## 科学研究費補助金研究成果報告書

平成 21 年 5月 29 日現在

研究種目:基盤研究(S) 研究期間:2004-2008 課題番号:16104006 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ミクロ物性の解明と変形機構図 の構築 研究課題名(英文) Investigation of micro-physical and chemical processes in polar ice sheet using high-resolution laser techniques 研究代表者 東信彦(AZUMA NOBUHIKO) 長岡技術科学大学・工学部・教授 研究者番号 70182996

研究成果の概要:

氷床中のミクロ物理化学プロセス解明のため,精密計測技術を応用し,以下の成果を得た. 氷床中と同等な極低速な氷試料のクリープ変形速度を計測するため,ナノメートルオーダーの 変位計測が可能なレーザー干渉計を開発した.氷中の不純物濃度分布を測定するため,レーザ ーアプレーション質量分析装置を構築した.また,氷床コアの詳細な測定および人工試料の実 験から,結晶粒成長について新たな知見を得た.

## 交付額

(金額単位:円)

	直接経費	間接経費	合計
2004 年度	43,200,000	12,960,000	56,160,000
2005 年度	23,400,000	7,020,000	30,420,000
2006 年度	5,500,000	1,650,000	7,150,000
2007 年度	5,500,000	1,650,000	7,150,000
2008 年度	5,500,000	1,650,000	7,150,000
総計	83,100,000	24,930,000	108,030,000

研究分野:数物系科学

科研費の分科・細目:地球惑星科学 気象・海洋物理・陸水学 キーワード:環境変動,極地,超精密計測,結晶物性

1.研究開始当初の背景

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 中のミ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変化などはその 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. 最近発達が著しい精密計測技術を応用す ることにより,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,下記の方法で研究 を行なう.

3.研究の方法

氷床中で起きている 10<sup>-13</sup> s<sup>-1</sup>オーダー の歪速度領域での変位の測定は,これまでの 計測技術では不可能であったが,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.

2.研究の目的

氷中の不純物分布計測のため,レーザー アブレーションによる氷試料の微小領域の 含有不純物分析技術開発を行なう.

両極の氷床で採取された深層コアの結 晶粒組織観察および人工試料の結晶粒成長 実験を行い,氷床氷の結晶集合組織の発達に ついて検討する.

4.研究成果

開発した氷の微小変位測定装置の構成 を図1に示す.氷の歪はレーザ干渉計で測定 するが,この測定では次の(1)~(4)に注意を払 う必要がある .(1)氷が解けない温度であるこ と.(2)氷の線膨張率が 10-5オーダと大きい ので熱膨張が影響しないように1mK級の温 度安定度をもつこと.(3)空気屈折率変動の影 響を受けないこと .(4)光源が低温に影響され ないこと.これらに配慮し(A)~(E)の対策を行 った .(A)干渉計は極低熱膨張材( ガラスセラ ミクス,線膨張率2×10<sup>-8</sup>)を構造部材とす る.(B)低温室を利用するが干渉計まわりの温 度安定度を1mK 級とするために銅材と断熱 材を複層構造とする恒温冷却セルにより熱 遮断し,低温室に内包する.(C)干渉計は恒温 冷却セル内に設置する (D)屈折率変動が空気 よりも1桁小さいヘリウムガスを恒温冷却 セルに充填する .(E) 光源は低温室に隣接する 常温の部屋に設置し,恒温冷却セル内のレー ザ干渉計には光ファイバで導光する.

開発したレーザ干渉計の構成を図2に示 す.干渉計自体は前述したとおりガラスセラ ミクスを構造部材とする.ホモダイン差動式 4倍光路差の干渉計で,基本ピッチ(この場 合し/8, = 633 nm)以下の変位は90度位 相差の異なる2個の干渉縞(図ではフォトダ イオードPD1とPD2)からリサージュ波形 を得,これから位相補間する方法を採用した. 図に示すように同じ形状を持つ氷サンプル 2個を干渉計の2個のアームに置き,一方に 荷重をもう一方には荷重をかけず,荷重差に よる歪を作動式の干渉計で捉える.光源から 干渉計までは偏光面保存ファイバで導光す るが,このファイバに外乱が加わると干渉計 入口での偏光面が回転し,結果として氷に歪

が生じなくてもリサージュ波形が回転する. これを解決するためにファイバ入口に電気 光学素子(EOM)を導入し,干渉計を位相変 調ホモダイン型とした.ファイバ出口(すな わち干渉計入口)にビームサンプラ(BS)を 置き偏光子(図では PBS:干渉計入口で偏 光面が 45 度向きになるように設定)を通し てフォトダイオード(図では PD5)で観察す る.この出力と EOM に与えられた正弦波出 力を同期検波し常にその出力がゼロ(すなわ ち干渉計入口での偏光面が 45 度向き) にな るように EOM に加える直流電圧を制御する PD1 と PD2 の出力も EOM に与えた正弦波 出力と同期検波することで位相の90度異 なる干渉縞を得るようにする.現状では次の 結果を得ている.(結果1)恒温冷却セル内 の温度安定度はおよそ半日間ではあるが5 mK 以下を達成した.ただし,ナノメートル オーダーの歪測定には1mK 以下の温度安定 度が必要である.低温室外部からの外乱抑制 あるいは能動制御などが必要であろう.(結 果2)干渉計の1個のアームを固定しもう片 方のアームに圧電素子を置きリサージュ波 形を観察したところリサージュ波形はほぼ 円形となっており圧電素子の変位に伴って 干渉計出力が変化することが判った.ただし, リサージュの中心が回転ごとにずれており これは偏光面保存ファイバの外乱補償制御 がうまく行われていないことを示す. 偏光面 保存ファイバの外乱特性を明らかにし,新た な制御系を設計する必要がある.本研究の目 的である氷の微小変位を測定するにはさら にこれらの不具合を克服する必要がある.



図1 氷の微小変位 測定装置の構 成



氷試料分析用のレーザーアブレーショ ン質量分析装置の概要を図3に示す、この装 置では,氷試料は超高真空圧力(10<sup>-5</sup>Pa台) の質量分析チャンバに導入し,この中でレー ザーアブレーションを行なう方式とした.こ の超高真空圧力下で氷試料を固体状態で安 定させるためには,試料を-120 以下に保 つ必要がある.そこで,氷試料ホルダー背面 を液体窒素循環により冷却した.また,質量 分析チャンバに大気圧から試料を迅速に挿 入するため,ゲートバルブで仕切られた試料 導入チャンバおよび直線導入機を設置した. これらにより,超高真空中でも氷試料を保持 することに成功した.この装置でまず塩化ナ トリウム試料を用いて、レーザー照射強度を 大きくして試料を大量にアブレーションさ せた条件で質量分析したが,いずれの質量数 においてもアブレーション直後に大きなピ ークが現れるだけで,ナトリウムに起因する シグナルの検出は出来なかった.そこで,レ ーザー照射強度について検討した結果,アブ レーションの下限近くのレーザー照射強度 (1mJ/Pulse)において,ナトリウムの質量 数である質量数 23 付近でシグナルの検出に 成功した.しかし,レーザー照射強度が2 mJ/Pulse 以上となると、ナトリウムのシグナ ルが検出できないことも分かった.次に,ナ トリウムを含有した氷の分析を行なった.し



図 3 レーザーアブレーション質量分析装 置の概要



かし、氷試料をアブレーションさせるには、 レーザー照射強度を上げる (10mJ /Pulse 以 上) 必要があったので, ナトリウムのシグナ ルを得ることが出来なかった.そこで再度, 塩化ナトリウム試料において、レーザー照射 強度を上げた状態で測定可能な方法につい て検討した.その結果,レーザー照射位置と 質量分析装置の軸をずらし,両者の距離を2 ~ 5 mm 程度離すことにより,ナトリウムのシ グナルを得ることができるようになった.ナ トリウムに相当する質量数 23 の信号はレー ザー照射後 40~150 u s の間で検出できた. そこで,2%の塩化ナトリウム含有させた氷 で試したところ,同様にナトリウムを検出す ることができた.更に,2000ppmの塩化ナト リウム含有氷および純氷において,質量数23 の信号について詳細に調べた.この結果,図 4 に示すように質量数 23 のピークは,塩化 ナトリウムを含んだ氷では存在するが純氷 では認められず,ナトリウムの検出が確認さ れた.またレーザー照射の痕跡は微小であり, 本研究の目的である結晶内部の不純物分布 の測定は可能である。

最近掘削された南極やグリーンランド の氷床コアの詳細かつ膨大な結晶組織解析 を実施し、氷床の表面から深部にわたる全域 で動的再結晶が起きていること,これまで考 えられてきた氷床浅部での結晶粒の成長は normal grain growth ではなく 歪誘 起 粒界移 動(SIBM)による動的結晶粒成長であること を明らかにし、これまでの常識を覆した (Kipfstuhl et al, JGR, in press). さら に,我々は特殊な方法により無気泡多結晶氷 の作成に成功しそれを用いて結晶粒成長実 験を行い,粒界易動度はこれまで考えられて いたものより2,3桁大きいこと,これまで 用いられている結晶粒成長速度とその活性 化エネルギーは気泡による粒界移動阻止効 果と歪による影響が複合した見かけ上のも のでることを明らかにした (Hamann et al, J.Glaciol.,53, p.479, 2007).

```
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)

- 1. <u>S. Kipfstuhl</u>, S. H. Faria, <u>N. Azuma</u>, and 6 others: Evidence of dynamic recrystallization in polar firn, JGR-Solid Earth, in press
- <u>Hamann, I., S. Kipfstuhl</u>, S. H. Faria, and <u>N. Azuma</u>: Sub-grain boundaries in EPICA Dronning Maudland (EDML) deep ice core, J. Glaciol., in press
- 3. Faria, S. H., <u>S. Kipfstuhl</u>, <u>N. Azuma</u>, J. Freitag, <u>I. Hamann</u>, M. M. Murshed, W. F. Kuhs: The multiscale structure of the Antarctic ice sheet. Part I: inland ice, Physics of Ice Core Records, volume 2, Hokkaido Univ. Press, in press
- Hamann, I., C. Weikusat, N. Azuma and S. <u>Kipfstuhl</u>: Evolution of ice crystal microstructure during creep experiments. J. Glaciol., 53 (182), 479-489, 2007.
- 〔学会発表〕(計20件)
- <u>Azuma, N.</u>: Is grain growth in polar ice sheets normal grain growth? Differences between ice core studies and laboratory experiments. ESF Exploratory Workshop, Modeling and Interpretation of Ice Microstructures, Goettingen, Germany, 2008
- 2. <u>N. Azuma</u>, Y. Ohba, T. Maeda and T. Ishii: Mechanical properties of dust and ice mixtures expected in the Martian polar caps and permafrost. European Geosciences Union general assembly, Vienna, Austria, 2007
- N. Azuma, K. Nishimura, S. Yokoyama and <u>M. Takata</u>: Effect of impurities on grain growth of ice. 11th International Conference on the Physics and Chemistry of Ice, Bremerhaven, Germany, 2006
- M. Takata, T. Hondoh, Y. Fujii, N. <u>Azuma</u>: Optical Scattering Analysis of Dome Fuji Ice Core, Antarctica. European Geosciences Union general assembly, Vienna, Austria, 2006
- 5 <u>高田守昌</u>, 伊藤義郎, 東信彦</u>, 大場勝行: レーザーアブレーション質量分析による 氷中不純物分布の測定法の開発.第57回 質量分析総合討論会(大阪), 2009
- <u>東信彦</u>:極地氷床氷のレオロジー.日本 地球惑星科学連合 2008 年大会(幕張), 2008
- 7. 大庭 泰治, <u>明田川 正人</u>, 木暮 貴博, 菅原 亮太, 安濃 一樹, 石下 雅史, <u>高田</u> <u>守昌</u>, <u>東 信彦</u>: レーザー干渉測長法によ

る氷の微小変位計測技術の開発 III 2007 年度日本雪氷学会全国大会講演予稿集(富山),55,2007

- 8.<u>明田川正人</u>,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),N06,2006
- 6.研究組織
- (1)研究代表者
  東 信彦 (AZUMA NOBUHIKO)
  長岡技術科学大学・工学部・教授
- 研究者番号:70182996 (2)研究分担者 伊藤 義郎 (ITO YOSHIRO) 長岡技術科学大学・工学部・教授 研究者番号:60176378 明田川 正人 (AKETAGAWA MASATO) 長岡技術科学大学・工学部・准教授 研究者番号:10231854 高田 守昌 (TAKATA MORIMASA) 長岡技術科学大学・工学部・助教 研究者番号:50377222 佐藤 和秀 (SATO KAZUHIDE) 長岡工業高等専門学校・教授 研究者番号:90112209
- 研究者番号:80113398
- (3)連携研究者
  - IIka Hamann Alfred Wegener Institute, Ph.D. Sepp Kipfstuhl Alfred Wegener Institute, Senior researcher

<sup>〔</sup>雑誌論文〕(計 4件)