

# Verbesserungen und gegenwärtige Leistungsfähigkeit des doppelfokussierenden Massenspektrographen

Von R. BIERI, F. EVERLING\* und J. MATTIAUCH

Aus dem Max-Planck-Institut für Chemie, Mainz

(Z. Naturforschg. 10 a, 659—667 [1955]; eingegangen am 26. Juli 1955)

Es werden eine Reihe von Verbesserungen beschrieben, die in den letzten Jahren an unserem Massenspektrographen vorgenommen wurden. Sie beziehen sich neben der Erreichung eines schnelleren und verlässlicheren Arbeitens mit der Apparatur auf ihre exaktere Anpassung an die theoretischen Forderungen, auf Vermehrung und Erhöhung der Stabilität der Justiermöglichkeiten des Strahlenganges, auf das Vakuum und auf die Konstanthaltung der Feldstärken. Als Prüfstein für die Leistungsfähigkeit dient das Auflösungsvermögen, für das bei guten Aufnahmen der Wert  $M/dM = 100\,000$  gemessen wird.

Unser doppelfokussierender Massenspektrograph erfuhr in den etwa 20 Jahren, die seit seiner Konzeption<sup>1</sup> und ersten Inbetriebnahme<sup>2</sup> verflossen sind, ständig Verbesserungen in der Ausführung, wobei jedoch bis heute das Prinzip seiner Arbeitsweise, die im folgenden aufgezählten Haupt- und Einzelteile seines Aufbaues und selbst die Abmessungen (Krümmungsradien in den Feldern) erhalten blieben.

Schon die erste Ausführung zerfiel in natürlicher Weise in die in Abb. 1 besonders beschrifteten Hauptteile:

1. die Ionenquelle, zu Beginn eine zylindrische W. Wien-sche Kanalstrahlröhre aus Pyrexglas, die sehr bald<sup>3</sup> als Oliphant-sches Metallentladungsrohr ausgebildet wurde und später<sup>4</sup> auch gegen ein Dempster-sches Hochfrequenzfunkrohr vertauscht werden konnte; 2. der Kopfteil mit zwei daranhängenden, auf das Zwischenvakuum resp. das Hochvakuum wirkenden Diffusionspumpen und mit dem justierbaren Spalt, der durch Ionenbündel für jede Masse in erster Ordnung doppelfokussiert auf die Photoplatte abgebildet wird; 3. das elektrische Radialfeld, bestehend aus einem geerdeten Gehäuse, aus zwei den Sektor eines Zylinder kondensators bildenden konzentrisch gedrehten Metallplatten, die durch entsprechend gedrehte Nuten in Isolierplatten am Boden und an der Decke des Gehäuses im Abstand von 8 mm (später 10 mm) voneinander gehalten werden, aus den beiden Spannungszuführungen für ca.  $\pm 600$  V und aus den geerdeten Herzog-schen<sup>5</sup> Feldbegrenzungsblenden am Beginn und am Ende des Feldes; 4. das Zwischenstück mit dem beim Plattenwechsel zu schließenden Hochvakuumhahn und den Justiermöglichkeiten der Parallelverschiebung, Schwenkung und Drehung des Ionenstrahles; 5. den ortsfesten Magneten mit der Magnetfeldkassette, deren Volumen durch die im wesentlichen rechteckigen, im Abstand von 5 mm voneinander

gehaltenen Polschuhe gebildet wird und die eine Vorrichtung für die optische Markierung eines Bezugspunktes auf der Platte trägt; 6. den herausnehmbaren Plattenhalter, der die Photoplatte (Format 3×30 cm, später 3×25 cm) vakuumdicht in eine in die Polschuhe gefräste 5 mm (später 7 mm) breite Nut in das Magnetfeld einführt und der eine Verschiebevorrichtung für die Aufnahme von 7 bis 9 voneinander getrennten Massenspektren besitzt; und schließlich 7. das in Abb. 1 nicht besonders beschriftete Kniestück mit Federungskörper und Diffusionspumpe zur Evakuierung der Magnetfeldkassette.

Einige Einzelteile wurden in späteren Ausführungen manchmal verlegt, z. B. der Strahlauflänger vom Ende des Kopfteils in den Beginn des elektrischen Radialfeldes oder die Magnetfeldblende vom Ende des Zwischenstückes in den Beginn der Magnetfeldkassette. Bis heute erhalten blieb auch die schon in den ersten Ausführungen angewandte kräftefreie Aufhängung der ersten 3 Hauptteile (Ionenrohr, Kopfteil mit Pumpen und elektrisches Radialfeld), die mit Hilfe von Drahtseilen, Leitrollen und Gegengewichten ausbalanciert werden, was nicht nur das Auseinandernehmen und Zusammensetzen, sondern auch die Justierung durch das Zwischenstück sehr erleichtert.

Stets fußten Konstruktionsänderungen und Neuanfertigungen einzelner Teile auf den Erfahrungen mit früheren Ausführungen mit den Zielen, die theoretischen Forderungen immer besser zu erfüllen, den Strahlengang möglichst stabil zu gestalten und ihn beim Auswechseln und Reinigen von Bestandteilen der Apparatur so exakt wie möglich zu reproduzieren, die Schnelligkeit des Arbeitens mit dem Massenspektrographen zu vergrößern und letzten Endes immer wieder sein Auflösungsvermögen sowie die Meßgenauigkeit der Linien zu erhöhen, d. h., da die Ab-

\* Die vorliegende Arbeit enthält wesentliche Bestandteile der Dissertation von F. Everling (D 77).

<sup>1</sup> J. Mattiauch u. R. Herzog, Z. Phys. 89, 786 [1934].

<sup>2</sup> J. Mattiauch, S.-B. Akad. Wiss. Wien 145, 461 [1936].

<sup>3</sup> J. Mattiauch, Phys. Z. 39, 892 [1938].

<sup>4</sup> J. Mattiauch, H. Ewald, O. Hahn u. F. Strassmann, Z. Phys. 120, 598 [1943].

<sup>5</sup> R. Herzog, Z. Phys. 97, 596 [1935].



messungen der Polschuhe erhalten blieben, die Halbwertsbreite sowie die Flankensteilheit der Linien zu verbessern. Dieses letzte Ziel erforderte vor allem fortlaufende Verbesserung und Vermehrung der Justiermöglichkeiten, Verfeinerung des ionenoptisch abzubildenden Präzisionsspaltes, Konstanthaltung der Felder und schließlich Verbesserung der Vakumsicherheit.

Da seit der letzten Beschreibung<sup>6</sup> des mechanischen Aufbaues der Apparatur mehr als 9 Jahre verflossen sind, erscheint nunmehr eine etwas ausführlichere Mitteilung des jetzigen Standes der Anordnung am Platze, zumal da in der Zwischenzeit mit einer weiteren Erhöhung des Auflösungsvermögens  $M/dM$  um den Faktor 3 bis 4 auf etwa 80 000 bis 100 000 eine vorläufige Grenze für unseren Massenspektrographen erreicht zu sein scheint, wobei außerdem, im Gegensatz zu früher, diese hohe Auflösung auch bei langdauernden Expositionen erhalten wird. Die Änderungen verwerten vor allem die Erfahrungen, die im Laufe der Arbeit an den kürzlich veröffentlichten Präzisionsmessungen<sup>7</sup> gesammelt worden waren. Sie betreffen besonders (s. Abb. 1) die Neuanfertigungen des Ionenrohres, des Kopfteils und des Spaltsystems, des Plattenhalters und eines Aufängers nach dem elektrischen Felde, Verbesserungen in der Herstellung der Teile des elektrischen Radialfeldes, der Magnetfeldblende, der Polschuhe des Magneten, des Projektors für den Bezugspunkt, der zahlreichen beweglichen Vakuum einführungen sowie des gesamten Vorvakuumsystems und schließlich den Neubau eines lichtelektrischen Reglers für den Spulenstrom des Magneten.

### Ionenrohr

Hier wurde wieder auf den Oliphantschen Typ von zwei konzentrischen, auf die Entladungsspannung voneinander isolierten Zylindern zurückgegriffen. Die von Ewald<sup>6</sup> eingeführte Konstruktion, bei der das Rohr aus zwei konzentrischen, aber auf dem gleichen Anodenpotential liegenden Zylindern bestand, durch einen Flachringisolator von der am Kopfteil befindlichen Kathode getrennt, hatte neben Sprühen am Isolator und flackerndem Brennen der Entladung bei Spannungen über 15 kV den Nachteil,

dass Justierungen nur auf der Hochspannungsseite vorgenommen werden konnten.

Der Anodenzyylinder (3)\* besteht aus einem hochglanzpolierten Chromnickelstahlrohr, dessen Ende zur Aufnahme einer Hailey-Blende abgeschraubt werden kann. Er wird durch Öl ausreichend gekühlt, das durch eine kleine Umwälzpumpe der aus dem gleichen Stück herausgearbeiteten Ölkammer (2) zugeführt wird (1). Durch Betätigung einer mit Teileung versehenen Vorschubsschraube (4) und abgedichtet durch einen Simmerring (6) kann der Anodenzyylinder in seiner Längsrichtung zur Erreichung maximaler Intensität verschoben werden. Seine (horizontale) Querverschiebung geschieht durch eine Schlittenführung (5), die auch gleichzeitig die Führung für die Längsverschiebung trägt.

Als Isolator fanden zunächst Porzellanrohre Verwendung, die innen zur Aufnahme des Kathodenzyinders exakt rund und an den Stirnflächen zur Abdichtung gegenüber den Gummiringen ebenso genau plan geschliffen werden mussten. Die Enden trugen mit Araldit aufgekittete Metallflansche. Da jedoch das Schleifen viel Zeit und Arbeit in Anspruch nahm und da außerdem durch den Druck an den Endflanschen oft Haarrisse im Porzellan auftraten, wurde neuerdings dazu übergegangen, den Isolator aus Araldit zu gießen. Dieser Werkstoff lässt sich in spanabhebenden Maschinen vorzüglich bearbeiten und nachher polieren, auch dann, wenn eingegossene Metallteile (Endflansche und Schraubenmuttern) gleichzeitig mitbearbeitet werden müssen.

Der Kathodenzyylinder (8) liegt mit Paßsitz an der Innenbohrung des Isolators an und schirmt diesen in praktisch der ganzen Länge von der Entladung ab. Am anderen Ende ist mit ihm die eigentliche, deckelförmige Kathode (9) verschraubt, die eine auf 5 mm Breite und 20 mm Länge gefräste Öffnung zur Aufnahme von auswechselbaren Kanalstücken (10) besitzt. Zur sicheren Ableitung der Wärme von der Kathode (9) zu der im Kopfteil befindlichen Wasserkühlung (13) besteht der Kathodenzyylinder (8) aus einem 7 mm dicken Kupferrohr. Etwa in der Mitte ist mit ihm ein Flansch hart verlötet, der an zwei diametral gegenüberliegenden Stellen Bohrungen enthält, die über kleine Dichtungen mit den Gaseinlaßstutzen (12) am Kopfteil in Verbindung stehen. Über diesen Flansch und den anlie-

<sup>6</sup> H. Ewald, Z. Naturforsch. 1, 131 [1946].

<sup>7</sup> J. Mattiauch u. R. Bieri, Z. Naturforsch. 9a, 303 [1954].

\* Die Ziffern dieses und des folgenden Absatzes beziehen sich auf die Numerierung der Einzelteile in Abb. 1.

genden Endflansch des Isolators greift eine mit einem partiell ausgefrästen Schneckengewinde versehene Überwurfmutter (11), die es nach Art eines Bajonettschlusses gestattet, das Ionenrohr als Ganzes durch eine Viertelumdrehung leicht vom Kopfteil zu lösen und reproduzierbar wieder aufzusetzen.

Unser Ionenrohr brennt nun auch bei Entladungsspannungen von 30 kV sehr ruhig, so daß die bei flackernder Entladung so lästige Übertragung von Spannungsstößen auf das empfindliche (vibrating reed) Elektrometer und seine Zuleitungen zu den an drei verschiedenen Stellen der Apparatur befindlichen Strahlauflängern entfällt. Die leichte und sichere Trennmöglichkeit des Ionenrohres vom Kopfteil erwies sich als sehr vorteilhaft und zeitsparend, insbesondere da das Kanalstück (10) aus verschiedenen Gründen oft ausgewechselt werden muß. Dieses bestand bisher meist aus zwei Backen, die zusammen einen 5 mm langen und etwa 0,15 mm breiten Kanal bilden. Bei der Erzeugung von Ionenstrahlen aus Stoffen, die dem Rohr in Gas- oder Dampfform zugeführt werden können, sind sie, um die Kathodenzerstäubung möglichst herabzudrücken, aus reinem Aluminium gefertigt. Trotzdem werden sie durch die intensive Strahleinwirkung in verhältnismäßig kurzer Zeit zerstört oder es verstopt sich der enge Kanal, so daß die Backen ersetzt werden müssen. Das kann leicht ohne weitere Demontage des Rohres von außen her geschehen. Ferner scheint es für die Erreichung verschiedener Zwecke (z. B. Veränderung des Feldlinienverlaufes vor dem Kanal zwecks Veränderung der Bündelbreite der Ionen) wünschenswert, Kanalstücke der verschiedensten Formen und mit anders gearteten Kanälen (z. B. zylindrischer Bohrungen verschiedener Längen und Durchmesser) zu verwenden. Schließlich will man oft auch Kanalstücke aus anderen Metallen oder Legierungen verwenden, deren Atome absichtlich durch Zerstäubung in einer Edelgasentladung in den Entladungsraum gebracht werden, um auf diese Weise auch Ionenstrahlen aus festen Stoffen zu erzeugen.

### Kopfteil und Spaltsystem

Aus Gründen der Gewichtersparnis besteht der Kopfteil ganz aus Aluminium. Die in der Nähe des Ionenrohrflansches untergebrachten Stutzen (12) und Bohrungen für die Gaszuführung sowie die

Wasserkühlung (13), deren Anschlüsse in Abb. 1 nicht sichtbar sind, wurden bereits erwähnt. Für die Justierung des Ionenrohres wurden die drei Schwalbenschwanzführungen (14, 15, 16) neu eingeführt. Es hatte sich nämlich als wünschenswert erwiesen, sowohl den Kanalort als auch die Richtung des Kanalstrahles verschiebbar zu machen, da aus den Versuchen der letzten Arbeit<sup>7</sup> erschlossen worden war<sup>8</sup>, daß der Einfallswinkel des Ionenstrahles in das Radialfeld wesentlich zu den Abbildungseigenschaften des letzteren beitragen muß. Bei diesen Führungen und ebenso bei der schon erwähnten Führung (5) des Ionenrohres geschieht die Dichtung gegen das Vakuum durch Gummiringe, die auf der einen Seite in einer Nut liegen und im Gegenstück auf einer polierten Oberfläche gleiten. Zwei der Schwalbenschwanzführungen (14, 15) sind als Rundführungen ausgebildet für die Vertikal- und Horizontalschwenkung des Ionenrohres um den Ort der von Ewald<sup>9</sup> eingeführten Querblende (20) als Zentrum; die dritte Führung (16) ist eben und dient zur Querverschiebung des Rohres.

Von der letzten Führung (16) an ist der ganze Kopfteil aus einem geschmiedeten, massiven Aluminiumblock herausgearbeitet. Er wurde mit 4 Flachschieberhähnen (18, 19) ausgestattet, die wahlweise eine Absperrung des Zwischenvakuums von der übrigen Apparatur und der ersten Diffusionspumpe, des den Spalt beherbergenden Raumes von Ionenrohr, Radialfeld und zweiter Diffusionspumpe oder des Radialfeldes von Ionenrohr und Spalt ermöglicht. Dadurch wird vermieden, daß bei Arbeiten am Ionenrohr, Spalt oder Radialfeld stets auch in die übrigen Teile Luft eingelassen werden muß, was eine große Zeitsparnis bedeutet.

Die Vorrichtung (20) deutet einen Kreuzschlitten an, mit dessen Hilfe wahlweise verschiedene Ewaldsche Querblenden von 0,2 mm Weite oder ein Aufänger in den Strahlenweg geschoben und justiert werden kann. Dadurch, daß das Ionenrohr sehr weit in den Kopfteil hineinragt, wird der Strahlenweg im Zwischenvakuum zwischen Kanal (10) und Querblende (20) sehr kurz, wodurch Streuverluste herabgedrückt werden. Hier befindet sich auch unmittelbar hinter dem Kanal (10) der Strahlverschluß, der von außen (17) elektromagnetisch betätigt wird.

Größte Sorgfalt wurde auf die Konstruktion und Ausführung des Spaltsystems (21) verwendet, wobei das schon von Aston benutzte und nach dem Vor-

<sup>8</sup> R. Bieri, Dissertation D 77, Univ. Mainz.

<sup>9</sup> H. Ewald, Z. Naturforsch. 3a, 114 [1948].

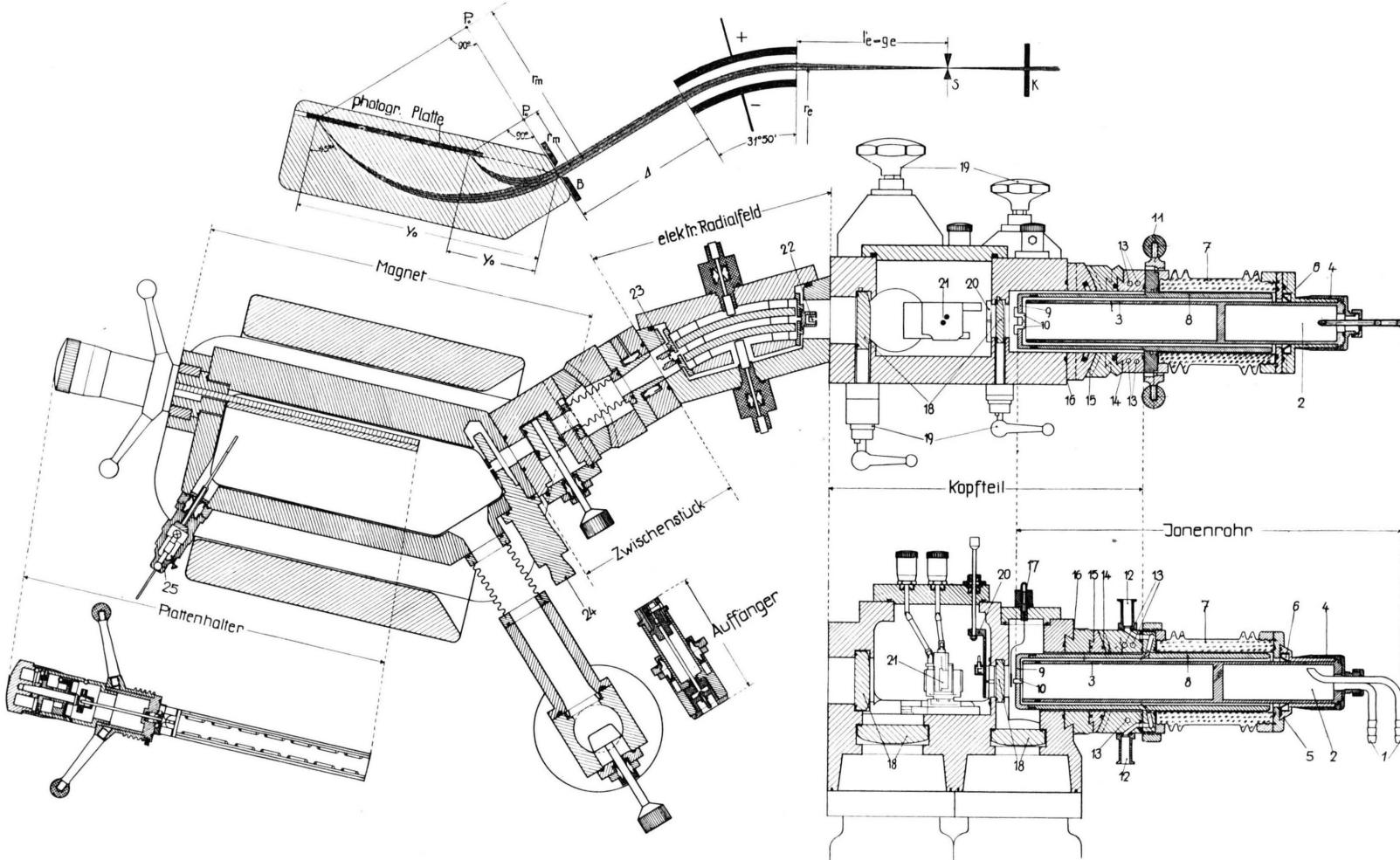


Abb. 1. Horizontalschnitt durch die Gesamtapparatur (teilweise schematisiert). (1) Anschlüsse zur Ölumwälzpumpe, (2) Ölkammer zur Kühlung des Anodenzyinders, (3) Anodenzyylinder (Chromnickelstahl poliert), (4) Vorschubschraube für die Längsverschiebung des Anodenzyinders, (5) Schwalbenschwanz für die Querverschiebung des Anodenzyinders, (6) Dichtung der Längsverschiebung (Simmer-ring), (7) Isolator (Araldit), (8) Kathodenzyylinder (Kupfer vernickelt), (9) Kathode, (10) auswechselbares Kanalstück, (11) Bajonetverschluß (zur Abtrennung des Ionenrohrs vom Kopfteil), (12) Stutzen für die Gaszufuhr, (13) Wasserkühlung

der Kathode (Anschlüsse nicht gezeichnet), (14) Vertikalschwenkung, (15) Horizontalschwenkung, (16) Querverschiebung des Ionenrohrs, (17) Strahlverschluß (elektromagnetisch betätigt), (18) Flachschieberventile, (19) Betätigung der Flachschieberventile, (20) Kreuzschlitzen mit Querblenden und Auffänger, (21) Walzenspalt, (22) Strahlauffänger vor dem elektrischen Radialfeld, (23) Austrittsblende, (24) Magnetfeldblende (Strahleintrittsblende und Feldbegrenzungsblende), (25) Projektor für den Bezugspunkt.

schlag des einen von uns (J. M.) von Ewald 10 weitgehend durchkonstruierte Prinzip des Walzenspaltes beibehalten wurde. Die Schwälbenschwanzführung, im allgemeinen die zweckmäßigste und einfachste Führung, hat sich an dieser Stelle nicht bewährt, da die an ihr auftretenden Reibungskräfte im Verhältnis zu den Kraftübertragungsgliedern (Kardangelenke) zu groß sind. Deshalb und um mit einem Minimum von Schmiermitteln auszukommen, wurden die Führungen durchwegs als Kugellagerführungen ausgebildet. Weiter hatte das alte Spaltsystem den Nachteil, daß die Einstellgenauigkeit gerade bei den für die Erreichung großen Auflösungsvermögens wichtigen, engen Spaltweiten sehr gering war. Hier konnte eine Verbesserung dadurch erzielt werden, daß die Spaltdrehung in der Horizontalebene, die, wie bekannt, die effektive Spaltweite regelt, über zwei Antriebe erfolgt. Der eine gestattet eine Grobverstellung, der andere – über einen geschliffenen Kegel geringerer Steigung – eine äußerst präzise Einstellung bis zu sehr kleinen effektiven Spaltweiten. Die daraus resultierende Möglichkeit der Verwendung geringerer Spaltweiten stellte ihrerseits an die Oberflächenbeschaffenheit der Spaltwalzen extreme Anforderungen. Durch ein spezielles Schwingschleifverfahren konnte aber die Walzenoberfläche so glatt gemacht werden, daß bei Veränderung der Spaltweite bis zu  $0,1 \mu$  (gemessen mit Hilfe der durchgehenden Ionenstromstärke) herunter fortläufend eine Verringerung der Linienbreite (d. h. eine Erhöhung des Auflösungsvermögens) beobachtet werden konnte. Die Spaltwalzen sind in einem speziellen Rahmen montiert, der als Ganzes aus dem Spaltsystem herausgezogen und gegen einen neuen ausgetauscht werden kann, was wieder einer Verkürzung der Arbeitszeit zugute kommt. Schließlich wurde für das Spaltsystem ein weiterer Freiheitsgrad nutzbar gemacht: Da die Brennweite des elektrischen Feldes sehr empfindlich vom Einschußwinkel abhängt, wurde auch eine Betätigung der Verschiebung des Spaltes in der Strahlrichtung wie bei den anderen Justiermöglichkeiten über ein Mikrometer von außerhalb des Vakuums vorgesehen.

## Plattenhalter

Die alte Ausführung des Plattenhalters entsprach in verschiedener Hinsicht nicht mehr den heutigen Anforderungen an die Präzision.

Die Lage der 25 cm langen Platte wurde hauptsächlich durch die vom Dichtungsflansch bestimmte Auflagefläche von ca.  $10 \text{ cm}^2$ , die an einem Ende der Platte in einer Ebene normal zur Schicht lag, gegeben. Ihre Höhenverstellung geschah über zwei um  $45^\circ$  gegen die Führungsschiene geneigte Schwabenschwänze, mit einer Kraftübertragung in der Längsrichtung der Platte. Bei der Neuausführung, von der Abb. 2 einen Schnitt zeigt, ist die Lage der Photoplatte *nur* durch die Begrenzungskante der Polschuhe (1)\* gegeben, da die Platte (2) bis auf ein dünnes Blechgehäuse (3) aus unmagnetischem Stahl, in das sie eingeschoben wird, mit den übrigen Teilen des Plattenhalters nur lose verbunden ist. Beim Einführen des Halters in die Polschuhnut wird die Platte durch kräftige Bronzefedern an die der Schicht zugelegene Seite der Nut gepreßt, wobei die Schicht vor einem Zerkratzen durch zwei Blechränder von 0,2 mm Dicke geschützt wird. Über 2 Zahngestangen am Verschiebestück (4) läßt sich die Platte in der Höhe verstellen, so daß auf einer Platte insgesamt 7 voneinander getrennte Aufnahmen untergebracht werden können.

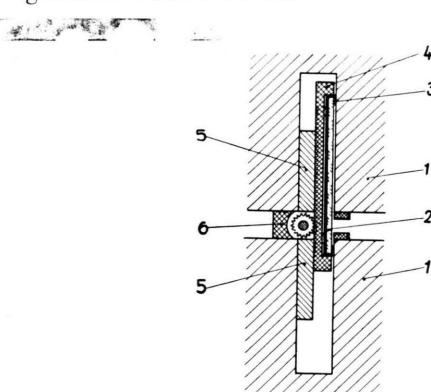


Abb. 2. Querschnitt des Plattenhalters. (1) Polschuhe mit Nut, (2) Photoplatte, (3) Plattenträger mit Distanzstreifen (Re-manit), (4) Verschiebestück, (5) Einlagen aus weichem Eisen, (6) Führungsschiene.

Diese Ausführung hat neben der viel reibungsloseren Verstellung und reproduzierbaren Lage der Platte den Vorteil, daß der verstellbare Teil nur etwa die Hälfte der Breite der bereits vorhandenen Nut in den Polschuhen (1) beansprucht. Um die durch die Nut hervorgerufene Feldinhomogenität herabzusetzen, konnte daher der neue Plattenhalter mit 2 Einlagen (5) aus weichem Eisen versehen werden.

\* Die Ziffern dieses Absatzes beziehen sich auf die Nummerierung der Einzelteile von Abb. 2.

den, die bei der Höhenverstellung der Platte nicht mitverschoben werden.

### Strahlauflänger nach dem elektrischen Radialfeld

Schon in der ersten Ausführung unseres Massenspektrographen war hier ein Auffänger vorgesehen, der aber später<sup>6</sup> weggelassen wurde. Es wurde aber doch als sehr wünschenswert empfunden, durch Veränderung der Spannung am Radialfeld, das mit einer Austrittsblende bekanntlich als Energiefilter wirkt, jederzeit die Energieverteilung der von der benutzten Ionenquelle erzeugten Ionen messen zu können. Bei Verwendung einer Elektronenstoß-Ionenquelle<sup>11</sup> ist ein solcher Auffänger praktisch unvermeidlich, da nur mit seiner Hilfe Beschleunigungs- und Ablenkspannung zur Erreichung maximaler Intensität rasch aufeinander abgestimmt werden können. Aber auch bei den recht umfangreichen Justierarbeiten erweist sich eine Möglichkeit der Strahlmessung an dieser Stelle als sehr nützlich.

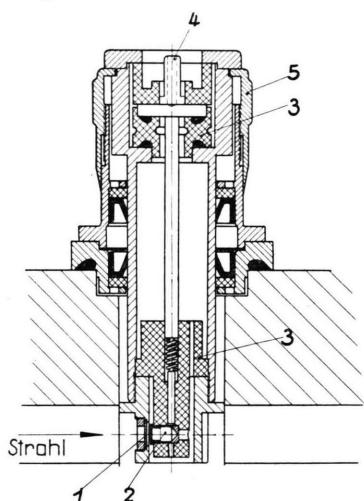


Abb. 3. Verstellbarer Auffänger nach dem elektrischen Feld. (1) Auswechselbare Blende, (2) Faraday-Käfig, (3) Trolitul-Isolation, (4) Anschluß zum Elektrometer, (5) Vorschub- schraube für die Verstellung.

Für die Durchführung solcher Messungen wird der Auffänger, dessen Ausführung in Abb. 3 gesondert gezeichnet ist, an Stelle des leicht abnehmbaren Hochvakuumventils in das Zwischenstück eingesetzt. Der Strahl fällt durch eine Blende (1)\* auf den eigentlichen Faraday-Käfig (2), der mit seinem An-

schluß (4) zum Elektrometer durch Trolitul (3) elektrostatisch einwandfrei isoliert ist. Durch eine Vorschubsschraube mit Teilung (5) kann der Auffänger quer zur Strahlrichtung verschoben werden.

### Verbesserungen an Einzelteilen

Auch der Auffänger vor dem elektrischen Radialfeld wurde ähnlich dem im vorigen Abschnitt beschriebenen ohne Kittstellen und mit einwandfreier Isolation neu angefertigt. Mit seiner Hilfe wird bekanntlich durch Justierung des Ionenrohres und des Walzenspaltes der zentrale Einschuß in das Radialfeld eingestellt; auch gibt die hier gemessene Stromstärke ein Maß für die effektive Breite  $s$  des Walzenspaltes. Da die Oberflächen der früher aus Messing gefertigten zylindrischen Platten des Radialfeldes sich nicht als genügend porenfrei erwiesen hatten, wurden 4 neue Paare derselben aus unmagnetischem Edelstahl (Remanit) hergestellt. Dazu wurden zum Gewichtsausgleich die Einzelstücke jedes Paares an vier um  $90^\circ$  gegeneinander versetzten Stellen der Planscheibe einer Drehbank befestigt, was während des Abdrehvorganges eine genaue Kontrolle des Durchmessers des durch zwei gegenüberliegende Stücke gebildeten Zylinders durch eine besondere Schublehre zuließ. In der gleichen Weise erfolgte die Neuanfertigung der Halterungsstücke aus Isoliermaterial. Die Abmessungen wurden so gewählt, daß bei einem Abstand der feldbegrenzenden Flächen von 1,00 cm ein mittlerer Kreisbahnradius (s. Abb. 1) von  $r_e = 28,00$  cm resultierte. Bei der Abfrässung der Stirnflächen wurde auf möglichst genaue Einhaltung des theoretischen Ablenkwinkels  $\Phi_e = \pi/4V2$  geachtet. An der Austrittsseite des Radialfeldes wurde eine Vorrichtung eingebaut, mit der austauschbare Blenden (von etwa 0,5 mm Breite) in den Strahlweg eingeschoben werden, so daß nur die zentral austretenden Strahlen in das Magnetfeld gelangen.

Die Polschuhflächen des Magneten wurden sauber geschliffen und ihre Führung im Messingrahmen der Magnetfeldkassette so verbessert, daß nach dem Zusammensetzen überall die gleiche Polschuhdistanz von 5 mm gewährleistet ist und daß sich die Stirnflächen der Polschuhe beim Strahleneintritt in der gleichen Vertikalebene gegenüberstehen. Gleichzeitig wurde die Herzog'sche Feldbegrenzungsblende, die

\* A. Engler u. H. Hintenberger, Helv. Phys. Acta 26, 657 [1953].

\* Die Ziffern dieses Absatzes beziehen sich auf die Nummerierung von Abb. 3.

in der Magnetfeldblende eingebaut ist, so umkonstruiert, daß sie der theoretischen Berechnung besser entsprach und daß ihre Lage relativ zu den Stirnflächen der Polschuhe auch bei Verstellung der Eintrittsblende erhalten blieb.

Entlang der die Platte aufnehmenden Nut trugen die Polschuhe seit jeher einen etwa 1 mm dicken Streifen aus Messing (s. Abb. 2). Diese dienten zur Abdeckung der Linienenden, die ohne die Streifen wegen der dort herrschenden starken Feldinhomogenität ein zerfranstes Aussehen haben. Ihre Befestigung gewährleistete jedoch früher in keiner Weise exakt gleiche Länge für alle Linien einer Aufnahme. Nachdem nun die Streifen mit Araldit aufgeklebt und nachher bearbeitet worden waren, konnte die Platte im Meßkomparator entlang der durch die Linienendpunkte definierten Geraden sehr genau ausgerichtet und festgestellt werden, bei welcher Justierung des Strahlenganges die Linien möglichst überall normal zu dieser Geraden (d. h. parallel zur Feldrichtung) stehen. Besonders die Betätigung des im Zwischenstück befindlichen Drehteiles, der das Radialfeld gegenüber dem Magnetfeld dreht, verändert nämlich auch den Winkel zwischen Linien- und Feldrichtung. Zusammen mit dem neuen Plattenhalter wird nunmehr bei allen Aufnahmen einer Platte der Cosinusfehler bei der Ausmessung der Linienabstände vermieden. Der Projektor wurde so umgearbeitet, daß auf jede Aufnahme als Bezugs- punkt ein Fadenkreuz abgebildet wird und daß die Einstellung auf scharfe Abbildung von außerhalb des Vakuums vorgenommen werden kann.

### Vakuumanlage

Das Vakuum wird durch 3 Öldiffusionspumpen (2 am Kopfteil für Zwischen- und Hauptvakuum und eine am Kniestück zur Evakuierung der Magnetfeldkassette) mit einer Saugleistung von je  $250 \text{ l/sec}$  bei  $10^{-4} \text{ Torr}$  erzeugt. Erst durch die Verwendung der DIFF 250 der Gerätebauanstalt Balzers mit ihren sehr gut konstruierten Baffels\* konnte die Bildung eines Ölfilms, der besonders an der Zwischenblende und am Walzenspalt sehr lästig war, völlig vermieden werden. Als Vorpumpe dient eine kleine Quecksilberdiffusionspumpe mit Kühlfaße, die ihrerseits auf einen Vorvakuumzylinder von 6 l Inhalt arbeiten.

\* Wir möchten auch an dieser Stelle Herrn Dr. M. A u w ä r t e r für die geschenkweise Überlassung dieser Diffusionspumpen herzlichst danken.

tet, der einmal am Tag mit einer rotierenden Pumpe evakuiert wird. Diese letzte Pumpe bleibt demnach frei, um beim Plattenwechsel die Magnetfeldkassette oder auch jeden anderen Teilraum des Massenspektrographen, der zwecks Vornahme von Arbeiten durch Flachschieberhähne abgeschlossen war, wieder auf Vorvakuum zu bringen. Dazu besitzt jeder solche Teilraum einen kleinen Flansch mit einem hochvakuumdichten Ventil.

Die Apparatur enthält 44 mit Simmerringen gedichtete Durchführungen in das Vakuum, von denen die meisten so umgearbeitet wurden, wie es Abb. 4 zeigt, d. h. die Schubstangen wurden stets so angeordnet, daß keine metallische Führung den auf Hochglanz polierten, dichtenden Bereich schädigen konnte. Bei kleinem Hub wurde die Führung verlegt, bei größerem Hub von Simrit, Plexiglas oder dgl. gebildet. An drei Stellen der Apparatur befindet sich je ein kleiner Flansch mit Konus zur Aufnahme eines Penning-Manometers. Beim Betrieb der Entladung im Ionenrohr beträgt der Druck im Zwischenvakuum  $2$  bis  $3 \cdot 10^{-5} \text{ Torr}$ , hinter dem Walzenspalt  $1 \cdot 10^{-6} \text{ Torr}$  und in der Magnetfeldkassette, gemessen neben dem Dichtungsflansch des Plattenhalters, weniger als  $1 \cdot 10^{-5} \text{ Torr}$ .

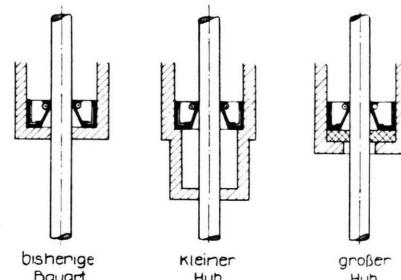


Abb. 4. Führung dichtender Schubstangen.

### Konstanthaltung der Felder

Gute Anodenbatterien in einem wärmeisolierenden und elektrisch abgeschirmten Kasten mit abgeschirmten Zuleitungen zu den Platten des Radialfeldes genügen, um auch für lang dauernde Expositionen die für das hier erreichte Auflösungsvermögen benötigte Konstanz der Feldstärke zu gewährleisten.

Beim Magnet wird der Spulenstrom, der einer eigenen Akkubatterie von 78 Ah entnommen wird, automatisch über großenordnungsmäßig eine Stunde konstant gehalten. Abgesehen von vernachlässigbaren Impulsen, deren Dauer in der Größenordnung unterhalb 1 sec liegt, genügt dies, wie aus der

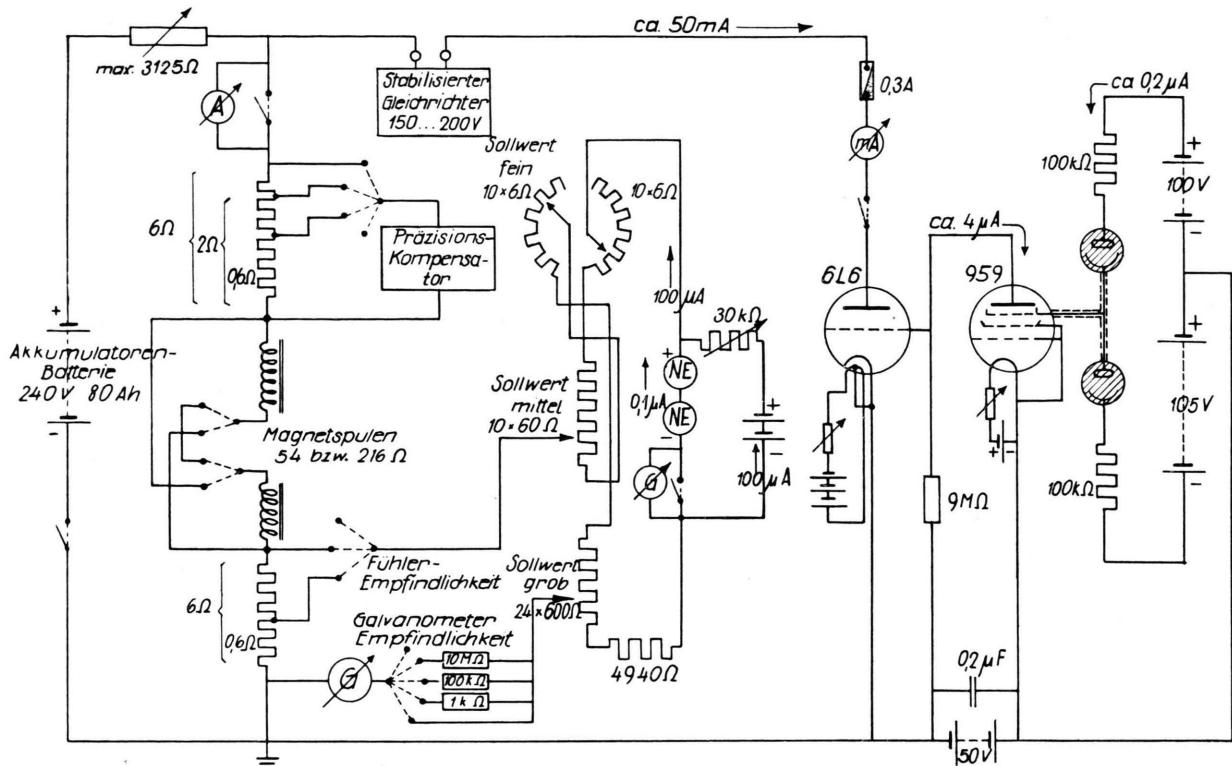


Abb. 5. Schaltschema des Magnetstromreglers. Galvanometer und Photozellen sind lichtelektrisch gekoppelt.

Linienbreite hervorgeht, nach Eintritt des Wärme-  
gleichgewichtes für eine Konstanz der magnetischen  
Feldstärke vom Betrage  $dH/H \leq 2 \cdot 10^{-6}$ . Das Prin-  
zip des im folgenden beschriebenen Reglers wurde  
schon vor langer Zeit beim Betrieb von Zyklotrons  
angewendet und der hier benutzte stellt eine Weiter-  
entwicklung eines 1943 von Siemens & Halske ge-  
lieferten Gerätes dar. Mit einer verhältnismäßig ge-  
ringen Verbesserung<sup>8</sup> war schon 1951 bei Aufnah-  
men von mehr als 15 min Expositionsduer ein Auf-  
lösungsvermögen von 50 000 erreicht worden<sup>12</sup>.

Es handelt sich um einen selbsttätigen, stetigen, proportional wirkenden, lichtelektrischen Stromregler ohne Rückführung, dessen Schaltschema in Abb. 5 wiedergegeben ist. Ein stark gedämpftes Galvanometer in Kompensationsschaltung mißt den konstant zu haltenden Spulenstrom. Sein Lichtzeiger beeinflußt über 2 Photozellen das Gitter einer zur Spule parallelen Röhre so, daß deren Anodenstrom die wegen eines Vorwiderstandes belastungsabhängige Speisestrahlung korrigiert. Die einstellbare Vergleichsspannung wird von 2 gepufferten, wärmeisolierten Nor-

malelementen gebildet. Mit den aus Abb. 6 ersichtlichen Bezeichnungen ergibt sich als relative Änderung der Spannung  $U_p$ :

$$\frac{dU_p}{U_p} = \frac{R_N dE_A}{E_N(R_A + R) + E_A R_N},$$

d. h. die Genauigkeit dieser Hilfsspannung wird durch die Temperaturkonstanz der Normalelemente und ihren Innenwiderstand bestimmt. Mit  $E_N = 2,0$  V,

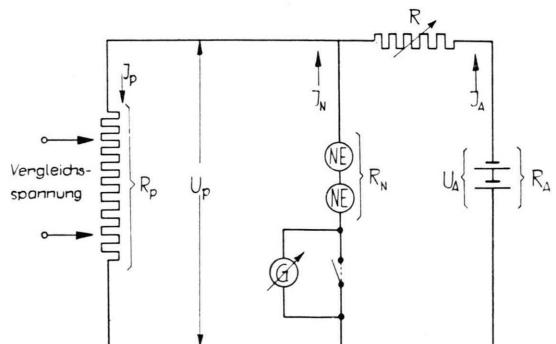


Abb. 6. Schaltung der einstellbaren, auf  $2 \cdot 10^{-6}$  konstanten Vergleichsspannung mit Hilfe gepufferter Normalelemente.

<sup>12</sup> J. Mattauch u. R. Bieri, Proceedings of the NBS Semicentennial Symposium on Mass Spectroscopy in Physics

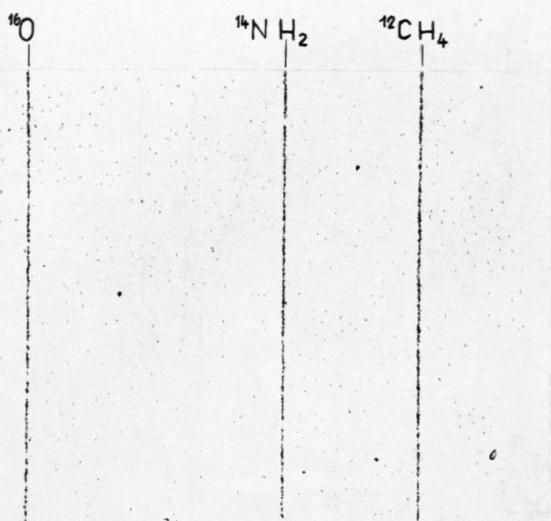


Abb. 7a.  $A=16 (T=3 \text{ min})$ .  
 $^{14}\text{NH}_2: D=150 \text{ mm}; dy=1,4 \mu$ .  
 $M/dM=107\,000$ .

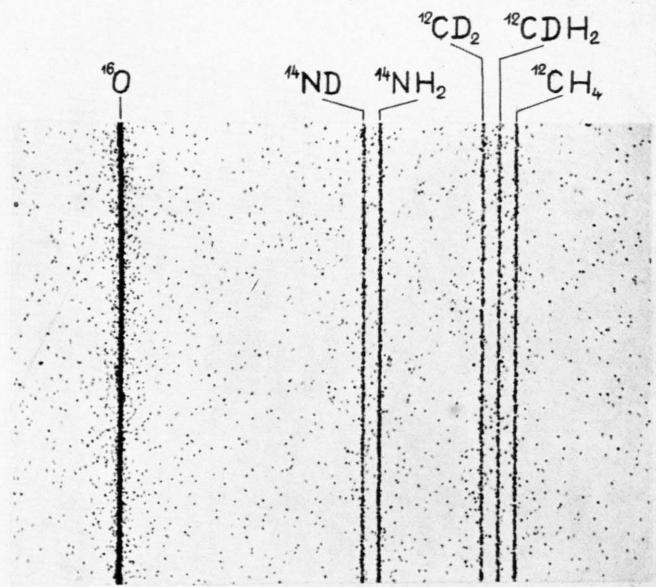


Abb. 7b.  $A=16 (T=5 \text{ min})$ .  
 $^{14}\text{ND}: D=140 \text{ mm}; dy=1,7 \mu$ .  
 $M/dM=82\,000$ .

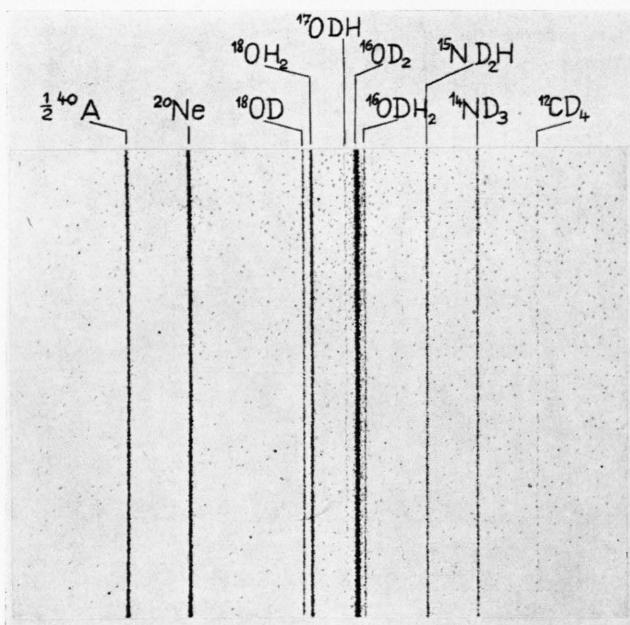


Abb. 7c.  $A=20 (T=24 \text{ min})$ .  
 $^{18}\text{OD}: D=154 \text{ mm}; dy=2,0 \mu$ .  
 $M/dM=77\,000$ .

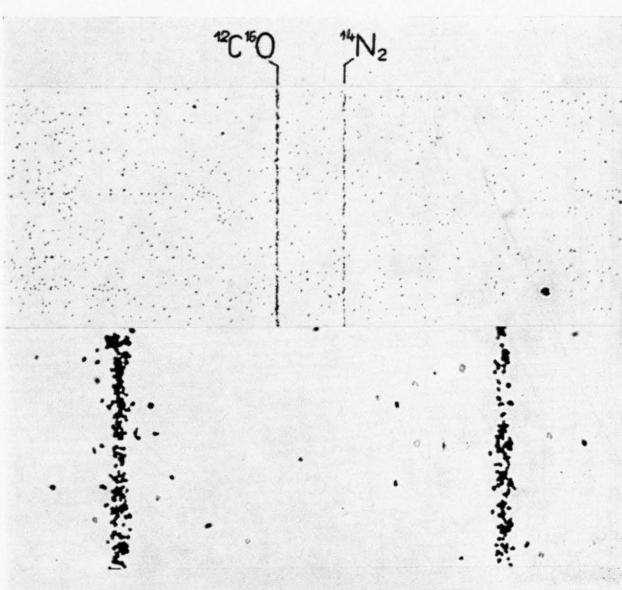


Abb. 7d.  $A=28 (T=1 \text{ min } 20 \text{ sec})$ .  
 $^{14}\text{N}_2: D=147 \text{ mm}; dy=1,6 \mu$ .  
 $M/dM=92\,000$ .  
Vergrößerung: oben 150-fach, unten 860-fach.

Abb. 7. Beispiele von massenspektrographischen Multipletts (mit Angabe des gemessenen Auflösungsvermögens).



$R_A \ll R = 20 \text{ k}\Omega$ ,  $R_N = 540 \Omega$  und  $E_A = 4,0 \text{ V}$  erhält man  $dU_p/U_p = 2 \cdot 10^{-6}$ , wenn  $dE_A = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ V}$  eingesetzt wird, was einer Temperaturschwankung der Normalelemente von  $0,01^\circ \text{C}$  entspricht. Daß die gepufferten Normalelemente über eine Stunde lang eine auf relativ  $2 \cdot 10^{-6}$  konstante Vergleichsspannung liefern, konnte durch fortlaufende Messung derselben bestätigt werden.

### Leistungsfähigkeit des Massenspektrographen

Bereits bei der Beschreibung der Neukonstruktionen und Verbesserung der Einzelteile fand eine Reihe von erreichten Vorteilen Erwähnung, die sich auf Arbeits- und Zeitersparnis, auf die Erzielung mit erhöhter Genauigkeit ausmeßbarer Massenspektren etc. beziehen. Die wichtigsten Prüfsteine für die Leistungsfähigkeit eines Massenspektrographen stellen aber wohl die erreichten Werte der Dispersion und des Auflösungsvermögens sowie die durch den Schwärzungsverlauf der Linie bedingte Einstellgenauigkeit dar. Da an der Größe des Magneten nichts geändert worden war, blieb auch der Dispersionskoeffizient  $D = 1/2 y_0$  ( $y_0$  = Entfernung des Ortes

einer bestimmten Linie vom Eintrittspunkt der Strahlen ins Magnetfeld) der gleiche wie früher. Da aber, wie schon erwähnt, die Linienbreite  $dy$  bis zu Spaltbreiten  $s = 0,1 \mu$  fortlaufend abnahm, konnte das erreichte Auflösungsvermögen  $M/dM = r_e/2 s = D/dy$  sehr hochgetrieben werden. Aus der großen Anzahl gleichwertiger Massenspektren zeigt Abb. 7\* vier Beispiele von Multipletts aus Aufnahmen verschiedener Expositionszeit  $T$ , bei denen die Breite  $dy$  je einer Linie im Okularmikrometer eines Mikroskops bei starker Vergrößerung und Verwendung eines hochauflösenden Trockenobjektivs gemessen wurde. Die Bestimmung von  $D = 1/2 [y_B - (y_B - y_0)]$  erfolgte mit für diesen Zweck genügender Genauigkeit durch Messung des Abstandes  $(y_B - y_0)$  der Linie vom Bezugspunkt und unter Verwendung des bekannten  $y$ -Wertes des Bezugspunktes  $y_B = 31,73 \text{ cm}$ . Das sich daraus ergebende Auflösungsvermögen liegt in günstigen Fällen bei guter Justierung des Strahlenganges um 100 000. Die Genauigkeit, mit der das Fadenpaar des Meßmikroskops auf die Linien eingestellt werden kann, entspricht nun etwa derjenigen auf die geritzten Teilstriche des Invar-Etalons.

\* Abb. 7a–d auf Tafel S. 666a.

## Szintillationszählung der (n, $\alpha$ )- bzw. (n, f)-Reaktion zur Isotopenanalyse bei Lithium, Bor und Uran

Von H. WÄNKE und E. U. MONSE

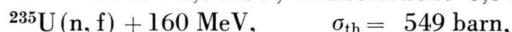
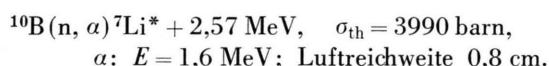
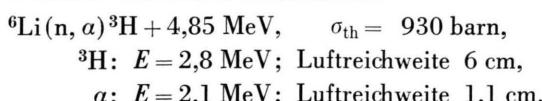
Aus dem Max-Planck-Institut für Chemie, Mainz

(Z. Naturforsch. **10a**, 667–669 [1955]; eingegangen am 20. Juli 1955)

Es wird ein Verfahren zur relativen Bestimmung der Isotopenhäufigkeiten von Lithium, Bor und Uran beschrieben, dem die Reaktionen  $^6\text{Li}(n, \alpha)^3\text{H}$  bzw.  $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$  bzw.  $^{235}\text{U}(n, f)$  zugrundeliegen. Die bei diesen Reaktionen auftretenden Tritonen,  $\alpha$ -Teilchen und Kernbruchstücke werden mit Hilfe eines Szintillationszählers nachgewiesen. Als Neutronenquelle dient ein Ra-Be-Präparat von 100 mC.

Lithium natürlicher Isotopenzusammensetzung liefert in Form einer „unendlich“ dicken Schicht von LiF (3 cm<sup>2</sup> Fläche; Belegungsdichte  $\geq 2 \text{ mg/cm}^2$ ) unter optimalen Bedingungen 300 Impulse/min bei einem Nulleffekt von 1–2%. Amorphes Bor natürlicher Isotopenzusammensetzung ergibt unter gleichen Bedingungen aber veränderter Diskriminatortstellung einen Gesamteffekt von 135 Impulsen/min bei etwa 16% Nulleffekt. Eine „unendlich“ dicke Schicht von  $\text{U}_3\text{O}_8$  natürlicher Isotopenzusammensetzung (10 cm<sup>2</sup> Fläche) gab 6 Impulse/min und keinen Nulleffekt.

Für die Auswertung von Isotopen trennversuchen ist es wünschenswert, einfache und schnelle Methoden zur Messung der Anreicherung zu besitzen. Bei Lithium, Bor und Uran lassen sich für diesen Zweck die folgenden mit thermischen Neutronen auslösbar Reaktionen heranziehen:



Die Partner-Isotope  $^7\text{Li}$ ,  $^{11}\text{B}$  und  $^{238}\text{U}$  werden durch thermische Neutronen nicht zur Emission von energiereichen Nukliden angeregt.

Bereits Herr<sup>1</sup> gründete seine Methode zur Isotopenanalyse auf die Reaktion  $^6\text{Li}(n, \alpha)^3\text{H}$ . Er wies

<sup>1</sup> W. Herr, Z. Naturforsch. **8a**, 305 [1953].