

# Eine Neukonstruktion des Mattauch-Herzog'schen doppelfokussierenden Massenspektrographen Die Massen von $^{13}\text{C}$ und $^{15}\text{N}$

Von HEINZ EWALD

Aus dem Kaiser-Wilhelm-Institut für Chemie, Tailfingen

(Z. Naturforsch. 1, 131—136 [1946]; eingegangen am 8. Februar 1946)

Es wurde eine Neukonstruktion des doppelfokussierenden Mattauch-Herzog'schen Massenspektrographen für Präzisions-Massenbestimmungen ausgeführt und erprobt. Angestrebt wurden hierbei besonders eine stabile und exakte mechanische Ausführung, vollkommene Justiereinrichtungen und eine gute Vakuumssicherheit. Die Einzelheiten der Konstruktion werden beschrieben. Mit dieser Apparatur wurden die Massendifferenzen  $^{12}\text{CH}-^{13}\text{C}$  und  $^{12}\text{CH}_3-^{15}\text{N}$  zu  $(44,10 \pm 0,08) \cdot 10^{-4}$  bzw.  $(233,17 \pm 0,15) \cdot 10^{-4}$  ME bestimmt. Daraus ergeben sich die Massen  $^{13}\text{C} = 13,007581 \pm 0,000025$  ME und  $^{15}\text{N} = 15,004934 \pm 0,000030$  ME.

In den letzten Jahren wurde in Dahlem eine Neukonstruktion des doppelfokussierenden Mattauch-Herzog'schen Massenspektrographen<sup>1</sup> für Präzisions-Massenbestimmungen ausgeführt. Die mit der ersten Anlage gesammelten Erfahrungen wurden hierbei weitgehend verwertet und ergaben wesentliche Richtlinien für diesen Neubau. Da sich das Prinzip der ersten Apparatur gut bewährt hatte, wurde am Strahlengang und seiner Dimensionierung nichts geändert. Dabei befindet sich der Spektrographenspalt im Brennpunkt eines elektrischen Zylinderfeldes von  $31,8^\circ$  Öffnungswinkel, so daß Strahlenbündel, die vom Spalt mit einer Richtungsdivergenz von etwa  $1-2^\circ$  ausgehen, das Feld als Parallelbündel verlassen, soweit man nur Strahlen einheitlicher Energie betrachtet. Strahlen verschiedener Energie und verschiedener Geschwindigkeiten — dies in bezug auf eine bestimmte Masse — werden dagegen zu einem Fächer auseinander gezogen. Eine Blende von  $0,1-1$  mm Weite (Magnetfeldblende) sondert hieraus Strahlen eines gewissen kleinen Energierandes aus, die dann in das Magnetfeld eintreten. In diesem treffen sie nach einer Ablenkung von  $90^\circ$  auf eine Photoplatte auf, und zwar die verschiedenen Massen an verschiedenen Stellen der Platte, da der Krümmungsradius für Teilchen einheitlicher Ener-

gie im Magnetfeld proportional  $\sqrt{M}$  ist. Hierbei wird Doppelfokussierung — Richtungs- und Energiefokussierung — längs der ganzen Platte, d. h. gleichzeitig für einen großen Bereich der Massenskala erreicht.

## I. Mechanischer Aufbau

Bei der Neukonstruktion wurde große Mühe darauf verwandt, eine hinreichende Stabilität des Strahlenganges und eine exakte mechanische Ausführung zu gewährleisten, möglichst vollkommene Justiereinrichtungen zu schaffen, wie auch ein dauerhaft gutes Vakuum zu erzielen. Weiterhin sollten alle empfindlichen und wesentlichen Teile der Apparatur einer Reinigung leicht zugänglich sein und einzeln aus- und eingebaut werden können, ohne den Strahlengang dejustieren zu müssen. Isolierende oder auch nur fettige oder ölige Oberflächen durften zur Vermeidung von elektrischen Störfeldern in der Nähe des Strahlenganges nicht vorhanden sein. Darüber hinaus sollten auch saubere Metallflächen möglichst großen Abstand vom Strahl haben oder zumindest leicht zu reinigen sein.

Alle diese Forderungen erschienen am ehesten dadurch erfüllbar, daß alle Hauptteile der Apparatur aus massiven Stücken von geschmiedetem Messing oder Eisen herausgearbeitet wurden. Diese Teile sind unter Verwendung von gegossenen



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

Rundgummi-Ringdichtungen starr miteinander verschraubt. Drei bewegliche Verbindungen haben Metallfederungskörper zur Vakuumführung und zwei von ihnen sehr kräftige und sauber gearbeitete Schwabenschwanzschlitten zur mechanischen Führung. Die Federungskörper sind in kurze Endflansche eingelötet, die wiederum mit Gummidichtungen gegen die benachbarten Apparateile

Paßbohrung des betreffenden Apparateiles zur Sicherheit zwei Simmer-Ringe (Type BA mit Blechversteifung) im geeigneten Sinne voreinander gesetzt und nach Durchführung der beweglichen Achse der Zwischenraum mit einer geeigneten Mischung von Vakuumöl und Vakuumfett gefüllt. Derartige Ölkammern, wie sie z. B. in [4 (5)], [6 (1, 2)], [7 (1)]<sup>3</sup> erkennbar sind, er-

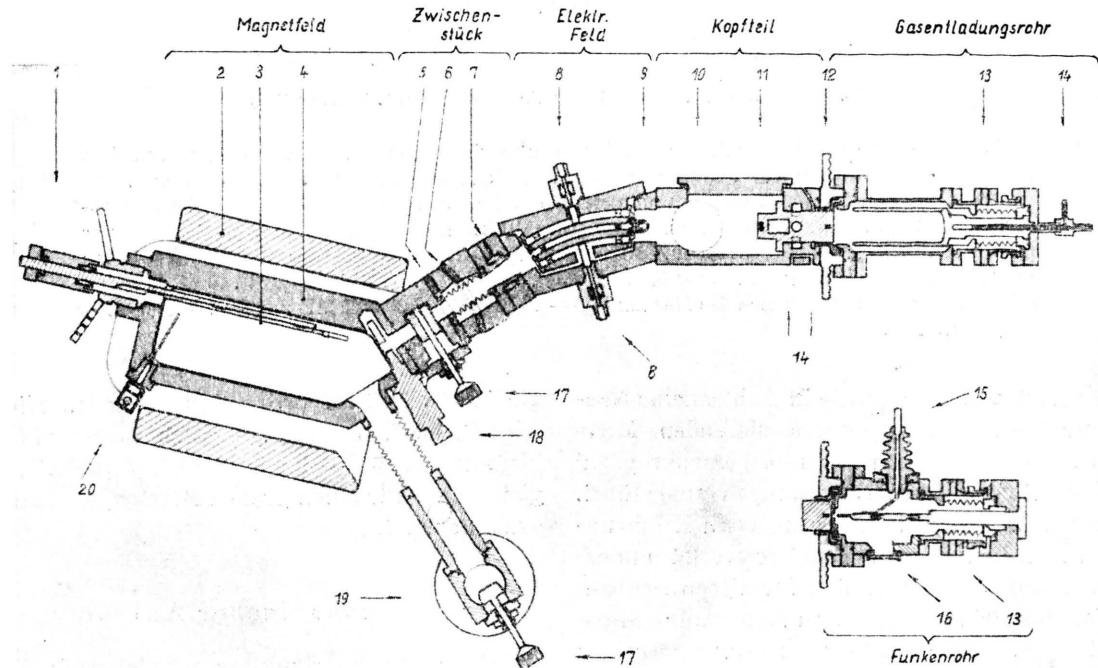


Abb. 1. Horizontalschnitt durch die Gesamtapparatur (teilweise schematisiert).

(1) Vorrichtung zur Einführung und Halterung der Platten, (2) äußerer Eisenschluß des Magneten, (3) Photoplatte, (4) Messingrahmen der Magnetfeldkassette, (5) ebene Schlittenführung, (6) runde Schlittenführung, (7) Drehteil, (8) isolierte Spannungseinführungen zu den Absenkplatten, (9) Kontrollauffänger für den Ionen-

strom, (10) Öldiffusionspumpe  $Q$ , (11) Präzisionsspalt, (12) Flachring-Hochspannungsisolator, Strömungska- nal der Gasentladung, (13) Kreuzschlitzen, (14) Wasserkühlung, (15) eine der beiden Hochfrequenz durchführungen, (16) Fenster zur Beobachtung des Funkens, (17) Vakuumventile, (18) Magnetfeldblende, (19) Öldiffusionspumpen  $P$  und  $Q$ , (20) Projektionslämpchen zur Herstellung eines Bezugspunktes für Zwecke der Auswertung der Platten.

dichten. Im übrigen enthält die ganze Apparatur keine weiteren Lötstellen, da diese hauptsächlich wegen zu geringer mechanischer Festigkeit keine genügende Vakumsicherheit ergeben. Bei allen Bewegungsdurchführungen von außen ins Vakuum — es sind deren 18 — sind zur Abdichtung die für die Vakuumtechnik ungemein brauchbaren Simmer-Ringe verwendet<sup>2</sup>. Dabei werden in eine

lauben eine vakuumsichere Durchführung aller notwendigen Dreh- und Stoßbewegungen. Bewegungseinführungen ins Vakuum mittels konischer gefetteter Schlitze wurden wegen geringerer Zuverlässigkeit vermieden.

Die massiven Hauptteile sind bei aller notwendigen mechanischen Genauigkeit so einfach und unkompliziert wie möglich gehalten, so daß an ihnen kaum Defekte auftreten können. Sie geben das stabile und vakuumsichere Gerüst, in das die

<sup>2</sup> Erstmalige Verwendung der ähnlichen Hutmanschetten des Simmer-Werkes (Weinheim a. d. B.) für Hochvakuumarbeiten bei J. Beck, Physik. Z. **40**, 474 [1939]; s. a. H. Geißmann, Physik. Z. **44**, 268 [1943].

<sup>3</sup> Abbildungsbezeichnungen: [4] bedeutet Abb. 4, [4 (5)] bedeutet Abb. 4, Detailzeichnung 5.

empfindlichen Apparateiteile mit wenigen Handgriffen durch seitliche Öffnungen eingeführt und exakt fixiert werden können. Diese Teile sind der Einfachheit halber nach Möglichkeit an den Verschlußflanschen der seitlichen Einführungsöffnungen angebracht, bei möglichst guter Passung dieser Verschlußflansche gegen die Hauptteile.

*Die Ionenröhre:* Zur Ionenerzeugung wird eine Gasentladungsrohre verwendet [1], die zur Untersuchung fester Substanzen leicht durch Austausch einiger Teile

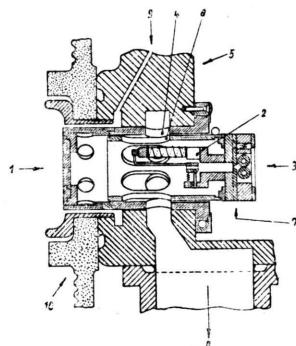


Abb. 2

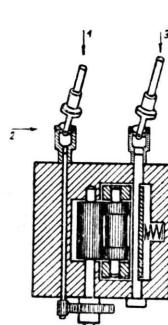


Abb. 3

Abb. 2. Einbau des Spaltsystems (zu beachten: Horizontalschnitt) in das Gehäuse (Kopfteil, Vertikalschnitt).

(1) Strömungskanal auf der Seite der Ionenröhre, (2) magnetischer Verschluß, (3) Spalt, (4) äußeres, im Gehäuse drehbares Zylinderrohr, (5) Gehäuseteil, „Kopfteil“, (6) inneres, achsial verschiebbares Zylinderrohr, (7) Schlittenführung zur horizontalen Querverschiebung des Spaltes, (8) Öldiffusionspumpe P, (9) Gaszuführung für die Gasentladung, (10) Flachring-Isolator.

Abb. 3. Der Walzenspalt.

(1) Antrieb für die Verdrehung der Walzen, (2) Kardangelenke, (3) Exzenter zur Erzeugung eines groben Spaltes für Justierzwecke.

in eine Dempster'sche Hochfrequenzfunkenröhre [1] verwandelbar ist. In der Abbildung ist nur eine der übereinander liegenden Elektroden der Funkenröhre sichtbar, nebst einer der isolierten Hochfrequenzdurchführungen [1 (15)]. Der Elektrodenabstand ist von außen regulierbar, dabei kann der Funke durch ein Fenster [1 (16)] beobachtet werden. Funke bzw. Anodenzyylinder der Gasentladungsrohre sind mittels eines Kreuzschlittens [1 (13)] im Betrieb zentrierbar, so daß der Ionenstrom durch den Spalt [1 (11)] mittels eines vor dem elektrischen Felde exakt einführbaren Kontrollaufängers [1 (9)] auf sein Maximum eingestellt werden kann. Zur Durchführung von Reihenuntersuchungen ist die untere, in der Zeichnung nicht sichtbare Elektrode

\* Den Hrn. der Heschko, Hermsdorf/Thür., habe ich für ihr Entgegenkommen bei Konstruktion und Herstellung zu danken.

der Funkenröhre durch eine rückwärtige Bohrung leicht auswechselbar. Um einen kurzen und damit stabilen Aufbau der Röhren zu erreichen, wurde ein eigens konstruierter Calit-Flachringisolator<sup>4</sup> verwendet [1 (12)].

*Das Spaltsystem:* Besondere Sorgfalt erforderte die Konstruktion des Spaltsystems [2], bestehend aus dem Strömungskanal [2 (1)] der Gasentladung, einem im Zwischenvakuum eingebauten magnetischen Verschluß [2 (2)] und dem eigentlichen Spalt [2 (3)] von etwa 0,01 mm Weite. Da der Spalt zu Justierzwecken im Betrieb horizontal in Richtung und quer zur Apparaturachse verschoben und weiterhin um diese Achse gedreht werden soll, ist er mittels zweier konzentrischer Zylinderrohre gehalten, von denen das äußere [2 (4)] drehbar in eine horizontale Paßbohrung des betreffenden Gehäuseteiles („Kopfteil“) [2 (5)] eingeführt ist, während das innere [2 (6)] in dem äußeren exakt in Richtung

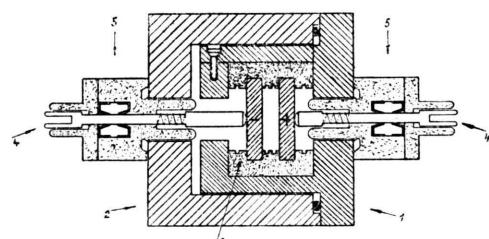


Abb. 4. Vertikalschnitt durch das elektrische Feld.

(1) Halter für die Ablenkplatten (+) und (-), (2) Gehäuseteil, (3) Trolitul-Isolatoren, (4) Spannungsdurchführungen, (5) Ölkammern in Hartgummiflanschen zur Abdichtung der Spannungsdurchführungen.

der Apparaturachse verschiebbar ist. Die Querverschiebung wird durch eine kleine Schwalbenschwanzführung [2 (7)] vermittelt. Die beiden Zylinderrohre weisen je einen Kranz von geeigneten Öffnungen auf, durch die der Zwischenvakuumraum mittels einer Öldiffusionspumpe Leybold P [2 (8)] evakuiert werden kann. Der Spalt selber besteht aus zwei drehbar gelagerten V<sub>2</sub>A-Stahlwalzen [3], von denen die eine in ihrer Mitte um die gewünschte Spaltbreite dünner geschliffen ist als ihre Enden. Durch Federdruck auf ihren Achslagerbock wird sie mit diesen Enden fest gegen die andere Walze gedrückt, so daß in der Mitte der feine Spalt freibleibt. Wenn sich dieser hin und wieder durch Kohlenwasserstoffprodukte aus dem Ionenstrahl zusetzt — was man mit dem Kontrollauffänger überwachen kann —, werden die Walzen von außen um einen Winkel von 10—20° verdreht [3 (1)], bis wiederum saubere Teile der Walzenflächen zur Verwendung gelangen. Die Bewegungsübertragung auf die inneren Spaltverstellungen geschieht über fünf äußere Justierköpfe, Ölkammern, Achsen variabler Länge, kleine Kardangelenke [3 (2)] und Zahnräder trieb<sup>5</sup>.

*Das elektrische Feld:* Sehr exakte mechanische Arbeit

<sup>5</sup> Der Bau des Spaltsystems wurde von Hrn. Mechanikermeister Otto Lehmann, Berlin-Steglitz, übernommen. Ihm danke ich auch für Hilfe bei der Konstruktion.

verlangt auch die Halterung der Ablenkplatten des elektrischen Feldes [1] [4]. Der aus einem Stück gearbeitete Halter [4 (1)] kann von der Seite her in den zugehörigen sehr stabilen Gehäuseteil [4 (2)] eingeführt werden und dient zugleich als Verschlußflansch für die große Einführungsoffnung. Die Passung der Teile ist so gut, daß nach einer in kurzer Zeit durchführbaren Reinigung der Ablenkplatten [4 (+, -)] keine Nachjustierung notwendig wird. Die Platten selber sind mit Hilfe von Tropotit-Isolatoren [4 (3)] im Halter eingeklemmt. Die Zuführungen der Ablenkspannung werden federnd von kleinen Achsen [4 (4)] vermittelt, die isoliert durch kleine mit Ölkammern [4 (5)] versehene Hartgummiflansche [1 (8)] hindurchgehen.

*Das Magnetfeld:* Die Magnetfeldkassette besteht aus einem sehr starken, mit der übrigen Apparatur verschraubten Messingrahmen von 68 mm Höhe [1 (4)] [5 (1)], der die notwendigen seitlichen Öffnungen für

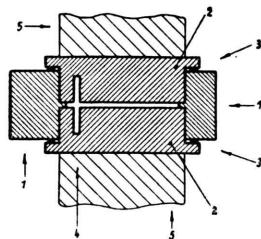


Abb. 5. Die Magnetfeldkassette (Vertikalschnitt).  
(1) Messingrahmen, (2) Polschuhe, (3) Rundgummidichtungen, (4) Plattenspalt, (5) Eisenkern des Magneten.

Strahleintritt, Platteneinführung, Pumpzwecke usw. aufweist. In diesen Rahmen sind die geeignet geformten Polschuhe des Magnetfeldes [5 (2)] von oben und unten unter Verwendung von Rundgummidichtungen [5 (3)] genau passend auf 5 mm Polschuhdistanz eingesenkt. Die beiden Polschuhe sind innen auf der einen Seite mit einem vertikalen Spalt [5 (4)] zur Aufnahme der 25 cm langen und 3 cm hohen Platte versehen [1 (3)]. Die Plattenhalteinrichtung [1 (1)] gestattet über eine horizontale Schubstange und kleine unter 45° gegen die Vertikale geneigte Schlittenführungen eine senkrechte Verschiebung der Platte in diesem Plattenspalt während des Betriebes. So können kurz hintereinander und gegebenenfalls unter Verstellung einer der Justiereinrichtungen mehrere, gewöhnlich 7 Aufnahmen untereinander auf eine Platte aufgenommen werden. Aus diesen Serien von je 7 Aufnahmen können dann jeweils die besten Justierungen empirisch entnommen werden. Ebenfalls seitlich in den Kassettenrahmen eingeführt ist die zum Spalt parallele Magnetfeldblende [1 (18)] [6], die sich genau am Ort des Strahleneintritts ins Magnetfeld befinden soll. Zwei konzentrische, schieb- bzw. drehbare und durch Ölkammern [6 (1)] [6 (2)] abgedichtete Achsen [6 (3)] [6 (4)] gestatten meßbare horizontale Verschiebung der gesamten Blende und Veränderung der Öffnung [6 (5)].

*Das Zwischenstück [1]:* Zwischen beiden Feldern befindet sich ein der genauen Ausrichtung beider Felder zu-

einander dienender Justierteil. Dazu muß bemerkt werden, daß die Apparatur nur in der Magnetfeldkassette fest gelagert ist, daß der ganze übrige Teil — elektrisches Feld, Kopfteil (Spaltgehäuse und Träger der Pumpen) und Ionenröhre — mit Hilfe von Drahtseilen, Leitrollen und Gegengewichten an einem großen Holzgalgen beweglich und kräftefrei aufgehängt ist. Zwei sehr kräftige Schwalbenschwanzführungen — die eine eben [1 (5)], die andere rund [1 (6)] — ermöglichen nun eine horizontale Parallelverschiebung bzw. Schwenkung des ganzen beweglichen Apparaturarmes in bezug auf das Magnetfeld innerhalb gewisser enger Grenzen. Serienmäßige Justieraufnahmen bei systematischer Verstellung dieser Schlittenführungen lassen empirisch die besten Einstellungen ermitteln. Als besonders wichtig erwies sich als weitere Justierzvorrichtung ein „Dreh-

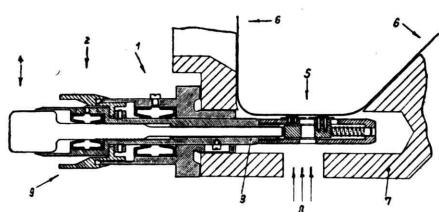


Abb. 6. Magnetfeldblende (Horizontalschnitt).  
(1) Ölkammer zur Abdichtung der äußeren hohen Achse, (2) Ölkammer zur Abdichtung der inneren Achse, (3) äußere hohle Achse zur Gesamtverschiebung der Blende, (4) innere Achse für Blendenöffnung, (5) Blendenöffnung, (6) Magnetfeldbegrenzung, (7) Messingrahmen, (8) Ionenstrahlrichtung, (9) Vorschubschraube für Blendengesamtverschiebung.

teil“ [1 (7)], der im Betrieb eine Verdrehung beider Felder gegeneinander um die Apparaturachse gestattet. Er besteht im wesentlichen aus einer großen, zur Apparaturachse konzentrischen Ölkammer mit Simmer-Ringen von 40 mm lichter Weite, durch die ein kurzer Hohlkolben drehbar hindurchgreift, so daß der Ionenstrahl mittlen durch den Hohlkolben hindurchgeht. Entsprechende Justieraufnahmen ergaben größte Linienschärfe erstaunlicherweise nicht bei ganz genauer Senkrechtheitstellung der Felder, sondern bei einer um einige Grad schiefen Stellung. Die Ursache dieser Erscheinung ist nicht ganz geklärt, vermutlich bedeutet sie Kompensation geringer Unvollkommenheiten der Felder bezüglich Homogenität.

*Oldiffusionspumpen und Vakuumventile:* Das erforderliche hohe Vakuum wird durch zwei Sätze Leybold P- und Q-Pumpen erreicht. Die eine schon erwähnte P-Pumpe [2 (8)] steht mit dem Zwischenvakuum in Verbindung und ist zugleich Vorpumpe für die Q-Pumpe, die am Hauptvakuum des Kopfes [1 (10)] angebracht ist. Der andere Pumpensatz [1 (19)] wirkt über einen seitlichen Pumpansatz der Magnetfeldkassette. Diese ist von der übrigen Apparatur und von den Pumpen zwecks schneller Auswechselung der Platten durch zwei verschiedenartige Vakuumventile [1 (17)] abgeschlossen. Die eine Konstruktion, bei der die Pumpöffnung durch einen in einen großen Simmer-Ring hineingreifenden Kolben verschlossen wird, ist wegen man gelhafter Ölung der Dichtlippe des Ringes nicht für

jeden Fall vorteilhaft. Das andere Ventil, ein Geradeaus-Hahn, wird durch [7] veranschaulicht. Eine in einem Deckflansch [7 (1)] dreh- und schiebbare Achse ragt in ein Rechtkantloch hinein und trägt an ihrem inneren Ende einen Rechtkantblock mit zwei beweglichen, mit Gummiringen versehenen Verschlußplatten [7 (2)] zum Verschluß des Ionenstrahl durchgangs. Diese Platten können bei Drehung der Achse über je ein Rechts- und Linksgewinde und kleine Scherengestänge gegen die inneren Vierkantwände gepreßt werden. Zur Öffnung des Strahlendurchgangs [7 (3)] werden die Platten zurückgedreht und dann das ganze System gegen den Flansch gezogen.

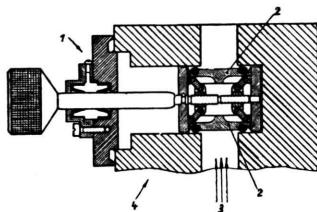


Abb. 7. Vakuumventil (Horizontalschnitt).

(1) Deckflansch mit Ölkammer, (2) Verschlußplatten der Ionenstrahl-Durchgangsöffnungen, (3) Ionenstrahl, (4) Gehäuseteil.

## II. Messungen

Mit diesem Apparat wurden nunmehr nach einer gewissen Erprobungszeit die ersten Messungen ausgeführt. Schwierigkeiten vakuumtechnischer Art ergaben sich dabei fast keine mehr. Die Justierung erfordert bei der notwendigen Vielfalt der Verstellungen eine gewisse Übung in der Beurteilung der Schärfe der Linien, ihrer möglichen Fehler und deren Ursachen.

*Die Masse von  $^{13}\text{C}$ :* Als erstes wurde das Dublett  $^{12}\text{CH}-^{13}\text{C}$  gemessen. Die Gasentladungsröhre wurde bei etwa 25 kV und 10 mA mit einem Gemisch von Kohlensäure und etwas Leuchtgas betrieben, damit waren die beiden Dublettlinien unter Verwendung feinregulierender Nadelventile leicht intensitätsgleich zu erhalten. Die notwendigen Aufnahmen konnten ohne wesentliche Störungen hintereinander in gleichbleibender Güte erhalten werden. Es wurden 73 Aufnahmen auf 12 Platten mit einem Zeiß-Komparator ausgemessen. Die Auswertung geschah nach der folgenden Formel<sup>6</sup> für die Massendifferenz der Dublettlinien

$$\delta M = \frac{\delta y}{\Delta y} 2^1H \left[ 1 + \frac{1}{8} \frac{1}{A_0^2} \left( 1 + 2f_H - 2 \frac{^{12}f_C + f_H}{A_0} \right) + \frac{1}{4} \frac{\delta M^*}{A_0} \right].$$

<sup>6</sup> Entnommen einer demnächst erscheinenden Arbeit von J. Mattauch u. L. Waldmann.

Darin bedeuten

$\delta y$  = Abstand der Dublettlinien auf der Photoplatte,  
 $\Delta y$  = Abstand der beiden Dispersionslinien  $^{12}\text{C}$  und  $^{13}\text{CH}_2$ .

$^1\text{H}$  = 1,008130 Masse des Wasserstoffatoms,

$A_0$  = 13 Massenzahl des Dubletts,

$f_H$  =  $+81,30 \pm 0,033$  und  $f_C$  =  $+3,218 \pm 0,020$   
 Packungsanteile von  $^1\text{H}$  und  $^{13}\text{C}$ ,

$\delta M^*$  =  $\delta y / \Delta y \cdot 2^1\text{H}$  Näherungswert für die gesuchte Massendifferenz  $\delta M$ .

Die Aufnahmen wurden bei sechs verschiedenen Magnetfeldstärken gemacht und das Dublett daher an verschiedenen Stellen der Platte erhalten, entsprechend einem verschiedenen Krümmungsradius  $\rho$  der Strahlen im Feld. Die folgende Tabelle

$\rho$ cm (etwa)	n Zahl der Aufnahmen	$\delta M \cdot 10^4$ Massen- einheiten
9,5	14	$44,11 \pm 0,12$
11,5	9	$44,14 \pm 0,08$
14,5	14	$44,02 \pm 0,07$
17,5	13	$44,12 \pm 0,08$
19,5	13	$44,14 \pm 0,05$
21,5	10	$44,05 \pm 0,07$

Tab. 1.

zeigt die Ergebnisse zunächst getrennt für die verschiedenen Feldstärken bzw. Krümmungsradien  $\rho$ . Diese Ergebnisse zeigen, unabhängig von der Magnetfeldstärke, gute Übereinstimmung, womit sicher gestellt ist, daß sie nicht etwa durch örtliche Inhomogenitäten des Magnetfeldes verfälscht werden. Als Gesamtmittel ergibt sich dann bei Anwendung eines Sicherheitsfaktors 2 auf den errechneten wahrscheinlichen Fehler für das Dublett  $^{12}\text{CH}-^{13}\text{C}$

$$\delta M = (44,10 \pm 0,08) \cdot 10^{-4} \text{ ME.}$$

Frühere Messungen von Bainbridge-Jordan und Mattauch-Herzog hatten dafür  $45 \pm 1$  bzw.  $43,7 \pm 0,5$  ergeben<sup>7</sup>.

Mittels der Massen der Substandards  $^1\text{H}$  =  $1,008130 \pm 0,0000033$  und  $^{12}\text{C}$  =  $12,003861 \pm 0,0000248$  finden wir dann für die Masse von  $^{13}\text{C}$

$$^{13}\text{C} = 13,007581 \pm 0,000025 \text{ ME.}$$

Die Abb. [8] zeigt zwei Mikrophotographien des Dubletts, wie es für zwei verschiedene Magnetfeldstärken erhalten wurde, in 60-facher Vergrößerung. Man kann erkennen, daß die Linien in ihrer

<sup>7</sup> K. T. Bainbridge u. E. B. Jordan, Physic. Rev. **49**, 883 [1936]; J. Mattauch u. R. Herzog, Naturwiss. **25**, 747 [1934].

<sup>8</sup> J. Mattauch, Physic. Rev. **57**, 1155 [1940].

Schärfe an die Plattenkorngröße der feinkörnigen Platten herankommen. Die darunter wiedergegebene Mikrophotometerkurve des Dubletts lässt als obere Grenze für die Halbwertsbreiten der Linien etwa  $5 \cdot 10^{-4}$  Masseneinheiten entnehmen, woraus sich ein Auflösungsvermögen  $M/dM$  von mindestens 26000 errechnet. Ein Auflösungsvermögen etwa dieser Größe ist bislang wohl nur von

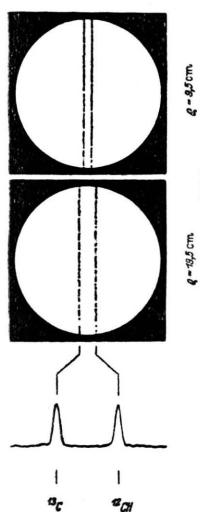


Abb. 8

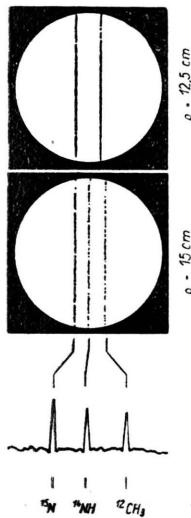


Abb. 9

Abb. 8. Mikrophotographien des Dubletts  $^{12}\text{CH} - ^{13}\text{C}$ , aufgenommen bei zwei verschiedenen Magnetfeldstärken (Krümmungsradien  $\rho$ ) in 60-facher Vergrößerung. Darunter Mikrophotometerkurve des Dubletts.

Abb. 9. Triplet bei der Massenzahl 15. Das seltene Stickstoffisotop  $^{15}\text{N}$ .

dem übergroßen Massenspektrographen von Jordan erreicht worden<sup>9</sup>.

*Die Masse von  $^{15}\text{N}$ :* Luft wurde durch Na-Hydrosulfit-Lösung von der Hauptmenge des Sauerstoffgehaltes befreit und mit etwas Leuchtgas gemischt in die Entladungsrohre eingeführt. Damit wurde das Dublett  $^{12}\text{CH}_3 - ^{15}\text{N}$  intensitätsgleich erhalten, auf einigen Platten erschien dazwischen auch noch die Linie  $^{14}\text{NH}$  in etwa gleicher Intensität. Die Auswertung von 30 Aufnahmen, die wiederum bei verschiedenen Magnetfeldstärken gemacht wurden, ergab ein Gesamtmittel für die Massendifferenz der Dublettlinien  $^{12}\text{CH}_3 - ^{15}\text{N}$

$$\delta M_1 = (233,26 \pm 0,20) \cdot 10^{-4} \text{ ME.}$$

<sup>9</sup> E. B. Jordan, Physic. Rev. **60**, 710 [1941].

<sup>10</sup> J. Mattiauch, S.-B. Akad. Wiss. Wien, a. a. O.; Physic. Rev. **50**, 617 [1936].

<sup>11</sup> E. B. Jordan u. K. T. Bainbridge, Physic. Rev. **50**, 98 [1936].

Die erste im Jahre 1936 von Mattiauch ausgeführte Messung hatte  $238,2 \cdot 10^{-4}$  ME ergeben<sup>10</sup>.

Weiter wurde durch Auswertung von 17 Aufnahmen die Massendifferenz für das Dublett  $^{14}\text{NH} - ^{15}\text{N}$  bestimmt:

$$\delta M_2 = (107,76 \pm 0,20) \cdot 10^{-4} \text{ ME.}$$

Eine Messung von Jordan-Bainbridge hatte  $107,4 \pm 2$  ergeben<sup>11</sup>.

Schließlich führte eine Neumessung des Dubletts  $^{12}\text{CH}_2 - ^{14}\text{N}$  (28 Aufnahmen) zu dem Wert

$$\delta M_3 = (125,28 \pm 0,12) \cdot 10^{-4} \text{ ME.}$$

Jordan und Mattiauch-Bönisch haben dafür  $125,6 \pm 0,15$ <sup>12</sup> bzw.  $125,81 \pm 0,23$ <sup>8</sup> erhalten.

Die Kombination von  $\delta M_2$  und  $\delta M_3$  gibt

$$\begin{aligned} \delta M_4 &= \delta M_2 + \delta M_3 = (^{14}\text{NH} - ^{15}\text{N}) + (^{12}\text{CH}_2 - ^{14}\text{N}) \\ &= (\text{CH}_3 - ^{15}\text{N}) \\ &= (233,04 \pm 0,24) \cdot 10^{-4} \text{ ME.} \end{aligned}$$

Als gewichtetes Mittel aus  $\delta M_1$  und  $\delta M_4$  findet man dann als Endergebnis für die Massendifferenz des Dubletts  $^{12}\text{CH}_3 - ^{15}\text{N}$

$$\delta M = (233,17 \pm 0,15) \cdot 10^{-4} \text{ ME.}$$

Die Masse des seltenen Stickstoffisotopes erhält damit den Wert

$$^{15}\text{N} = 15,004934 \pm 0,000030 \text{ ME}$$

in guter Übereinstimmung mit den in den Isotopenberichten 1940 und 1941<sup>13</sup> errechneten Werten  $15,004936 \pm 0,000075$  bzw.  $15,004870 \pm 0,000072$ . [9] gibt zwei Mikrophotographien des Dubletts bzw. Triplets bei zwei Magnetfeldstärken nebst einer Photometerkurve.

Holloway und Moore<sup>14</sup> bestimmten 1940 die Energietönungen der Reaktionen  $^{15}\text{N}(\text{d}, \alpha) ^{13}\text{C}$  und  $^{14}\text{N}(\text{d}, \text{p}) ^{15}\text{N}$  zu  $7,54 \pm 0,07$  bzw.  $8,51 \pm 0,1$  MEV. Mit den hier gefundenen neuen massenspektrographischen Werten von  $^{13}\text{C}$  und  $^{15}\text{N}$  errechnet sich dafür  $7,65 \pm 0,05$  bzw.  $8,56 \pm 0,04$  MEV als Bestätigung jener Messungen.

Hrn. Prof. Mattiauch möchte ich für vielfache Ratschläge und Unterstützung während der mehrjährigen Arbeit sehr danken, desgleichen den HHrn. Mechanikern Willke, Sievert und Koch für die saubere Ausführung der umfangreichen mechanischen Arbeiten und Fr. W. T. Talowsky für ihre Hilfe bei der Ausführung und Auswertung der Aufnahmen.

<sup>12</sup> E. B. Jordan, Physic. Rev. **58**, 1009 [1940].

<sup>13</sup> S. Flügge u. J. Mattiauch, Physik. Z. **42**, 1 [1941] und **43**, 1 [1942].

<sup>14</sup> M. G. Holloway u. B. L. Moore, Physic. Rev. **58**, 860 [1940].