

# エアロジェル捕獲試料を評価するための 超高速衝突実験

奥平恭子<sup>1</sup>, 野口高明<sup>2</sup>, 矢野 創<sup>1,3</sup>

(要旨) スターダスト探査機で回収されたサンプルの厳密な評価のためには、室内模擬実験が不可欠である。スターダスト計画で彗星塵の捕獲材として用いられたシリカエアロジェルは、優れた断熱材でもあるため、捕獲時にサンプルが熱変成などの影響を被る可能性がある。そこで著者らは、加熱の指標となるようなケイ酸塩鉱物粒子を加速器でエアロジェルに打ち込んで抽出後に種々の分析を行い、変成の有無・程度を評価した。本稿では、これまでの我々の研究内容をレビューし、スターダストサンプルやそのトラックの形状について考察する。

## 1. はじめに

2006年1月、NASAのスターダスト探査機によってヴィルト第2彗星の塵が地球上にもたらされた。エアロジェルと呼ばれる透明な捕獲材中に見事に捉えられた彗星塵粒子の画像はとても印象深いものだったであろう。しかし、これらの粒子は本当に元々の彗星塵の姿を留めていると言えるのだろうか？それが我々の研究の発端である。

超低密度（スターダストでは平均 $0.02 \text{ g/cm}^3$ 、本研究では $0.03 \text{ g/cm}^3$ ）の非晶質 $\text{SiO}_2$ であるシリカエアロジェル（以下、エアロジェル）は、超高速で飛来する宇宙塵（マイクロメテオロイド）やスペースデブリ（宇宙ゴミ）の捕獲媒体として優れた性質を持つとされる。例えば、速度 $6 \text{ km/s}$ 程度までの超高速固体微粒子の捕獲が可能、試料への汚染が少ない、可視光に対し透明であるため捕獲物の確認が容易、軽量で熱に強く宇宙環境での使用に十分耐えうる、等である。実際に、NASAのスターダスト計画（1999年打上げ）をはじめとしてJAXAのSM/MPAC&SEED（2001年打上げ）など、いくつもの宇宙機搭載実績がある。古く

はESAのEuReCa（1992年打上げ）や、Euro Mir95（1995年打上げ）などが挙げられる。しかし、この素材が試料の元の状態をどれだけ保持したまま捕獲できるのかという問題に関して鉱物学的観点から研究された例はそれまでにはほとんどなかった。すなわち、シリカエアロジェルは優れた断熱材でもあるため、粒子の運動エネルギーから変換された熱によって、捕獲時に試料を熱変成させるのではないかという懸念があった。しかし、変成をさせずに捕獲できるかどうかは明らかではないにもかかわらず、これまで熱に弱いサンプルを用いた捕獲実験・研究はされてこなかった。そこで我々は、低い分解温度を持つ宇宙塵に関連した鉱物の粒子を模擬物質として選び、捕獲時に起こるであろう鉱物の変成や粒子の体積変化等の評価を行った。このような研究は、スターダスト計画をはじめとする、エアロジェルを捕獲媒体として用いているサンプルリターンミッションにおける、回収サンプルの厳密な評価やその後の科学的議論にとって必要不可欠なものである。

## 2. 研究手法

著者らは2種類の宇宙塵模擬物質、すなわちサー

1. 宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究本部

2. 茨城大学

3. 宇宙航空研究開発機構 月・惑星探査推進グループ

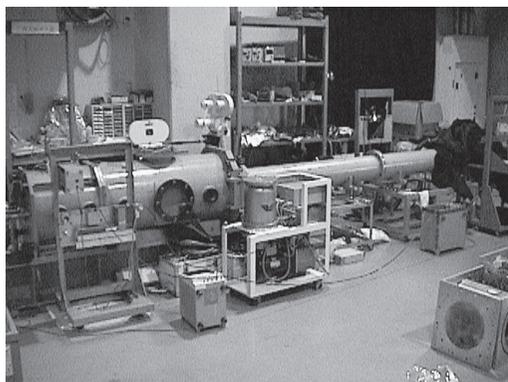


図1：JAXA・宇宙科学研究本部の二段式軽ガス銃。約2 km/s から4 km/s までの速度が出せる。

ペンティン ( $\text{Mg}_6\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ ) とクロンステダイト ( $\text{Fe}^{2+}_4\text{Fe}^{3+}_2\text{Si}_2\text{Fe}^{3+}_2\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ ) というCMコンドライト隕石に特徴的に含まれる含水層状ケイ酸塩鉱物とマーチソンCM隕石の粉末 (粒径 $125 \sim 167 \mu\text{m}$ ) を、約2～6 km/sの速度で密度 $0.03\text{g}/\text{cm}^3$ のエアロジェルに撃ち込んだ。2～4 km/sの速度域での実験はJAXA・宇宙科学研究本部の二段式軽ガス銃 (図1) で、速度6 km/sでの実験は英国・ケント大学で行った。2種の含水ケイ酸塩鉱物は比較的低温で (サーペンティンは約 $650 \sim 700 \text{ }^\circ\text{C}$ 、クロンステダイトは $470 \text{ }^\circ\text{C}$ ) 無水物へと分解するため、捕獲の過程での熱変成を評価するには適した素材である。両鉱物及び隕石の粉末はサボと呼ばれる容器に詰め、これを弾丸としてショットガン方式で別々にエアロジェルに撃ち込まれた。なお、サボは標的であるエアロジェルまでは到達しないように設計されている。

実験後、主に粒子体積の残存率を調べる目的で画像を撮影し、粒子サイズや、粒子によってエアロジェル中に掘られる「トラック」(貫入孔)の体積・長さ等を測定した。その後サンプルは、クリーンルーム内において、タングステン針や絵筆を用いてエアロジェルから手作業で取り出され、種々の鉱物学的分析がなされた。SEM (走査型電子顕微鏡) /EDS (エネルギー分散型X線分光装置) で表面形状および組成の変化を、シンクロトロン放射光XRD分析でバルクの鉱物組成

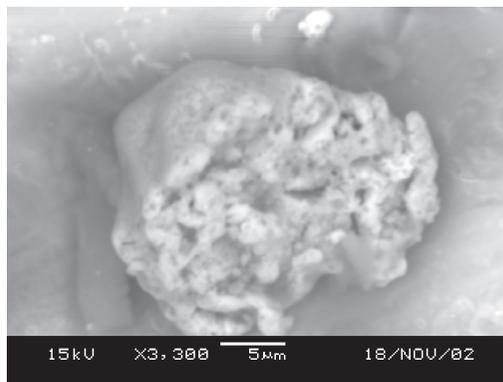


図2：速度約6 km/sで撃ち込まれ、エアロジェル中より抽出したクロンステダイト粒子のSEM画像。スケールは $5 \mu\text{m}$ 。

を、TEM (透過型電子顕微鏡) /EDSおよびFE-SEM (フィールドエミッション型走査型電子顕微鏡) で各鉱物の微細構造をそれぞれ調べた。

### 3. 各分析の詳細と結果

#### 3.1 SEM (走査型電子顕微鏡) / EDS (エネルギー分散型X線分光装置)

エアロジェルより取り出された粒子はまずSEM/EDSで粒子の表面形状や大きさ、主要元素組成の変化が調べられた。撃ち込み前のサンプルと比較すると、ほとんどの粒子で表面に融けたような組織が見られ、特に6 km/sで撃ち込まれた試料には著しい発泡の形跡があった (図2)。

#### 3.2 シンクロトロン放射光XRD分析

SEM/EDSにより、撃ち込んだ鉱物粒子に間違いないと確認された物のうち数粒を選んで、X線回折法を用いてバルク (粒子全体) の結晶度を調べた。放射光を用いることで、粒子1粒 ( $2 \sim 100 \mu\text{m}$ ) ずつのバルクの鉱物組成が得られる。本研究では高エネルギー加速器研究機構放射光施設のBL-3A収束単色・白色X線ステーションを用いてX線回折分析を行った。実験およびデータ解析は九州大学の中村智樹助教授に行っていた。分析の結果、ほとんどの粒子において粒

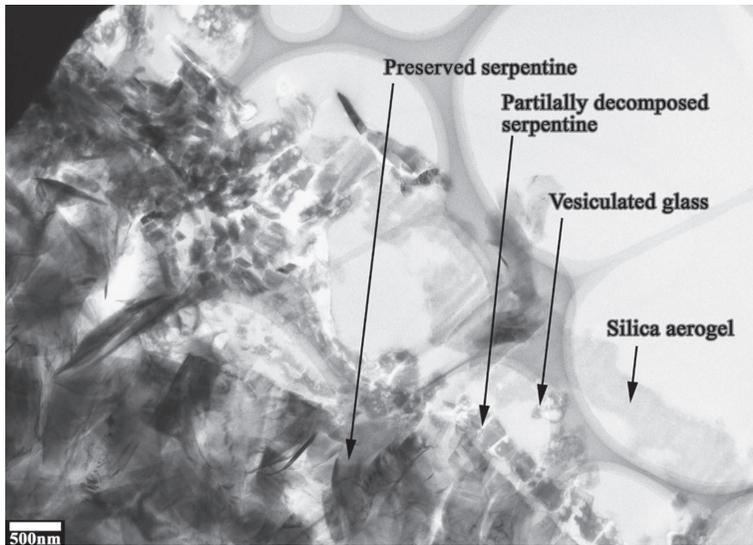


図3: 速度 6.21km/sで撃ち込まれたサーペントイン粒子断面の TEM画像。残存した粒子の表面付近には厚さ約  $0.5\mu\text{m}$  の発泡した層があり、その内側には厚さ  $<0.3\mu\text{m}$  程度の部分的に分解した層が観察された [1]。

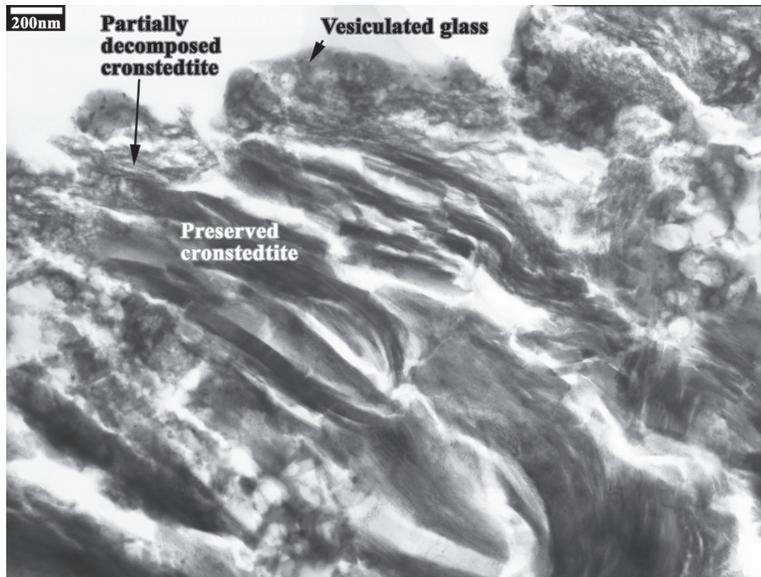


図4: 速度 6.06 km/sで撃ち込まれたクロンステダイト粒子断面の TEM画像。広範囲に発泡が見られ、表面(厚さ約  $0.3\mu\text{m}$ ) では熔融発泡部分と部分的に分解した部分、変化の起きていない部分が入り混じっている。さらにごく表層(厚さ  $<0.2\mu\text{m}$ ) は発泡したガラス質の層に覆われている [1]。

子を作る鉱物がほとんどアモルファス(非晶質)化する、あるいは別の鉱物が結晶化に分解するといった変化は見られなかった。もっとも、含水層状ケイ酸塩の脱水分解によってできるアモルファス物質はX線回折

ではハローパターンとしてしか認識されず、多量に存在しないと検出できないので、層状ケイ酸塩の一部が分解してアモルファス物質が形成されたかどうかを正確には判断できなかった。

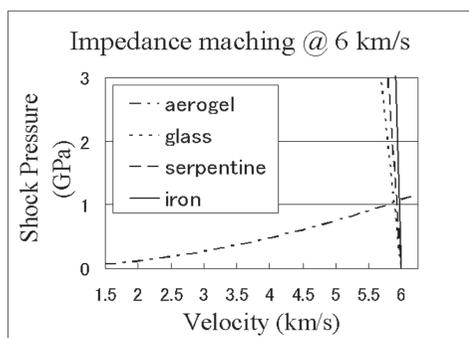


図5: インピーダンスマッチング法によって求めた、速度 6 km/s で密度 0.03 g/cm<sup>3</sup> のエアロジェルによってサーペンティンが捕獲された場合の衝撃圧 (GPa)。横軸は粒子速度、縦軸は衝撃圧。比較のため、ガラスおよび鉄のユゴニオ曲線も表示してある。

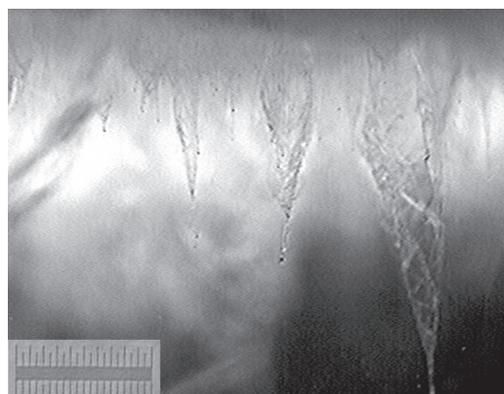


図6: 速度6.06 km/sで撃ち込んだクロンステダイト粒子によって形成された、キャロット(人參型)に近いトラック。スケールは全長1 mm。

### 3.3 TEM (透過型電子顕微鏡) / EDS (エネルギー分散型X線分光装置)

さらに試料は透過型電子顕微鏡 (TEM) と、付属するEDSで鉱物の微細構造や個々の鉱物組成を調べた。主に粒子辺縁部で何が起きているかを観察することが目的である。分析には茨城大学・機器分析センターのJEOL JEM-2000 FXにPhilips DX4エネルギー分散型元素分析装置が装着されたものを使用した。観察する試料は超薄切片法により準備した。

全てのサンプルにおいて、表面、すなわち残存した部分の最外層で融解や発泡の証拠が見られた。2～4 km/sの実験生成物について、サーペンティンの粒子断面をTEM観察すると、粒子表面から1 μm近くは部分的に分解していることが分かった。一方クロンステダイトでは、表面に厚さ約1-200 nmの発泡を起こしている層と、その内部に厚さ1-500 nmでクロンステダイトが分解した層が観察された。それより内側では鉱物は脱水分解していない、部分的～完全にアモルファス化した鉱物粒子の表層の化学組成は、粒子内部の変化を起こしていない部分とほぼ同じ化学組成を持つが、発泡部分はクロンステダイトとシリカエアロジェルの中間の組成であり、粒子と捕獲媒体の両者が融解して混合していることがわかる。

約6 km/sの実験生成物では、やはりXRDでは両鉱物に顕著な変化は検出されなかった。しかし、TEMおよびFE-SEMでの捕獲粒子断面の観察では、両者には大きな違いが見られた。サーペンティンの場合、捕獲粒子表面に約4 km/sで捕獲されたクロンステダイトの場合とよく似た組織が観察される。すなわち、粒子表面に厚さ1 μm以下の発泡した層があり、その内側に厚さ1 μm程度の部分的に分解した層が観察された (図3)。ところがクロンステダイトの場合には発泡が広範囲に起きており、溶融発泡部分と部分的に分解した部分、変化の起きていない部分が層状ではなく複雑に入り混じっている (図4)。これらの違いは、両者の脱水分解温度 (サーペンティン650～700 °C、クロンステダイト470 °C) の違いを反映していると考えられる。

またマーチソン隕石では、粒子中のトチリナイト (分解温度約300°C) が内部で生き残っていることが判った[1]。

### 3.4 粒子体積残存率の見積もり

捕獲時に起こる粒子サイズの変化を調べるため、光学画像を用いて、エアロジェル表面でのトラック (貫入孔) の入り口径、および捕獲された粒子の直径等を計測した。それらの値を用いて個々の捕獲粒子の体積

残存率を求めた。体積残存率の定義は、元の粒子体積を100%とした時の、残存した粒子体積の割合である。その際、(1)トラックの入り口径は元の粒径の何倍かになっている、(2)数枚の画像から推定される粒径は必ずしも正しい粒径を反映しない、などの理由から、サーペンティンとクロンステダイトについては校正実験を行って補正値を決め、補正した値を用いて計算を行った。(1)については、実験の制限上、撃ち込み前の粒子サイズを正確に決めることができない、そこでトラックの入り口径を粒径とみなして体積を見積もるが、通常エアロジェルにあく孔は元の粒径を厳密には反映せず何倍かになる。我々はエアロジェルにサイズの揃った真球の微粒子を撃ち込む校正実験を行って速度毎の補正値を決定した。(2)については、捕獲粒子がいびつな形状をしているために、数枚の画像からでは正確に粒子の3軸を計測できず、正確な体積を見積もることができないと判った。そこで、直交する任意の2方向から撮った画像から元の粒子の3軸がどのように見えるかという確率分布を求め、それを利用して3軸の補正値を決め、捕獲粒子の体積を推定した。これにより、2種の鉱物の残存率は、サーペンティンの場合には2 km/sで平均42% ( $1\sigma$  16)、3 km/sで平均39% ( $1\sigma$  22)、4 km/sで平均32% ( $1\sigma$  19)、6 km/sで平均21% ( $1\sigma$  18)、クロンステダイトの場合には2 km/sで平均39% ( $1\sigma$  13)、3 km/sで平均30% ( $1\sigma$  15)、4 km/sで平均25% ( $1\sigma$  32)、6 km/sで平均22% ( $1\sigma$  18)と求まった。なお、マーチソン隕石は、硬いコンドルールや柔らかいマトリックスのどの部分が粉末になっているかによって、結果にばらつきが大きいため、見積もりはおこなわなかった。

## 4. 議論

粒子表面で見られた発泡したような組織は、同じ速度でもサーペンティンよりクロンステダイトの方が顕著であった。これは両者の分解温度の違いを反映していると言えるだろう。

粒子がエアロジェルに当たった瞬間の衝突発光分光の解析から衝突時の温度が $2000 \pm 200\text{K}$ と推定される[2]にも関わらず、粒子内部に大きな熱の影響がなかったのは、現象のタイムスケールが短く、また加熱された最外層がアブレーション効果ではがされていったために熱が内部まで伝わらなかったことが原因と考えられる。密度 $0.03 \text{ g/cm}^3$ のエアロジェルによって捕獲された場合、含水層状ケイ酸塩鉱物粒子は金属・アルミナなど他の物質より低い残存率を示し、元の表面形状は失われる。低い残存率はフラグメンテーション(破碎)とアブレーション(剥ぎ取り)の両方に効果によると考えられる。残った粒子の表面には発泡した層とアモルファス層が存在しているが、このような残存した部分のみからこれら2つの効果の寄与を見積もることは難しく、現時点ではアブレーションとフラグメンテーションのそれぞれの寄与を定量的に決定することは行っていない。破碎された粒子はトラック壁面に付着、もしくはトラック内に分布していると考えられるが、FE-SEMを用いて分析したところ、失われた質量を補う程度の粒子は検出されなかった。

また、エアロジェルによる捕獲時の衝撃圧は、インピーダンスマッチング法を用いると6 km/sの場合でも約1 GPaという低い値が得られた(図5)。このような圧力では、鉱物粒子は破壊されるが衝撃変成を受けるほどではない[3]。実際、TEM観察によっても鉱物に衝撃変成の証拠は見られなかった。

## 5. スターダストサンプルの解釈

5-7 km/sでエアロジェルに撃ち込まれた磁硫鉄鉱が金属鉄への還元などの変化を見せたという報告がある[4]。磁硫鉄鉱の分解温度はサーペンティンやクロンステダイトと比較すると高く、約 $700^\circ\text{C}$ と推定されるが、熱拡散率が大きいためにこのような変化が見られたと考えられる。一方、ミール宇宙ステーションに搭載されたエアロジェル製捕集器で捕獲された宇宙塵中に自形の磁硫鉄鉱が見つかった[5]。粒子中で

結晶度の低いケイ酸塩鉱物の中に埋まっていたことから、粒子内部の温度上昇を妨げるような層（結晶度の低いケイ酸塩鉱物など）があると、鉱物は無傷で捕獲されやすいと言える。このような例と我々の研究などから、元の組織や鉱物をどの程度とどめているかは各鉱物の分解温度、分解時にどのような反応が起こるか（吸熱反応か発熱反応か）、熱拡散率、破壊強度などに依存していることが分かる。スターダスト計画で回収された試料中には、今までのところ含水層状ケイ酸塩鉱物は見つかっていないが、我々の研究は彗星塵に層状ケイ酸塩が含まれていたらどのように変化するか調べたというよりは、いわばそれらを温度センサーの代わりとして用いているので、スターダストの捕獲粒子の変化を考える際の基礎的データとして使うことができるであろう。

我々の実験で見られたトラックと、スターダスト回収サンプルで見られるトラックとを比較してみよう。含水層状ケイ酸塩鉱物粒子によって形成されるトラックは図6に見られるように、キャロット（人参型）と呼ばれるトラックに近い（典型的な人参型よりはやや太い）ものが多い。過去に行われたオリビンなどの鉱物粉末をエアロジェルに撃ち込んだ実験においても、約6km/sで捕獲された粒子は、人参型のトラックを作っている[4]。一方、スターダスト回収サンプルでは、トラック形状は人参型からバルブ型まで多様性がある[6]。トラックの形状は速度によっても変化するが、スターダストの場合は速度条件が一定であるため、このような形態の違いは、捕獲粒子の組成や粒子の集合状態を反映している。我々の実験で用いられたような細かい（数100～数10 μm）結晶質のばらばらの粒子が捕獲された場合は、細長い人参型トラックとなるのに対し、バルブ型のトラックでは、こうした細かいばらばらの結晶以外の形態・集合状態の粒子が捕獲されたと考えられる。実際、捕獲された彗星塵では、脆くて微細な粒子の集合体がバルブを、比較的大きな結晶質の粒子がその先の細いトラックを形成したと考えられている[7]。実験室でも、ゆるく結合した微粒子

の塊りであるココア粉末を撃ち込んだ実験や、揮発性の高い粒子を用いた実験で、スターダストサンプルに類似したバルブ型トラックが見られている[6]。バルブ型のようなトラックは、ゆるく結合した微粒子や揮発性成分が爆発的に広がることで早い段階で形成されたと考えられる。一方、人参型のトラックはまず比較的細いトラックができ、粒子が停止した後も、すなわち長さ方向への成長が止まった後も、太さ方向への成長が続く。我々は室内実験の際、高速度カメラを用いてトラックが形成される様子を撮影してこのような現象を把握し、素過程を解明しつつある。

## 謝辞

シンクロトロン放射光XRD分析を担当してくださった九州大学の中村智樹博士、英国・ケント大学での試料撃ち込み実験を担当してくださったMark Burchell博士、宇宙科学研究本部での試料撃ち込み実験に協力してくださった長谷川直博士にあらためて感謝の意を表明したい。

## 参考文献

- [1] Noguchi, T. et al., *Meteoritics and Planetary Science*, Vol. 42, No. 3. 357. 2007.
- [2] Okudaira, K. et al., *Advances in Space Research*, 34, 2299. 2004.
- [3] Reimold W. U. and Stoffler D., *Lunar and Planetary Science IX*, 955. 1978.
- [4] Barrett R. A. et al., *Proc. of the 19th LPSC*, 22, 203. 1992.
- [5] Hörz, F. et al., *Icarus*, 147, 559. 2000.
- [6] Hörz, F. et al., *Science*, 314, 1716. 2006.
- [7] 土山・中村 本誌