

• 月球、火星、小行星的形成演化与深空探测 •

俄歇电子能谱在月壤纳米金属铁原位分析中的应用前景

吴焱学^{1,2}, 李雄耀¹, 王世杰¹, 李世杰¹, 唐红¹

1. 中国科学院 地球化学研究所 月球与行星科学研究中心, 贵阳 550002; 2. 中国科学院大学, 北京 100049

利用高放大倍数显微镜, 在月壤的胶结质玻璃相中以及月壤颗粒表面非晶质环带里, 都可以观察到很多圆形小球。其中, 利用背散射电子成像(BSE-SEM)技术统计出胶结质玻璃相中圆形白色小球粒径主要在10nm到1500nm之间, 平均粒径约为138nm, 由于受到背散射电子成像分辨率的制约, 无法看到更小粒径的圆形小球; 通过透射电子显微镜(TEM)观察发现, 胶结质玻璃相中粒径小于30nm的圆形小球, 平均粒径约为7nm, 最小为3nm, 而月壤颗粒表面非晶质环带里的圆形小球粒径最大只有12nm, 平均约为3nm。对月球样品进行铁磁共振分析, 研究表明月壤中存在着大量的金属铁, 高地成熟月壤中纳米金属铁的含量最高可达0.7%, 而月海成熟月壤中最高可达1%; 在月壤的能量损失谱中, 测出 Fe^{2+} 谱峰的同时, 也出现了很强的 FeO 峰, 再一次证明了月壤中金属铁的存在。结合之前观察到的白色小球, 可以认为它们就是纳米级别的金属铁, 关于这一点, 已经得到了公认。由于纳米金属铁的存在, 月壤的物理、化学和光学特征都受到了一定的影响, 如月壤相对于月岩有着更高的磁化系数, 月壤反射光谱发生着一些改变。而这些影响对研究月球的历史演化都有直接的关系。因此, 对月壤中纳米金属铁进行细致地研究有着重要的科学意义。但是月壤中的纳米金属铁粒径太小, 同时常规仪器又受到自身空间分辨率的制约, 直接对这些纳米级别的金属铁进行原位分析, 特别是对存在于月壤颗粒表面50nm~200nm的非晶质环带中的纳米金属铁分析, 仍是一个世界难题。所以找到一种可以直接对这些纳米金属铁进行原位分析的实验方法, 非常必要。

对月壤中纳米金属铁原位分析得到其成分和价态信息, 需要测试仪器具有高的空间分辨率和高的表面灵敏度(达到纳米级别), 同时具有对元素进行定性分析和得到其化学价态信息的能力。而这些, 都是俄歇电子能谱仪(AES, Auger Electron Spectroscopy)的优势所在。俄歇电子能谱仪是一种研究固体表面成分的分析技术, 可对固体表面进行元素定性分析、半定量分析、元素深度分布分析和微区分析。在材料科学领域的许多课题中, 特别是在合成金属材料及半导体材料表面分析方面, 俄歇电子能谱仪都有着广泛的应用; 但是, 在地质工作当中, 它展开的工作并不多, 很少在月壤研

究中应用。俄歇电子能谱仪是利用一定能量的电子束轰击样品, 使样品表面原子的内层电子电离产生空位, 发生俄歇跃迁过程, 并测量俄歇电子能量分布, 从而得到样品表面化学成分。它可分析除H、He以外的元素周期表上所以的所有元素; 表面灵敏度高, 能给出固体表面1~3nm的组分信息; 空间分辨率高, 最佳分辨率可达5nm, 可给出元素在表面上的一维或二维分布图像; 结合离子溅射, 可进行组分深度剖析, 具有固体组分三维分析能力; 化学态信息丰富, 利用高分辨俄歇谱, 从能量位移和线性变化取得表面化学态信息。

利用俄歇电子能谱仪对月壤中纳米级金属铁进行研究, 其高的空间分辨率, 能够直接对单个纳米金属铁进行原位分析, 得到圆形小球的成分和价态信息; 同时AES高的表面灵敏度, 能有效地得到月壤颗粒表面50nm~200nm的非晶质环带中的纳米金属铁俄歇信号。所以, 将俄歇电子能谱仪应用到月壤中对纳米金属铁进行原位分析, 理论上是完全可行的。当然, 在实际实验研究当中, 也会遇到一些问题, 如AES产生的荷电效应会使导电性不好的月壤分析困难, AES化学信息可用性较差等, 但是不断地验证和改良实验方案, 这些问题基本都可以解决。俄歇电子能谱仪很少对导电性能不好的样品进行研究, 没有现成消除荷电效应的方法。但我们可以借鉴扫描电子显微镜(SEM)和X射线光电子能谱仪(XPS)消除荷电效应的方法对实验进行改进, 对样品荷电控制和荷电校正。俄歇电子峰的能量和形状携带了固体表面原子所处的化学环境的信息, 可作为价态分析的参考。AES化学位移涉及到的三个电子中的每一个都可能与多重终态或弛豫效应有关, AES数据非常复杂, 难于解释。但是通过大量实验对比, 还是可以比较准确得到由于价态不同引起峰位变化的对应关系图。所以实验综合分析Fe元素在各种单质和化合物中的俄歇谱图, 可以原位分析得到月壤中纳米铁的真实价态信息。以上讲到的问题解决方法大多只是理论参考, 得到可行的实验方案并且实际应用还要通过大量的实验进行验证。

通过俄歇电子能谱仪对月壤进行研究, 可以为解决月壤中纳米金属铁原位分析问题提供一种方法, 准确地得到纳米颗粒成分和价态的信息。