

# Physikalische Gesellschaften

## Physikalische Gesellschaft Hessen-Mittelrhein

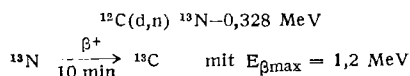
Bad Nauheim, 10.–15. April

Die Gesellschaft hielt vom 12. bis 15. April 1957 eine Tagung in Bad Nauheim ab, der vom 10. bis 12. April 1957 eine Fachaus-schultagung „Kernphysik und Kosmische Strahlung“ vorausging.

Aus den Vorträgen:

K. FIEBIGER und P. KLEINHEINS, Frankfurt und Hechingen und G. PRÖPSTL, Stuttgart: *Nachweis von Kohlenstoff in der Oberflächenschicht von Metallen durch die Kernreaktion  $^{12}\text{C}(d,n)^{13}\text{N}$*  (vorgetr. von P. Kleinheins).

Zur Bestimmung des Kohlenstoff-Gehalts der Oberflächen-schicht von Metallen sind chemische Methoden nicht anwendbar. Eine empfindliche Möglichkeit bietet die Aktivierungsanalyse:



Die  $^{13}\text{N}$ -Aktivität einer mit Deuteronen bestrahlten Probe kann hiernach als Maß für den Kohlenstoff-Gehalt gelten.

Zur Vermeidung organischer Verunreinigungen mußten nach Abätzen der Oberfläche die Untersuchungen in einem kohlenstoff-freien Schutzgas vorgenommen werden (gereinigter Wasserstoff, 35 bis 50 Torr).

Mit Hilfe dynamischer Druckstufen nach Schopper und Schu-macher war es möglich, einen Deuteronen-Strahl von 0,5 bis 1,0 mm  $\varnothing$  in die vom Schutzgas (bis 760 Torr) durchströmte Bestrah-lungskammer zu schießen. Bei 50 Torr ist die effektive Fenster-dicke (nur rund 0,01 mg/cm<sup>2</sup>) so gering, daß trotz hoher Strom-dichte niedrige Beschleunigungsspannungen (500 bis 1200 keV) verwandt werden konnten. Damit wurde die Aktivierung der Probe durch andere Kernreaktionen vermieden; die erfaßte Schichtdicke blieb unter 10  $\mu$ .

Untersuchungen von Eisenproben über 20 Halbwertszeiten er-gaben, daß die Aktivitäten der Proben praktisch nur auf  $^{13}\text{N}$  zurück-zuführen sind. In Aluminium-Proben treten störende Aktivi-täten auf, derentwegen ein spezieller Stickstoff-Nachweis nötig war.

Zur Relativmessung von Kohlenstoff-Gehalten zweier Proben mußten Eichsubstanzen verwendet werden, wofür sich für Eisen-untersuchungen bei Bestrahlung mit Teilchen hoher Energie (> 3 MeV) das Kobalt-Isotop  $^{60}\text{Co}$  anbietet, das aus dem Eisen mit ent-steht. Es wurde allgemein reiner Kohlenstoff als Eichsubstanz be-nutzt. Der Fehler der Relativbestimmung von Kohlenstoff-Gehalten verschiedener Proben wurde zu  $\pm 1,5\%$ , der Fehler der Absolutbestimmung zu etwa 6% bestimmt.

In Eisen lassen sich noch  $10^{-6}$  Gewichtsanteile Kohlenstoff mit einem Fehler der Relativmessung von 2% ermitteln. Die  $^{13}\text{N}$ -Aktivität ist dann noch über 4 Halbwertszeiten verfolgbar und gut von einer Restaktivität zu trennen.

Vermutlich infolge Kohlenstoff-Ausbrands beim Härten ist der Kohlenstoff-Gehalt an der Oberfläche niedriger als in 0,05 mm Tiefe. Die Untersuchung des Einflusses der Reinigungsmethode zeigte, daß bei Aluminium die kohlenstoff-ärmste Oberfläche durch Oxydation des Al in Bor- oder Schwefelsäure entsteht (Größen-ordnung  $1/2 \cdot 10^{-6}$ ).

K. H. LAUTERJUNG und W. GRUHLE, Heidelberg: *Ein Gerät zum Sichtbarmachen radioaktiver Stoffe* (vorgetr. von K. H. Lauterjung).

Bei den bekannten Methoden sind entweder gutes örtliches mit schlechtem zeitlichen Auflösungsvermögen gegeben, oder es gilt das Umgekehrte. Es wurde nun versucht, gute zeitliche mit eben-falls guter örtlicher Auflösung zu verbinden. Dafür galt es, die Ab-hängigkeit der Ausbreitungsgeschwindigkeit  $v$  der Entladung in einem Zählrohr von den Zählrohrparametern zu messen. Als Para-meter stehen das Füllgas, der Füllampf in seinem Prozentgehalt, der Gesamtdruck  $p$ , der Kathoden- oder „äußere“ Radius  $r_a$ , der Draht- oder „innere“ Radius  $r_i$  und die Arbeitsspannung  $V_A$  zur Debatte. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit  $v$  wurde für ein Argon-Alkohol-Gemisch in Abhängigkeit von der Spannung  $V_A$  gemessen, und zwar für die Parametersätze:

p (Torr)	% Alkohol	$r_a$ (mm)	$r_i$
50	5	19	0,05
80	2	9	0,05

$v$  ergab sich als lineare Funktion der Spannung zu  $2 < v < 12$  cm/ $\mu$ sec. Die Zündspannungen variierten dabei zwischen 600 und 1600 V. Unter Einführung einer Spannung  $V_0 = V_0(p, r_a, r_i, \%)$

läßt sich  $v$  darstellen als  $v = \alpha \cdot \frac{V_A - V_0}{p}$ , wobei  $\alpha$  eine für das jeweilige

Gasgemisch charakteristische Konstante ist. Es gilt der Zusam-menhang:

$$\log \frac{V_0/\ln \frac{r_a}{r_i}}{p r_i (A + D\%)} = - \frac{B}{V_0/\ln \frac{r_a}{r_i}}$$

mit den Konstanten A, B, D, für die folgende Werte gefunden wur-den:

Gas	Dampf	$\alpha$	A	D	B
A	Aceton	4,97	21	3,80	137
A	Alkohol	4,86	12	2,04	158
Ne	Alkohol	8,30	65	4,10	23

Prinzip der Anordnung: Ein Zählrohr ist durch eine auf dem Zählrohr angebrachte Glasperle unterteilt in ein „langes“ und ein „kurzes“ Zählrohr. Tritt an einem definierten Punkt des langen Zählrohrs eine zu messende Strahlung ein, so ist die Ansprechverzögerung des seinerseits gegen das strahlende Objekt abgeschirmten kurzen Zählrohrs gegenüber dem langen ein Maß für die Geschwindigkeit  $v$ . Man ordnet nun mehrere Zählrohre zu einem Zählrohr-Tablett an und schaltet sie so, daß jeweils ein Zählrohr des Tablett für  $10^{-3}$  sec empfindlich ist und beim Ansprechen die x-Achse eines Oszillographen anstößt. Im Augenblick des Überspringens der Entladung in das kurze Zählrohr wird ein Aufhell-Impuls auf den Oszillographen gegeben, der eine Hellsteuerung bewirkt. Dem i-ten Zählrohr des Tablett wird die i-te Zeile im Oszillographen zugeordnet, derart, daß das Oszillogramm ein Bild der Verteilung der strahlenden Sub-stanz liefert.

Wegen technischer Einzelheiten vgl. demnächst erscheinende Veröffentlichung a. a. O.

U. JANSSEN und W. POHLIT, Frankfurt: *Ein Strahlen-schutzmeßgerät für sehr schnelle Neutronen* (vorgetr. von U. Janssen).

Die Strahlung schneller Neutronen ist biologisch wirksamer als  $\gamma$ -Strahlung. So liegt die Toleranzgrenze für  $\gamma$ -Strahlen bei 100 mrad/Woche, die für Neutronen bei 10 mrad/Woche. Die Intensität der einzelnen Strahlenarten unabhängig voneinander quantitativ messen zu können, ist im Hinblick auf den Strahlenschutz kern-physikalischer Anlagen außerordentlich wichtig.

Es wurde eine kugelförmige Ionisationskammer beschrieben, die die Messung der Gewebesdosis für schnelle Neutronen über einen weiten Energiebereich zu messen gestattet. Da die Wirkung eines Neutronennachweisgeräts im wesentlichen auf der Wirkung der Rückstoßprotonen (bis etwa 10 MeV) basiert, wurde eine innere Kugel aus Polyäthylen mit Äthylen-Gas gefüllt. Die Äthylen-Kammer bietet den Vorteil, weitgehend energieunabhängig zu sein, zudem ist die Äthylen-Dosis der Gewebesdosis direkt propor-tional. Diese Kammer registriert die Summe von  $\gamma$ - und n-Strömen. Konzentrisch um die innere Kugel ist eine weitere aus Aluminium angebracht, die mit Luft oder CO<sub>2</sub> gefüllt wird. Sorgt man nun mit Hilfe eines zwischen die beiden Kammerwandungen angeord-neten elektrischen Gitters dafür, daß der  $\gamma$ -Ionisationsstrom kom-pensiert wird, so mißt man nur den Neutronen-Ionisationsstrom. Das Kammervolumen beträgt 5/4 l, ein Strom von  $5 \cdot 10^{-14}$  Amp ist über einen Meßverstärker registrierbar, so daß die Empfind-lichkeit ausreicht, auch unterhalb der Toleranzdosisleistung noch zu messen.

W. GROTH, E. NANN und K. H. WELGE, Bonn: *Neuere Ergebnisse zur Anreicherung der Uran-Isotope nach dem Gaszen-trifugenverfahren* (vorgetr. von K. H. Welge).

Die Gaszentrifuge besteht im wesentlichen aus einem als Rotor ausgebildeten Hohlzylinder von etwa 60 cm Länge, längs dessen Mantelfläche ein Temperaturgefälle aufrechterhalten wird. Dies bewirkt zusätzlich zu dem Zentrifugeneffekt eine Thermokonvek-tion, die ausschlaggebend für die gewünschte Anreicherung ist. Diese steigt mit steigendem Temperaturgradienten bis zu einem Maximum und fällt dann langsam wieder ab. Außerdem kehrt sie

ihre Richtung mit der des Temperaturgradienten um. Bei einer Umfangsgeschwindigkeit von 280 m/sec ergab sich als maximaler Trennschritt A der Wert 1,225. Ist  $\alpha_0$  die Endanreicherung mit der Zentrifuge,

$$\alpha_0 = \exp \frac{\Delta M(\omega r_0)^2}{2RT}$$

so ergab sich für den Multiplikationsfaktor  $K = \frac{\ln \alpha}{\ln \alpha_0}$  der Wert  $K = 4,65$ . Der Durchsatz, d. h. die zeitlich zugeführte Menge an  $UF_6$ , steigt erheblich mit der Umfangsgeschwindigkeit des Rotors an. Als Trennvermögen  $\delta U$  definiert Cohen  $\delta U = G \frac{(C_L - 1) \ln C_L}{C_L + 1}$

$G$  = Molenstrom durch Zentrifuge

$C_L = \frac{(U^{235}/U^{238}) \text{ angereichert}}{(U^{235}/U^{238}) \text{ normal}}$

Diese Gleichung vereinfacht sich für  $C_L - 1 \ll 1$  zu  $\delta U = \frac{\dot{G}}{2} (C_L - 1)^2$ .

Um die Wirtschaftlichkeit verschiedener Verfahren miteinander vergleichen zu können, leitet E. W. Becker aus der Kaskadentheorie folgende Größen ab:

1.  $\xi$  = spezifische Investition = Herstellungskosten eines Trennelements/ $\delta U$

2.  $\zeta$  = spezifischer Aufwand = Energieverbrauch/ $\delta U$ .

Für diese Größen ergaben sich die Werte  $\xi = 2500 \frac{\$ \cdot a}{kg UF_6}$   
 $\zeta = 15000 \frac{kWh}{kg UF_6}$

Da das Trennvermögen praktisch proportional der Länge des Rotors steigt, sich dagegen Herstellungskosten, und Energieverbrauch nur unbedeutend mit einer Verlängerung ändern, werden die Aufwandsgrößen  $\xi$  und  $\zeta$  mit einer Rotorverlängerung proportional  $1/L$  abfallen. Die Tabelle zeigt den Vergleich der zu erwartenden, außerordentlich niedrigen Aufwandgrößen mit den bei der Diffusionsmethode gemessenen.

	Zentrifuge		Diffusion
	L = 1,2 m	L = 3,5 m	
$\xi$	3580	1230	9000
$\zeta$	1470	500	560

Das neue Verfahren gestattet eine Anreicherung auf 2 % in zwei Schritten, dabei wird das Material zu mehr als 50 % ausgeschöpft.

W. HERZOG und A. KLEMM, Mainz: *Isotopen-Anreicherung beim Chlor durch Ionenwanderung in geschmolzenem Thallium(I)-chlorid* (vorgetr. von W. Herzog).

Untersuchungen an acht geschmolzenen Halogeniden ergaben, daß der Beweglichkeitsunterschied der Chlor-Isotope im geschmolzenen Thallium(I)-chlorid besonders groß ist. In einer Elektrolysezelle aus Supremaxglas wurde zwischen einer Wolfram-Kathode und einer Anode aus geschmolzenem Ti-Metall  $TiCl_4$  elektrolysiert. Dabei entsteht an der Anode durch Reaktion von Cl mit Ti  $TiCl_3$ .

Im Trennrohr wird infolge der großen Stromdichte (6 A/cm<sup>2</sup>) eine Relativgeschwindigkeit der Cl-Ionen gegenüber den Ti-Ionen von 2,2 m/Tag aufrechterhalten. Durch spezielle Formgebung der Apparatur kommen die Cl-Ionen zum Stehen, während die Ti-Ionen nach oben wandern. Dabei reichern sich die leichten Cl-Isotope an der Grenzfläche Metall/Chlorid an, die Anreicherung setzt sich ins Trennrohr hinein fort. Da durch ein Diaphragma Konvektionsvorgänge vollständig unterbunden werden, wird die Verbreiterung der Anreicherungszone hauptsächlich durch Diffusion bedingt. Bei Kenntnis der effektiven Diffusionskonstante läßt sich errechnen, daß beispielsweise bei einem 30 cm langen Rohr nach 34 Tagen angereichertes Gemisch am oberen Ende austritt, danach verläuft der Versuch stationär. Große Anreicherung erreicht man, indem man in ein derartiges Rohr das an der Kathode abgeschiedene Material an der Anode wieder zusetzt.

Es gelang, innerhalb von 26 Tagen eine Probe von 570 mg  $TiCl_3$  bis zu einem <sup>35</sup>Cl-Gehalt von 98,4 % (statt 75,4 % in der natürlichen Zusammensetzung) anzureichern, also mit einem Trennfaktor von etwa 20.

Die Isotopenhäufigkeiten der angereicherten Proben wurden sowohl radiometrisch durch Neutronenaktivierung (Fehlergrenzen 2 %) bestimmt wie auch durch massenspektrometrische Messungen (Fehler 5 %).

Zur Aktivierungsanalyse wurde  $AgCl$  mit thermischen Neutronen beschossen, die durch Beschuß von Li oder Be mit 1,2 MeV-Deutronen erzeugt worden waren. Die Bestimmung der Aktivität des aus dem <sup>37</sup>Cl entstehenden <sup>38</sup>Cl (Halbwertszeit 37,3 min) ermöglichte es, den <sup>37</sup>Cl-Gehalt der Probe auf 2 % genau zu ermitteln.

Zur massenspektrometrischen Analyse wurde das Chlor aus den  $AgCl$ -Proben in Methylchlorid überführt (nach Reduktion

des  $AgCl$  in  $H_2$ , Absorption des  $HCl$ -Gases in  $NH_4Cl$ , Eindampfen der Lösung, Versetzung mit einem Gemisch von Methylalkohol und  $H_2SO_4$  im Vakuum, schließlich durch Erhitzen mit UR-Licht auf etwa 50 °C), im Trockeneis-Spiritus-Gemisch gekühlt und destilliert.

Der Trennfaktor konnte auf 5 %<sub>00</sub> genau bestimmt werden. Der Beweglichkeitsunterschied der Cl-Isotope wurde im Temperaturintervall 560 ° bis 730 °C in Abhängigkeit von der Temperatur verfolgt. Dabei ergab sich ein negativer Temperaturkoeffizient von 21 % pro 100 °C.

A. KLEMM und E. U. MONSE, Mainz: *Die Beweglichkeit von <sup>6</sup>Li, <sup>7</sup>Li und Pb in geschmolzenen LiCl-PbCl<sub>2</sub>-Gemischen* (vorgetr. von E. U. Monse).

Auf Grund elektrolytischer Ionenwanderung in geschmolzenen Salzen wurden erstmalig die Li-Isotope in LiCl getrennt. Trennversuche, die etwa 5 Tage liefen, ergaben einige 100 mg LiCl, die um den Faktor 200 an <sup>6</sup>Li abgereichert waren. Um die Wechselwirkung der Isotope zu untersuchen, wurde dem LiCl  $PbCl_2$  beigemischt und der Trennvorgang bei zunehmender Verdünnung des LiCl studiert. Die Bestimmung des relativen Beweglichkeitsunterschiedes der Isotope in der Salzmischung gelang in zwei Schritten, nämlich der Bestimmung der Beweglichkeit der Li-Atome und der der Beweglichkeitsdifferenz der Isotope in der Mischung.

Die Differenz der Beweglichkeiten von <sup>6</sup>Li und <sup>7</sup>Li wurde über die Isotopenanalyse des in der Mischung enthaltenen Lithiums nach Stromdurchgang ermittelt: Befinden sich in einem U-Rohr in Richtung Anode-Kathode anfangs Schmelzen von  $PbCl_2$ ,  $PbCl_2/LiCl$ , LiCl im hydrostatischen Gleichgewicht, so scheidet sich bei Anlegen einer Gleichspannung Chlor an der Anode ab, während die Metallionen zur Kathode wandern. Dabei reichern sich wegen der kleineren Beweglichkeit die schweren Li-Isotope an der Grenze zwischen  $PbCl_2$  und Mischung an. Um während des 12-stündigen Versuchs eine Verschiebung dieser Grenzen zu vermeiden und trotz der Entmischung Konstanz der Zusammensetzung zu wahren, mußte von Zeit zu Zeit etwas Mischung neu zugefügt werden. Zur Vermeidung von thermischer Konvektion wurde Zirkonsand als Diaphragma benutzt. Die Beweglichkeitsdifferenz der Isotope wurde aus der durchgegangenen Elektrizitätsmenge und der <sup>7</sup>Li-Anreicherung ermittelt. Letztere ließ sich durch Szintillationszählung der bei dem Prozeß <sup>6</sup>Li(n,α)<sup>3</sup>H entstehenden α- und T-Teilchen messen. Ergebnisse: 1. Ausgleich der Beweglichkeit im Bereich mittlerer Konzentration der Salze, 2. starker Anstieg der Beweglichkeit der in großer Verdünnung vorliegenden Komponente. Zu einem qualitativen Verständnis führt die Vorstellung von der Schmelze als einem Gefüge von Kristalliten, zwischen denen sich Zonen großer Unordnung befinden. Bei großer Verdünnung werden sich die Li-Ionen auf Fehlordnungsplätzen aufhalten, wo sie beweglicher sind, als wenn sie in Kristalliten fest gebunden wären. Mit dem Platzwechselmodell für Ionenwanderung in festen Kristallen läßt sich auch die Erhöhung des Elementareffekts mit der Verdünnung verstehen. Während normalerweise die maßgebenden Schwingungen im Verband mehrerer Li-Atome stattfinden, tritt bei großer Verdünnung weitgehend Entkoppelung ein. Die Platzwechselfrequenz ist bei großer Verdünnung in guter Näherung umgekehrt proportional der Wurzel aus der Masse der Li-Atome. Daher macht sich wegen des großen relativen Massenunterschieds der Isotopieeffekt stark bemerkbar. Bei vollständiger Entkoppelung sollte sich eine Beweglichkeitsdifferenz von 7 % ergeben, sie wurde jedoch nur zu maximal 4,5 % gemessen.

B. RAJEWSKY, Frankfurt/M.: *Zur natürlichen Radioaktivität des menschlichen Körpers*.

Während die natürliche Strahlenbelastung etwa 150 mr/a beträgt, ist die höchstzulässige Dosis für einen mit strahlender Materie arbeitenden Menschen z. Zt. zu 15000 mr/a festgesetzt, also dem 10<sup>2</sup>-fachen. Es wird nun international die Herabsetzung auf 30 mr/Woche = 1500 mr/a vorgeschlagen. Die Festlegung der bisherigen Normen

$$\left\{ \begin{array}{l} 1950: 0,25 \text{ r/d somatisch; } 0,025 \text{ r/d genetisch} \\ 1956: 0,03 \text{ r/d somatisch; } 0,003 \text{ r/d genetisch} \end{array} \right\}$$

basiert auf sehr pauschalen Untersuchungen. Um die Strahlenbelastung zu erfassen, muß man zwischen Außeneinflüssen und der im Körper vorhandenen Aktivität unterscheiden.

Eigene Messungen lassen auf einen durchschnittlichen Gehalt von  $2,3 \cdot 10^{-10}$  g Ra-Em im gesamten Körper schließen. Die radioaktive Ablagerung in Abhängigkeit vom Lebensalter wurde verfolgt. Danach beginnt die Radium-Zufuhr (maximale Ablagerung in den Knochen) bereits im Mutterleib, wird durch Luft, Wasser und Nahrung später erhöht und erreicht einen Sättigungswert nach etwa 30 Jahren. Große individuelle Schwankungen, die auf

Umwelt sowie Veranlagung zurückzuführen sind, verstehen sich von selbst. Große Schwankungen des Ra-Gehalts von Wasser verschiedener Quellen (Vergleichszahlen 0,7–1000) wurden festgestellt. Bei jahrelangem Genuß des am stärksten Ra-haltigen Wassers bleibt die Strahlungsbelastung noch unterhalb der momentanen zulässigen Maximaldosis, was jedoch nicht mehr gilt, wenn die vorgeschlagene Herabsetzung der Toleranzdosis auf 30 mr/Woche durchgesetzt ist. Entstehung von Kropf und Kehlkropfkrebs in Gebieten stark Ra-haltigen Wassers konnten nicht mit Sicherheit auf Strahleneinwirkung zurückgeführt werden, da die äußerst kostspieligen Erhebungen noch nicht in genügendem Umfang möglich waren.

**H. KLUMB und G. SCHOLLMAYER**, Mainz: *Über Untersuchungen zum Nachweis langlebiger radioaktiver Verunreinigungen der Luft im Mainzer Raum* (vorgetr. von G. Schollmayer).

Es sollte der Gehalt der Luft an radioaktiven Substanzen festgestellt werden. Die Luft wurde an verschiedenen Stellen des Mainzer Raumes gefiltert und die vom Filter ausgehende Strahlung im Meßfensterzählrohr registriert. Als Filter wurden asbesthaltige Schwebstofffilter (170–175 g/m<sup>2</sup>) verwandt mit einer Saugfläche von 12 cm<sup>2</sup> und einem Durchsatz von 3,8 m<sup>3</sup>/h. Durch Analyse des Impulszahl-Zeit-Diagramms läßt sich der Anteil der kurzlebigen Strahlung trennen von dem Anteil der langlebigen, der seinerseits Rückschlüsse auf Atombombenversuche zuläßt. Die Überlagerung der verschiedenen Zerfallskurven bestätigt ein Zerfallsgesetz der Form  $\Lambda = A_0 t^{-(1+x)}$  mit  $x \approx 0,1$ , d. h.  $\frac{1}{\Lambda}$  etwa proportional  $t$ . Trägt man also  $1/\Lambda \left( \frac{\text{min}}{\text{Impuls}} \right)$  gegen die Zeit  $t$  auf, so erhält man durch Extrapolation auf  $1/\Lambda \rightarrow 0$  den Explosionszeitpunkt. Eine Atombombenexplosion am 31. 8. 1956 konnte auf diese Weise aus Messungen vom 2. 9. bis 19. 10. 1956 belegt werden. Auffällig war allgemein ein rasches Absinken der Aktivität bei und nach Niederschlägen.

Neben der Filtermethode wurde auf seine Brauchbarkeit zu derartigen Messungen auch der Zentrifugalabscheider untersucht, in dem zusammen mit den Aerosolpartikeln auch radioaktive Substanzen abgelagert werden. Dem Wirkungsgrad nach zeigte sich jedoch die Filtermethode überlegen.

**B. RAJEWSKY und H. MERGLER**, Frankfurt/Main: *Biophysikalische Untersuchungen mit sehr weichen Röntgenstrahlen (Mikroradiographie)* (vorgetr. von H. Mergler).

Ihre spezifische Absorption haben Gewebe im Gebiet weicher Röntgenstrahlung von etwa 1240 V. Mikroradiographie mit Röntgenstrahlen wird bereits seit 20 bis 30 Jahren in Frankreich und Schweden, England und USA ausgeführt, jedoch wurde stets mit 3 kV-Strahlung gearbeitet, während die K-Absorptionskanten der in Geweben enthaltenen Stoffe bei 1000 bis hinab zu einigen 100 V liegen. Vor einiger Zeit wurde zwar in USA eine Röhre entwickelt, bei der die Strahlung durch ein Be-Fenster austritt, doch liefert auch diese noch zu harte Strahlung.

Es wurde nun eine Weichstrahl-Röntgenröhre entwickelt, die statt eines Diaphragmas eine dynamische Druckstufe enthält. Durch Verwendung einer Oxyd-Kathode kann man bei Aufheizung auf 1000 °K eine Stromdichte von 1 A/cm<sup>2</sup> erzeugen, während eine blanke Wolfram-Kathode bei Aufheizung auf 2400 °K nur 0,2 A/cm<sup>2</sup> liefert. Das Energiemaximum der Temperaturstrahlung liegt bei 0,9  $\mu$ , also in einem photographisch unwirksamen Wellenlängenbereich, der Anteil der Strahlung, der unter 720 m $\mu$  liegt, liefert eine Photowirkung von weniger als 1%, so daß durch die Temperaturstrahlung keine Schwärzung der Photoplatte zu befürchten ist. Um hohes Auflösungsvermögen zu bekommen, wurde mit Lippmann-Schichten gearbeitet, deren Empfindlichkeit allerdings nur etwa ein Tausendstel der eines Röntgenschirmes ist. Der Auflösungsabstand war etwa 0,5  $\mu$ , wegen der langen Belichtungszeit war der Fokus recht unscharf. Es waren Vergrößerungen 1:10<sup>4</sup> möglich, so daß man einen Einblick in den Mechanismus des Zellstoffwechsels gewinnen konnte. Auffallend war, daß Zellkerne die Strahlung weniger absorbierten als das Protoplasma. Untersuchungen der Epiphysenfuge rachitischer Ratten zeigten, daß S und P fehlten.

**G. POPP und W. WALCHER**, Marburg-L.: *Ein Ionen-Emissionsmikroskop zur Untersuchung der Alkali-Verteilung in biologischen Geweben* (vorgetr. von W. Walcher).

Es ist von physiologischem Interesse, Verteilung und Konzentration der Alkali- und Erdalkalisalze im Zellgewebe zu kennen. Wird ein in Paraffin eingebetteter Gewebeschnitt auf einen Wolfram- oder Nickel-Zylinder gelegt, so wird bei Aufheizung infolge des Langmuir-Effektes zunächst vorwiegend Kalium, dann Natrium emittiert. Um von der emittierenden Gewebeoberfläche durch ionenoptische Abbildung ein vergrößertes Bild auf einen

Leuchtschirm oder eine Photoplatte zu bekommen, ist es erforderlich, daß 1. die Ionenstromdichte zur Erzeugung eines so hellen Leuchtschirmbildes ausreicht, daß die Helligkeit zur Scharfstellung des Bildes genügt, bzw. 2. daß sie ausreicht, um eine Photoplatte zu schwärzen.

Nimmt man die Flächenbelegung zu 5·10<sup>16</sup> Na-Atome/cm<sup>2</sup> an, und setzt man voraus, daß etwa 20 % der Atome ionisiert werden, so erhält man eine Ionenbelegung bei 100facher Vergrößerung von rund 10<sup>12</sup> Ionen/cm<sup>2</sup>, das sollte nach Untersuchungen von Briz bzw. Hanle und Rau genügen, um die Forderungen zu erfüllen. Eine massenspektrometrische Voruntersuchung bestätigte diese Erwartung. Es wurde nun ein Ionenmikroskop entwickelt mit einem elektrostatischen Immersionsobjektiv, das Vergrößerungen von 60 bis 120 gestattet. Der in 67 cm Abstand von der Anode angebrachte Leuchtschirm ist in Aufsicht zu beobachten.

Untersuchungen von 10  $\mu$  dicken Schnitten einer Goldhamster-niere zeigten, daß die Leuchtschirmhelligkeiten für die Scharfeinstellung ausreichten, während genügende Schwärzung der Photoplatte erst nach deren Bedeckung mit einem dünnen Ölfilm möglich wurde. Offenbar absorbiert die Gelatineschicht das im Öl ausgelöste Fluoreszenzlicht weniger als die Ionen, so daß dieses die Photoschicht schwärzt. Der Auflösungsabstand ergab sich zu mindestens 500 nm bei einer Anodentemperatur von rund 600 °C.

Die Ionenoptischen Bilder zeigen eindeutig, daß das Kalium in den Zellwänden lokalisiert ist, während das Natrium seinen Sitz im Zellraum hat.

**H. VOSHAGE und H. HINTENBERGER**, Mainz: *Eine thermische Ionenquelle mit reproduzierbarer Ionenausbeute für Analysenzwecke* (vorgetr. von H. Voshage).

Die massenspektrometrischen Methoden zur chemischen Analyse leicht flüchtiger organischer Verbindungen lassen sich nicht auf feste Substanzen anwenden, da diese fraktioniert verdampfen. Die Probe wird daher vollständig – ohne Rückstand – verdampft; dabei werden alle Ionenströme registriert. Integration der Ionenstrom-Zeit-Kurven ergibt die gesamte am Kollektor aufgefangene Ladung jeder Ionensorte, d. h. ein integriertes Massenspektrum, das für die Zusammensetzung der Festkörperprobe charakteristisch sein sollte. Durch Vergleich der integrierten Spektren der zu analysierenden und einer Probe bekannter Zusammensetzung gewinnt man unter gewissen Voraussetzungen quantitative Aussagen, und zwar über extrem kleine Mengen (10<sup>-8</sup> bis 10<sup>-12</sup> g).

Bei einer Probe von 5·10<sup>-8</sup> g Sr konnte eine Stunde lang ein Ionenstrom von 10<sup>-12</sup> A gemessen werden, trotz der geringen Ausbeute von nur 8·10<sup>-5</sup>. Eine bessere Ausbeute sowie bessere Reproduzierbarkeit gewährt die von Hintenberger und Lang beschriebene technisch vervollkommnete Quelle, die besonders den Umstand berücksichtigt, daß man den Verdampfungsraum auf über 1000 °C erhitzen muß, um die Probe schnell und restlos zu verdampfen. Die Probe wird durch 900 V-Elektronen intensiv erhitzt. Die Schaltung ermöglicht die Einstellung eines konstanten, feinsteuerbaren und elektronisch stabilisierten Elektronenbeschußstromes bis zu etwa 50 mA.

Große Fehlerquellen liegen in der schwierigen Handhabung der extrem kleinen Substanzmengen außerhalb des Spektrometers. Sobald diese Schwierigkeiten überwunden sein werden, ermöglicht es die Methode, Alkali-Mengen bis herab zu 10<sup>-12</sup> g auf etwa  $\pm 20\%$  genau durch einen Verdampfungsversuch zu bestimmen. Bei Verwendung von Sekundärelektronenvervielfachern ließen sich sogar noch kleinere Substanzmengen erfassen.

**H. KLUMB und R. DAUSCHER**, Mainz: *Untersuchungen über den Durchgang von Gasen und Dämpfen durch Kunststoff-Folien* (vorgetr. von R. Dauscher).

Läßt man aus einer Gasdruckkammer das Gas durch die zu untersuchende Kunststoff-Folie in eine Niederdruckzelle diffundieren, so lassen sich Permeations- und Diffusionskonstante (die einander proportional sind) aus dem gemessenen Druckanstieg – Zeit – Diagramm bestimmen. Aus dem für größere Zeiten, d. h. nach dem Anlaufvorgang, auftretenden linearen Teil der Kurve läßt sich nämlich durch lineare Extrapolation sofort das Korrekturglied bestimmen, das in der Lösung des zweiten Fickschen Gesetzes auftritt, und das die Diffusionskonstante als Faktor enthält. Es wurde die Diffusion von H<sub>2</sub>, He, O<sub>2</sub> und N<sub>2</sub> durch Folien aus den drei Kunststoffen „Mylar“, „Mipolam“ und „Hostaphan“ untersucht. Während die Permeationskurven von H<sub>2</sub> und He durch die drei Kunststoffe den nach dem zweiten Fickschen Gesetz zu erwartenden Verlauf zeigen, weisen die Kurven für O<sub>2</sub>- und N<sub>2</sub>-Diffusion durch „Mylar“ und „Hostaphan“ im linearen Kurvenanteil einen Knick auf, nach welchem sich die Kurve wieder linear, jedoch mit geringerer Steigung fortsetzt. Der Effekt ist reproduzierbar. Die Lage des Knicks in Abhängigkeit von der Foliendicke  $d$  und dem Druck  $p$  in der Meßzelle wurde untersucht. Danach liegen die Grö-

Ben ( $\frac{p}{d} \cdot \text{Zeit}$ ) für die gesamten Stoffe dicht beieinander. Nach Überschreiten des Knicks setzt sich der lineare Verlauf bei allen Kurven über einige Stunden fort.

Für „Mipolam“ zeigte  $O_2$  ein ähnliches Verhalten, während hier  $N_2$  den normalen Kurvenverlauf ergab.

Aus den beiden linearen Anteilen der Druckanstiegskurven erhält man zwei Permeationskonstanten, die sich um einen Faktor 2 bis 3 unterscheiden.

Die Erscheinung deutet auf einen Sorptionseffekt in oder auf der Oberfläche der Folie hin.

**H. POPPA, Mosbach und Gießen: Elementarvorgänge beim Polieren von Glas.**

Es wurde der technische Elementarvorgang im Übergangsbereich von Licht- und Elektronenmikroskop verfolgt. Die entwickelte Methode gestattet es, die gleiche Stelle des Präparates immer wieder auf den Schirm des Elektronenmikroskopes zu bringen („Zielpreparationsmethode“) und so die Veränderung bestimmter Oberflächenstrukturen während des Polierprozesses zu beobachten. Untersucht wurden neun Gläser, deren eine Gruppe chemisch stark, die andere nicht angreifbar (Tafelglas) war und daher auch im Gegensatz zur ersten Gruppe keinerlei Zuschmierungen im Verlauf des Prozesses zeigte. Die Abtragung der Oberflächenschicht wurde teilweise mittels eines Interferenzmikroskops durch Tiefenmessungen verfolgt, teils auf Grund von Abschätzungen aus der Schattenlänge bei bekanntem Verdampfungswinkel.

Bei dem chemisch empfindlichen SK-16-Glas erschienen die Poliergrübchen mit Abbauprodukten ausgefüllt, was sich darin zeigte, daß bei Ätzung neue Risse in großer Zahl auftraten, die als nur zugeschmierte, aber bereits vorher vorhandene Poliergrübchen zu deuten waren. Auch körnige Auslegungen der Grübchen verschwanden bei Ätzung mit HCl. Der primäre Prozeß ist nach dem Ergebnis der Untersuchungen offenbar eine reine Abtragung. Die Auslegung und Verschmierung der Poliergrübchen ruft dann einen mikroskopischen Glättungseffekt hervor. Um zu zeigen, daß das Wasser wesentlich bei der Bildung der Verschmierungsschichten ist, wurde ein Glas trocken poliert; es war weder ausgeglichen noch verschmiert.

**F. W. GECK, Gießen: Absorptionsspektren von NaCl und NaCl/AgCl nach Elektronenbestrahlung.**

NaCl- und NaCl/AgCl-Mischkristalle wurden zwischen  $-170^\circ\text{C}$  bis  $+200^\circ\text{C}$  mit Elektronen beschossen und dann bei Zimmertemperatur die Absorptionsspektren gemessen. Diese zeigten neben den Absorptionsbanden, die auch durch Röntgenbestrahlung hervorgerufen werden, zusätzliche Banden, die sonst nur bei additiver Verfärbung im Na-Dampf entstehen. In den nach Elektronenbeschuß bei  $-170^\circ\text{C}$  bzw. bei  $+25^\circ\text{C}$  aufgenommenen Absorptionsspektren des reinen NaCl fällt auf, daß die R- und M-Banden bei 6100 bzw. 7400 Å wesentlich stärker herauskommen als nach Röntgenbestrahlung. Neben der allgemein stärkeren Verfärbung bei der höheren Temperatur tritt neben der  $F_1$ -Bande bei 3800 Å eine neue Absorption  $F_0$  auf, die sich auch bei Elektronenbestrahlung bei  $-170^\circ\text{C}$  noch nicht zeigt. Bei  $+150^\circ\text{C}$  ist die  $F_1$ - auf Kosten der  $F_0$ -Bande völlig verschwunden.

Bei Bestrahlung von NaCl bei  $+150^\circ\text{C}$  erscheint bei 6100 Å an Stelle von R- und M-Bande eine offenbar durch Überlagerung beider zu erklärende (Seitz) neue Bande, die von additiv verfärbten Kristallen her als R'-Bande bekannt ist. Der Kristall ist tiefblau. Bei Erwärmung auf  $330^\circ\text{C}$  schlägt die Farbe nach Violett um, die R'-Bande verschwindet. Stattdessen taucht bei 5700 Å eine relativ scharfe Bande  $K_1$  auf, die ebenfalls von additiver Verfärbung her bekannt ist und durch kleinste Na-Kolloide mit metallischer Bindung hervorgerufen wird. Ihre Lage ist nach der Mieschen Theorie recht genau berechenbar. Zusammen mit der Kolloid-Bande  $K_1$  ist knapp unterhalb 2000 Å eine weitere Absorption zu beobachten, die als Störung der Grundgitterabsorption des NaCl bei Anwesenheit von kolloidalem Na gedeutet werden kann. Mit steigender Temperatur lagern sich die kleinen Kolloide zu größeren Aggregaten zusammen, die neben der schwächer werdenden  $K_1$ -Bande eine neue Bande bei 6300 Å ( $K_2$ ) bewirken. Oberhalb 6500 Å bleicht der Kristall völlig aus.

Ähnliche Versuche an Mischkristallen NaCl/AgCl mit 4,3 % AgCl ergaben, bei  $-170^\circ\text{C}$  bestrahlt, eine relativ zum reinen NaCl sehr geringe Verfärbung. Bei Zimmertemperatur spielte eine ähnliche Rolle wie beim reinen NaCl die  $F_1$ -Bande hier eine neue Bande  $E_1$  bei 3900 Å. Bei Bestrahlung bei  $+150^\circ\text{C}$  tritt starke Verfärbung ein, es erscheint eine breite neue Bande (G), die mit der R'-Bande des reinen NaCl in Analogie zu setzen ist, außerdem eine der  $F_0$ -Bande entsprechende  $E_0$ -Bande. Die dunkelrote Farbe eines solchen Kristalls schlägt bei Temperatur auf  $480^\circ\text{C}$  plötzlich in Gelb um, es tritt eine scharfe Bande bei 4325 Å auf, die auf kleinste Ag-Kolloide zurückzuführen ist, und deren Lage sich ebenfalls aus der Mieschen Theorie ergibt. [VB 915]

## Nordwestdeutsche Physikalische Gesellschaft

Münster, 24.–27. April 1957

Aus den Vorträgen:

**W. PITSCH, Düsseldorf: Übermikroskopische Beobachtungen an dünnen Eisenschichten.**

In dünnen, bei Raumtemperatur auf Kollodium aufgedampften und nach dem Ablösen bei etwa  $600^\circ\text{C}$  geglühten Eisenschichten findet eine Sammelkristallisation statt, bei der sich mit zunehmender Schichtdicke einzelne Tropfenkristalle, längere Kristallketten oder geschlossene Kristallschichten bilden. Bei dieser Glühtemperatur sind die entstandenen Kristalle noch so dünn, daß sie von 80 kV-Elektronen gut durchstrahlt werden. Daher können Korngrenzenstrukturen unmittelbar beobachtet und in einzelnen Fällen mit Versetzungsanordnungen in Verbindung gebracht werden.

**H.-G. NÖLLER und W. BÄCHLER, Köln: Fraktionierung und Entgasung in Öldiffusionspumpen zur Erreichung extrem niedriger Totaldrucke.**

Der Trenngrad der Fraktioniereinrichtung wurde bei verschiedenen geometrischen Anordnungen des Siedekessels gemessen. Hierzu wurde eine Mischung von Tetrachlordiphenyl und Mineralöl verwendet. Die Konzentration des leichtflüchtigen Tetrachlordiphenyls in den drei Stufen der Pumpe wurde refraktometrisch bestimmt. Der Einfluß des Trenngrades sowie einer zusätzlichen Reinigung des Treibmittels durch Entgasen auf das Endvakuum wurde ermittelt. Eine wirksame Entgasung gelingt in einer Pumpe, bei der das an den Wänden herablaufende Kondensat vor Erreichen des Siederaumes wieder aufgeheizt wird. Es ergibt sich, daß eine wirksame Fraktionierung und eine gute Entgasung stattfinden muß, um sowohl mit chemisch einheitlichen Treibmitteln (z. B. Narcoil 40) als auch mit Mineralölgemischen (z. B. Öl K) Totaldrucke von etwa  $10^{-7}$  Torr zu erreichen. Bei besonderen Vorsichtsmaßnahmen (sorgfältige Reinigung des Rezipienten, Vermeidung der üblichen Gummi- oder Kunststoffdichtungen) erreicht man wesentlich niedrigere Drucke. Auf diese Weise wurde bei Verwendung von Aluminium-Dichtringen und leitungswassergekühltem Ölfänger (Baffle) ein Totaldruck von  $3 \cdot 10^{-8}$  Torr gemessen (luftgeechtes Ionisationsmanometer).

**R. MATEJEC, Leverkusen: Leitfähigkeitsmessungen an Halogensilberkristallen.**

Es wurde die elektrische Störleitung von verschiedenen vorbehandelten, reinen oder auch mit definierten Fremdstoffzusätzen versehenen Einkristallen zwischen  $-183^\circ\text{C}$  und  $+20^\circ\text{C}$  untersucht. Wenn man den Logarithmus der gemessenen Leitfähigkeit gegen  $1/T$  aufträgt, so erhält man eine Störleitungskurve, welche man in eine Reihe von geradlinigen Teilkurven zerlegen kann; eine dieser Teilgeraden konnte der Wanderung der Silberionen-Lücken ( $\text{Ag}_i^-$ ), eine andere der Wanderung der Zwischengitter-Silberionen ( $\text{Ag}_i^+$ ) zugeordnet werden. Die Neigung der einzelnen Teilgeraden ergibt direkt die für die Wanderung der entsprechenden Störstellenorte erforderliche Aktivierungsenergie, während die Absolutlage der Teilgeraden ein Maß für die entsprechende Störstellenkonzentration ist. Man hat damit eine elegante Methode, Änderungen der ( $\text{Ag}_i^-$ )- und der ( $\text{Ag}_i^+$ )-Konzentrationen in den Halogensilber-Kristallen durch photochemische Reaktionen, durch Fremdstoffzusätze usw. zu untersuchen sowie auch die Einstellung von Fehlordnungsgleichgewichten, an denen die Störstellen  $\text{Ag}_i^+$  und  $\text{Ag}_i^-$  beteiligt sind, zu verfolgen.

Daneben konnten noch geradlinige Teilkurven gefunden werden, welche elektronischen Störtermen zuzuordnen sind (Störterme, welche erst durch Belichtung mit Elektronen besetzt werden und auch solche, die durch Einbau von  $S^{2-}$ -Ionen im Kristall entstehen). Es wurde ferner nachgewiesen, daß aus dem Halogensilber-Kristall Zwischengitter-Silberionen an Silber-Keimen adsorbiert werden, und daß beim photographischen Elementarprozeß die im Halogensilber-Kristall gebildeten Photoelektronen praktisch nur mit solchen an  $\text{Ag}$ -,  $\text{Ag}/\text{Ag}_2\text{S}$ - und  $\text{Au}$ -Reifkeimen adsorbierten Silberionen unter Silber-Bildung kombinieren können.

Außerdem wurde für Halogensilber-Kristalle, die sich im Kontakt mit einer wäßrigen Lösungsphase befinden, ein Gleichgewicht zwischen der Konzentration der Zwischengitter-Silberionen im Kristall und der Konzentration der in der wäßrigen Phase gelösten Silber-Ionen nachgewiesen.

**A. HINZPETER, Hannover: Meßverfahren für die Radioaktivität von Niederschlägen mit Ionenaustauscher.**

Zur Überwachung der atmosphärischen Radioaktivität auf  $^{90}\text{Sr}$  mit normalen Labormitteln (Fensterzählrohr) bietet sich z. Zt. nur die Messung der  $\beta$ -Aktivität und Beobachtung ihrer momentanen Halbwertszeit. Auf Grund der ungestörten Zerfallskurve