

auf. Bei hohen Säurekonzentrationen werden sie durch  $\alpha$ -Hydroxybenzylradikale (II) ersetzt, deren Spektrum für  $c_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0,5 \text{ Mol/l}$  in Abb. 2 angegeben ist. Die Aufspaltungsparameter dieses Radikals sind ebenfalls in Tab. 1 aufgeführt.

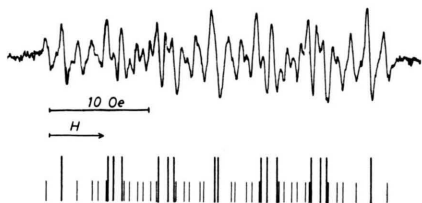


Abb. 2. ESR-Spektrum des  $\alpha$ -Hydroxybenzylradikals und Diagramm der Linienlagen.

Ist die Säurekonzentration etwas geringer als angegeben, so enthält das Spektrum des  $\alpha$ -Hydroxybenzylradikals weiter eine charakteristische kleine Dublett-aufspaltung von maximal  $0,47 \text{ Oe}$ , die vom  $p_{\text{H}}$ -Wert der Lösungen abhängt. Sie verschwindet oberhalb  $c = 0,3 \text{ Mol/l}$  und ist deshalb in Abb. 2 nicht mehr sichtbar.

Insgesamt geht aus den Beobachtungen hervor, daß die Reaktionen von Hydroxylradikalen mit Phenyllessigsäure bzw. Benzylalkohol je nach dem  $p_{\text{H}}$ -Wert der Lösung verschieden verlaufen. In stark sauren Medien erfolgt der Angriff an den Seitengruppen, es entstehen die Radikale I und II; in schwach sauren Medien erfolgt er am aromatischen Ring der Verbindungen, es entstehen Radikale vom Cyclohexadienyltyp.

Die in Tab. 1 angegebenen Aufspaltungsparameter von I und II liefern weiterhin folgende Aussagen: Die

	Benzylradikal (I)		$\alpha$ -Hydroxybenzylradikal (II)
	diese Arbeit	DIXON u. NORMAN <sup>1</sup>	
$a_a$	16,40	16,4	15,17
$a_2$	5,17	5,1	4,62
$a_3$	1,77	1,6	1,63
$a_4$	6,19	6,3	5,88
$a_5$	1,77	1,6	1,63
$a_6$	5,17	5,1	5,17
$a_{\text{OH}}$	—	—	max. 0,47

Tab. 1. Aufspaltungsparameter (in Oe, Fehler  $< 0,1 \text{ Oe}$ ).

Werte des Benzylradikals (I) stimmen gut mit den von DIXON und NORMAN<sup>1</sup> beobachteten Aufspaltungen überein und stützen somit von diesen Autoren zur Spindichteverteilung aufgestellte Folgerungen. Beim  $\alpha$ -Hydroxybenzylradikal sind die beiden ortho-Protonen inäquivalent, wie es nach den Befunden von STEINBERGER und FRAENKEL<sup>4</sup> an den elektronisch ähnlich aufgebauten Radikationen von Benzaldehyd, Acetophenon und Triphenylacetophenon auch erwartet wird. Das Radikal II besitzt weiterhin eine kleine  $p_{\text{H}}$ -abhängige Dublett-aufspaltung, die dem Hydroxylproton zugeordnet wird, und verhält sich damit analog dem Radikal  $\cdot\text{CH}_2\text{OH}$ , für das ein  $p_{\text{H}}$ -abhängiger Austausch des Hydroxylprotons bereits früher beschrieben wurde<sup>5</sup>. Schließlich zeigt der Vergleich der Aufspaltungsparameter von I und II, daß die Einführung einer Hydroxygruppe in  $\alpha$ -Stellung die Spindichte im 7-Elektronen- $\pi$ -System des Kohlenstoffgerüsts um etwa 5–10% verringert und diese Beobachtung stimmt ebenfalls mit früher angegebenen Werten zum induktiven und mesomeren Effekt der Hydroxylgruppe überein<sup>6</sup>.

<sup>4</sup> N. STEINBERGER u. G. K. FRAENKEL, J. Chem. Phys. **40**, 723 [1964].

<sup>5</sup> H. FISCHER, Mol. Phys., im Druck.

<sup>6</sup> H. FISCHER, Z. Naturforschg. **20 a**, 428 [1965].

## Nachweis der bei der Spaltung von Alkalihalogeniden in Luft adsorbierten Wasserschichten mit dem „Omegatron“

R. W. ADAM und M. HARSORFF

Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg  
(Z. Naturforschg. **20 a**, 489–490 [1965]; eingegangen am 20. Februar 1965)

In der vorliegenden Arbeit wird die lagenweise Desorption von Wasseradsorptionsschichten von in Luft gespaltenen Alkalihalogeniden bei der Erhitzung im Hochvakuum untersucht.

Die Ergebnisse von Orientierungsuntersuchungen an epitaktisch auf Alkalihalogenidkristallen gewachsenen Metallfolien ließen sich nur durch die Annahme deuten, daß bei der Erhitzung der Spaltflächen im Vakuum die bei der Spaltung der Kristalle in Luft adsorbierten Fremdschichten bei definierten Temperaturen lagenweise abdampfen. Um die Art des adsorbierten Stoffes aufzuklären, wurden die Kristalle bei weiteren Ver-

suchen in definierten Gas- bzw. Dampfataosphären gespalten. Diese Untersuchungen ließen nur den Schluß zu, daß bei der Kristallspaltung in Luft vorwiegend Wasser adsorbiert wird (vgl. Anm. <sup>1</sup>). Zur Stützung dieser Vorstellungen über den Einfluß von Adsorptionsschichten auf die Orientierung bei Epitaxieuntersuchungen sollte nun mit Hilfe eines Partialdruckanalysators direkt die Art des adsorbierten Stoffes und die lagenweise Desorption bei der Erhitzung der Kristalle im Hochvakuum nachgewiesen werden.

Die Untersuchungen wurden in einer Ganzmetall-Ultrahochvakuumanlage durchgeführt. Als Restgasanalysator diente ein „Omegatron“ der Firma E. Leybold's Nachfolger, Köln. Der an Luft frisch gespaltenen Kristall wurde in der in Abb. 1 skizzierten Weise in einem Ofen aus Tantalblech unmittelbar vor dem Meßrohr des Omegatrons angebracht. Nach dem Evakuieren konnte der Ofen mit einem Ausheizender induk-

<sup>1</sup> M. HARSORFF, Solid State Comm. **1**, 218 [1963]; **2**, 133 [1964]; Fortschr. Mineral., erscheint demnächst.



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 digitalized 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.

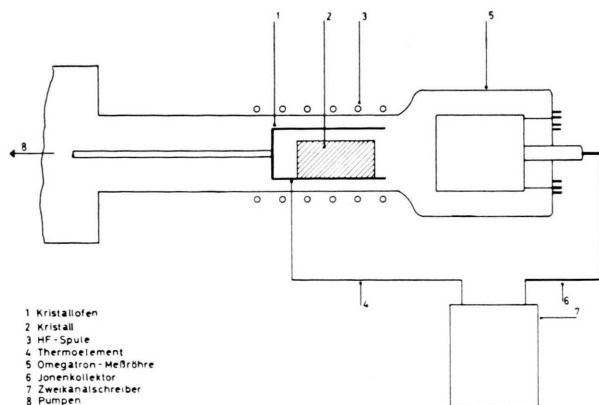


Abb. 1. Versuchsanordnung.

tiv erhitzt werden. Dabei wurde über ca. drei Stunden die Temperatur von 20 °C auf 500 °C erhöht. Diese lange Aufheizzeit sollte gewährleisten, daß die Kristalltemperatur einigermaßen mit der gemessenen Ofentemperatur übereinstimmt. Mit einem Doppelkompensationsschreiber konnten die thermoelektrisch gemessene Ofentemperatur und der Partialdruck des Wasserdampfs im Meßsystem simultan registriert werden.

Vor dem Einschalten der Kristallheizung betrug der Wasserdampfpartialdruck in der Anlage einige  $10^{-9}$  Torr und stieg während des Versuchs auf etwa  $10^{-7}$  Torr an. Diesem starken Untergrund überlagerten sich bei bestimmten Kristalltemperaturen charakteristische Maxima, die beim Aufheizen des Ofens ohne Kristall nicht beobachtet wurden. Daraus darf geschlossen werden, daß der kontinuierliche Untergrund durch die Desorption von Wasserdampf von den Apparaturwänden verursacht wird, während die Maxima das Ab-

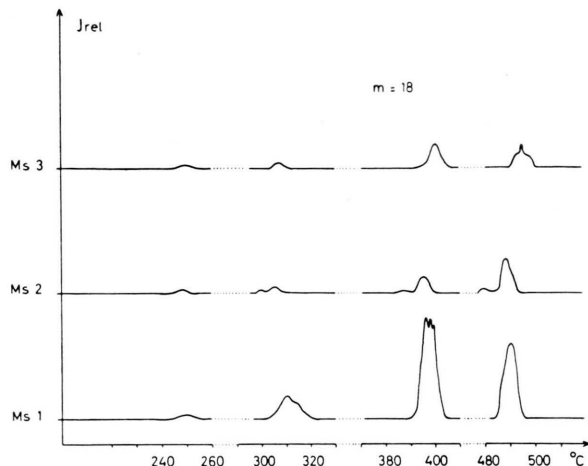


Abb. 2. Ergebnisse der Messungen.

dampfen jeweils einer Adsorptionsschichtlage von den Kristallspaltflächen anzeigen. Die Abb. 2 zeigt für drei voneinander unabhängige Messungen an verschiedenen Steinsalzkristallen die Lage dieser Maxima. Der kontinuierliche Untergrund wurde abgetrennt. Sowohl die Abstände dieser Maxima als auch die Absolutwerte der zugehörigen Kristalltemperaturen stimmen überein mit den aus den Orientierungsuntersuchungen zu erwartenden Werten (vgl. Anm. <sup>1</sup>). Entsprechende Untersuchungen an anderen Alkalihalogeniden (NaF, KCl, KJ) bestätigten ebenfalls die aus den Orientierungsuntersuchungen ermittelten Werte für die Bindungsenergie von Wasseradsorptionsschichten an Spaltflächen dieser Stoffe.

Herrn Prof. Dr. H. RAETHER danken wir herzlich für viele anregende Diskussionen, der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Unterstützung durch Überlassung verschiedener Geräte.

### Magnetisches Moment des 0,57 MeV-Niveaus von Pb 207

H. HEUSER \*

I. Physikalisches Institut der Universität Gießen

(Z. Naturforschg. **20** a, 490—491 [1965]; eingegangen am 2. März 1965)

Aus der Verschiebung der bekannten Winkelkorrelation <sup>1</sup> der 1,06—0,57 MeV-Kaskade von Pb 207 (Abb. 1) in einem äußeren Magnetfeld von 10 kG wurde das Produkt  $\omega_L \cdot \tau$  ( $\omega_L$  = LARMOR-Frequenz,  $\tau$  = Lebensdauer) bestimmt.

Wegen des durch die kurze Lebensdauer <sup>2-6</sup> bedingten kleinen Effektes der Verschiebung wurde die von

MANING und ROGERS <sup>7</sup> beschriebene Methode angewandt. Für die innerhalb eines großen Zeitintervalls ( $\tau_0 \gg \tau$ ), ( $\tau_0$  = Auflösungszeit) in einem senkrecht zu den beiden Detektoren angelegten Magnetfeld  $B$  beobachtete Winkelkorrelation gilt:

$$W(\theta, B_{\pm}) = \sum_{\nu} b_{\nu} [1 + \nu \omega \tau]^{-1/2} \cdot \cos \nu(\theta \pm \Delta\theta).$$

Bildet man die Größe

$$R = 2 \frac{W(135^{\circ}, B_{+}) - W(135^{\circ}, B_{-})}{W(135^{\circ}, B_{+}) + W(135^{\circ}, B_{-})},$$

so folgt für  $\omega_L \tau \ll 1$

$$R = \pm 4 b_2 \omega_L \tau (1 - b_4)^{-1}$$

\* Auszug aus D 26.

<sup>1</sup> F. K. MCGOWAN u. E. C. CAMPBELL, Phys. Rev. **92**, 523 [1953].

<sup>2</sup> T. R. GERHOLM, Arkiv Fysik **10**, 523 [1956].

<sup>3</sup> S. GORODETZKY, R. MANQUENUILLE, R. RICHERT u. A. KNIPPER, J. Phys. Radium **22**, 699 [1961].

<sup>4</sup> O. NATHAN, Nucl. Phys. **30**, 332 [1962].

<sup>5</sup> Y. K. LEE u. C. S. WU, Phys. Rev. **132**, 1200 [1963].

<sup>6</sup> G. CHANDRA, Nuovo Cim. **31**, 297 [1964].

<sup>7</sup> G. MANING u. J. D. ROGERS, Nucl. Phys. **15**, 166 [1960].