

Das Varian MAT 230 Massenspektrometer

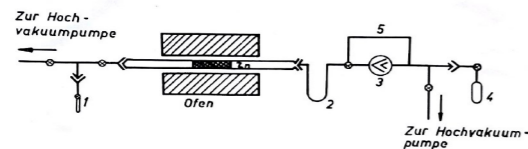
Das MAT 230 ist eine Massenspektrometer, das speziell für die Verhältnismessung der Isotope ^2H , ^{13}C , ^{15}N , ^{18}O und ^{34}S entwickelt wurde. Zur Untersuchung einer Probe wird diese über den Probeneinlass in das Gerät gegeben. Durch Elektronenstoßionisation wird die Probe ionisiert, sodass die Isotope unterschiedlicher Masse im Magnetfeld des Permanentmagneten voneinander getrennt werden. Detektiert werden die Ionen von einem Doppel-Auffänger, der es ermöglicht, zwei unterschiedliche Isotope und somit deren Verhältnis zeitgleich zu messen. Das ausgestellte Gerät ist über einen Arduino Microcontroller mit einem PC verbunden, was es ermöglicht, eine Messung des Massenspektrometers zu simulieren. Eine Anpassung der Ausgabe ist über die ursprünglichen Bedienelemente möglich.

Das MAT230 am IUP Heidelberg

Das MAT230 wurde von 1976 bis 2001 am Institut für Umweltphysik der Universität Heidelberg verwendet. Ein Beispiel für die Verwendung des Gerätes ist die Erforschung der Paläoklimatik der Sahara von Christian Sonntag, wobei festgestellt werden konnte, dass in der Wüste vor über 20.000 Jahren eine Niederschlagscharakteristik ähnlich dem heutigen Europa vorgeherrscht hat [Son85]. Ein weiteres Beispiel stellt die Untersuchung von Treibhausgasen von Ingeborg Levin dar. Unter anderem konnte gezeigt werden, dass der Eintrag fossiler Brennstoffe zu den Treibhausgasen um 40% höher war als zuvor angenommen [Lev94].

Probenaufbereitung

Ein Massenspektrometer kann nur die Masse von Gasen messen. Für CO_2 – Messungen beispielsweise ist dies praktisch, jedoch stellt es für Messungen von Wasserproben eine Herausforderung dar. Denn auch Wasserdampf scheidet als Probenmedium aus, da es sich mit Wasserrückständen an den Gefäßwänden austauscht und so das Ergebnis verfälscht. Daher muss für eine Deuterium (^2H) Messung das Wasser zunächst zu Wasserstoff reduziert werden. Der Aufbau dazu ist in der folgenden Abbildung zu sehen. Etwa 0,1ml einer Wasserprobe werden zunächst über Zink bei 450°C zu Wasserstoff reduziert. Dabei wird der Sauerstoff entzogen, sodass reiner Wasserstoff entsteht. In einer Kühlfalle wird das Wasser eingefroren um noch darin gelöste Luft abpumpen zu können. Nach zweimaligem Durchlaufen dieses Prozesses wird der Wasserstoff mit einer Pumpe in den Probebehälter gepumpt, der dann an das Massenspektrometer angeschlossen werden kann [Eha63].



Apparatur zur Reduktion von Wasser zu Wasserstoff: 1) Probebehälter für Wasser 2) Kühlfalle 3) Toeplerpumpe 4) Ampulle für Wasserstoffprobe 5) Umwälzleitung

C) Ratiometer

Das Ratiometer wertet die vom Verstärker kommenden Signale aus. Es ermöglicht eine Einzelmessung eines Verstärkers, wenn der entsprechende Schalter auf *Sec.* gestellt wird. Dann kann zusätzlich der zugehörige Verstärker ausgewählt werden (A: Seltenes Isotop B: Häufiges Isotop). Auf *Ratio* wird das Verhältnis der beiden Isotope ausgegeben. Die Integrationszeit kann über 4 Kippschalter angegeben werden. Zusätzlich wird der Probeneinlass gesteuert, sodass zwischen Standard *St* und Probe *Pr* gewechselt werden kann.

D) Ionenstrommesseinrichtung

Die Ionenstrommesseinrichtung dient der Kontrolle des Betriebszustandes. Über einen Wahlschalter kann der jeweilige Verstärker ausgewählt und über ein Potentiometer der Nullpunkt korrigiert werden. Diese Korrektur wird über das zugehörige Messinstrument durchgeführt.

A) Analysator-Betriebsgerät

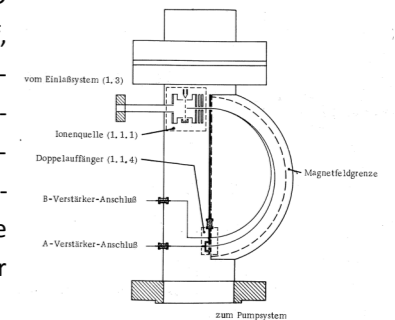
Über das Betriebsgerät wird der Analysator angesteuert. Zum Starten des Messvorganges muss der Netzschalter auf *Messen* gestellt und ein Emissionsstrom von $600\mu\text{A}$ ausgewählt werden. Die Masse muss für eine CO_2 – Messung mit Hilfe des Schalters „Masseeinstellung Grob“ und des Potentiometers „Masseeinstellung fein“ auf 44u eingestellt werden um eine Ausgabe am Display zu erhalten. (Die Masse kann dabei dem Periodensystem entnommen werden: Kohlenstoff hat eine Masse von 12 u, Sauerstoff 16u. In der Summe ergibt sich für CO_2 $(12+16+16)\text{u} = 44\text{u}$.)



Frontansicht des Massenspektrometers mit den verschiedenen Baugruppen: a) Analysator-Betriebsgerät b) Analysator mit Trennmagnet c) Ratiometer d) Ionenstrommesseinrichtung e) Probeneinlass f) Haupt-Netzschalter g) Pumpenkontrolleinheiten

B) Analysator

Im Analysator findet die Ionisierung der Probe, sowie die Massentrennung über ein Magnetfeld statt. Ionisiert wird die Probe über Elektronenstoßionisation, was bedeutet, dass Elektronen auf die Probe hin beschleunigt werden und durch Übertragen der kinetischen Energie das Atom ionisieren. Der Trennmagnet (siehe Abb. links) ist am Ausstellungsstück abgenommen, um einen Einblick in das Gehäuse zu bekommen. Die beiden LED –Fäden stellen die Ionenstrahlen dar und leuchten auf, wenn am Betriebsgerät die richtige Masse eingestellt wurde. Sie treffen auf zwei Faraday-Cups, die mit einem Verstärker verbunden sind und so die auftreffenden Teilchenstrahlen registrieren. Moderne Geräte bieten für CO_2 Messungen einen Dreifach-Auffänger, der zusätzlich die Masse 46 zur Korrektur registrieren kann, bei diesem Gerät war das jedoch noch nicht der Fall.



E) Probeneinlass

Über den Probeneinlass können die zuvor aufbereiteten Proben, sowie die Standards in das Gerät eingegeben werden. Dabei gibt es für Probe und Standard je ein Vorratsvolumen, das zur Anpassung des Drucks in seiner Größe variabel ist (Unterer Drehhebel. Variabel zwischen 40ml und 70ml). Die oberen Drehhebel dienen zur Öffnung der Vorratsbehälter zur Probenzufuhr. Der Einlass zum Analysator-System wird über Magnetventile geregelt, die vom Ratiometer aus gesteuert werden. Hierfür ist der Kippschalter *St/Pr* vorgesehen.

F) Haupt-Netzschalter

Über die Hauptschalter läuft die Spannungsversorgung aller zugehörigen Geräte. Sie sind nicht mit der Simulation verbunden.

G) Pumpenkontrolleinheiten

Die Pumpenkontrolleinheiten dienen zur Überprüfung des Betriebszustandes der Vakuumpumpe. Sie sind nicht mit der Simulation verbunden.

Referenzen

[Eha63]Dieter Ehalt. *Deuteriumgehalt in Hydrosphäre und Atmosphäre*. Institut für Umweltphysik, Heidelberg, 1963.

[Lev94]Ingeborg Levin. *Constraints for global Carbon Cycling by isotope observations in atmospheric Carbon Dioxide and Methane*. Institut für Umweltphysik, Heidelberg, 1994.

[Son85]Christian Sonntag. *Ein zeitabhängiges Modell der Paläowässer in der Ostsahara aufgrund von Isotopen*. Institut für Umweltphysik, Heidelberg 1985.