

Das γ -Spektrum wurde mit einem Szintillations- γ -Spektrographen aufgenommen. Der NaJ-Kristall und Multiplier (Dumont 6292) befand sich unmittelbar unter dem Auffänger mit dem Mg-Target. Die verstärkten Impulse wurden vom Schirm eines Oszilloskops (Tektronix 513-D) photographiert. Nach jeder Einzelbestrahlung (etwa 20 sec bei 150 μ A) wurde unmittelbar nach dem Abschalten der Beschleunigungs-Spannung das zeitlich rasch abfallende Impuls-Spektrum 7,5 bis 15 sec lang aufgenommen. Eine brauchbare Aufnahme erforderte 20 bis 60 solcher Einzelexpositionen.

Die erhaltenen Aufnahmen zeigen nun neben der sehr starken 0,51 MeV-Linie der Vernichtungsstrahlung

keine weiteren erkennbaren γ -Linien. Aus dem Vergleich mit der Intensität der Vernichtungslinie läßt sich abschätzen, daß sicher weniger als etwa 0,5% der Positronenzerfälle über das 0,98 MeV-Niveau des Mg²⁵ gehen. Daß die beobachtete Vernichtungslinie von der 7,6 sec-Aktivität des Al²⁵ herröhrt, konnte durch Registrierung des zeitlichen Abfalls sowie durch die Art der Aktivierung und die Anregungsfunktion völlig sichergestellt werden.

Diese Untersuchung wurde durch Mittel des Schwerpunktspflichtigen der Deutschen Forschungsgemeinschaft in dankenswerter Weise unterstützt.

Über eine thermische Ionenquelle mit extrem niedrigem Substanzverbrauch

Von H. HINTENBERGER und C. LANG *

Max-Planck-Institut für Chemie, Mainz

(Z. Naturforsch. 11a, 167—168 [1956]; eingegangen am 15. Dezember 1955)

Es ist bekannt, daß thermische Ionenquellen einen sehr niedrigen Substanzverbrauch besitzen¹. In der einfachsten Form besteht eine solche Ionenquelle aus einem dünnen Bändchen aus Wolfram, Tantal oder Platin, das durch einen elektrischen Strom direkt geheizt wird und auf dessen Mitte eine Spur von der zu untersuchenden Substanz gebracht wird. Beim Erhitzen im Vakuum dampfen von der bedeckten Stelle von Substanzen mit niedriger Ionisierungsarbeit Ionen ab. In dieser Bauart dampft aber auch die Substanz oft schon weg, bevor die Temperatur hoch genug zur Ionenbildung ist. Um diesem Mangel abzuheben, ist von dem einen von uns eine Ionenquelle entwickelt und 1951 beschrieben worden², bei der das ionisierende Bändchen und eine Heizwendel zum Verdampfen der Versuchsstoff unabhängig voneinander erhitzt werden können. INGHAM und CHUPKA³ haben 1953 ebenfalls eine Ionenquelle nach dem gleichen Prinzip beschrieben.

Auch in dieser verbesserten Bauart zeigen die Ionenquellen noch den Nachteil, daß die Versuchsproben nur zu einem geringen und meist nicht reproduzierbaren Bruchteil auf die ionenbildende Folie gelangen, während sich der Hauptteil an anderen Stellen der Apparatur absetzt. Dieser Mangel wurde in einer neuen Ionenquelle behoben. Sie besteht aus einem Röhrchen R₁ (siehe Abb. 1), das durch eine Heizwendel W₁, die in der Rohrachse angeordnet ist, entweder durch Strahlung oder durch Elektronenbeschuß hochgeheizt werden kann. Dieses Röhrchen ist koaxial umgeben von einem weiteren Röhrchen R₂, das an beiden Enden bis zum Durchmesser von R₁ verjüngt ist, so daß zwischen beiden Röhrchen ein ringförmiger Hohlraum entsteht. Das

Röhrchen R₂ trägt einen Rohransatz R₃, der an seinem Ende mittels eines Konus durch den gut passenden Tiegel T verschlossen werden kann. Der Rohransatz R₃ und der Tiegel T können durch die Heizwendel W₂

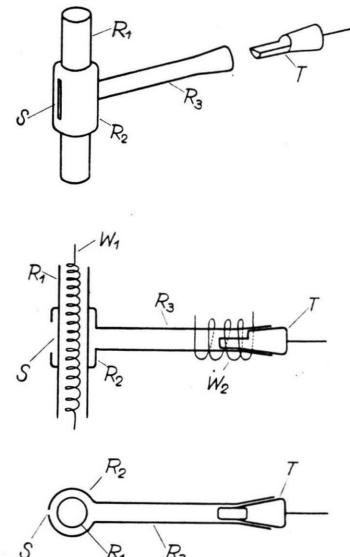


Abb. 1. Schematische Darstellung des Aufbaus der thermischen Ionenquelle. Das Gehäuse ist aus 0,1 mm starkem Platinblech, der Tiegel aus 0,1 mm starkem Platin-Iridiumblech hergestellt. Die Längen der Röhrchen R₁, R₂ und R₃ sind 16 mm, 6 mm und 20 mm, die Durchmesser betragen 3 mm, 4,5 mm und 2 mm. Der Schlitz hat die Ausdehnung 3 mm \times 0,5 mm.

durch Strahlung oder durch Elektronenbeschuß erhitzt werden. Dem Rohransatz R₃ gegenüberliegend befindet sich im Rohr R₂ ein Schlitz S zum Austritt der Ionen. Die Atome bzw. Moleküle der aus T verdampfenden Versuchsstoff können nur durch den Schlitz S austreten.

² H. HINTENBERGER, Helv. Phys. Acta 24, 307 [1951].

³ M. G. INGHAM u. W. A. CHUPKA, Rev. Sci. Instrum. 24, 518 [1953].

* z. Zt. Physikalisches Institut der Universität Bern.

¹ Siehe z. B. H. EWALD u. H. HINTENBERGER, „Methoden und Anwendungen der Massenspektroskopie“, Verlag Chemie, Weinheim 1953.



ten, nachdem sie die hoherhitzten Flächen R_1 und R_2 berührt haben. Die Temperaturen in der Ionenquelle werden so gehalten, daß der Tiegel T die niedrigste, das Röhrchen R_1 die höchste Temperatur besitzt.

Auf diese Weise gelang es, von leicht ionisierbaren Substanzen wie z. B. Rubidium oder Caesium ca. 30% der in den Tiegel T gefüllten Substanzmenge in Form von Ionen auf den Auffänger eines Massenspektrometers zu bringen. Die Proben sind in Form von stark verdünnten Chloridlösungen mit einer Mikropipette in den Tiegel gefüllt und mit einer Ultrarotlampe eingetrocknet worden. Durch Leerversuche sind Fälschun-

gen durch Verunreinigungen ausgeschlossen worden. Abb. 2 gibt den zeitlichen Verlauf der Ionenströme am Auffänger eines 60° -Massenspektrometers wieder, nachdem $5 \cdot 10^{-13}$ g Rubidium und ebensoviel Caesium in den Tiegel der Ionenquellen gefüllt wurden. Diese geringen Substanzmengen waren mit dieser Ionenquelle noch ohne Sekundäremissionsvervielfacher gut meßbar und ergaben viel besser reproduzierbare Stromzeitkurven als mit anderen Ionenquellentypen erhalten wurden. Über die Verwendbarkeit dieser Ionenquelle zur quantitativen Bestimmung kleiner Substanzmengen wird an anderer Stelle berichtet werden.

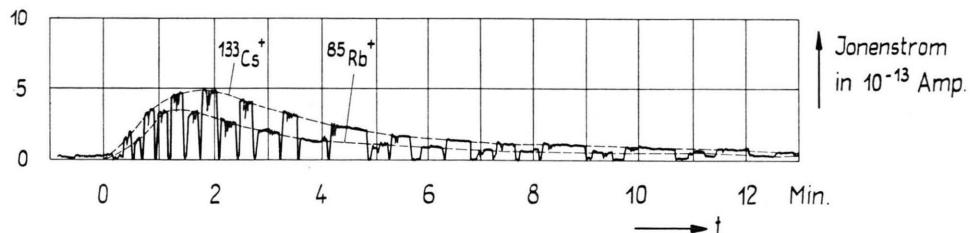


Abb. 2. Ionenströme am Auffänger eines 60° -Massenspektrometers bei den Massen von ^{85}Rb und ^{133}Cs als Funktion der Zeit nach Beginn der Verdampfung der Probe. Es wurden dabei $5 \cdot 10^{-13}$ g Rubidiumchlorid und $5 \cdot 10^{-13}$ g Caesiumchlorid in den Tiegel T der in Abb. 1 dargestellten Ionenquelle gefüllt und nach dem Aufheizen durch Umschalten der Beschleunigungsspannung der Ionenstrom von ^{85}Rb und von ^{133}Cs am Auffänger des Massenspektrometers registriert.

Über das Verhalten von Zählrohren mit Zinntetramethylfüllung

Von W. BAMBANEK und V. FREISE

Max-Planck-Institut für physikalische Chemie, Göttingen
(Z. Naturforsch. 11 a, 168—169 [1956]; eingegangen am 7. Dezember 1955)

Aus Fragestellungen heraus, über die an anderer Stelle¹ berichtet werden soll, ergab es sich, die Brauchbarkeit von Zinntetramethyldampf als Zählgas im GEIGER-MÜLLER-Zählrohr zu untersuchen². Als Zählrohr wurden ein Glaszählrohr mit Graphitkathode und ein Metallzählrohr mit Messingkathode benutzt. Die Art des Kathodenmaterials hatte keinen Einfluß auf die Zähleigenschaften des Tetramethyls. Als Strahlungsquelle diente einmal das Silberisotop Ag^{110} ($t_{1/2} = 210$ d), zum anderen C^{14} -indiziertes Zinntetramethyl, das dem inaktiven Zählgas beigemischt war. Die am Zählrohr erzeugten Impulse wurden mit einem „1000-Scaler“ (Tracerlab) gezählt. Der elektronische Untersteller besaß eine Auflösungszeit von 5 μsec . Die Impulskurven wurden mit einem Breithandoszillographen mit Zeitmarkierung beobachtet. Die Einsatzspannung variierte (s. u.), lag aber größtenteilsmäßig bei 1400 Volt. Zur Erzielung eines reproduzierbaren Pla-

teaus mußte das bidestillierte Zinntetramethyl im Vakuum ent gast und das Zählrohr vor dem Füllen auf mindestens 10^{-5} Torr ausgepumpt werden.

Für nichtradioaktives Zinntetramethyl ergab sich folgendes:

1. Zählrohre mit reiner Zinntetramethylfüllung von etwa 10 Torr Gasdruck sind selbstlöschende Zählrohre, die einen Proportionalbereich und einen Auslösebereich besitzen.
2. Die Charakteristik (die bei konstanter äußerer Strahlung gezählten Impulse pro Zeiteinheit bei variierter Spannung) besitzt ein ausgeprägtes Plateau. Der Plateauanstieg beträgt im Mittel 4% pro 100 Volt Spannungssteigerung.
3. Bei konstanter äußerer radialer Einstrahlung hängt sowohl die Einsatzspannung, wie auch die Plateaulänge vom Druck ab. Die Plateaulänge durchläuft bei etwa 10 Torr ein Maximum. Im Gegensatz dazu ist die mittlere Plateauhöhe vom Gasdruck im Rohre unabhängig (Abb. 1). Ein Zusatz von Argon wirkt in gleicher Richtung wie eine Druckerhöhung.
4. Die Totzeit beträgt größtenteilsmäßig 10^{-4} sec.

¹ W. BAMBANEK u. V. FREISE: Der Selbstdiffusionskoeffizient von Zinntetramethyl, Z. phys. Chem. N. F. 6 [1956], im Druck.

² An chemisch ähnlichen Zählgasen sind beschrieben worden z. B. Methan (E. FARMER u. S. C. BROWN, Phys. Rev. 74, 902 [1949] u. D. BLANC, J. Phys. Rad. 10, 411

[1949]) u. Bleitetramethyl (C. L. MEAKER, C. S. WU u. L. J. RAINWATER, Phys. Rev. 73, 1240 [1948] u. A. KESTON, Rev. Sci. Instrum. 14, 293 [1943]).

³ Vergl. z. B. E. FÜNNER u. H. NEUERT: Zählrohre und Szintillationszähler, Karlsruhe 1954.