LABORATORIUM ANALIZ W MIKROOBSZARZE

PRACOWNIA
MIKROSONDY JONOWEJ
SHRIMP IIe/MC

Państwowy Instytut Geologiczny
Państwowy Instytut Badawczy

Państwowa Służba Geologiczna
Państwowa Służba Hydrogeologiczna

shrimp@pgi.gov.pl

Pracownia Mikrosondy Jonowej SHRIMP IIe/MC

Pracownia Mikrosondy Jonowej jest częścią Laboratorium Analiz w Mikroobszarze, specjalizującego się w analizie jakościowej i ilościowej składu chemicznego w obrębie bardzo małych próbek w stanie stałym.

Inicjatorem utworzenia w Instytucie tak specjalistycznej Pracowni jest dyrektor PIG-PIB prof. dr hab. Jerzy Nawrocki. Dzięki dotacji Funduszu Nauki i Technologii Polskiej z Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego Pracownia została wyposażona w najnowszą, udoskonaloną wersję czułej i wysokorozdzielczej mikrosondy jonowej z multikolektorem SHRIMP IIe/MC.

Urządzenie wykonała firma Australian Scientific Instruments, współpracująca z wynalazcą technologii Australijskim Uniwersytetem w Canberze. Tego typu instrument umożliwił naukowcom australijskim głośne swego czasu odkrycie najstarszych fragmentów minerałów na Ziemi – cyrkonów z Jack Hills, datowanych na 4,4 mld lat. Udoskonalona wersja naszej mikrosondy jest czwartym urządzeniem na świecie zaprojektowanym w takiej zaawansowanej konfiguracji. Badania w nowej Pracowni będą ukierunkowane przede wszystkim na geochronologię – izotopowe określanie wieku skał i minerałów, kluczowe dla wielu dziedzin geologii, z surowcową na czele. Unikatowe parametry urządzenia pozwalają jednak na znacznie więcej. Już teraz, dzięki wysokoczułej analizie izotopów stabilnych możliwe jest na przykład określenie zmian klimatycznych we wczesnych etapach historii Ziemi. Nowa technologia wciąż się rozwija i z pewnością dostarczy wkrótce wielu zaskakujących danych w różnych dziedzinach współczesnej geologii i nie tylko.

kontakt:

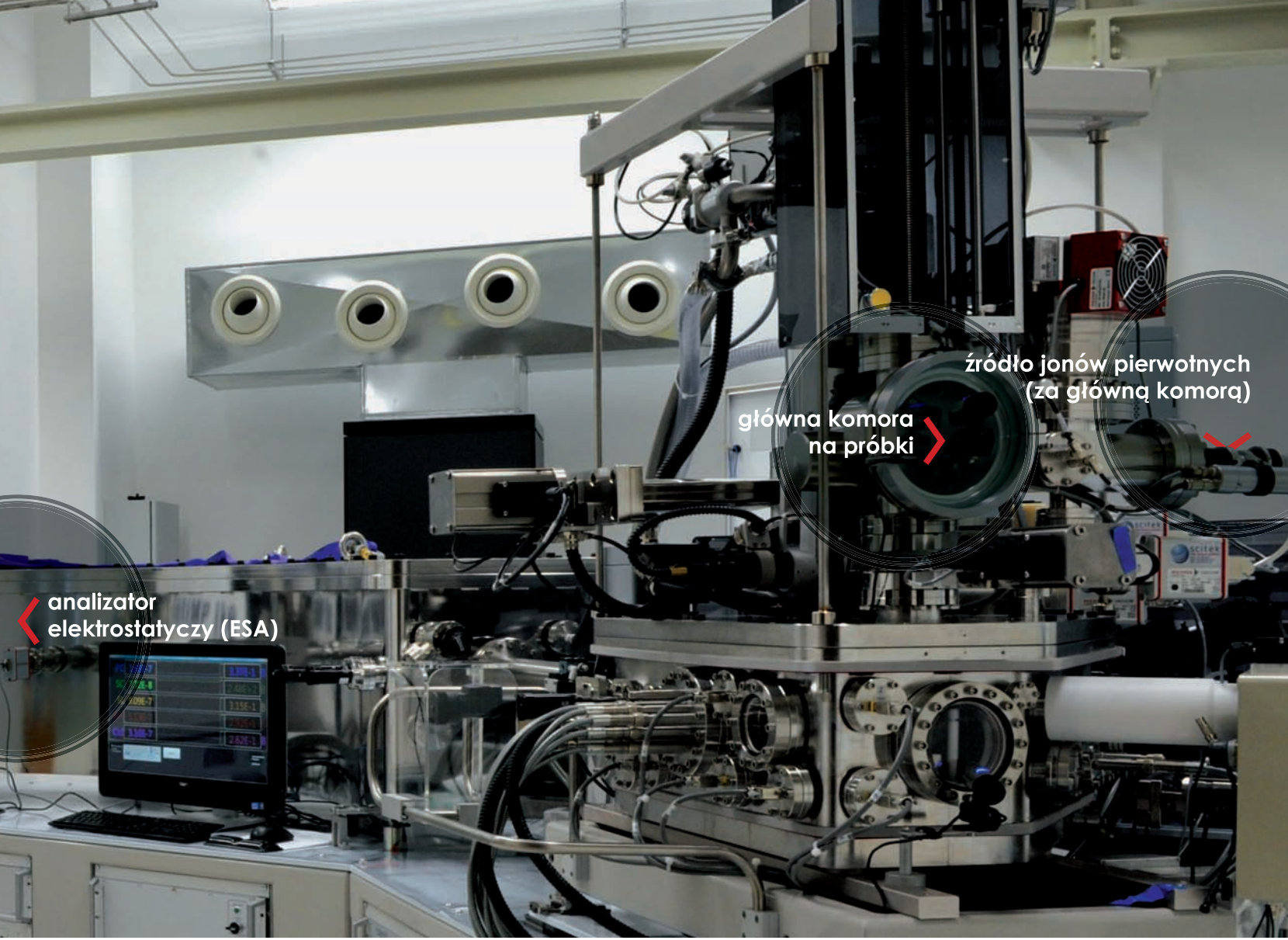
Laboratorium Analiz w Mikroobszarze
Pracownia Mikrosondy Jonowej

shrimp@pgi.gov.pl

Państwowy Instytut Geologiczny
Państwowy Instytut Badawczy
ul. Rakowiecka 4, 00-975 Warszawa
00-975 Warszawa,
www.**pgi**.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

Czuła wysokorozdzielcza mikrosonda jonowa SHRIMP (**S**ensitive **H**igh **R**esolution **I**on **M**icro**P**robe) jest spektrometrem mas jonów wtórnych (SIMS) o najwyższej czułości przy wysokiej rozdzielczości. Przyrząd wykorzystuje wiązkę naładowanych cząstek do opróbowania substancji w stanie stałym dla określenia jej składu pierwiastkowego i izotopowego. Mikrosonda jonowa SHRIMP IIe/MC jako niezwykle znacząca dla PIG-PIB inwestycja aparaturowa była możliwa dzięki dotacji Funduszu Nauki i Technologii Polskiej (661/FNiTP/616/2011) Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego.



Ministerstwo Nauki
i Szkolnictwa Wyższego

producent: Australian Scientific Instruments Pty Ltd

Foto: Pingualuit – krater uderzeniowy w północnym Quebecu, Kanada

http://earthobservatory.nasa.gov/IOTD/view.php?id=79743&src=eoa-iotd
NASA, Courtesy of Denis Sarrazin

SHRIMP IIe/MC

SHRIMP IIe/MC jest niezwykle czułym narzędziem do chemicznych i izotopowych analiz w skali mikro, które pozwala spojrzeć miliardy lat wstecz i odpowiedzieć na pytania dotyczące historii geologicznej Ziemi i wczesnego stadium powstawania skorupy ziemskiej, a nawet zmierzyć się historią Układu Słonecznego.

SHRIMP IIe/MC

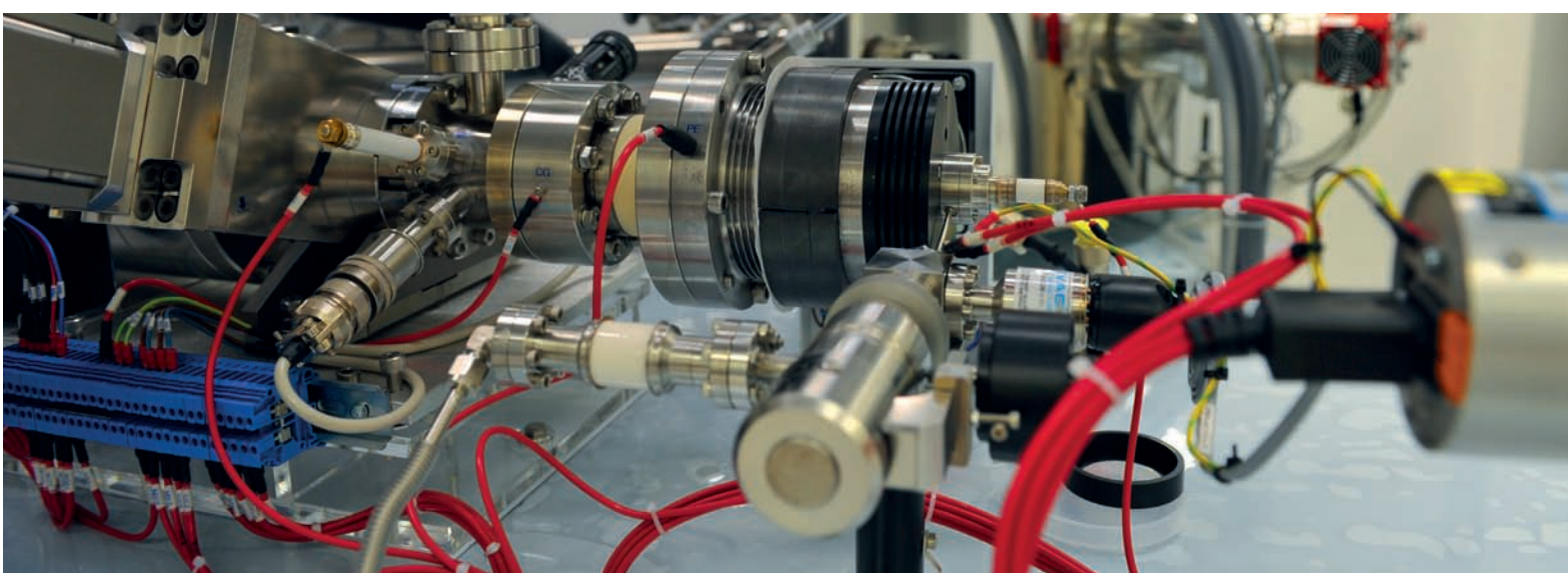
PARAMETRY TECHNICZNE

SHRIMP wykonuje badania chemiczne i izotopowe *in situ,* analizując każdy materiał będący w stanie stałym (bez konieczności roztwarzania), poprzez bombardowanie powierzchni próbki wiązką jonów pierwotnych o wysokiej energii, w warunkach wysokiej próżni na obszarze o średnicy zaledwie kilku mikronów. To uwalnia składniki z powierzchni próbki za pośrednictwem fizycznego procesu zwanego rozpylaniem. Średnica jonów wiązki pierwotnej może być regulowana w zakresie od 30 mikronów do poniżej 5 mikronów.

Rozpylone i zjonizowane składniki próbki, a następnie jony wtórne są zbierane przy użyciu soczewek elektrostatycznych i przenoszone do spektrometru masowego, w którym są rozdzielane i analizowane zgodnie ze swoimi masami.

Analizator mas wtórnych obejmuje sektory analizatora elektrostatycznego, kwadrupolowe soczewki korekcyjne i elektromagnes. Tak zaprojektowany układ pozwala zminimalizować wszystkie aberracje w obrazie jonów wtórnych.

Detale SHRIMP IIe/MC:
Zamienne źródła jonów pierwotnych



Duoplazmatron, wytwarzający wiązkę jonów ujemnych z czystego tlenu

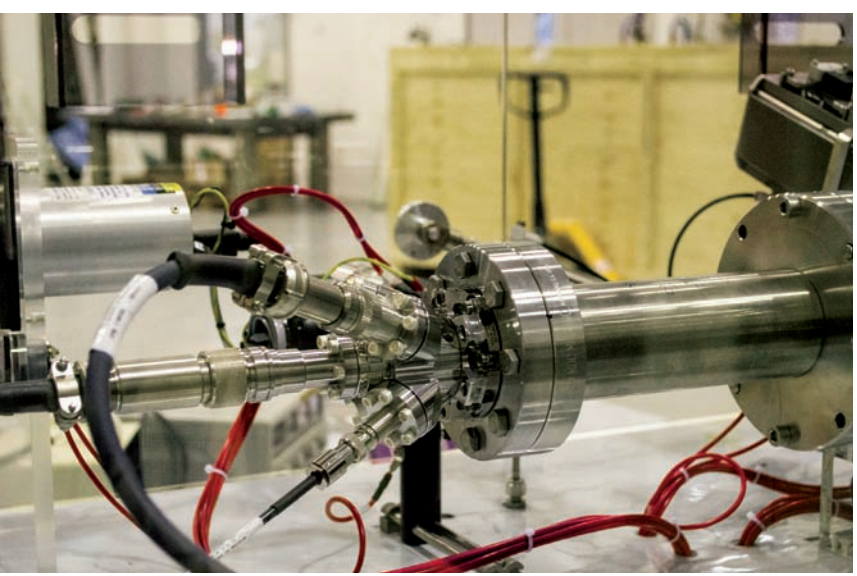
shrimp@pgi.gov.pl

PARAMETRY TECHNICZNE

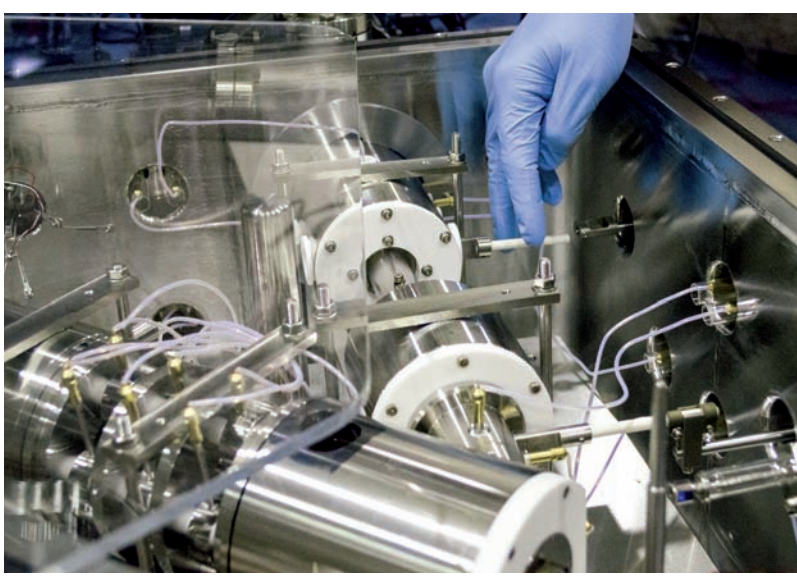
Jakość urządzenia jest oceniana na podstawie zdolności wykrywania w próbce pierwiastków śladowych przy ich niskich stężeniach (czułość) oraz na podstawie zdolności do rozróżniania jonów o bardzo podobnej masie (rozdzielczość masy). Wysoką rozdzielczość masy SHRIMP uzyskuje przez użycie podwójnego ogniskowania spektrometru masowego, przy bardzo dużym promieniu skrętu magnesu i analizatora elektrostatycznego (promień magnesu 1000 mm, promień analizatora elektrostatycznego 1272 mm). Stąd też SHRIMP ma liniową długość wiązki ponad 7 m i waży ponad 13 ton.

Wysoka czułość przy wysokiej rozdzielczości masowej – 5400 M/ΔM przy 80 % transmisji z płaskiego szczytu pozwala na ograniczenie podstawowych aberracji podczas analizy.

SHRIMP bywa używany do pomiarów składu izotopowego i zawartości większości pierwiastków układu okresowego i może działać w trybie detekcji jonów dodatnich lub ujemnych. SHRIMP jest wyposażony w duoplazmatron dla analizy dodatnich jonów wtórnych, w źródło cezowe orza system neutralizacji ładunku do analiz wtórnych jonów ujemnych.

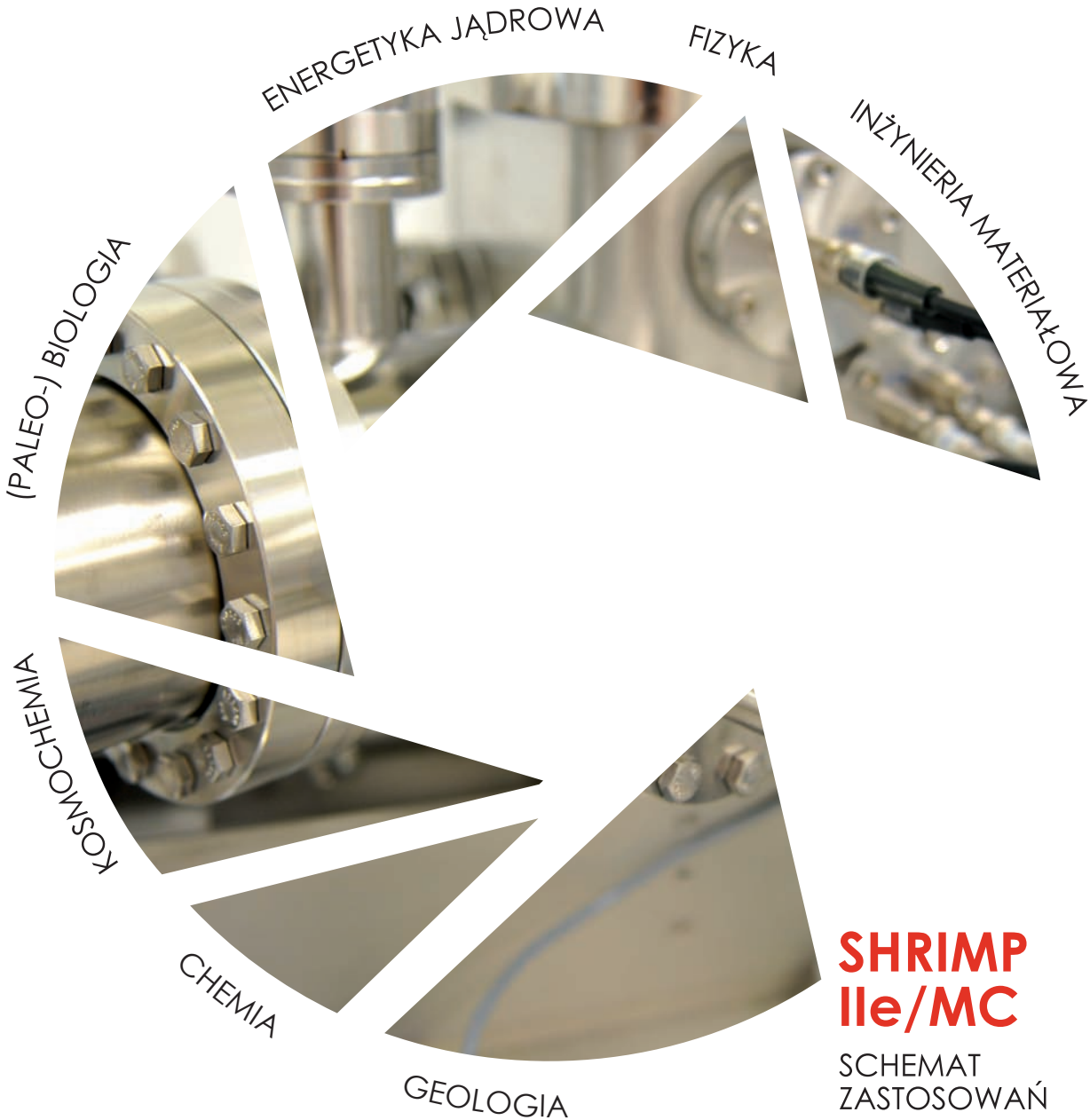


Działo cezowe, dostarczające stabilną wiązkę jonów dodatnich Cs^+.



Widok na odkrytą komorę źródła jonów SHRIMP IIe/MC, z kolumną pierwotną z położeniem apertur Köhlera (patrz: dłoń), i z kolumną jonów wtórnych, prowadzącą w kierunku analizatora elektrostatycznego (w lewą stronę).

shrimp@pgi.gov.pl



SHRIMP IIe/MC

SCHEMAT ZASTOSOWAŃ

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

ZASTOSOWANIE

GEOLOGIA, CHEMIA, KOSMOCHEMIA,
(PALEO-) BIOLOGIA, ENERGETYKA JĄDROWA,
FIZYKA, INŻYNIERIA MATERIAŁOWA

Mikrosonda SHRIMP była zaprojektowana z myślą o badaniach geologicznych. Jej zastosowanie skupione było głównie na geochronologii. Prototyp mikrosondy został skonstruowany na Wydziale Nauk o Ziemi (RSES) Uniwersytetu Australijskiego (ANU) w Canberze. Następnie instrument został rozbudowany i jest produkowany przez firmę Australian Scientific Instruments (ASI).

Zastosowanie aparatury SHRIMP nie ogranicza się tylko do precyzyjnej geochronologii izotopowej U-Pb. Względnie nowym aspektem badań są realizowane *in situ* analizy izotopów stabilnych pierwiastków lekkich: tlenu, siarki i węgla. Bez homogenizacji (rozpuszczania i zniszczenia) *in-situ*, zużywając do diagnozy nano ilości badanego materiału (tylko 2 do 5 ng), SHRIMP IIe/MC pozwala wykryć subtelne fluktuacje izotopowe w obrębie różnych próbek.

Mikrosonda jonowa SHRIMP jest wszechstronnym i najbardziej wydajnym narzędziem mikroanalitycznym, znajdującym szeroki zakres zastosowań w pracach geochemicznych i izotopowych. Mikrosonda SHRIMP może być wykorzystywana do rozwiązywania najważniejszych problemów w badaniach geologicznych, środowiskowych, technicznych i eksperymentalnych. Przez wiele lat SHRIMP na świecie dostarczył służbom geologicznym i sektorowi górniczemu cennych danych izotopowych, które pozwoliły na zmniejszenie ryzyka poszukiwawczego.

Aktualnie istnieją dwa główne nurty, które dominują w bieżącym zastosowaniu SHRIMP. Są to: geochronologia U-Pb-Th oraz diagnostyka izotopowa pierwiastków lekkich stabilnych.

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

ZASTOSOWANIE

ZAAWANSOWANA GEOCHRONOLOGIA

Badania geochronologiczne wykonywane są w oparciu o analizy U-Pb cyrkonów oraz innych minerałów akcesorycznych zawierających U-Pb takich jak: tytanit, perowskit, allanit, rutyl, baddeleyit, monacyt i ksenotym oraz opal dzięki geochronologii stanu nierównowagi U-Th.

Badania realizowane na mikrosondzie SHRIMP są niezwykle korzystne z uwagi na wysoką rozdzielczość przestrzenną, która umożliwia skoncentrowanie się na oddzielnych domenach w ziarnie mineralnym o złożonej historii wzrostu, z pominięciem fragmentów zmetamiktyzowanych i inkluzji bogatych w U lub Pb. Gdy konieczna jest precyzja większa niż 1%, SHRIMP IIe/MC może służyć do badania strat ołowiu w ziarnach cyrkonów, oraz odziedziczonych środków, lub innych problemów, które uniemożliwiają analizę metodą TIMS.

Mała objętość analityczna (~ 1000 mikrometrów sześciennych) pozwala na minimalne zużycie próbki w stosunku do innych technik analitycznych, dlatego też jest to odpowiednie narzędzie do zadań takich jak:

- ścisłe określenie wieku skał magmowych
- ścisłe określenie wieku osadów i złóż mineralnych
- pochodzenie magmy na podstawie wieku środków odziedziczonych cyrkonów
- wiek metamorfizmu na podstawie obrostów metamorficznych na cyrkonach
- wyjaśnianie skomplikowanej historii terranów metamorficznych
- śledzenie rozwoju skorupy ziemskiej i jej recyklingu w czasie geologicznym
- pochodzenie osadów i korelacje, na podstawie detrytycznych cyrkonów
- wiek depozycji na podstawie obrostów diagenetycznych
- ramy czasowe tworzenia się basenów osadowych przy poszukiwaniach ropy naftowej
- kalibracja skali czasu geologicznego w paleozoiku
- datowanie najstarszych skał skorupy ziemskiej
- badanie najstarszych cyrkonów w Układzie Słonecznym

shrimp@pgi.gov.pl

ZASTOSOWANIE

ZAAWANSOWANA GEOCHRONOLOGIA

Monomineralny koncentrat ziarn cyrkonu
– podstawowy materiał do datowań izotopowych
U-Pb SHRIMP

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

ZASTOSOWANIE

IZOTOPY
STABILNE

konodonty

Nowym osiągnięciem mikrosondy SHRIMP stała się sfera analiz stosunków izotopowych pierwiastków lekkich stabilnych, zwłaszcza tlenu, siarki i węgla. Geochemia izotopów stabilnych dokumentuje zmiany składu izotopowego pierwiastków (H, Li, B, C, N, O, S) powstałe w procesach chemicznych i fizycznych.

Skład izotopów stabilnych materiałów biogenicznych stanowi zapis kombinacji parametrów środowiskowych i procesów biologicznych. Skład izotopowy tlenu, w poszczególnych, indywidualnych punktach analitycznych, może być mierzony w czasie krótszym niż 5 minut, z wewnętrzną dokładnością około 0,1 promila.

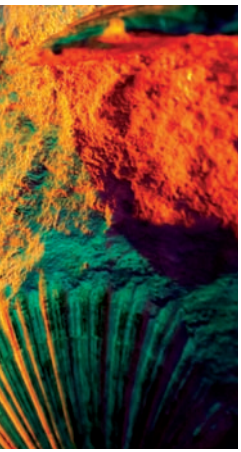
Tradycyjnie, skład izotopowy tlenu bywał mierzony w wyniku chemicznego roztwarzania dużych próbek o wadze kilku miligramów. Mikrosonda jonowa SHRIMP IIe/MC pozwala badać wszelkie niejednorodności izotopowe w bardzo małej skali, na przykład skład poszczególnych odmiennych przestrzeni w mikroskamieniałości.

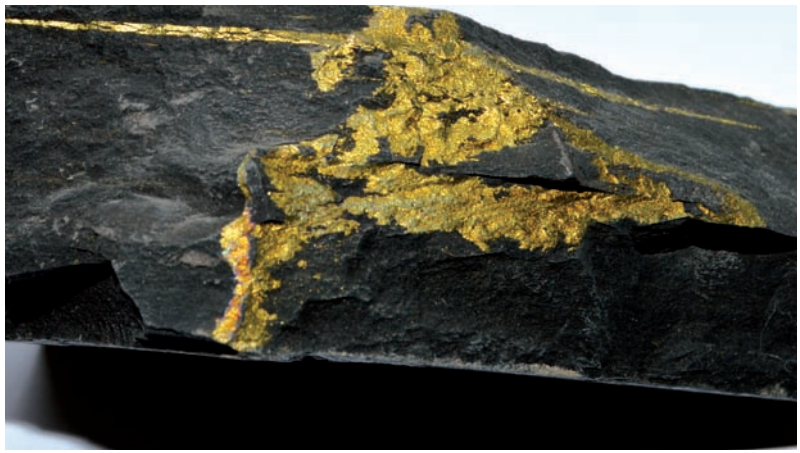
Ponadto pomiar SHRIMP izotopów siarki został wykorzystany do rozpoznania mechanizmów wzrostu minerałów, zmian w składzie fluidów i określania warunków, w których powstawały skały macierzyste i występujące w nich złoża rud.

shrimp@pgi.gov.pl

ZASTOSOWANIE

IZOTOPY STABILNE





Mikrosonda jonowa SHRIMP jest wykorzystywana do określania stosunków izotopowych pierwiastków lekkich stabilnych w materiałach biogenicznych i nieorganicznych szczególnie w zagadnieniach dotyczących:

- termometrii konodontowej na bioapatycie i zapisu paleotemperatury wody morskiej
- śledzenia zmian klimatu w skali czasu geologicznego czyli "subtelnej paleoklimatologii" przy wykorzystaniu skamieniałości zawierających CO_3
- wpływu zmian paleotemperatury wody morskiej na bioróżnorodność
- badań niejednorodności izotopowych szkliwa zębów ssaków dla oceny diety taksonów kopalnych
- analizy parametrów izotopowych zębów i kości dawnych ludzi jako wskaźników paleoklimatu, paleodiety i ogólnie paleoekologii
- sezonowej izotopowej cykliczności, jako wskaźnika czasu osteogenezy na podstawie analiz przekrojów kości
- badań genetycznych izotopów siarki w skali mikro z różnorodnych minerałów siarczkowych, tworzących masywne złoża siarczków
- składu izotopowego węgla
- zmian izotopowych pierwiastków litu i boru w minerałach ilastych związanych z migracją węglowodorów

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

ZASTOSOWANIE

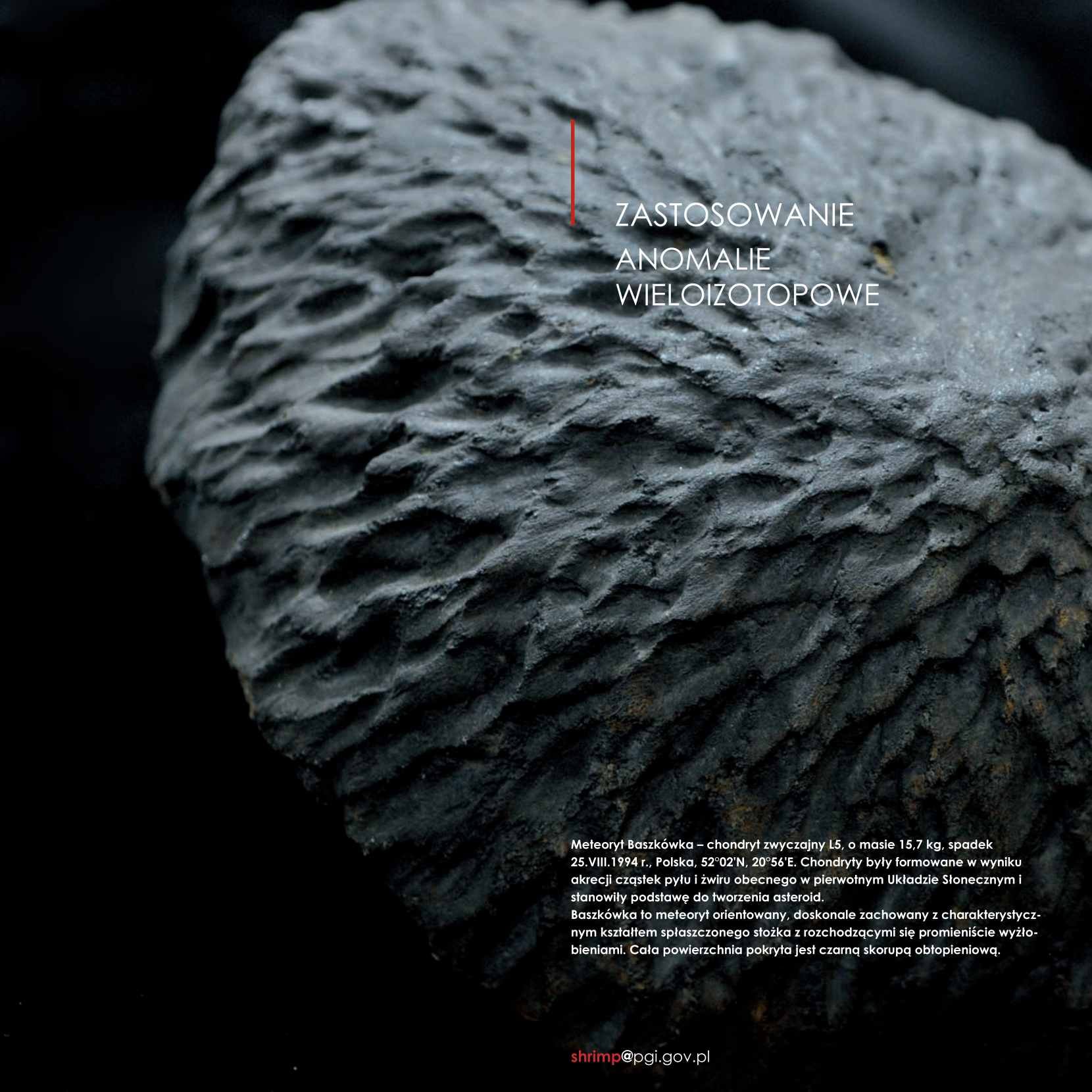
ANOMALIE
WIELOIZOTOPOWE

Mikrosonda jonowa SHRIMP IIe/MC może być stosowana do określenia różnorodnych wskaźników izotopowych na podstawie analiz punktowych o podobnym rozmiarze. SHRIMP może osiągnąć dokładność na poziomie sub-promili za pomocą wyłącznie analizy samego piku w idealnych warunkach. Dla maksymalnej wydajności zgodnie z zaleceniami stosowany jest multicollector.

W praktyce diagnostykę wieloizotopową stosuje się przy:

- analizie izotopowej materiału kosmicznego i próbek księżycowych
- badaniach nukleosyntezy gwiazd
- badaniach wskaźników izotopów Ti w meteorytach
- określaniu składu Pb i wskaźników izotopowych próbek księżycowych
- anomaliach w trudnotopliwych minerałach z meteorytów
- analizie wskaźników izotopowych (stosunki izotopowe U i Pu) i radionuklidów w diagnostyce materiału nuklearnego
- anomaliach w próbkach eksperymentalnych

shrimp@pgi.gov.pl



ZASTOSOWANIE ANOMALIE WIELOIZOTOPOWE

Meteoryt Baszkówka – chondryt zwyczajny L5, o masie 15,7 kg, spadek 25.VIII.1994 r., Polska, 52°02'N, 20°56'E. Chondryty były formowane w wyniku akrecji cząstek pyłu i żwiru obecnego w pierwotnym Układzie Słonecznym i stanowiły podstawę do tworzenia asteroid.
Baszkówka to meteoryt orientowany, doskonale zachowany z charakterystycznym kształtem spłaszczonego stożka z rozchodzącymi się promieniście wyżłobieniami. Cała powierzchnia pokryta jest czarną skorupą obtopieniową.

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

ZASTOSOWANIE

ŚLADOWE ZAWARTOŚCI PIERWIASTKÓW

Analiza na mikrosondzie jonowej SHRIMP znajduje zastosowanie do rozwiązywania wielu problemów w geochemii pierwiastków śladowych.

Są to:

- pomiary stężenia i rozkładu pierwiastków śladowych w poszczególnych ziarnach mineralnych oraz inkluzji faz stałych
- mechanizmy podstawienia chemicznego w poszczególnych ziarnach mineralnych, dające nowe spojrzenie na wiele procesów genetycznych
- zawartości pierwiastków ziem rzadkich w próbkach geologicznych i innych
- profile głębokościowe powierzchni i profile cienkich warstw dyfuzyjnych i szybkości dyfuzji na poziomie izotopowym
- składniki i inkluzje w stali
- rozdział pierwiastków między fazami i szybkości rozpuszczania minerałów
- obrazowanie (mapy) izotopów w próbce

shrimp@pgi.gov.pl

ZASTOSOWANIE

ŚLADOWE ZAWARTOŚCI PIERWIASTKÓW

1 H																	2 He
3 Li	4 Be											5 B	6 C	7 N	8 O	9 F	10 Ne
11 Na	12 Mg											13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 V	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	36 Kr
37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	53 I	54 Xe
55 Cs	56 Ba		72 Hf	73 Ta	74 W	75 Re	76 Os	77 Ir	78 Pt	79 Au	80 Hg	81 Tl	82 Pb	83 Bi	84 Po	85 At	86 Rn
87 Fr	88 Ra		104 Rf	105 Db	106 Sg	107 Bh	108 Hs	109 Mt	110 Ds	111 Rg	112 Cn	113 Uut	114 Uuq	115 Uup	116 Uuh	117 Uus	118 Uuo
			57 La	58 Ce	59 Pr	60 Nd	61 Pm	62 Sm	63 Eu	64 Gd	65 Tb	66 Dy	67 Ho	68 Er	69 Tm	70 Yb	71 Lu
			89 Ac	90 Th	91 Pa	92 U	93 Np	94 Pu	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es	100 Fm	101 Cf	102 No	103 Lr

Mikrosonda jonowa SHRIMP IIe/MC – tryb analiz jonów i detekcja pierwiastków

- Tlenowe (O^-_2) źródło jonów pierwotnych: tryb analiz dodatnich jonów wtórnych
- Cezowe (Cs^+) źródło jonów pierwotnych: tryb analiz ujemnych jonów wtórnych
- Tryb analiz jonów wtórnych dodatnich i ujemnych

shrimp@pgi.gov.pl

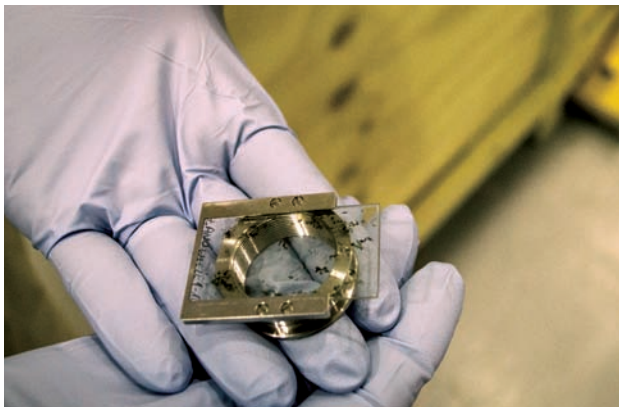
SHRIMP IIe/MC

PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Badania izotopowe realizowane są na próbkach minerałów, skamieniałości i innych elementów o bardzo małych rozmiarach. Zostają one zatopione w żywicy epoksydowej wraz z wzorcami, a następnie są ścięte aby odsłonić powierzchnię do analizy i precyzyjnie wypolerowane. Powstają w ten sposób preparaty inkludowane.

Monomineralne próbki do pomiarów na mikrosondzie jonowej SHRIMP IIe/MC przygotowywane są w pracowni separacji próbek w PIG-PIB. Jest ona wyposażona w kompletny sprzęt niezbędny do kruszenia i separacji minerałów, który umożliwia właściwe przygotowanie próbek.

Mikrosonda SHRIMP przystosowana jest do badań dwóch typów preparatów inkludowanych (zatopionych w żywicy epoksydowej tzw. mountów). Jednym z nich jest preparat o średnicy 25,4 mm (› a), drugim tzw. megamount o średnicy 35 mm (› b). Ten etap przygotowania preparatu w całości wykonywany jest w PIG-PIB. Istnieje również możliwość pracy na tradycyjnych płytkach cienkich odkrytych (› c).



c

shrimp@pgi.gov.pl

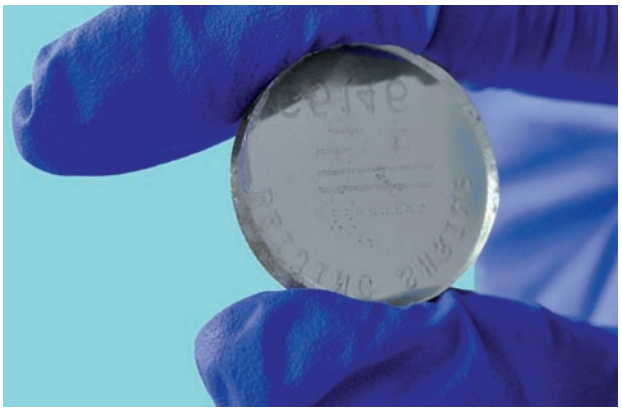
PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Wszystkie próbki przed wykonaniem pomiarów na mikrosondzie jonowej SHRIMP muszą być w pełni udokumentowane fotograficznie za pomocą 4 typów zdjęć:

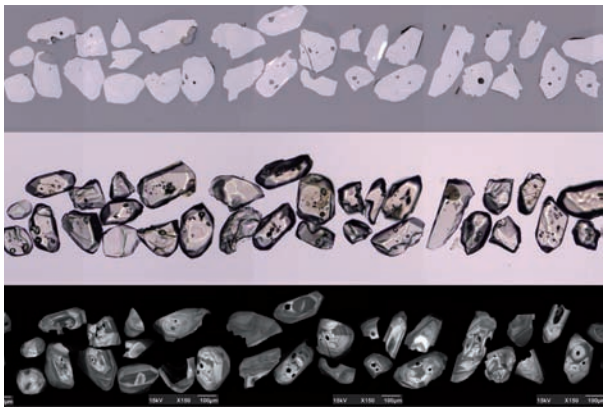
- w świetle odbitym spod mikroskopu optycznego (› 1)
- w świetle przechodzącym spod mikroskopu optycznego (› 2)
- monochromatycznego obrazu katodoluminescencyjnego z mikroskopu elektronowego lub obrazu elektronów wstecznie rozproszonych BSE (› 3)
- obrazu z mikroskopu skaningowego SEM, niezbędnego do nawigacji w obrębie próbki (4)

Zdjęcia te pozwalają poznać zróżnicowanie budowy wewnętrznej próbki, specyfikę materiału, jakość jego powierzchni, istotę ewentualnych wrostków i w konsekwencji precyzyjnie wybrać miejsce do pomiaru na mikrosondzie SHRIMP.

~b



~a



› 1

› 2

› 3

shrimp@pgi.gov.pl

95 lat dbamy o ŚRODOWISKO NATURALNE i jego ZASOBY

o nas:

Państwowy Instytut Geologiczny jest instytutem badawczym mającym status Państwowego Instytutu Badawczego. Został założony w maju 1919 roku i jest nadzorowany przez Ministra Środowiska. Na podstawie ustawy Prawo geologiczne i górnicze oraz ustawy Prawo wodne, wykonuje zadania służby geologicznej i hydrogeologicznej. Polski Instytut Geologiczny - PIB realizuje swoją misję poprzez intensywne działania we wszystkich dziedzinach nauk o Ziemi w całej Polsce. Jest głównym depozytariuszem i źródłem, informacji oraz danych geologicznych, hydrogeologicznych i geośrodowiskowych w Polsce.

Podstawową platformą współpracy międzynarodowej Instytutu pozostaje Stowarzyszenie Służ Geologicznych Europy, EuroGeoSurveys.

95 years has been dedicated to protection of **NATURAL ENVIRONMENT** and its **RESOURCES**

about us:

The Polish Geological Institute is a research institute having the status of a National Research Institute. It was established in May 1919 and is supervised by the Minister of the Environment. Under the Act on Geological and Mining Law, and the Act on Water Law, it performs the tasks of the Polish Geological Survey and the Polish Hydrogeological Survey.

The Polish Geological Institute – NRI performs its mission through intense activities in all fields of earth sciences all over Poland. It is the main depositary and a source of knowledge, information and geological, hydrogeological and geoenvironmental data in Poland. The Association of the Geological Surveys of Europe, EuroGeoSurveys, will remain the basic platform of international cooperation for the Institute.

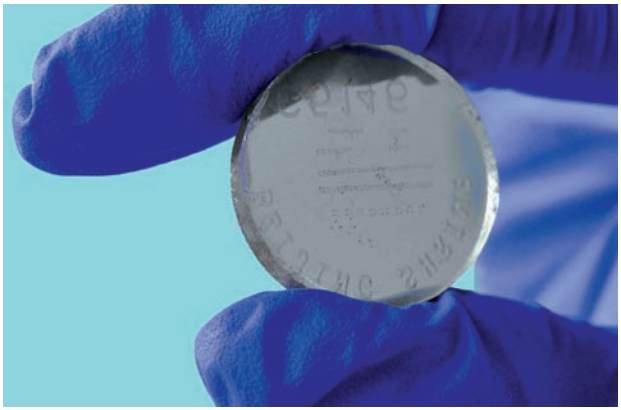
SAMPLE PREPARATION

All samples prior to performing measurements on SHRIMP microprobe shall be fully documented photographically using four types of images:

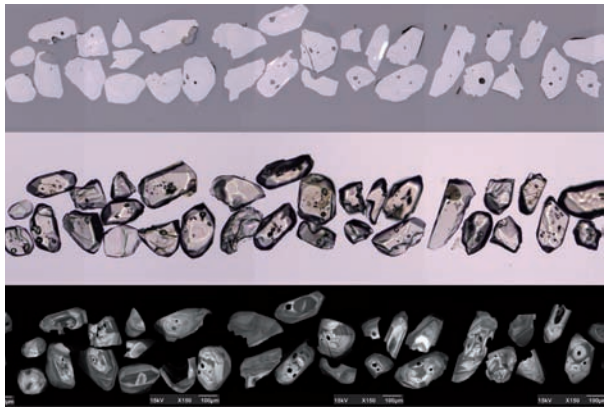
- reflecting light optical imaging (› 1)
- transmitted light optical imaging (› 2)
- SEM –CL monochromatic cathodoluminescence imaging or BSE imaging (› 3)
- low magnification -SEM imaging to assembly a navigation map (4)

These images allow the complexity of the internal structure of the sample to be revealed, a type of material, the quality of its surface, the existence of the inclusions and consequently precisely select the area for SRIMP measurements.

b



a



› 1

› 2

› 3

shrimp@pgi.gov.pl

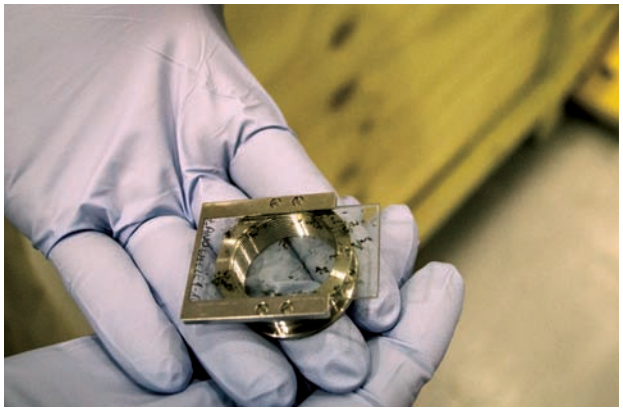
SHRIMP IIe/MC

SAMPLE PREPARATION

Isotopic studies are carried out on samples such as minerals, fossils and other items of very small size. They are embedded in an epoxy resin together with the proper standards, and then are cut to expose the surface for analysis and polished precisely. This creates a sample mount.

Monomineral samples for ion microprobe SHRIMP IIe/MC measurements can be prepared in the sample separation facility in PGI-NRI. It is provided with the necessary equipment to complete crushing and mineral separation, which allows the proper sample preparation.

The SHRIMP accepts two styles of epoxy mounts: A standard epoxy resin of 25.4 mm (› a) diameter and a "mega-mount" that is slightly larger at about 35 mm (› b). This stage of sample preparation should be done at PGI. There is also the possibility of working on a standard thin sections (› c).

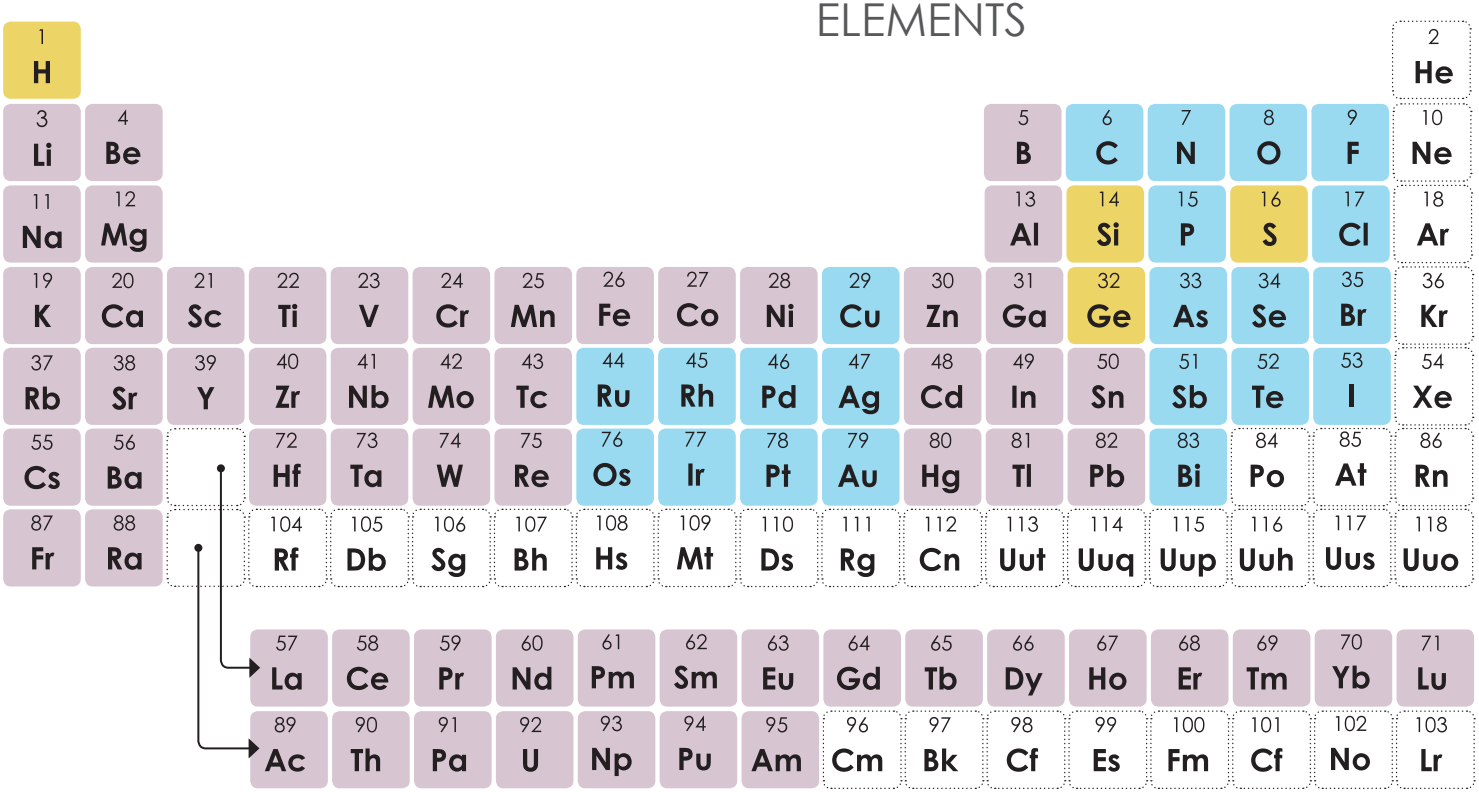


c

shrimp@pgi.gov.pl

APPLICATION

TRACE ELEMENTS



SHRIMP IIe/MC ion microprobe -the ion mode and elements detection

- Oxygen (O- 2) primary source: Positive secondary ion mode
- Caesium (Cs+) primary source: Negative secondary ion mode
- Quantifiable in either positive and negative ion mode

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

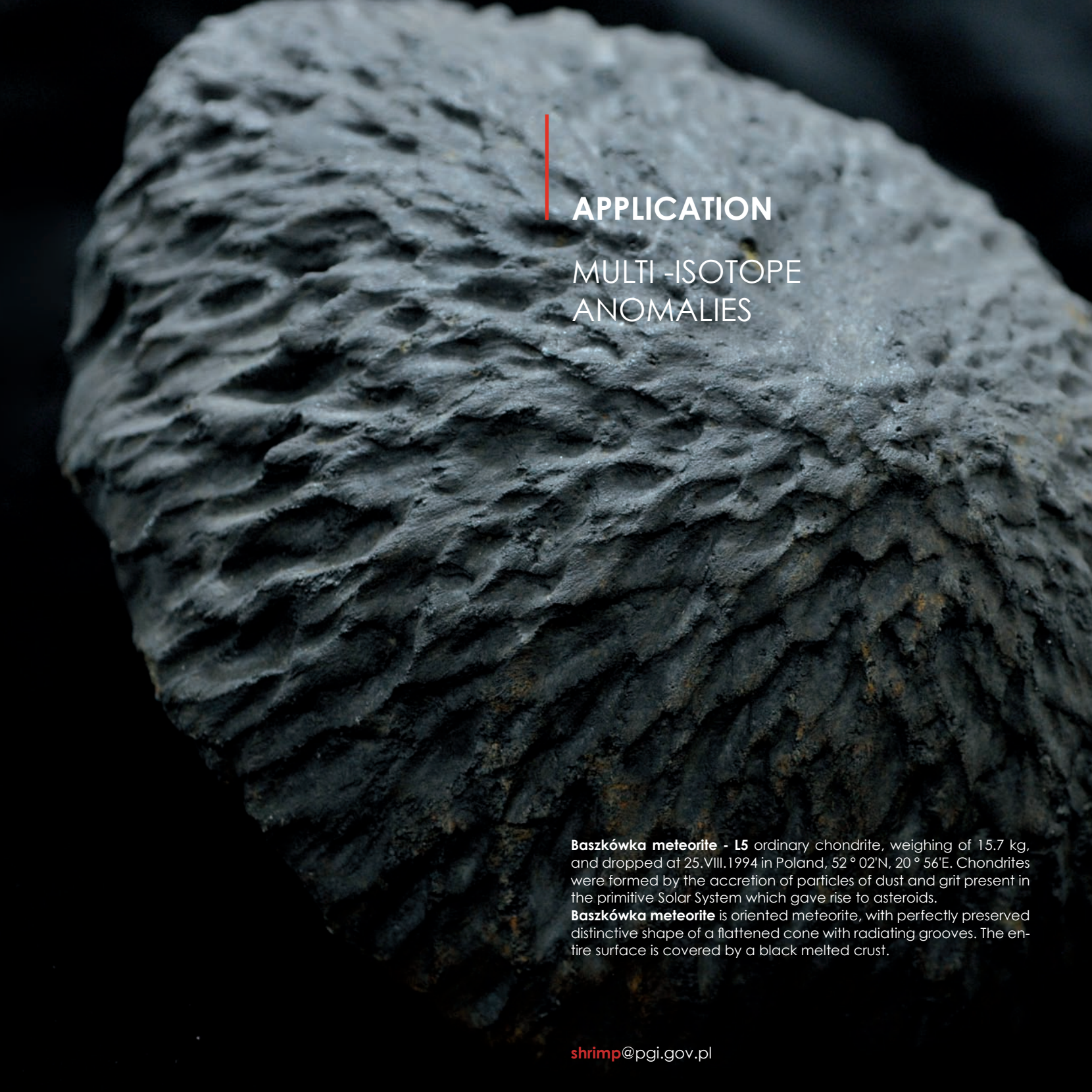
APPLICATION

TRACE ELEMENTS

SHRIMP analysis has been applied to numerous problems in trace element geochemistry, such as:

- measurements of the concentration and distribution of trace elements within individual grains, and mineral solid inclusions
- substitution mechanisms within individual grains
- rare elements in geological and other samples
- depth profiling of surface films and diffusion profiles and isotopic diffusion rates
- inclusions wthin steel
- partitioning of elements between phases, and dissolution rates of minerals
- isotope imaging by rastered sample

shrimp@pgi.gov.pl



APPLICATION

MULTI -ISOTOPE ANOMALIES

Baszkówka meteorite - L5 ordinary chondrite, weighing of 15.7 kg, and dropped at 25.VIII.1994 in Poland, 52 ° 02'N, 20 ° 56'E. Chondrites were formed by the accretion of particles of dust and grit present in the primitive Solar System which gave rise to asteroids.
Baszkówka meteorite is oriented meteorite, with perfectly preserved distinctive shape of a flattened cone with radiating grooves. The entire surface is covered by a black melted crust.

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

APPLICATION

MULTI -ISOTOPE ANOMALIES

The SHRIMP IIe/MC can be used to determine isotopic ratios of elements on analytical spots of similar size.
Although the SHRIMP IIe can achieve sub-permil level precision using peak-switching analyses under ideal conditions, use of the multicollector is advised for maximizing performance.

- solar wind isotope analysis of lunar materials
- examining stellar nucleosynthesis
- investigating Ti isotopic ratios in meteorites
- determining Pb isotopic composition of lunar samples
- anomalies in refractory meteoritic minerals
- the analysis of radionuclide material (U and Pu isotope ratios) for nuclear forensics
- anomalies in experimental samples

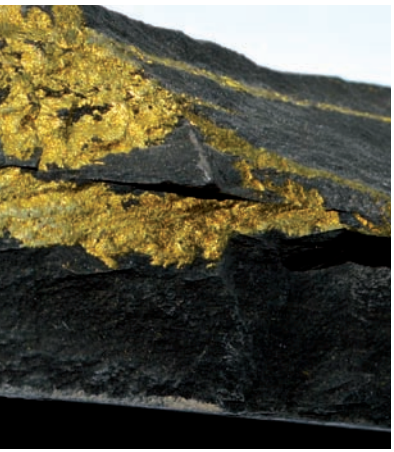
shrimp@pgi.gov.pl

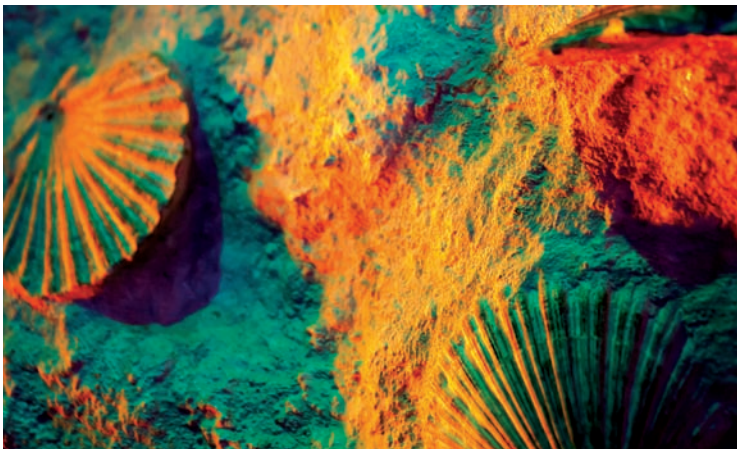
APPLICATION

STABLE ISOTOPES

The SHRIMP ion microprobe is used for stable isotope determination in biogenic and inorganic minerals for:

- conodont thermometry on biogenic apatite as a record of the sea water paleotemperature
- tracing climate change "subtle paleoclimatology" on geological timescales on CO_3 bearing fossils
- the impact of changes in sea water paleotemperature on biodiversity
- the exploration of isotopic heterogeneities of mammalian tooth enamel for investigating the diets of fossil taxa
- analysis of the stable isotope ratios of teeth and of bone of ancient people as an indicators of palaeoclimate, palaeodiet, and palaeoecology
- seasonal oxygen isotope cyclicity and annual time markers of osteogenesis from polished bone cross-sections
- sulphur isotopes genetic study on micro scale in the sulphide minerals that form massive sulphide deposits
- carbon isotopic composition
- lithium and boron isotopic changes on clay minerals related to hydrocarbon migration





shrimp@pgi.gov.pl

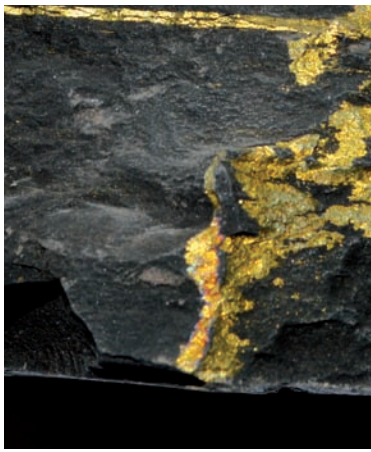
SHRIMP IIe/MC | APPLICATION

STABLE ISOTOPES

The new advances of SHRIMP ion microprobe have been in the field of light stable isotope ratios, especially oxygen, sulphur and carbon. Stable isotope geochemistry examines the change of the isotopic composition of an elements (H, Li, B, C, N, O, S) produced by chemical or physical processes.
The stable isotope compositions of biogenic materials record a combination of the biological processes and environmental parameters. Oxygen isotopic compositions of individual spots can be measured in less than 5 minutes with internal precisions of about 0.1 per mille.

Traditionally, oxygen isotopic compositions are measured following chemical processing of large samples weighing several milligrams. The SHRIMP IIe/MC ion microprobe allows exploration of isotopic heterogeneities on a very small scale, for example the composition of individual zoning in microfossils.

Moreover SHRIMP measurement of S isotopes has been used to understand mineral growth mechanisms, follow changes in fluid compositions and to constrain the conditions under which host rocks and ore deposits form.



conodonts

shrimp@pgi.gov.pl

APPLICATION

ADVANCED GEOCHRONOLOGY

The zircon grains monomineral concentrate
– a basic material for U-Pb SHRIMP isotopic datings.

SHRIMP IIe/MC | APPLICATION

ADVANCED GEOCHRONOLOGY

Through U-Pb dating of zircons and others accessory U-Pb-Th bearing minerals such as zircon, titanite, perovskite, allanite, rutile, baddeleyite, monazite, and xenotime and opal where U-Th disequilibrium geochronology has also been performed.

SHRIMP analyses are advantageous in that the fine spatial resolution allows targeting of subgrain domains in mineral grains with complex growth histories, avoiding U or Pb-rich inclusions or metamict domains. When temporal precision higher than 1% is required, the SHRIMP IIe/MC can be used to screen zircon grains for lead loss, inherited cores, or other problems that may inhibit or complicate TIMS analysis.

The small analytical volume (~1000 cubic microns) allows minimal sample consumption prior to subsequent analytical techniques. Therefore SHRIMP IIe is a appropriate tool for:

- accurate determination of the ages of igneous rocks
- accurate determination of the ages of mineral deposits
- magma provenance from inherited zircon cores and age of metamorphism from zircon overgrowths
- unravelling the history of complex metamorphic terranes,
- tracing crustal growth and recycling through geologic time
- sediment provenance and correlation using detrital zircon cores
- deposition ages from diagenetic overgrowths
- tectonic framework and timing of basin formation for petroleum exploration
- calibrating the Palaeozoic time-scale
- dating of the Earth's oldest crust
- examining the oldest zircons in the solar system

shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC

APPLICATION

GEOLOGY, CHEMISTRY, COSMOCHEMISTRY,
(PALAEO-) BIOLOGY, NUCLEAR ENERGY,
PHYSICS, MATERIALS SCIENCES,

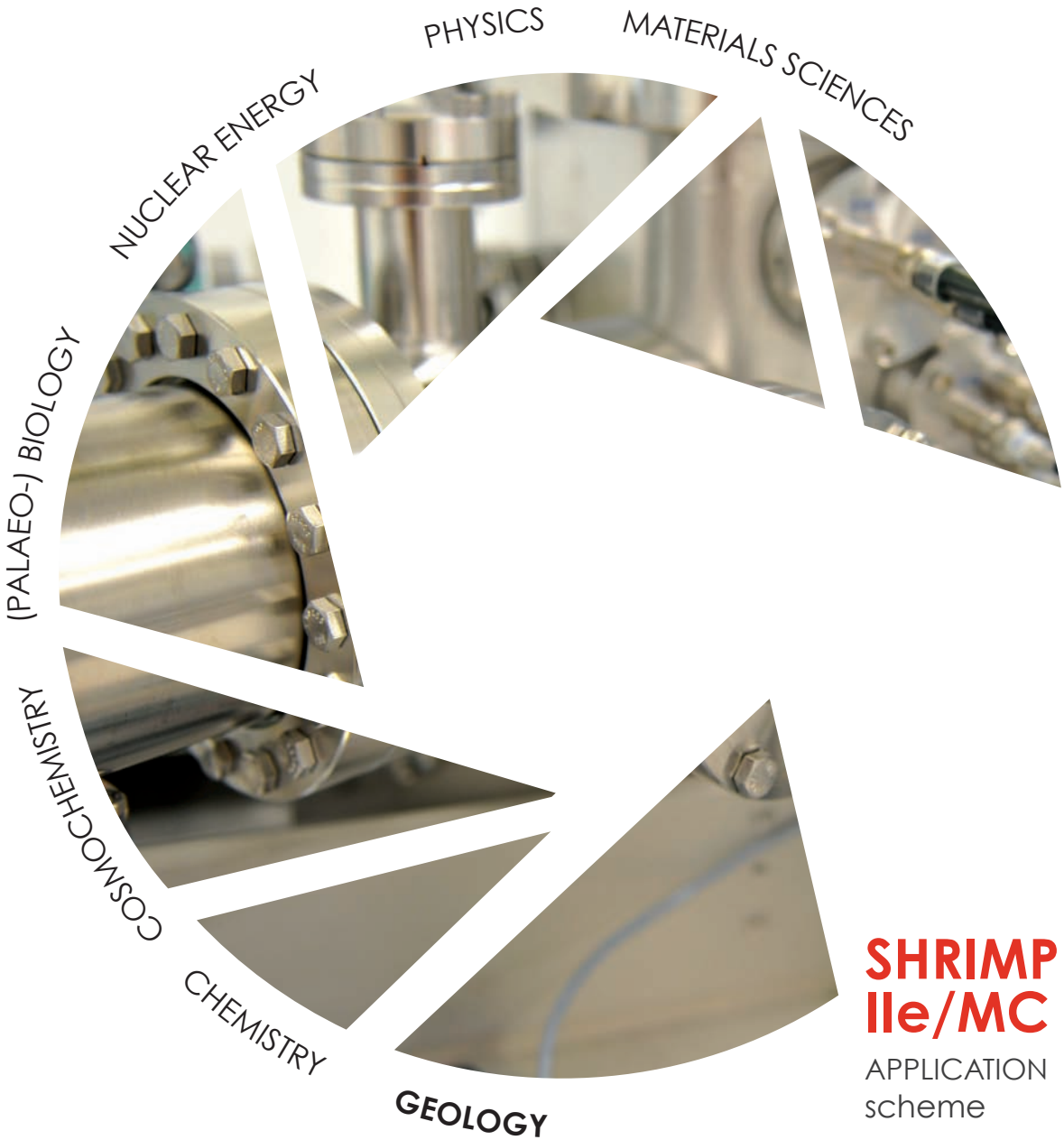
SHRIMP ion microprobe originally was designed for geological research purposes. It was mainly focused on geochronology. The first instrument was constructed by the Research School of Earth Sciences (RSES) at the Australian National University (ANU) in Canberra and then SHRIMP was developed and manufactured by Australian Scientific Instruments (ASI).

The application of SHRIMP IIe/MC, however, is not limited to the precise U-Pb isotopic geochronology. A relatively new application of SHRIMP IIe is measurement of the stable isotopes of the light elements including: oxygen (O), sulfur (S) and carbon (C).

'Without chemical dissolution and destruction, in-situ, microanalysis of nano amount of sample for diagnosis (only 2 to 5 nanograms) the SHRIMP IIe/MC enables detection of the isotopic variations within different specimens.

The SHRIMP ion microprobe is a versatile and most efficient microanalytical tool for a wide range of geochemical and isotopic investigations. SHRIMP can be used to solve crucial problems for geological, environmental, or technological and experimental studies.
For many years SHRIMP has provided the world's geological surveys and the mining industry with valuable isotopic data to reduce exploration risk. There are two main types of analysis which dominate current SHRIMP application, which are: U-Pb-Th geochronology and stable isotopes ratios of the light elements.

shrimp@pgi.gov.pl



SHRIMP IIe/MC

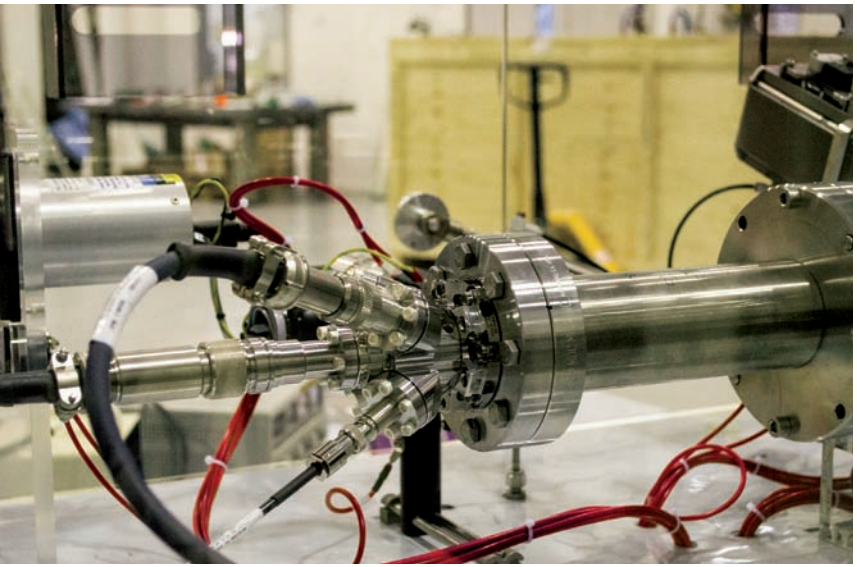
APPLICATION scheme

shrimp@pgi.gov.pl

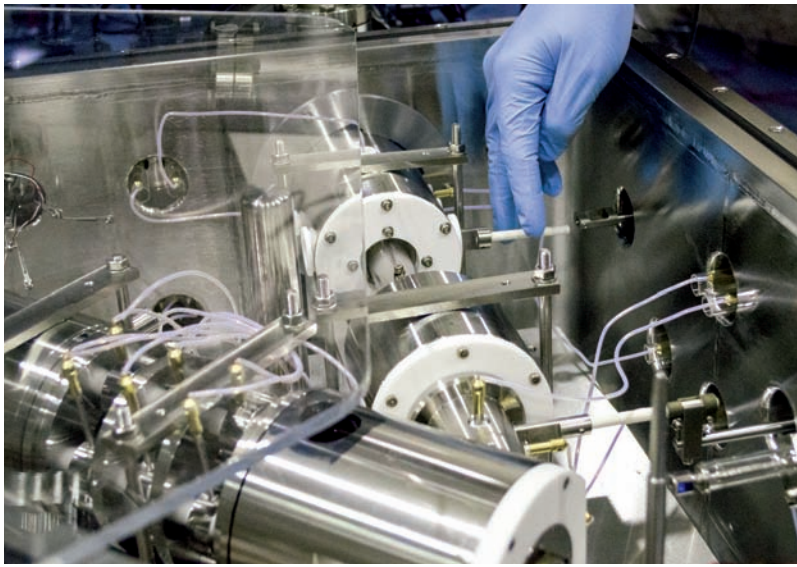
TECHNICAL PARAMETERS

The quality of the instrument can be assessed by its ability to detect trace elements present in the target at low concentrations (sensitivity) and its ability to distinguish between ions of very similar mass (mass resolution).
The high mass resolution of SHRIMP IIe is achieved by the use of a double-focusing mass spectrometer (energy and mass refocusing) with a very large turning radius of magnet and electrostatic analyzer (magnet radius 1000 mm, electrostatic analyzer radius 1272 mm).
Therefore SHRIMP has a beam line over 7 m long and weighs more than 13 tons.

The high sensitivity at high mass resolution: 5400 M/ΔM at 80% transmission with flat – topped peaks, permits resolution of major molecular interferences during analysis.
SHRIMP can be used for a routine measurement of the isotopic composition of the abundances of most elements in the Periodic Table and can operate in positive or negative ion mode.
SHRIMP is equipped with a Duoplasmatron for positive secondary ion analysis and a Caesium source and charge neutralization system for negative secondary ion analyses.



Caesium Gun, which provides a stable positive Cs+ beam



View of the opened source chamber of the SHRIMP IIe/MC, with the primary column and Köhler apertures (location showing by hand) and secondary column extending (to the left) towards the electrostatic analyser

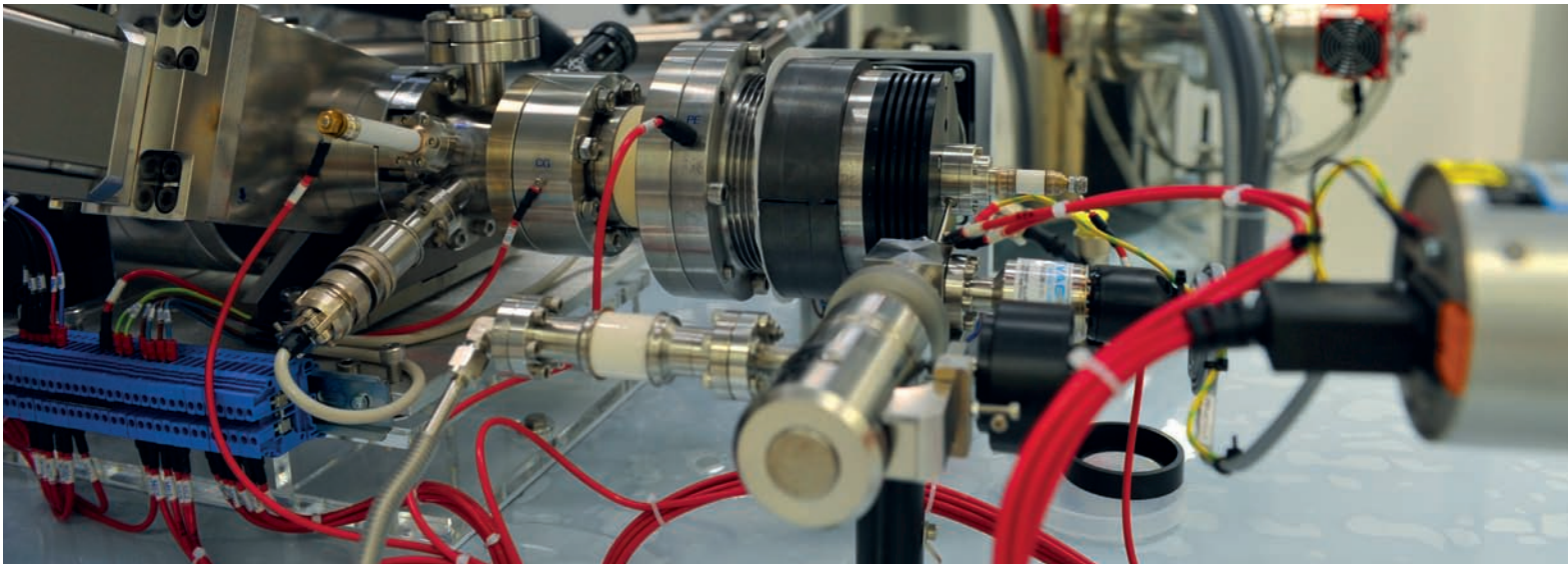
shrimp@pgi.gov.pl

SHRIMP IIe/MC | TECHNICAL PARAMETERS

SHRIMP makes in situ isotopic and chemical analyses of complex solid materials (without chemical dissolution) by bombarding the sample surface with a high energy primary ion beam in a high vacuum, with a spot diameter of only a few microns.
This desorbs surface species through a physical process called sputtering. The primary ion beam diameter can be set from 30 microns to less than 5 microns.

The sputtered fragments are ionised, and then the secondary ions are gathered using electrostatic lenses and transferred to a mass spectrometer in which they are separated according to their relative masses.
The secondary mass analyser comprises an electrostatic sector, a quadrupole correcting lens and electromagnet. This design gives small values for all second-order image aberrations.

Interchangeable sources of the primary ions:



Duoplasmatron, which produce negative ion beam from pure O2

shrimp@pgi.gov.pl

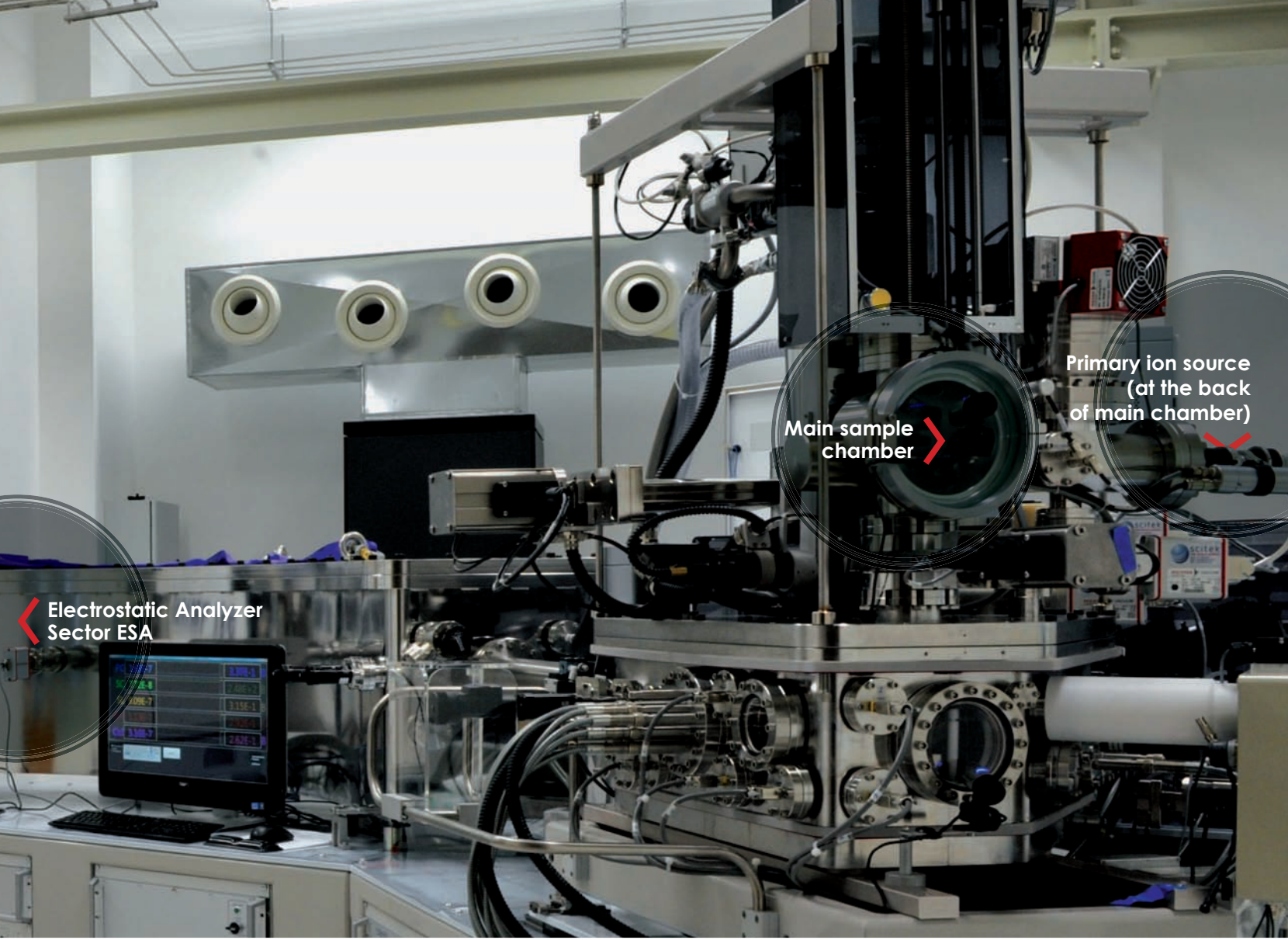
Foto. Pingualuit crater in northern Quebec, Canada,

Source: http://earthobservatory.nasa.gov/IOTD/view.php?id=79743&src=eoa-iotd

Author: NASA. Courtesy of Denis Sarrazin.

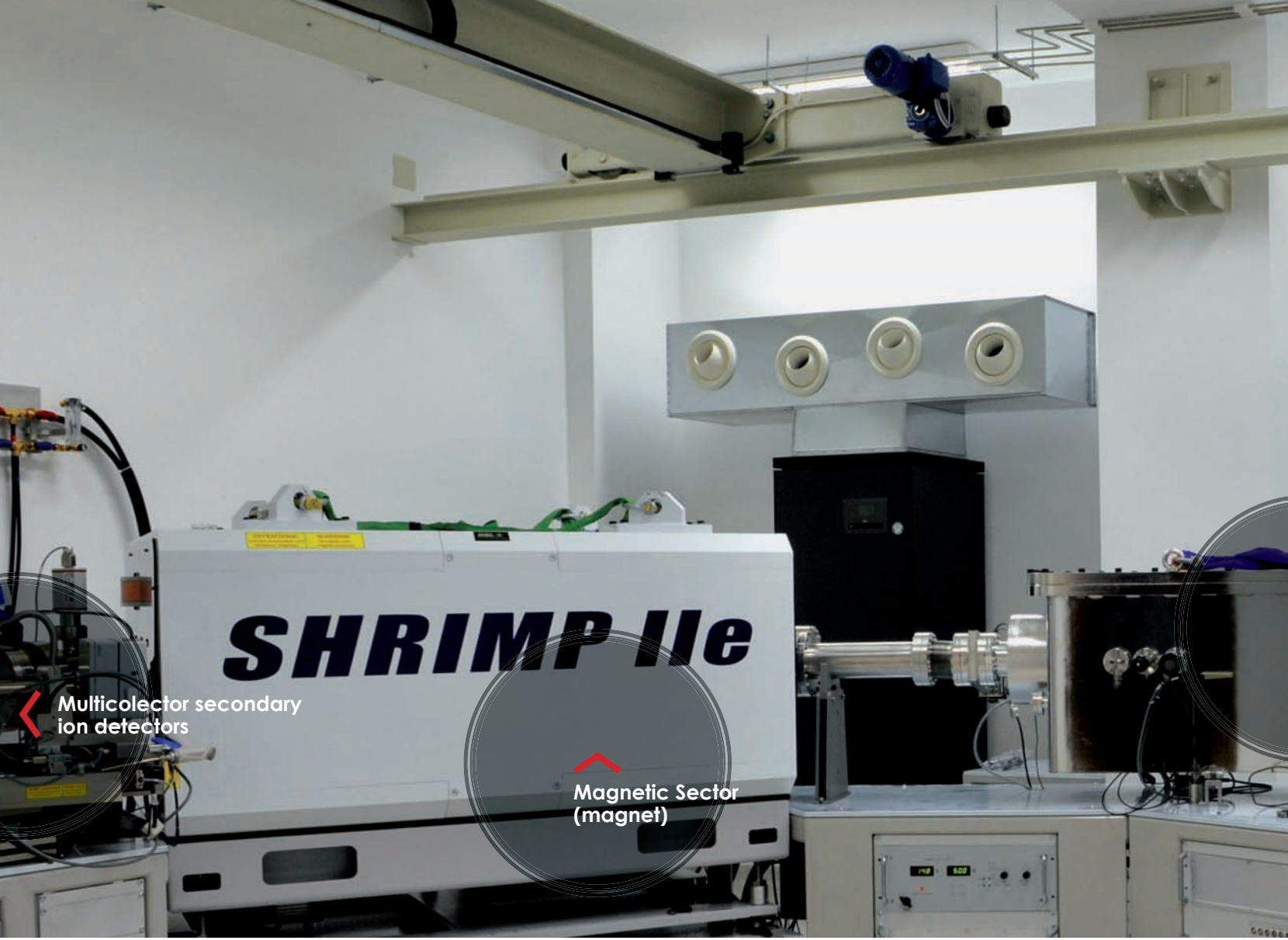
SHRIMP IIe/MC

SHRIMP IIe/MC is an extremely sensitive tool for micro-scale chemical and isotopic analysis which allows us to take a look back billions of years in time and respond to questions concerning the geological history of the Earth and early stages formation of the crust, or even confront the history of the solar system.



Ministry of Science
and Higher Education
Republic of Poland

manufactured by: Australian Scientific Instruments Pty Ltd



SHRIMP IIe/MC

The **S**ensitive **H**igh **R**esolution Ion **M**icro**P**robe (SHRIMP) is a secondary ion mass spectrometer (SIMS) with high sensitivity at high mass resolution. SHRIMP utilizes a beam of charged particles to probe solids (such as individual mineral grains), for the purpose of elemental and isotopic analysis. SHRIMP ion microprobe as a significant instrumental investment in PGI-NRI is made possible by a grant from the Fund for Polish Science and Technology (661/FNiTP/616/2011) founded by the Polish Ministry of Science and Higher Education.

Ion Microprobe Facility SHRIMP IIe/MC

The Ion Microprobe Facility is part of the Micro-area Analysis Laboratory, which is dedicated to qualitative and quantitative analysis of the chemical composition on solid material using micro- amount of samples.

The original idea to build that highly specialized facility in the Institute was put forward by Director Prof. Jerzy Nawrocki. Thanks to grant from the Polish Science and Technology Fund of the Minister of Science and Higer Education, it became possible to equip the facility in the latest, upgraded version of SHRIMP IIe/MC sensitive and high-resolution ion microprobe with multicollector.

This instrument has been manufactured by Australian Scientific Instruments (ASI), with cooperation of the Australian National University in Canberra, where the ion microprobe was first designed and developed. The SHRIMP instrument has allowed the discovery the oldest minerals on Earth - zircons from Jack Hills, dated at 4.4 billion years. The PGI ion microprobe is the fourth of the SHRIMP instruments in the world designed to a new enhanced configuration.

Resarche works in the new facility will focus mostly on geochronology and determination of the isotopic ages of rocks and minerals, as crucial for many fields of geology. The technical parameters of this unique and versatile device allow however, for much more. Currently the high sensitivity stable isotope analysis enables the determination of climate, changes during the last stages of the Earth's history. SHRIMP'S perfect technology is still evolving and will certainly soon provide a much surprising data for various fields of modern geology.

contact:

Micro-area Analysis Laboratory Ion Microprobe Facility

Polish Geological Institute
National Research Institute

shrimp@pgi.gov.pl

4, Rakowiecka Street
00-975 Warsaw, Poland
www.**pgi**.gov.pl

MICRO-AREA ANALYSIS LABORATORY

SHRIMP IIe/MC ION MICROPROBE SECTION

Polish Geological Institute
National Research Institute

Polish Geological Survey
Polish Hydrogeological Survey

shrimp@pgi.gov.pl