

$R_A \ll R = 20 \text{ k}\Omega$, $R_N = 540 \text{ }\Omega$ 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 Einstellungsgenauigkeit dar. Da an der Größe des Magneten nichts geändert worden war, blieb auch der Dispersionskoeffizient $D = \frac{1}{2} y_0$ (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 $s = 0,1 \text{ }\mu$ fortlaufend abnahm, konnte das erreichte Auflösungsvermögen $M/dM = r_e/2s = D/dy$ 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 $D = \frac{1}{2} [y_B - (y_B - y_0)]$ 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. 7 a–d auf Tafel S. 666 a.

Szintillationszählung der (n, α)- bzw. (n, f)-Reaktion zur Isotopenanalyse bei Lithium, Bor und Uran

Von H. WANKE und E. U. MONSE

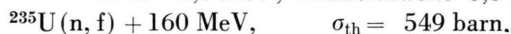
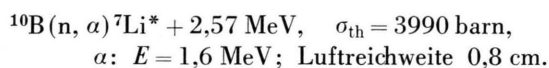
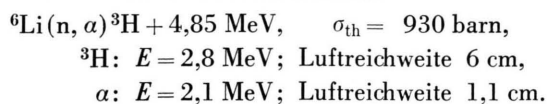
Aus dem Max-Planck-Institut für Chemie, Mainz

(Z. Naturforsch. 10 a, 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, α -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 cm² 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 Diskriminatorstellung einen Gesamteffekt von 135 Impulsen/min bei etwa 16% Nulleffekt. Eine „unendlich“ dicke Schicht von U_3O_8 natürlicher Isotopenzusammensetzung (10 cm² Fläche) gab 6 Impulse/min und keinen Nulleffekt.

Für die Auswertung von Isotopentrennversuchen 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 auslösbaren 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 Herr¹ gründete seine Methode zur Isotopenanalyse auf die Reaktion ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$. Er wies

¹ W. Herr, Z. Naturforsch. 8a, 305 [1953].



sie mit Kernphotoplatten nach und konnte deshalb keine Ra-Be-Neutronenquelle verwenden, weil deren γ -Strahlung die Platte zu sehr schwärzt. Bei unserem Verfahren wird die Reaktion mit einem Szintillationszähler nachgewiesen. Ein Diskriminator ermöglicht es, den γ -Untergrund abzuschneiden, so daß wir mit einer Ra-Be-Quelle (100 mC) arbeiten konnten.

Abb. 1 zeigt den Aufbau des Zählers. Die aus dem Ra-Be-Präparat kommenden Neutronen werden durch Paraffin verlangsamt. Als Phosphor dient ein dicht über der zu analysierenden Schicht liegender Zinksulfidschirm.

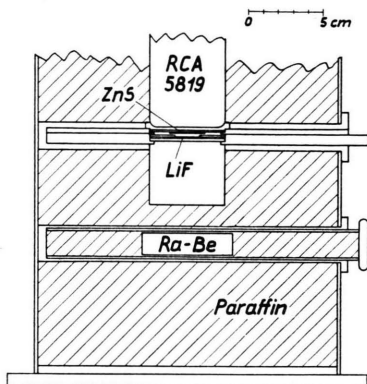


Abb. 1. Anordnung zur Isotopenanalyse von Lithium bzw. Bor oder Uran.

Für *Lithiumanalysen* wird am besten von einer löslichen Lithiumverbindung ausgegangen, aus deren Lösung LiF mittels NH_4F gefällt wird. Es empfiehlt sich, stets die gleichen Fällungsbedingungen (pH -Wert, Temperatur) einzuhalten, obwohl die davon abhängige Größe der entstehenden LiF-Kristalle keinen merkbaren Einfluß auf die Zahl der emittierten Teilchen hat. Besonders geeignet sind kleine Kristalle zur Erreichung einer glatten Schicht; man erhält sie durch Fällung im schwach sauren Medium (pH 4–5) bei Zimmertemperatur. Der Lithiumfluoridniederschlag wird aufgerührt und in einer Nutsche mit Glasfritte auf einem Membranfilter (Sartorius Göttingen) abgesaugt. Das Membranfilter mit der fertigen LiF-Schicht wird zwischen zwei Messingbleche gespannt, deren eines mit einer Blende (Durchmesser 18 mm) versehen ist, und anschließend getrocknet. Gute Trocknung der Schichten (48 Stdn. im P_2O_5 -Exsikkator) ist sehr wesentlich für die Reproduzierbarkeit.

Die vorliegende Methode ist für „unendlich dicke“ Schichten entwickelt worden, obwohl sie grundsätzlich auch auf „dünne“ Schichten Anwendung finden kann, wobei allerdings die Belegungsdichte genau bekannt sein muß. Die Sättigungsdicke für den Austritt der Tritonen beträgt bei LiF ca. 6 mg/cm^2 . Die effektive Schichtdicke, aus der alle austretenden Teilchen registriert werden, war wesentlich geringer, da zwecks Verminderung des Nulleffektes meistens eine Diskriminatorstellung gewählt wurde, bei der nur Teilchen mit Restenergien von etwa 1,8 MeV ansprechen. Aus Tab. 1 ist zu ersehen, daß

die effektive Sättigungsdicke entsprechend der gewählten Diskriminatorstellung etwa 2 mg/cm^2 betrug.

mg LiF/cm ²	N Gezählte Impulse minus Nulleffekt	\sqrt{N} Mittl. Fehler theoretisch	Mittl. Fehler aus 10 Messungen	Impulszahl/min
1	1042	± 32	± 33	$208,4 \pm 6,6$
2	1480	± 38	± 48	$296,0 \pm 9,6$
5	1473	± 38	± 40	$294,6 \pm 8,0$
10	1485	± 39	± 43	$297,0 \pm 8,6$
20	1479	± 38	± 40	$295,8 \pm 8,0$

Tab. 1.

Der Nulleffekt des verwendeten Szintillationszählers bei Abwesenheit der Ra-Be-Quelle ist außerordentlich gering (etwa 2 Teilchen/h; hervorgerufen durch α -strahlende Verunreinigungen des ZnS-Phosphors). Die γ -Strahlung der Ra-Be-Quelle kann wegen der im Verhältnis zu den α -Teilchen viel geringeren spezifischen Ionisation der γ -Quanten mit Hilfe des Diskriminators vollständig ausgeschaltet werden. Eine wesentliche Erhöhung des Nulleffektes wird jedoch durch die Neutronen bewirkt, und zwar sind dafür, wie durch Versuche mit Cadmium-Absorbern festgestellt werden konnte, beinahe ausschließlich schnelle Neutronen verantwortlich, die trotz des Paraffins zum ZnS-Schirm gelangen und dort Rückstoßkerne erzeugen. Die Neutronen einer Ra-Be-Quelle besitzen Energien bis zu $E_{\text{max}} = 13,7 \text{ MeV}$, und somit beträgt die maximal auf einen gestoßenen Schwefelkern übertragbare Energie $E_{\text{max}} \cdot 4 M / (M + m)^2 = 1,6 \text{ MeV}$. Sie liegt in der gleichen Größenordnung wie die Energien der zu zählenden Tritonen und α -Teilchen. Es ist zwar möglich, das Verhältnis Nulleffekt zu Gesamteffekt durch höhere Diskriminatorstellung zu verbessern, doch ist eine solche Maßnahme wegen der dadurch bedingten Verringerung der absoluten Teilchenzahl nur bis zu einem gewissen Grad empfehlenswert. Hingegen ist es wesentlich, den Zinksulfidschirm sowohl an Fläche als auch an Dicke nicht größer zu machen als für den gewünschten Zweck erforderlich. Der von uns verwendete Schirm hat eine Dicke von 10 mg/cm^2 (ausreichend zur völligen Absorption der 2,8 MeV Tritonen). Als Bindemittel für das Zinksulfid auf der Glasunterlage verwendeten wir eine Lösung von 5% Phosphorsäure in Aceton. Wichtig ist die Vermeidung aller wasserstoffhaltigen Substanzen (Kunststoffe) in der Nähe des ZnS-Phosphors, da man sonst durch die auftretenden Rückstoßprotonen eine erhebliche Erhöhung des Nulleffektes bekommen kann.

Für genaue Messungen ist besonders bei Proben mit sehr geringem ^6Li -Gehalt und den damit erforderlichen längeren Zählzeiten eine hohe Konstanz von Verstärker und Diskriminator notwendig; hierzu müssen sowohl die Multiplierhochspannung als auch die Verstärkerbetriebsspannungen ausreichend stabilisiert sein.

Tab. 2 enthält die Resultate einiger Messungen an Proben, die Isotopenanreicherungsversuchen mittels Schmelzelektrolyse entstammen.

Im Falle des Bors beträgt die theoretische Sättigungsdicke einer Schicht von amorphem Bor entsprechend der Reichweite der auftretenden α -Teilchen etwa $0,7 \text{ mg/cm}^2$. Das Verhältnis Gesamteffekt zu Nulleffekt wird hier ungünstiger, da in diesem Energiebereich (maximal 1,6 MeV) der durch die schnellen Neutronen verursachte Nulleffekt stärker in Erscheinung tritt. Eine von uns untersuchte Probe amorphen Bors natürlicher Isotopenzusammensetzung mit einer Schichtdicke von

	Zahl der Impulse	Zeit (min)	Zahl d. Imp. pro min	Zahl d. Imp. pro min minus Nulleffekt	Gehalt % ⁶ Li
Nulleffekt	951 ± 31	210	4,53 ± 0,15	—	—
Probe mit natürlichem ⁶ Li-Gehalt	18 060 ± 134	60	301,0 ± 2,2	296,5 ± 2,5	7,40 (Tab.-Wert)
Durch Schmelz- elektrolyse abgereicherte Proben	17 452 ± 132 13 572 ± 116 2 519 ± 50	75 105 200	232,7 ± 1,8 129,3 ± 1,1 12,59 ± 0,25	228,2 ± 2,1 124,8 ± 1,3 8,06 ± 0,40	5,69 ± 0,11 3,11 ± 0,06 0,20 ± 0,01

Tab. 2.

1 mg/cm² (Fläche 3 cm²) ergab bei der günstigsten Einstellung des Diskriminators, bei der nur solche α -Teilchen gezählt wurden, die mit einer Energie von mehr als 1,3 MeV aus der Borschicht austreten, einen Gesamteffekt von 135 Teilchen/min bei 22 Teilchen/min Nulleffekt.

Infolge des großen Wirkungsquerschnittes von Bor gegenüber thermischen Neutronen wird der Neutronenfluß bei größeren Schichtdicken merklich vom Bor beeinflusst. Die Schicht-

dicke, bei der der Neutronenstrom auf den e -ten Teil abgesunken ist, beträgt bei Bor 24 mg/cm², bei LiF 690 mg/cm² (beides natürliche Isotopenzusammensetzung). Während diese Absorption der Neutronen beim Lithium vollkommen unberücksichtigt bleiben kann (vgl. auch Tab. 1), muß sie bei Bor im Falle genauerer Messungen beachtet werden.

Die Bestrahlung einer Schicht von Uranoxyd (U₃O₈) natürlicher Isotopenzusammensetzung ergab eine Intensität von 6 Spaltstücken/min (die Fläche der Proben betrug 10 cm²). Die von den α -Teilchen des Urans herrührenden Impulse müssen durch den Diskriminator unterdrückt werden, wobei dann gleichzeitig der oben beschriebene Nulleffekt (durch schnelle Neutronen ausgelöste Rückstoßkerne im ZnS-Schirm) fortfällt. Damit wird es auch möglich, die Zahl der gezählten Spaltstücke durch eine entsprechende stärkere Neutronenquelle zu erhöhen, ohne daß dadurch auch der Nulleffekt erhöht würde.

Wir danken den Herren Dr. A. Klemm, Dr. W. Herr und Dipl. Chem. G. Hermann für wertvolle Anregungen und freundliche Ratschläge.

Aktivierungsstörung von Indiumfolien im Neutronenfeld

Von H. MEISTER

Aus dem Max-Planck-Institut für Physik, Göttingen
(Z. Naturforsch. **10a**, 669—680 [1955]; eingegangen am 25. Juni 1955)

Die Aktivierungsstörung kreisscheibenförmiger Indiumfolien im thermischen Neutronenfeld wurde in den Streumediten Paraffin und Graphit durch Vergleich der Aktivierung im Medium mit der in einem hinreichend großen Hohlraum gemessen. Die gemessenen Störungen gehorchen in der Geometrieabhängigkeit der elementaren Diffusionstheorie, weichen jedoch in den Absolutwerten davon ab. Die Aktivierungsstörung in Paraffin steht im Einklang mit Rechnungen von Corinaldesi.

§ 1. Formulierung des Problems

Eine scheibenförmige Neutronensonde wirkt in einem thermischen Neutronenfeld als negative Flächenquelle und vermindert daher in ihrer Umgebung die Neutronendichte. Infolgedessen erfährt die Sonde eine Aktivierung C (d. i. die Zahl der sekundlich je cm² der Sonde aktivierten Atomkerne), die kleiner ist als die Aktivierung C_0 , welche dem ungestörten Feld entsprechen würde. Als Aktivierungsstörung bezeichnet man¹

$$\kappa_C = (C_0 - C)/C. \quad (1)$$

$C_0 - C$ ist diejenige Aktivierung, welche die zur Sonde zurückgelangenden Neutronen des negativen Störfeldes dort hervorrufen würden. Daher ist die Aktivierungsstörung κ_C um so größer, je größer die

Rückstreuwahrscheinlichkeit für ein aus der Sonde austretendes Neutron, d. h. je kleiner die Transportweglänge λ_t des umgebenden Mediums ist.

κ_C ist für kreisscheibenförmige Sonden von verschiedenen Autoren theoretisch berechnet worden^{1, 2, 3, 4} (siehe § 5). Die Ergebnisse werden mit Messungen verglichen, die an Indiumfolien der Schichtdicke $\delta = 0,02 \dots 0,3$ g/cm² und den Radien $R = 0,6 \dots 1,2$ cm in den Streumediten Paraffin und Graphit durchgeführt wurden.

Die Messung von κ_C beruht auf einem Vergleich der gestörten Aktivierung C im Streumedium mit der Aktivierung C_0 derselben Sonde an einem Orte, an dem eine solche Störung nicht eintritt.

Dieser ungestörte Fall wurde dadurch realisiert, daß die Sonde in einem Hohlraum innerhalb des Streumediums aktiviert wurde. Wegen der Abwesen-

¹ M. A. Vigon u. K. Wirtz, Z. Naturforsch. **9a**, 286 [1954].

² W. Bothe, Z. Phys. **120**, 437 [1943].

³ E. Corinaldesi, Nuovo Cim. **3**, 131 [1946].

⁴ T. H. R. Skyrme, Canad. decl. Rep. MS 91.