

DIN 51002

ICS 01.040.71; 71.040.50

Ersatz für
DIN 51002-1:2004-11**Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) –
Allgemeine Grundlagen und Begriffe**Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) –
Principles and definitionsSpectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS) –
Principes et définitions

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Allgemeine Begriffe	4
4 Begriffe zur Atomisierung und Ionisierung	6
5 Begriffe zu Spektren	8
6 Begriffe zu ICP-Massenspektrometer und Baugruppen	12
7 Begriffe zur Probe	16
8 Begriffe zum Messen	16
9 Begriffe zum Kalibrieren	17
10 Begriffe zu Auswerten	20
11 Analytische Grenzwerte und Bewertung	21
12 Störung; Interferenzen durch Begleitsubstanzen	21
Anhang A (informativ) Erläuterungen	24
Anhang B (informativ) Stichwörter mit Verweisung auf andere Normen	25
Literaturhinweise	27
Stichwortverzeichnis	29

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-08-15 AA „Grundlagen der analytischen Atomspektroskopie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden

Änderungen

Gegenüber DIN 51002-1:2004-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normnummer ohne Teil 1 in DIN 51002 geändert, da kein Teil 2 mehr geplant ist;
- b) Begriffe zur Isotopenverhältnisanalyse und zur Einzelpartikel-ICP-MS hinzugefügt;
- c) Begriffe und Definitionen abgeändert;
- d) Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51002-1: 2004-11

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Begriffe für Analysenverfahren fest, 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 so weit wie möglich Übereinstimmung mit den Begriffen der ICP-OES sowie der AAS, AFS und RFA zu erreichen. Diese Norm beinhaltet Begriffe zur Isotopenverhältnisanalyse und zur Einzelpartikel-ICP-MS.

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.

Dieses Dokument beinhaltet Begriffe, die in anderen Normen definiert sind, ohne die Definition erneut aufzuführen (siehe Anhang B).

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Allgemeine Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term/>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

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 1 zum Begriff: Die Masse der Ionen wird in der Einheit u (atomare Masseneinheit) 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 zum Begriff: Durch Kalibrieren* wird der eindeutige funktionelle Zusammenhang zwischen bekannten Gehalten in Proben* und zugehörigen gegebenenfalls gemittelten Messwerten*, z. B. Ionenintensitäten* I , ermittelt.

Anmerkung 2 zum Begriff: „Gehalt“ dient als allgemeiner Begriff für „Anteile“ oder „Konzentration“, z. B. Massenanteil w in mg/kg bzw. µg/kg oder Massenkonzentration γ in µg/L bzw. ng/L (siehe DIN 1310).

Anmerkung 3 zum Begriff: 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 Stoffmengenverhältnissen von Isotopen eines Elementes oder von verschiedenen Elementen

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine besonders präzise Bestimmung kann durch simultane Messung der Isotope erreicht werden.

3.4

Plasma

(en: plasma)

zumindest teilweise ionisiertes Gas, das Elektronen und Ionen*, sowie meistens auch neutrale Teilchen (Atome und Moleküle) enthält und nach außen in einem ausreichend großen Zeitintervall im Mittel elektrisch neutral (quasineutral) ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Spezielle Formen von Plasmen, die durch elektrische oder magnetische Felder erzeugt werden, heißen Gasentladungsplasmen.

3.4.1

Plasmatemperatur

(en: plasma temperature)

Oberbegriff für die Temperatur eines Plasmas

Anmerkung 1 zum Begriff: Nur im 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.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.6, modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff abgeändert sowie Anmerkung 2 zum Begriff entfernt]

3.4.1.1

Gastemperatur

(en: gas temperature)

Temperatur, welche die mittlere kinetische Energie der Atome und Moleküle im Plasma angibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Verteilung der gaskinetischen Energie wird durch die Maxwell-Verteilung beschrieben.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.6.1]

3.4.1.2

Elektronentemperatur

(en: electron temperature)

Temperatur, welche die mittlere kinetische Energie der freien Elektronen im Plasma angibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Verteilung wird durch die Maxwell-Verteilung beschrieben.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.6.4]

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Üblicherweise wird Argon als Betriebsgas verwendet.

[QUELLE: DIN 51008-2:2001-12, 4.2]

3.4.2.1

Kaltplasma

(en: cold plasma)

Sonderform des ICP, charakterisiert durch herabgesetzte Plasmatemperaturen*

Anmerkung 1 zum Begriff: Kaltplasmabedingungen werden in der ICP-MS üblicherweise eingesetzt, um spektrale Interferenzen, hauptsächlich verursacht durch Argon-Spezies, zu verringern.

Anmerkung 2 zum Begriff: Kaltplasmabedingungen werden üblicherweise durch Reduktion der vorgewählten Generatorleistung erreicht.

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 1 zum Begriff: Zur Elementbestimmung werden fast ausschließlich einfach geladene Ionen* der Isotope herangezogen.

4 Begriffe zur Atomisierung und Ionisierung

4.1

thermisches Gleichgewicht

(en: thermal equilibrium)

Zustand eines Systems, in dem sowohl zwischen den verschiedenen Bewegungsformen seiner Teilchen als auch von Teilchenart zu Teilchenart ein Gleichgewicht des Energieaustausches besteht, folglich der Zustand des Systems durch eine einzige Temperatur bestimmt ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die physikalisch exakte Bezeichnung für thermisches Gleichgewicht ist „thermodynamisches Gleichgewicht“.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die verschiedenen Bewegungsformen eines Systems sind Translation, Rotation und Schwingung.

Anmerkung 3 zum Begriff: Beispiele für Teilchen sind Ionen, Moleküle, Atome und Elektronen.

Anmerkung 4 zum Begriff: Beispiele für ein System sind Gas oder Plasma.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.1 modifiziert – anstelle der von weitergehende Erläuterungen der möglichen Bewegungsformen, der Teilchen und des Zustandes eines Systems in Klammern wurden Anmerkung 2 zum Begriff bis Anmerkung 4 zum Begriff ergänzt]

4.1.1

lokales thermisches Gleichgewicht

LTG

(en: local thermal equilibrium (LTE))

thermisches Gleichgewicht, jedoch mit ortsabhängiger Temperatur, wenn sich die Temperatur über die freie Weglänge nur relativ wenig ändert

Anmerkung 1 zum Begriff: Im analytisch genutzten Plasma liegt häufig kein LTG vor. Es wird ein partiell lokales thermisches Gleichgewicht (p-LTG) angenommen. Die ortsabhängige Temperatur ändert sich innerhalb eines kleinen Beobachtungsraumes nicht.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.1.1]

4.2**Dissoziation**

(en: dissociation)

Zerfall von Molekülen in Bruchstücke

Anmerkung 1 zum Begriff: Mit Bruchstücke sind z. B. Atome oder Radikale gemeint.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.2]

4.2.1**Dissoziationsgrad**

(en: degree of dissociation)

Verhältnis der Anzahl der durch Dissoziation zerfallenen Moleküle zu der Anzahl der eingebrachten Moleküle

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.2.1]

4.2.2**Dissoziationsgleichgewicht**

(en: dissociation equilibrium)

Gleichgewichtszustand, in dem Bildung und Zerfall von Molekülen durch das Massenwirkungsgesetz beschrieben werden

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.2.2]

4.3**Atomisieren**

(en: atomization)

Erzeugen von atomarem Dampf des Analyten

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.3]

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

Anmerkung 1 zum Begriff: In der ICP-MS werden heutzutage ausschließlich positive Ionen detektiert.

4.4.1**Ionisieren**

Ionisation

(en: ionisation)

Abtrennung oder Anlagerung eines oder mehrerer Elektronen von bzw. an einem Atom oder Molekül, so dass das verbleibende Atom oder Molekül elektrisch geladen ist

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.5, modifiziert – Vorzugsbegriff hinzugefügt]

4.4.2**Ionisationspotential**

(en: ionisation potential)

Energiedifferenz zwischen dem Ionisationszustand und dem Grundzustand des Atoms

Anmerkung 1 zum Begriff: Gilt analog für Moleküle.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.5.4]

4.4.3

Ionisationsgrad

(en: degree of ionisation)

Verhältnis der Anzahl der Ionen mit gleicher Elektronenzahl zur Gesamtanzahl der ursprünglich vorhandenen Atome des betrachteten Elementes

Anmerkung 1 zum Begriff: Gilt analog für Moleküle.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.5.3]

4.4.4

Ionisationsenergie

(en: ionisation energy)

Energiedifferenz zwischen dem Ionisationszustand und dem Grundzustand des Atoms mit nächsthöherer Elektronenzahl

Anmerkung 1 zum Begriff: Gilt analog für Moleküle.

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 4.5.2]

4.4.5

Ladungszahl

z

(en: number of charges)

Anzahl der Elementarladungen, die ein Ion* trägt

4.5

Ionenstrahl

(en: ion beam)

Ensemble geladener Teilchen, ausgezeichnet durch eine größtenteils in eine bestimmte Richtung (Ausbreitungsrichtung) erfolgende, kollektive Bewegung und eine definierte (und üblicherweise gegenüber relevanten Apparaturdimensionen kleine) räumliche Ausdehnung in der Ebene senkrecht zur Ausbreitungsrichtung

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Ionenstrahl wird durch seine spezifischen Orts- und Impulskoordinaten beschrieben (Phasenraum).

Anmerkung 2 zum Begriff: Ionenstrahlen lassen sich beschleunigen, ablenken und fokussieren.

5 Begriffe zu Spektren

5.1

Massenspektrum

(en: mass spectrum)

relative oder absolute Intensität von geladenen Teilchen als Funktion ihres Verhältnisses von Masse* zu Ladungszahl* (m/z -Verhältnis), entsteht durch die Zerlegung eines Ionenstrahls* in seine einzelnen Komponenten und setzt sich zusammen aus dem diskreten Spektrum von einfach und mehrfach ionisierten Isotopen und Molekülionen 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), wird charakterisiert durch Peakhöhe*, Peakbreite*, Peakprofil*, Peakfläche*, Nachbarmasseneinfluss*, Signal/Untergrund-Verhältnis*

5.2.1**Peakprofil**

(en: peak profile)

⟨ICP-MS⟩ Verteilung der Ionenintensität* über das m/z -Verhältnis innerhalb eines Massenpeaks*, die durch eine Profilkurve beschrieben werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: 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*, Konstruktionsmerkmale des Interfaces* und die verwendete Massenauflösung* des Massenspektrometers.

5.2.2**Peakbreite**

(en: peak width)

⟨ICP-MS⟩ Breite des Peakprofils*

Anmerkung 1 zum Begriff: In der Praxis wird meist die Peakbreite bei 5 %, 10 % oder 50 % der maximalen Peakhöhe* bestimmt.

5.2.3**Peakhöhe**

(en: peak height)

⟨ICP-MS⟩ Ionenintensität* im Maximum des Massenpeaks*, gegebenenfalls nach Mittelung oder Anwendung von Glättungsmaßnahmen

5.2.4**Peakfläche**

(en: peak area)

⟨ICP-MS⟩ 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 1 zum Begriff: Der Massenbereich* in der ICP-MS erstreckt sich typischerweise von 6 u bis 238 u.

Anmerkung 2 zum Begriff: In Ausnahmefällen (z. B. bei Aktiniden, bei der Bestimmung von Uran und Thorium anhand der Oxidionen usw.) geht der Arbeitsbereich über 238 u hinaus.

5.4**Massenkalibrierung**

(en: mass calibration)

auflösungsspezifischer Abgleich der gesamten Massen-Skala oder deren Segmente mit einer oder mehreren frei wählbaren Stützstellen oder über Mustererkennung

Anmerkung 1 zum Begriff: Massenkalibrierung kann z. B. durch Nutzung des Gesamtspektrums erfolgen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Stützstellen werden gewählt durch die Messung von Ionen mit bekannten Massen*.

5.5**Massen-Auflösungsvermögen***R*

(en: resolving power)

⟨Massenspektrometer⟩ Fähigkeit zur Trennung zweier benachbarter Massenpeaks*, definiert als: