 1089 ~ 1103
- [9] Hiki Y, Tamura J. Internal friction in ice crystals. *J. Phys. Chem.*, 1983, **87** (21): 4054 ~ 4059
- [10] Mosher D R, Raj J. Use of the internal friction technique to measure rates of grain boundary sliding. *Acta Metall.*, 1974, **22**: 1469 ~ 1474
- [11] Mori T, Kos M, Monzen R. Particle blocking in grain boundary sliding and associated internal friction. *Acta Metall.*, 1983, **31** (2): 275 ~ 283
- [12] Shigenaka N, Monzen R, Mori T. Internal friction caused by sliding on grain boundaries with second phase particles - Cu - Fe and Cu - SiO₂. *Acta Metall.*, 1983, **31** (12): 2087 ~ 2093
- [13] 宋 皎, Cole D M, Ian Baker. 微粒对多晶冰及冰川流变行为的影响——() 基于位错的弛豫模型. *地球物理学报*, 2007, **50** (1): 127 ~ 131
- Song M, Cole D M, Ian Baker. Effect of fine particles on the flow behavior of polycrystalline ice and iceberg——() a dislocation-based relaxation model. *Chinese J. Geophys.* (in Chinese), 2007, **50** (1): 127 ~ 131
- [14] Cole D M. Preparation of polycrystalline ice specimens for laboratory experiments. *Cold Reg. Sci. Technol.*, 1979, **1**: 153 ~ 159
- [15] Song M. Effects of particles on anelasticity, creep and microstructural evolution of granular ice [Ph. D. thesis]. Hanover, N H, USA: Thayer School of Engineering, Dartmouth College, 2005
- [16] Cole D M. The effect of creep on the constitutive behavior of saline ice at low strains. Proceedings of the Joint ASCE - ASME - SES Conference. Ice Mechanics, 1993, **AMD**, **163**: 261 ~ 272
- [17] Weertman J. Creep deformation of ice. *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.*, 1983, **11**: 215 ~ 240
- [18] Lakki A, Schaller R, Nauer M, et al. High temperature superplastic creep and internal friction of yttria doped zirconia polycrystals. *Acta Metall. Mater.*, 1993, **41**: 2845 ~ 2853
- [19] Nowick A S, Berry B S. Anelastic Relaxation in Crystalline Solids. New York: Academic Press, 1972

(本文编辑 汪海英)