Universität Bremen

Einbettung von Apatit-Konzentraten in Teflon für Laser U-Th-Sm/H-Thermochronologie

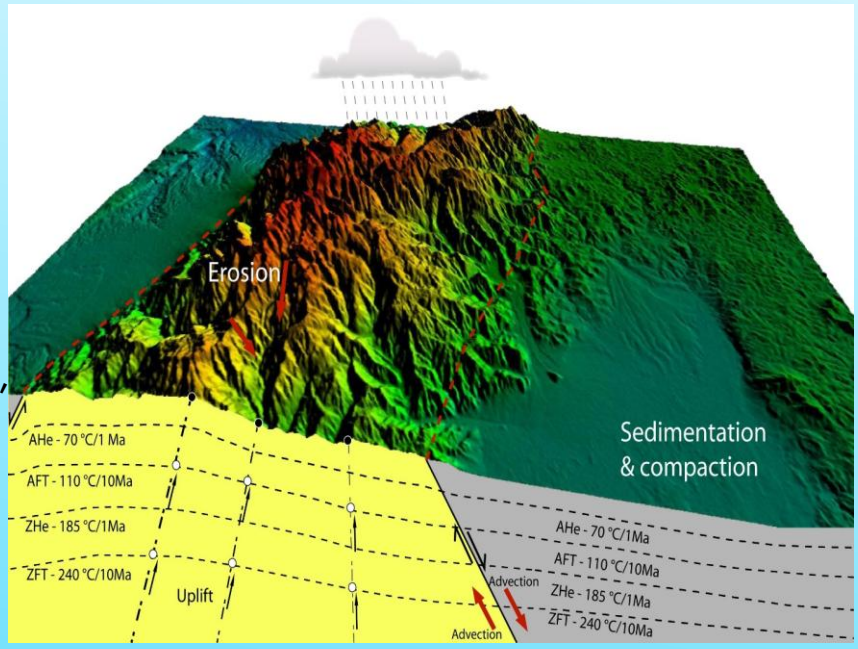
Anne Hübner Universität Bremen FB Geowissenschaften Geodynamik der Polargebiete

Welche Forschungsziele sollen damit erreicht werden?

Die Spaltspuren oder auch Fission-Track Analyse ist eine **radiometrische Altersdatierungsmethode**.

Rekonstruktion geologischer Prozesse

Raten und Zeiten von Exhumierungspro-zessen innerhalb der Erdkruste werden rekonstruiert.

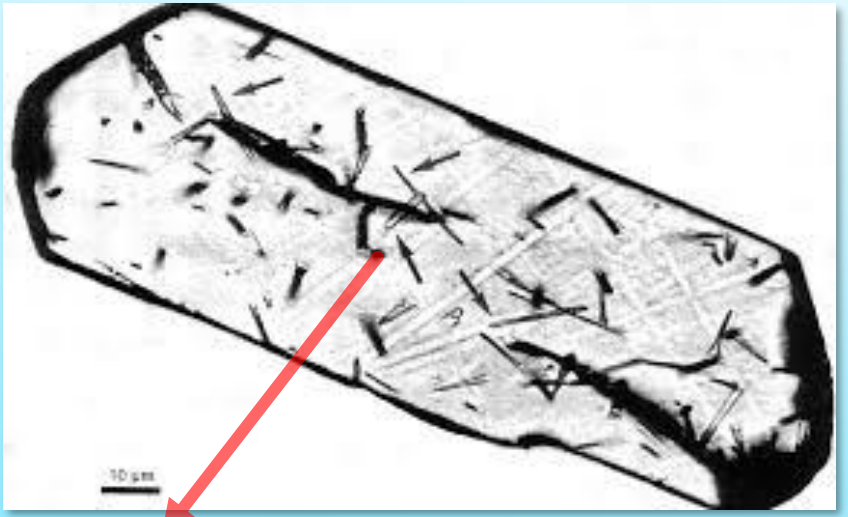


Verdeutlichung von Oberflächenprozessen, wie Hebung, Erosion, Transport und Ablagerung von Sedimenten

Rückschlüsse auf Landschaftsentwicklungen, wie Herausbildung von Gebirgen

Universität Bremen

Was sind Spaltspuren?





Hexagonaler Apatitkristall, in der Ansicht der längsten Seite = C-Achse

Spaltspuren sind Strahlenschäden, entstehen in der Kristallstruktur von Mineralen bei der spontanen Spaltung von eingeschlossenem ^{238}Uran

Berechnung des Alters durch Konzentration von ^{238}U im Kristall

bleiben im Apatit bei einer mineralspezifischen Temperatur unterhalb von ~110°C erhalten

"Alter" der Minerale durch Länge und Dichte der Spaltspuren

Länge: ~15 µm, ø : 1-5 µm

durch Anätzen der polierten Oberfläche wird Spaltspur sichtbar

Universität Bremen

Warum die Einbettungsmethode in Teflon?

Durch die laserbasierte Technik zur

quantitativen und automatisierten **In-situ-Doppeldatierung**

von U-Pb und U-Th-Sm und He können Minerale

(bei uns Apatit) **schneller** analysiert werden.

Die Kristalle bleiben nach der Analyse erhalten, werden nicht wie bisher für die Elementanalyse, aufgelöst

Einbettungsmedium ist Teflon,

um Ausgasungen (bei vielen Epoxidharzen üblich)

im Hochvakuum zu verhindern.

Materialien und Geräte

- Apatit- Separat
- 1 Teflonplättchen (1 Zoll Durchmesser, PFA 6000LP) oder alternativ
- 2 Teflonplättchen
- Glasperlen (200–250 µm Durchmesser)
- 2 Objektträger (50 × 50 mm)
- 2 Eisstiele oder Laborzangen
- Stempel/Gewicht zum Zusammendrücken (alternativ: Klebepresse)
- Heizplatte
- Mikroskop / Binokular
- (Pick-)Nadel
- Edding
- Diamantkratzer
- Pinzette
- Lötkolben
- Stanzgerät
- Kupfergrids (Plano: G2220C, Mesh Centre Mark, 3,05 mm)
- Doppelseitiges Klebeband (z. B. TESA-Tack® oder blaues Klebeband)
- Poliermaschine ATM Saphir 550

Universität Bremen

Vorbereitung der Probe

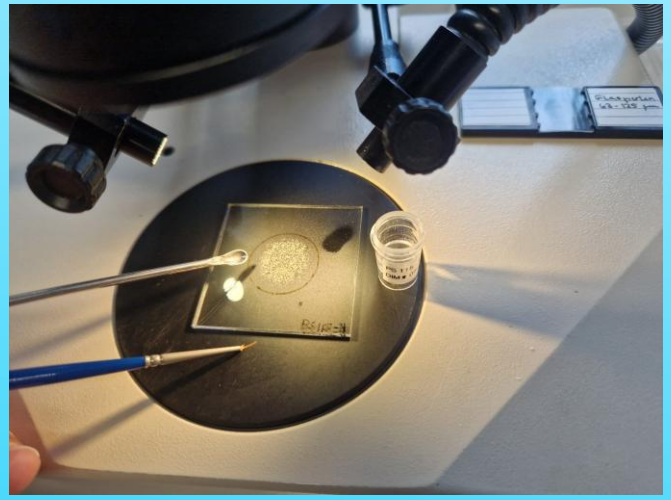
1 → 2 → 3 → 4

1 Vorwärmen der Heizplatte

- Heizplatte auf 340 °C vorheizen.
- Einen der beiden Objektträger (50 × 50 mm) auf die Heizplatte legen, um ihn vorzuwärmen.

2 Markierung und Reinigung

- Auf dem zweiten Objektträger die Umrisse eines 1-Zoll-Teflonplättchens mit feinem Edding markieren.
- Teflonplättchen mit Aceton reinigen.

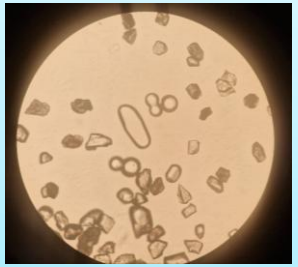


3 Aufbringen der Probe

- Apatit-Separat vorsichtig auf den markierten Bereich aufbringen (streuen oder legen, je nach Material).
- Wichtig: Die Probe darf nicht bis zum Rand reichen – maximal eine Fläche von 2 cm Durchmesser bedecken.
- Körner außerhalb dieses Bereichs können nicht analysiert werden, da sie vom Laserhalter überdeckt werden.

4 Referenzierung mit Glasperlen

- Ca. 10 Glasperlen einbringen, sodass sich mindestens ein Dreieck zwischen ihnen bildet.



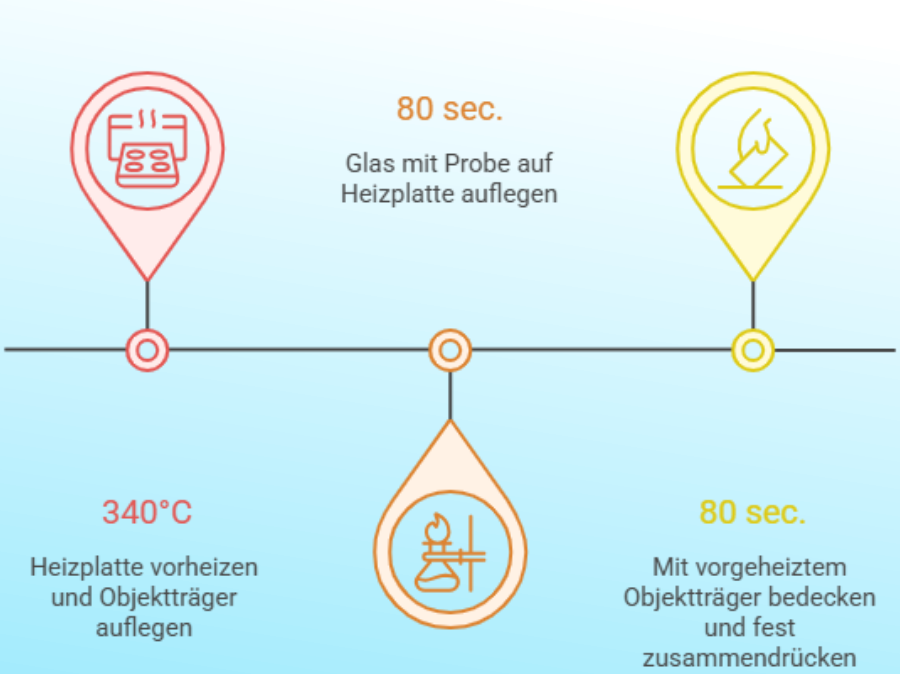
- Glasperlen sollten ähnlich groß sein wie die Apatitkörner (für repräsentative Analyse).
- Alternativ: „Höfe“ in den Ecken des Bereichs schaffen und die Perlen dort anordnen.

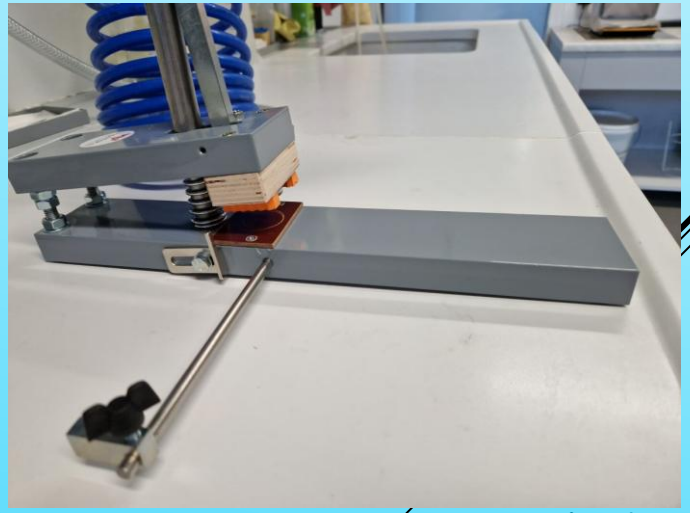
Universität Bremen

Teflon LP 6000 (alternativ 2 aufeinandergelegten Teflonplättchen) auf den Objektträger mit der Pinzette auf die Probe mit den Glasperlen legen. Sind die Glasperlen zu groß, können die Teflonplättchen auf ihnen wegrollen, wenn der Objektträger bewegt wird.



Stanzgerät





Einschmelzvorgang

Universität Bremen

Abkühlung unter Druck

Eisstiele

Die Objektträger auf Eisstiele legen und fest zusammendrücken.

Dünnschliff-Klebepresse

Eine Dünnschliff-Klebepresse mit Teflonstempeln verwenden.



Teflonmount Nachbearbeitung

Entfernen und Nachbearbeitung

Teflonmount von den Objektträgern entfernen. Beide Seiten sollten glatt sein. Falls Körner noch spürbar sind, ggf. erneut erhitzen.

Ränder abschneiden

Den Überstand des Teflonmounts mit einem Skalpell entfernen, sodass Teflonmount und Epoxidträger deckungsgleich sind. Oberfläche muss plan sein.

Vorbereitung zum Polieren



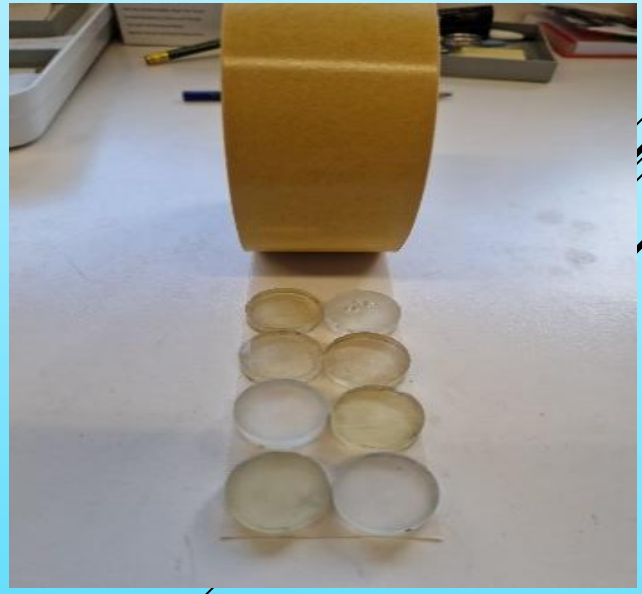
Markierung

Auf die Rückseite des Teflonmounts die Probennummer mit einer feinen Präpariernadel einritzen.



Fixierung auf Dummy

Teflonplättchen mit doppelseitigem Klebeband auf Epoxidharzdummies befestigen.
Alternativ: Speziell angefertigte Probenhalter verwenden, die das Teflon durch Adhäsion halten.





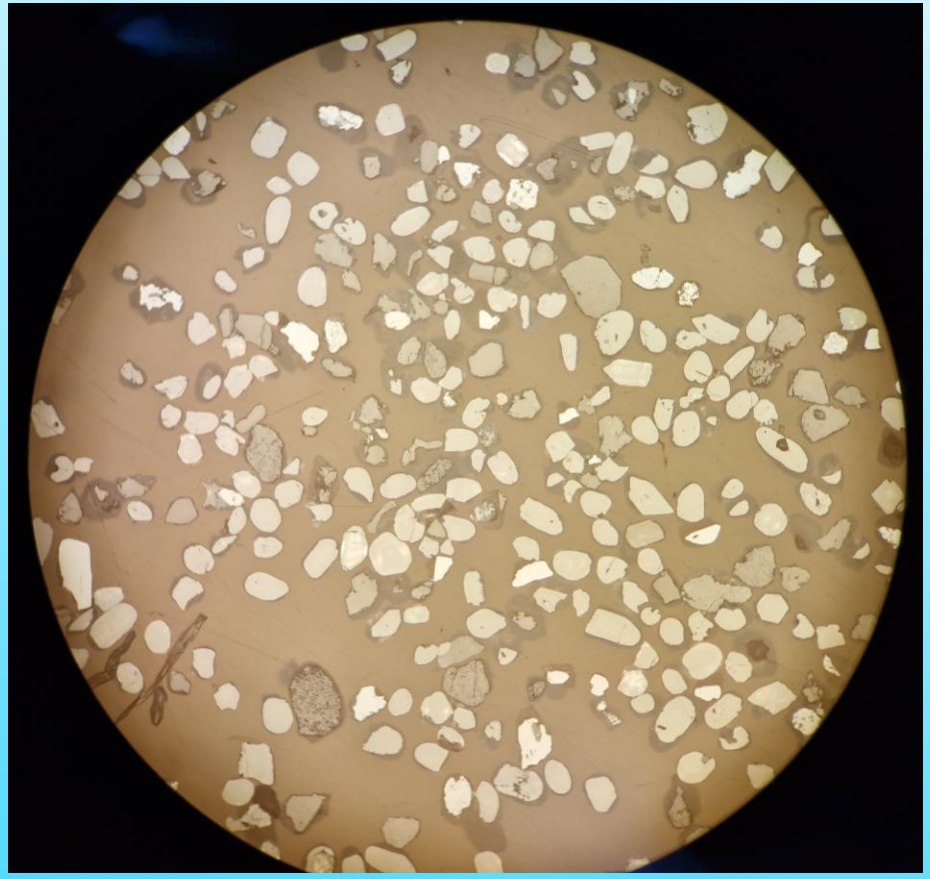
Polierprozess

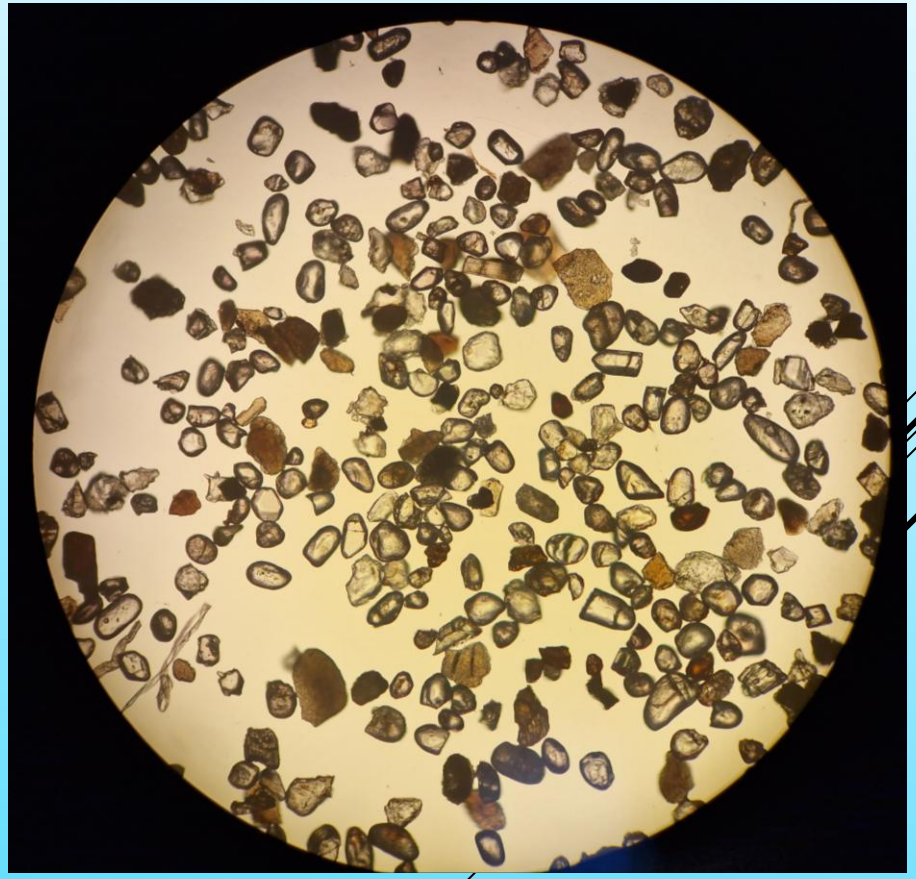
(ATM-Saphir 550 Poliermaschine)

Schritt	Material	Dauer	Druck	Hinweis
1. Anschleifen	9 µm ATM-All-in-One Polykristallin, MD DAC, Kunstseide Tuch	20–25 min	20–25 N	Bis knapp unterhalb der Mitte der längsten (C)-Achse der Kristalle
2. Feinpolitur	3 µm ATM-All-in-One Polykristallin, MD DAC, Kunstseide Tuch	20–60 min	20 N	
3. Feinpolitur	1 µm ATM-All-in-One Polykristallin, DP DUR Seidentuch	10 min	5 N	
4. Endpolitur	¼ µm AL^2O^3 All- in-One Diamantsuspension, Zeta (weiches Synthetiktuch)	1–2 min	5 N	

Universität Bremen

Die Oberfläche der Apatite bis knapp bis zur Mitte der C-Achse angeschliffen und kratzerfrei poliert. Überprüfung mit **Zeiss Auf- und Durchlichtmikroskop**





Universität Bremen

Ätzen der Apatit-Präparate



Ätzvorgang

20 Sekunden in 5 %iger HNO_3 bei 20 °C.

- Vorbereitung: Wärmebad zur Temperaturkontrolle verwenden.

Spülen und Trocknen

Nach dem Ätzen einige Minuten unter laufendem VE-Wasser spülen.

- Hinweis: Geätzte Oberfläche nicht mehr berühren!

Spülen und Trocknen

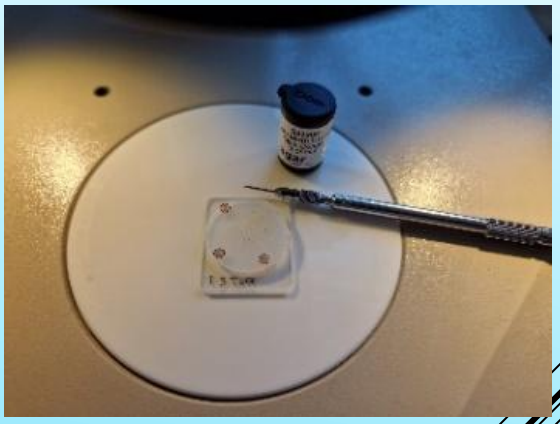
Trocknen: 2 Stunden bei 40 °C im Trockenschrank.

Universität Bremen

Endmontage für mikroskopische Analyse

Montage des Teflonmounts





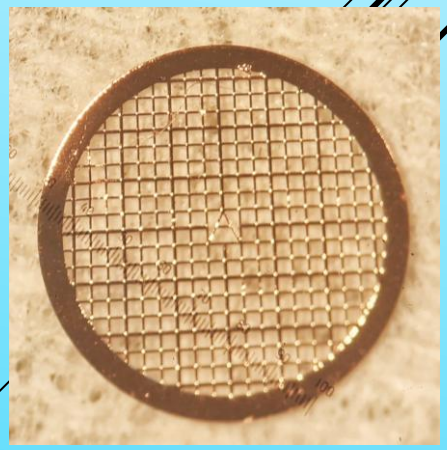
- Teflonmount mit TESA-Tack® oder doppelseitigem Klebeband (blau) auf Objektträger befestigen.
- Probennummer mit Edding übertragen.
- Fixierung der Probennummer mit Nagellack oder Tesa gegen „Verlaufen“.

- **Setzen von Referenzpunkten**

- 3 Kupfergrids (G2220C) im rechtwinkligen Dreieck mit dem Lötkolben einschmelzen.

- Wichtig: Lötkolben zwischen jeder Anwendung im wassergetränkten Schwamm reinigen, um Kontamination zu vermeiden.



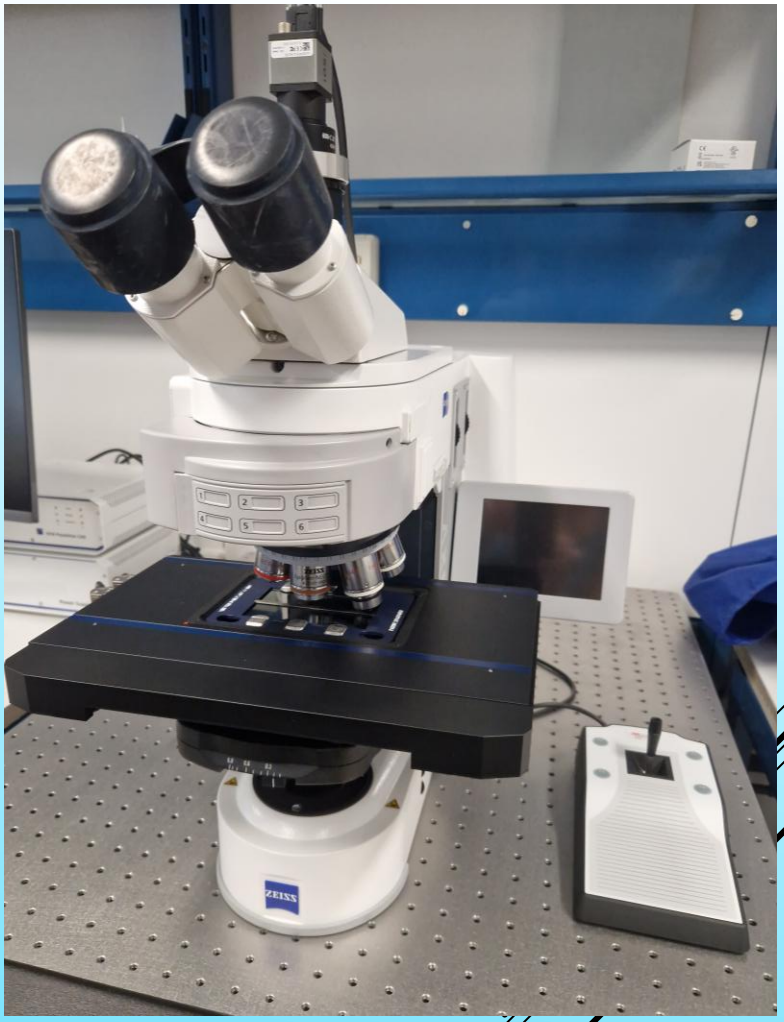


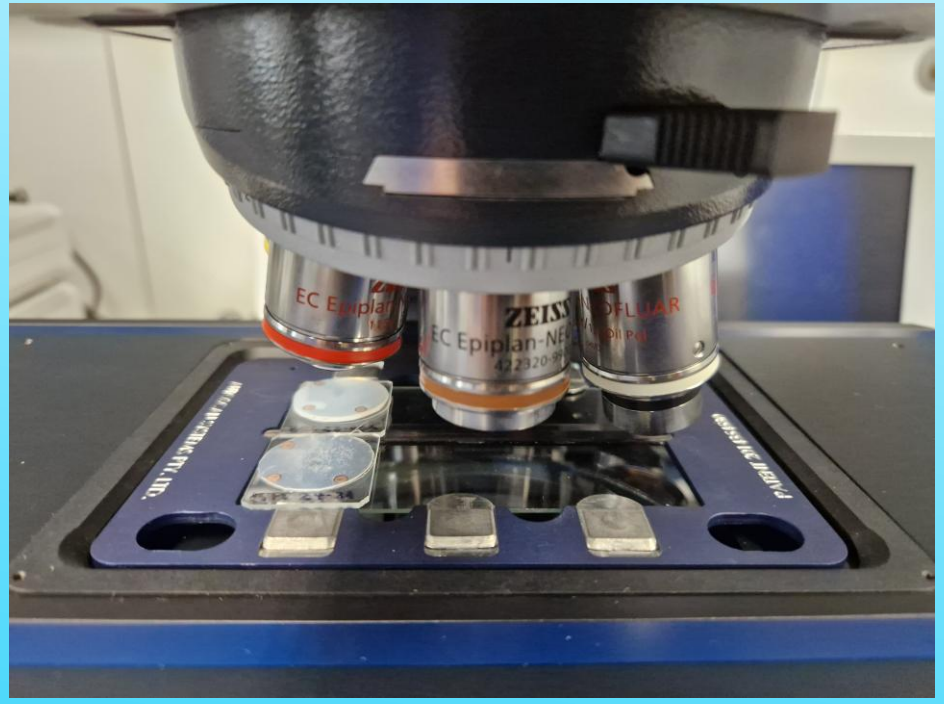
Universität Bremen

Fission Track Mikroskop

Montage des Teflonmounts

- Der Halter für das automatisierte Zählen der Spaltspuren fasst sechs Objektträger a‘ 20 x 30 mm
- Absolute Planheit der Mounts wichtig, um eine einheitliche Fokusebene zu erhalten





Universität Bremen

Alphachron Massenspektometer in Kombination mit LA-ICP-MS (Laser-Ablation-induktiv-gekoppeltes-Plasma- Massenspektrometer)

- In-situ-Analyse von Spurenelementen und Isotopen-verhältnissen in festen Materialien



Universität Bremen

Vielen Dank für die Aufmerksamkeit- für Fragen stehe ich gerne zur Verfügung