実験概要

DualEELSを備えたContinuumスペクトロメータ

タイトル

嫦娥5号が回収した月面試料に対するEELSを用いた第二鉄の含有量の評価

Gatan社製使用装置

Continuum Sは高速取得を実現するXCR™ センサーと最先端のデータ取得ハードウェアから構成されるエネルギー損失分光器(EELS)です。結果としてほぼゼロのデッドタイムを実現し、約8,000スペクトル毎秒でエネルギーシフトの補正を可能とするふたつのエネルギー範囲からのEELSデータ取得を達成しています。さらにDigitalMicrograph® ソフトウェアの最新の機能を利用することにより、三次元の化学状態マップが素早く、かつ高い信頼性をもって取得することが可能となりました。

研究の背景

月面のレゴリス中に含まれる鉄の存在を利用し、我々の太陽系における酸素のポテンシャルを研究者達は記録し明らかにしようとしています。アポロ探査機が持ち帰った試料に対する過去の研究では、月表面と内部では非常に還元性が強く主に第一鉄(Fe^{2+})、または金属鉄(Fe^{0})が主であり、第二鉄(Fe^{3+})はごく僅か(<1 wt%)であることが判っています。しかしながら、最近月ガラス粒中にははるかに高い濃度のFe^{3+}を含むことが示されました。月表面の非常に高い還元雰囲気におけるFe^{3+}の生成と安定性の機構については未だ議論の中にあります。今回EELSによる化学状態マッピングと電子線トモグラフィを用いて著者らは説明を試みています。

材料と測定手法

嫦娥5号が回収した凝集ガラス粒 (Sample ID: CE5C0400YJFM00408) の鉄の酸化状態に応じて、Fe $L_{2,3}$ エッジのエネルギー損失吸収端微細構造(ELNES)は差異を示しています(図1e)。しかしながら、この差異を識別し自動的に場所を特定するためには、取得したデータの全ての分析点に対してゼロロスピーク(ZLP)の位置を正確に判っている必要があります(図1d)。著者らはDualEELSとZLP-Lock機能を用いて月試料からローロスとハイロスのEELSマッピングデータを各試料傾斜角に対して収集しました。これらのELNESデータセットの連続傾斜像に対して多重線形最小二乗法(MLLS)に基づくフィッティングを行い、鉄の酸化状態の定量的な分布を決定しています(図1bがFe^{0}/Fe^{2+}、図1cがFe^{3+}を示します)。この作業を全ての傾斜像に対して行い、化学状態を示すトモグラムを生成しました。これらの知見と更なる解析によって、ガラス粒中の高いFe^{3+} の濃度は大気の無い月面に微小な隕石が衝突する際の電荷の不均化に起因しているとの結論に達しました。

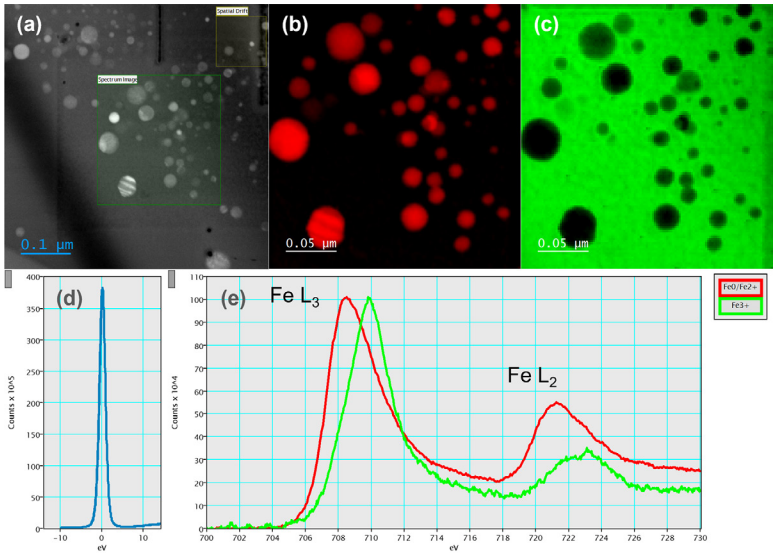

図1 (a) 分析領域とドリフト補正を行った領域を示す環状暗視野(ADF)像。(b) Fe^{0}/Fe^{2+}と(c) Fe^{3+}のMLLS関数を用いたFeの化学酸化状態マッピング。(d)ZLP-Lockを用い測定したゼロロスピーク。(e) 異なる価電子状態のスペクトル構造を示すFe LのELNESの拡大像。

まとめ

月表面から回収された試料中の第二鉄の起源の研究がDualEELSによって可能となりました。この手法は鉄の化学的な酸化状態に基づいて鉄の成分を分離し解析するために用いることが出来ます。

謝辞

A special thanks to Dr. Haiyang Xian from Guangzhou Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences.

[1] Xian, H., Zhu, J., Yang, Y. et al. Ubiquitous and progressively increasing ferric iron content on the lunar surfaces revealed by the Chang'e-5 sample. Nat Astron (2023). https://doi.org/10.1038/s41550-022-01855-0.

Gatan社は、試料作製から像観察や分析までの電子顕微鏡の能力を拡げる装置とソフトウェアの世界トップレベルのメーカーです。

© 2023, by Gatan, Inc. All rights reserved. Gatan, Gatan logo, and all other trademarks are property of Gatan, Inc. unless otherwise specified.

EB-MOON-SAMPLE-FL1-NJ-JAN23-JP