

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 3 年 10 月 18 日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2016

課題番号：26610178

研究課題名(和文)地球軌道付近に存在する惑星間ダストの特徴と起源の解明

研究課題名(英文)Characterization and origin of interplanetary dust at the Earth's orbit

研究代表者

野口 高明(Noguchi, Takaaki)

九州大学・基幹教育院・教授

研究者番号：40222195

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：国際宇宙ステーションにおいて2000年から2005年に行われたSM/MPAC and SEED実験では、各種材料の曝露実験とともに、2種類の捕獲媒体を使った微小粒子の捕獲実験も行われた。シリカエアロジェルからはスペースデブリだけではなくマイクロメテオロイドも回収され研究が行われた。本研究では、他に搭載実績の無い不透明なスポンジ状の物質であるポリイミドフォームから試料を回収する方法を確立した。シリカエアロジェルと比べて、ポリイミドフォームでは捕獲粒子は多数の薄膜を貫く間に減速されるので、加熱の程度はずっと低いことが明らかになった。長さ4mmのトラックから捕獲試料を回収し分析した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

スペースデブリの重要性についてはしばしば話題に上っている。その数は小さいものほどべき分布で多くなるが、どのような物質が多いかはよく分かっていない。本研究では、国際宇宙ステーションにおいて2000年から2005年に行われたSM/MPAC and SEED実験で捕獲された試料の分析と、2種類の捕獲媒体の評価を行った。シリカエアロジェルからはスペースデブリと天然物であるマイクロメテオロイドも回収し研究した。ポリイミドフォームからはNaClの結晶が回収された。2000年にロシア・ソ連のMir宇宙ステーションでおこなわれた捕集実験と比べて、捕獲物質におけるスペースデブリの比率はかなり高かった。

研究成果の概要(英文)：SM/MPAC and SEED experiments were performed from 2000 to 2005 at the International Space Station. Various raw materials were exposed to the environment at a low earth orbit and capture experiments of fine-grained space debris and micrometeoroids by using two kinds of capturing materials. In this study, we developed the way to recover fine-grained captured grains from non-transparent spongy material, polyimide foam. The degrees of frictional heating during capturing process by polyimide foam are much lower than the degrees of heating during capture by silica aerogel, which has been used by some space missions like NASA Stardust Mission. We recovered captured grains from a 6-mm long track in a polyimide foam.

研究分野：鉱物学

キーワード：ポリイミドフォーム マイクロメテオロイド スペースデブリ シリカエアロジェル 国際宇宙ステーション 透過電子顕微鏡

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1. 研究開始当初の背景

高度 2000km 以下の地球低軌道で捕獲されるマイクロメテオロイドは、地球上で回収される惑星間塵や微隕石と相補的な微小地球外物質とされる。しかし、ロシアの宇宙ステーション Mir においてシリカエアロジェルを使って回収されたマイクロメテオロイドの研究(Hörz et al., 2000)が最近まで唯一の例であった。高シリカエアロジェルとは、薄く白濁した半透明の極低密度(約 1 g/cm^3 程度)シリカゲルである。この捕獲実験が成功したことによって、大きな相対速度(数 km/s)を持って衝突してくる微小粒子を捕獲するにはシリカエアロジェルが最適であると考えられるようになった。その後、NASA によって 2004 年に打ち上げられ、81P /Wild 2 彗星から放出された塵を捕獲し地球に持ち帰った Stardust 探査機でもシリカエアロジェルが使われた。

Mir におけるシリカエアロジェルを使ったマイクロメテオロイドの捕獲・研究に数年遅れて、JAXA も国際宇宙ステーション (ISS) を使った微小粒子の捕獲実験を行った。それが、SM/MPAC and SEED 実験である。これは、2000 から 2005 年にかけて行われ、地球低軌道における材料曝露実験及び微小粒子(宇宙ゴミであるスペースデブリと微小地球外物質であるマイクロメテオロイド)の捕獲実験から成り立っていた。研究代表者と連携研究者らは、2001 年より段階的に ISS より持ち帰られたシリカエアロジェルを調べ、微小粒子の衝突によって形成されたシリカエアロジェル表面の穴から捕獲粒子を回収・分析した。このような穴はしばしば、にんじん状の細長い形状をしており、衝突トラックという。研究代表者らは、捕獲微小粒子を取り出す方法を確立した。捕獲粒子のほとんどはスペースデブリであった。しかし、最終年度に回収されたシリカエアロジェルの衝突トラックからマイクロメテオロイドを回収することに成功し、その鉱物・岩石学的特徴と、酸素同位体比を分析することに成功した(Noguchi et al., 2011)。このマイクロメテオロイドは、炭素質コンドライト隕石のコンドルールによく似た特徴を持っていたが、鉱物学的な特徴が完全に一致する隕石はなかった。今日に至るまで、ISS で捕獲された唯一のマイクロメテオロイドである。この結果は、宇宙ステーションで地球外物質を捕集することができるということで、新聞や TV でも大きく取り上げられた。

しかしながら、マイクロメテオロイドの本体のコンドルール様物体を包含していた細粒鉱物の集まりは、ほとんど完全に熔融したことを示している。Stardust 探査機の捕獲粒子でも同じことが問題になった。これは、シリカエアロジェルが断熱材として大変に優れている(熱伝導率は、 $\sim 0.017 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$)ため、高速捕獲される微小粒子は、 > 2000 にマイクロ秒程度加熱されてしまうことで、数 μm 以

下の物質が熔融してしまうためである。

SM/MPAC and SEED 実験ではその他の捕獲媒体も搭載されていた。それがポリイミドフォームである。ポリイミドフォームは耐熱性のあるプラスチックであるポリイミドを発泡させたもので、0.5 mm 程度の大きさの泡の高数密度の集合体である。一つ一つの泡の膜の厚さは $1 \mu\text{m}$ 程度と非常に薄く、泡の接触部が菱をなして、その立体的なフレームワーク構造によって形を保っている。高速で衝突してくる粒子は、いわば極薄のポリイミドフォーム膜を多数貫いている間に減速されて捕獲されるため、粒子捕獲過程の間粒子が接触し続けているシリカエアロジェルよりも摩擦熱による加熱の影響が小さいのではないかという期待があったが、証明されていない。

ISS に搭載されていたポリイミドフォームには、衝突してきた微小粒子の位置が分かるように $10 \mu\text{m}$ のポリイミド膜が乗せられていた。このため、微小粒子が衝突することで膜に穴が空くため、衝突していることが判断できる。しかし、ポリイミドは不透明な物質であるため、粒子を回収する方法は ISS 搭載時に検討されていなかった。

2. 研究の目的

研究代表者らは、ISS に搭載されたポリイミドフォームから、捕獲粒子を取り出す方法を開発・確立することが第一の目的である。その過程で、シリカエアロジェルよりもポリイミドフォームの方が捕獲過程の摩擦による加熱の影響が少ないかどうかを評価する。そして、回収したマイクロメテオロイドの鉱物科学的な特徴を明らかにして、他の微小地球外物質の特徴と比較しつつ、マイクロメテオロイドの起源を検討することが第二の目標である。

3. 研究の方法

放射光高分解能 X 線透過像観察によって捕獲部位を段階的に絞ることで、不透明な物質から捕獲試料を取り出す当初計画であった。しかしながら、ひとつのビームラインでは段階的に分解能を挙げられないことが判明した。そのため、実験室レベルの高空間分解能の X 線 CT を使った方法を用いることにした。京都大学の土山教授の紹介で、カール・ツァイスマイクロシステムズ株式会社の X 線顕微鏡を使わせて頂くことになった。

しかし、初年度は、研究代表者の移動に伴い、JAXA との研究締結をし直すことになったため、計画変更した。カールツァイスマイクロコピー株式会社の X 線顕微鏡を使い、ダミーのポリイミドフォームから微小粒子を検出する条件を決めることになった。ダミーのポリイミドフォームには微小粒子が捕獲されている必要があるため、それに適切な試料を入手する必要がある。JAXA のイプシロンロケットの開発の際に使用された微小粒子が捕獲されている可能性のあるポリイミ

ドフォームを株式会社 IHI 航空宇宙事業本部 宇宙開発事業推進部 スタッフグループ主幹の北澤幸人博士よりいただくことが出来た。これを ISS に搭載されたポリイミドフォームと同じ形状に加工する必要が生じた。この加工作業は、宇田教授の研究室で行って頂いた。このダミー試料にもとづいて、ポリイミドフォームに捕獲された数十 μm の金属粒子は Zeiss Xradia 510 Versa X 線顕微鏡で検出できることが分かった。

この条件を使って、2年目に実際に ISS に搭載されていたポリイミドフォームのなかで最も大きな衝突口を持つものを選び、実際に X 線顕微鏡を使った可視化を行った。この可視化によって、ポリイミドフォームに形成された衝突トラックの形状を明らかにすることが出来た。残念なことに、解析の結果、大きさ $8\mu\text{m}$ よりもおおきな捕獲粒子は見つけることができなかった。

X 線顕微鏡でトラックの形状を把握したポリイミドフォームは、JAXA つくば宇宙センターのクリーンルームでトラックの周囲を切除し、さらに X 線顕微鏡のデータに基づき、トラックの延長線に沿って左右にトラックを分割した。それらを研究代表者の研究室に持ち帰り、クリーンブース(本研究費で設置)内で光学顕微鏡観察を行った。さらに、左右に分割されたトラックの突入孔付近を研究室の SEM・EDS で、観察と分析を行った。蒸着無しで観察するため、JEOL JIB-4501 を低真空モードで使用した。しかし、衝突孔付近から大きさ $1\text{-}2\mu\text{m}$ の微粒子を見出すことはできたが、それ以上の大きさの捕獲粒子を見出すことはできなかった。

そこで、3年目は、クリーンブース内で左右に分割されたトラックを更に深さ方向に 3 つ計 6 つに分割し、2年目と同様に低真空モードで SEM/EDS で、観察と分析を行った。各切片はオリジナルのポリイミドフォーム表面と平行な方向と、トラック内壁を見込む方向の 2 方向から観察を行った。その結果、トラック内壁を見込む方法から観察した場合の方が多くの捕獲粒子を発見できることが分かった。後者の方向からの観察は現在も継続している。

2 個のポリイミドフォーム試料は、2 方向から詳細に観察することが出来た。大きさ $10\mu\text{m}$ 程度の捕獲粒子を 5 個、 $1\text{-}4\mu\text{m}$ の捕獲粒子は 15 個程見出すことが出来た。それらの中からとくに大きなものを、クリーンブース内に設置したマイクロコンピュータを取り付けた工業用顕微鏡(本研究費で設置)を使い、取り出すことを試みた。5 個中 2 個をポリイミドフォームから取り出すことができた。大きさ $4\mu\text{m}$ 未満の捕獲粒子は、光学顕微鏡の最高倍率(対物 50 倍×接眼 10 倍)でもその位置を確定することが出来なかった。これは、このトラックの捕獲粒子がほぼ無色透明であるためだと考えられる。

取り出すことが出来た捕獲粒子は、あらか

じめ準備しておいた透過電子顕微鏡(TEM)用のエポキシ樹脂に包埋した。エポキシ樹脂を重合させた後に、研究室のウルトラミクロトームで厚さ 100nm の超薄切片に切り出した。

これらは九州大学超顕微鏡解析研究センター(筑紫キャンパス分室)の FEI Tecnai-20F を使って、研究代表者が観察・分析を行った。また、比較のため、JAXA が ISS の「きぼう」ユニットに搭載していたシリカエアロジェルに捕獲されていた微粒子も上記と同様の方法で取り出しエポキシ樹脂包埋し超薄切片を切り出して、TEM 観察・分析を行った。

4. 研究成果

(1) ポリイミドフォームに形成された衝突トラックの形状解析

SM/MPAC and SEED 実験において地球低軌道の空間に曝露されたポリイミドフォームの中で、最も大きな衝突口を持つものを用い、ポリイミドフォーム内部に形成されているトラックの 3 次元形状解析を行った。この試料を用いたのは、単に最も大きな衝突口を持つということだけではなく、衝突口周囲から、大きさ数 μm 以下の Mg と Si に富む粒子、Na と Cl に富む粒子、Ca に富む微粒子が検出されているためである(Yamanaka et al., 2011)。微粒子に含まれていた Mg の特性 X 線強度は Si のものよりもかなり高いことから、Forsterite (Mg_2SiO_4)の可能性が、また、Na と Cl に富む微粒子は Halite (NaCl)の可能性が高いと推測された。これらの存在は、捕獲粒子が天然物(マイクロメテオロイド)であり、スペースデブリ(宇宙ゴミ)ではない可能性を示唆しているからである。

ポリイミドフォームは、JAXA つくばより直接カールツァイスマイクロコピー株式会社のデモルームに持ち込み、不活性ガスを充填したグローブバッグ中でポリイミドフィルムにはさんだ上で、それらをメンブレンボックスに固定し、ボックスごと ZEISS Xradia 510 Versa X 線顕微鏡に装着した。X 線の加速電圧は 50 kV である。試料と 2 次元検出器の距離を変え、また、対物レンズの倍率を変化させることで、トラック全体の可視化から捕獲粒子の探索までを行った。

船外曝露の際には、ポリイミドフォームの上には、ITO(酸化インジウムスズ)コーティングされたポリイミドフィルム(厚さ $25\mu\text{m}$)が載せられていた。そのフィルムの衝突痕から衝突した試料のサイズと大まかな入射方向が推測できる。衝突痕は $0.2\times 0.8\text{mm}$ の楕円状であり、斜めに入射したことを示している(Yamanaka et al., 2011)。トラックの延長線上で仮想的に切断した CT 再構築像を図 1 に示す。ポリイミドフォームは 0.5 から 1mm の泡の集合体という不均質な物質であるにも関わらず、均質なシリカエアロジェルに形成されたトラックのようなキャロット形状を持つ。トラックの長さは約 5mm 、トラックの最も太いところの直径は、約 1.2mm であ

った。シリカエアロジェルの場合、最も太いところの直径は粒子状の捕獲粒子の直径のおよそ10倍である(Kitazawa et al., 1998)。ポリイミドフォームの場合も同様の関係が成立するならば、捕獲粒子が十分に硬ければ大きさは100 μm あると予想される。しかしながら、衝突トラックの先端付近をより高空間分解能で探したが、大きさ8 μm よりも大きな捕獲粒子を見出すことが出来なかった。このことは、ポリイミドフォームの方が捕獲時に試料を破壊してしまう可能性と、補衝突してきた粒子が微粒子のゆるい集合体であった可能性を示唆している。

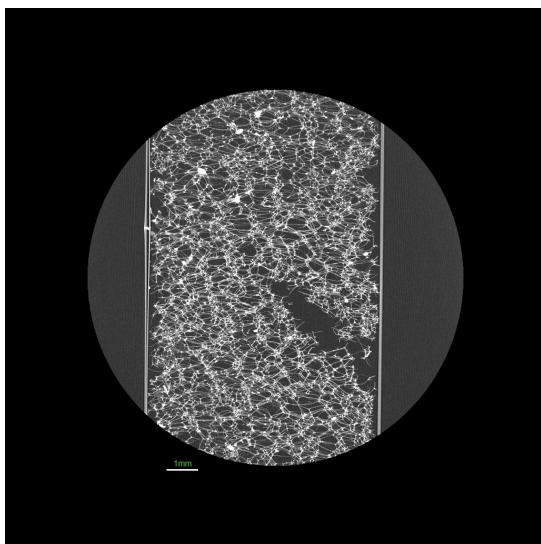


図1 X線顕微鏡によってはじめに可視化された、ポリイミドフォームに形成された衝突トラック

(2) ポリイミドフォームに捕獲された微粒子の特徴

X線顕微鏡による高空間分解能観察の視野は数mm四方と非常に限られるため、捕獲粒子を見逃している可能性は否定できない。そこで、X線顕微鏡のデータを使って衝突トラックを延長方向に分割し、さらに、ポリイミドフォームの表面に平行に、トラックを3段に分割した。それぞれを低真空モードでSEM/EDS観察・分析を行い、捕獲粒子の探索を行った。加速電圧15kV、スポットサイズ40、試料室の真空度は25Paであった。

ポリイミドフォームの詳細観察から、フォームの作成時にSiに富む物質(おそらくアモルファス SiO_2)と考えられる物質のコンタミネーションがあったことが分かった。これらは、ポリイミドフォームの個々の泡の骨格の交点に集合しているか、あるいは、泡の膜にサブミクロンの粒子として点在している。このため、ポリイミドフォームの膜や骨格の内部に取り込まれている粒子はコンタミネーションと判断した。そして、膜や骨格の表面に載っている微粒子のみを選んで観察・分析を行った。

MgとSiに富む微粒子の多くは、Siの特性

X線のピーク強度と比べてMgのピーク強度が同等程度から低いものであった。衝突口付近で見出されていたMgのピーク強度がSiのピーク強度よりもかなり強い微粒子は、これらよりもかなり少なかった。次に多いのが、Mg, Si, Caを含む微粒子であった。その次に多いのがSiとCaに富む微粒子であった。トラックの終端付近ではNaとClに富む微粒子が多く見られた。1例ずつしか見出せなかったものとしてはCaとSに富む微粒子Na, Mg, Si, K, Ca, Feを含む微粒子、KとClに富む微粒子があった。Alの試料載台にフォームを載せているため、常にAlのピークが検出されるため、上記の各種微粒子にAlが含まれるか否かは必ずしも明らかではない。しかし、ポリイミドフォームをそのままの状態(7cm \times 7cm \times 1cm)で衝突孔付近をSEM/EDS分析した際には、MgとSi、および、NaとClに富む微粒子からAlが検出されなかったことを考慮すると(Yamanaka et al., 2011)、今回トラック内壁から見出した微粒子でこれらの元素に富むものもAlを含まないものと考えられる。

MgとSi、あるいは、Mg, Si, Caが検出される微粒子はトラックの入り口から終端のどこでも直径5 μm を超えるものはほとんど見られず、多くは2-3 μm しかなかった。一方、NaとClに富む微粒子は大きさ10 μm を超えるものも見られた。また、SiとCaに富む微粒子も大きさ5-10 μm あるものが見られた。カンラン石や輝石のような化学組成を持つ微粒子が多数あるにもかかわらず、金属鉄や硫化鉄を見つけることは出来なかった。

(3) ポリイミドフォームに捕獲された微粒子のTEM観察・分析

トラックの末端が含まれるポリイミドフォーム片からSiとCaに富む微粒子を取り出し、超薄切片を作成し、TEMで観察した。図2に捕獲粒子の明視野像と電子線回折パターンを示した。捕獲粒子は内部構造を持たず、ハローパターンが示すように非晶質である。TEM/EDS分析からは、O, Al, Si, Caに富み、極微量のMgとTiを含むことが分かった。この化学組成だけでは、マイクロメテオロイドともスペースデブリとも判断できない。なお、耐熱セラミックスやガラスは割れる可能性が高いため、窓材を除くと宇宙空間に曝露される状態で宇宙機に使われることはない。しかしながら、捕獲粒子と類似の組成を持つ物質は既知の地球外物質には報告がない。さらなる研究を続け、その起源を明らかにする必要がある。

本研究の第一目標である、不透明なポリイミドフォームから捕獲粒子を取り出してTEM/EDS観察・分析するという事は達成できた。今後は、MgとSiに富む微粒子についてもTEM/EDSで観察・分析する計画である。これらが、輝石やカンラン石ということになれば、このトラックを作った衝突粒子の起源

を明らかにすることが出来ると考えられる。その上で、他のポリイミドフォームの衝突トラックから粒子回収を行えばと考えている。

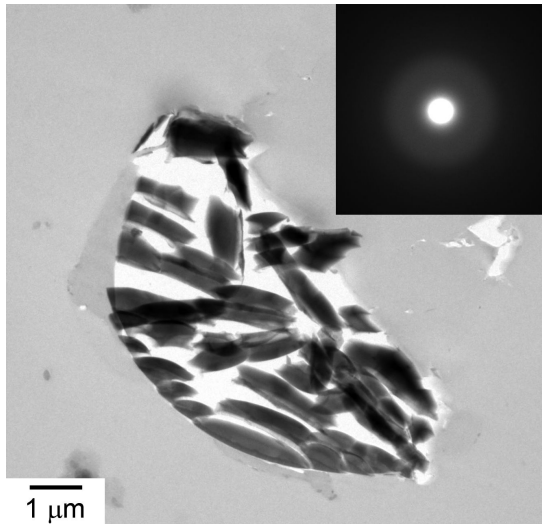


図2 ポリイミドフォームから回収された捕獲粒子の透過電子顕微鏡像

(4) シリカエアロジェルに捕獲された微粒子の TEM/EDS 観察・分析とポリイミドフォームに捕獲された微粒子との比較

ポリイミドフォームと共に船外曝露したシリカエアロジェルおよび「きぼう」モジュールで船外曝露されたシリカエアロジェルに捕獲されていた微粒子の分析も行った。ほとんどはスペースデブリであったが、2000年より10ヶ月曝露したシリカエアロジェルの衝突トラックから回収した微粒子は、特異な組織を持っていた(図3)。

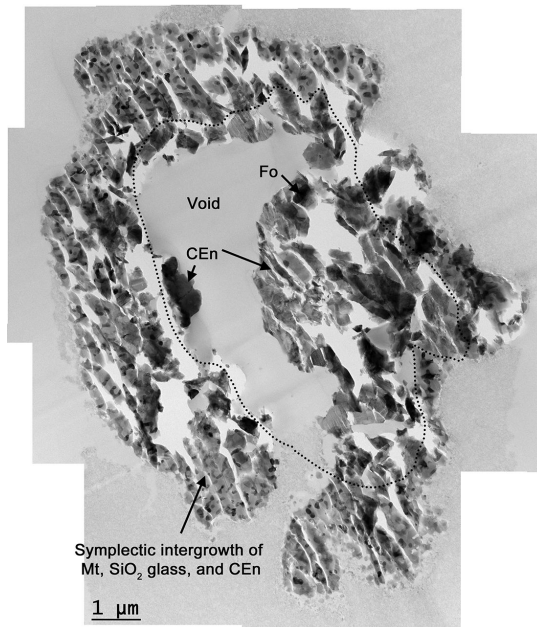


図3 シリカエアロジェルから回収された捕獲粒子の透過電子顕微鏡像

この捕獲粒子の周囲約2μmはシンプレクタイト組織を持つ。マグネタイト 非晶質SiO₂、

単斜エンスタタイトからなる。それに対して、中心部分は、エンスタタイトと少量のフォルステライトからなる。

周囲は、前駆物質が強い加熱を受けて、これらの相に分解したものと考えられる。ポリイミドフォームと比較すると、シリカエアロジェルは捕獲時の摩擦熱の影響が非常に顕著であることが分かった。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 0件)

[学会発表](計 0件)

[図書](計 0件)

[産業財産権]

出願状況(計 0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計 0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

[その他]
ホームページ等
<http://www.artsci.kyushu-u.ac.jp/~tnoguchi/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者
野口 高明 (NOGUCHI, Takaaki)
九州大学・基幹教育院・教授
研究者番号：40222195

(2) 研究分担者
なし

研究者番号：

(3) 連携研究者
木本 雄吾 (KIMOTO, Yugo)

宇宙航空研究開発機構・研究開発部門・ア
ソシエイトフェロー
研究者番号：60425783

(4)研究協力者

和気 美幸 (WAKI, Miyuki)
株式会社エイ・イー・エス

速水 信弘 (HAYAMI, Nobuhiro)
カールツァイスマイクロコピー株式会
社