

the point where the molecule is unstable. Platelets of anthracene have been successfully grown at a pressure of 0.1 mm Hg. It has also been found that the absorption of oxygen on the surface of crystals of some of these compounds (in particular, anthracene) can influence their electrical conductivity⁶. Hence, it becomes desirable to grow the crystals under an inert atmosphere. Crystals of all the above mentioned compounds have been successfully prepared in platelet form under nitrogen.

⁶ D. COMPTON, W. SCHNEIDER and T. WADDINGTON, J. Chem. Phys., **27**, 160 [1957]. These authors also refer to a method of preparing anthracene platelets from the vapor phase but no details of the procedure are given.

Experiments are still in progress to determine which other compounds will yield large crystals by this technique. In particular, attention is focused on some of the more popular organic compound now under investigation for their electrical conductivity⁷.

The author wishes to thank Mr. FRANCIS C. LOWELL, Jr. of Polaroid Corporation and Mr. WOLFGANG HELFRICH and Mr. KLAUS SCHUMANN of the Technische Hochschule, München for their constructive suggestions and assistance with the experiments.

⁷ See reference or Proc. Conference on Electrical Conductivity in Organic Solids, to be published by Interscience Publishers, New York.

Zur Energieverteilung von Tritium- β -Quellen aus Zr- und Ti-Trägern

VON M. KNOLL UND M. HARTL

Institut für Technische Elektronik
der Technischen Hochschule München.

(Z. Naturforsch. **16 a**, 952–954 [1961]; eingegangen am 24. Mai 1961)

Herrn Prof. Dr. N. RIEHL zum 60. Geburtstag gewidmet

Das β -Spektrum von Tritium ist bekannt teils aus Bestimmung am freien Gas in Proportional-Zählrohren^{1–4}, teils aus solchen mit absorbiertem Gas in extrem dünnen organischen Schichten ($< 1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$) mittels magnetischen Spektrometern^{5,6}. Häufig wurde nur bei höheren Energien ($> 14 \text{ keV}$) gemessen, um den Endpunkt des Spektrums (E_{max}) festzustellen^{2,3,6}, andere Messungen^{1,5} beginnen bei 1 keV und zeigen ein Maximum bei 2...3 keV.

Als H^3 - β -Quellen wurden in letzter Zeit vielfach⁷ auch Präparate verwandt, die durch Absorption von H^3 -Gas in Zr- oder Ti-Trägern hergestellt⁸ sind. Es handelt sich dabei meist um relativ dicke aktive Schichten, bei denen die H^3 -Moleküle in das Volumen des Absorbers eindringen, wodurch die spektrale Energieverteilung des H^3 -Gases erheblich modifiziert wird. Daher erschien es angezeigt, das Energiespektrum solcher „Absorptionsquellen“, näher zu untersuchen. Folgende Exemplare wurden vermessen:

Nr. 1: Eine quadratische ($6 \times 6 \text{ mm}^2$) Tritiumquelle* mit Titanträger und einer Nennaktivität von 50 mCurie.

Nr. 2: Eine scheibenförmige ($10 \text{ mm } \phi$) Tritiumquelle mit auf Kupfer aufgedampftem Zirkonium ($200 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ Dicke)⁹ und einer Nennaktivität von 1 Curie.

Meßmethode

Die Messung erfolgte im Vakuum nach der Bremsfeldmethode¹⁰. Abb. 1 zeigt schematisch die Vakuumkammer (Meßdruck $2 \cdot 10^{-5}$ Torr) mit der Elektrodenanordnung, die aus der Tritiumquelle, dem Bremsgitter und dem Kollektor besteht. Das Bremsgitter hat stets negatives Potential gegenüber dem Kollektor (Abb. 2) und ist nötig, um die an dem Kollektor entstehenden Sekundärelektronen dorthin zurückzuführen. Wie in hier nicht aufgeführten Messungen in Diodenschaltung festgestellt wurde, ist der Sekundäremissionsfaktor für die insgesamt von der Quelle abgestrahlten Elektronen bei Kupfer und Aluminium als Kollektor > 1 . Hieraus geht schon hervor, daß die mittlere Geschwindigkeit der abgestrahlten (Primär-)Elektronen unter dem 2. Überkreuzungspunkt der Sekundäremissionskennlinie für Metalle, also unterhalb etwa 1000 Volt, liegen muß. Die vom Bremsgitter selbst ausgehende Sekundäremission wurde durch entsprechende Maschenweite der W-Drähte gering gehalten (Lichttransparenz 90%) und nicht berücksichtigt.

¹ S. C. CURRAN, J. ANGUS u. A. L. COCKROFT, Nature, Lond. **162**, 302 [1948].

² G. C. HANNA u. B. PONTECORVO, Phys. Rev. **75**, 983 [1949].

³ S. C. CURRAN, J. ANGERS u. A. L. COCKROFT, Phys. Rev. **76**, 853 [1949].

⁴ J. RYDBERG, Acta. Chem. Scand. **12**, 399 [1958].

⁵ L. M. LANGER u. R. J. D. MOFFAT, Phys. Rev. **88**, 689 [1952].

⁶ F. T. PORTER, Phys. Rev. **115**, 450 [1959].

⁷ Vgl. z. B. A. P. KRUEGER u. R. F. SMITH, Proc. Soc. Exp. Biol. Med. **98**, 412 [1958]. — R. SIKSNA u. R. LINDSAY, Ark. Geofys. **3**, (Nr. 8), 123 [1959] und Ark. Geofys. **3**, (Nr. 9), 141 [1959]. — R. SIKSNA u. J. EICHMEIER, Ark. Geofys. **3**, (Nr. 3), 299 [1960]. — J. RHEINSTEIN, Dissertation, Technische Hochschule München 1961. — M. KNOLL, J. RHEINSTEIN, G. F. LEONARD u. P. W. HIGHBERG, Bericht des Instituts für Technische Elektronik, Technische Hochschule München 1961.

⁸ Über die analoge Absorption von H_2 -Gas in solchen Trägern vgl. z. B. M. KNOLL u. B. KAZAN, Materials and Processes of Electron Devices, Springer-Verlag, Berlin 1959, S. 423 ff.

* Für Überlassung danken wir Herrn WESLEY W. HICKS, Wesix Heater Corp., San Francisco, Calif., U.S.A.

⁹ Radioactive Materials and Stable Isotopes Catalogue, Nr. 3 (July 1954), Isotope Division, Harwell, Berks., England.



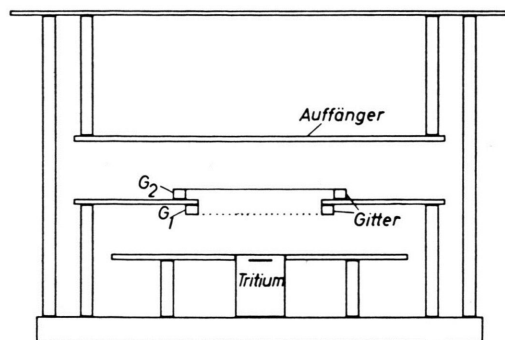


Abb. 1. Versuchsanordnung von Tritiumquelle und Elektroden zur Messung des Spektrums im Vakuum. G_1 und G_2 sind Stabgitter (senkrecht zueinander angeordnete Gitterstäbe von $\frac{1}{10}$ mm ϕ im Abstand von 2 mm).

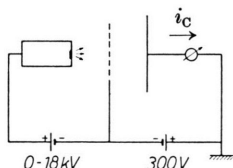


Abb. 2. Elektrische Schaltung mit Angabe der verwendeten Spannungen bei der Messung des Spektrums.

Der erfaßte Raumwinkel beträgt ca. 90° . Damit wird bei der planparallelen Anordnung der Elektroden ein Fehler verursacht, da schräg austretende Elektronen unter verschiedenen Winkeln (bis $\sim 45^\circ$) gegen das Bremsfeld anlaufen. Selbst ein monochromatischer Elektronenstrahl würde in einem Bereich von 100% bis 70% seiner wahren Energie registriert werden. Dies läßt sich nur bei kugelkonzentrischer Anordnung von Präparat und Gitter vermeiden¹⁰, wobei auch sämtliche emittierten Elektronen erfaßt werden können. Durch Messung wurde jedoch festgestellt, daß bei der hier vorliegenden planparallelen Anordnung mit dem Raumwinkel von $\sim 90^\circ$ etwa 85% der gesamten β -Emission zum Kollektor gelangen. Die Spannung zwischen Präparat (positiv) und Gitter (Abb. 2) wirkt als Bremsspannung für die abgestrahlten β -Teilchen und wurde von 0 bis 18 kV stufenweise erhöht. Der Kollektorstrom i_c wurde mit einem Röhrenverstärker¹¹ und die Bremsspannung mit einem Röhrenvoltmeter¹² gemessen.

Meßergebnisse

Die Kurve in Abb. 3 zeigt den gemessenen Strom in Abhängigkeit von der Bremsspannung zwischen Gitter und Präparat und entspricht dem Integral über die Intensitätsverteilung der Elektronen als Funktion ihrer Energie.

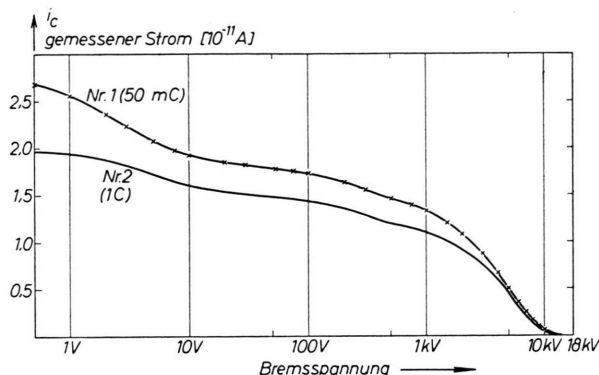


Abb. 3. Am Kollektor gemessener Strom (i_c) als Funktion der Bremsspannung zwischen Gitter und Quelle. (Bei Kurve Nr. 2 wurden die Meßpunkte ihrer großen Anzahl wegen nicht eingetragen.)

Durch graphische Differentiation der Kurve Abb. 3 erhält man die relative Intensität der abgestrahlten Elektronen in Abhängigkeit von ihrer Energie bzw. Geschwindigkeit (Abb. 4).

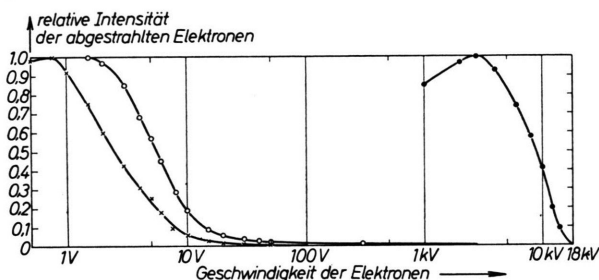


Abb. 4. Relative Intensität der abgestrahlten Elektronen als Funktion ihrer Geschwindigkeit von 2 Adsorptionsquellen und vom freien Gas. \times Tritiumquelle Nr. 1: 50 mC, \circ Tritiumquelle Nr. 2: 1 C; \bullet β -Spektrum des freien Gases nach Anm. ¹.

Bildet man das Produkt aus relativer Zahl (= Intensität) der Elektronen bei einer bestimmten Geschwindigkeit und der dazugehörigen Energie (= Geschwindigkeit), so erhält man die relative abgestrahlte Energie als Funktion der Elektronengeschwindigkeit (Abb. 5).

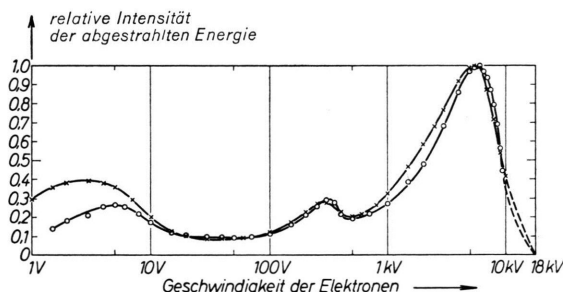


Abb. 5. Relative abgestrahlte Energiemenge als Funktion der Elektronengeschwindigkeit. \times Tritiumquelle Nr. 1: 50 mC, \circ Tritiumquelle Nr. 2: 1 C.

¹⁰ D.R. HAMILTON u. L. GROSS, Rev. Sci. Instrum. **21**, 912 [1950].

¹¹ Fa. Knick, Berlin, Type P 26 (Meßbereich $2,4 \cdot 10^{-11}$ bis $8 \cdot 10^{-13}$ A).

¹² Fa. Rohde u. Schwarz, München, Type URI.

Der Vergleich der Meßkurven ergibt folgendes:

1. Aus der Zahl der insgesamt abgestrahlten β -Teilchen berechnet sich die „nützliche“ Aktivität ($1 \text{ mC} = 3,7 \cdot 10^7 \text{ Zerfälle/sec} = 5,9 \cdot 10^{-12} \text{ A}$) in einem Raumwinkel von 90° zu 4,5 mC (Präparat Nr. 1) bzw. 3,3 mC (Präparat 2). Die „nützliche“ Aktivität der Tritiumquelle liegt also bei Präparat Nr. 1 etwa 10-mal, bei Präparat Nr. 2 etwa 300-mal unter der angegebenen Nennaktivität. Dieser Unterschied erklärt sich bei Präparat Nr. 1 hauptsächlich durch den im Verhältnis zum „idealen“ (360°) relativ kleinen „nützlichen“ Raumwinkel von 90° . Eigenabsorption scheint in bezug auf die Zahl der emittierten β -Teilchen nicht aufzutreten. Bei Präparat Nr. 2 läßt sich die große Abweichung von der Nennaktivität nur durch die Annahme erklären, daß der Berechnung der Nennaktivität die zur Herstellung benutzte und nicht die absorbierte Menge von Tritiumgas zugrunde gelegt wurde.

2. 95% der abgestrahlten Elektronen haben Geschwindigkeiten unter 10 kV (Abb. 3).

3. Die Zahl der Elektronen mit irgendeiner Energie

$> 100 \text{ V}$ ist $< 5\%$ der Zahl beim Maximum von 0,75 V bzw. 1,5 V (Abb. 4)¹³. Das Maximum bei so niedrigen Energien, im Gegensatz zur spektralen Verteilung beim freien Gas, ist vermutlich darauf zurückzuführen, daß die primären β -Teilchen in der Zirkonium- bzw. Titanoberfläche eine große Zahl langsamer Sekundärelektronen erzeugen, welche die Austrittsarbeit überwinden können. Daher läßt sich vermutlich auch die im Teil Meßergebnisse, Abschnitt 1, bei Präparat Nr. 1 sich ergebende geringe Eigenabsorption in bezug auf die Zahl der abgestrahlten Elektronen erklären.

4. Die relative abgestrahlte Elektronen-Energie-menge, bezogen auf die zugehörigen Voltgeschwindigkeiten, enthält Maxima bei 3 V, 300 V und insbesondere bei 6000 V. Die Übereinstimmung dieser Maxima bei dem 50 mC- und dem 1 C-Präparat ist relativ gut.

Für anregende Diskussion zum Thema dieser Arbeit danken wir Herrn Prof. N. RIEHL sowie den Herren Dipl.-Phys. O. DEHOUST, Dipl.-Ing. I. RUGE und Dipl.-Ing. J. EICHMEIER; für freundliche Unterstützung dieser Arbeit dem Bundesministerium für Atomkernenergie.

¹³ Die starke Verschiebung des Spektrums nach niedriger Energie hin hat auch zur Folge, daß sich die mittlere Energie von 5,5 keV des H_3 -Gases^{14, 15} auf etwa 3,5 keV mindert. Dieser Wert wurde ermittelt aus der Zahl der emittierten β -Teilchen und der Anzahl der gebildeten Ionenpaare in Luft (gemessen mit einer BECKETT-Sonde¹⁶ außerhalb der Reichweite der 18 kV Elektronen) unter der Annahme einer mittleren Ionisationsenergie von 30 eV.

¹⁴ G. H. JENKS, J. A. GHORMLEY u. F. H. SWEETON, Phys. Rev. **75**, 701 [1949].

¹⁵ G. H. JENKS, F. H. SWEETON u. J. A. GHORMLEY, Phys. Rev. **80**, 990 [1950].

¹⁶ A. P. KRUEGER, W. W. HICKS u. J. C. BECKETT, J. Franklin Inst. **266**, 9 [1958].

ZUSAMMENFASSUNGEN AUS BAND 16b

Elektronischer Paramagnetismus in Bakteriophagen*

Von A. MÜLLER, G. HOTZ und K. G. ZIMMER

Herrn Prof. Dr. N. RIEHL zum 60. Geburtstag gewidmet

Purified dry preparations of coliphages T1 and T2 were tested for e.s.r. absorption in the 3 cm-band. Unexpected absorption resembling very wide lines (approx. 1000 gauss) was found besides more usual absorption in viable and nonviable samples. Experimental evidence bearing on the origin of these lines is given and their meaning discussed tentatively.

* Vgl. diese Z. **16 b**, 658 [1961].

Qualitative Prüfung der Fluoreszenzänderungen organischer Lösungen nach Einwirkung von ultraviolettem Licht *

Von WILHELM LUDWIG und LIESELOTT HERFORTH

Herrn Prof. Dr. N. RIEHL zum 60. Geburtstag gewidmet

Es wird die qualitative, visuelle Prüfung des Fluoreszenzverhaltens von über 70 vorwiegend sichtbar fluoreszierenden organischen Verbindungen in verschiedenen Lösungsmitteln nach Bestrahlung mit ultraviolettem Licht beschrieben. Die gegebene Übersicht dient als Grundlage zu quantitativen Untersuchungen des zeitlichen Fluoreszenzverlaufes unter radioaktiver und UV-Bestrahlung mit verhältnismäßig geringen Dosen und einiger dabei auftretenden chemischen Vorgänge.

* Vgl. diese Z. **16 b**, 638 [1961].

BERICHTIGUNG

Zu G. HEILMANN, Die optischen Konstanten von Calciumfluorid im Ultraroten, Band **16 a**, 714 [1961].

Auf S. 716, linke Spalte, 2. Zeile von oben, muß es heißen:

$$\sqrt{z} = \frac{\tan^2 \Phi - 1}{\sqrt{2} \cdot \cos \Phi} \cdot \frac{\sigma}{\tan^2 \Phi - \mu}.$$