

Das hochauflösende Plasmaquellenmassenspektrometer (HR-ICP-MS) an der Freien Universität Berlin



Finnigan Element XR
Thermo Electron Corporation

- single-collector - Sektorfeld ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry) zur präzisen Bestimmung von Spurenelementgehalten und Isotopenverhältnissen.
- Hochauflösung ($R = m/\Delta m > 10,000$).
- hohe Empfindlichkeit ($> 1 \times 10^6$ cps für ^{115}In (1 ng/ml)).

Doppelfokussierendes Sektorfeld-Massenspektrometer:

Magnetfeld: Ablenkung nach Masse und Energie.
Elektrisches Feld: Ablenkung nach Energie
-> Kombination dispersiv nach Masse.

Notwendig, weil Plasmaquelle Ionen unterschiedlicher Energie erzeugt.

Vorteile Sektorfeld MS:

- flat-topped peak shape
- Hochauflösung
- hohe Transmission/Empfindlichkeit

Detektorsystem:

- SEM: Analog and counting mode.
- Faraday collector for high ion signals.
- SEM faraday switching < 1ms.

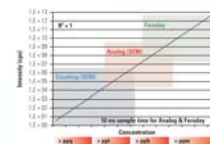
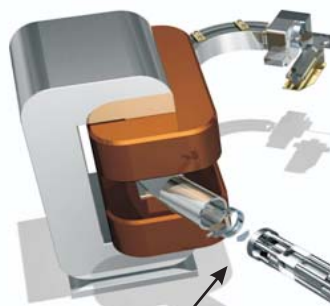


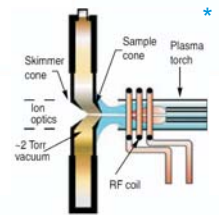
Figure 3 Detection range of the conventional Faraday and SEM detectors for ions in the Finnigan ELEMENT XR. The plot shows the interfaces from the measurement of single element ^{115}In solution with concentrations between 2 ng/ml and 200 ng/ml vs sample time for analysis and Faraday.



Ionenoptik:
fokussiert und beschleunigt Ionenstrahl.

Interface:

extrahiert Ionen aus Plasma ins Massenspektrometer (Vakuumbereich).



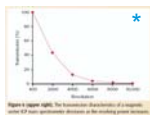
Plasma-Ionenquelle:

teilweise ionisiertes Ar Gas (~10,000 K).
Probenaerosol: Trocknung, Verdampfung, Dissoziation, Ionisation.

Probeneinführung:

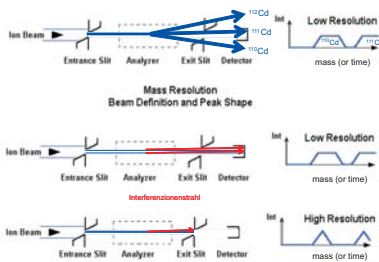
Aerosol wird mittels Zerstäuber in Aerosol verwandelt. Zu große Tropfen werden in der Sprühkammer aussortiert.

Hochauflösung:



Eintrittsspalten:
 $R = 300, 4000$ oder 10000
Wechsel der Auflösung < 1s.

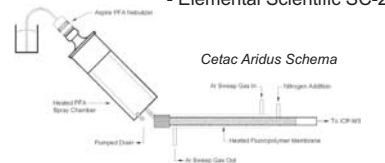
HR 6 μm JR 16 μm



Autosampler

FU Berlin:

- cyclonic oder Peltier gekühlte Sprühkammern.
- Cetac Aridus Membrane desolvator (erhöht Empfindlichkeit und verringert Oxidaten).
- Elemental Scientific SC-2 Autosampler.



Cetac Aridus Schema



Abbildungen modifiziert nach Originalen von Finnigan / Thermo Electron außer*: R. Thomas (2001) A Beginner's Guide to ICP-MS (Spectroscopy)

Anwendungen und Methoden

Hochsiderophile Spurenelemente (PGE, Re, Au)

Konzentrationsbestimmungen ermöglichen Rückschlüsse auf Kernbildungsprozesse (Metal-Silikat-trennung) bei der Bildung terrestrischer Planeten und Asteroidenmutterkörper.

Methoden:

Spikezugabe, carius-tube Aufschluss, Chemische Abtrennung mit Kationenaustauscher, Rh und Au werden auf Ir bzw. Pd bezogen.

Chalkophile Spurenelemente (Cu, Zn, Ga, Ag, Cd, Te, Tl)

Konzentrationsbestimmungen chalkophiler und cosmochemisch leicht flüchtiger Elemente sind relevant um die Verarmung des inneren Sonnensystems an flüchtigen Elementen zu untersuchen und um das Verhalten dieser Elemente in magmatischen Systemen besser zu verstehen. Einige dieser Elemente sind in geo-/cosmochemischen Proben sehr selten und Interferenzen können auch mit hoher Auflösung nicht ausgeblendet werden. Daher verwenden wir die Isotopenverdünnungsmethode und eine chemische Abtrennung mit einem Anionenaustauscherharz.

IA	IIA	III-VIIIA										He						
		Atmophile					Siderophile											
		Lithophile					Artificial											
		Chalcophile																
1	H											He						
2	Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
3	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	Ar						Kr				
4	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ge	As	Se	Br	Kr	
5	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sb	Te	I	Xe		
6	Cs	Ba	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
7	Fr	Ra																
Lanthanides			La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	
Actinides			Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr	

○ Elemente die mit Isotopenverdünnung analysiert werden (sollen)

Ein Schwerpunkt an der FU Berlin ist die Isotopenverdünnungsanalyse:

Vorteile:

- sehr akkurate und präzise Methode.
- Quantitatives Arbeiten entfällt wenn Spike-Proben-Mischung equilibriert war.
- > daher chemische Abtrennung möglich -> grosse Signale, keine Interferenzen.
- keine Matrixeffekte.

Lithophile Spurenelemente (z.B.: Sr, Ba, Hf, SEE)

"Standardanwendung" der ICP-MS an praktisch allen geologischen Materialien. Neben der externen Kalibrierung und internen Standards (z.B. In) ist auch die Verwendung angereicherter Isotope geplant (86Sr, 91Zr, 149Sm, 179Hf).

In Planung:

- * Lithophile Hauptelemente mitmessen. (Na, Mg, K, Ca, Ti, Fe)
- * U-Pb Datierung and Phosphaten mit Laser-Ablation.
- * Li Isotopenmessungen.
- * Proxyanwendungen (Li/Ca, Mg/Ca etc.).