

Optische Emissionsspektrometrie (OES)

Teil 2: Begriffe für Systeme mit Flammen und Plasmen

DIN
51008-2

ICS 71.040.50

Ersatz für
DIN 51008-2:1990-09

Optical Emission Spectrometry (OES) – Part 2: Terms for Flame and Plasma Systems

Spectrométrie d'émission optique (OES) – Partie 2: Définitions pour Systèmes avec flammes et plasma

Inhalt

	Seite
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Begriffe im Zusammenhang mit Flammen	2
4 Begriffe im Zusammenhang mit Plasmen	3
5 Beobachtung	7
6 Probeneinführungssysteme	7
7 Begriffe im Zusammenhang mit Störungen	9
8 Begriffe im Zusammenhang mit Proben	10
9 Messen, Kalibrieren und Auswerten	12
10 Analytische Grenzwerte und Bewertung	15
Literaturhinweise	17
Stichwortverzeichnis	18

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 815 „Grundlagen der analytischen Atom-spektrometrie“ im Zusammenhang mit dem Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet. Eine übergeordnete Norm zum Thema „Optische Spektralanalyse“ wird als DIN 51009 veröffentlicht.

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

Änderungen

Gegenüber DIN 51008-2:1990-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Durch Aufnahme von neuen Begriffen bzw. Streichung von alten Begriffen wurde der technischen Entwicklung Rechnung getragen. Dabei wurde die Überarbeitung von DIN 51401-1 und DIN 51009 berücksichtigt.
- b) Redaktionelle Anpassungen wurden durchgeführt.

Frühere Ausgaben

DIN 51008-2: 1990-09

Fortsetzung Seite 2 bis 19

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt Begriffe aus dem Bereich der optischen Emissionsspektralanalyse (OES) fest.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 32645:1994-05, *Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze – Ermittlung unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung.*

DIN 38402-51:1986-05, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung – Allgemeine Angaben (Gruppe A) – Kalibrierung von Analyseverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51).*

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

DIN 51401-1:2001-12, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) – Teil 1: Begriffe.*

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

DIN 55350-13:1987-07, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe zur Genauigkeit von Ermittlungsverfahren und Ermittlungsergebnissen.*

3 Begriffe im Zusammenhang mit Flammen

3.1 Flamme (für spektroskopische Zwecke)

en: flame

Mit Hilfe eines Brenners* erzeugte kontrollierte Gasreaktion zwischen einem oxidierbaren Gas, dem Brenngas, und einem oxidierenden Gas, dem Oxidans. Die Eigenschaften der Flamme sind durch die jeweilige Art und Menge der Gase sowie durch die Brennerkonstruktion (Laminarbrenner) festgelegt.

[DIN 51009:2001-12]

ANMERKUNG Gebräuchliche spektroskopische Flammen sind in Tabelle 1 mit ihren charakteristischen Merkmalen zusammengestellt.

Tabelle 1 – Gebräuchliche spektroskopische Flammen

Brenngas	Oxidans	max. Flammen- temperatur ~ K	max. Brennge- schwindigkeit cm/s	Allgemeine Angaben
Butan/Propan	Luft	2 200	80	nur für leicht zur Emission anregbare Elemente
Wasserstoff	Luft	2 300	310	nur für leicht zur Emission anregbare Elemente
Ethin	Luft	2 500	160	in weiten Bereichen oxidierend und reduzierend einsetzbar
Ethin	Distickstoff- monoxid	3 000	160	niedrige Brenngeschwindigkeit bei hoher Temperatur

3.2 laminare Flamme

en: laminar flame

Flamme* mit laminarer Strömung eines homogenen Gemisches aus Brenngas und Oxidans. Dabei gleicht in glatter Flammenfront die Strömungsgeschwindigkeit des brennbaren Gasgemisches die Brenngeschwindigkeit aus.

[DIN 51401-1:2001-12]

3.2.1 oxidierende Flamme; magere Flamme

en: oxidising (fuel-lean) flame

Flamme*, die über das stöchiometrische Verhältnis hinaus mit überschüssigem Oxidans betrieben wird.

[DIN 51401-1:2001-12]

3.2.2 reduzierende Flamme; fette Flamme

en: reducing (fuel-rich) flame

Flamme*, die über das stöchiometrische Verhältnis hinaus mit überschüssigem Brenngas betrieben wird.

[DIN 51401-1:2001-12]

3.3 Brenner

en: burner

Vorrichtung zum Betrieb einer Flamme* und zur Flammenführung.

[DIN 51401-1:2001-12]

3.3.1 Mischkammer-Brenner

en: mixing-chamber burner

Einheit von Zerstäuber*, Mischkammer und Brenner*, mit der eine laminare Flamme* betrieben wird.

4 Begriffe im Zusammenhang mit Plasmen

4.1 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.

4.2 induktiv gekoppeltes Plasma (ICP)

en: inductively coupled plasma

Elektrodenlose Entladung, die durch Übertragung von Hochfrequenzenergie über eine Induktionsspule auf üblicherweise strömende Gase aufrecht erhalten wird.

ANMERKUNG Üblicherweise wird Argon als Betriebsgas verwendet.

4.2.1 Plasmafackeleinheit

en: torch unit

Einheit aus Plasmafackel* und der coaxial zu ihr angeordneten Induktionsspule.

4.2.2 Plasmafackel; Fackel

en: torch

System von üblicherweise drei, konzentrisch angeordneten Rohren aus nichtleitenden und wärmebeständigen Materialien, z. B. Kieselglas, Aluminiumkeramik, durch die das Betriebsgas, meist Argon, zur Erzeugung eines torusförmigen Plasmas* zugeführt wird.

ANMERKUNG Das innere Rohr wird als Injektor bezeichnet.

4.2.3 Gasströme in der Fackel

4.2.3.1 innerer Gasstrom

en: inner gas flow

Gasstrom, der durch das innere Rohr zugeführt wird und die Torusform des Plasmas* erzeugt. Mit diesem Gasstrom wird die Probe* (z. B. als Aerosol) dem Plasma* zugeführt.

ANMERKUNG 1 Der innere Gasstrom wird je nach Anwendung auch als Trägergasstrom (en: carrier gas flow) oder Zerstäubergasstrom (en: nebulizer gas flow) bezeichnet.

ANMERKUNG 2 Der innere Gasstrom hat den größten Einfluss auf das Messsignal. Daher ist hier im besonderen Maße auf einen konstanten Gasstrom zu achten.

4.2.3.2 mittlerer Gasstrom

en: intermediate gas flow

Gasstrom, der zwischen dem inneren und mittleren Rohr zugeführt wird und z. B. benutzt wird, um das Plasma* von der Austrittsöffnung des Injektorrohres abzuheben.

ANMERKUNG 1 Der mittlere Gasstrom ist nicht in allen Plasmabrennern vorhanden.

ANMERKUNG 2 Der mittlere Gasstrom wurde früher auch als Hilfgasstrom (en: auxiliary gas flow) bezeichnet

4.2.3.3 äußerer Gasstrom

en: outer gas flow

Gasstrom, der zwischen dem mittleren und dem äußeren Rohr zugeführt wird und wesentlich die Eigenschaften des Plasmas* (Geometrie, Temperatur, Elektronendruck) bestimmt. Der äußere Gasstrom dient auch der Kühlung des Plasmabrenners.

ANMERKUNG 1 Die Gasströme werden durch eine Gasregleinheit eingestellt und konstant gehalten.

ANMERKUNG 2 Der äußere Gasstrom wurde früher auch als Plasmagas oder Kühlgas bezeichnet.

4.2.4 Hochfrequenzgenerator

en: radio frequency generator

Elektrische Baugruppe, die einen elektrischen Schwingkreis enthält, der verstärkt wird, um die für den Betrieb des Plasmas* notwendige Ausgangsleistung zu erzeugen.

ANMERKUNG Die Hochfrequenzleistungsleistung des Generators beträgt im Allgemeinen zwischen 0,5 KW und 2,5 KW. Industriefrequenzen sind z. Z. 27,12 MHz und 40,68 MHz.

4.2.4.1 nicht-frequenzstabilisierter Generator

en: free running generator

Hochfrequenzgenerator*, der einen Strom erzeugt, dessen Frequenz sich infolge von Änderungen der Plasmaimpedanz ändern kann.

ANMERKUNG Früher als „freilaufender Generator“ bezeichnet.

4.2.4.2 frequenzstabilisierter Generator

en: frequency stabilised generator

Hochfrequenzgenerator*, der einen Strom erzeugt, dessen Frequenz durch besondere Maßnahmen, z. B. durch Quarzansteuerung, konstant gehalten wird.

4.2.4.3 leistungsstabilisierter Generator

en: power stabilised generator

Hochfrequenzgenerator*, dessen an das Plasma* abgegebene Hochfrequenzleistung durch Regelung konstant gehalten wird.

ANMERKUNG Dies ist sowohl beim nicht-frequenzstabilisierten* als auch beim frequenzstabilisierten Generator* möglich und üblich.

4.2.4.4 Vorwärtsleistung

en: (forward) power

Teil der Generatorausgangsleistung, der an das Plasma* abgegeben wird.

4.2.4.5 reflektierte Leistung

en: reflected power

Teil der Generatorausgangsleistung, der durch Reflexion an den äußeren Impedanzen in den Generator zurückgeführt wird.

ANMERKUNG Die reflektierte Leistung sollte möglichst gering sein, um Schäden im Generator zu vermeiden.

4.2.4.6 Anpassungseinheit

en: matching network

Vorrichtung zum Anpassen der Ausgangsimpedanz des Generators an die Impedanz des Plasmas* zur Verringerung der reflektierten Leistung*.

ANMERKUNG Der hierfür oft verwendete Ausdruck „Matchbox“ sollte nicht benutzt werden.

4.2.4.7 automatische Leistungsanpassung

en: automated matching

Nachregelung der Leistung durch elektrische und mechanische Einrichtungen.

4.2.5 Plasmazündung

en: plasma ignition

Übergang des ursprünglich nichtleitenden Gases in ein Plasma*.

ANMERKUNG Die freien Ladungsträger werden z. B. mit Hilfe eines Hochspannungs-Hochfrequenzfunken erzeugt.

4.2.5.1 Einbrennzeit

en: warm up time

Zeit, die notwendig ist, um nach dem Zünden des Plasmas* eine akzeptable Stabilität des Messsignals zu erreichen.

4.3 Mikrowellenplasma

en: microwave plasma

Plasma*, das durch elektrische Energie bei einer Frequenz oberhalb von 300 MHz, meist bei 2,45 GHz, erzeugt wird.

4.3.1 Resonator

en: resonator

Vorrichtung zur Lokalisierung des für die Unterhaltung des Mikrowellenplasmas* erforderlichen elektromagnetischen Feldes.

4.3.2 Leitungsresonator

en: pipe line resonator

Offener, elektrisch nicht abgeschlossener Wellenleiter, meist bestehend aus einem Koaxialleiter, der rechtwinklig zu einem Wellenleiter oder Koaxialkabel angebracht ist. Am offenen Ende ist ein Feldstärkemaximum. Falls erforderlich, kann eine Impedanzanpassung über einen Kurzschlussschieber oder eine Kurzschlussbrücke erfolgen.

4.3.2.1 Hohlraumresonator

en: cavity resonator

Elektrisch abgeschlossener scheiben- oder quaderförmiger elektrodenloser Resonator*, meist mit $\lambda/4$ - oder $3/4\lambda$ -Resonanz. Die Einspeisung der Mikrowellenleistung erfolgt über eine Antenne, die Impedanzanpassung über Vorrichtungen, die die geometrischen oder dielektrischen Eigenschaften des Resonators* verändern.

4.3.2.2 Strip-Line Resonator

en: strip-line resonator

Dieser Resonatortyp ist entsprechend der Beenakker-Kammer aufgebaut. Die Energieeinkopplung erfolgt jedoch über ein verstellbares Metallband.

4.3.3 Leitungsresonator-Mikrowellenplasma (LLMP)

en: loaded line microwave plasma

Plasma*, das als Büschelentladung am offenen Ende eines coaxialen Leitungsresonators* bei Normaldruck an einer Metallspitze entsteht. Hierbei ist der innere Leiter meist ein Rohr und endet in einer mit Löchern oder Schlitz versehenen Spitze. Durch diese Öffnungen wird das Aerosol in die Entladung geführt.

ANMERKUNG Die Bezeichnung CMP (Kapazitiv gekoppeltes Mikrowellenplasma) ist irreführend.

4.3.4 mikrowelleninduziertes Plasma (MIP)

en: microwave induced plasma

Elektrodenlose Gasentladung, die durch ein in einem Hohlraum stehendes Mikrowellenfeld erzeugt wird. Das Mikrowellenfeld wird mit Hilfe eines Mikrowellengenerators* aufrecht erhalten und über ein Koaxialkabel oder einen Rechteckhohlleiter in einen Resonator* eingekoppelt.

ANMERKUNG 1 Das Plasma* wird in einer vom Trägergas durchflossenen Kapillare, meist aus Kieselglas, bei normalem oder vermindertem Druck betrieben. Mit einem zusätzlichen Gasstrom oder einer entsprechenden Gasführung können verschiedene Plasmenformen erzeugt werden: fadenförmiges, mehrfadenförmiges oder hohlzylinderförmiges Plasma*.

ANMERKUNG 2 Die Anwendung des MIP ist meist auf gasförmige Proben* beschränkt.

4.3.4.1 Surfatron

en: waveguide-surfatron

Mikrowelleninduziertes Plasma*, das durch Oberflächenwellen in einer Resonatorstruktur erzeugt wird.

4.3.5 Mikrowellengenerator

en: microwave generator

Generator zur Erzeugung der für die Plasmen benötigten Mikrowellenleistung, meist mit Hilfe eines Magnetrons.

ANMERKUNG Bei Leitungsresonatoren* sind Leistungen bis 1 kW, bei Hohlraumresonatoren* bis 200 W üblich.

4.3.5.1 Vorwärtsleistung

en: (forward) power

Siehe 4.1.4.4

4.3.5.2 Reflektierte Leistung

en: reflected power

Siehe 4.1.4.5

4.3.5.3 Anpassungseinheit

en: matching network

Siehe 4.1.4.6

4.4 Gleichstromplasma (DCP)

en: direct current plasma

Durch einen elektrischen Gleichstrombogen aufrechterhaltenes Plasma*.

ANMERKUNG 1 Als Betriebsgas dient Argon, das als Anodengas und Kathodengas die Elektroden* umspült und das Aerosol in das Plasma* transportiert. Mit der Umgebungsluft oder mit weiteren Gasen bildet es in einer Kammer die Entladungsatmosphäre.

ANMERKUNG 2 Grundsätzlich kann ein stromführendes Plasma* oder stromfreies Plasma* verwendet werden. In der Praxis hat das stromfreie Plasma* das stromführende ersetzt.

4.4.1 Elektroden

en: electrodes

Elektrische Leiter, z. B. aus Kohlenstoff, Tantal oder Wolfram, zwischen denen eine Gasentladung stattfindet. Form und Abstand beeinflussen das Plasma*.

4.4.2 Elektrodenkonfiguration

en: electrode configuration

Anzahl und geometrische Anordnung der Elektroden*.

4.4.2.1 Zweielektrodenkonfiguration

en: two electrodes configuration

Anordnung von Anode und Kathode axial oder in einem vorgegebenen Winkel zueinander.

4.4.2.2 Dreielektrodenkonfiguration

en: three electrodes configuration

Anordnung zweier in einem Winkel zueinander stehenden Anoden und einer gemeinsamen Kathode, z. B. in umgekehrter „Y“-Anordnung.

ANMERKUNG Die Elektroden* werden meistens von dem Arbeitsgas umspült und die Kathode wird abgeschirmt, um das Eindringen von Probensubstanz in den Kathodenfall zu minimieren.