はやぶさサンプル初期分析開始

安部 正真¹, 藤村 彰夫¹

(要旨)小惑星探査機はやぶさが地球に帰還し,回収されたカプセルの中から発見された粒子がイトカワ起源であると判断された.その全容はまだ明らかではないが,最大100µm超の粒子も確認され,10µm以上の粒子も1000粒以上あると予想される.キュレーション設備では,サンプルの取出しを行い,その一部を初期分析チームに分配し,初期記載を行うための初期分析が開始された.本稿では,サンプルコンテナ開封後の作業と,初期分析開始に至るまでの経緯について報告する.

1. サンプルコンテナ開封

はやぶさカプセルのInstrumental moduleと呼ばれ る部分が相模原のキュレーション設備に搬入された のは、2011年6月18日の午前2時ごろである.その後, ほぼ24時間体制でInstrumental moduleの分解やサン プルコンテナのCT画像取得および外部の洗浄を行い, 6月20日の午後5時ごろには地球大気から隔離された クリーンチャンバー(第1室)の中に無事搬入された. はやぶさが地球大気に突入したのが6月13日午後11 時ごろなので、1週間以内でサンプルを地球物質によ る汚染の心配のない環境に収納することができたこと になる.

サンプルコンテナはサンプル収集後バイトン製の O-ringを用いて宇宙空間でシールされる構造になっ ており,設計上は大気突入時にカプセル内が高温(最 大で80℃と予測)にさらされたとしても,100時間で コンテナ内圧が10E-2Torr(1.3Pa)以下の大気透過(混 入)におさえられるということになっている.しかし, バイトンO-ringによるシールが正常に行われたかど うかは,コンテナ内のガス分析がされるまで分からな い状況であった.

コンテナの開封は、クリーンチャンバー内で、開封 時の荷重と変位の変化をモニタしながら、またチャン バー内のガスを四重極型質量分析計で分析をしながら、

1. 宇宙航空研究開発機構

abe@planeta.sci.isas.jaxa.jp

慎重に行った.事前のコンテナ内圧推定作業で,コン テナ内は大気圧より減圧されていると予想されたため, クリーンチャンバー内は真空環境で開封している.結 果として,開封時にはコンテナ内に5000Pa(20分の1 気圧)程度の大気が混入していたことが分かっている. この原因については現在も調査中であるが,コンテナ 内に発見されている白色物質(図1)がO-ringシール面 にも付着していたことが分かっており,これによって O-ringシールの大気透過率が上昇したことが考えられ る.また大気突入後およびチャンバー搬入までの作業 においてシール面を通して一時的に大気の透過率上昇 があり,2重O-ringシールの中間ポケット部まで大気 圧になった可能性がある.

いずれにしても、コンテナ開封後,ただちにクリー ンチャンバーは再び真空引きされ,白色粒子のあるコ



図1: はやぶさサンプルコンテナ開封. コンテナ内に白色粒子の 存在が確認できる.

ンテナとはやぶさサンプルが入っていると思われるサ ンプルキャッチャーは分離され,キャッチャー部のみ が,キャッチャーハンドリング容器内にセッティング された後,別のクリーチャンバー(第2室)に移送さ れており,サンプルの地球大気による汚染は最小限に とどめられている.

2. サンプルキャッチャー内の様子

第2室に移送されたキャッチャーハンドリング容器 は、グローブ操作によって、高純度窒素ガス雰囲気に おいて、再び開封され、チャンバー内部および外部か らの光学顕微鏡観察によって、キャッチャー内部の観 察が実施されている。キャッチャー内部の観察は第1 室での開封時にもチャンバー内の窓越しに目視で行う ことができたが、その時点では全くと言ってよいほど サンプルらしき物質は確認できなかった。プロジェク タイル撃込みによる通常のサンプリング手法が実施さ れず、粒子サイズも小さいことを想定してはいたが、 それ以上に厳しい状況からのスタートであった。

第2室には、回収粒子サイズが小さいことを想定し て、10 µm程度の粒子まで認識できるようキャッチャ ー内部観察用の顕微鏡を事前に準備していた.しかし、 探査機打ち上げ前にはそれほど小さなサンプルの回収 までを考慮しておらず、キャッチャー内表面の微小ス ケールな切削傷を背景にした微小粒子の識別が難しい 状況であった.それでも複数の粒子のピックアップを 早々に成功させている(図2).

粒子のピックアップには、今回新たに開発された静 電制御型マニピュレータシステムが使用されている [1]. このマニピュレータも微小粒子回収を想定して事 前に準備されたものである.マニピュレーションに用 いる針はサンプルの汚染を最小限にするために、合成 石英を用いている.クリーンチャンバー内に持ち込む ジグ類は、キャッチャーで用いられている素材である、 アルミ、ステンレス、テフロン系素材以外に、石英を 原則としている.さらにサンプルが直接触れる可能性 がある物については、合成石英を原則として用いてい る.

マニピュレータ用の針は静電制御を行うために内部 に白金線を仕組んである.白金線やサンプルステージ にかける電圧をコントロールして静電気で付着してい



図2:サンプルキャッチャー内からの微粒子ピックアップ.

る微粒子をピックアップおよびリリースする.マニピ ュレータによるピックアップ・リリースについては, 現在まだ習熟段階であり,1日に数粒ピックアップで きることもあれば,1粒もピックアップできないこと もある.また必要に応じて a 線源を用いて除電を行 うこともある.ピックアップした粒子は,保管用のス ライドガラスに置かれるか,すぐに走査型電子顕微鏡 (SEM)観察にかける場合は,専用のSEMホルダーに マニピュレータを用いて移動させる.

スライドガラスは1枚に1.5mmピッチのマス目が 10x10つけてあり、その中央に数十µm程度の窪みを つけている、マス目の中に粒子を置き、1枚のスライ ドグラスで最大100粒の粒子が保管できるようにして いる、スライドガラスやシャーレなど合成石英の素材 については、有機溶剤および超純水による超音波洗浄 のあと、酸・アルカリ処理を行い、最終的には超純水 によるリンスと乾燥を行ってからチャンバー内に搬入 している。

SEMホルダーは、粒子と接する部分については、 銅で構成されたものと、金で構成されたものの2種類 を用いており、必要に応じて使い分けている.電子顕 微鏡は、クリーンチャンバーとは別の場所に置かれて いるため、クリーンチャンバー内で、高純度ガス雰囲 気で密閉した後、チャンバー外に取出し、再び電子顕 微鏡内で高純度ガス雰囲気にした状態で開封できるよ うにホルダーは特別仕様である.



図3: サンプルキャッチャー A室のヘラによる掻き出し作業.

3. イトカワ起源粒子の同定

ピックアップ作業はキャッチャー内部の直接ピック アップから開始したが、粒子ピックアップ作業の効率 の悪さが予想されたため、事前に別途用意していたテ フロン製のヘラによる掻き出しを実施している.最初 の掻き出しはキャッチャーA室の最上部(土手と呼ば れている部分)である(図3).掻き出しのあと、ヘラ 先を石英のシャーレに設置し、内部顕微鏡で観察した ところ、数十粒の粒子が確認された.そこで、複数個 をマニピュレータでSEMホルダーに移しSEM/EDX 観察を行ったところ、組成はAIであることが判明した. これはキャッチャー内の純アルミコーティングがはが れていることを意味している.

テフロン先に付着した残りの粒子についてはマニピ ュレータを用いたスライドガラスへの移し換え作業を 進めると同時に、テフロンヘラを直接SEMで観察す る準備を進めた.この作業ははやぶさ帰還以前には検 討していなかったものである(ヘラはあくまでも内部 の粒子を掻き出して、石英シャーレなどに移動させる ためのものであり、粒子サイズもより大きなものを 想定していた).事前に準備したヘラ先はSEMホルダ ーには収まらない大きさであったため、SEMホルダ ー内に入る大きさに変更したヘラを急遽新たに製作し、 ホルダー形状も変更して新規に製作した.並行して、 テフロンヘラ先をSEM/EDXで観察するための条件 出しを別途検討した.

用いたSEM/EDXはHITACH FE-SEM(S-4300SE/ N)である. 観測条件は高純度窒素ガス60Paの低圧モ



図4: 走査型電子顕微鏡によるESED画像. 30Paの低圧モードで 7keV 600倍の条件で測定. 中央の一番大きな粒子がかん らん石の元素組成を示している.

ードで10keV 600倍までとした.新しいヘラによる掻き出しを実施することができたのは9月下旬で,9月末にはSEM/EDX分析を開始している(図4).ヘラで掻き出した場所はキャッチャーA室内の回転筒側面と呼ばれる場所の一部である.

現時点でヘラの片面の観察までしか実施できていな いが、すでに3000粒以上の粒子が確認され、その半 分程度がAI等の人工物で、残りが岩石質であること が分かっている.この岩石質の粒子の分析結果を検討 したところ、「そのほぼ全てが地球外物質であり小惑 星イトカワ起源であると判断された(プレスリリース [2])」.なお、このSEM/EDXの分析・検討において、 中村智樹氏、野口高明氏が中心的役割を果たした.詳 しいデータについては、論文化された後に改めて解説 が必要であるが、プレスリリースの際の公開情報では 説明不十分でかえって関係者を混乱させてしまった部 分もあるため、本稿でも少し補足したいと思う.

公表されたのは約1500粒のSEM/EDX分析のサマ リであり、公開情報としては、確認された鉱物種の頻 度と、輝石・カンラン石に含まれる鉄・マグネシウム 比のデータのみである、LPSCのアブストラクト[3]で は鉱物種の頻度として、580粒のカンラン石、118の低 カルシウム輝石、56粒の高カルシウム輝石、186粒の 斜長石、113粒の硫化鉄、13粒のクロム鉄鉱、10粒の カルシウムリン酸塩鉱物、3粒のFeNi 金属、447粒の 複数鉱物の混合粒子が発見されていることを明らかに している、また、かんらん石のFa#、低カルシウム輝 石のFa#、高カルシウム輝石のFs#およびWo#や斜 長石のAb#なども測定し,鉱物種および鉱物化学組 成を総合的に鑑みて,ヘラ先に付着した粒子の構成鉱 物は普通コンドライトと一致することが分かった.一 方はやぶさ探査機に搭載された近赤外線分光器や蛍光 X線スペクトロメータによる観測結果からも,イトカ ワの表面物質が普通コンドライト的な物質であると予 想されていたことから,はやぶさが回収したサンプル はイトカワ起源であると総合的に判断した.イトカワ 起源粒子同定の経緯については他の文献(地質学ニュ ース)でも解説されているので参照されたい[4].

ヘラ先の粒子サイズは最大でも40µmで大部分が 10µm以下である、10µm以下の粒子はクリーンチャ ンバー内の光学顕微鏡では視認するのが難しく、その ひとつひとつをピックアップしてより分けることはで きない、そのため、電子顕微鏡内でのピックアップが 可能なマニピュレータを新規に開発することになった、 現在マニピュレータシステムは製作が完了し、操作習 熟中である。

4. 粒子のピックアップ作業

ヘラ先の粒子のSEM観察と並行して、キャッチャ - A室内部の光学顕微鏡観察を実施する中で、A室 とB室の仕切り板付近で多数の粒子を発見した(図5). しかし、仕切り板にマニピュレータの針先を届かせる ためには、マニピュレータの針の再製作が必要であり、



図5:サンプルキャッチャー仕切り板付近の微粒子.

その準備に時間を要した.ようやくマニピュレータ針 の準備が整い,慎重に針先を粒子に近づけると,キャ ッチャー内壁に静電気で付着している粒子は針を近づ けるだけで簡単に移動してしまい,ピックアップは困 難を極めた.しかし,この作業の中で,仕切り板上に も,表面の加工傷の影響で視認性が悪いため全容が分 からないながらも,多数の粒子が存在し,その中には 100μmを超えるサイズの粒子があることも分かった.

一方初期分析の開始前にキャッチャーB室の観察 も行う必要があり、そのためにはこれまで観察してき たA室開口部に一旦蓋をして、上下反転し、B室の開 口部を開封する必要があった。 当初はA室開口部の 蓋としてステンレス製のキャッチャーハンドリング容 器の蓋が準備されていたが、反転時にA室内の粒子 が落下して蓋に付着することが予想され、その粒子の 視認性と回収効率を向上させるために、専用に石英板 を別途準備してキャッチャーハンドリング容器の開口 部にかぶせてから(図6)反転し、石英板に付着した粒 子を確認しながらピックアップする方法を選択した. 石英板表面を鏡面加工したこともあり、採取後の観察 で, 粒子に識別が楽になり, マッピング観察と画像二 値化による粒子カウンティングにより、10 µm以上の 粒子が1000個以上あることが分かった.ただし.こ の中には半分程度(あるいはそれ以上)のAI粒子等の 人工物が含まれていることや、石英板表面等の傷を誤 認している可能性もあることに注意したい.

いずれにしても,石英板に付着させることで,ピッ クアップおよびSEM観察の目処が立ち,この中から 最初の初期分析粒子を選択することとなった.



図6:サンプルキャッチャー A室の開口部に円形の石英板をボル ト4か所で取り付けたところ.



図7:サンプルキャッチャーA室からピックアップした粒子の ESED像. 60Paの低圧モードで10keV 450倍の条件で測定.

5. 初期分析開始

初期分析の粒子分配については、「はやぶさサンプ ル分配委員会(Hayabusa sample allocation committee, 通称HSAC)」(メンバーは向井利典(委員長),藤村彰夫, 川口淳一郎,吉川真,中村栄三,土山明,Michael Zolensky, Scott Sandford, Trevor Ireland,中村智樹,

表1:初期分析計画の一覧.

野口高明,岡崎隆司,中村正人,加藤學,安部正真) で議論承認をしていただいている.初期分析分配の判 断には、キュレーション設備で光学観察とSEM/EDX 観察の結果(図7)を用いている.

初期分析の分析チームは、「初期分析検討委員会」(初 代委員長は久城育夫先生)で選抜されているが,選抜 後に退官された研究代表者もおり,初期分析検討委員 会や「キュレーション・アナリシス委員会,通称CA 委員会」(初代委員長は山本哲生先生)およびHSACで 代表者の交代や新しいサブチームおよび分析チームメ ンバーの承認行っている.またはやぶさの持ち帰るサ ンプルサイズが微小サイズであることを想定して,は やぶさ帰還の1年以上前の事前検討として、「「はやぶ さ」試料の微小分析に関る技術検討委員会(委員長は 久城育夫先生)」や「はやぶさ試料分析有識者会合」 を開催し,分析技術やキュレーション技術に対する評 価やコメントをいただいている.

はやぶさ帰還後これまで4回のHSAC会議を開催し, 初期分配の方針を確認した.当初初期分析には全体の 15%のサンプルを使用することになっていたが,いま だサンプルの全容が確認できていない為,それまでに

分析代表者(*)と 主要メンバー (分析代表者五 十音順)	所属	分析法、使用設備	得られる情報
海老原 充* 関本 俊	首都大・理工 京都大・原子炉	中性子放射化分析法(京都大学原子炉実験所 研究用原子炉)	元素組成
北島 富美雄* 小嗣 真人 大河内 拓雄	九州大・理 JASRI/SPring-8 JASRI/SPring-8 (JASRI: 高輝度光 科学研究センター) (SPring-8: 大型放 射光施設)	顕微ラマン分光法/顕微蛍光分析法、顕微赤外 分光法(九州大) X線光電子顕微鏡(SPring=8)	高分子有機物質の有無と構造
土`山 明* 上杉 健太朗	大阪大・理 JASRI/SPring-8	X線CT(SPring·8)	粒子の3次元形状および3次元内部構造
中村 栄三	岡山大・地球物質科 学研究センター	分析方針の決定(岡山大)	データの総括
辻森 樹		光学顕微鏡・実体顕微鏡(岡山大) 走査型電子顕微鏡(岡山大) 電子線プローブマイクロアナライザ(岡山大)	粒子表面 - 内部構造情報 粒子の構成鉱物の同定、組織構造解析 鉱物種モード、主要元素化学組成
国広 卓也		高分解能2次イオン質量分析計(岡山大)	酸素同位体組成、リチウム同位体組成(粒子径15µm以上の場合)
森口拓弥		二次イオン質量分析計(岡山大)	H, B, C, F, Cl濃度組成、希土類など微量元素化学組成
小林 桂		透過型電子顕微鏡(岡山大)	微細構造観察、結晶構造同定、局所化学分析、主要元素分布、有機物の存在の有 無
神崎 正美		顕微レーザーラマン分光分析装置(岡山大)	高分子有機物質の構造解析(有機物の存在が確認された場合)
田中 亮吏		安定同位体質量分析システム(岡山大)	対象粒子にマッチした元素濃度および同位体組成標準試料の作成。上記同位体分析 微量元素化学組成分析は、これら標準試料に基づいて実施。
牧嶋 昭夫		表面電離型質量分析計(岡山大) 誘導結合プラズマ質量分析計(岡山大)	
中村 智樹 [*] 野口 高明 田中 雅彦	東北大・理 茨城大・理 物質・材料研究機構	X線回折、蛍光X線分析(高エネルギー加速器研 究機構放射光施設) 走査型電子顕微鏡(東北大、九州大、茨城大) 透過型電子顕微鏡(茨城大、日立ハイテク) X線回折(SPring*8) 	鉱物の種類と存在度、全岩元素組成 岩石組織と鉱物元素組成 鉱物微細組織、局所化学組成、宇宙風化の状況 鉱物の結晶構造
長尾 敬介* 岡崎 隆司	東京大・理 九州大・理	希ガス質量分析法(東京大)	太陽風および宇宙線起源希ガスの存在量と同位体組成に基づくイトカワ表面環境
奈良岡 浩* 三田 肇 浜瀬 健司 福島 和彦	九州大・理 福岡工大・工 九州大・薬 名古屋大・農	ガスクロマトグラフ質量分析計(九州大) 液体クロマトグラフ蛍光検出法(九州大) 飛行時間型二次イオン質量分析計(名古屋大)	有機化合物の有無と種類
圦本 尚義*	北海道大·理	同位体顕微鏡/二次イオン質量分析計(北海道 大)	同位体組成、微量元素組成

回収された粒子の中からある割合の粒子を順次初期 分析に分配し、分配回数も1回ではなく、複数回実施 することとした.まずはキャッチャーA室の回収と SEM観察が一通り実施された段階で、1月下旬から キャッチャーA室の粒子について粒子の分配を行い、 初期分析が開始されている[5].初期分析の分析内容 と分析チームは表1の通りである.途中キュレーショ ン設備内の機器定期メンテナンスや地震およびその後 の計画停電の影響により、一部のチームへの分配に遅 れが生じたが、4月初旬までに1回目のサンプル分配 が一通り開始できたところである.

初期分析の成果は,まだ中間段階での発表をLPSC で行っただけで,論文化はこれからであるので,詳細 については今後述べることとする.本稿が掲載される 頃には今年度の地球惑星科学連合大会も開催されてい るため,多くの方には初期分析の結果についてお伝え することができているのではないかと思う.

キュレーション作業を通して、当初予定していたサ イズより小さかったことは、その後の作業を困難にし たが、小さくとも多数の粒子が発見され、イトカワの 粒子であると判断することができたのは幸いである。 キャッチャーB室の粒子もA室同様石英板による採取 は行われているが、ピックアップ作業はこれからであ る.B室粒子についてもピックアップ作業によりある 程度粒子数が確保できた段階で、初期分析への分配が 行われる予定である。

6. 初期分析後の予定

初期分析への分配を終えた後は事前の協定により NASAにも粒子分配することが決まっている.また その後国際公募をすることも決まっており、そのため の粒子ピックアップ作業も並行して進めている.

キュレーション作業では、この小さくとも貴重なサ ンプルを汚さずかつ無くさないことに最重点を置いて ピックアップ作業および記載作業を行っている.初期 分析もその一環として行っているあるため、粒子の移 送には極力大気にさらさない工夫をお願いしている. 移送容器についてはそれぞれの分析テーマに合わせた 設計製作がされている.今後キュレーション設備側で は、国際公募に向けたサンプルの分割準備や移送容器 開発も進めつつ、粒子のピックアップ作業および記載 作業を継続していく予定である. 現時点では1日平均 1~2粒のペースでピックアップ・記載・保管作業が 進められているため, 遅々とした作業になっているが, 貴重なサンプルを汚さずかつ無くさないという方針で 進めている. 時間はかかってはいるが, 確実にサンプ ルのキュレーション作業は進んでいるのでご理解いた だきたい.

7. 謝辞

キュレーション作業は2007年度末に設備が完成し、 2009年度からはやぶさのキュレーション作業を想定 した運用リハーサルを開始している.これらの作業は JAXA 側メンバーである,著者2名以外に,矢田達氏, 岡田達明氏,白井慶氏,石橋之宏氏,を中心に行われ ており,初期分析チームからも,中村智樹氏(東北大), 野口高明氏(茨城大),岡崎隆司氏(九州大)に2年以上 にわたる協力により進められていることを記し,感謝 の意を表したい.2011年度からは新たに上椙真之氏, 唐牛譲氏をキュレーション作業メンバーとして迎え入 れている.

参考文献

- [1] 藤村彰夫, 安部正真, 2010, 遊星人 19, 211.
- [2] http://www.jaxa.jp/press/2010/11/20101116_ hayabusa_j.html
- [3] Nakamura, T. et al., 2011, LPSC 42, #1766.
- [4] 中村智樹, 野口高明, 2011, 惑星地質ニュース 23, 4. http://kumano.u-aizu.ac.jp/PlaGeoNews/Site01/PDFs/ PlaGeoNews23 1.pdf
- [5] http://www.jaxa.jp/press/2011/01/20110117_ hayabusa j.html