

folgt aus  $\operatorname{div} H = 0$  und geeigneten Randbedingungen. Die Bewegungsgleichungen

$r'' = \alpha[r', H]$  mit  $\alpha [G^{-1} \text{ kpc}^{-1}] = 0,925 \cdot 10^{24} E^{-1} [\text{eV}]$  werden in ein System von Differentialgleichungen erster Ordnung übergeführt und numerisch integriert. Für jeden betrachteten Wert der Energie werden formal Bahnen von negativ geladenen Teilchen berechnet, die unter verschiedenen Richtungen vom Ort der Erde ausgehen.

Vorläufige Rechnungen<sup>3</sup> haben gezeigt: Oberhalb von  $10^{19} \text{ eV}$  werden die Bahnen der Protonen vom Modellfeld praktisch nicht beeinflußt. Bei  $10^{18} \text{ eV}$  besitzt das Feld fokussierende Eigenschaften, Teilchen, welche die Erde erreichen, kommen aus der Umgebung

<sup>3</sup> K. O. THIELHEIM u. W. LANGHOFF, *Nature* **219**, 355 [1968]; *Proc. Phys. Soc. London (Ser. 2)* **1**, 351 [1968].

des Antizentrums. Aus der Umgebung des Zentrums gelangen keine Teilchen zur Erde. Bei  $10^{17} \text{ eV}$  und darüber haben die Gyrationsszentren die Tendenz, den Feldlinien zu folgen, Teilchen aus dem Metagalaktischen Bereich legen in den galaktischen Armen lange Wege zurück, bevor sie die Erde erreichen, der Speichermechanismus wird wirksam. Unterhalb von  $2 \cdot 10^{16} \text{ eV}$  ist dieser Weg für alle Richtungen der einfallenden Teilchen größer als 100 kpc, oberhalb von  $6 \cdot 10^{17} \text{ eV}$  kleiner als 100 kpc. Diese Werte sollten grob den Grenzen des Übergangsbereiches entsprechen. Sie können daher mit den Knicks des primären Energiespektrums in Zusammenhang gebracht werden.

Ich danke der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die unter dem Zeichen Th 104/4 gewährte finanzielle Unterstützung der Arbeit.

## Zur Präparation laseraktiver Flüssigkeiten mit hohen Fluoreszenzlebensdauern

H. WEICHSELGARTNER

Institut für Plasmaphysik, Garching bei München

(Z. Naturforsch. **24 a**, 1665—1666 [1969]; eingegangen am 7. August 1969)

Im Herbst 1966 berichteten HELLER und LEMPICKI<sup>1</sup> über einen bei Zimmertemperatur arbeitenden Neodymflüssigkeitslaser mit Selenoxychlorid als Lösungsmittel. Wir haben die Arbeiten an diesem Lasertyp ebenfalls begonnen und kommen bei einer etwas anderen Präparationstechnik als HELLER<sup>2</sup> zu ähnlichen Ergebnissen. Über die physikalischen Ergebnisse, die mit stationären und Kreislauf-Lasern erzielt wurden, wird von LANG<sup>3</sup> an anderer Stelle berichtet werden.

Hier soll nun ein kleines Gerät beschrieben werden, mit dem auf einfachste Weise die äußerst feuchtigkeitsempfindlichen Laserflüssigkeiten hergestellt und in Küvetten überführt werden können.

Ein 50—100 ml-Kolben trägt einen angeschmolzenen Rückflußkühler und kann durch eine NS 14.5-Hülse beschickt werden. Oberhalb des Kühlers sitzen 2 Fritten mit 14 bzw.  $1,1 \mu$  mittlerer Porenweite.

Der Filtratablauf wird durch einen NS 14,5-Kern geführt, so daß das Filtrat den Schliff nicht benetzen kann. Ein Pumpenhahn V führt zu einer mit 2 Kühlfallen (fl.  $\text{N}_2$ -befüllt) geschützten Vorvakuumpumpe (RZ 12). Die Küvette hat 2 Anschlüsse, deren erster mit dem Schliffkern des Gerätes verbunden ist; durch den zweiten wird die Küvette nach Beschickung mit der fertigen Lösung mit nachgereinigtem  $\text{N}_2$  oder He belüftet und anschließend verschlossen.

Da die verwendeten Lösungsmittel (in erster Linie  $\text{SeOCl}_2$ ) sämtliche Schlifftüte angreifen, werden die Schliffe mit ungesintertem Teflonband gedichtet. Das Ventil V kann mit Kel F 90 gefettet werden.

Sonderdruckanforderungen erbeten an Dr. H. WEICHSELGARTNER, Institut für Plasmaphysik GmbH, D-8046 Garching b. München.

<sup>1</sup> A. LEMPICKI u. A. HELLER, *Appl. Phys. Lett.* **9**, 108 [1966].

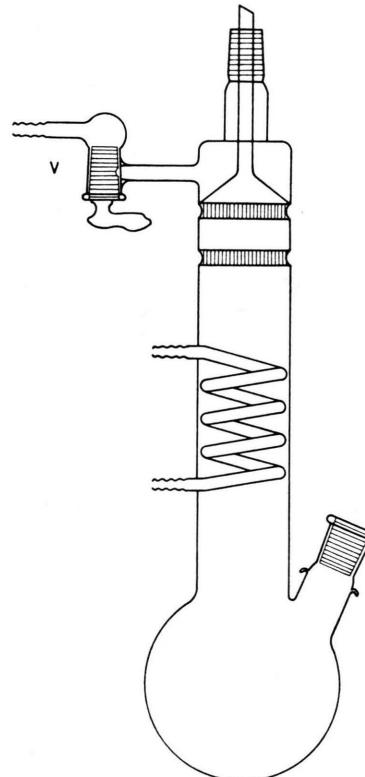


Abb. 1. Apparatur ELF zur Präparation und Abfüllung laseraktiver Lösungen.

Zur Präparation werden 3 g  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  zusammen mit 50 ml  $\text{SeOCl}_2$  und 10 ml  $\text{SbCl}_5$  unter Schutzgas-Spülung in den Kolben gegeben und bei langsam gestei-

<sup>2</sup> A. HELLER, *J. Am. Chem. Soc.* **90** (4), (3. 7. 68), 3711 [1968].

<sup>3</sup> R. LANG, IPP.



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.

This work has been digitized 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.

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.

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.

gerter Temperatur ca. 6 Std. am Rückfluß gekocht. Wenn das Oxid gelöst ist, wird das Gerät mit angesetzter Küvette um 180° gekippt und durch Öffnen des Ventils V die noch heiße Lösung, die eine braunrote Farbe angenommen hat, durch die Fritten gesaugt. Je nach Konzentration (hier etwa 0,3 M an Nd<sup>3+</sup>) sind die Lösungen bgT. ziemlich viskos (ca. 12 cP.), so daß längere Zeit filtriert werden muß. Dabei werden gelöste Gase (überschüssiges Cl<sub>2</sub> aus der SeOCl<sub>2</sub>-Destillation) abgepumpt und die Farbe der Lösung hellt sich auf. Bei Verwendung von SnCl<sub>4</sub> an Stelle von SbCl<sub>5</sub> weist die Lösung die typische Nd-Eigenfarbe auf.

Das beschriebene Gerät erlaubt durch seine kompakte Bauweise die Fernhaltung von Wasser (in Form von Luftfeuchtigkeit), der Hauptverunreinigung der anorganischen Flüssigkeitslaser. Eine einfache und schnell durchführbare Qualitätskontrolle bietet die Messung der Fluoreszenzlebensdauer<sup>4</sup>.

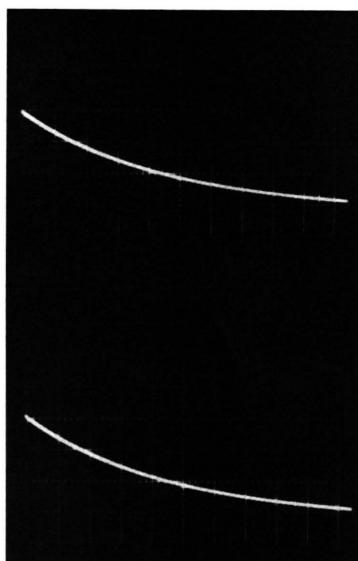


Abb. 2. Schirmbildaufnahme zur Bestimmung der Fluoreszenzlebensdauer (Ablenkung 50  $\mu$ sec/cm),  $\tau = 225 \mu$ sec.

Nach der Beziehung  $I = I_0 \cdot e^{-t/\tau}$  kann die Größe  $\tau$  aus dem Intensitätsverlauf  $I(t)$  bestimmt werden. Die Fluoreszenzemission wird durch Pumplicht mit  $\lambda < 650$

<sup>4</sup> R. LANG, Laborbericht IPP, August 1968.

<sup>5</sup> D. KATO u. K. SHIMODA, J. Appl. Phys. Japan 7, 548 [1968].

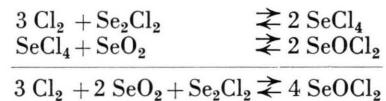
nm angeregt, eine Photodiode nimmt durch ein 1,06  $\mu$ -Filter hindurch den Verlauf der Fluoreszenzlichtintensität auf. Auswertung erfolgt durch Schirmbildaufnahmen am Oszilloskop. Die höchste von uns bisher erreichte Fluoreszenzlebensdauer einer frisch präparierten Lösung von Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in SeOCl<sub>2</sub>/SbCl<sub>5</sub> hatte den Wert  $\tau_{\max} = 275 \mu$ sec. Die Fluoreszenzlebensdauer sinkt bei Anwesenheit von Wasser sehr rasch, die Lösungen erreichen dann nur noch Werte von  $\tau = 150 - 70 \mu$ sec, im Extremfall natürlich  $\tau = 0$ . Sie hängt außerdem noch ab von der Nd-Konzentration, der SbCl<sub>5</sub>-Konzentration und von der Temperatur<sup>5</sup>.

Mit dem beschriebenen Gerät werden z. Zt. weitere Lösungsmittel und Zusätze für Flüssigkeitslaser untersucht<sup>6</sup>.

#### Verwendete Chemikalien:

##### Selenoxychlorid

Die Darstellung des Rohproduktes erfolgt aus SeO<sub>2</sub> und HCl(gasf.) mit anschließender Dehydrierung mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, worauf das rohe SeOCl<sub>2</sub> abdestilliert wird. Die Reinigung erfolgt durch zweimalige Vakuumdestillation, erstmals bei etwa 90 – 100 °C (~ 1 Torr), wobei HCl und HCl-Addukte entfernt werden; das zweite Mal bei 40 °C (0,1 Torr) in einer 1 m-Laborkolonne (Rücklaufverhältnis 5 : 1) mit He-Cl<sub>2</sub>-Spülung der Siedekapillare (zur Erhöhung der Ausbeute):



Das reine SeOCl<sub>2</sub> weist eine hellgrün-strohgelbe Farbe auf und wird im Exsikkator über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> aufbewahrt [FP 11 °C; KP 179 °C (Z)].

Die Flüssigkeit raucht an feuchter Luft und wirkt stark ätzend bzw. korrodierend.

##### Zinntetrachlorid und Antimonpentachlorid

Sie können im analytischen bzw. chromatographischen Reinheitsgrad bezogen werden (E. Merck, Darmstadt).

##### Neodymoxid

Es kann in 99,999-proz. Reinheit bezogen werden (B. Ring Inc. N.Y. USA) und wird zur Beseitigung von Waserspuren 24 h bei 1050 °C geäugt.

<sup>6</sup> H. WEICHSELGARTNER u. J. PERCHERMEIER, in Vorbereitung.