

**IsoGeoUT**Isotope Geochemistry Group
University of TübingenDecoding Earth's Chemistry
— One Isotope at a Time

Isotopengeochemie

am Geo- und Umweltzentrum
der Universität Tübingen, Deutschland



→ Geo- und Umweltzentrum, Universität Tübingen, Deutschland

Die Forschungsgruppe Isotopengeochemie an der Universität Tübingen unter der Leitung von Prof. Ronny Schönberg verlässt sich für den Aufschluss von Mineralien und Gesteinen auf das Hochdruck- und Hochtemperatur-Mikrowellenaufschluss-System Multiwave 7501 von Anton Paar.

Analytische Vielfalt in der modernen isotopengeochemischen Forschung

Die Untersuchung geologischer Proben wie Mineralien und Gesteine im Hinblick auf ihre Haupt- und Spurenelementzusammensetzung und die Variationen der Isotopenhäufigkeiten verschiedener Elemente erfordert den Einsatz fortschrittlicher Probenaufschluss- und Messtechniken. Die Isotopengeochemie der Universität Tübingen zeichnet sich durch eine hochmoderne Analytik aus. Sie verfügt über ein 100 m² großes Reinraumlabor für die Probenvorbereitung und zahlreiche Gas-, thermische Ionisations- und Plasmamassenspektrometer zur Bestimmung von Elementkonzentrationen und Isotopenhäufigkeiten.

Die aus diesen Analysen von Meteoriten und terrestrischen Gesteinen gewonnenen Informationen geben eine Fülle von Einblicken in die Entstehung unseres Sonnensystems und der Erde, einschließlich der dynamischen Prozesse, die im Erdinneren und an der Erdoberfläche (z. B. in den Sedimenten der Erdkruste, den Ozeanen und der Atmosphäre) im Laufe der Erdgeschichte stattgefunden haben. Neben der Datierung von Gesteinen und Mineralien können die Analysen die Mineralbildungsprozesse in tiefen Magmakammern nachvollziehen und den Ursprung von Schmelzen identifizieren. An der Erdoberfläche liefern isotopengeochemische Analysen Einblicke in vergangene Klimaschwankungen und Veränderungen der atmosphärischen Zusammensetzung und ermöglichen den Nachweis der anthropogenen Verschmutzung von Böden, Gewässern und der Atmosphäre.



→ Mineralien und Gesteinsproben stellen verschiedene Herausforderungen für den Aufschluss dar

Herausforderungen beim Säureaufschluss von geologischen Proben

Bei der Zersetzung von pulverförmigen Mineral- und Gesteinsproben für die Element- und Isotopenanalyse stehen Geochemiker vor vier großen Herausforderungen:

- Widerstandsfähige Mineralien: Mineralien wie Zirkon, Rutil, Ilmenit, Spinell und Granat müssen vollständig zersetzt werden, da sie oft stark mit bestimmten Spurenelementen angereichert sind. Dies erfordert einen Säureaufschluss bei Temperaturen über 250 °C und hohen Drücken (> 50 bar).
- Ausreichende Probenmenge: Eine ausreichende Menge an Gesteinspulver – typischerweise 0,3 bis 0,5 Gramm, manchmal sogar ein Gramm oder mehr – muss zersetzt werden, um den „Nugget-Effekt“ einzelner seltener Mineralien und der darin angereicherten Spurenelemente zu vermeiden. Nur dann können repräsentative Messungen von Elementkonzentrationen und Isotopen durchgeführt werden oder ausreichende Mengen eines Elements, insbesondere für Isotopenanalysen, gewonnen werden.
- Minimale Kontamination: Der Aufschluss muss mit minimaler Kontamination durch das Aufschlusssystem erfolgen, insbesondere bei Isotopenbestimmungen von Spurenelementen.
- Effizienter Durchsatz: Für aussagekräftige geologische Ergebnisse sind oft Dutzende von Elementkonzentrationen und Isotopenbestimmungen erforderlich. Es ist daher sehr vorteilhaft, wenn der Probenaufschluss in größeren Mengen und in kurzer Zeit durchgeführt werden kann.

„Das Multiwave 7501 von Anton Paar [...] ermöglicht den gleichzeitigen Aufschluss mehrerer Proben in kostengünstigeren PTFE-TFM-Fläschchen bei Temperaturen von bis zu 300 °C in weniger als zwei Stunden.“



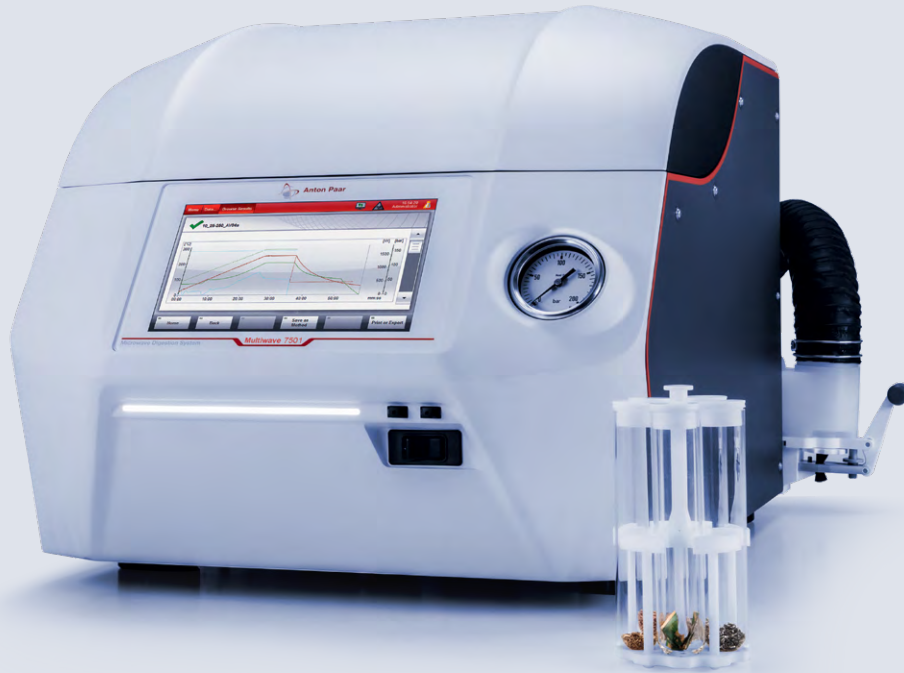
→ Multiwave 7501

Vorteile des Hochdruck-Mikrowellenaufschluss-Systems Multiwave 7501 von Anton Paar

Herkömmliche Hochdruck-Aufschlussysteme, die oft als „Aufschlussbomben“ bezeichnet werden, bestehen aus dickwandigen Fluorpolymer-Behältern für das Probenpulver und die Aufschluss Säuren, die von einer schweren Edelstahlhülle umschlossen sind und in einem Laborofen erwärmt werden. Der Aufschluss erfolgt bei Temperaturen um 220 °C bis 240 °C und dauert mehrere Tage. Diese Aufschlussbomben haben jedoch mehrere Nachteile: Es können nur wenige Proben gleichzeitig aufgeschlossen werden; der Druck im Aufschlussgefäß ist unkontrollierbar und entsteht nur durch den Dampfdruck der Aufschluss Säuren und flüchtige Bestandteile der Probe (z. B. organische Materialien); die Probenmenge ist in der Regel auf deutlich unter 0,5 Gramm und oft auf weniger als 0,25 Gramm begrenzt; der Aufschluss dauert mehrere Tage; Metalle wie Eisen (Fe), Nickel (Ni), Molybdän (Mo), Chrom (Cr) und Wolfram (W) aus der heißen Edelstahlhülle können durch das Fluorpolymer in die Probe diffundieren und diese kontaminieren.

Moderne Labor-Mikrowellenöfen ermöglichen den gleichzeitigen Aufschluss mehrerer Gesteinsproben in größeren Mengen (bis zu 1 Gramm Probenpulver oder mehr) in großvolumigen, dickwandigen und druckdichten Fluorpolymer-Gefäßen bei etwa 240 °C innerhalb von ein bis zwei Stunden. Resistente Mineralien sind jedoch oft nicht vollständig zersetzt. Längere Aufschlusszeiten sind nicht zu empfehlen, da sie die Lebensdauer der dickwandigen und teuren Aufschlussgefäße erheblich verkürzen.

Die Vorteile des Hochdruck-Aufschlussystems Multiwave 7501 von Anton Paar für geologische Proben liegen im Prinzip der Pressurized Digestion Cavity (PDC). Dies ermöglicht den gleichzeitigen Aufschluss mehrerer Proben in kostengünstigeren PTFE-TFM-Gefäßen bei Temperaturen von bis zu 300 °C (typischerweise 270 °C) in weniger als zwei Stunden (Aufheizen, 30 Minuten bei 270 °C halten und Abkühlen auf Raumtemperatur). Dies ist möglich, weil die Probengefäße in der Druckkammer des Multiwave 7501 vor dem Erhitzen mit Stickstoff auf 60 bar bis 100 bar druckbeschlacht werden können. Dadurch wird das Sieden der Säuren verhindert, flüchtige Bestandteile bleiben in Lösung und resistente Mineralien können bei höheren Temperaturen vollständig zersetzt werden. Da die Stahlhülle, welche die Druckkammer umgibt, während der Zersetzung wassergekühlt ist, gibt es keine Kontamination der Proben durch diffundierende Metalle.



→ Multiwave 7501 und Rack mit Quarzgefäßen

„Die Gefäße in der Druckkammer des Multiwave 7501 können vor dem Erhitzen mit Stickstoff auf 60 bar bis 100 bar druckbeaufschlagt werden. Dadurch wird das Sieden der Säuren verhindert, flüchtige Bestandteile bleiben in Lösung und resistente Mineralien können bei höheren Temperaturen vollständig zersetzt werden.“

WEITERE
INFORMATIONEN



[www.anton-paar.com/
apcss-guz-multiwave](http://www.anton-paar.com/apcss-guz-multiwave)

Gerät: Multiwave 7501

Anwendung: Säureaufschluss für Isotopenanalyse

Proben: Geologische Proben (d. h. Mineralien und Gestein)