

Zur Röntgenfluoreszenzanalyse, 2. Mitt.:

Die relativen Intensitäten der K_{β} -Strahlung einiger
Elemente der 2. Periode

Von

E. Schnell

Aus dem Institut für Anorganische und Analytische Chemie
der Universität Innsbruck

(Eingegangen am 23. November 1962)

Es wird gezeigt, daß bei Fluoreszenzanregungen die Intensität der K_{β} -Strahlung im Vergleich zur Gesamtintensität der $K_{\alpha_{1,2}}$ -Linien mit abnehmender Ordnungszahl vom Schwefel bis zum Magnesium beträchtlich abnimmt.

Für die praktische Röntgenspektralanalyse sind zur Identifizierung von Linien relative Intensitätsangaben sehr nützlich, auch wenn sie mit einer mehr oder weniger großen Unsicherheit behaftet sind¹. Aus diesem Grunde sind sie auch in die gebräuchlichen Tabellenwerke aufgenommen^{2, 3}. Für die K_{β} -Linien der Elemente Magnesium bis Chlor finden wir dort Werte, die keinerlei Gang mit der Anzahl der Außenelektronen zeigen. Es erschien daher wünschenswert, mit einem zur Analyse verwendeten Gerät die Intensitätsverhältnisse der reinen Elemente zu messen.

Da festgestellt war, daß die chemische Bindung einen beträchtlichen Einfluß auf die Gesamtintensität der Cl- K_{β} -Bande ausübt⁴, durfte angenommen werden, daß sich Ähnliches auch bei den verschiedenen Elementen der 2. Periode zeigen würde.

¹ E. A. W. Müller, Siemens-Sonderdruck des Abschnittes U. 11 aus dem „Handbuch der zerstörungsfreien Materialprüfung“, Verlag Oldenburg, München 1960, S. 6.

² E. A. W. Müller, l. c. S. 8ff.

³ K. Sagel, „Tabellen zur Röntgen-Emissions- und Absorptions-Analyse“, Springer-Verlag 1959, S. 113ff.

⁴ E. Schnell, Mh. Chem. **93**, 1383 (1962).

Da das Ergebnis infolge der verschiedenen großen Breite und Form der Banden der zu untersuchenden Elemente^{5, 6} und der viel zu geringen Auflösung kommerzieller Geräte für derartige Untersuchungen⁷ lediglich ein qualitatives sein konnte, wurden Korrekturen für die verschieden starke Absorption von K_{α} und K_{β} im Element selbst oder im Zählrohrfenster, für die etwas verschiedene Quantenausbeute vom Zählrohr (vgl. ⁸) oder unterschiedliche Reflexionskoeffizienten des Analysatorkristalls nicht durchgeführt. Die Probe war jeweils dick genug, um Intensitätsverluste der K_{β} -Strahlung, deren Halbwertsdicke jeweils größer als die der K_{α} -Strahlung ist, zu vermeiden. Das Zählgas hatte keine Absorptionskanten zwischen K_{α} - und K_{β} -Strahlung irgendeines der untersuchten Elemente.

Die Messungen erfolgten mit dem Siemens-, „Kristalloflex“ 4 mit Vakuumzusatz und Zählrohrgoniometer, Gips-Analysatorkristall und Argon—Methan-Durchflußzählrohr. Die Anregung erfolgte mit einer Chromröhre. Die Proben bestanden aus analysenreinen Substanzen und waren zu Blättchen einer einheitlichen Größe von 21 mm Durchmesser gestanzt, geschmolzen oder gepreßt und waren jeweils dicker als 2 mm. Die Metalle wurden kurz vor Einführen in die Vakuumschleuse mechanisch poliert, um eine möglichst oxydfreie Oberfläche zu erzielen, das Silicium war Halbleitersilicium. Der verwendete rote Phosphor wurde, um etwa gebildete Phosphorsäuren zu entfernen, vor Verwendung in Wasser aufgeschlämmt, filtriert und nach Trocknen im Vak. zu einer entsprechenden Pille gepreßt. Bei fixer Einstellung von Verstärkung und Impulshöhe (Kanal 10—20 V) wurde durch entsprechende Wahl der Zählrohrspannung jeweils eine optimale Einstellung der zu messenden Strahlung erzielt. Mittels eines Schrittschaltwerkes, das das Goniometer in jeder Zeitminute um 2 Gradminuten weiterdrehte und bei diesem Weiterdrehen gleichzeitig den Zählbetrag-Zeitdrucker auslöste, wurden die Impulszahlen in jeder Minute registriert; daraus konnte sowohl das Maximum der Impulszahl als auch die integrierte Impulszahl entnommen werden. Die Untergrundstrahlung wurde dabei jeweils in Abzug gebracht.

Nach den registrierten Impulszahlen konnten besser als mit einem entsprechend gedämpften Kompensationsschreiber die Intensitätskurven gezeichnet werden, aus denen ersichtlich war, daß in den reinen Elementen — zum Unterschied von ihren Oxyden — ein langwelliger K_{β} -Satellit mit auf die beschriebene Weise meßbarer Intensität nicht auftritt. Das Ergebnis ist in der folgenden Tabelle zusammengefaßt; die 3. Spalte gibt das Verhältnis $K_{\alpha_{1,2}}$ zu K_{β} , wenn die Intensität $K_{\alpha_{1,2}}$ mit 150 beziffert wird, wie es in Tabellen meist durchgeführt wird. Besser zum Vergleich geeignet dürften die integrierten Intensitäten der K_{α} -

⁵ A. Faessler und E. D. Schmid, Z. Physik **138**, 71 (1954).

⁶ B. Kern, Z. Physik **159**, 178 (1960); dort weitere Literaturhinweise.

⁷ Prof. Dr. A. Faessler, private Mitteilung.

⁸ H. Neff, „Messung von Röntgenstrahlen mit verbesserten Detektoren und Zählmethoden“, Siemens-Z. **33**, 655 (1959).

und K_{β} -Strahlung sein⁷, d. h. die Gesamtpulse der registrierten „Linien“ über dem Untergrund. Bei diesem Vergleich wurde die relativ sehr geringe Intensität des kurzwelligen K_{α} -Satelliten (K_{α_3}) zur Intensität der K_{α} -Linien hinzugezählt.

Element	$K_{\alpha} : K_{\beta}$ aus $I_{max.}$	$K_{\beta rel.}$	$K_{\beta rel.}$
		($K_{\alpha_1, 2} = 150$) aus I_{max}	($K_{\alpha_1, 2} = 150$) aus ΣI
S, rhomb.	27,3	5,5	6,4
P, rot	28,8	5,2	5,8
Si	31	4,85	5,5
Al	66	2,3	2,8
Mg	95	1,6	1,1