

平成18年度科学研究費補助金（基盤研究（S））研究状況報告書

◆ 記入に当たっては、「平成18年度科学研究費補助金（基盤研究（S））研究状況報告書記入要領」を参照してください。

ローマ字		AZUMA NOBUHIKO					
① 研究代表者氏名		東 信彦		② 所属研究機関・部局・職 長岡技術科学大学・工学部・教授			
③ 研究課題名	和文	高分解能計測技術を用いた極地氷床氷のマイクロ物性の解明と変形機構図の構築					
	英文	Investigation of micro-physical and chemical processes in polar ice sheet using high-resolution laser techniques					
④ 研究経費		平成16年度	平成17年度	平成18年度	平成19年度	平成20年度	総合計
18年度以降は内約額 金額単位：千円		43,200	23,400	5,500	5,500	5,500	83,100
⑤ 研究組織（研究代表者及び研究分担者） *平成18年3月31日現在							
氏名	所属研究機関・部局・職	現在の専門		役割分担（研究実施計画に対する分担事項）			
東 信彦	長岡技術科学大学・工学部・教授	雪氷物理学		研究総括，氷変形実験および氷物性理論			
伊藤 義郎	長岡技術科学大学・工学部・教授	レーザー応用工学		高分解能不純物分析法の開発			
明田川 正人	長岡技術科学大学・工学部・助教授	精密工学		極微小変位観測手法の開発			
高田 守昌	長岡技術科学大学・工学部・助手	雪氷計測学		装置設計製作および実験			
佐藤 和秀	長岡工業高専・教授	雪氷化学		不純物分析			
⑥ 当初の研究目的（交付申請書に記載した研究目的を簡潔に記入してください。）							
<p>地球の気候変動メカニズムを解明するために極地氷床氷の分析や氷床モデリングが盛んに行われているが、分析データの解釈やモデル構築のうえで極めて重要である氷床中のマイクロ物理化学プロセスについては未解明な部分が多い。特に氷床中の氷結晶の変形機構や変形に伴う結晶集合組織の変化、含有不純物分布の時間空間的变化などはそのプロセスを実験室で再現することが困難なため殆ど研究が進んでいない。本研究では、最先端のレーザー応用工学を導入し、氷床中の氷結晶変形機構の解明と流動に伴う氷中の環境・気候指標物質の挙動の解明を目的として、期間内に以下の研究を行う。</p> <p>(1)現在開発中のレーザー干渉測長技術を用いて、氷の拡散クリープ領域でのナノメートルオーダーの微小変位の観測手法を確立する。</p> <p>(2)これまでに我々が開発したレーザーアブレーションによる微小領域の含有不純物分析技術をさらに発展させ氷結晶中の不純物分布構造とその熱力学的挙動を調べる。</p> <p>(3)氷床中のマイクロ物理化学プロセスを実験室で再現し、氷床氷の結晶集合組織発達と含有不純物との相互作用を含めた氷床氷変形機構図の構築を目指す。</p>							

⑦これまでの研究経過（研究の進捗状況について、必要に応じて図表等を用いながら、具体的に記入してください。）

1. レーザー干渉測長法による微小変位計測技術の開発

歪み速度が 10^{-10} – 10^{-14} s⁻¹と非常に微小な極地氷床氷の変形を精密レーザー干渉計でリアルタイム測定することを目的とし、以下の研究開発を行った。

(1) レーザー干渉計方式の検討試作

次の性能を満たすことが要求される。

- ・変形測定分解能：1nm（出来ればサブnm）、最大測定可能変形量：10 μ m,
- ・氷試料の大きさ：最大60mm、測定温度：-10 $^{\circ}$ C–40 $^{\circ}$ C,
- ・温度安定性： $\pm 0.001^{\circ}$ C、連続測定時間：1週間

以上の性能を満たすために、図1に示す干渉計を考案試作した。主に留意した点は、1) 温度変化に伴う氷試料の熱膨張による変位を取り除くため、荷重試料と無荷重試料の変位量の差を干渉計で差動測定し定量化する手法を採用した。2) 1nm以下の分解能を達成するために、マルチパス（4パス）マイケルソン干渉計とし、90 $^{\circ}$ 毎の位相の異なる4個の干渉縞を合成演算することで、波長以下の変位補間を実行する手法を採用した。3) 干渉計を保持する台座及び光学素子ホルダーの熱変形を極力抑えるため、極低熱膨張ガラスセラミクス（平均線膨張率： $0\sim 0.2\times 10^{-7}$ K⁻¹(-30 $^{\circ}$ C–20 $^{\circ}$ C)と低熱膨張ニッケル合金（平均線膨張率： -0.07×10^{-6} K⁻¹）を採用して製作した。

(2) 実験環境の整備

ナノメートル計測に必須となる実験環境システムを構築した。システムは、氷試料の変形を計る干渉計本体を置く恒温低温室と、周波数安定化HeNeレーザーと電子機器を配置する常温恒温室に分けられる。常温・低温恒温室には、それぞれ除振台を置き、周波数安定化レーザー及び低温恒温セルを配置する。低温恒温セルは、断熱材と銅板を複層シェル構造にし、外部からの恒温冷媒を循環させ、所定の温度を得る構造とする。干渉計の屈折率揺らぎを低減するために、内部恒温チャンバーには屈折率揺らぎが空気より1桁小さいHeを充填し、干渉計を設置した。チャンバー内圧 $10^5\pm 1$ Paとし、屈折率揺らぎを 10^{-9} 以下に抑止する。Heチャンバーに置いた干渉計には、光ファイバーで導光する。なお、Heチャンバー中の温度と気圧はそれぞれ、1mK、0.1Pa分解能の温度計と気圧計で常時モニターするようにした。現在のところ0.005 $^{\circ}$ C程度の温度安定度が達成出来た。

(3) 常温下および低温下での装置の評価

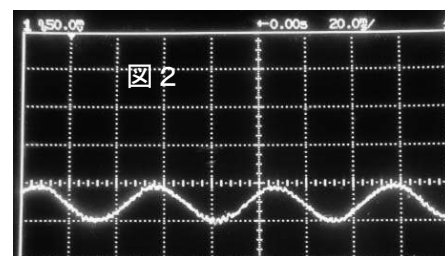
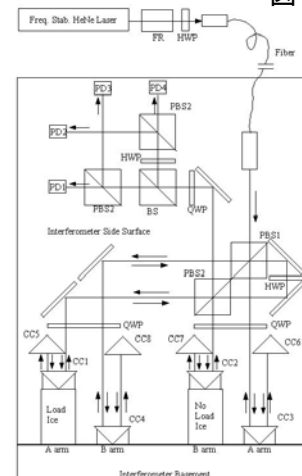
干渉計の分解能評価を常温下で行った。図1に示した氷試料を変形しない金属固体と圧電素子に置き換え、圧電素子により可動コーナキューブを強制的に変位させ干渉縞を観察した。図2におよそ2nm圧電素子を変位させたときの干渉計出力を示す。この図より充分1nm以下の分解能で、変位が測定可能である。低温（-15 $^{\circ}$ C）下では、多くの障害を克服し、干渉計の干渉縞を得るところまで進捗した。

2. レーザーアブレーションによる氷の微小領域の含有不純物分析技術の開発

氷床氷中に含まれる不純物の分布状態を知ることが目的とし、試料を局所的に気化するレーザーアブレーションと質量分析計を組み合わせた装置開発を行なっている。

従来の氷中不純物の分析はICPによる元素分析が主であったが、化合物や同時多成分分析を狙うためには、質量分析による分析を氷に対しても行う必要がある。これまでのLIFやLIBSによる分析の経験を元にppmオーダーの不純物を検出可能な感度を有する四重極型質量分析計の機種選定を行った。氷試料は、昇華を防ぐために大気圧付近に試料を設置し、また、効率よい冷却のためには冷却ガス中でアブレーションさせることが望ましい。そこで、試料を大気圧付近でアブレーションし、気化試料を質量分析計へ輸送する方式を採用した。気化試料の輸送方式として、差動排気方式と、キャピラリー方式を検討した。両方式とも、気体として安定な成分（He、N₂、CO₂など）の導入には成功した。また、差動排気方式では、エタノール含有の氷試料から、エタノールに起因する質量数の信号の増加を確認した。しかし、氷床氷中の検出対象成分である、Na、Clを含有させた氷試料の分析から、それらのピークを検出できなかった。一方、キャピラリー方式は成功すれば利便性・応用性が期待されるのであるが、水の質量ピークの増加が見られず、Fe試料の実験では、キャピラリーが閉塞しサンプルの導入が不可能となった。このような結果から、大気中で不安定な物質や付着製の高い物質は、管に付着してしまうため、氷床氷中に含まれる不純物の分析にはキャピラリー方式は適していないと判断した。そこで、試料を大気圧付近でアブレーションする方式を断念し、これまでに薄膜の氷試料の分析で実績のある、高真空中の質量分析チャンバーに試料を直接入れアブレーションさせる方式に改良中である。今回のミリメートル厚の試料については報告が無く、試料の冷却、昇華、分析システムの汚染対策を考慮した試料導入チャンバーを考案、設計し、現在製作中である。

図1



⑧特記事項 (これまでの研究において得られた、独創性・新規性を格段に発展させる結果あるいは可能性、新たな知見、学問的・学術的なインパクト等特記すべき事項があれば記入してください。)

1. レーザ干渉測長法による微小変位計測技術の開発

これまで物質の低速クリープ変形の変位測定にこの方法は使われたことが無く、まして低温下での氷の変形に使われたことは無い。本計測技術そのものは新規なものではないが、低温下で長時間にわたりナノメートルオーダーの変位計測は実績が無く、この技術の開発は容易ではない。これまでのところ、氷微小変位計測用のマルチパスマイケルソン干渉測長機を試作開発し、1nm以下の測定分解能を有することを確認した。この方法が完成すれば極低歪速度領域での氷の流動側を得ることが出来、現在論争中である極地氷床氷の流動メカニズムの解明に大きく貢献する。また氷床流動シミュレーションの分野や流動モデルによるコアの年代決定の分野に大きく貢献する。

2. レーザーアブレーションによる氷微小領域の含有物分析技術の開発

現在、極地氷床中の環境・気候指標物質(含有不純物)の分布は深さ方向に数ミリの位置分解能で測定されるようになり、そのプロファイルからより高時間分解能の古気候・古環境復元が試みられている。しかし氷床中での物質拡散や再結晶等の結晶組織変化に伴う物質の移動により結晶サイズ(mmからcmオーダー)の空間スケールで物質の再分布が起きていると考えられる。さらにこれら不純物の局所分布は氷の力学的性質に大きな影響を及ぼす。本方法が開発されれば、再結晶などの方法で氷試料中の不純物移動を誘起し、物質移動の前後で不純物の分布状態を調べることにより、微量含有不純物の局所分布構造と熱力学挙動および流動との相互作用を明らかにすることができる。

⑨研究成果の発表状況 (この研究費による成果の発表に限り、学術誌等に発表した論文(掲載が確定しているものを含む。)の全著者名、論文名、学協会誌名、巻(号)、最初と最後のページ、発表年(西暦)、及び国際会議、学会等における発表状況について記入してください。なお、代表的な論文3件に○を、また研究代表者に下線を付してください。)

(学会発表)

明田川正人, 高田守昌, 東信彦, 安濃一樹, 木暮貴博: 極地氷床氷の歪速度の精密干渉計による計測(第1報: 装置の基本構想と常温での性能確認). 2006年度精密工学会春季大会学術講演会講演予稿集(東京理科大学野田校舎), 2006, N06

M. Takata, T. Hondoh, Y. Fujii, N. Azuma: Optical Scattering Analysis of Dome Fuji Ice Core, Antarctica. European Geosciences Union general assembly, Vienna, Austria, 2006.4

安濃一樹, 明田川正人, 小暮貴博, 高田守昌, 東信彦: レーザ干渉測長法による氷の微小変位測定技術の開発. 2005年度日本雪氷学会全国大会講演予稿集(旭川), 162, 2005

高田守昌, 伊藤義郎, 熊谷匡広, 大場勝行, 東信彦: 水中の不純物分布測定装置の開発. 日本雪氷学会全国大会講演予稿集(旭川), 151, 2005