

Л-553

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

13-92-583

УДК 539.143.5:539.1.078

ЛИБУРГ  
Марсель Юзевич

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИЧЕСКОЙ  
ПОЛЯРИЗАЦИИ ЯДЕР ДЕЙТЕРИЯ  
ПРИ СОЗДАНИИ ДЕЙТРОННОЙ  
ПОЛЯРИЗОВАННОЙ ЗАМОРОЖЕННОЙ МИШЕНИ

Специальность: 01.04.01 — техника физического  
эксперимента, физика приборов,  
автоматизация физических исследований

*Автореферат*  
Диссертация  
на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Дубна 1992

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем  
Объединенного института ядерных исследований.

Научный руководитель:  
доктор физико-математических наук

Б. С. Неганов

Официальные оппоненты:  
доктор физико-математических наук  
кандидат физико-математических наук

В. П. Алфименков  
Г. М. Гуревич

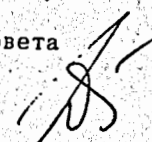
Ведущее научно-исследовательское учреждение: Институт  
теоретической и экспериментальной физики.

Защита диссертации состоится " 02 " \_\_\_\_\_ 1993г.  
в \_\_\_\_\_ часов на заседании специализированного Совета  
Д-047.01.03 при Лаборатории ядерных проблем Объединенного  
института ядерных исследований, г. Дубна Московской области.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ.

Автореферат разослан "15" января 1993г.

Ученый секретарь специализированного Совета  
доктор физико-математических наук

  
Ю. А. Батуров

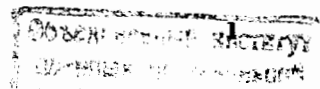
#### ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ.

Актуальность проблемы. Поляризационные эксперименты позволяют получать важные сведения о фундаментальной роли спина в природе сильных взаимодействий. В таких экспериментах часто используются поляризованные мишени, в том числе и, так называемые, замороженные поляризованные мишени. В последних неравновесная ядерная поляризация сохраняется достаточно долго без изменений (десятки часов) в слабом магнитном поле:  $0,15T < H_0 < 0,5T$ . Несмотря на то, что протонная замороженная мишень использовалась в практике физического эксперимента с 1976г. (ОИЯИ, CERN), на пути создания дейтронной замороженной поляризованной мишени (ДЗПМ) встретились определенные трудности. Парамагнитный комплекс  $Cr(V)$ , синтезируемый на основе этандиола  $(C_2H_2OH)_2$  и пропандиола-1,2  $C_3H_7(OH)_2$ , удавалось ввести в те же вещества, но с полным изотопным замещением H - D, только путем растворения в них стабильных комплексных соединений. Однако при растворении происходят реакции с образованием других, отличных от  $Cr(V)$ , комплексов. Эти последние сокращают время ядерной спин-решеточной релаксации, что обуславливает непригодность вещества для замороженной мишени. Синтез комплекса  $Cr(V)$  в полностью дейтерированных днолах удалось осуществить Бунятовой Э.И. в 1984г.

Дальнейшая работа по поиску рабочих веществ для будущей ДЗПМ состояла в проведении исследований природы динамической поляризации ядер (ДПЯ) дейтерия и релаксации в указанных веществах с целью выяснения оптимальной концентрации парамагнитных центров, требуемых удельной мощности СВЧ-накачки и температуры вещества мишени. Вместе с тем разрабатывалась и совершенствовалась методика определения поляризационных параметров мишени. Достижение максимальной поляризации возможно только при эффективном контроле оптимальных условий накачки, таких как температура раствора в камере смешивания и уровень подводимой СВЧ-мощности. Решению круга задач, связанных с перечисленными проблемами, посвящена диссертация.

Цель работы, таким образом, состояла в следующем:

- а) Проведение исследований с целью отбора веществ, перспективных для их дальнейшего использования в качестве материала для ДЗПМ.
- б) Выяснение оптимальных условий получения высокой ядерной поляризации.
- в) Разработка методов определения поляризационных параметров мишени.



Научная новизна. Проведенный комплекс исследований позволил осуществить выбор рабочих веществ для ДЗПМ, отработать оптимальный режим (температура, частоты и уровень СВЧ-мощности) получения высокой ядерной поляризации в этих веществах, обосновать и внедрить в практику эксперимента оригинальный способ измерения ядерной поляризации.

Практическая ценность:

а) Отработана методика комплексных исследований веществ, позволяющая производить отбор наиболее перспективных из них для дальнейшего использования в качестве материала для поляризованной мишени.

в) Разработан пакет программ для расчета поляризационных параметров мишеней с поляризованными ядрами со спином  $I \geq 1$ .

На защиту выносятся следующие положения:

1. Предложение и реализация способа измерения температуры вещества мишени в различных режимах рефрижератора растворения термометром ЯМР.

2. На основе сформулированного и предложенного комплексного подхода решена проблема измерения поляризационных параметров мишени.

3. Решена задача восстановления спектров поглощения ЯМР по сигналам, формируемым Q-метром.

4. Предложен алгоритм и отлажена программа обработки спектра поглощения ЯМР, позволяющая вычислять поляризационные параметры мишени.

5. Исследована природа релаксационных процессов и ДПЯ дейтерия в полностью дейтерированных этандиоле и пропандиоле-1,2 с синтезированным комплексом Cr(v).

6. На установке ПЗМ "ПРОЗА" осуществлен оригинальный метод оперативного измерения поляризации ядер мишени.

Апробация диссертации. Результаты работ, изложенные в диссертации, докладывались на научных семинарах Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ и Института физики высоких энергий, на VII Международном симпозиуме по поляризационным явлениям в физике высоких энергий (Протвино, 1986) на Международном рабочем совещании по твердотельным мишеням (Бонн, 1990). Результаты работ опубликованы также в Сообщениях и Препринтах ОИЯИ<sup>1-4,7/</sup> на русском и английском языках и в рецензируемых журналах<sup>6,7/</sup>: ЖЭФ, J. Phys. E: Rev. Sci. Instrum..

Расположение материала. Диссертация изложена на 120 страницах и состоит из введения, пяти глав и заключения; содержит 16 рисунков и 3 таблицы. Список литературы составлен из 65 пунктов.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ.

В первой главе кратко изложены основные выводы теории спиновых систем и релаксационных процессов при низких температурах.

Если взаимодействие между спинами достаточно мало, по сравнению со взаимодействием спинов с внешним магнитным полем  $H_0$ , то в спиновой системе устанавливается состояние внутреннего равновесия за время  $t$ , удовлетворяющее:  $T_2 \ll t \ll T_1$ , где  $T_2$  - время поперечной релаксации и  $T_1$  - время спин-решеточной релаксации. Это состояние характеризуется спиновой температурой  $T_s$ , а заселенности уровней магнитной энергии соответствуют бoльцмановскому распределению:  $p(m) = \exp(-E_m/kT_s)$ , где  $k$  - постоянная Больцмана,  $m = \langle I_z \rangle$  - магнитное квантовое число,  $I$  (или  $S$ ) - спин ядра (или эффективный спин электрона).

В системе ядерных спинов (ЯСС) с  $I = 1$  компоненты вектора  $P_i$  и тензора  $P_{ij}$  поляризации:

$$P_z = p(1) - p(-1) = P, \quad P_1 = P_2 = 0 \quad (1) \\ -2P_{11} = -2P_{22} = P_{33} = A = 1 - 3p(0)$$

связаны с поляризацией  $P$  и выстроенностью  $A$  - параметрами, полностью описывающими состояние поляризованного ансамбля.

Пренебрегая вкладом в  $E_m$  квадрупольного взаимодействия ядра с градиентом электрического поля молекулы, что вполне допустимо для диолов, получим выражения для  $P$  и  $A$ <sup>1/5/</sup>:

$$P = 4\tau / (3 + \tau^2); \quad A = \tau P = 4\tau^2 / (3 + \tau^2) \quad (2)$$

в обозначениях:  $\tau = \text{th}(\mu H_0/kT_s)$ ,  $\mu$  - магнитный момент ядра. Формулы (2) используются для расчета поляризационных параметров мишени по экспериментальным данным, что по существу является измерением спиновой температуры в ЯСС.

Формализм описания систем, состоящих из спинов неспаренных электронов в твердом теле (ЭСС), во многом сходен с формализмом описания ЯСС: принимается гипотеза спиновой температуры, заселенности уровней магнитной энергии в состоянии равновесия соответствуют бoльцмановскому распределению. Однако, в отличие от ядерных, с электронными спинами комплекса Cr(v) связан магнитный момент почти на

три порядка больше и распределение их по объему вещества носит случайный характер. Следствием диполь-дипольного взаимодействия спинов является так называемое однородное уширение линии электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). Однако в опыте приходится иметь дело еще и с неоднородным уширением спектра, причиной чему служит, в частности, случайный характер ориентации молекул комплекса при анизотропии электронного g-фактора. В этом случае оказывается все же возможным выделить объединенную систему:

$$\hat{H}_{ss}^* = \hat{H}_{ss} + \hat{H}_{н.у.} \quad (3)$$

(где  $\hat{H}_{ss}$  - гамильтониан диполь-дипольного взаимодействия, а под  $\hat{H}_{н.у.}$  понимается вклад во взаимодействие, приводящий к неоднородному уширению), которая с характерным временем  $T_{2e} \approx \Delta e^{-1} \ll T_{1e}$  ( $\Delta e$  - ширина спектра ЭПР,  $T_{1e}$  - время электронной спин-решеточной релаксации) приходит в состояние внутреннего равновесия. Последнее характеризуется температурой  $T_{ss}$ , в общем случае отличной от температуры  $T_b$ . Разумеется, существование незеемановской подсистемы  $\langle \hat{H}_{ss}^* \rangle$  в ЭСС - допущение, экспериментальную проверку которого можно осуществить в опытах по ДПЯ.

Релаксационные перевороты электронного спина создают в месте расположения ядра случайное поле, спектр которого перекрывает область ларморовских частот ядер. Процессы ядерной релаксации иллюстрирует упрощенная схема Рис.1. Величина  $(\tau_{iss})^{-1}$  характеризует скорость обмена энергией между ЯСС и незеемановским резервуаром  $\langle \hat{H}_{ss}^* \rangle$ , который, в свою очередь, приходит в равновесие с решеткой с постоянной времени  $\tau_{ssl}$ . В одном предельном случае:  $\tau_{iss} \ll \tau_{ssl}$ , для времени ядерной спин-решеточной релаксации имеем:

$$\tau_{issl} \approx (K+1)\tau_{ssl} \quad (4)$$

где  $K$  - отношение полных энергий ЯСС и незеемановской системы. Именно этот случай, как будет показано, и реализуется в опытах с

диолами. С учетом других каналов, для суммарной скорости ядерной спин-решеточной релаксации (Рис.1) получаем:

$$T_{1n}^{-1} = \tau_{issl}^{-1} + (\tau')^{-1} \quad (5)$$

Величина  $T_{1n}$  является не только важной эксплуатационной характеристикой

замороженной поляризованной мишени. Соотношение между  $T_{1e}$  и  $T_{1n}$ , их значения предопределяют как максимальную величину так и время, необходимое для получения высокой ядерной поляризации.

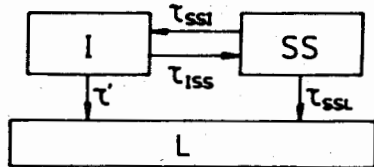


Рис.1

ДПЯ происходит в результате воздействия на ЭСС СВЧ-мощности на частотах, близких к центральной частоте спектра ЭПР. Эффект изменения температуры незеемановской системы, а с ней и температуры в ЯСС, назван динамическим охлаждением. При наличии нескольких ЯСС все они приобретают общую спиновую температуру.

Необходимо отметить, что строгий результат теории возможен только в рамках высокотемпературного приближения, когда в разложении матрицы плотности можно ограничиться лишь членами, линейными по температурам. При этом целесообразно вводить понятия "теплоемкостей" спиновых систем, а процессы энергообмена между ними описываются линейными дифференциальными уравнениями. Как будет показано, на основе высокотемпературного приближения удается получить количественное описание результатов эксперимента.

Во второй главе излагается принцип работы рефрижератора растворения в связи с проблемой контроля режима накачки.

Резкое различие физических свойств двух квантовых жидкостей -  $^3\text{He}$  (ферми-жидкость) и  $^4\text{He}$  (бозе-жидкость) привело Г. Лондона к идее метода получения низких температур путем растворения  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ . Первый рефрижератор растворения был запущен в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ в 1965 году Б.С.Негановым с сотрудниками<sup>1/</sup>.

В разделе 2.4 (второй главы) описывается предложенный автором способ измерения температуры вещества мишени в различных режимах рефрижератора растворения. Во время первых запусков протонной поляризованной мишени длиной 200 мм встретились определенные трудности с отработкой режима с большим уровнем СВЧ-мощности, при накачке ядерной поляризации. Наблюдались срывы режима, сопровождавшиеся аномально быстрой ядерной спин-решеточной релаксацией в веществе мишени, что свидетельствовало о резком увеличении его температуры. Поскольку термометры ванны растворения отмечали рост температуры раствора значительно позже момента перегрева мишени, то на время отработки вышеуказанного режима необходимо было осуществлять непрерывное наблюдение за температурой самого вещества мишени. Принципиально это возможно по сигналу ЯМР, но на пути к практической реализации способа необходимо было преодолеть две трудности: первая связана с низкой чувствительностью устройства для измерения ядерной поляризации (Q-метра) при регистрации сигналов теплового равновесия, и вторая - это большое время  $T_{1n}$  в рабочем веществе мишени.

Увеличением концентрации парамагнитных центров оказывается возможным достичь  $T_{\text{н}} \approx \tau_r = R_k C_0$  ( $R_k$  - граничное тепловое сопротивление Капицы,  $C_0$  - теплоемкость гранулы вещества). Увеличение отношения уровня полезного сигнала ЯМР теплового равновесия к уровню шумов достигается методом накопления (подробнее об этом - в главе 3). Таким образом, термометр ЯМР был сделан на основе высококонцентрированного вещества мишени, приготовленного, как обычно, в виде гранул и помещенного вместе с объемным нагревателем в ванну растворения. Выбирая время накопления того же порядка, что и  $T_{\text{н}}$  можно было обеспечить точность измерения температуры не хуже 5%. В результате проведенных исследований были получены: калибровка угольного термометра ванны растворения в сильном магнитном поле и привязка значений микроволновой мощности на выходе генератора к фактической мощности, рассеиваемой в веществе мишени<sup>/6/</sup>.

Третья глава посвящена решению проблемы измерения высокой ядерной поляризации.

Степень поляризации мишеней с ориентированными ядрами может быть измерена по характерным параметрам спектра поглощения ЯМР, в частности, отношением интегральных интенсивностей участков спектра<sup>/3,5/</sup>. Сигналы ЯМР выделяются с помощью Q-метра<sup>/2/</sup> устройства, чувствительного к изменению модуля импеданса настроенного колебательного контура, в катушке индуктивности которого находится вещество мишени. В области частот, где условия ЯМР выполнены, для индуктивной части комплексного сопротивления контура справедливо:

$$i\omega L = i\omega L_0 [1 + 4\pi\eta\chi(\omega)] \quad (6)$$

$$\chi(\omega) = \chi'(\omega) - i\chi''(\omega) \quad (7)$$

где:  $\chi'$  и  $\chi''$  - дисперсия и поглощение,  $L_0$  - индуктивность "пустой" катушки,  $\eta$  - фактор заполнения катушки веществом мишени,  $\omega$  - циклическая частота. Компоненты комплексной ядерной восприимчивости (7) связаны между собой (дисперсионными) соотношениями Крамерса - Кронига. Для измерения поляризации мишени, как сказано выше, интерес представляет спектр поглощения  $\chi''(\omega)$ . Можно показать, что относительное изменение модуля импеданса приемного контура с добротностью Q:

$$m = 4\pi\eta\chi''Q + O(\chi', \chi'') \quad (8)$$

где второе слагаемое - члены более высокого порядка малости, вклад которых может составлять до 10% и более<sup>/3/</sup>. Подставляя в (13) ядерную восприимчивость дейтерированной мишени и типичные параметры

контура, получаем оценки:  $m \approx 10^{-4}$  и уровень полезного сигнала на входе усилителя ВЧ около 4мкВ. Таким образом для измерения поляризации мишени необходимо решить две задачи: выделить полезный сигнал из шумов и помех, и вычесть вклад систематических ошибок, обусловленных  $O(\chi', \chi'')$  в (8). В работе<sup>/2/</sup> изложен комплексный подход в решении проблемы измерения ядерной поляризации мишени:

1. Спектр ЯМР  $m(\omega)$  выделяется из шумов аппаратуры с помощью ЭВМ на линии с Q-метром путем накопления.

2. По спектру ЯМР, полученному в виде числового массива, вычисляется спектр поглощения  $\chi''(\omega)$  и, затем, величина поляризации.

Вычисления  $\chi''(\omega)$  производятся по аналитическим выражениям для импедансов приемных контуров, записанным в компактной форме<sup>/3,4/</sup>. Для увеличения чувствительности Q-метра при измерениях поляризации дейтериевой мишени применяется параллельный приемный контур, полный импеданс которого записывается в виде<sup>/3/</sup>:

$$Z(\omega) = \rho \frac{\lambda + \frac{B}{A} \frac{1}{B + \xi}}{\lambda + \frac{B}{A} \frac{1}{B + \xi}} \quad (9)$$

В формуле (14) использованы следующие обозначения:

$$\lambda = (i\omega L + R)/\rho$$

где L - индуктивность (12), R - активное сопротивление катушки,  $\rho$  - волновое сопротивление кабеля,

$$\xi = (i\omega C + G)\rho$$

где C - емкость конденсатора, G - активная часть проводимости конденсатора,

$$B = \text{th}2\gamma l \quad \text{и} \quad A = (1 + \xi B)/(B + \xi),$$

где  $\gamma = \alpha + i\beta$  - постоянная распространения кабеля ( $\alpha$  - затухание,  $\beta$  - коэффициент фазы), l - длина кабеля. Заметим что с ядерной восприимчивостью линейно связано приращение  $\Delta\lambda = \lambda - \lambda_0$  (индексом 0 обозначаются параметры "пустого" контура, т.е. в отсутствие ЯМР). Выражение для относительного изменения модуля импеданса контура:

$$m(\omega) = [Z(\omega) - Z_0(\omega)]/Z_0(\omega) \quad (10)$$

используем в качестве уравнения для нахождения

$$\text{Re}(\Delta\lambda) = (4\pi\omega L\eta/\rho) \cdot \chi''(\omega) \equiv X''(\omega) \quad (11)$$

При проведении этих выкладок следует принять во внимание, что при включенной обратной связи, осуществляющей настройку приемного контура в резонанс по изменению фазы, необходимо различать  $C_0(\omega)$ , входящие в  $A_0(\omega)$  и  $Z_0(\omega)$ , и  $C(\omega)$ , входящие в  $A(\omega)$  и  $Z(\omega)$ . Итак из (10), (11), с учетом (6) - (9), получаем формулу вида:

$$X''(\omega) = \Phi[m(\omega), \chi'(\omega)]$$

используемую в программе восстановления<sup>4/</sup> спектра поглощения ЯМР.

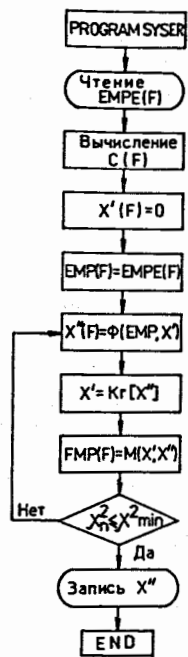


Рис. 2.

На Рис. 2 представлена блок - схема вычислительного процесса, организованного по методу последовательных приближений: спектры дисперсии  $X'_n(F)$  и поглощения  $X''_n(F)$  n-ой итерации строятся на основе значений  $X'_{n-1}(F)$ ,  $X''_{n-1}(F)$ ,  $A_{n-1}(F)$  и  $\xi_{n-1}(F)$ , полученных в предыдущей (n-1) -ой итерации (F - частота). Для вычисления  $X'$  используется соотношение Крамерса-Кронига (оператор  $K_g$  на схеме). Практически установлено, что достаточно всего трех - четырех итераций, чтобы найденные  $X'$  и  $X''$  удовлетворяли критерию минимума  $\chi^2$ .

Спектр ЯМР дейтронов (ДМР) неоднородно уширен вследствие взаимодействия квадрупольного момента ядра с градиентом электрического поля молекулы. В дейтерированных диолах такой спектр можно описать двумя зеркально-симметричными функциями<sup>5/</sup>  $\phi(x)$  и  $\phi(-x)$  (Рис. 3):

$$\Phi(x) = \phi(-x) + R\phi(x) \quad (12)$$

где R - параметр асимметрии формы спектра, связан с  $\tau$  из (2):

$$\tau = (R-1)/(R+1) \quad (13)$$

Обозначив через  $F(x)$  и  $f(x)$  нормированные на единицу функции  $\Phi(x)$  и  $\phi(x)$ , перепишем (17) в новых обозначениях:

$$F(x) = (R+1)^{-1} [f(-x) + Rf(x)] \quad (14)$$

Записав симметричную и антисимметричную части  $F(x)$ , заметим:

$$F(x) = f^s(x) + \tau f^a(x) \quad (15)$$

или  $F(x)$  представима в виде линейной комбинации симметричной и антисимметричной частей некоторой "базовой" функции  $f(x)$ , характерной для данного вещества и не зависящей от степени поляризации мишени. Отсюда, в частности, следует независимость суммы:  $F(1)+F(-1)$  от величины поляризации. Обозначив через  $B_r$  и  $B_g$  соответственно отношения разностей к суммам значений функций  $F$  и  $f$  в точках  $x=\pm 1$ , находим:

$$B_g = \tau B_r \quad (16)$$

Аналогичное соотношение имеет место для первых моментов  $M_r$  и  $M_g$  - нормированного на единицу спектра поглощения и базовой функции:

$$M_g = \tau M_r \quad (17)$$

Универсальной константой, характерной только для данного вещества мишени, будет, очевидно:

$$D = B_g/M_g = B_r/M_r \quad (18)$$

Итак для вычислений поляризационных параметров мишени необходимо найти базовую функцию  $f(x)$ . Построение  $f(x)$  осуществляется для некоторого D взятого из совокупности числовых значений, характерных для данного вещества. Для каждого D по (18) вычисляется  $M_g$ , что дает возможность построить систему координат. В этой системе строится симметричная часть  $F(x)$ , совпадающая с  $f^s(x)$  в силу (15). Для нахождения  $f(x)$  по  $f^s(x)$  для  $-1 < x < 1$  используется теоретическая формула. Величина  $\tau$  вычисляется по (16) и (17), а подгонка всех параметров (в том числе и D) осуществляется по методу наименьших квадратов с экспериментальным спектром  $F(x)$  и модельной функцией (15). Рис.2 демонстрирует результат аппроксимации спектра ДМР (точки) расчетной кривой (сплошная линия), полученной, в свою очередь, суммированием искомым функций 1 и 2. Параметр D может

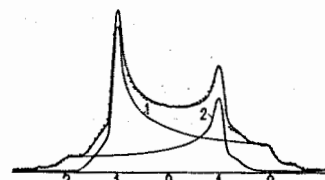


Рис. 3.

изменяться в довольно широких пределах от спектра к спектру, но величина  $B_r$  при этом не выходит за пределы 2%. Значения:

$B_r = 0,57 \pm 0,01$  - для этандиола,

$B_r = 0,631 \pm 0,007$  - для пропандиола,

с учетом поправок на систематическую погрешность Q-метра, о которой сказано

выше, используются в оперативном методе измерения поляризации мишени в процессе накачки.

Описанный метод измерения поляризационных параметров дейтронной поляризованной мишени прост, надежен и обеспечивает разумную точность. В конце главы обсуждены возможности использования метода для мишеней с другими веществами.

Четвертая глава посвящена экспериментальным исследованиям ДМР дейтерия в диолах<sup>6/</sup>. Описываемые эксперименты проводились на комплексных соединениях  $Cr(V)$  в полностью дейтерированных этандиоле  $(CD_2OD)_2$  и пропандиоле-1,2  $C_3D_6(OD)_2$ .

Устройство камеры растворения, разработанное Борисовым Н.С., показано на Рис.4<sup>6/</sup>. Рабочий контейнер с веществом мишени заменен специальной ампулой 4 из тефлона. Катушка индуктивности 7

выполнена в виде пяти витков посеребренной проволоки, намотаной на каркас, служащий одновременно контейнером, внутренний объем которого 9 заполнялся исследуемым образцом. Коаксиальный кабель 1, проведенный по центральному каналу кристата, состоял из сплошной трубки из нержавеющей стали диаметром 5 мм, толщиной стенки 0,15 мм и бронзовой жилы диаметром 0,3 мм, зафиксированной на оси трубки распорками из тефлона.  $^3\text{He}$  через отверстия в стенках ампулы и контейнера поступал в объем 9 снизу, что

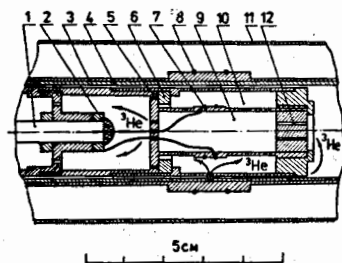


Рис. 4

обеспечивало наилучшие условия охлаждения  $^{16}\text{O}$  исследуемого вещества. Температура образца определялась по сопротивлению резисторов Speer-100 и Speer-200, калиброванных в отдельном опыте по сигналу ЯМР, как уже было сказано выше. Проволочным нагревателем, размещенном в объеме 10 можно было подвести к камере растворения фиксированную тепловую мощность, что использовалось для оценки СВЧ-мощности, рассеиваемой в образце при накачке поляризации. Паразитный приток тепла в камеру растворения, подводимый в основном по коаксиальному кабелю, составлял около  $2 \cdot 10^{-4}$  Вт, что повысило минимальную температуру образца до 54 мК.

Для регистрации спектров ДМР применялся Q-метр, параллельный LC-контур которого образован катушкой индуктивности 7 и емкостью кабеля 1 вместе с дополнительной емкостью, подключенной на входе прибора. Полный спектр ДМР снимался в виде отклика Q-метра на изменение частоты питающего генератора в диапазоне от 13,420 МГц до 13,820 МГц, по закону, близкому к линейному. Аппаратура выделения спектра ДМР разработана Матафоновым В.Н.. После аналого-цифрового преобразователя КА209 и буферного накопителя КЛ006 спектр, преобразованный в числовой массив, передавался в память микро-ЭВМ КМ001 (все названные цифровые блоки стандарта КАМАК разработаны в ЛЯП ОИЯИ). Программой предварительной обработки информации предусматривалось следующее: накопление и усреднение спектров с целью выделения из шумов и помех, интегрирование, упрощенный расчет поляризации, вывод спектра на графический дисплей и запись на магнитную ленту кассетного накопителя РК-1. Окончательная обработка спектров ДМР проводилась на ЭВМ БЭСМ-6 по программам, последняя версия которых описана выше.

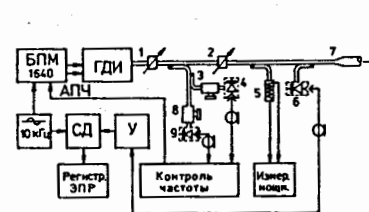


Рис. 5

Схема СВЧ-тракта  $^{17}\text{O}$  установки приведена на Рис. 5. Источником микроволновой мощности 5 мм диапазона служил перестраиваемый генератор дифракционного излучения ГДИ-7. СВЧ-мощность, поступающая в кристат, регулировалась аттенуатором 2 и измерялась боллометром 5; контроль частоты осуществлялся волномером 3. Основной резонатор 11 (Рис. 4) образован стенками хвостовой части экрана, имеющего температуру около 1К. Для записи спектров электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) использовался сигнал отраженной мощности, снимаемый с детектора 6. Блок-схема аппаратуры выделения спектра ЭПР также показана на Рис. 5. Генератор модулирует частоту СВЧ-колебаний изменением напряжения на



Рис. 6

отражателе ГДИ по синусоидальному закону с частотой 10 кГц. Сигнал с детектора 6 подается на узкополосный усилитель (У). Выход усилителя подключен ко входу I синхронного детектора (СД), на вход II которого поступает опорное напряжение от генератора. Спектр ЭПР регистрировался в виде изменения сигнала отраженной мощности, вызываемого изменением индукции внешнего магнитного поля, по линейному закону, в области, где выполнены условия резонанса. Если глубина частотной модуляции не превышает  $1/3$  ширины спектра поглощения, то синхронным детектированием выделяется сигнал первой производной этого спектра. На Рис. 6 показаны примеры записи спектров ЭПР комплекса  $\text{Cr}(v)$  на ленте самописца.

Результаты измерений предельно достижимых значений положительной и отрицательной поляризации и времени спин-решеточной релаксации для трех значительно отличающихся друг от друга образцов приведены в таблице (страница 12).

Образец №2 приготавливался из вещества, полученного разбавлением исходного соединения, из которого приготовлен образец №1, чистым этандиолом ( $\text{CD}_2\text{OD}$ )<sub>2</sub> в отношении 1:6. В результате, как и следовало ожидать, резко возросло время спин-решеточной релаксации:

при 54мк оно составляло, вероятно, порядка нескольких сотен часов.

№ обр.	Вещество	Содержание дейтерия в % по весу	Концентрация Cr(V) п.ц./см <sup>3</sup>	Релаксация			Максимальная поляризация P <sub>0</sub>
				B(T)	T(мК)	T <sub>1n</sub> (час)	
1. Этандиол (CD <sub>2</sub> OD) <sub>2</sub>		17,6	(5±1)×10 <sup>19</sup>	0,32	54	10	-(0,42±0,02)
					54	15	+(0,42±0,02)
2. Этандиол		17,6	1×10 <sup>19</sup>	2,08	800	4	0,10
3. Пропандиол-1,2 C <sub>3</sub> D <sub>6</sub> (OD) <sub>2</sub>		19,0	(6±1)×10 <sup>19</sup>	0,32	80	1	+(0,38±0,02)
							-(0,41±0,02)

Вместе с тем значительно снизилось значение предельно достижимой поляризации P<sub>0</sub>. График зависимости P<sub>0</sub> от частоты СВЧ-поля приведен на Рис. 7 (образец №1 - кружки, образец №3 - треугольники). Разность между частотами, соответствующими максимальным значениям поляризации разных знаков составляет 230 МГц и равна полуширине спектра поглощения ЭПР (Рис. 6). На кривой для этандиола, снятой с более мелким шагом, внутри области между главными экстремумами, можно обнаружить слабо выраженную структуру. Это обстоятельство послужило причиной для проведения измерений с образцом с резко измененной концентрацией (образец №2). При этом полуширина линии не изменилась, т.е. в полностью дейтерированных диолах с синтезированным комплексом Cr(V) неоднородное уширение спектра поглощения ЭПР обусловлено анизотропией электронного g-фактора. Положение максимумов на Рис. 7, а также то обстоятельство, что величина и знак поляризации ядер <sup>13</sup>C и <sup>1</sup>H, по крайней мере качественно, соответствуют общей спиновой температуре, - все эти факты позволяют предполагать, что в нашем случае динамическое охлаждение является основным механизмом ДПЯ. Это предположение подтверждается результатами изучения процессов установления спиновой температуры. На Рис. 8

показаны три кривые переходных процессов установления общей спиновой температуры для двух ЯСС - протонной и дейтронной, находя-

щихся в индуцированном контакте,<sup>4/</sup> по изменению спиновой температуры (поляризации) в дейтронной системе. До установления контакта между ними (до момента t = 0, включения СВЧ-поля) протонная система была "подогрета" радиоимпульсом. Общая закономерность для таких переходных процессов - быстрое, время t ≤ 5 минут, выравнивание спиновых температур обеих ЯСС, находя-

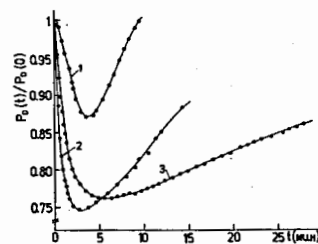


Рис. 8.

системой <H<sub>ss</sub>>. Решение соответствующих уравнений Провоторова при упрощающих предположениях, вместе с полученной информацией позволяют сделать оценки постоянных времени, характеризующих связи между различными спиновыми системами (Рис. 1): τ<sub>ss1</sub> ≈ 48с и τ<sub>iss</sub> ≈ 0,2с. Непосредственные измерения постоянной времени роста поляризации при накачке дают: τ<sub>p</sub> = 25минут. Эта величина связана с временами электронной и ядерной спин-решеточной релаксации. При этом получаем: τ<sub>ie</sub> ≈ τ<sub>sl</sub> ≈ 30с, что могло бы указывать на существование фононного "узкого горла". Однако оценки, сделанные в дебаевском приближении, дают для соответствующих величин значения, отличающиеся от полученных из эксперимента почти на два порядка. Причину расхождения можно понять, приняв во внимание результаты измерений тепловых свойств стекол: в области низких температур теплоемкость таких веществ, как диолы линейно зависит от температуры, оставаясь на порядок выше того значения, которое можно получить в предположении дебаевского фононного спектра. Для времени ядерной спин-решеточной релаксации находим: τ<sub>iss1</sub> = 2,4·10<sup>3</sup>с, непосредственные измерения при той же температуре дают: T<sub>1n</sub> = 3·10<sup>3</sup>с, тогда по (5) τ' ≈ 1,2·10<sup>4</sup>с. Последняя величина позволяет сделать оценку концентрации посторонней (отличной от комплекса Cr(V)) парамагнитной примеси: C' ≤ 10<sup>-6</sup>, т.е. по крайней мере на три порядка меньше концентрации парамагнитных центров основного комплекса.

Цепочка неравенств для характерных времен переходных процессов установления температуры в спиновых системах:

$$\tau_{iss} \ll \tau_{ss1} \ll \tau_{ssL} \ll \tau_{sl} \ll \tau_p \ll T_{1n} \leq \tau_{issL} \quad (19)$$

составленная на основе полученных экспериментальных данных, находится в хорошем согласии с теорией, изложенной в первой главе.

В области температур T < 0,1К оценка T<sub>1n</sub> по (4) и (5) едва ли



возможна, т.к. К определено только в приближении высоких температур. Изучение экспериментальных данных, полученных для диолов с природным изотопным составом, сравнение их с данными, полученными для дейтерированных диолов при  $T > 0,1\text{K}$ , позволяет сделать важный для практических целей вывод: в одинаковых условиях (концентрация парамагнитных центров, температура, магнитное поле) время  $T_p$  в дейтерированных диолах примерно на порядок меньше, чем в диолах с природным изотопным составом. Таким образом при  $T \approx 30\text{mK}$ , и  $N \approx 0,4\text{T}$  ожидаемое  $T_p > 100$  часов; это дает основания к выводу о пригодности веществ, из которых приготавливались образцы № 1 и № 3, указанные в таблице, в качестве материала для дейтронной замороженной поляризованной мишени<sup>/6,7,8/</sup>.

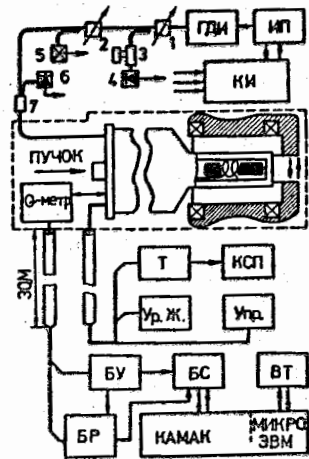


Рис. 9.

В пятой главе дано краткое описание установки замороженной поляризованной мишени "Проза", используемой в измерениях на ускорителе У-70 в ИФВЭ (Протвино)<sup>/7,8/</sup>. Блок-схема установки показана на Рис. 9. Вещество мишени, охлаждаемое рефрижератором растворения, размещено в поле стального электромагнита с подвижными полюсами. В режиме накачки поляризации обе половинки магнита сдвинуты так, что магнитопровод замкнут и индукция поля в уменьшенном зазоре достигает значения 2,08Т. Облучение СВЧ-мощностью вещества мишени сопровождается выделением тепла в нем до 100 мВт, что для поддержания температуры не выше 0,5К требует скорости циркуляции  $^3\text{He}$  примерно  $3 \cdot 10^{-2}$  моль/с. После того как, предельная поляризация достигнута, СВЧ-облучение прекращается и рефрижератор переводится в замороженный режим. Одновременно с этим раздвигаются полюса магнита для обеспечения возможности регистрации частиц, рассеянных на мишени; при этом индукция магнитного поля в области мишени составляет 0,45Т. Снижение уровня тепловой мощности позволяет охладить вещество мишени до температуры 0,02К. Криостат вместе с насосной группой и пультом вакуумных испытаний расположены в пучковом канале. Органы управления и контроля криогенной частью установки, аппаратура измерения поляризации и СВЧ-аппаратура вынесены за пределы экспериментальной зоны на расстояние до 30м. Все

электрические коммуникации выполнены кабелями и проводами в медных экранах и уложены в стальные трубы, что позволило в значительной степени избавиться от помех, наводок и паразитных связей. В верхней части функциональной схемы показана схема СВЧ-аппаратуры.

Для измерения поляризации дейтронов мишени используется Q-метр с параллельным контуром, образованным суммарной емкостью проходящего в криостате кабеля вместе с подключенной к теплому концу кабеля подстроечной емкостью и "штатной" катушки индуктивности (т.е. используемой для ЯМР протонов). Расчеты (использовались некоторые блоки описанных выше программ) показали что, несмотря на малую индуктивность  $L = 0,24\text{мГн}$ , на частоте ДМР 13,6МГц может быть обеспечена достаточная чувствительность, поскольку выбранный метод измерения поляризации по спиновой температуре предполагает регистрацию сигналов большой амплитуды. Об измерении поляризационных параметров мишени сказано выше. Добавим только, что полная информация о состоянии мишени в течение экспозиций сводится в таблицу, содержащую следующие пункты: моменты времени начала и конца экспозиции, привязанные к ним значения поляризации мишени, полученные оперативным методом, значения поляризации, выстроенности и компонент поляризационной матрицы плотности, полученные в расчетах на большой ЭВМ по описанным выше программам. Данные, получаемые оперативным методом и детальными расчетами в пределах ошибок совпадают.

На дейтронной замороженной мишени проведены измерения общей продолжительностью свыше 1300 часов.

В заключении перечислены основные результаты диссертации.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Неганов Б., Борисов Н., Либург М. Метод получения сверхнизких температур, основанный на растворении  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ . Препринт ОИЯИ, Р-2480, Дубна, 1965.
2. Либург М.Ю., Матафонов В.Н., Ондричка К., Страхота И. Измерение поляризации протонной поляризованной мишени в режиме связи с ЭВМ. ОИЯИ, 13-12333, Дубна, 1979.
3. Либург М.Ю., Матафонов В.Н. Систематические ошибки при измерении поляризации мишени методом Q-метра. ОИЯИ, Р13-81-365, Дубна, 1981.
4. Либург М.Ю., Страхота И. Программа для восстановления спектра поглощения ЯМР по сигналам с выхода Q-метра. ОИЯИ, Р13-81-748, Дубна, 1981.

5. Либург М.Ю. Определение поляризационных параметров дейтронной поляризованной мишени по экспериментальным данным. ОИЯИ, P13-82-308, Дубна, 1988.

Liburg M. Determination of polarization parameters of a polarized deuteron target by experimental data. In: High Energy Spin Physics. Volum 2: Workshops. Proceeding of the 9th International Symposium Held at Bonn, FRG, 6-15 September 1990. Springer-Verlag, Berlin ets.

6. Борисов Н.С., Бунятова Э.И., Либург М.Ю., Матафонов В.Н., Неганов А.Б., Усов Ю.А. Динамическая поляризация ядер дейтерия в полностью дейтерированных этандиоле и пропандиоле. Препринт ОИЯИ, P13-84-430, Дубна 1984.

ЖЭТФ, 1984, 87, 2234-2243.

Sov. Phys. JETP, 1984, 60, 1291-1296.

7. Borisov N.S., Bunyatova E.I., Liburg M.Yu., Matafonov V.N., Neganov A.B., Usov Yu.A. Frozen spin polarized target  $60\text{cm}^3$  in volume. Preprint JINR, E1-86-75, Dubna, 1986.

Borisov N.S., Bunyatova E.I., Liburg M.Yu., Matafonov V.N., Neganov A.B., Usov Yu.A. Frozen spin polarized target  $60\text{cm}^3$  in volume. J. Phys. E: Sci. Instrum. 1988, 21, 1179-1182.

8. Borisov N.S., Bunyatova E.I., Kiselev Yu.F., Liburg M.Yu., Matafonov V.N., Neganov B.S., Neganov A.B., Usov Yu.A. Targets with frozen polarization of hydrogen and deuterium nuclei. In: VII International Symposium On High Energy Spin Physics. Protvino (USSR) 22-27 September 1986. Vol. II, Serpukhov, 1987, pp 236-237.

Рукопись поступила в издательский отдел  
31 декабря 1992 года.