

Eisenmeteorite an Ur-Kalium mit normaler Isotopenhäufigkeits-Verteilung äußerst gering ist, kann die Konzentration von etwa 10^{-9} bis 10^{-11} g/g an kosmogenem Kalium einen beträchtlichen Anteil der Gesamtkonzentration an Kalium ausmachen. Die Abtrennung dieser kleinen Mengen K aus einigen Gramm Meteoritensubstanz gelang mit einer Ausbeute von etwa 10 % im Hochvakuum durch fraktionierte Verdampfung aus der Eisenschmelze, wobei ein Teil des Kaliums in Form positiver Ionen frei wird und mit Hilfe eines elektrischen Feldes auf einem hochreinen Platindraht gesammelt wird. Dieser Platindraht dient bei der massenspektrometrischen Isotopenhäufigkeitsanalyse des abgetrennten Kaliums als thermische Oberflächen-Ionenquelle. Wegen der natürlichen Radioaktivität von ^{40}K kann aus dem Massenspektrum des Kaliums (z. B. $^{39}\text{K} = 42,0\%$, $^{40}\text{K} = 18,9\%$, $^{41}\text{K} = 39,1\%$ in einem Meteoriten mit äußerst geringer Konzentration an Ur-Kalium) die Zeitdauer der Einwirkung der kosmischen Strahlung auf den Meteoriten berechnet werden. Diese „ ^{41}K – ^{40}K -Bestrahlungsalter“ liegen für die bisher untersuchten 11 Meteorite zwischen 200 und 1400 Millionen Jahren.

Kurzzeituntersuchungen an Lichtquellen für die Spektralanalyse

H. vom Ende, W.-D. Hagenah und K. Laqua, Dortmund

Zum Studium der durch Funkenentladungen erzeugten Dampfwolken metallischer Elektroden wurden Drehspiegel (bis 40000 U/min) und schnell rotierende Scheiben (bis 12000 U/min) benutzt. Spektrale Zerlegung (Dispersion 10 Å/mm, Lichtstärke 1:6) der Strahlung dieser Dampfwolken erlaubt es, von einzelnen Funken Reihenaufnahmen mit 25 Einzelbildern von je 10 µsec Belichtungszeit im Licht einzelner Spektrallinien oder enger Spektralbereiche zu machen.

Für die Spektralanalyse wichtige Ergebnisse: Dampf aus der Gegenelektrode kann in vielen Fällen den Dampf aus der Analyselektrode aus der Funkenstrecke verdrängen und dadurch die Nachweisempfindlichkeit der Analyse herabsetzen. Impulsentladungen mit konstanter Impulsstromstärke erreichen die Nachweisempfindlichkeit von Wechselstromabreißbögen gleicher Stromstärke erst nach Brennzeiten von 1 bis 5 msec. Das die Nachweisgrenze entscheidend bestimmende Leuchten des kontinuierlichen Untergrundes im Spektrum zeigt eine ähnliche räumliche Verteilung wie die Strahlung der Analyselinien. Daher verspricht eine Ausblendung von Teilen der Funkenstrecke meist keine Verbesserung der Nachweisempfindlichkeit. Die Strahlung der sog. diffusen, schwach verdampfenden Entladung, die besonders in Edelgasatmosphäre neben der normalen kontrahierten verdampfenden Entladung auftritt und oft empfindliche Analysenstörungen verursacht, zeigt eine völlig verschiedene räumliche, zeitliche und spektrale Verteilung. Es ist ein schwaches Leuchten von Dampf des Elektrodenmaterials gleichmäßig über den gesamten Elektrodenzwischenraum zu beobachten, während die Entladung im Gas der Atmosphäre brennt.

Aufdampfen von Eisen durch Elektronenbeschuß und optische Konstanten der Schichten

Gundolf Meyer, Darmstadt

Um eine Verunreinigung durch Tiegel- oder Wendelmaterial zu vermeiden, wird der zu verdampfende Eisenstab lokal durch Elektronenbeschuß erhitzt, während seine Berührungsstelle mit der Halterung erheblich kälter bleibt. Durch geeignete Anordnung gewinnt man eine Fe-Dampfquelle, deren Verdampfungsgeschwindigkeit mit einer Genauigkeit von $\pm 2\%$ konstant gehalten und mit gleicher Genauigkeit reproduzierbar eingestellt werden kann. Folgende Daten der Anordnung haben sich bewährt: Durchmesser des Eisenstabes: 6 mm; Abstand Heizwendel-Stab: 10 mm; Elektronenstrom: 120 mA; Beschleunigungsspannung: 1,2 kV. Man erhält bei

einem Abstand von 7 cm zwischen Aufdampfquelle und Auffänger eine Kondensationsgeschwindigkeit von ca. 1000 Å/min.

Nach der Methode von *Drude* wurden optische Konstanten ($\bar{n}^2 = (k^2 - n^2) + i2nk$) an so hergestellten opaken Schichten (Dicke 1000 Å) gemessen. Die Wellenlänge des Lichts betrug 589 mµ. Die optischen Konstanten dieser Schichten, deren Herstellungsbedingungen konstant gehalten wurden, sind gut reproduzierbar. Man erhält Streuungen von weniger als 1 %. Durch optische Messungen an der wachsenden Schicht während des Dampfens können Fehlmessungen durch Deckschichten ausgeschlossen werden. Nach Ende der Kondensation sind Deckschichten, die sich durch Reaktion mit dem Restgas im Vakuumbehälter (Druck 10^{-6} Torr) bilden könnten, im Mittel dünner als eine Atomlage. Bei Variation der Schichtdicke von 1000 auf 9000 Å nimmt die Größe $2nk$ auf die Hälfte ab, $k^2 - n^2$ bleibt konstant. Die Ursache dieser Änderung ist noch nicht bekannt. Beim Tempern einer 1000 Å dicken Schicht nehmen die optischen Konstanten im Bereich 200 bis 400 °C mit der Temperatur stark zu. Diese Änderungen werden auf die Ausheilung von Gitterstörungen zurückgeführt.

Hochauflösende Fixierung elektronenoptischer Bilder durch Vernetzung organischer Substanzen

L. Binkle und H. Hamisch, Berlin-Charlottenburg

Die Änderung der Löslichkeit eines Lackes durch Elektronenbeschuß wird ausgenutzt, um die Intensitätsverteilung in der Bildebene einer elektronenoptischen Anordnung zu fixieren[1]. Man beobachtet das erhaltene Lackrelief (mit monochromatischem Licht) im Auflichtmikroskop, um die Kornlosigkeit der Platte ausnutzen zu können. Durch Interferenz des an Lackober- und -unterseite reflektierten Lichtes werden die Dickenunterschiede der Lackschicht als Intensitätsunterschiede beobachtbar. Im Interesse eines großen Kontrastumfanges müssen die reflektierten Anteile möglichst genau gleich groß sein. Mit Hilfe einer dünnen Chromschicht (≈ 40 Å) auf dem Glaträger unter der Lackschicht wurde dies in dem Maße erreicht, daß die Kontrastabschwächung nur noch durch das Streulicht des Mikroskops bestimmt ist.

Für eine hohe Empfindlichkeit der Lackplatten ist ein geringer Energiebedarf pro Vernetzung und ein großes Molekulargewicht zu verlangen. Hohe Auflösung wird dagegen nur bei relativ kleinen Molekülen erreicht, die eine geringe Quellung im Lösungsmittel ergeben. Eine systematische Untersuchung verschiedener Lacke ergab, daß beide Forderungen am besten bei Verwendung höherer ungesättigter Fettsäureglyceride erfüllt werden können. Die mit dimerem Eläostearinsäureglycerid hergestellten Lackplatten ergaben gegenüber dem früher verwandten Alkydal V 631 eine Verkleinerung der Bildpunktarbeit um etwa zwei Größenordnungen auf $3,5 \cdot 10^{-12}$ Ws bei 40-keV-Elektronen. Dieser Wert liegt in der Größenordnung üblicher photographischer Platten.

Einer bequemen Anwendung des Verfahrens steht bisher die schnelle Vernetzung des Lackes an Luft entgegen. Der Zusatz von Hydrochinon (1,5 %) ergab zwar eine kurzzeitige Stabilisierung. Erwünscht wäre jedoch eine Lagerfähigkeit nicht „belichteter“ Platten von wenigstens einigen Wochen.

Ein neues elektrooptisches Verfahren und seine Anwendungen

H. Nassenstein, Leverkusen

In den elektrochemischen Grenzschichten geeigneter Lösungen treten große Änderungen der Konzentration und der optischen Eigenschaften, besonders des Brechungsindex, auf. Man kann somit die elektrochemische Grenzschicht als elektrooptisches Element auffassen und benutzen.

[1] Physik. Verhandlg. 11, 9 [1960].

Es wurde über Versuche berichtet, bei denen die elektrochemischen Grenzschichten an einer stromdurchflossenen Membran in solubilisierten Systemen erzeugt wurden. Die Änderungen des Brechungsindex in der Grenzschicht sind so groß (Größenordnung 0,1), daß ein unter geeigneten Winkeln auf die Membran auftreffendes konvergentes Lichtbündel totalreflektiert wird. Je nach den elektrischen Bedingungen kann es zur Ausbildung einer scharfen Grenzante der Totalreflexion oder auch zu Interferenzerscheinungen kommen. In einem Film wurden einige typische Versuche gezeigt und das erste Modell eines neuartigen Bildwandlers vorgeführt, der nach diesem Verfahren arbeitet.

Gasgehalt und Lumineszenz einer Kavitationsblase

(Modellversuche an Glaskugeln)

Jörg Schmid, Göttingen

Das Leuchten schwingender Kavitationsblasen (die Sonolumineszenz) wird meist als thermische Strahlung von Gasen angesehen, die aus der kavitierten Flüssigkeit in die Blase eindiffundieren und dort bei der Implosion durch adiabatische Kompression bis zur Lichtemission erhitzt werden. Die erreichte Temperatur wird maßgeblich durch Menge und spezifische Wärme des Gases in der Blase bestimmt. Deshalb interessiert der Zusammenhang zwischen Gasgehalt und Lumineszenz. Da bei Ultraschallkavitation der Gasinhalt der Blase nicht gemessen werden kann, wurden Modellversuche mit dünnwandigen Glaskugeln (Christbaumkugeln) angestellt. Die Kugeln (Durchmesser etwa 7 cm) werden in eine Flüssigkeit gebracht, evakuiert, mit einem Füllgas versehen und dann zerschlagen. Im Endstadium der Implosion erfolgt die Lumineszenz. Es wurden Messungen in Glycerin DAB 6 (12 % Wasser) mit verschiedenen Füllgasen ausgeführt; außerdem wurde in verschiedenen Flüssigkeiten mit Luft und Krypton als Füllgas gearbeitet. Der Fülldruck gut leuchtender Kugeln beträgt einige Torr. Mit wachsendem Gasgehalt nimmt im allgem. die Strahlungsstärke der Leuchtimpulse rasch ab. Die Breite der Leuchtimpulse, die bei drei- und mehratomigen Gasen sowie bei sehr niedrigem Gasgehalt der Kugeln unter der Auflösungsgrenze des Oszillographen (20 ns) liegt, wächst bei ein- und zweiatomigen Gasen mit zunehmender Gasmenge auf größenordnungsmäßig 10 μ s (bei 20 bis 30 Torr Fülldruck). Da Helium weniger leuchtet als Krypton, Wasserstoff viel weniger als Luft, muß gefolgert werden, daß die spezifische Wärme nicht allein für das Leuchten ausschlaggebend ist. Wahrscheinlich spielt die Ionisierungsenergie eine Rolle, vielleicht auch chemische Reaktionen während der Implosion (Bildung von Molekeln mit niedriger Ionisierungsenergie) und Verluste durch die Wärmeleitung des Gases. Bei Messungen in verschiedenen Flüssigkeiten ändert sich die Strahlungsstärke der Leuchtimpulse nur wenig, dagegen die Impulsbreite u. U. erheblich. Die Messungen deuten auf einen entscheidenden Einfluß des Dampfdrucks der Flüssigkeit hin.

Wachstum und Eigenschaften dünner Metallfäden (Whisker)

P. Svoboda, Wien

Nach einem Reduktionsverfahren wurden Cu- und Ag-Whiskers aus den Halogeniden der Metalle hergestellt. Von ihren Röntgenaufnahmen ist die Drehkristallaufnahme eines schraubenförmig gewachsenen Whiskers bemerkenswert, die ein ganz normales Einkristallbild zeigt.

Da optische Verfahren zur Bestimmung des Querschnittes der Fäden sehr ungenau sind und auch die Ergebnisse elektrischer Messungen nicht befriedigen, wurde eine neue Methode entwickelt: Der Whisker wurde elektromagnetisch in seinem Grundton als Saite in Schwingung versetzt. Aus den Frequenzen, die bei verschiedenen Spannungen des Fadens auftraten, konnte bei Kenntnis der Dichte seines Materials und

der Länge der Querschnitt berechnet werden. Der Fehler der Methode dürfte 2 % nicht überschreiten.

Ein Apparat wurde gebaut, der es gestattete, den Einfluß von α -Bestrahlung auf den Widerstand der Whiskers bei 90 °K zu untersuchen. Analog zu Versuchen an makroskopischen Proben und an n -bestrahlten Cu-Whiskers ergab sich eine Erhöhung des Widerstandes, und zwar im Ausmaß von einigen Hundertstel $\mu\Omega$ cm nach 60 bis 100 Stunden bei Verwendung eines Po-Präparates von ca. 35 mC. Die stündliche Widerstandszunahme war nach längerer Versuchsdauer geringer als anfangs.

Zur Aufnahme von Spannung-Dehnungs-Kurven und von Fließkurven wurde ein Apparat gebaut, bei dem die am Whisker angreifende Kraft vom Gewicht eines horizontal liegenden Stabes geliefert wurde, der an seinem einen Ende sozusagen am Whisker aufgehängt war und jenseits seines Schwerpunktes noch einen Unterstützungspunkt hatte; die Krafteinwirkung auf den Faden war aus der Geometrie der Anordnung leicht berechenbar. Eine entsprechende Anordnung (Rolle unterhalb des Stabes) ermöglichte es, die Lage des Unterstützungspunktes, und damit die Last, zu verändern, ohne daß Kräfte in der Längsrichtung des Stabes auftraten. Die Verlängerung des Whiskers wurde mit dem Mikrometer gemessen.

Während Spannung-Dehnungs-Kurven keine Besonderheiten zeigten, waren Fließversuche wegen deutlicher Beeinflussbarkeit durch α -Bestrahlung von Interesse. Bei einer Anzahl von Cu- und Ag-Whiskers, deren Neigung zum Fließen bei konstanter Last unterhalb und oberhalb der Streckgrenze stets gering war, war sofort eine deutliche Verlängerung zu bemerken, wenn das Präparat angenähert wurde. Die Fließgeschwindigkeit nahm zunächst zu, später wieder ab; nach etwa 60 min dürfte der Vorgang zum Stillstand kommen. Die Verlängerungen betrugen zwischen 0,4 und 1,2 %. Da bei größeren Kristallen gewöhnlich eine verfestigende Wirkung des α -Beschlusses beobachtet wird, müßte eine Deutung wohl auf die besondere Struktur der Whiskers Rücksicht nehmen.

Gasabgabe von festen Stoffen

R. Jaekel, H. v. Münchhausen und F. J. Schittko, Bonn

An Hand des Erhaltungssatzes der Gasmenge pV im Volumen V :

$$\frac{d}{dt}(pV) = V \frac{dp}{dt} = S(p - p_0) - K(p) \cdot F_d$$

Zeitliche Änderung der Gasmenge in V durch Leitung S mit Druckdifferenz $p - p_0$ abgepumpte Menge Gasabgabe von der Fläche F_d

$$- L(p_a - p) \quad \quad A(p) \cdot F_a$$

über L einströmende Menge, $p_a > p$ Adsorption auf der Fläche F_a

vernachlässigt

wurden zwei Möglichkeiten zur Bestimmung der Gasabgabe K mit Hilfe von Druckmessungen unter der Voraussetzung daß L und A vernachlässigt werden können erklärt:

- a) $S = 0$, Messung von $V \frac{dp}{dt} = -K(p) \cdot F_a$
- b) S so klein, daß $V \frac{dp}{dt}$ vernachlässigbar ist und $S(p - p_0) = K(p) \cdot F_a$.

Da während der Zeit t durch die Messung der Gesamtverrät abnimmt, ist zu erwarten, daß sich die Gasabgabe K durch ein Gesetz von der Form $K = K_0 \exp(-t/t_0)$ oder $Kt^\beta = \text{const}$ beschreiben läßt.

Bei den meisten Messungen erhält man Werte $\beta: 1/2, 1$ und 2 . In einigen Fällen ließ sich auch eine exponentielle Abnahme beobachten. Nach bekannten Überlegungen läßt sich vom gemessenen Zeitverhalten der Gasabgabe auf den entscheidenden physikalischen Vorgang Desorption mit und ohne Dissoziation oder Diffusion schließen.