

# 走査型電子顕微鏡による氷床コア中の超微粒子観察

繁山 航<sup>1</sup>, 永塚尚子<sup>2</sup>, 本間智之<sup>3</sup>, 高田守昌<sup>3</sup>, 東 久美子<sup>2,4</sup>, Ramona Valentina Mateiu<sup>5</sup>, 東 信彦<sup>3</sup>

<sup>1</sup>長岡技術科学大学大学院

<sup>2</sup>国立極地研究所

<sup>3</sup>長岡技術科学大学

<sup>4</sup>総合研究大学院大学

<sup>5</sup>デンマーク工科大学

## Analysis of micro-particles in ice cores using electron microscopy

Wataru Shigeyama<sup>1</sup>, Naoko Nagatsuka<sup>2</sup>, Tomoyuki Homma<sup>3</sup>, Morimasa Takata<sup>3</sup>, Kumiko Goto-Azuma<sup>2,4</sup>,  
Ramona Valentina Mateiu<sup>5</sup> and Nobuhiko Azuma<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Nagaoka University of Technology, Graduate School of Engineering,

<sup>2</sup>National Institute of Polar Research

<sup>3</sup>Nagaoka University of Technology

<sup>4</sup>The Graduate University for Advanced Studies

<sup>5</sup>Technical University of Denmark

In order to clarify composition and distribution of micro-particles and crystal orientations in polar ice cores we are developing a method using electron microscopy and micro analysis methods which have not been used so far. Here we present our ongoing study to apply electron microscopy to analysis of micro-particles in ice cores.

極地氷床コアに含まれる微粒子の組成・分布および氷の結晶方位を明らかにするために、今まで利用されることのなかった氷に対する電子顕微鏡法と微小部分分析方法の確立を目指している。本報では、氷床コア中の微粒子分析に向けた電子顕微鏡法に関する直近の進捗状況について報告する。

### 1. はじめに

氷床中の微小粒子不純物は大気中のエアロゾルが降雪やドライフォールアウトによって氷床中に堆積し、取り込まれたものと考えられるが、その種類は鉱物微粒子、塩微粒子や生物微粒子など様々である。氷床コア解析でこれまで測定可能であった微粒子は、粒径が約 500nm 以上であり、500nm 以下の超微粒子はどの程度含まれるのか、どこに存在するのか不明である。そこで我々は氷床コア中の超微粒子の分布状態をつきとめること、そして、鉱物微粒子、塩微粒子及び生物微粒子と氷結晶粒界との相互作用及びこれらの微粒子が氷の結晶組成に及ぼす影響を実験的に明らかにすることを目的として、研究を行なっている。

本研究では、従来氷の観察・分析に殆ど用いられてこなかった走査型電子顕微鏡 (SEM) を使用し、種々の氷床コア中の超微粒子の組成や分布状態、氷の結晶方位を明らかにするため、これまで行なってきた観察手法について現状と課題を報告する。

### 2. EBSD 分析

EBSD(Electron Back Scatter Diffraction)法は試料表面に照射した電子線を回折させ、その回折パターン (菊池線) から照射箇所結晶方位を同定するものである。試料は水平から約 70° 傾斜させた状態で SEM チャンバー内に静置し、SEM 電子銃から発せられた電子線は試料表面で散乱、回折し、試料表面から約 2cm の位置にある検出器で菊池線が検出される。この EBSD 法では微小領域 (空間分解能 1μm) の分析が可能なので、亜粒界面をはさんだ結晶方位を決定することができる。

### 3. 装置

本研究で主に使用する装置は、SEM (FEI Quanta FEG450) , EDS 分析装置 (Oxford Instruments X-Max 50) , EBSD 分析装置 (Oxford Instruments HKL Channel 5) である。SEM チャンバー内は、Quarum 社の PP3010 によって冷却されており、液体窒素を用いて最低温度 -196°C まで制御することができる。PP3010 は試料挿入時に生じる SEM チャンバー内の温度と圧力の変化を抑えるために前室 (プレパレーションチャンバー) を備えており、試料は一度このプレパレーションチャンバーに挿入された後、内部の雰囲気は SEM チャンバーの温度・圧力に近づけられ、その後 SEM チャンバーに挿入される。この一連の作業は Fig.1 に示すプレップデッキおよびトランスファーロードを用いて行われる。プレップデッキにおいて、試料および試料台は液体窒素中でトランスファーロード

に固定される。その後、ロッドはプレパレーションチャンバーに接続され、最終的に SEM チャンバー内へ挿入される。

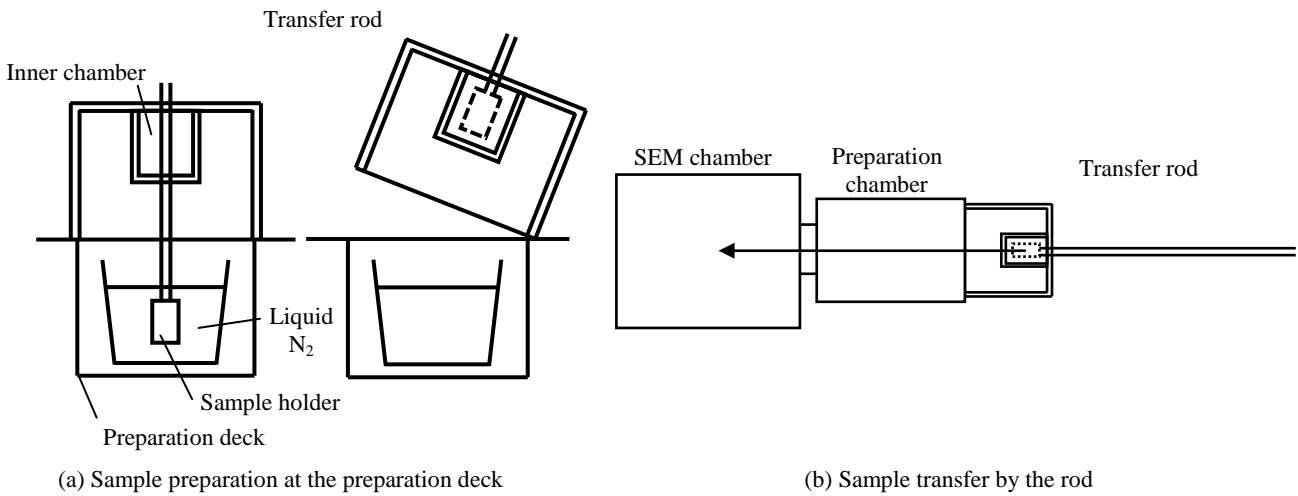


Fig.1 Sample preparation and cryo-transfer system

#### 4. 進捗状況および展望

前述の装置を用いて EBSD 法を行うためには、トランスファーロッドによって SEM チャンバーに挿入できる大きさであり、試料を水平から  $70^\circ$  の傾斜状態に固定する試料台が必要である。このため、我々は長さ、幅、高さがそれぞれ約 12mm の EBSD 分析用試料台を作製した。これは試料固定面が  $45^\circ$  傾斜しており、SEM チャンバー内で試料台を固定したステージをさらに  $25^\circ$  傾けることによって試料が  $70^\circ$  傾斜することを実現させる。

現在、SEM 試料台および EBSD 分析用試料台に氷試料を固定し、Fig.1 に示す方法に従って氷試料の SEM チャンバーへの挿入を試みているが、氷試料を液体窒素に入れる段階で生じる試料の割れが課題である。氷は熱伝導率が低いため、液体窒素による急冷で表面と内部の熱収縮量差が大きくなることが原因として考えられる。この対策として、氷を液体窒素に入れる前までに十分に冷却すること、試料の大きさを変更し、氷表面と内部の収縮量差を減少させること等が挙げられる。

氷を SEM チャンバーへ観察できる状態で挿入できた後には、組成や大きさが明らかである微粒子を含む氷試料の観察・EDS 分析、結晶方位が明らかである氷試料の EBSD 分析を行い、その後、未知試料の観察・分析を行ってゆく。