

Gepulste Glimmentladung als Ionenquelle für ein hochauflösendes Flugzeitmassenspektrometer , Kenndaten und mögliche Anwendung

Daniel Fliegel[✱], Auristella Vázquez^ϕ, Jose Manuel Costa^ϕ Marc Gonin[⊖], Kathrin Fuhrer[⊖], Martin Tanner[✱] und Detlef Günther[✱]

[✱]ETH Zürich, ^ϕUniversität Oviedo (ESP), [⊖] Tofwerk, Thun (CH)



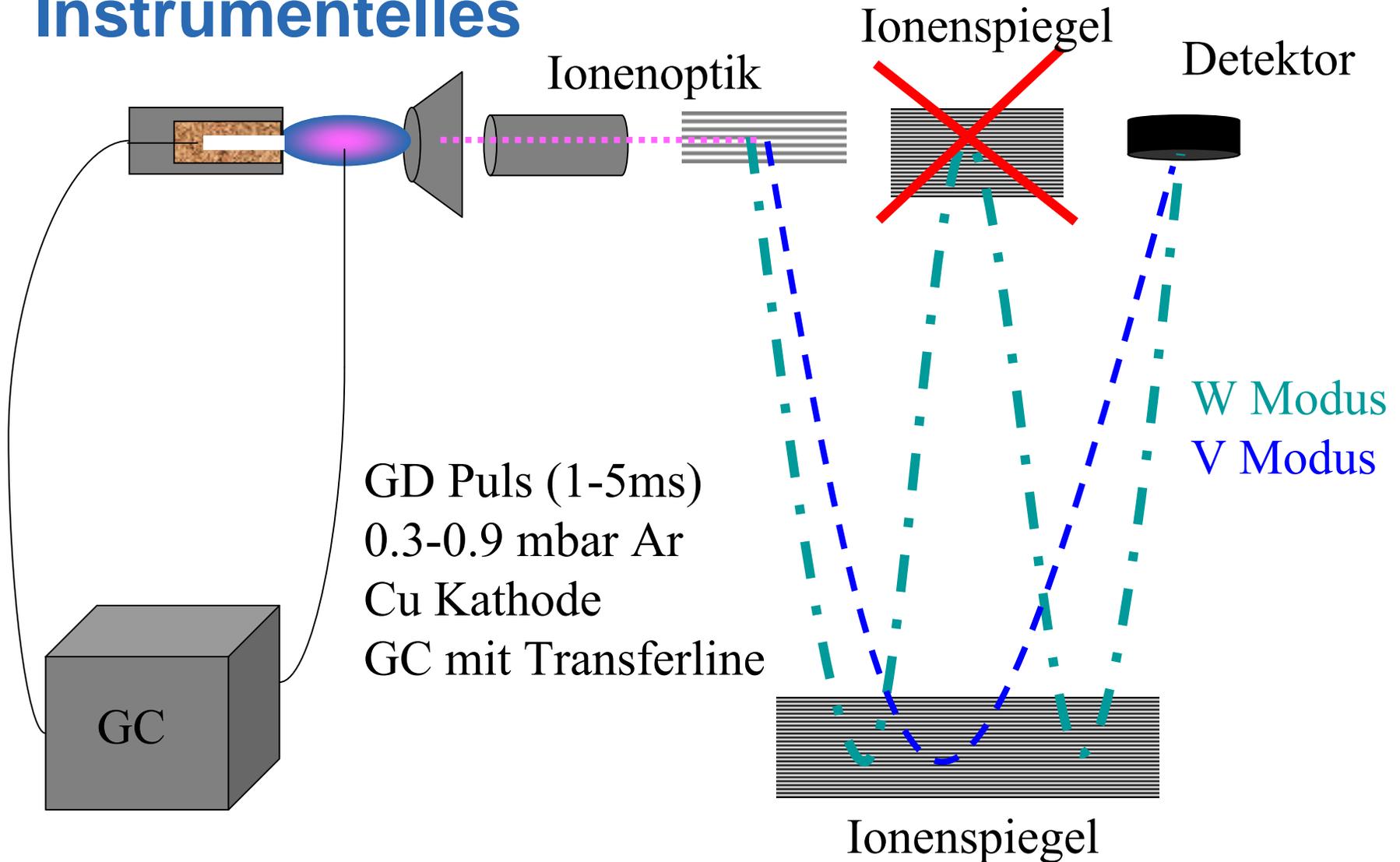


Outline

- Instrument
- Kenndaten des GD-TOF-MS (W- und V-Modus)
- Datenerfassungssystem
- Selen - Speziierung mittels GC-GDTOFMS
- Zusammenfassung

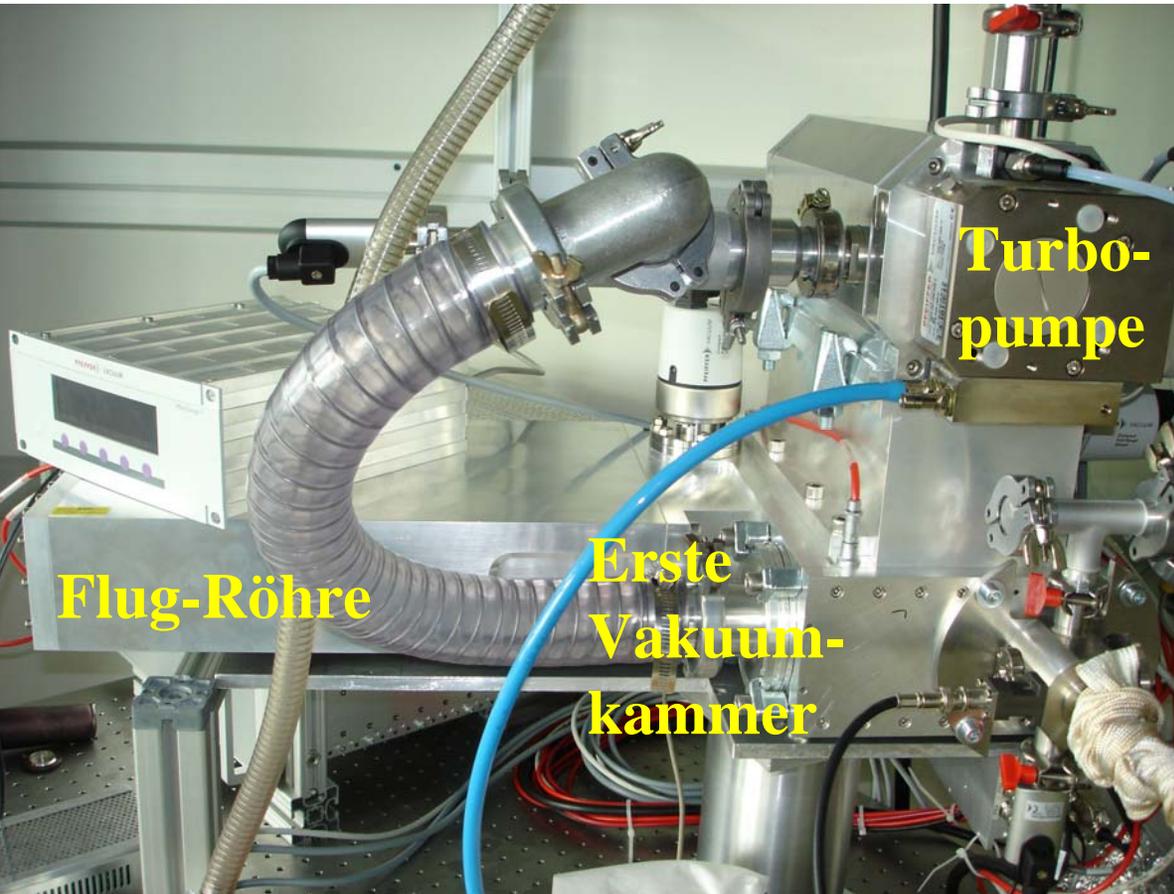


Instrumentelles





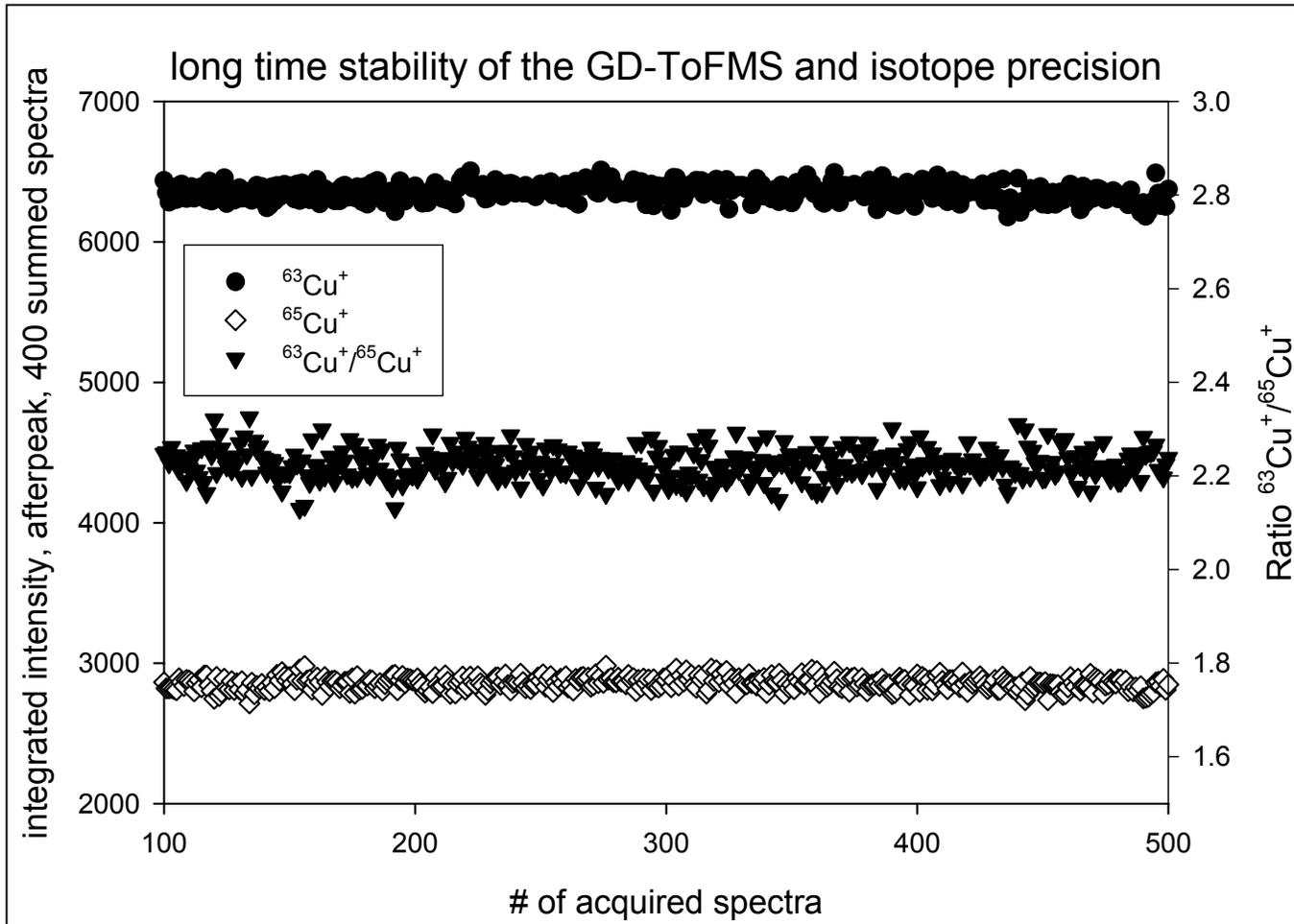
Instrumentelles



→ Modularer Aufbau auf optischen Tisch, ermöglicht die Kopplung des TOFMS an unterschiedliche Ionenquellen



Stabilität und Präzision



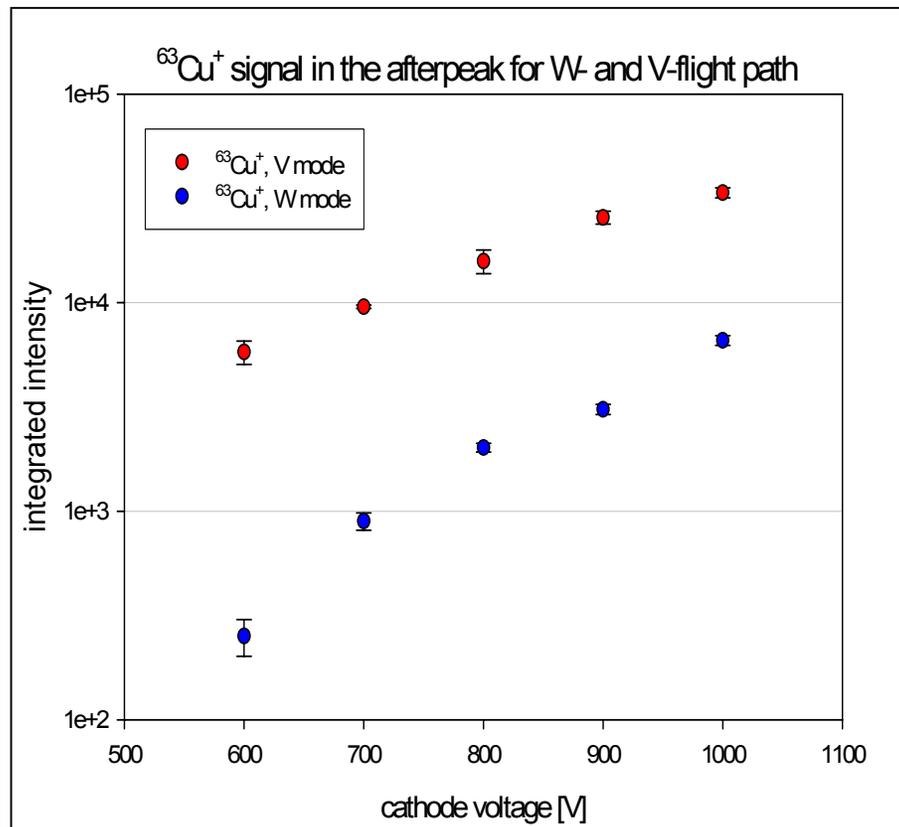
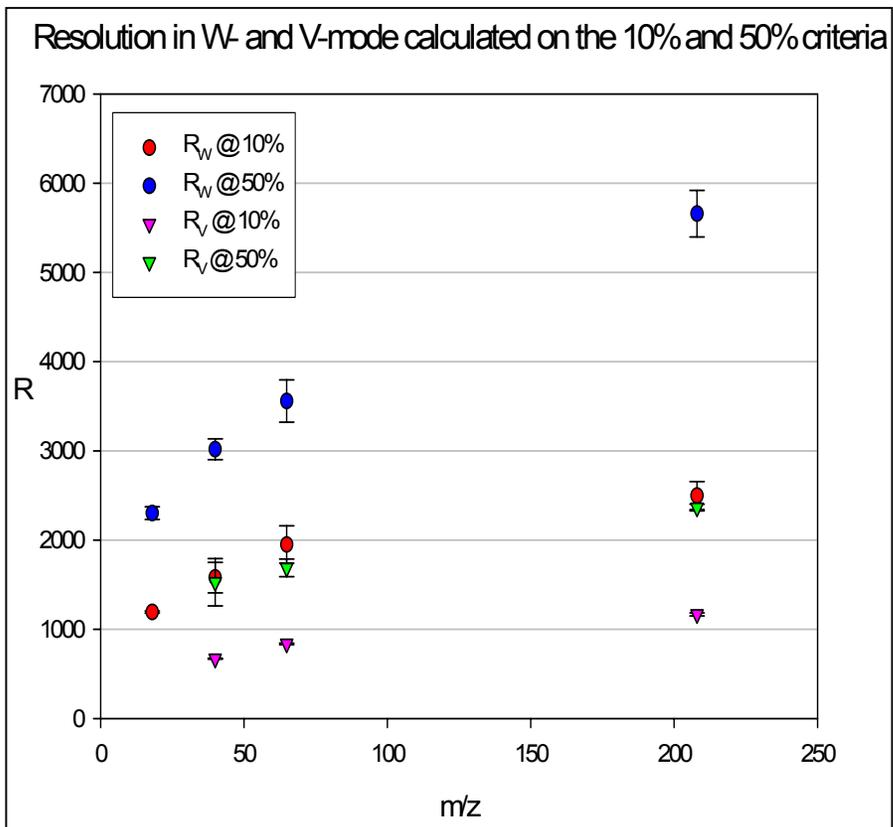


Stabilität und Präzision

- ➔ TOFMS ist während 500 Messungen stabil (RSD <1.5%)
- ➔ Gemessenes Isotopenverhältnis ($^{63}\text{Cu}/^{65}\text{Cu}$) entspricht dem natürlichem Isotopenverhältnis (2.247).
Das gemessene Isotopen-Verhältnis war 2.228 ± 0.033 .
- ➔ RSD von verschiedenen Messreihen zeigen, dass die gemessene Intensität nur von der Counting Statistik abhängt



Massenauflösung (R)





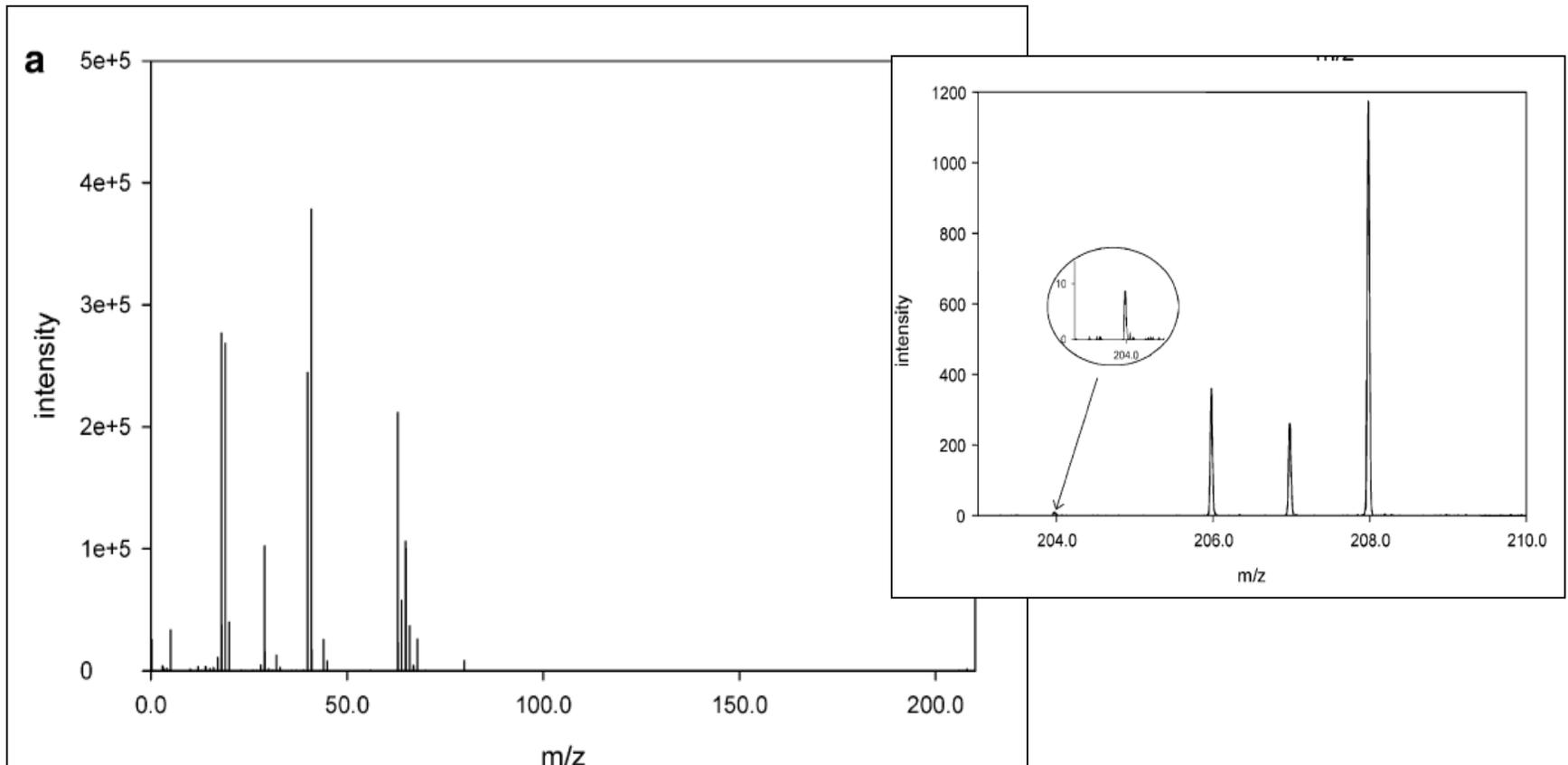
Massenauflösung

➔ TOFMS bietet hohe Massenauflösung im W Modus (grösser als 5000 für hohe Massen).

➔ Im V Modus wird durch Halbierung der Driftstrecke nur die halbe Auflösung erreicht, dafür ist das Gerät aber empfindlicher (~eine Grössenordnung)



Linear dynamischer Bereich





Linearer dynamischer Bereich



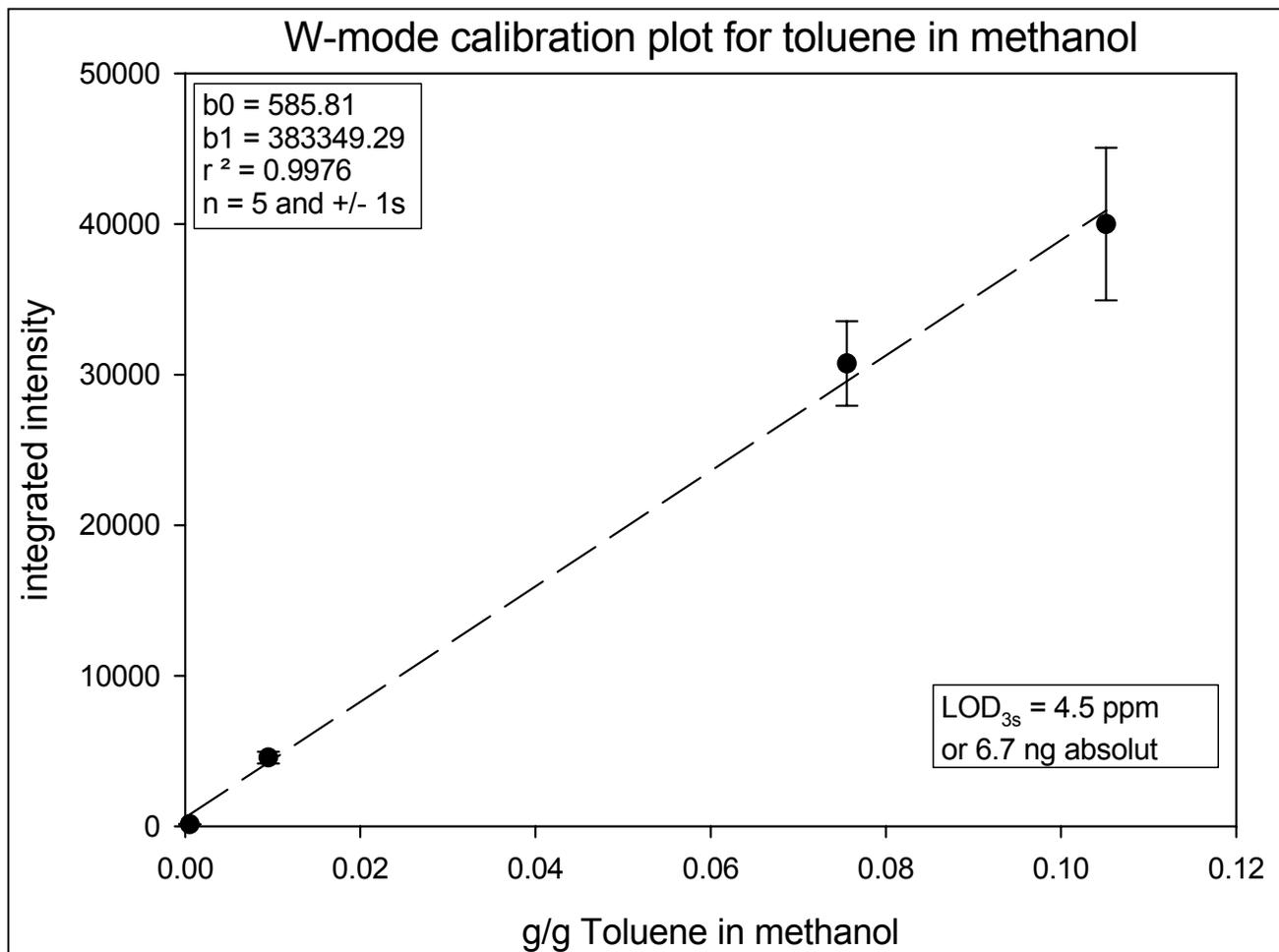
Der linear dynamische Bereich erstreckt sich über mindestens 5 Größenordnungen.



Neben den Hauptbestandteilen wie Ar^+ und ArH^+ mit Intensitäten um 500.000 konnten $^{204}\text{Pb}^+$ mit Intensität um 10 bestimmt werden. Die Verhältnisse der Pb Isotope stimmen mit der natürlichen Pb Isotopie überein.

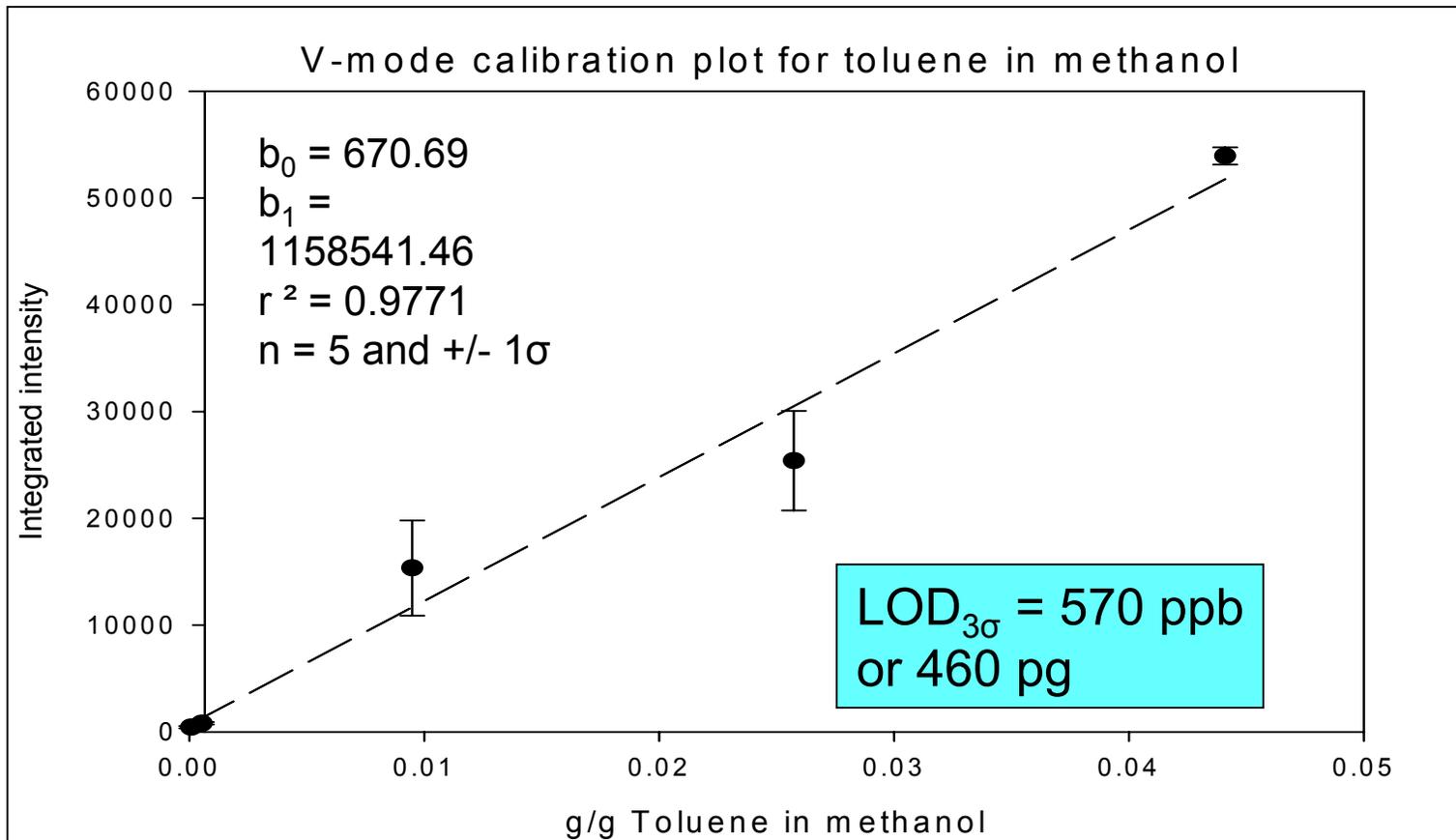


Nachweisgrenzen für GC-GD Kopplung





Nachweisgrenzen für GC-GD Kopplung





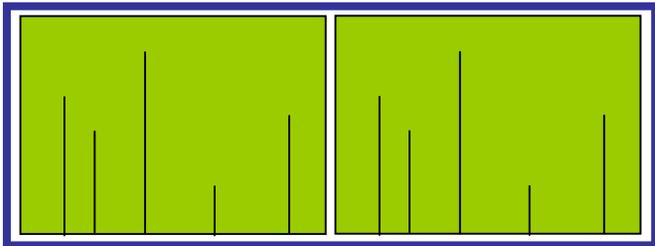
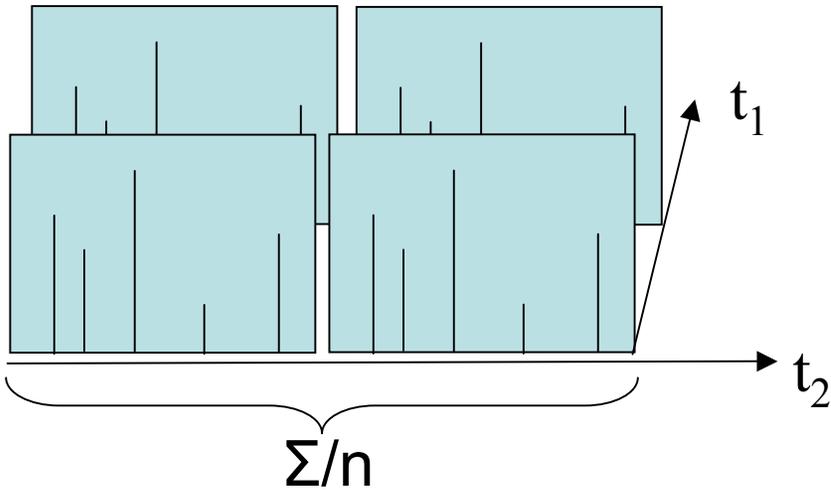
Nachweisgrenzen

- ➔ Nachweisgrenzen für Gase wurden bestimmt mit Werten bis 0.5 ppm (3σ).
- ➔ Absolute Nachweisgrenzen sind u.U. jedoch durch die Anzahl verfügbarer Ionen beim transienten Probeneintrag limitiert.
- ➔ Für Feststoffe wurden in Ermangelung einer geeigneten Ionenquelle noch keine Nachweisgrenzen bestimmt



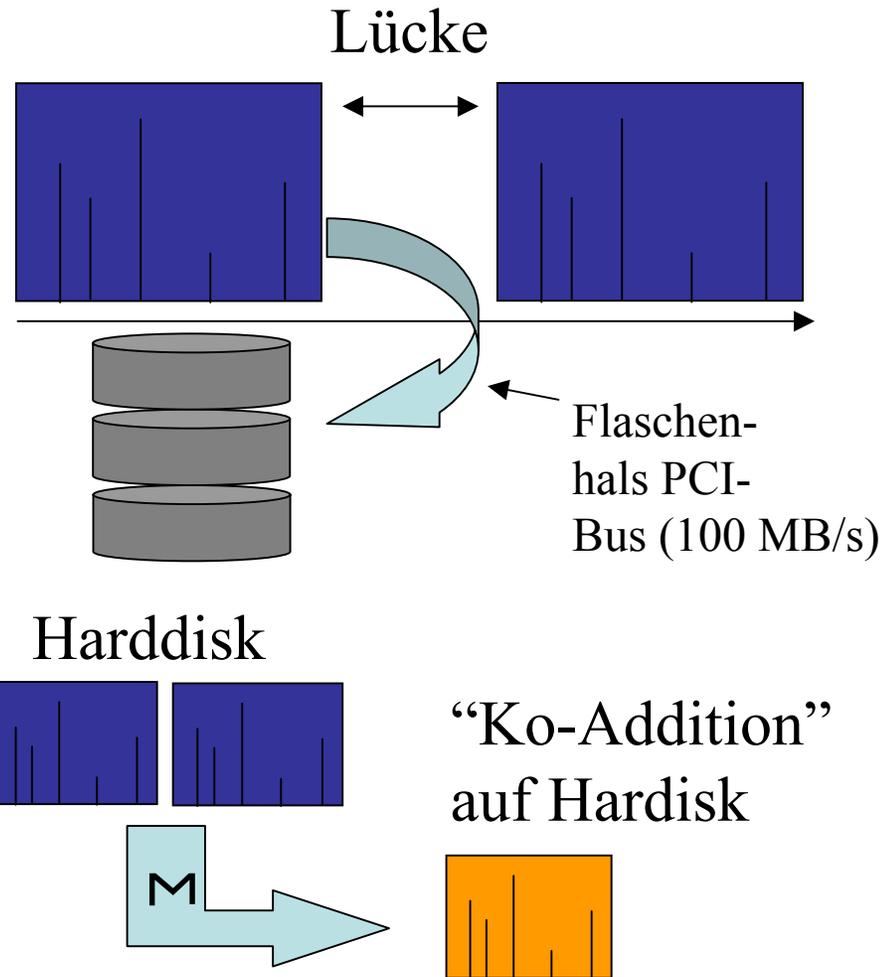
Datenerfassung

Einzelnspektrum



Summe(t_1) = 1 Block

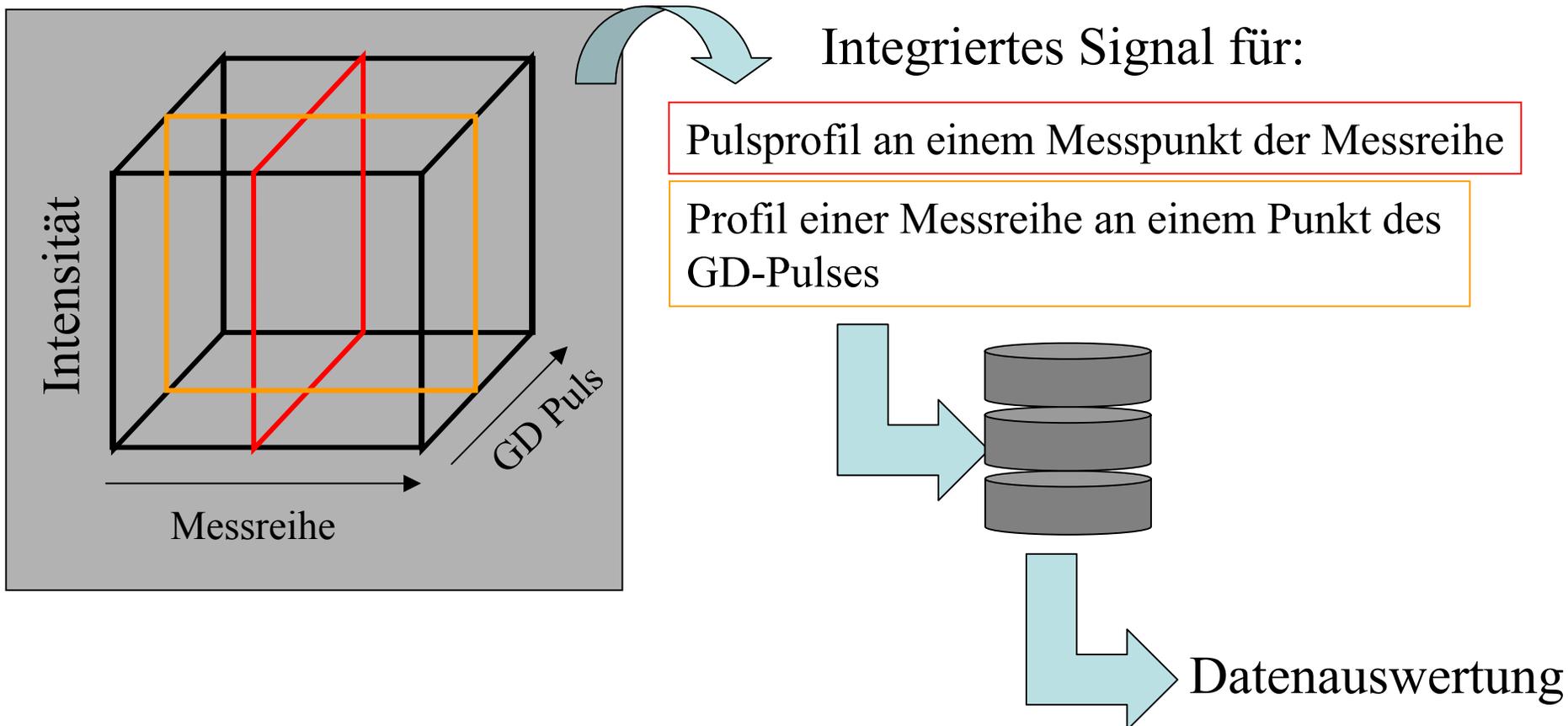
Passiert auf der DAQ Karte





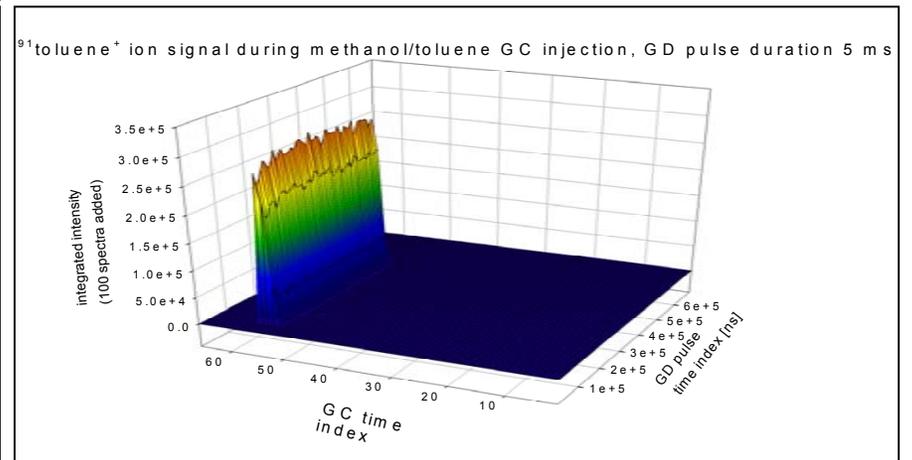
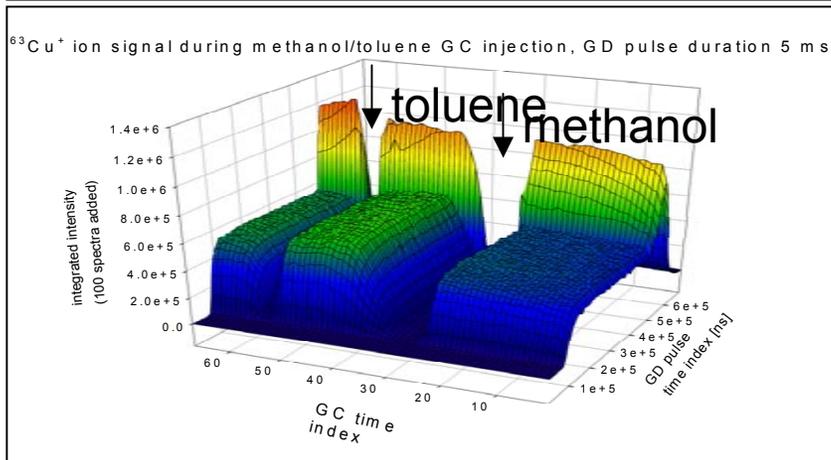
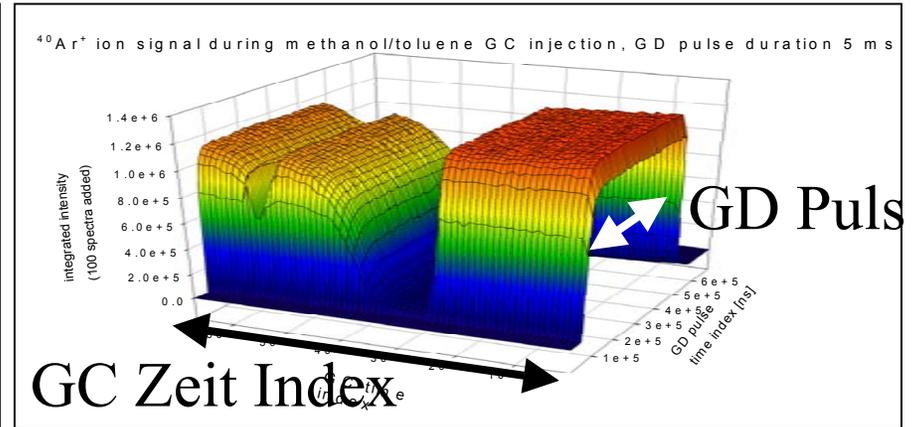
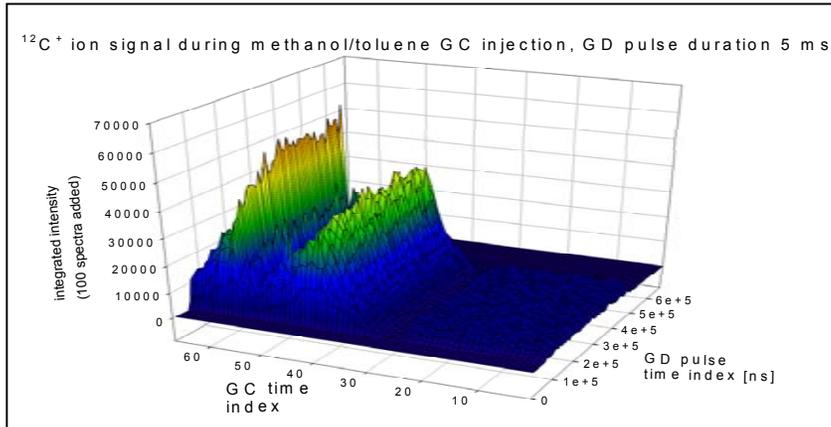
Datenerfassung

5 min Aufnahme => 1 GB and Daten → Datenreduktion!





Multidimensionale Datenerfassung



Datenerfassung mit 100 Hz, TOF kann Spektren mit mehreren kHz aufnehmen.



Multidimensionale Datenerfassung



TOFMS ermöglicht Datenerfassung für alle m/z , keine Vorwahl div. Massenbereiche ist nötig.



GC-TOFMS Datenerfassungsrate ~ 100 Hz



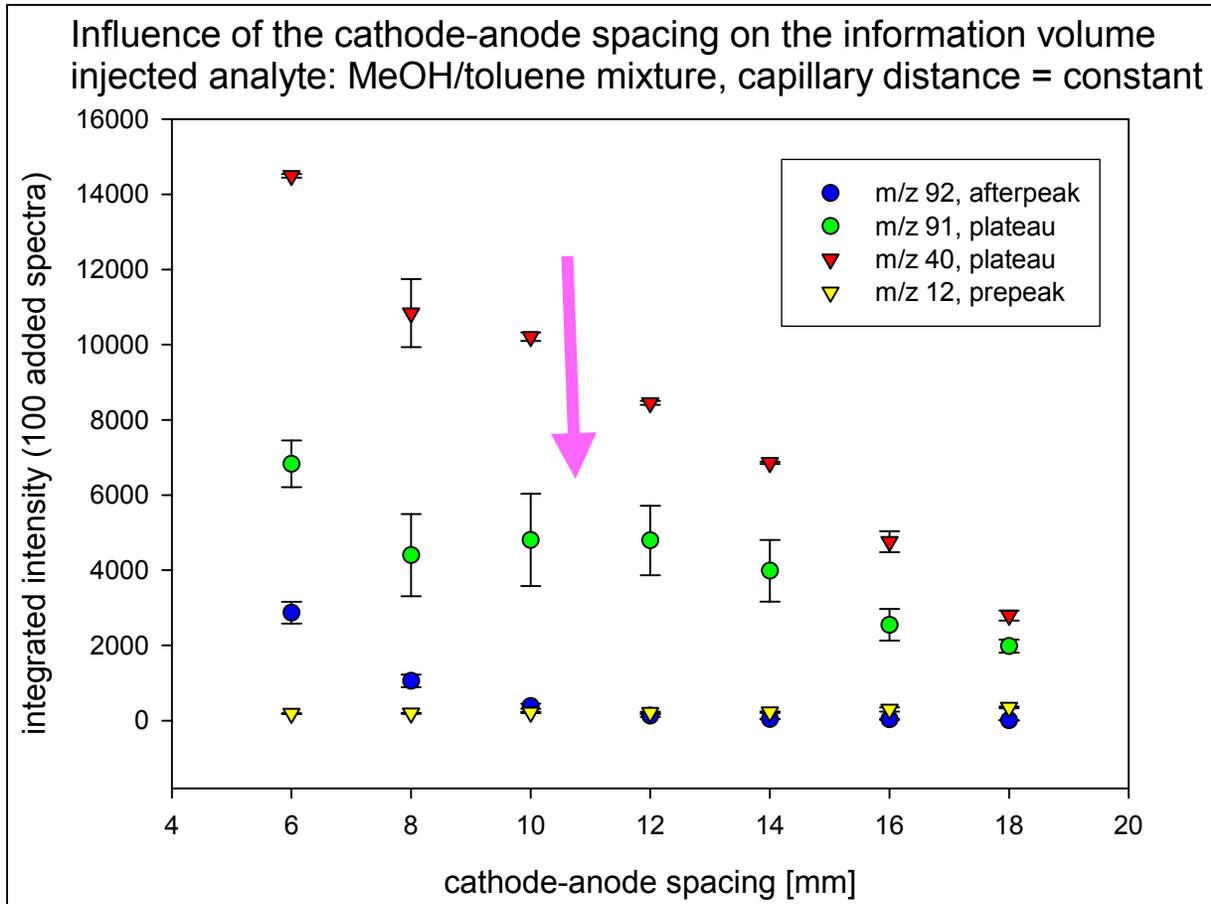
Alle Rohdaten sind verfügbar



Zwischen einzelnen “*blocks*” gibt es im Moment noch eine Totzeit



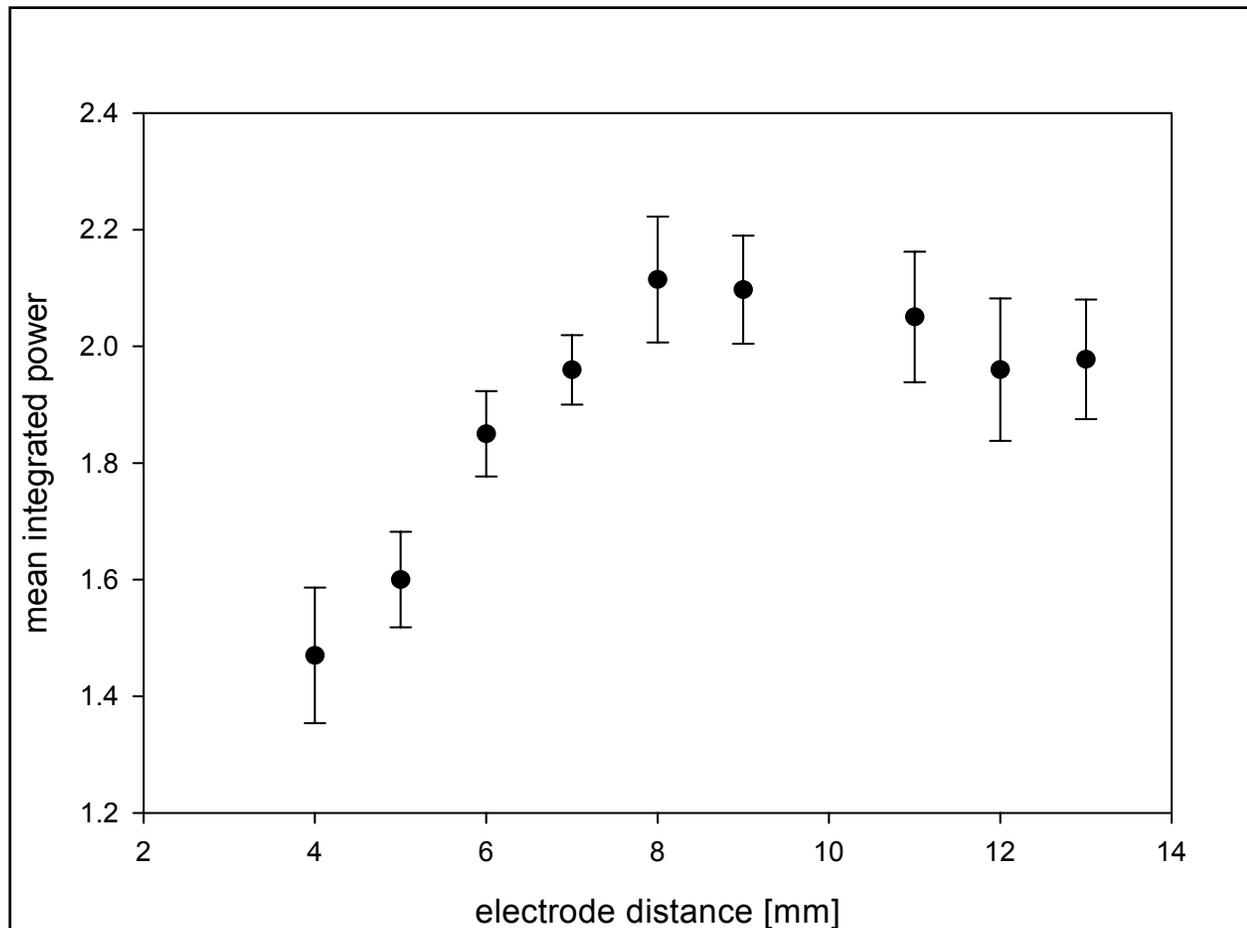
Optimierung – Kathoden Distanz





Optimierung – Kathoden Distanz

Leistung der GD





Optimierung



Eine Vielzahl von Parametern beeinflusst das Verhältnis von Elementarer, struktureller und molekularer Information die während eines Runs aufgenommen werden kann



Parameter sind z.B. Kathoden-Anoden Abstand, Druck, Leistung, Kapillarposition,...



Einige Parameter lassen sich unabhängig voneinander messen (wie z.B. Kathoden-Anoden Distanz)



Günstigste Bedingungen sind mittlerer Abstand (8-10 mm) bei relativ tiefem Druck (0.5 mbar)



Zusammenfassung

- Kenndaten des GD-TOFMS deutlich verbessert
- Datenerfassung schneller und mehr Information wird gespeichert



Danksagung

- ETH Zürich (\$)
- EMPA Dübendorf (Leihgabe der GC)
- Physikalische Chemie ETH Zürich (Leihgabe Stromsonde)
- Werkstatt ETH Zürich (P Trüssel)
- C Lewis, V Majidi LANL
- All the Günther Group