

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 5 月 31 日現在

機関番号：13102

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21340136

研究課題名（和文） 極地氷床氷の粒界の挙動と粒界拡散機構の解明

研究課題名（英文） Study on the mechanisms of Grain boundary diffusion of polar ice.

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（和文）：

氷の結晶粒成長実験を行い、含有微小気泡の粒成長に対する影響を明らかにした。この実験より氷の粒界拡散の活性化エネルギーはこれまで考えられていたものより大きく、 $-20^{\circ}\text{C}$ 以上の高温では粒界拡散はこれまでの予想値より2桁も大きいことが示された。また位相変調ホモダイン干渉計の改良を行い、氷の超低応力クリープ実験を行った。単結晶氷および多結晶氷ともに応力指数は1を示し、 $-20^{\circ}\text{C}$ 以上の高温では粒界拡散が十分早く、転位すべりが律速過程であることが示唆された。

研究成果の概要（英文）：

Grain growth experiments performed using artificial ice and it was found that the activation energy for the grain boundary migration was  $110\text{--}120\text{ kJ mol}^{-1}$ , which is twice that for the self-diffusion of ice. An ice creep strain rate measurement system with an uncertainty of order less than  $10\text{--}10\text{ s}^{-1}$  and a minimum measurement time of 10 min is developed. The ice specimen of interest is set in a cold cell, with a set-point temperature and maximum stability of  $-30$  to  $-10^{\circ}\text{C}$  and  $\pm 20\text{ mK}$  or less, respectively. A modified phase modulation homodyne interferometer, the supporting material of which is ultralow-thermal-expansion glass, is combined with the system to measure the ice deformation with the resolution of nanometer scale or less.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	6,800,000	2,040,000	8,840,000
2010年度	3,700,000	1,110,000	4,810,000
2011年度	3,700,000	1,110,000	4,810,000
年度			
年度			
総計	14,200,000	4,260,000	18,460,000

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・気候変動・氷床流動

## 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コア解析や氷床モデリングが盛んに行われているが、分析データの解析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、気候変動の指標となる同位体や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。

本研究は極地氷床氷の流動および結晶微細組織発達メカニズムの解明と氷床中での同位体や不純物の粒界拡散を考慮した古気候・古環境情報解読の高精度化を目的として、これまで測定不可能であった拡散クリープによる氷の微小変位および粒界の体積変化や物質の拡散を最先端の精密計測技術で測定し、分子サイズレベルの物質移動量の情報を得ようとするものである。

## 2. 研究の目的

氷の粒界拡散速度を明らかにするため本研究では次のことを明らかにする研究を行う。

- 1) 氷多結晶（人工および氷床コア氷）の粒界厚さと三叉粒界断面積とその温度依存性。
- 2) 粒界拡散係数とその温度依存性。
- 3) 応力下での粒界近傍の局所的拡散効果。

我々はこれまで拡散クリープによる微小変位を測定する目的で位相変調ホモダイン干渉計を開発してきており、氷の微小変位を測定できる段階に来ている。また我々が同時に開発してきたレーザーアブレーション質量分析装置を併用し、応力下での氷の粒界の挙動と粒界拡散による物質移動速度を明らかにするのが狙いである。

## 3. 研究の方法

氷の粒界拡散速度を明らかにするため本研究では次のことを明らかにする研究を行う。

- 1) 氷多結晶（人工および氷床コア氷）の粒界厚さと三叉粒界断面積とその温度依存性。
- 2) 粒界拡散係数とその温度依存性。
- 3) 応力下での粒界近傍の局所的拡散効果。

1) については **pre-melting** していると考えられる粒界の厚みの変化に伴う体積変化を精密に測定することにより推定する。試料氷の長さ変化を測定するための装置はマルチパスマイケルソン干渉計を用いる。90° 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用いている。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と低熱膨張ニッケル合金（線膨張率  $10^{-8} \text{K}^{-1}$ ）を用いて製作している。またチャンバー内の温度をmKのオーダーで安定させる必要があり現在までに連続40時間の間±2mKの安定度を達成している。

2) は上述の装置を用いて極低応力下でクリープ実験を行い変位速度を求める。まず単結晶氷で実験を行い転位すべりが起きる低応力限界を明らかにする。次に多結晶氷を用いて極低応力下での遷移クリープの発現の有

無、歪速度の粒径依存性を明らかにする。

3) は人工的に固体微粒子や塩酸を含有した多結晶氷を作成し、結晶粒成長や塑性変形による再結晶により粒界拡散の効果を明らかにする。

## 4. 研究成果

### 4.1 位相変調ホモダイン干渉計の改良と高精度化

ポッケルスセルを組み込んだ位相変調ホモダイン干渉計を完成させた。

位相変調ホモダイン干渉計の精度向上のための次の検討・改良を行った。①ファイバへのレーザー光最適入射角度を決定し、ノイズおよびリタデーションの影響を減少させた。②偏光方向を測定することで、時間により偏光方向が変化する揺らぎ現象の原因を特定した。

③EOMから出力されるレーザー光の偏光状態を測定することで、電圧と偏光の関係を調べ、45°の直線偏光が干渉計に入射できるようにした。その結果、従来のリザージュよりも安定してリザージュ波形を取得できる時間が増加し、外乱が入っても再びリザージュを描くまでの時間が短縮された。次に、恒温槽の温度を-5°Cから-30°Cの範囲で±2mKに数十時間安定させることが可能となった。

### 4.2 氷多結晶（人工および氷床コア氷）の粒界厚さ

直径20mm長さ60mmの微細粒多結晶氷サンプルと単結晶氷サンプルを開発した位相変調ホモダイン干渉計にセットし、チャンバーの温度を-5°Cに保持して試料長の変化を測定した。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に、単結晶氷サンプルと多結晶氷サンプルの変位量の差を干渉計で差動測定する手法を採用している。氷結晶粒成長のデータおよび変位データの解析から-5°Cでの氷の粒界幅はpre-meltingにより $10^{-9}$ ~ $10^{-7}$ mと見積もることができた。

### 4.3 低応力下での多結晶氷の変形メカニズム

予め一定荷重で1%程度圧縮変形した多結晶氷試料を位相変調ホモダイン干渉計にセットし、チャンバーの温度を-15°Cから-25°Cの範囲で一定に保持して、応力10<sup>-2</sup>~10<sup>-1</sup>MPaの範囲で定荷重クリープ実験を行った。その結果従来予想されていた拡散クリープによる歪み速度に比べて2桁以上早く、また活性化エネルギーは粒界拡散の活性化エネルギーに近い値が得られた。

次に単結晶氷のクリープ実験を行い、低歪速度領域の温度一定条件下での応力依存性

及び応力指数（ $n$  値）、応力一定条件下での温度依存性及び活性化エネルギーを明らかにすることができた。本実験の結果、今回の温度及び応力条件下での歪速度は  $1.28 \times 10^{-10} \sim 3.82 \times 10^{-11} \text{ s}^{-1}$  の領域を計測できた。応力依存性実験の結果より  $n$  値は 0.9、温度依存性実験の結果より活性化エネルギーは  $59 \text{ kJ/mol}$  となった。今回計測された歪速度は、応力依存性実験、温度依存性実験ともに今までに計測されてきたものより 1～2 ケタ程度小さい値を示した。

また 0.02～0.5MPa の低応力領域で氷のクリープ実験を行い、遷移クリープ中に起きている亜粒界発達プロセスについて詳細に観察を行い、応力下での結晶粒成長に関する重要な知見を得た。

#### 4.4 氷の結晶粒成長と粒界拡散

氷に含まれる微小気泡と粒界の相互作用について、結晶粒成長の実験により、明らかにした。その結果、 $40 \mu\text{m}$  以下の微小気泡は粒界移動によって掃引され、逆にそれが粒界移動速度を遅くする要因であること。さらに、気泡内での水蒸気の移動が現象を律則していることから、これまで測定された氷結晶の粒界移動の見かけの活性化エネルギーは水蒸気拡散の活性化エネルギーであることを突き止めた。このことは氷床内部でのフィルン層での結晶微細組織発達メカニズムの解釈に大きく貢献する。また氷床コアのクラウディバンドの粒界拡散を議論する際にも重要であることを明らかにした。

#### 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 3 件）

① N. Azuma et al.、Impeding effect of air bubbles on normal grain growth of ice.、Journal of Structural Geology, 2012, in press

② M. Aketagawa et al.、Ultraslow strain rate measurement system for ice using a modified phase modulation homodyne interferometer.、Meas. Sci. Technol.、査読有、22、2011、035702（12p）、

③ I. Weikusat et al.、Subgrain boundaries in Antarctic ice quantified by x-ray Laue diffracti.、Journal of Glaciology、査読有、57、2011、111-120、

〔学会発表〕（計 8 件）

① 菅原亮太他 7 名、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 IV、

日本雪氷学会全国大会、2009 年 9 月、札幌

② N. Azuma et al.、IMPEDING EFFECT OF AIR BUBBLES ON NORMAL GRAIN GROWTH RATE OF ICE.、Physics and Chemistry of Ice、2010 年 9 月 6 日、札幌、

〔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◇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

#### 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・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

##### (3) 連携研究者

( )

研究者番号：