

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 25 日現在

機関番号：84502

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2016

課題番号：15K13597

研究課題名(和文)放射光を用いた3次元その場観察炉の開発と始原的隕石中の火成物質の再現実験

研究課題名(英文) Development of 3D in situ observation system for the reproduction experiments of igneous materials in primitive chondrites

研究代表者

上楯 真之(Masayuki, Uesugi)

公益財団法人高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・研究員

研究者番号：20426521

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,800,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、これまで直接観察が殆ど行われてこなかった隕石中のコンドリュールの結晶・化学組成の加熱・溶融再現実験に対し、X線を用いたその場観察システムを開発した。さらに、このその場観察システムにおいて、computed tomography (CT)法を適用することにより、実験前後だけでなく、実験中の試料内部の構造を3次元関することに成功した。この3次元+時間発展の4次元(4D)観察を用いて、かんらん石、輝石からなるコンドリュールの再現を行い、その結晶成長の様子を時間発展でとらえることに成功した。

研究成果の概要(英文)：We developed a new system which enable us to observe the re-crystallization process from melted droplet of silicate material, in order to investigate the formation process of chondrules. We can image the time evolution of the crystallization process by transmitted light image of the X-ray through the melted sample, by the system. In addition, We included X-ray micro computed tomography technique in our system. Using this system, we succeeded to observe the formation process of crystals inside the melted droplets during crystallization three dimensionally. We investigated formation process of chondrules with pyroxene composition by our 4D (3D+time evolution), and several characteristics during melting and crystallization.

研究分野：惑星科学

キーワード：放射光CT chondrule formation 加熱実験 4Dその場観察

1. 研究開始当初の背景

地球に飛来する岩石質の隕石は、その80%以上がコンドライトと呼ばれる種類の始原隕石で占められている。このコンドライト隕石中にはコンドリュールと呼ばれる1mm程度の球形の物質や、Calcium-Aluminum rich Inclusion (CAI)とよばれる難揮発性包有物など、太陽系の最初期に、原始太陽系星雲中で高温加熱によって形成されたと考えられている物質が多数含まれている。これらの高温物質は複数の鉱物種からなるリムや、シート状のかんらん石や輝石が積層した構造 (barred olivine, radial pyroxene) 鉱物の斑状組織 (porphyritic chondrule) といった特徴的な組織が見られる (図1)。これらは、その形成環境や、温度、圧力、加熱・冷却速度といった形成時の物理的条件に対する情報を保持していると考えられており、再現実験などからその形成環境を制約し、初期太陽系における物質進化環境を明らかにしようという試みは数多くの研究によってなされてきた

こういった加熱・再現実験は基本的には模擬物質を炉の中で加熱し、その実験生成物の組織を冷却後に電子顕微鏡などを用いて観察するという手法がとられてきた。しかし、その加熱過程、結晶成長過程でどのような現象が起こっているのかがわからないため、実験生成物の組織がどのような物理過程によるものなのかを系統的に説明することが困難であり、結果として隕石中の包有物の形成過程の制約には未だに至っていない。

2. 研究の目的

本研究では、隕石中にふくまれる高温で形成された物質などの結晶成長過程をその場観察するために、放射光の高輝度X線を用いた超高速CT装置と組み合わせたその場観察加熱実験装置を開発する。この装置を用いて加熱実験生成物内部の結晶成長を3次元で、時系列の連続データとして取得する。これにより、これまで得ることの出来なかった、隕石中のコンドリュールや難揮発性包有物等の高温包有物にみられる複雑な結晶組織・構造の形成メカニズムを解明する。

3. 研究の方法

研究で開発する、その場観察用赤外線イメージ炉の概念図と(図1)、その実際の実験時の写真(図2)を示す。本研究では、炉心管を必要としない赤外線イメージ炉を採用する。炉心管を用いないことは、均熱帯が狭くなるなどのデメリットはあるものの、試料周りの空間が非常に広く取れ、本研究のように多数の方向から試料を観察する必要がある実験には、このスペースが不可欠となる。

また、このイメージ炉の下側から、回転ス

テージに乗せられた試料を挿入して、イメージ炉の窓まで持っていき、この場合、試料の加熱に伴い、回転ステージにまで熱が伝わることを避ける為、試料台にはアルミナの中空棒を特別に加工した物を使用し、さらに回転ステージとの連結には、SUS製の治具を介し、ステージの熱ダメージを防いでいる。

予備実験の結果から、申請時のように試料側が移動するよりも、炉の方を上下動させる方が、試料とX線の位置合わせ、回転中心の合わせが格段にしやすくなることがわかった。このため、セットアップを変更し、炉をZステージ取り付け用の治具も併せて開発した。

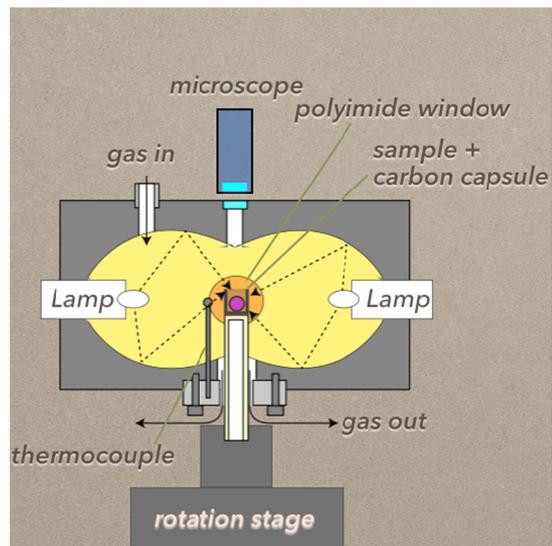


図1 赤外線イメージ炉の概念図。二つのハコゲンランプを集光し、試料台に載った試料を炭素カプセルごと加熱する。X線は紙面垂直にポリイミド窓を通して通過し、試料の様子を二次元、試料を回転させることで、3次元で観察出来る

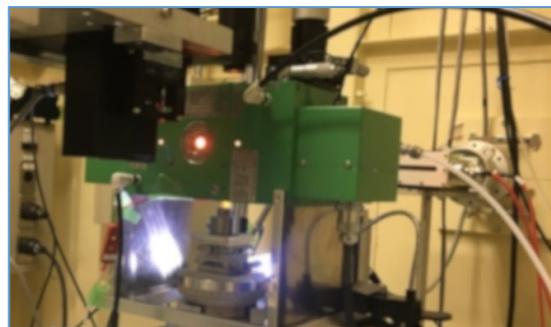


図2 実際の実験の様子。手前の黒い箱が2次元X線検出器で、2048x2048のマトリクスでX線の透過イメージを保存することが出来る。赤く光る窓がポリイミド窓で、写真は800度で試料を加熱している最中の様子。奥に見える箱が、X線のフラックスを計測するためのイオンチャンバーで、X線はここから照射される。試料は炉の下側の回転ステージ上に載

っている。

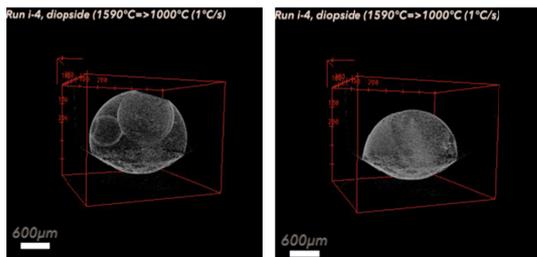
試料は 50 μ m 程度の砕いたパウダーをペレット状にして、カーボンカプセルに設置して、試料台に設置する。炉をかぶせた後、内部の空気を乾燥 N₂ で十分に置換し、昇温を開始する。温度調節器、コントロール PC はハッチ内に設置されており、これらをハッチ外部からネットワーク越しに操作する。温度調節器、炉の様子はネットワークカメラを通じて常時モニターしており、異変の際は即座に出力を OFF にする事が可能である。昇温時は X 線透過像を観察するのみで、冷却開始後、試料を回転させ、連続的に CT データを得る。

X 線エネルギーは 37.7keV、X 線検出器、CMOS カメラは浜松ホトニクス製ビームモニタと OrcaFlash4.0 を使用した。また、実験時にはカメラ長を 50cm 以上取り、屈折によるコントラストを増幅させている。

4D データの構築には申請者が作成した再構成プログラムを使用し、時間方向のヘリカルスキャンにより、任意のタイミングでの 3 次元データを抽出することが可能である。さらに、各時間の 3D データを抽出、再構成後、位相回復法を用いて、極めて SN の高い像を得ることに成功した。4D データの可視化には、フリーソフトである ImageJ の 3Dviewer プラグインを使用した。

4. 研究成果

以上の様な炉を使用して、得られた結果を図に示す。これは diopside のパウダーを使って、放射状組織の radial pyroxene と呼ばれるコンドリュールの再現を試みた結果で



ある。

図 3 三次元データの時間発展の様子。左が初期状態で、大きな泡が二つ、溶融した珪酸塩中に存在している。これが割れた後、右図のように左下から右上に向かって、結晶が成長していく様子が時間発展で得られた。

この場合、冷却速度は 1K/sec であり、試料は融点から結晶化を開始した。結晶化が始まってから結晶化が終了するまでに 1 分程度かかっており、この間融点から 60K の冷却が起こっている。結晶の成長速度は 76 μ m/sec であることが解析からわかった。このように、その場観察により、極めて定量的な数値を得ることが可能になった。

しかし、これまでの研究から比べると、得られた結晶成長速度はかなり遅い。これは低過冷度のため、結晶成長のモードが温度律速になったためだと考えられる。結晶成長律速の元で観測を行うためには、100K/sec 程度の冷却速度が必要であり、この時の結晶成長速度と今回の速度を比較することで、それぞれの律速条件の下で、結晶成長の様子の違いを明らかにすることが可能であり、天然のコンドリュールがいずれの場合で形成されたか、あるいは、その両方が含まれている場合、どのような違いを元に見分けることが可能か、ということ議論することが可能になる。

以上の結果を踏まえ、今後いくつかの検証を行った後、国際誌上で成果を報告する予定である。

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 1 件)

1. 上梶真之、上杉健太郎、星野真人、隕石中のコンドリュール形成過程の解明のための、4D その場観察再現実験
日本地球惑星関連連合大会 2017 5.25-幕張メッセ

〔図書〕(計 0 件)

なお、本研究では申請時に 296.1 万円のイメージ炉を購入することを言及していたにもかかわらず、配分額がそれを下回る、280 万円であり、実験に必要な最低限の設備を揃えることすら出来ず、研究の進行に多大な支障を来す結果となった。予算削減の中少しでも多くの課題に配分したいという考えは十分に理解できるが、成果の創出に関してはこれが大きな問題になっていることを、重々に理解していただく必要がある。

今回、この必要な金額を補填するために、別の資金を申請するなど、長い時間が必要となり、論文、学会発表などの成果創出が期間内に間に合わなかった。この点に関しては、上記のような事情があったことを明記しておく。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

上梶 真之 (Masayuki Uesugi)
高輝度光科学研究センター・
利用研究促進部門・研究員

研究者番号：20426521

(2)研究分担者 なし

(3)連携研究者

上杉健太郎 (Kentaro Uesugi)
高輝度光科学研究センター・
利用研究促進部門・副主幹研究員
研究者番号：80344399

星野真人 (Masato Hoshino)
高輝度光科学研究センター・
利用研究促進部門・研究員
研究者番号：30508461