

基于压力烧结法的小尺寸人工冰样制备工艺研究

洪嘉琳^{1,2}, 马笑聪¹, 陈静¹, 杨腾朝¹, 李波¹, 郝颖¹, 张楠^{*1,2}

(1. 吉林大学建设工程学院, 吉林 长春 130026; 2. 吉林大学极地研究中心, 吉林 长春 130026)

摘要:小尺寸人工冰样主要用于冰的力学特性研究,具有制备程序简单、周期短、成本低、不受季节和地域限制等优点。本文在 $-3.5\sim-17.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度和 $10\sim 100\text{ MPa}$ 压力条件下开展了雪压力烧结实验研究,采用压力烧结法制备了小尺寸人工冰样,其结果揭示了烧结应力和烧结时间对雪压力烧结过程中的密度演化和冰样最终烧结密度的影响,得出使用压力烧结法来制备冰样时可以选择长时间、低应力、近融点温度或短时间、高应力、低温度的条件,来制备密度为 0.917 g/cm^3 的人工冰样。实验结果验证了压力烧结法制备人工冰样的可靠性和可重复性,为冰力学特性实验提供了一套切实可行的小尺寸人工冰样制备工艺。

关键词:压力烧结法;人工冰样;烧结应力;烧结时间;冰样密度

中图分类号:P 634;O34 **文献标识码:**A **文章编号:**2096-9686(2021)09-0026-09

Preparation of the small-size artificial ice sample with the pressure sintering method

HONG Jialin^{1,2}, MA Xiaocong¹, CHEN Jing¹, YANG Tengchao¹, LI Bo¹, HAO Ying¹, ZHANG Nan^{*1,2}

(1. College of Construction Engineering, Jilin University, Changchun Jilin 130026, China;

2. Polar Research Center, Jilin University, Changchun Jilin 130026, China)

Abstract: Small-size artificial ice samples are widely used for ice mechanical properties research, and have the advantages of simple preparation procedures, short duration, low cost, and no seasonal and geographic restrictions. In this paper, the snow pressure sintering experiment was carried out under the conditions of $-3.5\sim-17.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ and $10\sim 100\text{ MPa}$, and small-size artificial ice samples were prepared by the pressure sintering method. The results reveal the influence of sintering stress and sintering time on the density evolution during the snow pressure sintering process and the final sintered density of the ice sample. It is concluded that with the pressure sintering method, artificial ice samples with a density of 0.917 g/cm^3 can be prepared under either of the conditions: a long time, low stress, and near melting point temperature, or a short time, high stress, and low temperature. The experimental results have verified the reliability and repeatability of artificial ice sample preparation with the pressure sintering method and provide a practical and feasible small-size artificial ice sample preparation technique for the experiment of ice mechanical properties.

Key words: pressure sintering; artificial ice sample; sintering pressure; sintering time; ice sample density

0 引言

冰的力学特性对冰川学、冰工程学、行星学和材料科学等领域的研究具有重要意义。然而由于

极地环境恶劣,极地原始冰芯的采集周期长、成本高,导致其数量十分有限,样品质量因采集方法和采样地点而异,难以符合力学特性研究重复试验的

收稿日期:2021-07-26; 修回日期:2021-09-05 DOI:10.12143/j.ztgc.2021.09.003

基金项目:国家自然科学基金青年基金项目“高压差下冰的蠕变特性对冰孔缩径的影响机理”(编号:41806220)

作者简介:洪嘉琳,女,汉族,1989年生,讲师,地质工程专业,博士,长期从事冰物理力学性质研究工作,吉林省长春市西民主大街938号, hjl2398@126.com。

通信作者:张楠,男,汉族,1981年生,副教授,地质工程专业,博士,从事极地钻探技术与冰物理研究工作,吉林省长春市西民主大街938号, znan@jlu.edu.cn。

引用格式:洪嘉琳,马笑聪,陈静,等.基于压力烧结法的小尺寸人工冰样制备工艺研究[J].钻探工程,2021,48(9):26-34.

HONG Jialin, MA Xiaocong, CHEN Jing, et al. Preparation of the small-size artificial ice sample with the pressure sintering method [J]. Drilling Engineering, 2021, 48(9): 26-34.

样品数量要求^[1]。小尺寸人工冰样具有制备程序简单、周期短、成本低、不受季节和地域限制等优点,因而被广泛应用于冰的力学特性研究。

常用于冰力学特性实验的人工冰样制备方法有冻水成冰法、高压相变法和压力烧结法,如表1所示。冻水成冰法是指在低温环境条件下冻结液态水

制备冰样的方法。高压相变法是指在低温环境以高于200 MPa的压力压缩雪或冰,而后卸载至常压使冰样从II型冰相变转化成Ih型冰的制备冰样方法。压力烧结法是指在低温环境以低于200 MPa的一定压力压缩雪或冰颗粒达到冰密度制备冰样的方法。

表1 国内外人工冰样制作方法及关键参数

Table 1 Preparation methods and key parameters of artificial ice samples

方法	序号	样品形状	样品尺寸/cm	晶粒尺寸/mm	温度/℃	耗时/h	密度/ (g·cm ⁻³)	参考文献 年份
冻水成冰法	1	圆柱	Ø3.35×7.14	<0.1~0.8	-10	>504	0.832±0.002	1967 ^[2]
	2			1	-18±2		0.900~0.913	1967 ^[3]
	3			1.7	-10		0.917±0.005	1979 ^[4]
	4	圆柱	Ø5.08×21.59	1.2	-8	>168	0.917±0.005	1979 ^[5]
	5	圆柱	Ø2.5×6.3	0.75~1.75	-18~-15			1992 ^[6]
	6	圆柱	Ø6.18×15	5	-20			1994 ^[7]
	7	圆柱	Ø5.04×12.7	3~5	-10~0			2006 ^[8]
	8	圆柱	Ø6.18×12.5	2		>48		2011 ^[9]
	9	长方体	9×9×15	1~1.5	-7			2017 ^[10]
	10	圆柱	Ø2.54×8	0.18~0.25	-30			2018 ^[11]
	11	圆柱	Ø3.8×11.4	0.8		>4		2018 ^[12]
高压相变法	12	圆柱	Ø1.27×9	0.0003~0.005	-53~-93			1997 ^[13]
	13	圆柱	Ø1.5~2×5	0.6	-40			2007 ^[14]
压力烧结法	14	圆柱	Ø1×2	0.03~0.04	-78	>2		2001 ^[15]
	15	圆柱	Ø1.5×3	0.06	-10	1		2019 ^[16]

冻水成冰法是制作毫米级晶粒尺寸冰样的常用方法。Goughnour^[3]使用冷却盘管结出的霜粒作为冰颗粒,将霜粒放入端部可拆卸的密封圆柱形黄铜模具。在0℃环境条件下向模具内注入蒸馏后的0℃脱气水,在-18±2℃温度下进行全面冻结。冷冻开始数分钟后,松开顶板以减轻冷冻应变。冷冻结束后,拆卸模具顶板和底板,对模具表面稍作加热以实现脱模取出冰样,所得冰样晶粒尺寸约1 mm,密度为0.900~0.913 g/cm³。Lile^[4]通过向冰颗粒注入0℃脱气水后,在-5℃条件下对冰水混合物进行搅拌以去除气泡形成冰沙,再向模具中分步添加冰沙,在每次填装后都对其搅拌以进一步去除气泡,当模具填满时使用千斤顶对可移动的模具上端盖加压至上端盖位移不再变化,而后卸载千斤顶将模具放置在-10℃温度条件下进行全面冻结。通过该方法制备的冰样平均晶粒尺寸为1.7 mm,密度可达

0.917±0.005 g/cm³(0.917 g/cm³为纯净冰在标准状况下的密度,为常规冰力学性质实验中冰样所需达到的数值)。Cole^[5]使用与Lile类似的冰水混合物脱气前处理方法,通过蛇形盘管制冷方式在-4.5℃温度条件下沿径向冻结冰样,并对模具进行改良,使0℃脱气水在冰样冻制过程中能始终流通于未冻结的中心部分。该方法制备冰样的速度可达2.8 μm/s,平均晶粒尺寸为1.2 mm,密度可达0.917±0.002 g/cm³。

高压相变法和压力烧结法是制备微米级晶粒尺寸人工冰样的常用方法。Stern等人^[13]通过冻水成冰法首先获得毫米级晶粒尺寸人工冰样,而后在300 MPa高压条件下将Ih冰样转化为II冰样,再迅速卸载压力至50 MPa转回为Ih冰样,通过2次相变将毫米级晶粒细化到微米级晶粒,该方法所制备的样品对卸载时的温度较敏感,在-93和-73℃温度

条件下卸载时所获得的晶粒尺寸为 $0.3\sim 5\ \mu\text{m}$,在 $-53\ ^\circ\text{C}$ 温度条件下卸载时所获得的晶粒尺寸为 $50\ \mu\text{m}$ 。Goldsby^[14]通过对 $0.25\ \mu\text{m}$ 的冰颗粒在 $-78\ ^\circ\text{C}$ 温度条件下施加 $250\ \text{MPa}$ 的动态载荷,加载与卸载时间间隔为 $10\sim 15\ \text{min}$,若干次II冰样到Ih冰样重复相变后卸载至 $100\ \text{MPa}$ 维持 $2\ \text{h}$ 后脱模,该方法所制备的冰样晶粒尺寸为 $2\pm 1\ \mu\text{m}$ 。Hamann^[15]等人通过冻水成冰法获得无气泡人工冰样,然后在 $-40\ ^\circ\text{C}$ 温度和 $300\ \text{MPa}$ 压力条件下使冰样发生相变,该方法制备的人工冰样晶粒尺寸为 $600\ \mu\text{m}$ 。Goldsby和Kohlstedt^[14]通过对 $0.25\ \mu\text{m}$ 的冰颗粒在 $-78\ ^\circ\text{C}$ 温度条件下施加 $100\ \text{MPa}$ 的载荷 $2\ \text{h}$,该方法所制备的冰样晶粒尺寸为 $30\sim 40\ \mu\text{m}$ 。Saruya等人^[16]对超纯水液氮速冷制备的冰颗粒在 $-10\ ^\circ\text{C}$ 温度和 $70\ \text{MPa}$ 压力条件下加载,制备出晶粒尺寸为 $60\ \mu\text{m}$ 。但高压相变法和压力烧结法所制备的人工冰样密度在文献中并未提及。需要指出的是,Mellor^[2]等人用冻水成冰法制备人工冰样耗时 $504\ \text{h}$ 以上,即便是耗时较短的Hammonds等人^[13]在采用冻水成冰法制备冰样时所需时间也在 $4\ \text{h}$ 以上。而压力烧结法制备人工冰样一般仅需 $1\sim 2\ \text{h}$,且压力烧结法相较于冻水成冰法和高压变相法,其制备步骤更为简单。因而,从制样难度和制样时间上考虑,压力烧结法具有明显优势,而基于压力烧结法制备人工冰样的工艺鲜有研究。

本文通过开展温度为 $-3.5\sim -17.3\ ^\circ\text{C}$ 、压力为 $10\sim 100\ \text{MPa}$ 下的雪压力烧结实验,揭示冰样密度随应力、温度 and 时间的演化规律,验证了压力烧结法制备人工冰样的可行性,为冰力学特性实验提供了一套切实可行的小尺寸人工冰样制备工艺。

1 雪的压力烧结实验

1.1 实验设备及材料

1.1.1 实验设备

低温单轴压缩试验机(如图1)用于开展雪的压力烧结实验,由电子主机、低温环境箱与数据记录和采集系统3部分组成。电子主机控制器采用PID闭环控制技术,伺服驱动加载系统,最大可提供的加载能力为 $100\ \text{kN}$,可实现 $0.000001\sim 500\ \text{mm}/\text{min}$ 范围内无极调速,最大行程为 $205\ \text{mm}$;位移数据由伺服电机的光电编码器采集,试验力由载荷传感器测量,温度由PT100传感器测量,数据采集频率为 10

个/s。

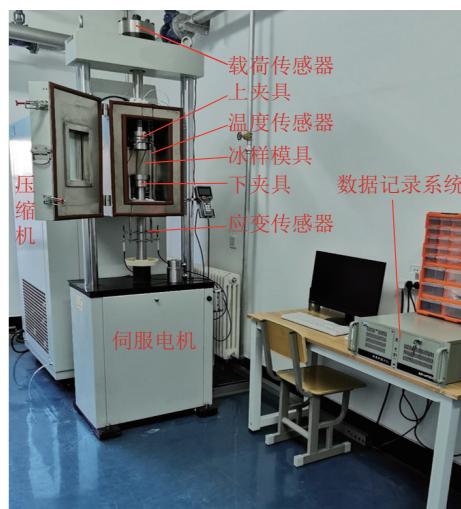


图1 低温单轴压缩试验机

Fig.1 Low temperature uniaxial compression testing machine

1.1.2 人工冰样尺寸

美国冰雪和冻土研究中心科学家Butkovich建议,测试小尺寸冰无侧限抗压强度时,使用圆柱样品,直径为 $76.2\ \text{mm}$,长径比为 $2.5:1$ 或 $3:1$ 。Schwarz建议测试冰的抗压强度时,样品长度为直径的 2.5 倍。如表1所示,实验所使用的冰样多为圆柱形,长度与直径虽不同,但通常长度是直径的 2 倍以上。本文所制备的冰样遵循样品长径比为 $2:1$ 的原则^[17-18],确定冰样直径为 $26\ \text{mm}$,冰样长度为 $52\ \text{mm}$ 。

1.1.3 雪颗粒

雪颗粒采用长春冬天的降雪,在夜晚收集雪颗粒,降雪温度约在 $-15\ ^\circ\text{C}$,降雪时温度低而且天气干燥,雪在降落过程中不易融化且没有受到阳光直射,不易接触到水汽,雪呈颗粒状。试验时采用的雪颗粒均为同一批次收集,保证了各试验样品的一致性和随机性。

1.2 实验过程

1.2.1 实验步骤

实验时,设置低温环境箱温度,运行制冷将环境箱内温度冷却至设定值,再将填充好物料(雪颗粒)的模具放入上下夹具之间。将上位机与控制器联机,设置加载速率、加载预应力和主应力、截面形状和直径、保压时间和加载力报警限值后,开始实验;

加载应力首先到达预应力(0.5 kN),而后位移清零开始加载到应力设定值,当保压时间达到设定值时,实验结束,脱模并记录冰样质量和加压结束后的冰样高度。

不同实验条件下的雪颗粒均达到同一加载预应力(0.5 kN)后从零开始记录位移值,可以避免填充雪颗粒过程中出现初始密度差异过大的情况,图 2 为冰样在加载过程中的位移变化示意图,通过记录冰样的位移、加压结束后的冰样高度和质量,按照公式(1)可计算出加载过程中不同时间和应力条件下冰样的密度,揭示不同实验条件下冰样密度的演化规律。

$$\rho = M_i / \{(\pi D^2 / 4)(H_0 - H_x)\} = M_i / \{(\pi D^2 / 4)(H_i + H_m - H_x)\} \quad (1)$$

式中: ρ ——不同时刻冰样的密度, g/cm^3 ; M_i ——加载结束时冰样的质量, g ; D ——冰样的直径, cm ; H_0 ——初始雪样高度, cm ; H_x ——实验中记录的随时间和应力变化的雪样高度, cm ; H_i ——冰样加载结束时的高度, cm ; H_m —— H_x 的最大值, 即实验过程中的总位移。

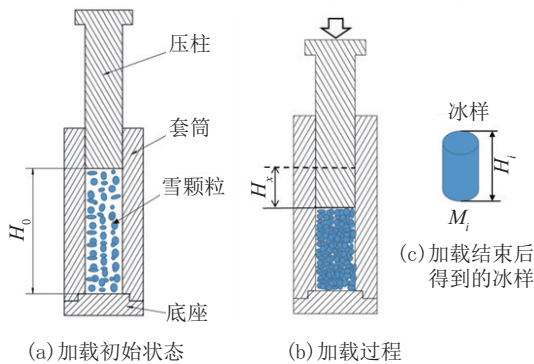


图 2 位移变化示意

Fig.2 Displacement variation diagram

1.2.2 实验方案

冰在不同应力条件下的压力熔点计算公式为:

$$T = T_0 - \beta P \quad (2)$$

式中: T ——压力熔点, K ; T_0 ——代表水、冰和汽三者平衡共存时的三相点温度, $T_0 = 273.16 \text{ K} = 0.01 \text{ }^\circ\text{C}$; β ——冰熔点随应力的变化速率, $\beta = 7.42 \times 10^{-8} \text{ kPa}^{-1}$; P ——冰所受的绝对应力, Pa 。

由公式(2)计算可得在 10、40、70 和 100 MPa 应力条件下, 冰的压力熔点分别为 -0.732 、 $-$

2.958 、 -5.184 和 $-7.41 \text{ }^\circ\text{C}$ 。拟在 $-5 \sim -20 \text{ }^\circ\text{C}$ 以 $5 \text{ }^\circ\text{C}$ 为温度间隔和 $10 \sim 100 \text{ MPa}$ 以 30 MPa 为应力间隔的温度及压力条件下, 进行雪的压力烧结实验, 每组实验条件重复 3 次。有必要对模具内部雪颗粒温度进行校准, 再详细优化实验方案。

模具内雪颗粒温度校准实验原理如图 3 所示。低温环境箱上共有 3 个 PT100 型温度传感器, 分别位于环境箱上部、上夹具和下夹具处, 这 3 个传感器与环境箱温控仪相连, 并通过低温单轴压缩试验机数据采集系统对环境箱内空气温度进行监测和记录。模具内雪颗粒温度通过带有 6 个测温点的 T 型温度传感器监测, T 型温度传感器竖直插入模具中, 第一个传感器位于模具底部, 以 10 mm 间隔向上排布, 可以测量模具内的垂向温度分布。雪颗粒温度通过无纸记录仪单独记录, 温度采集频率为 $1 \text{ 次}/\text{min}$ 。

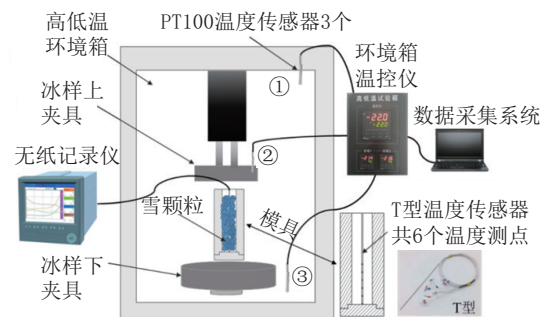


图 3 雪颗粒温度校准实验原理示意

Fig.3 Schematic diagram of temperature calibration experiment for snow particles

低温环境箱设定温度为 -5 、 -10 、 -15 和 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ 时, 模具内雪颗粒温度如表 2 所示, 温差最大可达 $1.8 \text{ }^\circ\text{C}$, 在设定值为 $-5 \text{ }^\circ\text{C}$ 时, 雪颗粒温度高于 70 MPa 和 100 MPa 压力熔点温度, 实验无法进行; 在设定值为 $-10 \text{ }^\circ\text{C}$ 时, 雪颗粒温度与 100 MPa 下冰的压力熔点相近, 由此确定如表 2 所示的雪压力烧结实验方案。在加载速率 $3.5 \text{ kN}/\text{min}$ 、初始密度 $0.55 \sim 0.61 \text{ g}/\text{cm}^3$ 和烧结时间 60 min 条件下, 开展 $-3.5 \sim -17.3 \text{ }^\circ\text{C}$ 温度和 $10 \sim 100 \text{ MPa}$ 压力范围内的雪压力烧结实验。

表2 实验方案

Table 2 Experimental scheme

环境箱温度设定值/°C	雪颗粒温度/°C	应力设定值/MPa			
-5	-3.513	10	40		
-10	-7.912	10	40	70	80
-15	-12.524	10	40	70	100
-20	-17.319	10	40	70	100

2 结果与讨论

2.1 雪压力烧结过程中的密度演化规律

2.1.1 烧结时间对冰样密度的影响

在不同温度和应力条件下所制备的冰样密度随时间的演化规律如图4和图5所示。在相同温度和压力条件下进行的3组试验,所得的冰样密度具有一定的随机性,但可重复性很高,冰样密度与时间关系具有规律性。雪在压力烧结过程中密度随着时间的增加先增大而后保持不变。从图4可以看出,在相同温度条件下,应力的增加不仅会缩短冰样密度达到稳定值时所需的时间,而且还会影响冰样的最终烧结密度。从图5可以看出,在应力为10 MPa

时,不同温度条件下冰样密度达到稳定所需的时间均不小于60 min;而在40~100 MPa应力范围内,不同温度条件下冰样密度均在开始加载后的20 min内达到了稳定。其中,当应力为40 MPa,温度为-3.5 °C时,冰样密度仅在加载开始的10 min内达到稳定,所需时间最短并且冰样的最终烧结密度接近0.917 g/cm³。

2.1.2 烧结应力对冰样密度的影响

相同温压条件下的3组实验结果相近,故在对比分析烧结应力对冰样密度的影响时只选取一组实验结果。相同温度不同应力条件下冰样密度与烧结应力的关系如图6所示,除在-3.5 °C外,在相同温度条件下冰样在烧结过程中,其密度随着应力的增大整体呈增大趋势,所获得的冰样最终烧结密度有所不同。由图中曲线斜率可知,在相同温度、相同加载应力区间段内,冰样密度变化随应力增长的曲线斜率基本一致,到应力达到40 MPa后曲线斜率逐渐减小,且应力越大时曲线越趋于平缓,即冰样密度的增长速率随着应力的增大先增加后减小,最后趋于0。

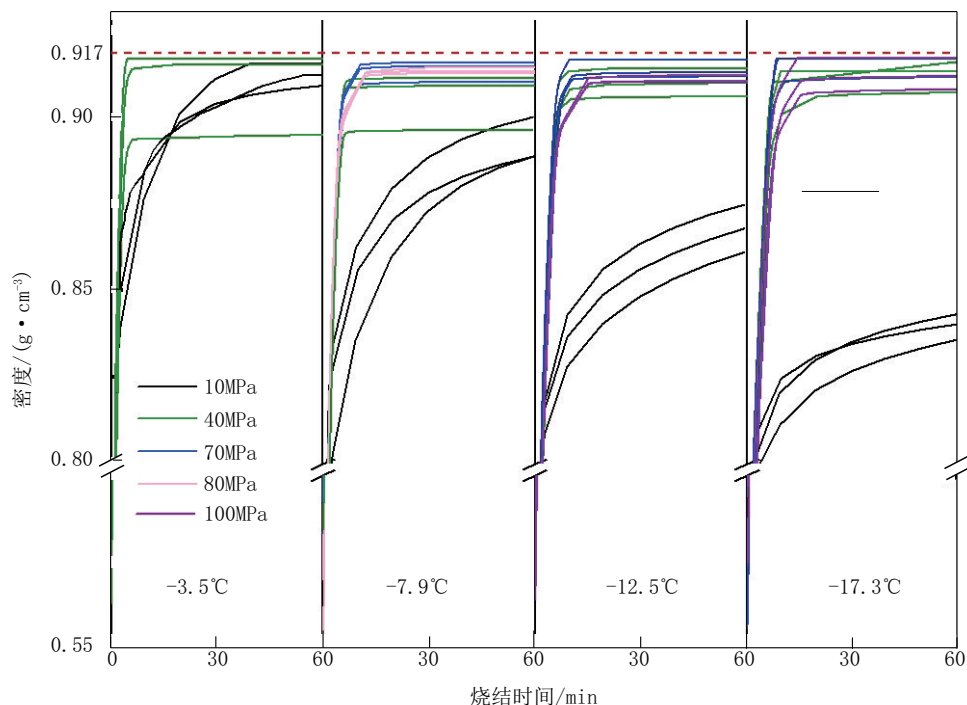


图4 不同应力相同温度条件下雪在压力烧结过程中的密度与时间关系

Fig.4 Relationship between ice density and sintering time at same temperature and different stress

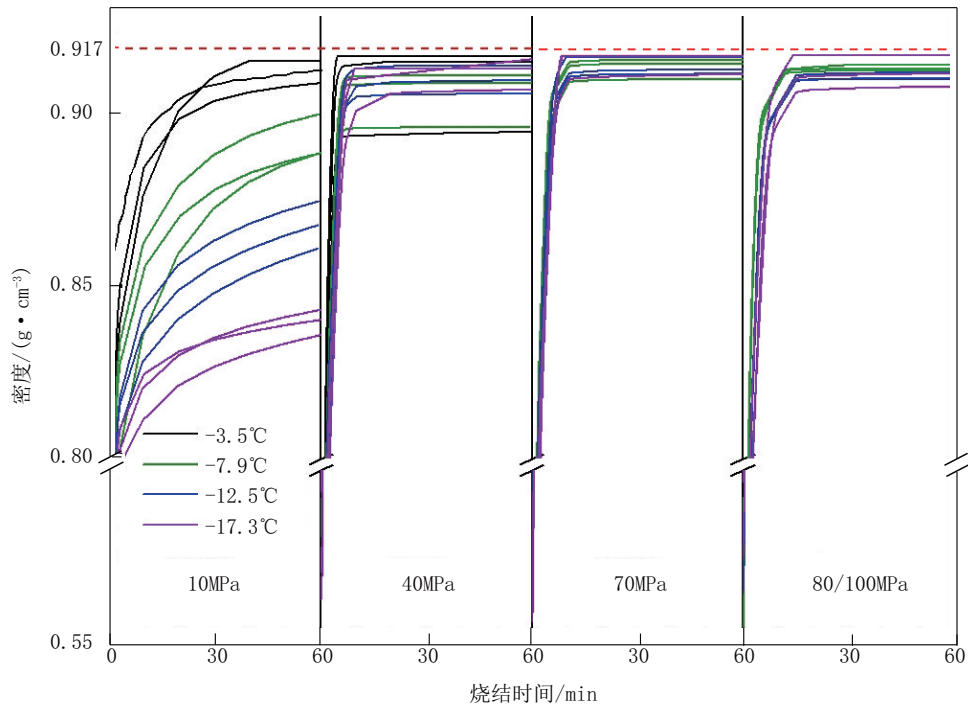


图5 不同温度相同应力条件下雪在压力烧结过程中的密度与时间关系

Fig.5 Relationship between ice density and sintering time at same stress and different temperature

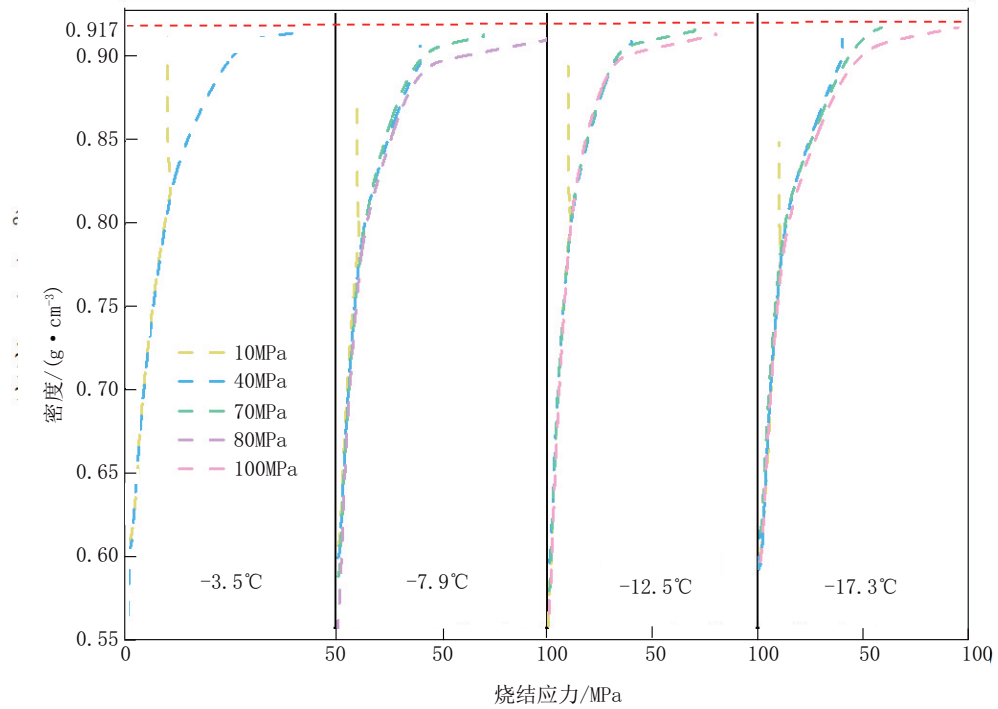


图6 相同温度不同应力条件下冰样密度与烧结应力的关系

Fig.6 Relationship between ice density and sintering stress at same temperature

相同应力、不同温度条件下,冰样密度与烧结应力的关系如图7所示,在应力为10 MPa时,冰样在压力烧结过程中密度随着应力的增加而增大,当加载应力达到10 MPa后冰样密度继续增加,当温度为 -3.5 、 -7.9 、 -12.5 和 -17.3 $^{\circ}\text{C}$ 时,冰样最终烧结密度分别增加到 0.917 、 0.898 、 0.843 和 0.898 g/cm^3 。在应力为40 MPa时,冰样在压力烧结过程中密度随着应力的增加而增大,当加载应力达到40 MPa后,

当温度为 -3.5 和 -7.9 $^{\circ}\text{C}$ 时冰样密度不再增加,冰样最终烧结密度分别为 0.917 和 0.905 g/cm^3 ;而当温度为 -12.5 和 -17.3 $^{\circ}\text{C}$ 时,冰样密度继续增加,平均密度最大值分别为 0.913 和 0.915 g/cm^3 。在应力为70和80、100 MPa时,冰样在压力烧结过程中密度随着应力的增加而增大,当加载应力达到设定值后,各温度条件下冰样密度不再增加,冰样最终烧结密度接近 0.917 g/cm^3 (如图7)。

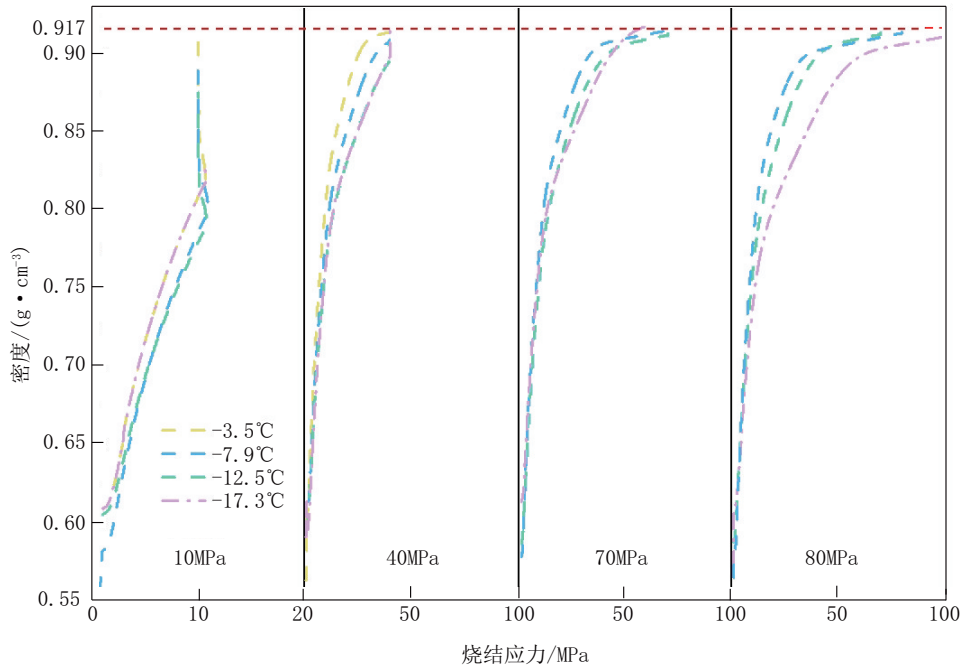


图7 相同应力不同温度条件下冰样密度与烧结应力的关系

Fig.7 Relationship between ice density and sintering stress at different temperature

2.2 冰样的最终烧结密度

在不同温度和压力条件下,通过压力烧结法制备的冰样最终烧结密度与温度和应力的关系如图8所示。

各组试验的初始雪密度在 $0.55\sim 0.61$ g/cm^3 之间,图中表明在相同温度和不同应力或相同应力不同温度条件下制备的冰样最终烧结密度对该范围内的初始雪密度无明确关联性,因此本文中所使用的初始雪密度可视为不变量,不探讨其对冰样密度的影响。在低于 -3.5 $^{\circ}\text{C}$ 相同温度条件下,冰样的最终烧结密度随着应力的增加先增大而后保持不变。温度降低时,冰样最终烧结密度从低应力到高应力增加的幅度变大,在温度为 -17.3 $^{\circ}\text{C}$ 、应力为10和40 MPa时,冰样的密度差最大,差值为 0.07 g/cm^3 ;在

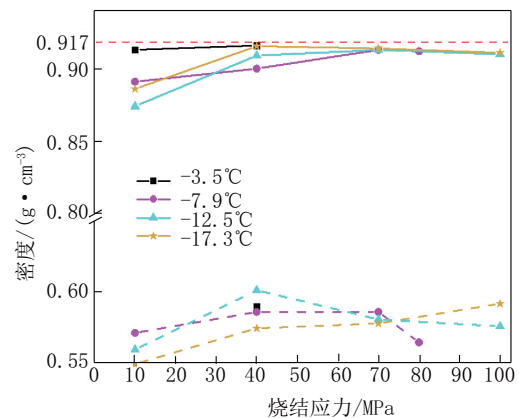


图8 不同温度和应力条件下冰样的稳定密度值

Fig.8 Steady density of the ice sample at different temperature and stress

温度为 $-7.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应力为10和40 MPa时,冰样的密度差值为 0.008 g/cm^3 ;当温度为 $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应力为10和40 MPa时,冰样的密度差最小,仅为 0.0004 g/cm^3 ,这可能是由于在近冰融点温度范围内,雪压力烧结的密度演化机制与低温条件时有所不同。

在应力为10 MPa且烧结时间相同时,温度越低制备的冰样最终烧结密度越小,在 -17.3 和 $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,冰样最终烧结密度分别为 0.843 和 0.917 g/cm^3 。在应力为40 MPa且烧结时间相同时,在较低温度 -12.5 和 $-17.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和近压力融点温度 $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时所制备的冰样最终烧结密度几乎相同,接近 0.917 g/cm^3 ,却均高于在 $-7.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度时所制备的冰样最终烧结密度 0.905 g/cm^3 ,这说明在40 MPa应力条件下雪颗粒的可压缩性对温度非常敏感,随着温度的降低,雪颗粒的可压缩性先减小后变大:在本文的试验条件范围内,在 $-7.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时所呈现的可压缩性最小,可能是在此温度条件下雪颗粒在压实过程中形成了骨架,阻碍了雪颗粒进一步密实的可能性;当在 -12.5 和 $-17.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的较低温度时,雪颗粒可能保持着颗粒状,有利于自适应最大密度空间排布方式(如图9所示,视雪颗粒为球体);而在 $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 近压力融点温度时,雪颗粒间有存在液态水膜的可能性,有利于雪颗粒密实。在应力为70 MPa且烧结时间相同时, -7.9 、 -12.5 和 $-17.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度条件下所制备的冰样最终烧结密度几乎相同接近 0.917 g/cm^3 。在应力为100 MPa且保压时间相同时, -12.5 和 $-17.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度条件下所制备的冰样最终烧结密度几乎相同,接近 0.917 g/cm^3 ,因在 $-7.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度条件下冰样在加载到86 MPa时已达到压力融点,试验过程中应力最大设定为80 MPa,此时冰样密度同样接近 0.917 g/cm^3 。

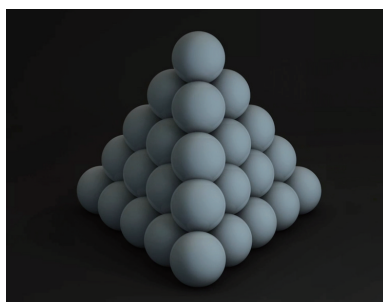


图9 颗粒状材料空间最密堆积方式

Fig.9 The most densely packing mode of granular snow in space

3 结论

本文采用压力烧结法制备小尺寸人工冰样,针对烧结应力和烧结时间对雪压力烧结过程中的密度演化和冰样最终烧结密度的影响进行了系统性的实验研究,得出如下结论:

(1)烧结温度与时间相同情况下,冰样的最终烧结密度会随着应力的增大而增大且当应力超过一定临界值后,冰样密度保持不变。 $-7.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度时的应力临界值为70 MPa; $-12.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度以下的应力临界值为40 MPa; $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的应力临界值不在本文的实验条件范围内。不同温度和应力条件下制备冰样所能获得的最终烧结密度不同,在 $-7.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下、10 MPa或者 $-7.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、40 MPa条件下所能制备的冰样密度通常无法达到 0.917 g/cm^3 。

(2)烧结应力与时间相同的情况下,不同温度条件下冰样在压力烧结过程中的密度与施加的应力有关,应力为10 MPa时,温度越低制备的冰样密度越小;应力为40 MPa时,雪颗粒的可压缩性对温度较为敏感,随着温度的降低,雪颗粒的可压缩性先减小后增大,即冰样密度先减小后增大;当应力超过70 MPa时,冰样最终烧结密度大小相近,约为 0.917 g/cm^3 。

(3)制备密度为 0.917 g/cm^3 冰样所需的时间与温度和应力条件有关,在 $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和10 MPa应力条件下所需的时间最长为60 min;在40~100 MPa应力下,不同温度条件下所需的时间在10~20 min;在 $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度和40 MPa应力条件下所需的时间最短,为10 min。

(4)通过压力烧结法制备小尺寸人工冰样时,可以根据实验室设备具备的温度条件和加载能力,选择低应力10 MPa、近冰融点温度 $-3.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、在较长时间60 min条件下或高应力40~100 MPa、低温度 $-7.9\sim-17.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、在较短时间20 min条件下制备最终密度为 0.917 g/cm^3 的人工冰样。

参考文献(References):

- [1] 张楠,王亮, Pavel Talalay, 等. 极地冰钻关键技术研究进展[J]. 探矿工程(岩土钻掘工程), 2020, 47(2): 1-16.
ZHANG Nan, WANG Liang, Pavel Talalay, et al. Advances in research on key technology for ice drilling in the polar regions [J]. Exploration Engineering (Rock & Soil Drilling and Tunneling), 2020, 47(2): 1-16.
- [2] Mellor M., James H. Creep of snow and ice [J]. US Army Cold

- Regions Research and Engineering Laboratory, 1967, 1(2): 843-855.
- [3] Goughnour R. The soil-ice system and the shear strength of frozen soils[D]. Michigan: Michigan State University, 1967.
- [4] Lile R.C.. Rheology of polycrystalline ice[D]. Melbourne: University of Melbourne, 1979.
- [5] Cole D M. Preparation of polycrystalline ice specimens for laboratory experiments[J]. Cold Regions Science and Technology, 1979, 1(2):153-159.
- [6] Durham W B, Kirby S H, Stern L A. Effects of dispersed particulates on the rheology of water ice at planetary conditions[J]. Journal of Geophysical Research: Planets, 1992, 97 (E12): 20883-20897.
- [7] 高向群, 黄茂桓, 张家懿, 等. $-1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下多晶冰在振动荷载下的蠕变[J]. 冰川冻土, 1994, 16(3):259-264.
GAO Xiangqun, HUANG Maohuan, ZHANG Jiayi, et al. Creep of polycrystalline ice under cyclic loading at $-1\text{ }^{\circ}\text{C}$ [J]. Journal of Glaciology and Geocryology, 1994, 16(3):259-264.
- [8] Song M, Cole D M, Baker I, et al. An investigation of the effects of particles on creep of polycrystalline ice[J]. Scripta Materialia, 2006, 55(1):91-94.
- [9] 徐洪宇, 赖远明, 喻文兵, 等. 人造多晶冰三轴压缩强度特性实验研究[J]. 冰川冻土, 2011, 33(5):1120-1126.
XU Hongyu, LAI Yuanming, YU Wenbing, et al. Experimental research on triaxial strength of polycrystalline ice[J]. Journal of Glaciology and Geocryology, 2011, 33(5):1120-1126.
- [10] Hidas K, Tommasi A, Mainprice D, et al. Microstructural evolution during thermal annealing of ice-Ih [J]. Journal of Structural Geology, 2017, 99:31-44.
- [11] Craw L, Qi C, Prior D J, et al. Mechanics and microstructure of deformed natural anisotropic ice[J]. Journal of Structural Geology, 2018, 115:152-166.
- [12] Hammonds K, Baker I. The effects of H_2SO_4 on the mechanical behavior and microstructural evolution of polycrystalline ice [J]. Journal of Geophysical Research, 2018, 123(3):535-556.
- [13] Stern L A, Durham W B, Kirby S H, et al. Grain-size-induced weakening of H_2O ices I and II and associated anisotropic recrystallization[J]. Journal of Geophysical Research, 1997, 102 (B3):5313-5325.
- [14] Goldsby D L, Kohlstedt D L. Superplastic deformation of ice: Experimental observations [J]. Journal of Geophysical Research, 2001, 106(B6):11017-11030.
- [15] Hamann I, Weikusat C, Azuma N, et al. Evolution of ice crystal microstructure during creep experiments[J]. Journal of Glaciology, 2007, 53(182):479-489.
- [16] Saruya T, Nakajima K, Takata M, et al. Effects of micro particles on deformation and microstructural evolution of fine-grained ice[J]. Journal of Glaciology, 2019, 65(252):531-541.
- [17] Schwarz J, Frederking R, Gavrillo V, et al. Standardized testing methods for measuring mechanical properties of ice [J]. Cold Regions Science and Technology, 1981, 4(3):245-253.
- [18] 张大长, 刘明源, 包涛. 淡水冰单轴受压力学特性的试验研究[J]. 工程力学, 2011, 28(7):238-244.
ZHANG Dachang, LIU Mingyuan, BAO Tao. Experimental study on mechanical properties of fresh water ice subjected to uniaxial compressive load[J]. Engineering Mechanics, 2011, 28(7):238-244.

(编辑 李艺)