

DIN 51002-1

ICS 01.040.71; 71.040.50

**Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) –
Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe**

Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) –
Part 1: Principles and definitions

Spectrométrie atomique de masse par émission de plasma induit par haute fréquence
(ICP-MS) –
Partie 1: Principes et définitions

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 815 „Grundlagen der analytischen Atomspektroskopie“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Mit * versehene Benennungen sind an anderer Stelle in dieser Norm erklärt.

Anhang A ist informativ.

1 Anwendungsbereich

In dieser Norm werden Begriffe für Analysenverfahren festgelegt, bei denen der Nachweis von Elementen und deren Gehaltsbestimmung durch Messen der Ionenströme ihrer in einem induktiv gekoppelten Plasma (ICP) ionisierten Isotope mit einem Massenspektrometer erfolgt. Ziel dieser Norm ist es, das Aufstellen von speziellen Festlegungen für die verschiedenen Gebiete der ICP-massenspektrometrischen Elementanalyse zu vereinheitlichen und auch so weit wie möglich Übereinstimmung mit den Begriffen der ICP OES sowie der AAS, AFS und RFA zu erreichen. Begriffe zur ICP, die nicht spezifisch für die ICP-MS sind, sind in DIN 51008-2 festgelegt. Allgemeine Begriffe zur optischen Atomspektralanalyse sind in DIN 51009 festgelegt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 1310, *Zusammensetzung von Mischphasen (Gasgemische, Lösungen, Mischkristalle) – Begriffe, Formelzeichen.*

DIN 5030-5, *Spektrale Strahlungsmessung – Physikalische Empfänger für spektrale Strahlungsmessungen – Begriffe, Kenngrößen, Auswahlkriterien.*

DIN 51008-2:2001-12, *Optische Emissionsspektralanalyse (OES) – Teil 2: Begriffe für Systeme mit Flammen und Plasmen.*

DIN 51009:2001-12, *Optische Atomspektralanalyse – Allgemeine Grundlagen und Begriffe.*

DIN 51401-1, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) – Teil 1: Begriffe.*

DIN 51401-1 Bbl 1, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) – Teil 1: Begriffe; Erläuterungen.*

3 Allgemeine Begriffe

3.1

Massenspektrometrie

en: mass spectrometry

Registrierung von Ionen nach Auftrennung durch elektrische und/oder magnetische Felder entsprechend ihrem Verhältnis von Masse* zu Ladungszahl*

ANMERKUNG Wird in atomare Masseneinheiten (u) angegeben. Die Einheiten „Dalton“ oder „AMU“ sollten nicht mehr verwendet werden.

3.2

Elementmassenspektrometrie

en: element mass spectrometry

Massenspektrometrie* zum Nachweis und zur Bestimmung von chemischen Elementen mit den Ionen ihrer Isotope

ANMERKUNG 1 Der Massenbereich* erstreckt sich üblicherweise von 6 u bis 238 u.

ANMERKUNG 2 Durch Kalibrieren* wird der eindeutige funktionelle Zusammenhang zwischen bekannten Gehalten in Proben* und zugehörigen gegebenenfalls auch gemittelten Messwerten*, z. B. Ionenintensitäten* I , ermittelt.

ANMERKUNG 3 „Gehalt“ dient als allgemeiner Begriff für „Anteile“, z. B. „Konzentration“, z. B. Massenkonzentration β in $\mu\text{g/L}$ bzw. ng/L , oder Massenanteil w in mg/kg bzw. $\mu\text{g/kg}$ (siehe DIN 1310).

ANMERKUNG 4 Ionenintensität* ist die auf die Zeiteinheit (s) bezogene, durch einen Empfänger gemessene Anzahl der Ionen*.

3.3

Isotopenverhältnis-Massenspektrometrie

en: isotope ratio mass spectrometry

Massenspektrometrie* zur Bestimmung von Häufigkeitsverhältnissen von Isotopen eines Elementes oder von verschiedenen Elementen

ANMERKUNG Eine besonders genaue Bestimmung wird erreicht durch simultane Messung der Isotope.

3.4

Plasma

en: plasma

ein Gas, das zumindest teilweise ionisiert ist und somit verschiedenartige Teilchen wie Elektronen, Atome, Ionen* und Moleküle enthält. Das Plasma ist nach außen in einem ausreichend großen Zeitintervall im Mittel elektrisch neutral (quasineutral). Spezielle Formen von Plasmen, die durch elektrische oder magnetische Felder erzeugt werden, heißen Gasentladungsplasmen

[DIN 51008-2:2001-12]

ANMERKUNG In der ICP-MS werden auch von der ICP OES abweichende Plasmabedingungen eingesetzt, z. B. Kaltplasma*.

3.4.1

Plasmatemperatur

en: plasma temperature

ANMERKUNG 1 siehe DIN 51009

ANMERKUNG 2 Bei thermischem Gleichgewicht* sind die nachstehenden Temperaturen identisch. Sonst sind sie verschieden und dienen der angenäherten Beschreibung der Energieverteilung innerhalb verschiedener Gruppen von Teilchen mit bestimmten Freiheitsgraden.

3.4.1.1

Gastemperatur

en: gas temperature

ANMERKUNG siehe DIN 51009

3.4.1.2

Elektronentemperatur

en: electron temperature

ANMERKUNG siehe DIN 51009

3.4.2

induktiv gekoppeltes Plasma (ICP)

en: inductively coupled plasma

elektrodenlose Entladung, die durch Übertragung von Hochfrequenzenergie über eine Induktionsspule auf üblicherweise strömende Gase aufrechterhalten wird

[DIN 51008-2:2001-12]

3.4.2.1

Kaltplasma

en: cold plasma

Sonderform des ICP, charakterisiert durch herabgesetzte Plasmatemperaturen*

ANMERKUNG Kaltplasmabedingungen werden in der ICP-MS üblicherweise eingesetzt, um spektrale Interferenzen, hauptsächlich verursacht durch Argon-Spezies, zu verringern.

3.5

Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)

en: inductively coupled plasma mass spectrometry

Elementmassenspektrometrie* oder Isotopenverhältnis-Massenspektrometrie* mit einem über ein Interface* angeschlossenen induktiv gekoppelten Plasma* als Ionenquelle*

ANMERKUNG Zur Elementbestimmung werden fast ausschließlich einfach geladene Ionen* der Isotope herangezogen.

4 Physik der Atomisierung und Ionisierung

en: physics of atomization and ionisation

4.1

thermisches Gleichgewicht

en: thermal equilibrium

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.1.1

lokales thermisches Gleichgewicht (LTG)

en: local thermal equilibrium (LTE)

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.2

Dissoziation

en: dissociation

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.2.1

Dissoziationsgrad

en: degree of dissociation

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.2.2

Dissoziationsgleichgewicht

en: dissociation equilibrium

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.3**Atomisieren**

en: atomization

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.4**Ion**

en: ion

Teilchen, das durch Abgabe (positives Ion) oder Aufnahme (negatives Ion) eines oder mehrerer Elektronen in einem Ionisationsprozess aus einem Atom oder Molekül entstanden ist

4.4.1**Ionisieren**

Ionisation

en: ionisation

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.4.2**Ionisationspotential**

en: ionisation potential

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.4.3**Ionisationsgrad**

en: degree of ionisation

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.4.4**Ionisationsenergie**

en: ionisation energy

ANMERKUNG siehe DIN 51009

4.4.5**Ladungszahl z** en: number of charges z

Anzahl der Elementarladungen, die ein Ion* trägt.

5 Physik der Spektren

en: physics of spectra

5.1**Massenspektrum**

en: mass spectrum

entsteht durch die Zerlegung eines Ionenstrahls* in die einzelnen Komponenten entsprechend ihrem Verhältniss von Masse* zu Ladungszahl* (m/z -Verhältnis) und setzt sich zusammen aus dem diskreten Massenspektrum von einfach und mehrfach ionisierten Isotopen und Molekülonen sowie dem massenunspezifischen Untergrund*

5.2

Massenpeak

en: mass peak

Erscheinungsform der im Massenspektrum* nachgewiesenen Ionen* eines bestimmten Verhältnisses von Masse* zu Ladungszahl* (m/z -Verhältnis) und wird charakterisiert durch Peakhöhe*, Peakbreite*, Peakprofil*, Peakfläche*, Nachbarmasseneinfluss*, Signal/Untergrund-Verhältnis*

5.2.1

Peakprofil (in der ICP-MS)

en: peak profile

Verteilung der Ionenintensität* über das m/z -Verhältnis innerhalb eines Massenpeaks*. Sie kann durch eine Profilkurve beschrieben werden

ANMERKUNG Das in einem Massenspektrometer beobachtete Peakprofil wird wesentlich beeinflusst durch: Konzentration des Analyten im Plasma, Temperaturverteilung im Plasma*, endliche Ausdehnung des Plasmas, Potentialunterschiede zwischen Plasma* und Interface*, die Ionenoptik* des Massenspektrometers, Eigenschaften des Massenanalysators*, und seines Analysators, Konstruktionsmerkmale des Interfaces* und die verwendete Massenauflösung* des Massenspektrometers.

5.2.2

Peakbreite (in der ICP-MS)

en: peak width

Breite des Peakprofils*

ANMERKUNG In der Praxis wird meist die Peakbreite bei 5 %, 10 % oder 50 % der maximalen Peakhöhe* bestimmt.

5.2.3

Peakhöhe (in der ICP-MS)

en: peak height

Ionenintensität* im Maximum des Massenpeaks*, gegebenenfalls nach Mittelung oder Anwendung von Glättungsmaßnahmen

5.2.4

Peakfläche (in der ICP-MS)

en: peak area

Integral der Ionenstrahlintensität für einen Massenpeak* oder für definierte Ausschnitte davon

5.3

Massenbereich

en: mass range

durch den verwendeten Massenanalysator* vorgegebener Bereich an Masse-Ladungsverhältnissen*, innerhalb dessen die Aufnahme von Massenspektren oder Bestimmung von Isotopen möglich ist oder ein für die Messung ausgewählter Teil davon

ANMERKUNG In der ICP-MS erstreckt sich der durch den Massenanalysator* vorgegebene Massenbereich üblicherweise von 6 u bis 238 u, in Ausnahmefällen (z. B. bei Aktiniden) auch darüber hinaus.

5.4

Massenkalibrierung

en: mass calibration

auflösungsspezifischer Abgleich der gesamten Massen-Skala oder deren Segmente mit einer oder mehreren freiwählbaren Stützstellen

ANMERKUNG Stützstellen werden gewählt durch die Messung von Isotopen mit bekannten Massen*.

5.5

Massenauflösung

en: mass resolution

die Differenz der Masse für den Peak eines Isotops zu der des nächsten davon getrennten Peaks

ANMERKUNG Bei hochauflösenden Massenspektrometern ist eine 10 %-Tal-Definition üblich. Das bedeutet, dass die Intensität im Tal zwischen den beiden voneinander getrennten Peaks, die sich aus der Peaküberlappung ergibt, 10 % der Peakhöhe* beträgt.

5.5.1

Einheitsauflösung

en: unit resolution

Massenauflösung*, bei der jede Masse einer bestimmten Massenzahl gerade von der mit benachbarter Massenzahl getrennt ist

5.6

Auflösungsvermögen (eines Massenspektrometers)

en: resolving power

beschreibt die Fähigkeit zur Trennung zweier benachbarter Massenpeaks*

Das Auflösungsvermögen A eines Massenspektrometers ist dabei definiert als:

$$A = \frac{m}{\Delta m}$$

Dabei ist

m die Masse;

Δm die Differenz der Masse eines Ions zu der des zum nächsten getrennten Peak gehörenden Ions (Massenauflösung*).

5.7

Responsefunktion

en: response function

funktionale Abhängigkeit der Ionenintensitäten* der Massenpeaks* (Peakfläche*, Peakhöhe*) im Massenspektrum* bei einer einheitlichen, definierten Konzentration der in das Plasma eingebrachten Isotope von dem m/z -Verhältnis der Isotope

5.8

Nachbarmasseneinfluss

en: abundance sensitivity

Verhältnis des Signalbeitrags eines Massenpeaks* auf seine nächsten Nachbarn (mit benachbarter Massenzahl*) zu seiner Peakhöhe*. Der Nachbarmasseneinfluss variiert mit der Masse*

ANMERKUNG Der reziproke numerische Wert des Nachbarmasseneinflusses ist ein Maß für die Möglichkeit, einen kleinen Massenpeak* neben einem direkt benachbarten sehr großen Massenpeak* messen zu können, deshalb ist in der ICP-MS ein möglichst kleiner numerischer Wert für den Nachbarmasseneinfluss wünschenswert.

5.9

Ionenintensität

en: ion intensity

die auf die Zeiteinheit bezogene durch einen Detektor* gemessene Anzahl der Ionen in einem bestimmten Teilbereich des Massenspektrums*

5.10

Masse (in der ICP-MS)

en: atomic mass

atomare Masse des Isotops (Ions), ausgedrückt in atomaren Masseneinheiten*

5.11

atomare Masseneinheit

en: atomic mass unit

Kurzform für vereinheitlichte atomare Masseneinheit, Einheitszeichen u, Einheit für die Angabe von Teilchenmassen als Vielfaches des zwölften Teils der Masse eines Atoms des Kohlenstoffisotops ^{12}C

5.12

Massenzahl

Nukleonenzahl

en: mass number (nucleon number)

Anzahl der Nukleonen (Protonen und Neutronen) eines Atomkerns, Formelzeichen A . Sie wird zur Kennzeichnung eines Isotops als linker oberer Index an das Elementsymbol des Isotops gesetzt

5.13

Masse-Ladungsverhältnis

en: mass-to-charge-ratio

Verhältnis der Masse* eines Ions* zu seiner Ladungszahl*, gemessen in u

ANMERKUNG Häufig wird für das gemessene Masse-Ladungsverhältnis* der Begriff Masse verwendet, da in der ICP überwiegend nur einfach geladene Ionen* zur Messung verwendet werden.

5.14

Signal (in der ICP-MS)

en: signal

eine aus der Ionenintensität* abgeleitete Messgröße, z. B. Messimpulse je Sekunde

5.14.1

Brutto-Signal

en: gross signal

Summe aus isotopspezifischem Signal* (Netto-Signal*) und Untergrundsignal* auf der gleichen Masse*

5.14.2

Netto-Signal

isotopenspezifisches Signal

en: net signal

Brutto-Signal* nach Abzug des Untergrundsignals*

5.14.3

Untergrundsignal

en: background signal

gleichzeitig mit dem isotopenspezifischen Signal* (Netto-Signal*) auftretendes Signal*, das nicht für den Analyten* charakteristisch ist

5.14.4

transientes Signal

en: transient signal

Signal*, dessen zeitliche Dauer kurz gegen die Gesamtmesszeit ist. Transiente Signale sind gekennzeichnet durch Größen wie Signalthöhe, Signaldauer, Signalfäche

5.15

Signal/Untergrund-Verhältnis

en: signal-to-background ratio (SBR)

Verhältnis von Netto-Signal* zum Untergrundsignal*

ANMERKUNG Das Signal/Untergrund-Verhältnis wird ermittelt durch Messung einer Proben- und einer Leerwertlösung auf der gleichen Masse*. Oft kann das Untergrundsignal* auch neben der Analytmasse ermittelt werden.