

## Übungen zur Instrumentellen Analytik

SS09 / Blatt 3

1. Was ist der Nachteil der Röntgenfluoreszenzanregung durch schnelle Elektronen verglichen mit der Anregung durch primäre Röntgenstrahlung?

2. Mit einer Röntgenröhre soll ein bestimmtes Element optimal zur Fluoreszenz angeregt werden. Wie erreicht man dies?

3. Wo liegt die kurzweilige Grenze des Kontinuums, das von einer mit 80 kV betriebenen Röntgenröhre erzeugt wird?

4. Berechnen Sie jeweils die minimale Röhrenspannung, die nötig ist, um folgende Linien anzuregen (in Klammern sind die Wellenlängen der entsprechenden Absorptionskanten angegeben):

a) K-Linien von Ca (0,3064 nm)

b) L-Linien von As (0,9370 nm)

c) L-Linien von U (0,0592 nm)

d) K-Linien von Mg (0,950 nm)

5. In einer Probe soll Fe ( $z_{\text{Fe}} = 26$ ) anhand seiner  $K_{\alpha 1}$ -Linie in Gegenwart von Cr ( $z_{\text{Cr}} = 24$ ) bestimmt werden. Erläutern Sie anhand einer Skizze, warum es in diesem Fall zu einer selektiven Schwächung der Fe  $K_{\alpha 1}$ -Linie durch Cr kommt!

6. Der Massenabsorptionskoeffizient von Ni, gemessen auf der Cu  $K\alpha$ -Linie, beträgt  $49,2 \text{ cm}^2/\text{g}$ . Berechnen Sie die Dicke einer Ni-Folie, die 36,1 % der Intensität der einfallenden Cu  $K\alpha$ -Strahlung durchlässt. Dichte von Ni:  $8,9 \text{ kg/m}^3$ .

7. Für die Mo  $K\alpha$ -Strahlung (0,0711 nm) betragen die Massenabsorptionskoeffizienten von Kalium  $16,7 \text{ cm}^2/\text{g}$ , Jod  $39,2 \text{ cm}^2/\text{g}$ , Wasserstoff  $0,0 \text{ cm}^2/\text{g}$  und Sauerstoff  $1,50 \text{ cm}^2/\text{g}$ .

a) Berechnen Sie den Massenabsorptionskoeffizienten für eine Lösung, die durch Mischen von 8 g KJ mit 92 g Wasser hergestellt wurde.

b) Die Dichte dieser Lösung ist  $1,05 \text{ kg/m}^3$ . Welcher Bruchteil der Strahlung einer Mo  $K\alpha$ -Quelle verbleibt nach Durchqueren einer Lösungsschicht von 0,5 cm?

8. Die Tabelle enthält für einige Elemente die Wellenlängen der  $K\alpha$ -Linien.

Berechnen Sie näherungsweise die Wellenlängen der  $K\alpha$ -Linien von V, Ni, Se, Br, Cd und Sb.

| Element | $\lambda_{K\alpha}$ in nm |
|---------|---------------------------|
| Ca      | 0,336                     |
| Zn      | 0,144                     |
| Zr      | 0,079                     |
| Sn      | 0,049                     |

## Übungen zur Instrumentellen Analytik

SS09 / Blatt 4

1. Sie besitzen ein winkeldispersives Röntgenspektrometer, das mit einem LiF(100)-Kristall ( $d = 0,2014 \text{ nm}$ ) und mit einem Pentaerythrit-Kristall ( $d = 0,4375 \text{ nm}$ ) ausgestattet ist. Begründen Sie mit der Braggschen Gleichung, welchen Kristall Sie wählen werden, wenn Sie vornehmlich leichte Elemente analysieren wollen.

2. Mit einem Kristallspektrometer sollen Cr und W in einer Probe ohne Austausch der Röntgenröhre und des Analysatorkristalls bestimmt werden. Die Wellenlängen der  $K\alpha_1$ -Linien sind für Cr  $0,229 \text{ nm}$  und für W  $0,0209 \text{ nm}$ . Die Messung soll in der ersten Ordnung erfolgen. Welcher Kristall ist zu bevorzugen: LiF/200 ( $d = 0,2014 \text{ nm}$ ) oder Topas ( $d = 0,1356 \text{ nm}$ )?

3. Titanhaltige weiße Pigmente wurden um 1900 entwickelt. Zuvor standen nur calciumhaltige Pigmente zur Verfügung. An einem überarbeiteten Ölgemälde aus dem Jahr 1850 soll der Zeitpunkt der Nachbesserung datiert werden. Ein Spektrometer mit ADP/101-Kristall ( $d = 1,062 \text{ nm}$ ) liefert Reflexe bei folgenden Ablenkwinkeln (in Klammern die relativen Intensitäten):

Weißer Deckschicht:  $13,7^\circ$  (8) und  $14,9^\circ$  (60); Weiße Grundschicht:  $16,8^\circ$  (12) und  $17,8^\circ$  (100)

| $\lambda$ in nm: | $\lambda(K\beta)$ | $\lambda(K\alpha_1)$ | $\lambda(L\alpha_1)$ |
|------------------|-------------------|----------------------|----------------------|
| Calcium          | 0,3090            | 0,3358               | 3,633                |
| Titan            | 0,2514            | 0,2748               | 2,739                |

Wann wurde die Nachbesserung durchgeführt?

4. Berechnen Sie alle möglichen Ablenkwinkel bis maximal  $90^\circ$  und höchstens der 3. Ordnung für die  $K\alpha$ -Linien von Fe ( $0,176 \text{ nm}$ ), Se ( $0,0992 \text{ nm}$ ) und Ag ( $0,0497 \text{ nm}$ ) für die Beugungskristalle:

a) Topas ( $d = 0,1356 \text{ nm}$ ); b) LiF ( $d = 0,2014 \text{ nm}$ ); c) NaCl ( $d = 0,2820 \text{ nm}$ )

5. a) Wodurch ist das Auflösungsvermögen eines Kristallspektrometers begrenzt?

b) Erläutern Sie die unterschiedlichen Anforderungen an das Detektorsystem bei der winkeldispersiven und der energiedispersiven Röntgenfluoreszenzanalyse!

6. Mangan wurde mit der Röntgenspektrometrie in geologisch interessanten Proben unter Verwendung von Barium als internem Standard bestimmt. Die Intensität der intensivsten Linien von Ba und Mn in mehreren Referenzproben ergab folgende Werte:

| Massen-% | Zählrate in 1/s | Zählrate in 1/s |
|----------|-----------------|-----------------|
| Mn       | Ba              | Mn              |
| 0,050    | 156             | 80              |
| 0,150    | 160             | 106             |
| 0,250    | 159             | 129             |
| 0,350    | 160             | 154             |
| 0,450    | 151             | 167             |

Wie groß ist der prozentuale Massenanteil von Mn in einer Probe, für die das Verhältnis der Zählraten  $Z(\text{Mn})/Z(\text{Ba}) = 0,886$  ist?