



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114199906 B

(45) 授权公告日 2023.08.22

(21) 申请号 202111531020.8

(22) 申请日 2021.12.14

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 114199906 A

(43) 申请公布日 2022.03.18

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所  
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72) 发明人 李瑞 李阳 李雄耀 刘建忠

(74) 专利代理机构 北京中济纬天专利代理有限公司 11429  
专利代理师 郭萍

(51) Int. Cl.  
G01N 23/04 (2018.01)  
G01N 23/20058 (2018.01)  
G01N 23/20033 (2018.01)

(56) 对比文件

- CN 108896592 A, 2018.11.27
- CN 111650227 A, 2020.09.11
- US 2008003133 A1, 2008.01.03
- US 2011204285 A1, 2011.08.25
- CN 108333203 A, 2018.07.27
- CN 109668911 A, 2019.04.23
- CN 109827820 A, 2019.05.31
- CN 111238894 A, 2020.06.05
- CN 113218977 A, 2021.08.06
- US 2018051914 A1, 2018.02.22

Yanxue Wu. Impact Characteristics of different rocks in a pulsed laser irradiation experiment: simulation of micrometeorite bombardment on the moon. 《Advancing earth and space science》.. 2017, 第122卷(第10期), 全文.

审查员 郝善朋

权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法

(57) 摘要

本发明提供了模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,包括以下步骤:利用双束电镜的原位制样功能将地外样品的微区目标提取出来,将提取出的样品固定在加热芯片的观测窗口,制成透射电镜样品;将透射电镜样品的加热芯片安装于透射电镜配备的加热样品杆上,置于透射电镜的样品腔内,通过透射电镜的原位加热技术来模拟地外天体表面的热演化过程,并在热演化过程中实时观测样品中矿物相的微观结构。本发明可在模拟地外空间热环境对地外样品中矿物相的改造过程中实现对矿物相变化情况的实时观测,为地外星系热演化过程的推演、量化地外星系表层物质演化过程的研究以及地外探测器观测数据的解译等研究工作提供技术支持。

CN 114199906 B

1. 模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 利用双束电镜的原位制样功能将地外样品的微区目标提取出来,将提取出的样品固定在加热芯片的观测窗口,制成透射电镜样品;

(2) 将透射电镜样品的加热芯片安装于透射电镜配备的加热样品杆上,然后置于透射电镜的样品腔内,密闭透射电镜的样品腔并抽真空;通过透射电镜的原位加热技术来模拟地外天体表面的热演化过程,并在热演化过程中实时观测样品中矿物相的微观结构;

所述通过透射电镜的原位加热技术来模拟地外天体表面的热演化过程,是指通过对加热样品杆通电或断电控制加热芯片升温、保温或降温,使加热芯片上的样品升温、保温或降温以模拟地外天体表面的热演化过程。

2. 根据权利要求1所述模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,其特征在于,步骤(2)中控制加热芯片的温度不超过透射电镜样品中待观测矿物相的熔点。

3. 根据权利要求1所述模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,其特征在于,所述地外样品呈片状或微米级颗粒状;若地外样品呈片状,则对固定于加热芯片上的样品进行减薄操作至样品的厚度不超过100纳米,得到透射电镜样品;若地外样品呈微米级颗粒,且希望在模拟地外天体表面热演化的过程中观测样品表面矿物相的微观结构,则直接以步骤(1)固定了样品的加热芯片作为透射电镜样品;若地外样品呈微米级颗粒,且希望在模拟地外天体表面热演化的过程中观测样品内部矿物相的微观结构,则对固定于加热芯片上的样品进行减薄操作至样品的厚度不超过100纳米,得到透射电镜样品。

4. 根据权利要求1所述模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,其特征在于,所述矿物相包括橄榄石、斜长石、辉石、纳米金属铁、钛铁矿以及陨硫铁中的一种或多种。

5. 根据权利要求1所述模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,其特征在于,所述地外天地表面的热演化过程包括微陨石撞击、天体内部的传热以及天体内部熔岩流喷发中的一种或多种。

6. 根据权利要求1所述模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,其特征在于,所述地外样品为陨石或通过航天器从外太空带回地球的天然地外样品。

7. 根据权利要求1至6中任一权利要求所述模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,其特征在于,若地外样品呈微米级颗粒,步骤(2)先在热演化过程中实时观测样品表面的矿物相的微观结构,然后将透射电镜样品取出、置于双束电镜的样品腔内进行减薄操作之后,再通过加热样品杆重新置于透射电镜的样品腔中,在热演化过程中实时观测样品内部矿物相的微观结构。

## 模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于行星科学和行星探测领域,涉及一种模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法。

### 背景技术

[0002] 探究地外样品中矿物微观结构的演变成因,一直是行星科学领域的重要科学问题之一。对于地外星系而言,由于星球表层缺乏大气层的保护,星球表面的温差较大,导致星体(例如火星、月球)在早期岩浆洋分异结晶演化的后期,在接近星体表层的区域有很多亚稳态的矿物相及其受热环境影响而分解形成的后成合晶矿物相被保存了下来。通过研究地外星体表层矿物相的热解和变质过程,可追溯早期星体表层的热演化过程,量化温度区间和冷却速率等关键参数,有助于进一步了解太阳系早期演化的热历史。

[0003] 由于亚稳态矿物相的特殊性,其需要快速结晶并急速降温才能被保存下来,在地球上无法找到天然的亚稳态样品作为研究对象。为了推演地外体系的热演化过程,研究者通常选取具有特殊结构的地外样品进行分析。但是,地外样品的结构普遍是演化结束后的产物,代表的是最终状态,无法准确量化热演化过程的初始条件,给推演模型带来了一定的难度和不确定性。

[0004] 为了摸索矿物相发生热变质的参数条件,在上世纪70年代,曾有研究者尝试用烧结炉在常压真空环境下,以人工合成的单一矿物作为初始物,对样品进行长达几天的加热试验。例如,为了观测三斜铁辉石的热分解,需要在990℃的条件下恒温至少3天。但该方法的过程繁杂、耗时长,无法实时观测热分解过程矿物相的变化情况,为了达到极速降温条件,需将样品从990℃的高温环境中直接取出置于水中淬火,具有一定的危险性。

[0005] 另外,因纳米铁颗粒普遍存在于月球样品、球粒陨石等地外样品中而被认为是太空风化的代表产物之一,其形成原因包括:太阳辐射、微陨石撞击以及星体内部岩浆喷发至星体表面带来的热蚀变等。纳米铁颗粒的存在是影响天体表层物理和光学性质的重要因素,了解纳米铁颗粒的成因机制有助于正确解译地外探测器的观测数据。近年来,甚至在一些小行星的无球粒陨石里也发现了纳米铁颗粒。然而,对于这些纳米铁颗粒的成因机制的认识目前还是匮乏的。为了探讨纳米铁颗粒的成因机制,现有技术常用脉冲激光器轰击样品表面来模拟微陨石撞击,但激光的高能量会使样品表层先受热熔融再形成纳米铁颗粒。一方面,该方法不能准确量化温度、热持续时间等热演化过程的初始条件;另一方面,该方法无法解释非熔融环境下纳米铁颗粒的形成原因。这也给推演模型带来了一定的难度和不确定性。

[0006] 基于对嫦娥5号带回的月壤样品的认识,其表征特点极为复杂,微米级颗粒样品从表层到内部都遗留了大量的空间环境(例如太空风化、热环境)对物质改造的痕迹。因此,准确模拟地外天体表面的热演化过程并在该过程中实时观测样品表层甚至内部的矿物相微观结构的变化情况,是量化地外星系热演化过程的初始条件、探讨地外星系中纳米铁颗粒的成因机制的重要基础,对于推演地外星系的热演化过程、研究地外星系表层物质的演化

过程、解译地外探测器的观测数据等都具有十分重要的意义,可为我国深空探测任务返回的样品或陨石样品在模拟热环境中原位分析提供技术支持。

### 发明内容

[0007] 针对现有模拟地外样品热演化技术的不足,本发明提供了一种模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,以在模拟地外空间热环境对地外样品中矿物相的改造过程中实现对矿物相变化情况的实时观测,为地外星系热演化过程的推演、量化地外星系表层物质演化过程的研究以及地外探测器观测数据的解译等研究工作提供技术支持。

[0008] 为实现上述发明目的,本发明采用的技术方案如下:

[0009] 一种模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,包括以下步骤:

[0010] (1) 利用双束电镜的原位制样功能将地外样品的微区目标提取出来,将提取出的样品固定在加热芯片的观测窗口,制成透射电镜样品;

[0011] (2) 将透射电镜样品的加热芯片安装于透射电镜配备的加热样品杆上,然后置于透射电镜的样品腔内,密闭透射电镜的样品腔并抽真空;通过透射电镜的原位加热技术来模拟地外天体表面的热演化过程,并在热演化过程中实时观测样品中矿物相的微观结构。

[0012] 上述技术方案中,步骤(2)中控制加热芯片的温度不超过透射电镜样品中待观测矿物相的熔点。

[0013] 上述技术方案中,所述地外样品呈片状或微米级颗粒状;若地外样品呈片状,则对固定于加热芯片上的样品进行减薄操作至样品的厚度不超过100纳米,得到透射电镜样品;若地外样品呈微米级颗粒,且希望在模拟地外天体表面热演化的过程中观测样品表面矿物相的微观结构,则直接以步骤(1)固定了样品的加热芯片作为透射电镜样品;若地外样品呈微米级颗粒,且希望在模拟地外天体表面热演化的过程中观测样品内部矿物相的微观结构,则对固定于加热芯片上的样品进行减薄操作至样品的厚度不超过100纳米,得到透射电镜样品。经过减薄操作之后,固定于加热芯片上的样品的尺寸范围为:长度5~12微米,宽度1~12微米,厚度100纳米以下。

[0014] 上述技术方案中,所述矿物相包括橄榄石、斜长石、辉石、纳米金属铁、钛铁矿以及陨硫铁中的一种或多种。实际操作中,根据具体的地外样品的构成和观测目的来选取待观测的矿物相。

[0015] 上述技术方案中,透射电镜的原位加热技术来模拟地外天体表面的热演化过程,是指通过对加热样品杆通电或断电控制加热芯片升温、保温或降温,使加热芯片上的样品升温、保温或降温以模拟地外天体表面的热演化过程,并在热演化过程中通过透射电镜实时观测样品中矿物相的微观结构。

[0016] 上述技术方案中,所述地外天地表面的热演化过程包括微陨石撞击、天体内部的传热以及天体内部熔岩流喷发中的一种或多种。实际操作中,对加热芯片的升温、保温或降温条件的控制,根据具体模拟的热演化过程来确定。

[0017] 上述技术方案中,所述地外样品为陨石或通过航天器从外太空带回地球的天然样品。

[0018] 上述技术方案中,若地外样品呈微米级颗粒,步骤(2)先在热演化过程中实时观测样品表面的矿物相的微观结构,然后将透射电镜样品取出、置于双束电镜的样品腔内进行

减薄操作之后,再通过加热样品杆重新置于透射电镜的样品腔中,在热演化过程中实时观测样品内部矿物相的微观结构。

[0019] 上述技术方案中,利用双束电镜提取微区目标、将提取出的样品固定在加热芯片上以及减薄的操作按照常规的双束电镜制样过程操作即可。

[0020] 与现有技术相比,本发明提供的技术方案产生了以下有益的技术效果:

[0021] 1. 本发明提供了模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,利用双束电镜对地外样品进行原位提取和制备透射电镜样品,将透射电镜样品与加热芯片及加热样品杆配合进行条件可控的加热、保温或冷却以模拟地外天地表面的热演化过程,可在不破坏样品本身、最大化保留样品中结构信息的基础上,实现对地外空间热演化过程的模拟并在该过程中实时观测地外样品矿物相的微观结构,克服了传统双束电镜制样工艺不适用于原位加热的问题,也克服了现有在烧结炉中进行加热实验无法实时观测样品中矿物相的变化情况和制样时间长等不足,可有效提高分析效率和准确性。

[0022] 2. 本发明提供的模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,攻克了对微区目标可控加热并实时观测地外样品中矿物相变化的技术空缺,能高度还原星体表层矿物相的热演化过程,量化热处理参数,推演星体的热历史。可为我国深空探测任务返回的地外样品或陨石样品在模拟热环境中原位分析提供有力的技术支持。

[0023] 3. 本发明提供的模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,可精准量化地外样品中的矿物相在模拟空间热环境中亚稳态相出现的条件。可为现阶段行星表层物质演化过程的研究工作提供新的研究思路。

[0024] 4. 本发明提供的模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法,可用于精准的分析地外样品中纳米铁颗粒的形成机制,并可量化纳米铁颗粒的生长速率。可为解译地外探测器探测到的光谱数据提供理论支持。

## 附图说明

[0025] 图1是实施例1制备透射电镜样品过程的图片。

[0026] 图2是实施例1火星陨石中辉石矿物相在加热前、后的图片及选区电子衍射图。

[0027] 图3是实施例2月球陨石中橄榄石矿物相在加热前、后的对比图和电子能量损失谱。

[0028] 图4是实施例3辉石和橄榄石矿物相中纳米铁颗粒长大的图片。

## 具体实施方式

[0029] 以下通过实施例对本发明所述模拟地外空间热环境对天体表层矿物微观结构改造的方法作进一步说明。以下实施例只用于对本发明作进一步的说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,所属领域技术人员根据上述发明内容,对本发明做出一些非本质的改进和调整进行具体实施,仍属于本发明保护的范围。

[0030] 下述各实施例中,所采用的双束电镜(FIB-SEM)由FEI公司生产,型号为Scios;纳米机械手为双束电镜仪器自带的操作配件。所采用的透射电镜(TEM)由FEI公司生产,型号为Talos F200S;所采用的加热芯片和加热样品杆由DENS solutions公司提供,可直接从市面上购买。

### [0031] 实施例1

[0032] 本实施例中,提供模拟地外空间热环境对火星陨石中辉石矿物相微观结构改造的方法,步骤如下:

[0033] (1)本实施例的样品为火星陨石,其表面物相结构复杂。将火星陨石样品置于双束电镜的样品腔中的样品台上,密闭双束电镜的样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察并确定辉石矿物相的位置,即确定微区目标。利用双束电镜的离子束加工功能,按照常规FIB制样操作流程进行挖坑处理并用纳米机械手提取出挖坑形成的薄片。将提取出的薄片固定在加热芯片的观测窗口。对固定于加热芯片上的薄片进行减薄操作至薄片的厚度小于100纳米,即得到TEM样品。

[0034] FIB制样操作流程:将FIB的样品台进行50~54度的倾转,对微区目标所在区域进行挖坑处理;然后将样品台转至7度,对微区目标所在区域进行“U”型槽加工;再将样品台转至0度,在水平面上利用纳米机械手提取“U”型槽加工得到的厚度约为1微米的薄片,最后向双束电镜的样品腔进气至样品腔恢复至常压,打开样品腔。

[0035] 将提取出的薄片固定在加热芯片上的操作流程:将加热芯片固定在45度倾斜的样品托上,并放置于双束电镜的样品腔内,密闭样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能找到加热芯片的FIB制样窗口区域;将该区域正对离子束方向,将水平样品台倾斜36度,将Pt针和带薄片的纳米机械手将薄片焊接在加热芯片的观测窗口,再用离子源切断薄片与纳米机械手的连接,收回纳米机械手和Pt针。

[0036] 减薄的操作流程:将双束电镜的样品台转至0度,将加热芯片水平旋转180度;将样品台转至14~18度,对加热芯片上的薄片进行减薄操作至薄片的厚度达到100纳米以下,得到TEM样品。

[0037] 该步骤制备TEM样品过程的图片如图1所示,其中的(A)图是利用纳米机械手提取薄片的图片,(B)(C)图是将薄片往加热芯片上固定的图片,(D)图是减薄之后的图片。

[0038] (2)将TEM样品的加热芯片安装于TEM配备的加热样品杆上,置于TEM的样品腔内,密闭TEM的样品腔并抽真空,之后对加热样品杆通电控制加热芯片升温至800℃并在该温度恒温10分钟,使加热芯片上的样品升温 and 保温,然后对加热样品杆断电控制加热芯片降温使样品冷却,该过程相当于是对样品进行淬火处理。通过前述加热、恒温和冷却的过程模拟火星表面的热演化过程,并在热演化过程中通过TEM实时观测样品中辉石矿物相的微观结构。

[0039] 图2的(A)(B)两图是在透射电镜的高角环形暗场像(HAADF)模式下拍摄的火星陨石中辉石矿物相在加热前、后的图片,图2的(C)图是加热前辉石的选区电子衍射图片,图2的(D)图是加热后形成的三斜铁辉石的选区电子衍射图片,选区电子衍射图用来确定矿物相的类型。由图2可知,在本实施例的模拟热环境中火星陨石中出现了亚稳态的三斜铁辉石相。

### [0040] 实施例2

[0041] 本实施例中,提供模拟地外空间热环境对月球陨石中橄榄石矿物相微观结构改造的方法,进而探讨地外空间热环境对月球陨石中橄榄石矿物相中纳米铁颗粒的成因机制,步骤如下:

[0042] (1)本实施例的样品为月球陨石,其表面物相结构复杂。将月球陨石样品置于双束

电镜的样品腔中的样品台上,密闭双束电镜的样品腔并对样品腔抽真空,之后利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察并确定橄榄石矿物相的位置,即确定微区目标。然后利用双束电镜的离子束加工功能,按照FIB的常规制样操作流程进行挖坑处理并用纳米机械手提取出挖坑形成的薄片。将提取出的薄片固定在加热芯片的观测窗口。对固定于加热芯片上的薄片进行减薄操作至薄片的厚度小于100纳米,即得到TEM样品。

[0043] 该步骤中,FIB制样、将薄片固定在加热芯片上和减薄的操作与实施例1相同。

[0044] (2) 将TEM样品的加热芯片安装于TEM配备的加热样品杆上,置于TEM的样品腔内,密闭TEM的样品腔并抽真空,之后对加热样品杆通电控制加热芯片升温至800℃并在该温度恒温30分钟,使加热芯片上的样品升温 and 保温,然后对加热样品杆断电控制加热芯片降温使样品冷却,该过程相当于是对样品进行淬火处理。通过前述加热、恒温和冷却的过程模拟月球表面的热演化过程,并在热演化过程中通过TEM实时观测样品中橄榄石矿物相的微观结构。

[0045] 图3的(A)(B)两图是月球陨石中橄榄石矿物相在加热前、后的对比图,(C)图是(B)图中数字标示区域的电子能量损失谱(EELS),(C)图中的曲线1~10分别代表(B)图数字标示区域的测量数据,比如,(C)图中的曲线1、5、10分别代表(B)图中的1、5、10处的测量数据。由图3可知,在本实施例的模拟热环境中月球陨石的橄榄石相中出现了单质纳米铁颗粒。通过电子能量损失谱(EELS)的价态分析可知,单质纳米铁颗粒的形成机制是月球陨石中的橄榄石在模拟热环境中发生了歧化反应。

[0046] 实施例3

[0047] 本实施例中,提供模拟地外空间热环境对嫦娥5号采集的月球表面月壤样品中辉石和橄榄石矿物相微观结构改造的方法,进而探讨地外空间热环境对月球表面的纳米铁颗粒的生长过程的影响,步骤如下:

[0048] (1) 本实施例采用的月壤样品的表面物相结构复杂,将其置于双束电镜的样品腔中的样品台上,密闭双束电镜的样品腔并对样品腔抽真空,利用双束电镜的扫描电子显微镜功能观察并分别确定辉石矿物相和橄榄石矿物相的位置,即确定辉石微区目标和橄榄石微区目标。利用双束电镜的离子束加工功能,按照FIB的常规制样操作流程,分别对辉石微区目标和橄榄石微区目标所在区域进行挖坑处理并用纳米机械手提取薄片。将提取出的薄片固定在同一加热芯片的不同观测窗口。分别对固定于加热芯片上的薄片进行减薄操作至薄片的厚度小于100纳米,得到TEM样品。

[0049] 该步骤中,FIB制样、将薄片固定在加热芯片上和减薄的操作与实施例1相同。

[0050] (2) 将TEM样品的加热芯片安装于TEM配备的加热样品杆上,置于TEM的样品腔内,密闭TEM的样品腔并抽真空。之后对加热样品杆通电控制加热芯片升温至800℃并在该温度恒温30分钟,使加热芯片上的样品升温 and 保温,然后对加热样品杆断电控制加热芯片降温使样品冷却,该过程相当于是对样品进行淬火处理;然后再次对加热样品杆通电控制加热芯片升温至800℃并在该温度恒温60分钟,使加热芯片上的样品升温 and 保温,然后对加热样品杆断电控制加热芯片降温使样品冷却。通过前述两次加热-恒温-冷却的过程模拟月球表面的微陨石撞击过程,并在该过程中通过TEM实时观测样品中橄榄石矿物相和辉石矿物相的微观结构。

[0051] 图4的(A)(B)两图是第一次和第二次加热-恒温-冷却后,辉石矿物相中的纳米铁

颗粒的图片,图4的(C)(D)两图是第一次和第二次加热-恒温-冷却后,橄榄石矿物相中的纳米铁颗粒的图片。由图4可知,在本实施例的模拟热环境中,纳米铁颗粒逐渐合并长大,(A)图虚线框框住的区域中的较小的纳米铁颗粒合并长大成为了(B)图虚线框框住区域中的较大的纳米铁颗粒,(C)图虚线框框住的区域中的较小的纳米铁颗粒合并长大成为了(D)图虚线框框住区域中的较大的纳米铁颗粒。

[0052] 本发明受中国科学院前沿科学重点研究计划(Key Research Program of Frontier Sciences,CAS,Grant No.QYZDY-SSW-DQC028),中国科学院战略性先导科技专项(the Strategic Priority Research Program of Chinese Academy of Sciences,Grant No.XDB 41000000),国家自然科学基金(项目号:41931077)和中国科学院青年创新促进会(项目号:D2020395)的资助。



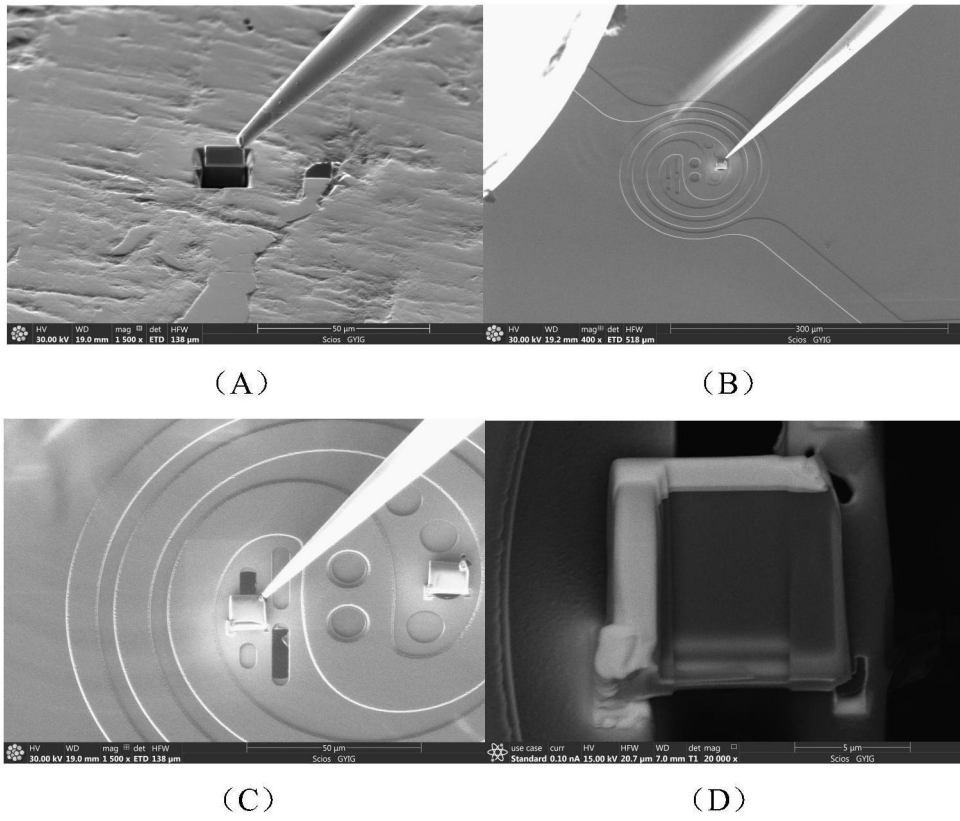


图1

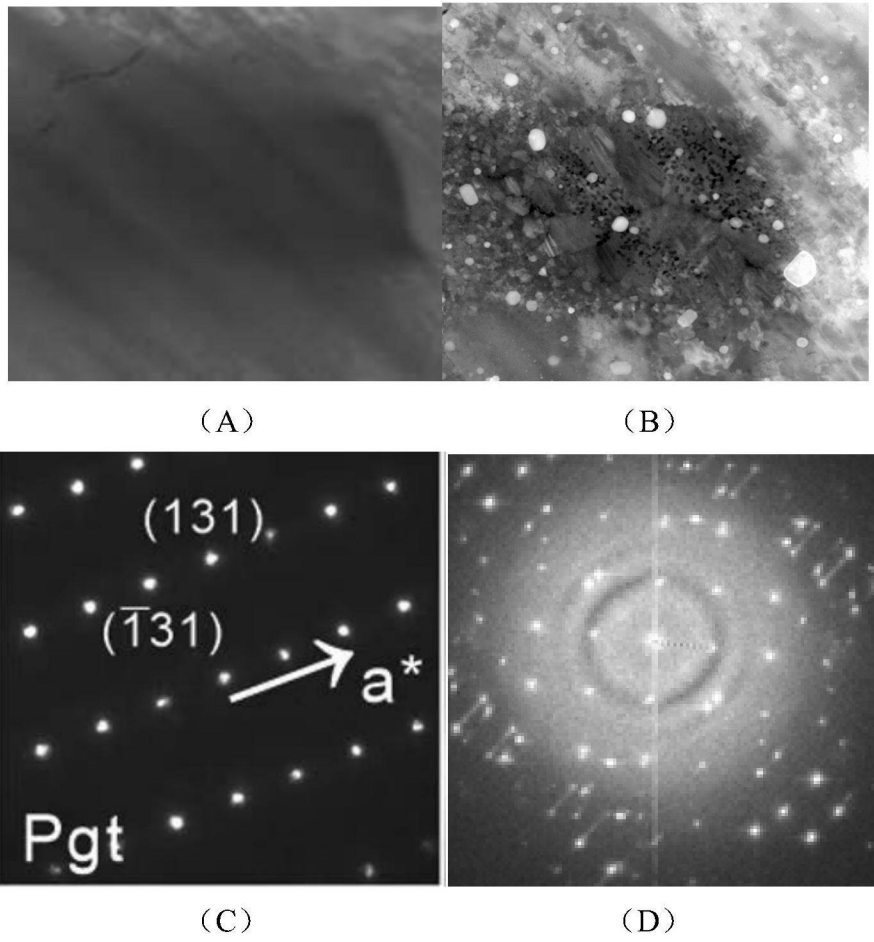


图2

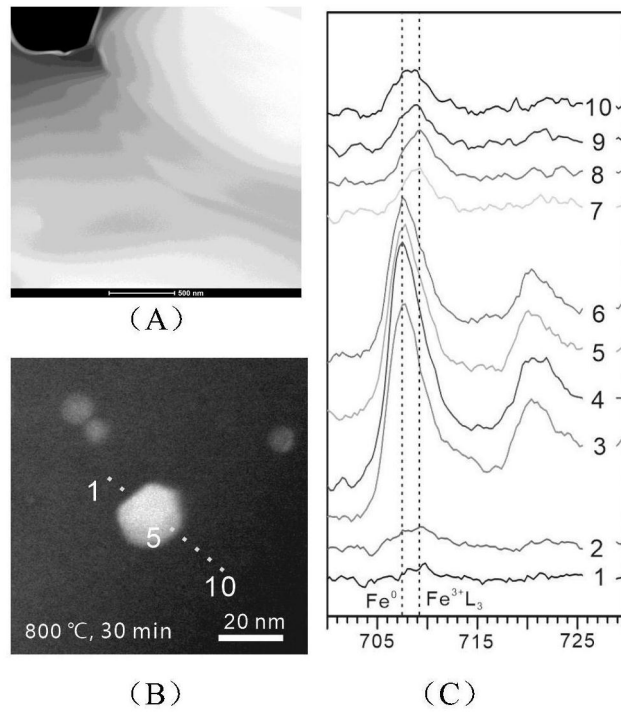


图3

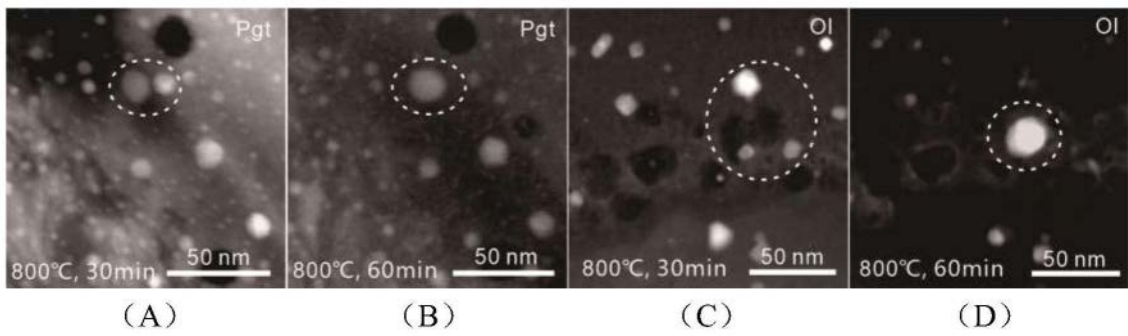


图4