

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 12 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2013～2016

課題番号：25247073

研究課題名(和文) SQUID顕微鏡による惑星古磁場の先端的研究の開拓

研究課題名(英文) Pioneering research on past magnetic field of the Earth and planets by using SQUID microscope

研究代表者

小田 啓邦 (Oda, Hirokuni)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・地質情報研究部門・上級主任研究員

研究者番号：90356725

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 33,700,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、高感度・高分解能磁気顕微鏡の開発を行い、地球や惑星の過去の磁場に関する研究を推進した。開発した磁気顕微鏡は液体ヘリウムで冷却して使用するが、分解能100 μ m程度で磁気画像が得られる。北西太平洋の海底から得られた鉄マンガンクラストについて、磁気顕微鏡を用いて過去の地球磁場逆転の復元を行い、標準地球磁場逆転年代軸との比較によって形成年代の推定に成功した。また、鉄マンガンクラストに含まれる磁性鉱物の保磁力の磁気イメージングを行った。さらに、野島断層試料の磁気画像から、断層が滑った際に温度が上昇して磁性鉱物が生成された可能性が高いことがわかった。

研究成果の概要(英文)：We developed magnetic microscope with high resolution and high sensitivity, and promoted research on past magnetic field of the Earth and planets. The developed magnetic microscope utilize superconducting phenomena by cooling with liquid helium enabling acquisition of magnetic image with spacial resolution of $\sim 100\ \mu\text{m}$. With the instrument, magnetic stripes of alternating polarities were obtained from marine ferromanganese crust. By correlating with the established standard geomagnetic polarity timescale, the age could be determined. Also, magnetic mineralogy of ferromanganese crust could be imaged. Further, magnetic image of Nojima fault sample indicate that magnetic mineral was formed due to frictional heat during the fault slip.

研究分野：古地磁気学、磁気異常

キーワード：走査型SQUID顕微鏡 磁気イメージング 岩石磁気 古地磁気層序 地球磁場逆転 鉄マンガンクラスト
惑星古磁場 地球環境変動

1. 研究開始当初の背景

(1) 地球惑星科学における磁気顕微鏡

走査型 SQUID 顕微鏡によるサブミリメートルスケールでの古地磁気学の研究は、Weiss et al. (2000) が火星起源の隕石に始めて適用した。岩石薄片直上の磁場を高分解能で測定する手法としては、巨大磁気抵抗効果 (GMR) を用いた手法 (Hankard et al., 2009) や磁気光学効果を用いた手法 (Uehara et al., 2010) も提案されているが、SQUID 顕微鏡の感度・定量性に優る分析手法は未だ無い。研究代表者は米国ヴァンダービルト大学・マサチューセッツ工科大学および研究分担者 (臼井朗) と共同して、SQUID 顕微鏡を用いて深海底の鉄マンガンクラストに記録された地球磁場逆転を明らかにし、極微細古地磁気層序の適用によって成長速度の推定に成功した (Oda et al., 2011)。

(2) 走査型 SQUID 顕微鏡開発の決断

Oda et al. (2011) で用いた SQUID 顕微鏡はヴァンダービルト大学で開発されたが、分析技術向上に必要なマシンタイムが確保できない。また、この装置は実験の温度サイクルなどにより安定動作しなかった。したがって、SQUID 顕微鏡による研究を本格的に推進するには、自前の装置開発が必要であった。いっぽうで、金沢工業大学の研究分担者 (河合淳) は脳磁計の開発経験があり、SQUID 顕微鏡で必要とされる小型 SQUID 素子作成技術と低温・電子技術を持っている。ヴァンダービルト大学の SQUID 顕微鏡 (Fong et al., 2005) は試料とセンサの間にサファイアの窓を挟んで極低温・真空と常温・常圧が隣接している。この先端部分の技術的課題を検討した結果、日本で開発が可能であると判断した。

(3) 研究目標の設定

研究分担者の山本裕二・中村教博・臼井洋一は、火山岩・隕石試料・断層岩・太古代岩石を用いた研究を進めており、SQUID 顕微鏡によってそれぞれの研究局面に新たな展開をもたらすことが可能である。こうして SQUID 顕微鏡を主軸として、これら一連のテーマをつなぐ視点から惑星古磁場の研究の基礎を開拓することを目的とする本申請に繋がった。

2. 研究の目的

本研究は、走査型 SQUID (超伝導量子干渉素子) 顕微鏡を用いて惑星古磁場の研究の基礎を開拓することを目的とする。研究に用いる SQUID 顕微鏡は本研究の前半で開発・完成させ、これを用いて各種地質試料の分析を行い、研究を推進する。

(1) 走査型 SQUID 顕微鏡の開発

半導体や超伝導物質の分野では真空中・極低温で試料を分析する SQUID 顕微鏡が広く使われている。いっぽうで、古地磁気学で使わ

れる SQUID 顕微鏡は常温・常圧で分析する必要があり、この条件で SQUID センサと試料の距離を縮める必要がある。本研究では、研究の前半において 100 μm スケールで地質薄片試料の磁場観察ができる SQUID 顕微鏡を開発する。また、データ取得・解析のためのソフトウェア開発も行う。

(2) 極微細古地磁気層序の確立

開発された走査型 SQUID 顕微鏡を用いて、Oda et al. (2011) で成功した鉄マンガンクラストによる極微細古地磁気層序の手法確立を目指す。鉄マンガンクラスト試料について地磁気逆転境界を読み取り、標準地球磁場逆転年代軸との対比によって形成年代を推定し、 $^{10}\text{Be}/^9\text{Be}$ など他の手法による年代推定値と比較検討する。

(3) 地球環境変動と地質イベントの検出

地質試料には様々あるが、それぞれについて異なる年代・異なる時間スケールの地質イベントや地球環境変動が記録されている。これらのうち、鉄マンガンクラスト・火山岩・堆積物・断層岩などを選んで、走査型 SQUID 顕微鏡を用いた磁気イメージングにより地質イベントと地球環境変動の復元を目指す。

(4) 地球・惑星形成期の磁場と惑星進化解明

初期の地球磁場 (太古代の磁場) は大気散逸過程にかかわっているとされ、惑星の進化・惑星上での生命の進化にとって重要である (Lammer et al., 2008)。また、隕石は太陽系形成初期の母天体 (惑星) の磁場と進化過程を記録しているとされる (Fu et al., 2012)。このため、太古代の岩石および隕石を用いて走査型 SQUID 顕微鏡による地球・惑星形成期の磁場強度の復元と惑星進化解明を目指す。

3. 研究の方法

(1) 走査型 SQUID 顕微鏡の開発

最初の 2 年は SQUID 顕微鏡本体の開発と安定動作を目指した。ヴァンダービルト大学の装置 (Fong et al., 2005) を参考にしながら、日本の新技術で改良を加えた。全体計画は研究代表者が推進し、SQUID 素子・エレクトロニクス・低温技術は研究分担者 (河合淳) が担当する。また、並行する形で測定・分析ソフトウェアの開発を行う。

(2) 極微細古地磁気層序の確立

初期の測定は、これまで結果が出ている鉄マンガンクラスト試料を用いて交流消磁と組み合わせで行う。また、 $^{10}\text{Be}/^9\text{Be}$ 同位体年代推定の結果の得られている試料について SQUID 顕微鏡による極微細古地磁気層序による年代推定の比較を行い、手法確立を目指す。このために必要なデータ処理・技術的改良も行う。

(3) 地球環境変動と地質イベントの検出

安定な自然残留磁化 (NRM) を保持する試料として歴史溶岩の分析を行う。また、鉄マンガングラスト・堆積物について、NRM に加えて非履歴性残留磁化 (ARM)・等温残留磁化 (IRM) などの分析を行い、地球磁場変動・環境変動記録を復元する。さらに、断層岩の分析を行い、断層滑り面の活動履歴の復元を試みる。

(4) 地球・惑星形成期の磁場と惑星進化解明

太古代の岩石からジルコン単結晶を取り出して、磁気マップから磁性鉱物包有物 NRM の磁気ダイポールモーメントを計算し、地球初期の地球磁場の精密復元を試みる。また、コンドライト隕石試料を分析し、隕石母天体の磁場強度の復元を試みる。

4. 研究成果

(1) 走査型 SQUID 顕微鏡の開発

開発した SQUID 磁気顕微鏡 (図 1) の詳細は Kawai et al. (2016; 主な発表論文) にあるが、断熱層の距離 (リフトオフ) 調整のために、中空構造のクライオスタットを用いた。装置は液体ヘリウムリザーバ、伝導冷却機構および SQUID の位置調整機構、サファイア窓から構成される。液体ヘリウムリザーバ中央部分にマイクロメータの接続されたシャフトが貫通している。シャフトはフレクチャー機構を経て伝導冷却用の銅ブロックに接続され、銅ブロックにはサファイアロッドが取り付けられている。サファイアロッドの先端に Nb を用いた SQUID チップが実装されており、磁場の垂直成分が検出可能である。リフトオフの粗調はサファイア窓を取付けたペローズの伸縮で行われ、マイクロメータで微調整される。液体ヘリウムリザーバの容量は約 10L で約 4 日間の計測が可能である。SQUID を冷却し、直接読み出し方式の Flux Locked Loop (FLL) で動作させた際のシステムノイズは $1.1 \text{ pT} / \text{ Hz} @ 1 \text{ Hz}$ であった。最小リフトオフは約 $120 \mu\text{m}$ 、センサと試料の距離は最小約 $200 \mu\text{m}$ が実現された。

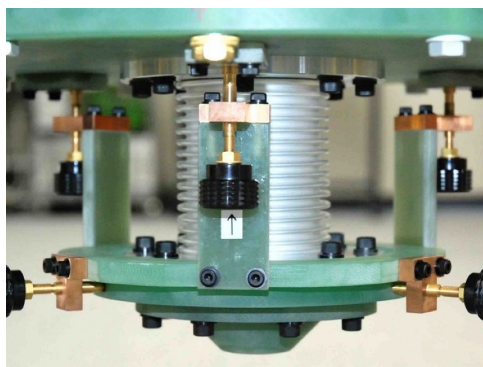


図 1. 走査型 SQUID 顕微鏡の測定部。

SQUID 顕微鏡システムの詳細は Oda et al. (2016; 主な発表論文) で記述されている。SQUID 顕微鏡本体は PC パーマロイ 2 重磁気

シールドケース中で保持され、鉛直方向の 100 nT 外部磁場変動が試料測定位置では 1 nT に低減される。また、残留磁場の直流成分は $\pm 3 \text{ nT}$ 程度以下である。磁気シールドケースは上部扉、取外式前面扉、右側面扉の 3 つの扉を備える。岩石薄片試料は、長いアクリルパイプによって磁気シールドケースの下部の XYZ ステージの駆動部に接続されている。XYZ ステージ駆動部は専用コントローラに接続され PC から制御される。また、FLL のアナログ出力も専用コントローラに入力され、AD コンバータで PC にデータが取り込まれる。XYZ ステージの制御とデータ取り込みは開発された専用ソフトウェアで制御され、2 次元グリッド磁気イメージが自動取得される。また、磁場から磁気モーメントを求めるインバージョンソフトウェアの開発を行った。

(2) 極微細古地磁気層序の確立

北西太平洋から得られた複数の鉄マンガングラスト薄片試料について、SQUID 顕微鏡を用いて記録された過去の地球磁場逆転の復元を行い、標準地球磁場逆転年代軸との比較によって形成年代の推定に成功した。南鳥島南西方約 150 km の海山から採取した鉄マンガングラストについて (図 2; Noguchi et al, 2017; 主な発表論文) 成長速度が百万年で 3.4 mm と推定され、ベリリウム同位体による成長速度の推定値 (百万年で 2.9 mm) と一致することが確認された。

試料表面

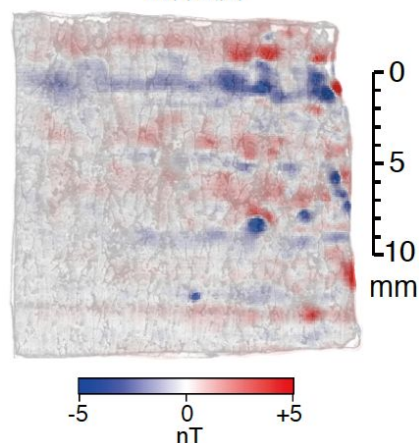


図 2. 鉄マンガングラスト薄片試料の表面磁場を光学顕微鏡画像に重ね合わせた図。赤が画面左上向き、青が画面下向きの磁場を示す。

(3) 地球環境変動と地質イベントの検出

鉄マンガングラストに含まれる磁性鉱物の保磁力の磁気イメージングを行った結果、300 万年前から現在にかけて保磁力が高い磁性鉱物が増えていることが確認された (図 3)。これは一般的に知られている約 280 万年前の北半球の氷床発達にともなって中国など大陸から風で飛ばされる陸起源粒子が北西太平洋の鉄マンガングラストが成長した場所までそれ以前よりも多く届くようになったためと考えられる。

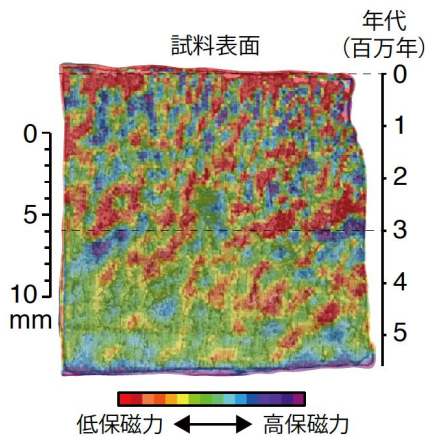


図3 鉄マンガンクラスト薄片試料の磁性鉱物の成分分布を光学顕微鏡写真に重ね合わせた図。300 万年前から現在にかけて高保磁力の部分がパッチ状に増えている。

また、淡路島の野島断層の薄片試料について SQUID 顕微鏡を用いた磁気マッピングを行った。その結果、過去の断層滑り面周辺の岩石が強く磁化していること、断層が滑った際に温度が上昇して磁性鉱物が生成された可能性が高いことがわかった(図4; Fukuzawa et al., 2017; 主な発表論文)。

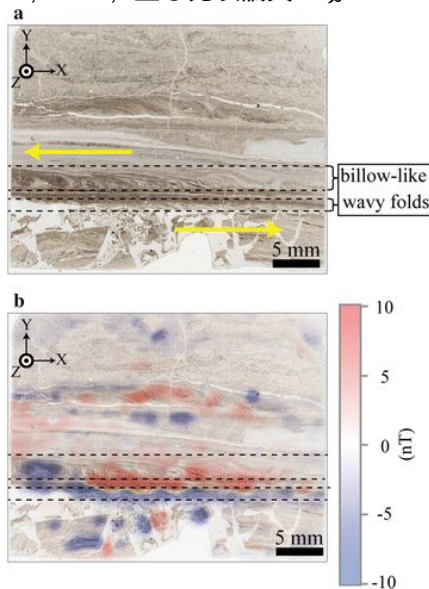


図4 野島断層から採取された薄片試料の光学顕微鏡写真(上)。黄色矢印が想定断層運動で間が断層滑り面。下は磁気画像を光学画像に重ね合わせたもの。赤が画面上向き、青が画面下向き。

(4) 地球・惑星形成期の磁場と惑星進化解明
 太古代の岩石から得られたジルコン単結晶について NRM の磁気マッピングを行い、 $1 \times 10^{-12} \text{ Am}^2$ 程度までの磁気ダイポールモーメントを求めることができた。また、Rochester 大学の微小試料用 SQUID 磁力計と磁化方位・強度が概ね一致することが確認された。また、南極で採取されたコンドライト隕石試料を SQUID 顕微鏡で分析した。さらに、玄武岩試料を用いた衝突実験と磁気マップを行い、磁場中磁化獲得・無磁場中消磁の確

認を行った。これらの研究は継続中であり、今後分析・解釈をさらに進める。

<引用文献>

Fong, L. E., et al. (2005). Review of Scientific Instruments, 76, 053703.
 Fu, R. R., et al. (2012). Science, 338, 238-241.
 Hankard, F., et al. (2009). Geochem. Geophys. Geosys., 10, Q10Y06.
 Lammer, H., et al. (2008). Space Science Reviews, 139, 399-436.
 Oda, H., et al. (2011). Geology, 39, 227-230.
 Uehara, M., et al. (2010). Geochemistry Geophysics Geosystems, 11, 1-11.
 Weiss, B. P., et al. (2000). Science, 290, 791-5.

5. 主な発表論文等

[雑誌論文](計 21件)

A. Noguchi, H. Oda, Y. Yamamoto, A. Usui, M. Sato, J. Kawai, Scanning SQUID microscopy of a ferromanganese crust from the northwestern Pacific: Sub-millimeter scale magnetostratigraphy as a new tool for age determination and mapping of environmental magnetic parameters, Geophysical Research Letters, 査読有, Vol. 44, 2017
 DOI: 10.1002/2017GL073201

Usui, Y., Tian, W., Paleomagnetic directional groups and paleointensity from the flood basalt in the Tarim large igneous province: implications for eruption frequency, Earth Planets Space, 査読有, Vol. 69, 2017
 DOI: 10.1186/s40623-016-0595-x

A. Noguchi, Y. Yamamoto, K. Nishi, A. Usui, H. Oda, Paleomagnetic study of ferromanganese crusts recovered from the northwest Pacific; testing the applicability of the magnetostratigraphic method to estimate growth rate, Ore Geology Review, 査読有, Vol. 87, 2017, 16-24
 doi:s10.1016/j.oregeorev.2016.07.018

T. Fukuzawa, N. Nakamura, H. Oda, M. Uehara, H. Nagahama, Generation of billow-like wavy folds by fluidization at high temperature in Nojima fault gouge: microscopic and rock magnetic perspectives, Earth Planets Space, 査読有, Vol. 69, 2017
 DOI: 10.1186/s40623-017-0638-y

H. Oda, J. Kawai, M. Miyamoto, I. Miyagi, M. Sato, A. Noguchi, Y. Yamamoto, J. Fujihira, N. Natsuhara, Y. Aramaki, T. Masuda, C. Xuan, Scanning SQUID microscope system for geological samples: system integration and initial evaluation, Earth Planets Space, 査読有, Vol. 68, 2016
DOI: 10.1186/s40623-016-0549-3

Kawai, J., H. Oda, J. Fujihira, M. Miyamoto, I. Miyagi, M. Sato, SQUID microscope with hollow-structured cryostat for magnetic field imaging of room temperature samples, IEEE Trans. Appl. Supercond., 査読有, Vol. 26, 2016, 1600905
DOI:10.1109/TASC.2016.2536751

Oda, H., Miyagi, I., Kawai, J., Suganuma, Y., Funaki, M., Imae, N., Mikouchi, T., Matsuzaki, T., Yamamoto, Y., Volcanic ash in bare ice south of Sor Rondane Mountains, Antarctica: geochemistry, rock magnetism and nondestructive magnetic detection with SQUID gradiometer, Earth Planets Space, 査読有, Vol. 68, 2016
DOI: 10.1186/s40623-016-0415-3

Tokumar, A., T. Nozaki, K. Suzuki, K. T. Goto, Q. Chang, J. Kimura, Y. Takaya, Y. Kato, A. Usui, T. Urabe, Re-Os isotope geochemistry in the surface layers of ferromanganese crusts from the Takuyo Daigo Seamount, northwestern Pacific Ocean, Geochemical Jour., 査読有, Vol. 49, 2015, 233-241
DOI: 10.2343/geochemj.2.0352

Y. Morishita, A. Usui, Microanalysis of platinum in hydrogenetic ferromanganese crust using SIMS, Geochemical Jour., Geochemical Jour., 査読有, Vol. 49, 2015, e21-e26
DOI: 10.2343/geochemj.2.0394

Hiroto Kubo, Norihiro Nakamura, Masato Kotsugi, Takuo Ohkochi, Kentaro Terada, Kohei Fukuda, Striped domains of coarse-grained magnetite observed by X-ray photoemission electron microscopy as a source of the high remanence of granites in the Vredefort dome, Frontiers in Earth Science: Geomagnetism and Paleomagnetism, 査読有, Vol. 3, 2015, 233-241
DOI: 10.3389/feart.2015.00031

Yamamoto Y., Torii M., Natsuhara N., Archeointensity study on baked clay samples taken from the reconstructed ancient kiln: implication for validity of the Tsunakawa-Shaw paleointensity method, Earth Planets Space, 査読有, Vol. 67, 2015
DOI: 10.1186/s40623-015-0229-8

Tanaka, H., Yamamoto, Y., Microscopic observation of titanomagnetite grains during palaeointensity experiments of volcanic rocks, Geophys. J. Int., 査読有, Vol. 196, 2014, 145-159
DOI: 10.1093/gji/ggt387

Y. Usui, T. Shibuya, Y. Sawaki, T. Komiya, Rock magnetism of tiny exsolved magnetite in plagioclase from a Paleoproterozoic granitoid in the Pilbara craton, Geochim. Geophys. Geosyst., 査読有, Vol. 16, 2015, 112-125
DOI: 10.1002/2014GC005508

T. Kashiwabara, Y. Oishi, A. Sakaguchi, T. Sugiyama, A. Usui, Y. Takahashi, Chemical processes for the extreme enrichment of tellurium into marine ferromanganese oxides, Geochimica et Cosmochimica Acta, 査読有, Vol. 131, 2014, 150-163
DOI: 10.1016/j.gca.2014.01.020

Okamoto, N., A. Usui, Regional Distribution of Co-rich Ferromanganese Crusts and Evolution of the Seamounts in the Northwestern Pacific, Marine Georesources and Geotechnology, 査読有, Vol. 32, 2014, 187-206
DOI: 10.1080/1064119X

Kimura, Y., Sato, T., Nakamura, N., Nozawa, J., Nakamura, T., Tsukamoto, K., and Yamamoto, K., Vortex magnetic structure in framboidal magnetite reveals existence of water droplets in an ancient asteroid, Nature Communications, 査読有, Vol. 4, 2013
DOI: 10.1038/ncomms3649

[学会発表](計60件)

J.A. Tarduno, R.D. Cottrell, R.K. Bono, Eric Thern, H. Oda, The first billion years of the geodynamo, JpGU-AGU Joint Meeting 2017(招待講演、国際学会) 2017年5月20日、千葉県千葉市

Xuan Chuang・小田啓邦, SQUID顕微鏡による高分解能古地磁気・環境岩石磁気記録の復元、日本地球惑星科学連合2016年

大会（招待講演）2016年05月22日、千葉県千葉市

小田啓邦・佐藤雅彦・宮城磯治・河合淳・宮本政和・野口敦史・山本裕二、Development of a SQUID scanning microscope - Noise, drift and detection limit -, ELSI Workshop on: Geophysical & Geochemical Constraints on Early Planetary Dynamos (招待講演、国際学会) 2015年9月17日、山梨県南都留郡富士河口湖町

Nakamura, N., Bando, Y. and Kumamoto A., Subsurface structures beneath lunar magnetic anomaly in Crisium, ELSI Workshop on Geophysical & Geochemical Constraints on Early Planetary Dynamos (招待講演、国際学会) 2015年9月15日～19日、山梨県南都留郡富士河口湖町

J. Kawai, M. Miyamoto, H. Ogata, H. Oda, I. Miyagi, M. Sato, J. Fujihira, A SQUID Microscope Using a Hollow-Structured Cryostat for Scanning Room-Temperature Rock Samples, 15th International Superconductive Electronics Conference (招待講演、国際学会) 2015年7月7日、愛知県名古屋市

〔図書〕(計 3件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 2件)

名称：試料ホルダ及び合成画像取得方法
発明者：小田 啓邦・宮城 磯治・河合 淳
権利者：国立研究開発法人産業技術総合研究所・学校法人金沢工業大学
種類：特許
番号：特許願 2015-057524
出願年月日：2015年3月20日
国内外の別：国内

名称：SQUID 顕微鏡
発明者：河合 淳・小田 啓邦・藤平 潤一
権利者：学校法人金沢工業大学・国立研究開発法人産業技術総合研究所・株式会社フジヒラ
種類：特許
番号：特許願 2014-135554
出願年月日：2014年7月1日
国内外の別：国内

〔その他〕

ホームページ

<https://unit.aist.go.jp/igg/pgd-rg/SQUID/index.html>

6. 研究組織

(1)研究代表者

小田 啓邦 (ODA, Hirokuni)
国立研究開発法人産業技術総合研究所・地質情報研究部門・上級主任研究員
研究者番号：90356725

(2)研究分担者

河合 淳 (KAWAI, Jun)
金沢工業大学・先端電子技術応用研究所・教授
研究者番号：10468978

山本 裕二 (YAMAMOTO, Yuhji)
高知大学・教育研究部自然科学系理学部門・教授
研究者番号：00452699
(平成28年度より連携研究者)

臼井 朗 (USUI, Akira)
高知大学・総合研究センター・特任教授
研究者番号：20356570
(平成28年度より連携研究者)

臼井 洋一 (USUI, Yoichi)
国立研究開発法人海洋研究開発機構・地球深部ダイナミクス研究分野・研究員
研究者番号：20609862

中村 教博 (NAKAMURA, Norihiro)
東北大学・高度教養教育・学生支援機構・教授
研究者番号：80302248

宮城 磯治 (MIYAGI, Isoji)
国立研究開発法人産業技術総合研究所・活断層・火山研究部門・主任研究員
研究者番号：90358119

佐藤 雅彦 (SATO, Masahiko)
国立研究開発法人産業技術総合研究所・地質情報研究部門・研究員
研究者番号：90358119
(平成28年度より研究分担者)

(3)連携研究者

(4)研究協力者

野口 敦史 (NOGUCHI, Atsushi)
高橋 浩規 (TAKAHASHI, Hironori)
伊藤 孝 (ITO, Takashi)
宮本 政和 (MIYAMOTO, Masakazu)
河端 美樹 (KAWABATA, Miki)
城後 香里 (JOGO, Kaori)
XUAN, Chuang
MCENROE, Suzanne
TARDUNO, John