

Optische Atomspektralanalyse

Allgemeine Grundlagen und Begriffe

DIN
51009

ICS 01.040.71; 71.040.50

Optical atomic spectral analysis – Principles and definitions

Spectrométrie atomique optique – Principes et définitions

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	1	Kalibrieren	24
1 Anwendungsbereich	2	Auswerten	27
2 Normative Verweisungen	2	Besondere Verfahren	27
3 Spektralanalyse	3	Analytische Grenzwerte und Bewertung .	28
4 Physik der Atomisierung und Anregung .	4	17 Störungen durch Begleitsubstanzen ...	33
5 Spektrum (einer Strahlung)	6	18 Analysenaufzeichnungen	36
6 Spektralanalytische Begriffe	9	19 Prüfbericht	36
7 Analysenvorschrift	10	20 Literaturhinweise	36
8 Probe	10	Anhang A (informativ) Stichwort-	
9 Probenzuführungssysteme	13	verzeichnis	37
10 Strahlungsquelle	14	Anhang B (informativ) Stichwort-	
11 Spektrometer und Strahlungsführung ..	16	verzeichnis mit Hinweisen	
12 Strahlungsmessung	19	auf andere Normen	41

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 definiert.

Für die Festlegungen in dieser Norm war es notwendig, zahlreiche übergeordnete Begriffe herauszustellen, auf andere Normen und Empfehlungen zu beziehen oder zu definieren und gegeneinander abzugrenzen. Die vorliegenden Begriffe sind so abgefasst, dass sie auch von anderen Fachbereichen übernommen und zitiert werden können. Mit weiteren Begriffen und gerätetechnischen Festlegungen der Atomabsorptionsspektrometrie* (AAS) befassen sich DIN 51401-1 bzw. DIN 51401-1 Bbl 1, mit Teilgebieten der Optischen Emissionsspektrometrie* DIN 51008-1 (OES mit Funken und Niederdruckentladungen), DIN 51008-2 (OES mit Flammen* und Plasmen), mit Begriffen der Röntgenspektrealanalyse DIN 51418-1 und DIN 51418-2.

Besonderer Wert wurde auf die Abstimmung mit E DIN ISO 5725-1 und den Normen der Reihe DIN 55350 gelegt. Dabei wurden nach den Empfehlungen der Normen der Reihe DIN 55350 dort sehr allgemeine Benennungen, wie z. B. Erkennungsgrenze oder Ermittlungsverfahren, durch die in der Spektralanalyse* relevanten Benennungen, z. B. Nachweisgrenze* bzw. Analysenverfahren oder Bestimmungsverfahren, ersetzt.

Fortsetzung Seite 2 bis 41

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) im DIN

1 Anwendungsbereich

In dieser Norm werden Begriffe für Analysenverfahren festgelegt, bei denen der Nachweis von Elementen und deren Gehaltsbestimmung durch Messen der Emission, Absorption oder Fluoreszenz von optischer Strahlung* erfolgt. Ziel dieser Grundnorm ist es, das Aufstellen von speziellen Festlegungen für die verschiedenen Gebiete der optischen Atomspektroanalyse*: Optische Emissionsspektrometrie* (OES), Atomabsorptionsspektrometrie* (AAS) und Atomfluoreszenzspektrometrie* (AFS) zu vereinheitlichen und auch soweit wie möglich Übereinstimmung mit der Röntgenspektroanalyse und der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) zu erreichen.

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 dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 1310, *Zusammensetzung von Mischphasen – Gasgemische, Lösungen, Mischkristalle.*

DIN 5030-2, *Spektrale Strahlungsmessung – Strahler für spektrale Strahlungsmessungen – Auswahlkriterien.*

DIN 5030-3, *Spektrale Strahlungsmessung – Spektrale Aussonderung; Begriffe und Kennzeichnungsmerkmale.*

DIN 5030-5:1987-12, *Spektrale Strahlungsmessung – Physikalische Empfänger für spektrale Strahlungsmessungen – Begriffe, Kenngrößen, Auswahlkriterien.*

DIN 5031-1, *Strahlungsphysik im optischen Bereich und Lichttechnik – Größen, Formelzeichen und Einheiten der Strahlungsphysik.*

DIN 5031-2, *Strahlungsphysik im optischen Bereich und Lichttechnik – Strahlungsbewertung durch Empfänger.*

DIN 5031-8:1982-03, *Strahlungsphysik im optischen Bereich und Lichttechnik – Strahlungsphysikalische Begriffe und Konstanten.*

DIN 5483-1, *Zeitabhängige Größen – Benennungen der Zeitabhängigkeit.*

DIN 32645, *Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze.*

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

DIN 51008-1, *Optische Emissionsspektrometrie (OES) – Teil 1: Systeme mit Funken und Glimmentladungen.*

DIN 51008-2, *Optische Emissionsspektrometrie (OES) – Teil 2: Systeme mit Flammen und Plasmen.*

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

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

DIN 51418-1, *Röntgenspektroanalyse – Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) – Allgemeine Begriffe und Grundlagen.*

DIN 51418-2, *Röntgenspektroanalyse – Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) – Begriffe und Grundlagen zu Messung, Kalibrierung und Auswertung.*

DIN 51418-2 Bbl 1, *Röntgenspektroanalyse – Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) – Begriffe und Grundlagen zur Messung, Kalibrierung und Auswertung – Ergänzungen und Rechenbeispiele.*

DIN 53804-1, *Statistische Auswertungen – Messbare (kontinuierliche) Merkmale.*

DIN 55303-2, *Statistische Auswertung von Daten – Testverfahren und Vertrauensbereiche für Erwartungswerte und Varianzen.*

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

DIN 55350-15, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik; Begriffe zu Mustern.*

DIN 55350-21:1982-05, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Zufallsgrößen und Wahrscheinlichkeitsverteilungen.*

DIN 58960-1, *Photometer für analytische Untersuchungen – Benutzte physikalisch-chemische Grundvorgänge.*

DIN EN 45001, *Allgemeine Kriterien zum Betreiben von Prüflaboratorien; Identisch mit EN 45001:1989.*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen – Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994).*

E DIN ISO 5725-3, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen – Präzision unter Zwischenbedingungen.*

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse – Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:1992 + Corr 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995.*

3 Spektralanalyse

spectral analysis

Nachweis von chemischen Elementen, Isotopen sowie Verbindungen (Qualitative Analyse*) und Bestimmung ihrer Massen, Stoffmengen oder Volumina sowie von deren Anteilen, Konzentrationen oder Verhältnissen mit Hilfe ihrer Spektren (Quantitative Analyse*).

ANMERKUNG 1 Anstelle der Benennung „Spektralanalyse“ ist auch die Benennung „Spektrochemische Analyse“ (en: „spectrochemical analysis“) üblich.

ANMERKUNG 2 Definition der Begriffe „Emission“, „Absorption“ und „Fluoreszenz“ siehe DIN 58960-1.

3.1 (optische) Strahlung

(optical) radiation

Aussendung oder Übertragung von Energie in Form von elektromagnetischen Wellen oder Photonen im optischen Spektralbereich (siehe DIN 5031).

ANMERKUNG 1 Strahlungsphysikalische Größen können mit Hilfe von Photonenanzahlen je Zeiteinheit ausgedrückt werden (siehe DIN 5031-1).

ANMERKUNG 2 „Intensität“ ist der Sammelbegriff für strahlungsphysikalische Größen (siehe auch DIN 5030).

3.2 Atomspektralanalyse

atomic spectral analysis

Spektralanalyse* zum Nachweis und zur Bestimmung von chemischen Elementen oder deren Isotope mit den Spektren ihrer Atome.

ANMERKUNG 1 Durch Kalibrieren* wird der funktionelle Zusammenhang zwischen bekannten Gehalten in Proben* und zugehörigen gegebenenfalls auch gemittelten Messwerten*, z. B. Intensitäten, ermittelt.

ANMERKUNG 2 „Gehalt“ dient als allgemeiner Begriff für „Anteile“, z. B. Massenanteil w in $\mu\text{g/g}$ oder „Konzentration“, z. B. Stoffmengenkonzentration c in mol/L oder Massenkonzentration β in $\mu\text{g/L}$ (siehe DIN 1310).

3.2.1 optische Atomspektralanalyse

optical atomic spectral analysis

Atomspektralanalyse* im optischen Spektralbereich, d. h. von 100 nm bis 1 mm (siehe DIN 5030-2) unter Ausnutzung der charakteristischen Linienspektren freier (neutraler oder ionisierter) Atome von sich im gasförmigen Zustand befindlichen Elementen.

ANMERKUNG Diese freien Atome entstehen durch weitere Energiezufuhr nach der Verdampfung oder Zerstäubung fester, flüssiger oder gasförmiger Analysenproben*.

3.2.2 Spektroskopie

spectroscopy

- Beobachtung und visuelle Auswertung von Spektren mit Hilfe eines dispersiven Spektralapparates.
- Oberbegriff für alle spektroskopischen Mess- und Beobachtungsverfahren.

3.2.3 Spektrographie

spectrography

Gleichzeitige und kontinuierliche Erfassung aller Komponenten eines Spektrums* mit einer photographischen Schicht.

3.2.4 Spektrometrie

spectrometry

Direkte, photoelektrische Messung und Auswertung von spektralen Strahlungsgrößen mit einem dispersiven Spektralapparat oder Interferenzspektralapparat.

3.2.4.1 Optische Emissionsspektrometrie (OES)

optical emission spectrometry (OES)

Optische Spektrometrie* unter Ausnutzung der emittierten Strahlung*, die als Folge der Wechselwirkung freier Atome mit Teilchen (z. B. Atome, Moleküle, Radikale) in einer Flamme* oder einem Entladungsplasma (siehe z. B. DIN 51008-1 und DIN 51008-2) erzeugt wird.

ANMERKUNG Wegen der Verwechslungsmöglichkeit mit der „Auger Electron Spectroscopy“ wird von dem Gebrauch des Akronyms „AES“ anstelle von „OES“ abgeraten.

3.2.4.2 Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

atomic absorption spectrometry (AAS)

Optische Spektrometrie* unter Ausnutzung der Schwächung (Absorption) einer Primärstrahlung durch Wechselwirkung mit freien Atomen.

3.2.4.3 Atomfluoreszenzspektrometrie (AFS)

atomic fluorescence spectrometry (AFS)

Optische Spektrometrie* unter Ausnutzung der emittierten Strahlung*, die nach Absorption von Primärstrahlung ausgesandt wird.

4 Physik der Atomisierung und Anregung

physics of atomization and excitation

4.1 thermisches Gleichgewicht

thermal equilibrium

Zustand eines Systems, zum Beispiel eines Gases oder Plasmas, in dem sowohl zwischen den verschiedenen Bewegungsformen (Translation, Rotation, Schwingung) seiner Teilchen (z. B. Ionen, Moleküle, Atome, Elektronen) als auch von Teilchenart zu Teilchenart ein Gleichgewicht des Energieaustausches besteht, folglich der Zustand des Systems durch eine einzige Temperatur bestimmt ist.

ANMERKUNG Die physikalisch exakte Bezeichnung ist „thermodynamisches Gleichgewicht“.

4.1.1 lokales thermisches Gleichgewicht (LTG)

local thermal equilibrium (LTE)

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

ANMERKUNG 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.

4.2 Dissoziation

dissociation

Zerfall von Molekülen in Bruchstücke, z. B. Atome, Radikale.

4.2.1 Dissoziationsgrad

degree of dissociation

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

4.2.2 Dissoziationsgleichgewicht

dissociation equilibrium

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

4.3 Atomisieren

atomization

Erzeugen von atomarem Dampf des Analyten*.

4.4 Energiezustand

energy state

Innere Energie des Elektronensystems eines Atoms oder Moleküls.

ANMERKUNG Atome besitzen diskrete Energiezustände. Moleküle können diskrete Energiezustände besitzen.

4.4.1 Grundzustand

ground state

Niedrigster Energiezustand* des Elektronensystems eines (neutralen) Atoms, Ions (ionisierten Atoms) oder Moleküls.

4.4.2 angeregter Zustand

excited state

Energiezustand*, der höher ist als der Grundzustand*.

ANMERKUNG 1 Die Anregung erfolgt durch Aufnahme thermischer, elektrischer oder optischer Energie.

ANMERKUNG 2 Der angeregte Zustand ist nicht stabil, das Atom (oder Molekül) geht nach kurzer Zeit, meist nach einer Lebensdauer von etwa 10^{-8} s, in einen niedrigeren Energiezustand* über.

ANMERKUNG 3 Die Übergänge sind durch Auswahlregeln beschränkt.

4.4.2.1 Anregungsenergie

excitation energy

Energiedifferenz zwischen einem angeregten Zustand und dem Grundzustand* des Atoms derselben Ionisationsstufe.

4.4.3 Metastabiler Zustand

metastable state

Angeregter Zustand* von langer Lebensdauer, bei dem der Übergang zu niedrigeren Energiezuständen durch Emission von Strahlung* entsprechend den Auswahlregeln verboten ist.

4.5 Ionisation

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.

4.5.1 Ionisationszustand

ionisation state

Grundzustand* des ein- oder mehrfach ionisierten Atoms.

ANMERKUNG Gilt analog für Moleküle.

4.5.2 Ionisationsenergie

ionisation energy

Energiedifferenz zwischen dem Ionisationszustand* und dem Grundzustand* des Atoms der nächst-niedrigen Ionisationsstufe.

ANMERKUNG Gilt analog für Moleküle.

4.5.3 Ionisationsgrad

degree of ionisation

Verhältnis der Anzahl der Ionen einer Ionisationsstufe zur Gesamtanzahl der ursprünglich vorhandenen Atome des betrachteten Elementes.

ANMERKUNG Gilt analog für Moleküle.

4.5.4 Ionisationspotential

ionisation potential

Energiedifferenz zwischen dem Ionisationszustand* und dem Grundzustand* des Atoms.

ANMERKUNG Gilt analog für Moleküle.

4.5.5 Elektronendichte

electron density

Teilchendichte der freien Elektronen in Plasmen und Flammen*.

Formelzeichen: n_e ; Einheit: cm^{-3} .

ANMERKUNG Bei thermischem oder lokalem thermischen Gleichgewicht* können Ionisationsgrad*, Elektronendruck und Elektronendichte* mittels der Saha-Eggert-Gleichung (Anwendung des Massenwirkungsgesetzes auf Atome, Ionen und Elektronen im Ionisationsgleichgewicht) berechnet werden.

4.6 Plasmatemperatur

plasma temperature

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

4.6.1 Gastemperatur

gas temperature

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

ANMERKUNG Die Verteilung der gaskinetischen Energie wird durch die Maxwell-Verteilung beschrieben.

4.6.2 Anregungstemperatur

excitation temperature

Temperatur, welche die relative Besetzungsdichte der Anregungszustände von Atomen, Ionen oder Molekülen angibt.

ANMERKUNG Die relative Besetzungsdichte wird durch das Gesetz von Boltzmann beschrieben.

4.6.3 Ionisationstemperatur

ionisation temperature

Temperatur, welche das Ionisationsgleichgewicht zwischen den Atomen und Ionen im Grundzustand* angibt.

ANMERKUNG Die Beziehung zwischen Ionisationsgleichgewichtskonstanten, Ionisationsenergie* und Ionisationstemperatur wird durch die Saha-Gleichung beschrieben.

4.6.4 Elektronentemperatur

electron temperature

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

ANMERKUNG Die Verteilung wird durch die Maxwell-Verteilung beschrieben

4.7 Normtemperatur

norm temperature

Temperatur, bei der die maximale Intensität einer Atom- oder Ionenlinie* beobachtet wird.

5 Spektrum (einer Strahlung)

spectrum (of radiation)

a) Durch die Zerlegung einer zusammengesetzten Strahlung* in ihre monochromatischen Komponenten entstehende Erscheinung.

b) (Spektrale) Zusammensetzung einer Strahlung*.

[aus DIN 5031-8:1982-03]

ANMERKUNG Beispiele zur Definition b): Kontinuierliches Spektrum*. Linienspektrum*.

5.1 Linienspektrum

line spectrum

Spektrum*, das aus Spektrallinien* besteht. Diese sind Atomlinien* oder Ionenlinien*.

5.1.1 Spektrallinie

spectral line

Monochromatische Strahlung*, die beim Übergang zwischen verschiedenen Energiezuständen (E_1 und E_2) emittiert oder absorbiert wird. Die Strahlung* ist charakteristisch für die beiden am Übergang beteiligten Zustände:

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E_2 - E_1} \quad (1)$$

Dabei ist:

E Energie;

h Plancksches Wirkungsquantum;

c Lichtgeschwindigkeit im Vakuum;

λ Wellenlänge im Vakuum.

ANMERKUNG 1 Die Strahlung* ist nicht exakt monochromatisch.

ANMERKUNG 2 Siehe auch DIN 5031-8.

ANMERKUNG 3 Spektrallinien werden durch Elementsymbol, Ionisationszustand* und Wellenlänge in der Mitte der Halbwertbreite* gekennzeichnet. Meist werden Spektrallinien $\lambda \leq 200$ nm mit ihrer Wellenlänge im Vakuum/ N_2 und für $\lambda \geq 200$ nm mit ihrer Wellenlänge in Luft bei Normalbedingungen angegeben. Der Ionisationszustand* ist durch eine römische Ziffer anzugeben, beginnend mit I für das neutrale Atom. Die Wellenlänge wird in nm meist mit 3 Dezimalen angegeben, z. B. für die Linie des neutralen Bors: B I 249,773 oder für die Linie des einfach ionisierten Aluminiums Al II 167,080.

5.1.1.1 Atomlinie

atomic line

Spektrallinie*, die aus einem Übergang zwischen Energiezuständen des neutralen Atoms hervorgeht.

ANMERKUNG Die Benennung „Bogenlinie“ sollte nicht mehr verwendet werden.

5.1.1.2 Ionenlinie

ionic line

Spektrallinie*, die aus einem Übergang zwischen Energiezuständen des ein- oder mehrfach ionisierten Atoms (Ions) hervorgeht.

ANMERKUNG Die Benennung „Funkenlinie“ sollte nicht mehr verwendet werden.

5.1.1.3 Resonanzlinie

resonance line

Spektrallinie*, deren Strahlung* von Atomen im Grundzustand* absorbiert werden kann oder durch einen Übergang in den Grundzustand* entsteht.

5.1.1.4 „verbotene“ Linie

„forbidden“ line

Spektrallinie*, die aus einem verbotenen Übergang entsteht, z. B. von einem metastabilen Zustand* aus.

5.1.1.5 Multiplettlinien

multiplet lines

Linien, die aus Übergängen von zwei durch Feinstruktur aufgespaltenen Zuständen hervorgehen.

5.1.2 Linienprofil

line profil

Verteilung der Strahlungsintensität einer Spektrallinie* über die Wellenlänge. Sie kann durch eine Profilkurve beschrieben werden.

5.1.3 Linienbreite

line width

Breite des Linienprofils* bei einer vorgegebenen Strahlungsintensität.

5.1.3.1 Halbwertbreite FWHH

full width at half height; half width

Breite des Linienprofils* in Höhe der halben maximalen Intensität (siehe DIN 5030-3).

5.1.3.2 Natürliche Linienbreite

natural line width

Kleinstmögliche Linienbreite*, allein verursacht durch die Lebensdauer der beteiligten Zustände.

5.1.3.3 Physikalische Linienbreite

physical line width

Linienbreite*, die durch physikalische Verbreiterungseffekte in der Strahlungsquelle*, jedoch nicht durch die Eigenschaften des Spektralapparates bestimmt ist.

5.1.3.4 Dopplerverbreiterung

doppler broadening

Linienverbreiterung durch die zufällige Bewegung der emittierenden Atome.

ANMERKUNG Die Doppler-Linienbreite ist proportional der Wurzel aus der Temperatur.

5.1.3.5 Stoßverbreiterung

collision broadening

Linienverbreiterung durch Stöße der emittierenden Atome mit anderen geladenen oder ungeladenen Teilchen.

5.1.4 Linienverschiebung

line shift

Änderung der Wellenlängen eines Linienmaximums.

ANMERKUNG Verursacht z. B. durch Einsatz unterschiedlicher Betriebsgase oder durch Einwirkung zusätzlicher elektrischer oder magnetischer Felder.

5.1.5 Zeeman-Aufspaltung

Zeeman splitting

Linienaufspaltung durch Einwirkung magnetischer Felder auf emittierende oder absorbierende Atome, wenn die Aufspaltung der Energiezustände (Zeeman-Effekt) infolge starker Magnetfelder größer ist als die Linienbreite* der Aufspaltungskomponenten.

5.1.6 Zeeman-Verbreiterung

Zeeman broadening

Linienverbreiterung durch Einwirkung magnetischer Felder auf emittierende oder absorbierende Atome mit daraus sich ergebender Aufspaltung der Energiezustände (Zeeman-Effekt), wenn die Aufspaltung geringer ist als die Verbreiterung.

5.1.7 Selbstabsorption

self absorption

Absorption der emittierten Strahlung* innerhalb der Strahlungsquelle* durch Atome des gleichen Elementes.

ANMERKUNG 1 Selbstabsorption bewirkt eine Verbreiterung des physikalischen Linienprofils*.

ANMERKUNG 2 Selbstabsorption und Selbstumkehr* können zu einer Verminderung der Empfindlichkeit* führen.

5.1.8 Selbstumkehr

self reversal

Absorption der emittierten Strahlung* durch atomaren Dampf geringerer Temperatur in den Randzonen der Strahlungsquelle*.

ANMERKUNG 1 Bei Selbstumkehr einer emittierten Spektrallinie* ist die Strahlung* der Linienmitte geringer als die der Flanken.

ANMERKUNG 2 Selbstabsorption* und Selbstumkehr können zu einer Verminderung der Empfindlichkeit* führen.

5.2 Bandenspektrum

band spectrum

Spektrum*, das von diskreten Übergängen in Molekülen herrührt.

ANMERKUNG Ein Bandenspektrum hat oft das Aussehen von abgeschatteten Bändern. Es ist grob strukturiert, wenn die Wellenlängenunterschiede der Bandenlinien kleiner sind als deren Halbwertbreiten*. Im umgekehrten Fall ist es fein strukturiert und kann spektral aufgelöst werden, z. B. Elektronenanregungsspektren.

5.3 kontinuierliches Spektrum

spectral continuum

Spektrum* ohne erkennbare oder mit monoton verlaufender Struktur.

ANMERKUNG Es wird erzeugt durch Rekombinationsstrahlung, Temperaturstrahlung fester und flüssiger Stoffe, Bremsstrahlung sowie Strahlung* von Linienflügeln stoßverbreiteter Spektrallinien*.

5.4 spektraler Untergrund

spectral background

Von der Strahlungsquelle* erzeugte Strahlung*, die nicht vom Analyten* herrührt.

ANMERKUNG 1 Der spektrale Untergrund kann aus Kontinuum und nicht aufgelösten Banden sowie aus analyt-fremden Spektrallinien* bestehen.

ANMERKUNG 2 Der spektrale Untergrund hängt von den Eigenschaften des Spektralapparates ab, z. B. Auflösungsvermögen*, Spaltbreiten*.

5.5 Streustrahlung

stray radiation

Kontinuierliche Strahlung*, die durch Ablenkung von Primärstrahlung an festen oder flüssigen Partikeln entsteht.

ANMERKUNG siehe auch Strahlungsstreuung*.

6 Spektralanalytische Begriffe

spectral analytical terminology

6.1 Analysenlinie

analytical line

Spektrallinie*, deren Intensität oder Intensitätsschwächung zur Gehalts- oder Massenbestimmung des Analyten* benutzt wird.

ANMERKUNG Die Analysenlinie ist in der Analysenvorschrift* festgelegt.

6.2 Hauptnachweislinie

principal analytical line

Unter den gegebenen Bedingungen nachweisstärkste Analysenlinie* eines Elements, häufig eine Resonanzlinie*.

ANMERKUNG Die Benennung „letzte Linie“ sollte nicht mehr verwendet werden.

6.3 Bezugslinie; Referenzlinie

reference line

Spektrallinie* eines Bezugselements*, auf deren Intensität die Intensität der Analysenlinie* bezogen wird.

6.3.1 homologe Linie

homologous line

Linie gleichen Ionisationsgrades* mit ähnlichen Eigenschaften wie die Analysenlinie*, z. B. Anregungsenergie*, Wellenlänge.

ANMERKUNG Mit homologen Linien als Bezugslinien* wird eine Verbesserung des Analysenergebnisses hinsichtlich der Präzision* oder Richtigkeit* erstrebt.

7 Analysenvorschrift

analytical procedure

Vorschrift für ein vollständiges Analysenverfahren.

ANMERKUNG Zur Analysenvorschrift gehören mindestens Angaben zu: Probenvorbereitung, Analysen-, Referenz- und Kalibrierproben*, Messgeräten, Arbeitsbereich*, Messung, Kalibrierung*, Auswertung und zur Ermittlung der Ergebnisunsicherheiten (siehe DIN 55350-13).

7.1 Analysenprogramm

analytical program

Teil der Analysenvorschrift* für bestimmte Analysenproben* zur Festlegung von Einzelheiten des Analysenablaufs, meist als elektronische Datei zur Rechnersteuerung, z. B. von Messparametern, Driftkorrektur, Auswertefunktion*, Analysenbereich.

7.2 Standardarbeitsanweisung (SOP)

standard operating procedure (SOP)

Detailliert ausgearbeitete Analysenvorschrift*, in welcher die wesentlichen z. B. in einer betreffenden Norm zwingend vorgeschriebenen Arbeitsschritte eingehend erläutert und für den Ablauf der Versuchsdurchführung festgelegt werden. Dies betrifft insbesondere die ausführliche Beschreibung und Festlegung der normgerechten Kalibrierung* mit zwingend vorgeschriebenen Kalibrierintervallen sowie die Berechnung der Ergebnisse. Wenn bei der SOP auf keine Norm zurückgegriffen werden kann, dann muss die SOP zusätzlich alle zwingend vorgeschriebenen Arbeitsschritte enthalten.

ANMERKUNG 1 Die SOP ersetzt nicht die Norm.

ANMERKUNG 2 Vielfach wird die Festlegung zur Wartung des Versuchsaufbaus/Spektrometeranordnung in die Standardarbeitsanweisung mit einbezogen oder es werden Querverweise hierzu gegeben.

8 Probe

sample

Teil des zu analysierenden Materials oder Referenzmaterials, an dem eine atomspektroskopische Messung vorgenommen wird. Die Probe sollte möglichst repräsentativ für das zu analysierende Material sein.

8.1 Analyt

analyte

Das nachzuweisende oder zu bestimmende Element.

8.1.1 Analytspezies

analyte species

Spezielle Form, in der der Analyt* oder Anteile des Analyten* in einer Probe* vorliegen, z. B. die Oxidationsstufe, die molekulare Form des Analyten*, Koordinationssphäre, Phase.

ANMERKUNG Zur Bestimmung von Analytspezies muss meist ein Trennverfahren vorgeschaltet werden.

8.2 Matrix; Probenmatrix

matrix; sample matrix

Gesamtheit der Probe* ohne Analyt*.

ANMERKUNG Der Begriff Matrix beinhaltet auch chemisch und physikalisch relevante Eigenschaften.

8.3 Analysenprobe

analytical sample

Aus dem zu analysierenden Material, durch Verarbeitung oder Präparation, hergestellte Probe* für den Einsatz im Spektrometer*.

ANMERKUNG Bei der Analysenprobe kann es sich um flüssiges oder festes Material handeln. Bei festem Material wird zwischen Kompaktmaterial, Pulver oder Spänen unterschieden (siehe auch DIN 55350-13).

8.3.1 Probenlösung

sample solution

Lösung, die nach Behandeln der Analysenprobe* nach Analysenvorschrift* entstanden ist.

ANMERKUNG Sofern keine weiteren Verfahrensschritte erforderlich sind, ist sie bereits Messlösung*.

8.3.2 Kompaktprobe

compact sample

Feste Probe*, die hinreichend homogen ist und deren Einflüsse von Kristallstruktur und Korngröße vernachlässigbar klein sind (z. B. Metall, Gläser).

ANMERKUNG Das zu untersuchende Material kann im Originalzustand kompakt sein oder kann durch technische Prozesse, wie z. B. Umschmelzen, Pressen, Sintern zu einer Kompaktprobe* gemacht werden. Ziel der Behandlung ist es, eine definierte Probenoberfläche für die Messung zu schaffen.

8.3.3 Spanprobe

sample chippings

Durch Zerspanen (z. B. durch Hobeln, Fräsen oder Drehen) oft zum Zwecke der Homogenisierung hergestellte Probe*, die entweder in Verbindung mit einer Trägerelektrode oder als Pressling* zur Instrumentprobe (siehe DIN 51008-1 und DIN 51401-1) wird.

8.3.4 Pulverprobe

powder sample

ANMERKUNG Einflüsse der Korngröße und der chemischen Verbindung sind zu beachten.

8.3.5 Pressling

pellet

Tablette aus Spänen oder Pulver, die isostatisch verpresst werden. Nichtleitende Pulver können vor dem Verpressen mit Metall- oder Graphitpulver, meist auch mit Probenzusätzen vermischt werden.

8.4 Probenbegriffe für Messung, Kalibrierung und Auswertung

sample terms related to measurement, calibration and evaluation

8.4.1 Messlösung

measurement solution

Jede Lösung, die unmittelbar der Messung zugeführt wird.

8.4.2 effektive Probe

effective sample

Teil einer Feststoffprobe, der den analytischen Messwert* liefert.

ANMERKUNG Die effektive Probe muss entsprechend der analytischen Aufgabe, z. B. Durchschnittsanalyse*, Oberflächen- und Tiefenprofilanalyse*, repräsentativ sein.

8.4.3 Referenzprobe

reference materials

Probe*, von der eine oder mehrere Eigenschaften so genau festgelegt sind, dass sie zur Kalibrierung*, Analysenkontrolle oder zur Kennzeichnung von Stoffeigenschaften verwendet werden kann.

ANMERKUNG Auch Betriebsproben können Referenzproben* sein.

8.4.3.1 Zertifizierte Referenzprobe

Certified Reference Material; CRM

Referenzprobe* mit Zertifikat einer hierfür anerkannten Stelle, in dem die mit anerkannten technischen Verfahren ermittelten Analytgehalte und andere Eigenschaften dokumentiert sind.

8.4.3.2 Analysenkontrollprobe

quality control sample

Referenzprobe*, die ebenso wie die Analysenprobe* das gesamte Analysenverfahren durchläuft und mit der die Richtigkeit* des Analysenergebnisses überprüft wird.

8.4.4 Leerwertprobe

blank sample

Probe*, die mit der Analysenprobe* weitgehend identisch ist, jedoch den Analyten* nicht oder in geringem, bekannten Gehalt enthält.

ANMERKUNG Eine Untergrundkorrektur* durch Subtraktion des Messwertes* der Leerwertprobe beinhaltet das Risiko von Fehlmessungen.

8.4.4.1 Leerwertlösung

blank solution

Lösung, die die bei der Erstellung der Probenlösung* verwendeten Chemikalien und die die Messung beeinflussenden Matrixbestandteile in gleicher oder ähnlicher Konzentration wie die der Analysenprobe* enthält, der jedoch ausdrücklich der Analyt* nicht zugefügt ist.¹⁾

8.4.5 Blindwertprobe

reagent blank sample

Probe*, die ausschließlich aus Analysenhilfsstoffen, z. B. Löse- und Aufschlussmittel, spektrochemische Puffer, Bindemittel, besteht.

ANMERKUNG Es ist zu unterscheiden zwischen Reagenzienblindwertprobe, Verfahrensblindwertprobe usw. Siehe dazu [1], [5].

8.4.5.1 Blindwertlösung

reagent blank solution

Lösung, die die bei der Erstellung der Probenlösung* verwendeten Chemikalien, jedoch nicht die Probenmatrix* enthält.¹⁾

8.4.6 Nullwertlösung

zeroing solution

siehe DIN 51401-1.

8.4.7 Kalibrierprobe

calibration sample

Probe* genau bekannter Zusammensetzung, entweder aus hochreinen Materialien synthetisiert oder aus analysierten Proben* ausgewählt, gegebenenfalls zertifiziert*. Sie muss alle relevanten Analyten* enthalten, ausreichend homogen sein und darf sich innerhalb eines festgelegten Zeitraumes nicht verändern.

ANMERKUNG 1 Die Unsicherheit der Zusammensetzung der Kalibrierprobe muss deutlich kleiner sein als die maximal tolerierbare Unsicherheit des Analysenergebnisses.

ANMERKUNG 2 In der AAS* werden meist Bezugslösungen* als Kalibrierproben verwendet.

8.4.7.1 Stammlösung

stock solution

Lösung geeigneter Zusammensetzung, z. B. Lösemittel, Säureart, Säuregehalt, Bindungsform des Analyten*, die den Analyten* in hoher und bekannter Konzentration enthält. Die Stammlösung dient der Herstellung von Bezugslösungen*.

8.4.7.2 Kalibrierlösung; Bezugslösung

reference solution; standard solution

Lösung, die den Analyten* in bekannter Konzentration und je nach Erfordernis die bei der Erstellung der Probenlösung* verwendeten Chemikalien und die die Messung beeinflussenden Bestandteile in gleicher oder ähnlicher Konzentration wie die Probenlösung* enthält.¹⁾

1) In Abhängigkeit von den verwendeten Verfahren kann es erforderlich sein, die Kalibrierlösung*, die Leerwertlösung* und die Blindwertlösung* nach den gleichen Verfahrensschritten (z. B. Aufschluss, Extraktion) herzustellen wie die Probenlösung*.

ANMERKUNG Bezugslösungen sollten bei Verwendung von Flammen* und Plasmen die gleichen physikalischen Eigenschaften (z. B. Viskosität, Oberflächenspannung) aufweisen wie die Probenlösung*, siehe Transportstörung*.

8.4.7.3 Kalibrierprobensatz set of calibration samples

Zu einem Satz zusammengefasste Kalibrierproben*, die alle relevanten Analyten* mit abgestuften Gehalten enthalten.

8.4.7.4 Rekalibrierprobe recalibration sample

Probe* zur Kompensation von Änderungen des Gerätezustandes, insbesondere Drift*.

ANMERKUNG 1 Diese Probe* braucht keine Referenzprobe* zu sein. Sie muss homogen sein und darf sich zeitlich nicht verändern.

ANMERKUNG 2 Die Benennung „Einstellprobe“ sollte nicht mehr verwendet werden.

9 Probenzuführungssysteme sample introduction systems

Vorrichtung mit der ein repräsentativer Teil der Probe* in die Strahlungsquelle* oder den Atomisator gebracht wird.

ANMERKUNG Die Auswahl der Probenzuführungssysteme hängt weitgehend ab von der Form, in der die Probe* präsentiert wird (fest, flüssig, gasförmig oder als Suspension (slurry) oder Aufschlämmung). Die Probenzuführung kann kontinuierlich mit definierter Zufuhrtrate* oder diskontinuierlich in definierten Volumina oder Massen erfolgen. Meist wird für die Probeneinführung ein Gas benötigt (z. B. Zerstäubergas siehe DIN 51401-1, Trägergas siehe DIN 51008-2, Betriebsgas siehe DIN 51008-1, innerer Gasstrom siehe DIN 51008-2).

9.1 Zerstäuber nebuliser

Vorrichtung zum Erzeugen eines Aerosols durch Zerstäuben einer Flüssigkeit, z. B. der Messlösung*.

ANMERKUNG 1 Meist werden pneumatische Zerstäuber verwendet. Daneben werden Ultraschall-Zerstäuber wegen der weitaus höheren Aerosolausbeute* verwendet (siehe DIN 51008-2 und DIN 51401-1).

ANMERKUNG 2 Die Flüssigkeit wird dem Zerstäuber durch Unterdruck frei ansaugend oder mittels einer Pumpe zugeführt. Die Förderleistung der Pumpe (im Allgemeinen eine peristaltische Pumpe) kann dabei sowohl unter als auch über der Ansaugrate des Zerstäubers liegen. Die Pumpe reduziert zusätzlich den Einfluss von Transportstörungen* (siehe DIN 51401-1).

9.1.1 Zufuhrtrate pump rate

Quotient aus dem dem Zerstäuber* zugeführten Flüssigkeitsvolumen in ml und der Zufuhrzeit in min.

9.2 Zerstäuberkammer nebulisation chamber

Kammer, in die die Messlösung* zerstäubt wird. Sie dient zur Konditionierung des Aerosols, z. B. durch Nachzerstäubung von Tröpfchen an Prallkörpern und Abscheiden größerer Tröpfchen.

ANMERKUNG Bei spektroskopischen Flammen* ist die Zerstäuberkammer auch Mischkammer, in der das Aerosol zusätzlich mit Oxidans und Brenngas gemischt wird.

9.2.1 Aerosolausbeute nebulisation efficiency

Anteil des angesaugten oder zugeführten Flüssigkeitsvolumens, der als Aerosol in den Atomisator oder in die Emissionsquelle* gelangt.

9.3 diskrete Probenzufuhr discrete sample introduction

Direkte Zufuhr eines portionierten Probenvolumens oder einer abgewogenen Festprobe.