

Sitzung der mathematisch-naturwissenschaftlichen Klasse  
vom 18. Juni 1964

Sonderabdruck aus dem Anzeiger der math.-naturw. Klasse der  
Osterreichischen Akademie der Wissenschaften, Jahrgang 1964, Nr. 10

(Seite 226 bis 227)

Das wirkl. Mitglied F. Machatschki übersendet eine kurze Mitteilung, und zwar:

„Eine Methode zur Bestimmung des Wassergehaltes auf röntgenfluoreszenzanalytischem Wege.“  
Von E. Schroll und E. Stepán (Bundesversuchs- und Forschungsanstalt Arsenal Wien).

Die Messung der Röhrenhauptlinien bei der Röntgenfluoreszenzanalyse ermöglicht nicht nur eine Matrixkorrektur (E. Schroll/E. Skol/E. Stepán 1963, 1964), sondern auch die Bestimmung des Gehaltes einer leichten Komponente, wie etwa Wasser, in einer schwereren Matrix. Das angeführte Beispiel soll dies innerhalb der meßtechnischen Fehlergrenzen beleuchten. Aus einem natürlichen Gipskristall wurden durch Erhitzen auf 130 bzw. 1100° das Halbhydrat und Anhydrit hergestellt. Ferner wurden derselbe Anhydrit und Gips im Verhältnis 1 : 1 mechanisch gemischt. Diese vier Proben wurden mit einer Philips-Röntgenfluoreszenzapparatur unter folgenden Bedingungen aufgenommen:

Röhre: Mo           Anregung: 54 kV   14 mA

Kristall: LiF

Detektor: Szintillationszähler 850 V

Untersetzer 32/32   Zählzeit 15 sec.

Es wurden folgende Impulszahlen erhalten:

Probe	Imp./15 sec.	Impulsdifferenz zu CaSO <sub>4</sub>	Wasser- gehalt
CaSO <sub>4</sub> .....	2640	0	0%
CaSO <sub>4</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> O .....	2689	49	6,2
CaSO <sub>4</sub> · 1 H <sub>2</sub> O .....	2744	104	11,7
CaSO <sub>4</sub> · 2 H <sub>2</sub> O .....	2847	207	20,9

Die Reproduzierbarkeit der Einzelmessung betrug bei diesem Versuch  $\pm 0,5\%$ . Das Meßergebnis zeigt, daß sich die Impulszahlen etwa größenordnungsmäßig so wie die Anzahl der Wassermoleküle wie 1 : 2 : 4 verhalten.

Ebenso gestatteten sechs Silikagelproben mit verschiedenen Wassergehalten die Aufstellung einer Eichkurve, die eine Wassergehaltsanalyse zwischen 5—30%  $\text{H}_2\text{O}$  ermöglicht hat.

Hiermit ist grundsätzlich gezeigt worden, daß unter der Voraussetzung einer konstanten schwereren Matrix die Bestimmung des Wassergehaltes mit dieser Methode durchführbar ist. Die Untersuchungen werden fortgesetzt und die Ergebnisse noch gesondert veröffentlicht werden, da der beobachtete Effekt von methodischer Bedeutung für die Analysenpraxis sein dürfte.

#### Literatur.

E. Schroll, E. Skol und E. Stepán, Zur Röntgenfluoreszenzanalyse schwerer Spurenelemente in leichter Matrix unter Verwendung der Röhrenhauptlinien als inneren Standard. Anz. d. Math.-naturwiss. Kl. d. Öst. Ak. d. Wiss. Nr. 10 (1963) S. 149—153.

E. Schroll, E. Skol und E. Stepán, Die quantitative Röntgenfluoreszenzanalyse schwerer Elemente geringer Konzentration in variabler leichter Matrix am Beispiel der Analyse von Brom, Rubidium und Strontium in den Abdampfrückständen natürlicher Wässer.

Z. f. Analyt. Chemie (im Druck).

---