

FORSCHUNGSBERICHTE DES LANDES NORDRHEIN-WESTFALEN

Nr. 1380

Herausgegeben

im Auftrage des Ministerpräsidenten Dr. Franz Meyers

von Staatssekretär Professor Dr. h. c. Dr. E. h. Leo Brandt

DK 543.426.001.5 539.26:666.76

Dipl.-Phys. Karl Wohleben

Forschungsinstitut der Feuerfest-Industrie Bonn

Studien zur Anwendbarkeit
der Röntgen-fluoreszenzanalyse
für die quantitative Analyse

Röntgenfluoreszenzanalyse von tonerdereichen Substanzen



WESTDEUTSCHER VERLAG · KÖLN UND OPLADEN 1965

ISBN 978-3-663-03920-4 ISBN 978-3-663-05109-1 (eBook)
DOI 10.1007/978-3-663-05109-1

Verlags-Nr. 011380

© 1965 by Westdeutscher Verlag, Köln und Opladen

Gesamtherstellung: Westdeutscher Verlag

Inhalt

1. Inhalt	7
2. Einleitung	8
2.1 Grundlagen	8
2.2 Entstehung der Röntgenspektren	8
2.3 Intensität der Fluoreszenzstrahlung	12
2.3.1 Fluoreszenzausbeute	12
2.3.2 Absorption	13
2.3.3 Abhängigkeit der Intensität bzw. der Fluoreszenzstrahlung vom Gerät	16
2.3.4 Abhängigkeit der Fluoreszenzintensität von der Probe	17
2.4 Messung der Röntgenquanten	18
2.4.1 Detektoren	18
2.4.2 Zählstatistik	19
2.4.3 Nachweisempfindlichkeit und Grenzkonzentration	20
2.5 Entwicklung der Geräte	22
2.5.1 Allgemeine Gesichtspunkte für die Entwicklung der Spektro- graphen	22
2.5.2 Verwendete Apparatur	23
2.5.3 Möglichkeiten und Vorteile beim Einsatz des Vakuumspektro- graphen	24
2.5.4 Vergleich der Fehlerquellen bei der Röntgenspektralanalyse und bei anderen Analysenverfahren	25
3. Untersuchungen mit dem Vakuumspektrographen	27
3.1 Voruntersuchungen	27
3.1.1 Probenvorbereitung	27
3.1.2 Wahl der Meßbedingungen	28
3.1.3 Beurteilung der Meßergebnisse	29
3.1.4 Verbesserung der Meßbedingungen	29
3.1.5 Reproduzierbarkeit und Genauigkeit	30
3.1.6 Ergebnisse der Voruntersuchungen	30
3.2 Analysen feuerfester Proben	35
3.2.1 Arbeitsmethodik	35
3.2.1.1 Wahl der Meßmethode und der Aufnahmebedingungen	35
3.2.1.2 Probenvorbereitung	35

3.2.1.3	Aufstellung der Eichreihen	36
3.2.2	Halbquantitative Messungen	37
3.2.3	Quantitative Analysen von Ton- und Schamotteproben	40
3.2.3.1	Meßbedingungen	40
3.2.3.2	Genauigkeit des Meßverfahrens	40
3.2.3.3	Probenvorbereitung	42
3.2.3.4	Ergebnisse bei der Untersuchung der Ton- und Schamotteproben	42
3.2.3.5	Einfluß der Mineralogie auf die Analyse von Al und Si	45
3.2.4	Silikaproben	46
3.2.4.1	Nachweisempfindlichkeit und Genauigkeit	46
3.2.4.2	Ergebnisse	47
3.2.5	Hochtonerdehaltige Proben	48
3.2.6	Magnesit	48
3.2.7	Analyse von Spurenelementen	48
4.	Beeinflussung der Röntgenintensitäten	49
4.1	Theoretische Überlegungen	49
4.2	Zweistoffsysteme	50
4.3	Einfluß dritter Partner. System $Al_2O_3-SiO_2-MgO$	52
4.4	Verteilungseffekte	54
4.4.1	SO_3 -Bestimmung im Rohton	54
4.4.2	Synthetische Mischungen	54
5.	Beeinflussung der Intensitäten bei inhomogenen Proben, insbesondere bei Pulverproben	57
5.1	Berücksichtigung der Eindringtiefen	57
5.2	Bestimmung der effektiven analysierten Probenvolumina	58
5.3	Anwendung der Korrekturen auf die Oxydgemische	59
5.4	Anwendung bei Legierungen	61
6.	Analysengang bei Einzelproben und Proben unbekannter Zusammen- setzung	65
6.1	Arbeitsmethode	65
6.2	Beispiel einer Einzelanalyse	66
7.	Zusammenfassung und Schlußfolgerungen	68
	Literaturverzeichnis	69