

АНАЛИТИЧЕСКАЯ СКАНИРУЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ В ИЗУЧЕНИИ УЛЬТРАДИСПЕРСНОЙ ФРАКЦИИ ЛУННОГО РЕГОЛИТА

А. В. Мохов

ИГЕМ РАН, г. Москва, avm@igem.ru

В настоящее время Луна является наиболее изученным после Земли планетным телом. Пик интереса к сравнительному изучению Земли и Луны приходился на 1970-е годы, когда Советским Союзом и США были осуществлены крупномасштабные космические проекты. В результате полетов 6-ти американских пилотируемых кораблей – Аполлон-11, 12, 14, 15, 16 и 17 (1969–1972 гг.) и 3-х советских автоматических возвращаемых станций – Луна-16, 20 и 24 (1970–1976 гг.) на Землю было доставлено порядка 380 кг лунного вещества, из которых около 325 грамм – отечественными космическими аппаратами. С тех пор началось планомерное изучение лунного вещества – образцов горных пород и грунта (реголита) с поверхности Луны.

Основным и необычайно эффективным способом поиска рудных минералов в самых мелких фракциях реголита оказалась аналитическая сканирующая микроскопия с использованием методики прямого просмотра мелкой (менее 74 мкм) фракции в отраженных электронах в режимах СОМРО, и его модифицированном варианте, режиме Shadow.

Пробоподготовка выполнялась следующим образом. На стандартные алюминиевые столики для сканирующего электронного микроскопа наклеивался двухсторонний углеродный скотч в составе которого, в пределах чувствительности энергодисперсионных рентгеновских спектрометров, фиксировались лишь углерод и кислород. Сразу после вскрытия ампулы с пробой грунта она тонким слоем рассыпалась на внешнюю сторону скотча, с которой непосредственно перед этим снималась защитная пленка, и столик с приготовленной пробой закрывался в стерильной чашке Петри и убирался в специальное хранилище до момента исследования в электронном микроскопе. Таким образом в максимальной степени исключался риск заражения проб посторонними фазами, что представляет собой наибольшую угрозу достоверности получаемых результатов.

Первоначально фрагменты реголита тщательно просматривались в режиме СОМРО (Shadow) в отраженных электронах на сканирующем микроскопе с увеличением порядка 3000^x. Выявленные по контрасту фрагменты с увеличенным, по сравнению с основной силикатной матрицей, средним атомным номером анализировались на элементный состав.

Основным недостатком такого подхода является игнорирование, наряду со стеклом и обычными для Луны силикатами, фаз с низким средним атомным номером, потенциально очень интересными. Однако просмотреть сотни тысяч ультрадисперсных силикатных частиц в поисках таких фаз не представляется возможным и остается только надеяться на случайную такую находку. Количество же более тяжелых ультрадисперсных фаз меньше примерно на два порядка, что делает такую поисковую задачу решаемой, несмотря на то, что основная доля в этой выборке приходится на самородное железо и, может быть, одна из тысячи частиц будет иметь другой состав и представлять научный интерес.

В случае необходимости, особенно для определения вхождения кислорода в состав анализируемой частицы, регистрировались картины распределения элементов в характеристическом рентгеновском излучении. Так выполнялась предположительная диагностика фаз и фиксировалась их взаимосвязь. Количественный анализ выполнялся на полированных шлифах и на отдельных частицах. В случае необходимости, особенно для определения вхождения кислорода в состав анализируемой частицы, регистрирова-

лись картины распределения элементов в характеристическом рентгеновском излучении. Так выполнялась предположительная диагностика фаз и фиксировалась их взаимосвязь. Количественный анализ выполнялся на полированных шлифах и на отдельных частицах.

Препараты лунного грунта представляют собой частицы субмикронного размера, рассыпанные тонким слоем на углеродном скотче. С точки зрения осуществления количественного рентгеноспектрального анализа возможно два кардинально различающихся варианта: размер исследуемой частички менее зоны генерации рентгеновского излучения и, наоборот, крупнее этой области.

Вариант 1. Размер частиц сравним или менее зоны генерации. Форма частиц – как правило, неправильная. Оптимальным решением в этом случае является использование пик/фон метода анализа, однако в большинстве случаев стандартного обеспечения спектрометров этот метод реализован недостаточно корректно, поэтому приходится использовать фрZ-метод с нормировкой к 100 %.

Вариант 2. Если размер анализируемой частицы превышает предполагаемые размеры зоны генерации рентгеновского излучения, то имеет значение ее собственная геометрия. В этом случае, после предварительной калибровки по кобальту, используется сначала процедура анализа фрZ-методом с отключенной нормировкой, при которой выбирается такая точка на поверхности частицы, анализ из которой имеет сумму концентраций будет наиболее близок к 100% как по недостатку, так и по избытку. Таким образом выбирается наиболее горизонтальный участок на поверхности частицы. После этого из этой точки выполняется анализ с уже включенной нормировкой. Нормировка включается для того, чтобы позднее не создавалось впечатления выполнения количественного анализа с соблюдением классических норм полированного образца. Ненормированный анализ выполняется только в случае плоской горизонтальной поверхности, подтвержденной разворотом образца относительно детектора. В этом случае результаты измерений концентраций элементов и сумма анализа не меняются при различной ориентации по отношению к детектору. Во всех ситуациях анализ самой изучаемой частицы выполняется либо по первому, либо по второму варианту.

При исследовании препарата возможны несколько ситуаций расположения изучаемой частицы по отношению к окружающим, а именно: 1 – отдельно лежащая на углеродном скотче частица на значительном удалении от соседних частиц; 2 – частица, лежащая в тесном окружении других частиц, в том числе массивных; 3 – маленькая частица на (в) частице большего размера; 4 – маленькая частица на (в) массивной частице в окружении других частиц, в том числе крупных.

Ситуация 1. В этом случае анализ выполняется в соответствии с вариантом 1 или 2 в зависимости от соотношения зоны генерации и размеров частицы.

Ситуация 2. Помимо определения состава самой частицы осуществляется анализ всех окружающих частиц в радиусе не менее 10 мкм. После этого образец разворачивается на 120 градусов. Повторный анализ выполняется в тех же точках. В случае получения по изучаемой частице резко противоречащих предыдущим результатов, осуществляется еще один поворот в ту же сторону. Полученного массива анализов достаточно для учета влияющих факторов и при дальнейшей обработке становится возможным получить достаточно адекватные результаты.

Ситуация 3. Помимо определения состава основной частицы выполняются несколько анализов матрицы, на (в) которой она находится. Это дает возможность в ряде случаев учесть влияние элементов матрицы на результаты анализа изучаемой частицы. В случае неправильной геометрии осуществляется разворот (см. ситуация 2).

Ситуация 4. Предварительно получают карты распределения элементов на участке порядка 10 мкм от анализируемой частицы. На основе полученных карт распределения элементов как в низко- (в частности кислорода), так и высоко- энергетич-

ных областях, выявляются зоны поглощения рентгеновского излучения, связанные с геометрией участка. Анализируется, не попадает ли исследуемая частица в одну из таких зон, если да, то предполагается угол разворота, на который нужно повернуть образец для устранения указанного эффекта. После этого осуществляется разворот, и заново строятся карты распределения. Удостоверившись в достижении оптимальной геометрии, проводятся количественные анализы самой частицы и ее окружения. Последующий анализ и обработка полученных данных позволяют надеяться на максимальную достоверность анализа.

Используя эту методику в лунном реголите выявлены двадцать две ранее неизвестные в природе и тридцать одна новая для Луны ультрадисперсная (нано- и микро-размерных) минеральная фаза, в числе которых самородные металлы и сплавы, сульфиды, галогениды, оксиды, сульфаты и карбонат.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 06-05-65215 и программы ОНЗ-9.