

DIN 51009

ICS 01.040.71; 71.040.50

Ersatz für
DIN 51009:2001-12**Optische Atomspektralanalyse –
Allgemeine Grundlagen und Begriffe**Optical atomic spectral analysis –
Principles and definitionsSpectrométrie atomique optique –
Principes et définitions

Gesamtumfang 59 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Spektralanalyse.....	4
4 Physik der Atomisierung und Anregung.....	6
5 Spektrum (einer Strahlung)	9
6 Spektralanalytische Begriffe	13
7 Analysenvorschrift	14
8 Probe	14
9 Probenzuführungssysteme	18
10 Strahlungsquelle.....	19
11 Spektrometer und Strahlungsführung.....	23
12 Strahlungsmessung	27
13 Kalibrieren	36
14 Auswerten; Auswertung	39
15 Besondere Verfahren	40
16 Analytische Grenzwerte und Bewertung.....	40
17 Störungen durch Begleitsubstanzen	47
18 Analysenaufzeichnungen	51
19 Prüfbericht.....	51
Literaturhinweise	52
Stichwortverzeichnis	54
Stichwortverzeichnis mit Hinweisen auf andere Normen.....	59

Vorwort

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

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 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 Röntgenspektralanalyse DIN 51418-1 und DIN 51418-2.

Besonderer Wert wurde auf die Abstimmung mit 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.

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

Änderungen

Gegenüber DIN 51009:2001-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Begriffe mit den neu herausgegebenen Normen DIN 32645 und DIN 51401 abgeglichen;
- b) Abschnitt 14 „Auswerten; Auswertung“ überarbeitet und an den Stand der Technik angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN 51009: 2001-12

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 Grundlagennorm ist es, das Aufstellen von speziellen Festlegungen für die verschiedenen Gebiete der optischen Atomspektralanalyse: Optische Emissionsspektrometrie (OES), Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) und Atomfluoreszenzspektrometrie (AFS) zu vereinheitlichen und auch soweit wie möglich Übereinstimmung mit der Röntgenspektralanalyse und der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) zu erreichen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 5030-2, *Spektrale Strahlungsmessung — Strahler für spektrale Strahlungsmessungen — Auswahlkriterien*

DIN 5031-8, *Strahlungsphysik im optischen Bereich und Lichttechnik — Strahlungsphysikalische Begriffe und Konstanten*

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

DIN 55350-13, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Begriffe zur Genauigkeit von Ermittlungsverfahren und Ermittlungsergebnissen*

3 Spektralanalyse

3.1

Spektralanalyse

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

Anmerkung 2 zum Begriff: Definition der Begriffe „Emission“, „Absorption“ und „Fluoreszenz“ siehe DIN 58960-1.

3.2

Strahlung

optische Strahlung)

(en: optical radiation)

Aussendung oder Übertragung von Energie in Form von elektromagnetischen Wellen

Anmerkung 1 zum Begriff: Strahlungsphysikalische Größen können mit Hilfe von Photonenanzahlen je Zeiteinheit ausgedrückt werden (siehe DIN 5031-1).

Anmerkung 2 zum Begriff: „Intensität“ ist der Sammelbegriff für strahlungsphysikalische Größen (siehe auch DIN 5030).

[QUELLE: DIN 5031-8:1982-03, 1.5]

3.3

Atomspektralanalyse

(en: atomic spectral analysis)

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

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

Anmerkung 2 zum Begriff: „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).

3.3.1

optische Atomspektralanalyse

(en: 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 1 zum Begriff: Diese freien Atome entstehen durch weitere Energiezufuhr nach der Verdampfung oder Zerstäubung fester, flüssiger oder gasförmiger Analysenproben.

3.3.2

Spektroskopie

(en: spectroscopy)

Beobachtung und visuelle Auswertung von Spektren mit Hilfe eines dispersiven Spektralapparates

Anmerkung 1 zum Begriff: Spektroskopie ist der Oberbegriff für alle spektroskopischen Mess- und Beobachtungsverfahren.

3.3.3

Spektrographie

(en: spectrography)

gleichzeitige und kontinuierliche Erfassung aller Komponenten eines Spektrums mit einer photographischen Schicht

3.3.4

Spektrometrie

(en: spectrometry)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Spektrometrie im optischen Spektralbereich wird als optische Spektrometrie bezeichnet.

3.3.4.1

optische Emissionsspektrometrie

OES

(en: optical emission spectrometry)

optische Spektrometrie unter Ausnutzung der emittierten Strahlung, die als Folge der Wechselwirkung freier Atome mit der umgebenden Materie in einer Flamme oder einem Entladungsplasma erzeugt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Wegen der Verwechslungsmöglichkeit mit der „Auger Electron Spectroscopy“ wird von dem Gebrauch des Akronymes „AES“ anstelle von „OES“ abgeraten.

Anmerkung 2 zum Begriff: Für Entladungsplasma oder Flamme siehe z. B. DIN 51008-1 und DIN 51008-2.

3.3.4.2

Atomabsorptionsspektrometrie

AAS

(en: atomic absorption spectrometry)

optische Spektrometrie unter Ausnutzung der Schwächung (Absorption) einer Primärstrahlung durch Wechselwirkung mit freien Atomen

3.3.4.3

Atomfluoreszenzspektrometrie

AFS

(en: atomic fluorescence spectrometry)

optische Spektrometrie unter Ausnutzung der emittierten Strahlung, die nach Absorption von Primärstrahlung ausgesandt wird

4 Physik der Atomisierung und Anregung

4.1

thermisches Gleichgewicht

(en: thermal equilibrium)

Zustand eines Systems, z. B. 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 1 zum Begriff: Die physikalisch exakte Bezeichnung ist „thermodynamisches Gleichgewicht“.

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.

4.2

Dissoziation

(en: dissociation)

Zerfall von Molekülen in Bruchstücke

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

4.2.1

Dissoziationsgrad

(en: degree of dissociation)

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

4.2.2

Dissoziationsgleichgewicht

(en: dissociation equilibrium)

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

4.3**Atomisieren**

(en: atomization)

Erzeugen von atomarem Dampf des Analyten

4.4**Energiezustand**

(en: energy state)

innere Energie des Elektronensystems eines Atoms oder Moleküls

Anmerkung 1 zum Begriff: Atome besitzen diskrete Energiezustände.

Anmerkung 2 zum Begriff: Moleküle besitzen ebenfalls diskrete Energiezustände, jedoch sind diese meist so dicht benachbart bzw. so stark verbreitert, dass sie quasi kontinuierliche Bänder besitzen.

4.4.1**Grundzustand**

(en: ground state)

niedrigster Energiezustand des Elektronensystems eines (neutralen) Atoms, Ions (ionisierten Atoms) oder Moleküls

4.4.2**angeregter Zustand**

(en: excited state)

Energiezustand, der höher ist als der Grundzustand

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Anregung erfolgt durch Aufnahme thermischer, elektrischer oder optischer Energie.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der angeregte Zustand ist nicht stabil, das Atom (oder Molekül) geht nach kurzer Zeit, meist nach einer Lebensdauer der Größenordnung von 10^{-8} s, in einen niedrigeren Energiezustand über.

Anmerkung 3 zum Begriff: Die Übergänge sind durch Auswahlregeln beschränkt.

4.4.2.1**Anregungsenergie**

(en: excitation energy)

Energiedifferenz zwischen einem angeregten Zustand und dem Grundzustand eines Atoms bzw. Moleküls bei konstanter Elektronenzahl

4.4.3**metastabiler Zustand**

(en: 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**

(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

4.5.1**Ionisationszustand**

(en: ionisation state)

Grundzustand des ein- oder mehrfach ionisierten Atoms

Anmerkung 1 zum Begriff: Gilt analog für Moleküle.

4.5.2

Ionisationsenergie

(en: ionisation energy)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Gilt analog für Moleküle.

4.5.3

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.

4.5.4

Ionisationspotential

(en: ionisation potential)

Energiedifferenz zwischen dem Ionisationszustand und dem Grundzustand des Atoms

Anmerkung 1 zum Begriff: Gilt analog für Moleküle.

4.5.5

Elektronendichte

(en: electron density)

Teilchendichte der freien Elektronen in Plasmen und Flammen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Elektronendichte n_e wird in cm^{-3} angegeben.

Anmerkung 2 zum Begriff: 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

(en: plasma temperature)

Oberbegriff für die Temperatur eines Plasmas

Anmerkung 1 zum Begriff: 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.

Anmerkung 2 zum Begriff: Obwohl in der Praxis meist kein thermisches Gleichgewicht vorliegt, sprechen Anwender meist nur von der Plasmatemperatur im Allgemeinen.

4.6.1

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.

4.6.2

Anregungstemperatur

(en: excitation temperature)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die relative Besetzungsdichte wird durch das Gesetz von Boltzmann beschrieben.

4.6.3

Ionisationstemperatur

(en: ionisation temperature)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Beziehung zwischen Ionisationsgleichgewichtskonstanten, Ionisationsenergie und Ionisationstemperatur wird durch die Saha-Gleichung beschrieben

4.6.4

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.

4.6.5

Normtemperatur

(en: norm temperature)

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

5 Spektrum (einer Strahlung)

5.1

Spektrum

Spektrum einer Strahlung

(en: spectrum of radiation)

(spektrale) Zusammensetzung einer Strahlung

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Spektrum kann z. B. durch die Zerlegung einer zusammengesetzten Strahlung in ihre monochromatischen Bestandteile mittels optischer Komponenten erzeugt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Ein Spektrum kann beispielsweise eine linienförmige, bandförmige oder kontinuierliche Erscheinungsform aufweisen.

Anmerkung 3 zum Begriff: Es wird auf DIN 5031-8 verwiesen.

5.2

Linienpektrum

(en: line spectrum)

Spektrum, das aus Spektrallinien besteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Spektrallinien sind Atomlinien oder Ionenlinien.

5.2.1

Spektrallinie

(en: spectral line)

monochromatische Strahlung, die beim Übergang zwischen verschiedenen Energiezuständen emittiert oder absorbiert wird

Anmerkung 1 zum Begriff: 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_i jeweilige Energie des Zustandes i ;
- h Plancksches Wirkungsquantum;
- c Lichtgeschwindigkeit im Vakuum;
- λ Wellenlänge im Vakuum.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Strahlung ist nicht exakt monochromatisch.

Anmerkung 3 zum Begriff: Es wird auf DIN 5031-8 verwiesen.

Anmerkung 4 zum Begriff: 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 Spektrallinie des neutralen Bors: B I 249,773 oder für die Spektrallinie des einfach ionisierten Aluminiums Al II 167,080.

5.2.1.1

Atomlinie

(en: atomic line)

Spektrallinie, die aus einem Übergang zwischen Energiezuständen des nicht-ionisierten Atoms hervorgeht

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Benennung „Bogenlinie“ sollte nicht mehr verwendet werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Anstelle des Begriffes nicht-ionisiertes Atom wird in der Praxis meist neutrales Atom verwendet.

5.2.1.2

Ionenlinie

(en: ionic line)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Benennung „Funkenlinie“ sollte nicht mehr verwendet werden.

5.2.1.3

Resonanzlinie

(en: resonance line)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Gilt analog für Moleküle.

5.2.1.4

verbotene Linie

(en: forbidden line)

Spektrallinie, die aus einem verbotenen Übergang entsteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Beispielsweise kann eine verbotene Linie von einem metastabilen Zustand ausgehen.

5.2.1.5**Multipllettlinien**

(en: multiplet lines)

Spektrallinien, die aus Übergängen von zwei durch Feinstruktur aufgespaltenen Zuständen hervorgehen

5.2.2**Linienprofil**

(en: line profil)

Verteilung der Strahlungsintensität einer Spektrallinie über die Wellenlänge, die durch eine Profilfunktion beschrieben werden kann

5.2.3**Linienbreite**

(en: line width)

Breite des Linienprofils bei einer vorgegebenen Strahlungsintensität

5.2.3.1**Halbwertbreite****FWHH**

(en: full width at half height; half width)

Breite des Linienprofils in Höhe der halben maximalen Strahlungsintensität

5.2.3.2**natürliche Linienbreite**

(en: natural line width)

kleinstmögliche Linienbreite, allein verursacht durch die Lebensdauer der beteiligten Zustände

5.2.3.3**physikalische Linienbreite**

(en: physical line width)

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

5.2.3.4**Dopplerverbreiterung**

(en: doppler broadening)

Linienverbreiterung durch die zufällige Bewegung der emittierenden Atome

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Doppler-Linienbreite ist proportional der Wurzel aus der Temperatur.

5.2.3.5**Stoßverbreiterung**

(en: collision broadening)

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

5.2.4**Linienverschiebung**

(en: line shift)

Änderung der Wellenlänge des Maximums einer Spektrallinie

Anmerkung 1 zum Begriff: Verursacht z. B. durch Einsatz unterschiedlicher Betriebsgase oder durch Einwirkung zusätzlicher elektrischer oder magnetischer Felder.

5.2.5

Zeeman-Aufspaltung

(en: 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

5.2.6

Zeeman-Verbreiterung

(en: 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

5.2.7

Selbstabsorption

(en: self absorption)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Selbstabsorption bewirkt eine Verbreiterung des physikalischen Linienprofils.

Anmerkung 2 zum Begriff: Selbstabsorption und Selbstumkehr können zu einer Verminderung der Empfindlichkeit führen.

5.2.8

Selbstumkehr

(en: self reversal)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Selbstumkehr einer emittierten Spektrallinie ist die Strahlung der Linienmitte geringer als die der Flanken.

Anmerkung 2 zum Begriff: Selbstabsorption und Selbstumkehr können zu einer Verminderung der Empfindlichkeit führen.

5.3

Bandenspektrum

(en: band spectrum)

Spektrum, das von diskreten Übergängen in Molekülen herrührt

Anmerkung 1 zum Begriff: 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.

5.4

kontinuierliches Spektrum

(en: spectral continuum)

Spektrum ohne erkennbare oder mit monoton verlaufender Struktur

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird erzeugt durch Rekombinationsstrahlung, Temperaturstrahlung fester und flüssiger Stoffe, Bremsstrahlung sowie Strahlung von Linienflügeln stoßverbreiteter Spektrallinien.

5.5**spektraler Untergrund**

(en: spectral background)

von der Strahlungsquelle erzeugte Strahlung, die nicht vom Analyten herrührt

Anmerkung 1 zum Begriff: Der spektrale Untergrund kann aus Kontinuum und nicht aufgelösten Banden sowie aus analytfremden Spektrallinien bestehen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der spektrale Untergrund hängt von den Eigenschaften des Spektralapparates ab, z. B. Auflösungsvermögen, Spaltbreiten.

5.6**Streustrahlung**

(en: stray radiation)

kontinuierliche Strahlung, die durch Ablenkung von Primärstrahlung an festen oder flüssigen Partikeln entsteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe auch Strahlungsstreuung (17.2.6).

6 Spektralanalytische Begriffe**6.1****Analysenlinie**

(en: analytical line)

Spektrallinie, deren Strahlungsintensität oder Intensitätsschwächung zur Gehalts- oder Massenbestimmung des Analyten benutzt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Analysenlinie ist in der Analysenvorschrift festgelegt.

6.2**Hauptnachweislinie**

(en: principal analytical line)

unter den gegebenen Bedingungen nachweisstärkste Analysenlinie eines Elements, häufig eine Resonanzlinie

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Benennung „letzte Linie“ sollte nicht mehr verwendet werden.

6.3**Bezugslinie**

Referenzlinie

(en: reference line)

Spektrallinie eines Bezugselements, auf deren Strahlungsintensität die Strahlungsintensität der Analysenlinie bezogen wird

6.3.1**homologe Linie**

(en: homologous line)

Spektrallinie von Übergängen in Atomen oder Molekülen gleichen Ionisationsgrades mit ähnlichen Eigenschaften wie die Analysenlinie, z. B. Anregungsenergie, Wellenlänge

Anmerkung 1 zum Begriff: Mit homologen Spektrallinien als Bezugslinien wird eine Verbesserung des Analyseergebnisses hinsichtlich der Präzision oder Richtigkeit erstrebt.

7 Analysenvorschrift

7.1

Analysenvorschrift

(en: analytical procedure)

Vorschrift für ein vollständiges Analysenverfahren

Anmerkung 1 zum Begriff: 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).

7.2

Analysenprogramm

(en: analytical program)

Teil der Analysenvorschrift für bestimmte Analysenproben zur Festlegung von Einzelheiten des Analysenablaufs

Anmerkung 1 zum Begriff: Meist als elektronische Datei zur Rechnersteuerung, z. B. von Messparametern, Driftkorrektur, Auswertefunktion, Analysenbereich.

7.3

Standardarbeitsanweisung

SOP

(en: standard operating procedure)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: 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 2 zum Begriff: Die SOP ersetzt nicht die Norm.

Anmerkung 3 zum Begriff: Vielfach wird die Festlegung zur Wartung des Versuchsaufbaus/Spektrometeranordnung in die Standardarbeitsanweisung mit einbezogen oder es werden Querverweise hierzu gegeben.

8 Probe

8.1

Probe

(en: sample)

Oberbegriff für einen Teil oder die Gesamtheit des zu analysierenden Materials oder Referenzmaterials, an dem eine analytische Messung vorgenommen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Probe sollte möglichst repräsentativ für das zu analysierende Material sein.

8.2

Analyt

(en: analyte)

nachzuweisendes oder zu bestimmendes Element

8.2.1**Analytspezies**

(en: analyte species)

spezielle Form, in der der Analyt oder Anteile des Analyten in einer Probe vorliegen

Anmerkung 1 zum Begriff: Spezielle Form meint z. B. die Oxidationsstufe, die molekulare Form des Analyten, die Koordinationssphäre oder die Phase.

Anmerkung 2 zum Begriff: Zur Bestimmung von Analytspezies muss meist ein Trennverfahren vorgeschaltet werden.

8.3**Matrix**

Probenmatrix

(en: matrix; sample matrix)

Gesamtheit der Probe ohne Analyt

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Begriff Matrix beinhaltet auch chemisch und physikalisch relevante Eigenschaften.

8.4**Analysenprobe**

(en: analytical sample, analysis sample)

aus dem zu analysierenden Material durch Verarbeitung oder Präparation hergestellte Probe für den Einsatz im Spektrometer

Anmerkung 1 zum Begriff: 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).

8.4.1**Probenlösung**

(en: sample solution)

Lösung, die nach Behandeln der Analysenprobe nach Analysenvorschrift entstanden ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Sofern keine weiteren Verfahrensschritte erforderlich sind, ist sie bereits Messlösung.

8.4.2**Kompaktprobe**

(en: compact sample)

feste Probe, die hinreichend homogen ist und deren Einflüsse von Kristallstruktur und Korngröße vernachlässigbar klein sind

Anmerkung 1 zum Begriff: Mit fester Probe sind z. B. Metalle oder Gläser gemeint.

Anmerkung 2 zum Begriff: 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.

Anmerkung 3 zum Begriff: Das Ausgangsmaterial soll durch die technischen Prozesse möglichst nicht in seiner Struktur und Zusammensetzung verändert werden.

8.4.3**Spanprobe**

(en: 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 Analysenprobe wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird auf DIN 51008-1 und DIN 51401 verwiesen.

8.4.4

Pulverprobe

(en: powder sample)

Durch Mahlen oft zum Zwecke der Homogenisierung hergestellte Probe, die entweder in Verbindung mit einer Trägerelektrode oder als Pressling zur Analysenprobe wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Einflüsse der Korngröße und der chemischen Verbindung sind zu beachten.

Anmerkung 2 zum Begriff: Es wird auf DIN 51008-1 und DIN 51401 verwiesen.

8.4.5

Pressling

(en: pellet)

Probe, meist in Form einer Tablette, aus Spänen oder Pulver, die isostatisch verpresst werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Nichtleitende Pulver können vor dem Verpressen mit Metall- oder Graphitpulver, meist auch mit Probenzusätzen, vermischt werden

8.5

Probenbegriffe für Messung, Kalibrierung und Auswertung

(en: sample terms)

Begriffe, die bei der Messung, Kalibrierung und Auswertung von Proben Verwendung finden

8.5.1

Messlösung

(en: measurement solution)

Lösung, die unmittelbar der Messung zugeführt wird

8.5.2

effektive Probe

(en: effective sample)

Teil einer Feststoffprobe, der den analytischen Messwert liefert

Anmerkung 1 zum Begriff: Die effektive Probe sollte entsprechend der analytischen Aufgabe, z. B. Durchschnittsanalyse, Oberflächen- und Tiefenprofilanalyse, repräsentativ sein.

8.5.3

Referenzprobe

(en: 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 1 zum Begriff: Auch Betriebsproben können Referenzproben sein.

8.5.3.1

zertifizierte Referenzprobe

(en: 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

8.5.3.2

Analysenkontrollprobe

(en: quality control sample)

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

8.5.4**Leerprobe**

(en: blank sample)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Untergrundkorrektur durch Subtraktion des Messwertes der Leerprobe beinhaltet das Risiko von Fehlmessungen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eine ideale Leerprobe ist in der Praxis oft nicht herstellbar.

Anmerkung 3 zum Begriff: Eine Leerprobe kann beispielsweise in Form einer Lösung oder eines Feststoffs vorliegen.

8.5.5**Blindprobe**

(en: reagent blank sample)

Probe, die aus Analysenhilfsstoffen, z. B. Löse- und Aufschlussmittel, spektrochemische Puffer, Bindemittel, besteht, welcher der Analyt nicht zugesetzt wurde, aber möglicherweise den Analyten in unbekannten Mengen enthält

Anmerkung 1 zum Begriff: Es ist zu unterscheiden zwischen Reagenzienblindprobe, Verfahrensblindprobe usw.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eine Blindprobe kann beispielsweise in Form einer Lösung oder eines Feststoffs vorliegen.

8.5.6**Nullwertlösung**

(en: zeroing solution)

Lösung, die zur Einstellung des Nullpunktes dient

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie kann das Lösemittel, die Blindlösung oder die Leerlösung sein. Die Nullwertlösung darf den Analyt nicht in messbaren Konzentrationen enthalten.

[QUELLE: DIN 51401:2010-07, 10.4.6]

8.5.7**Kalibrierprobe**

(en: calibration sample)

Probe genau bekannter Zusammensetzung, entweder aus hochreinen Materialien synthetisiert oder aus analysierten Proben ausgewählt, gegebenenfalls zertifiziert

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie muss alle relevanten Analyten enthalten, ausreichend homogen sein und darf sich innerhalb eines festgelegten Zeitraumes nicht verändern.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Unsicherheit der Zusammensetzung der Kalibrierprobe muss deutlich kleiner sein als die maximal tolerierbare Unsicherheit des Analyseergebnisses.

Anmerkung 3 zum Begriff: Eine Kalibrierprobe kann beispielsweise in Form einer Lösung oder eines Feststoffs vorliegen.

8.5.7.1**Stammlösung**

(en: stock solution)

Lösung geeigneter Zusammensetzung, die den Analyten in hoher und bekannter Konzentration enthält

Anmerkung 1 zum Begriff: Mit Zusammensetzung ist z. B. Lösemittel, Säureart, Säuregehalt oder Bindungsform des Analyten gemeint.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Stammlösung dient der Herstellung von Bezugslösungen.

8.5.7.2

Kalibrierprobensatz

(en: set of calibration samples)

zu einem Satz zusammengefasste Kalibrierproben, die alle relevanten Analyten mit abgestuften Gehalten enthalten

8.5.7.3

Rekalibrierprobe

(en: recalibration sample)

Probe zur Kompensation von Änderungen des Gerätezustandes, insbesondere Drift

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Probe braucht keine Referenzprobe zu sein. Sie muss homogen sein und darf sich zeitlich nicht verändern.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Benennung „Einstellprobe“ sollte nicht mehr verwendet werden.

9 Probenzuführungssysteme

9.1

Probenzuführungssysteme

(en: sample introduction systems)

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

Anmerkung 1 zum Begriff: 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 Zufuhr rate oder diskontinuierlich in definierten Volumina oder Massen erfolgen. Meist wird für die Probeneinführung ein Gas benötigt (z. B. Zerstäubergas siehe DIN 51401, Trägergas siehe DIN 51008-2, Betriebsgas siehe DIN 51008-1, innerer Gasstrom siehe DIN 51008-2).

9.2

Zerstäuber

(en: nebuliser)

Vorrichtung zum Erzeugen eines Aerosols durch Zerstäuben einer Flüssigkeit

Anmerkung 1 zum Begriff: Meist werden pneumatische Zerstäuber verwendet. Daneben werden Ultraschall-Zerstäuber wegen der weitaus höheren Aerosolausbeute verwendet (siehe DIN 51008-2 und DIN 51401).

Anmerkung 2 zum Begriff: Ein Beispiel für eine zu zerstäubende Lösung ist die Messlösung.

Anmerkung 3 zum Begriff: Die Flüssigkeit wird dem Zerstäuber durch Unterdruck frei ansaugend oder mittels einer Pumpe zugeführt. Die Förderleistung der Pumpe (üblicherweise 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).

9.2.1

Zufuhr rate

(en: pump rate)

Quotient aus dem dem Zerstäuber zugeführten Flüssigkeitsvolumen und der Zufuhrzeit

Anmerkung 1 zum Begriff: Üblicherweise wird das Flüssigkeitsvolumen in ml und die Zufuhrzeit in min angegeben.

9.3

Zerstäuberkammer

(en: nebulisation chamber)

Kammer, in die die Messlösung zerstäubt wird