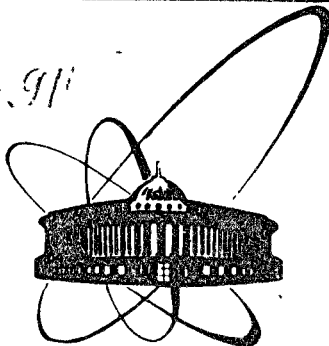


Б-911



ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

433 33

v/2-83

Д1-82-805

Э.И.Бунятова, Н.Н.Бубнов

СИНТЕЗ КОМПЛЕКСА ХРОМА (V)
НА ОСНОВЕ ДЕЙТЕРИРОВАННОГО
ЭТАНДИОЛА ДЛЯ МИШЕНИ
С ПОЛЯРИЗОВАННЫМИ ДЕЙТРОНАМИ

Направлено в журнал "Nuclear Instruments
and Methods"

1982

В настоящее время для решения проблем нуклон-нуклонных взаимодействий требуются мишени с поляризованными нейтронами. В мишенях этого типа используется связанное состояние протона и нейтрона - дейтрон. Во многих лабораториях мира уже успешно работают мишени с поляризованными дейтронами. Основные параметры дейтронных поляризованных мишеней приведены в таблице. Наибольшее распространение получили органические вещества, в которых часть атомов водорода была замещена атомами дейтерия. В работах⁴⁻⁹ удалось получить комплекс хрома (V) в частично дейтерированных диолах путем медленного восстановления соединений хрома (VI), например, $K_2Cr_2O_7$.

С 1980 г. в Лаборатории ядерных проблем Объединенного института ядерных исследований проводятся работы по созданию дейтронной поляризованной мишени. Для первых опытов был выбран частично дейтерированный этандиол. Мы уменьшили количество атомов водорода в рабочем веществе мишени по сравнению с работами⁴⁻⁹. Образец приготавливался следующим образом: смесь, состоящая из 25% $C_2D_4(OH)_2$ и 75% $C_2D_8O_2$, и сухой измельченный $K_2Cr_2O_7$ / в соотношении по весу 11:1/, перемешивались 60 минут при постоянной температуре 60°C и давлении 10-15 мм рт.ст. Детали установки описаны в работе¹¹. Через 60 минут получалось рабочее вещество мишени с концентрацией парамагнитного комплекса Cr(V), равной $6_{-1}^{+2} \cdot 10^{19}$ парамагнитных центров в 1 см^3 /п.ц./см³/. Нам не удалось получить воспроизводимых результатов при использовании методики разбавления "переконцентрированных" растворов Cr(V)-комплекса, как утверждалось в работе⁹. Спектры ЭПР были записаны на спектрометре "Varian E-12". Измерения концентрации проводились путем сравнения параметров $h(\Delta H)^2$ исследуемого образца и эталонного вещества - иодида дибензолхрома $[Cr^+(C_8H_8)_2]J^-$.

В этом образце была получена поляризация дейтронов, равная 30%.

Для дальнейшего снижения количества атомов водорода в рабочем веществе мишени интересно было получить Cr(V)-комплекс в полностью дейтерированном этандиоле. Однако принято считать, что комплекс хрома (V) в полностью дейтерированных диолах - этандиоле, пропандиоле и др. получить невозможно, и что для образования комплекса, по крайней мере, в гидроксильных группах, необходимо сохранить атомы водорода⁴⁻⁹. С точки зрения донорно-акцепторных взаимодействий такое ограничение кажется неубедительным, и потому нами была предпринята попытка синтезировать комплекс хрома (V) в полностью дейтерированном этандиоле.

Таблица
Основные параметры дейтронных поляризованных мишеней

Вещество	Формула	Парамагнитные центры	Температура К	Магнитное поле Т	Поляризация P(%)	Литература
Этанол	C_2D_6O	Свободный радикал порфиросид	I	25	7	I
Бутанол	$C_4D_{10}O$	"	0,5	25	22	2
Бутанол	$C_4D_{10}O$	"	I	50	26	3
Этандиол	$(C_2D_2OH)_2$	$Cr(V)$ -комплекс, полученный восстановлением $Cr(VI)$	0,2	25	38	4
Пропандиол	$C_3D_6(OH)_2$	"	0,2	25	44	5
Пропандиол	33% $C_3H_6(OH)_2$ 66% $C_3D_8O_2$	"	0,5	25	24	6
Пропандиол	смесь $C_3D_6(OH)_2$ $C_3D_8O_2$	"	0,5	25	40	7
Пропандиол	37% $C_3D_6(OH)_2$ 63% $C_3D_8O_2$	"	0,3-0,5	25	40	8
Пропандиол	33% $C_3D_6(OH)_2$ 66% $C_3D_8O_2$	"	0,43	25	36	9
Этандиол	25% $C_2D_4(OH)_2$ 75% $C_2D_6O_2$	"	0,3	26	30	Настоящая работа
Этандиол	$(C_2D_2O)_2$	$Cr(V)$ -комплекс в стабильной форме ЕНВА- $Cr(V)$	0,5	25	24±3	10

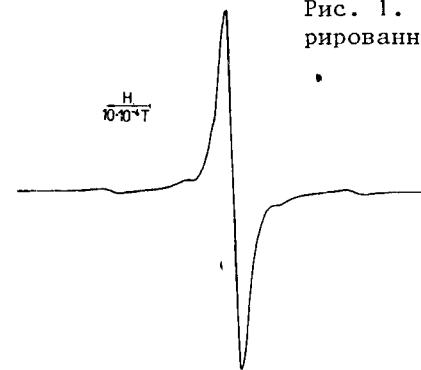


Рис. 1. Спектр ЭПР $Cr(V)$ -комплекса в дейтерированном этандиоле при $T=293$ К.

Восстановлением бихромата калия в дейтерированном этандиоле /содержащем изотоп в замещенном положении 98,5 ат.проц./ удалось получить комплекс $Cr(V)$. Реакция проводилась в тех же условиях, что и реакция образования комплекса в этандиоле /12/ и в частично дейтерированном этандиоле /4-9/.

На рис. 1 приведен спектр ЭПР $Cr(V)$ -комплекса в дейтерированном этандиоле, записанный при комнатной температуре. Ширина линии $\Delta H = 4,5 \cdot 10^{-4}$ Т, а g-фактор, вычисленный по положению линии относительно линии иминоксильного радикала - 2,2,6,6 тетраметилпиперидин-1-оксила $g=2,0064$ - оказался равным 1,979, что говорит о локализации неспаренного электрона на d-орбитали атома хрома. Концентрация комплекса измерялась по вышеописанной методике. На рис. 2 приведен спектр ЭПР $Cr(V)$ -комплекса, записанный при азотной температуре.

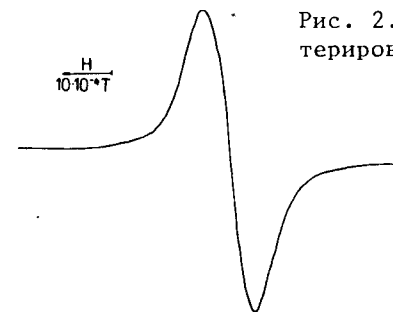


Рис. 2. Спектр ЭПР $Cr(V)$ -комплекса в дейтерированном этандиоле при $T=77$ К.

До сих пор при приготовлении мишеней с полностью дейтерированным этандиолом проводилось путем лигандного замещения в стабильных комплексах $Cr(V)$ с оксикислотами, таких, как $HMBA-Cr(V)$, $ЕНВА-Cr(V)$ и др. /10, 13, 14/. Однако эти

комплексы обладают невысокой стабильностью и не имеют определенного состава. Так, например, при растворении $HMBA-Cr(V)$ в дейтерированном этандиоле образуется по крайней мере три типа различных парамагнитных комплексов /15/. Необходима также частная проверка и тщательная очистка этих комплексов от $Cr(III)$, который образуется при реакции комплексообразования в эквимольном количестве с $Cr(V)$ /19/; количество $Cr(III)$ возрастает и при хранении названных выше стабильных комплексов.

Так как в растворе дейтерированного этандиола наш комплекс обладает узким сигналом ЭПР и структурно подобен хорошо изученному $Cr(V)$ -комплексу /12, 16/, то можно надеяться получить более высокую по сравнению с работами /4, 10/ поляризацию дейтронов.

Авторы благодарят Н.С.Борисова, Ю.Ф.Киселева, М.Ю.Либурга, В.Н.Матафонова, Ю.А.Усова за измерение поляризации рабочего образца мишени, а Б.С.Неганова и Ю.М.Казаринова - за интерес и внимание к работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Borghini M., Scheffler K. Phys.Lett., 1970, 31A, p. 535.
2. Borghini M., Scheffler K. Nucl.Instr.Meth., 1971, 95, p. 93.
3. Borghini M. et al. Nucl.Instr.Meth., 1971, 97, p. 577.
4. De Boer W. et al. J.Low Temp.Phys., 1974, 15, p. 249.
5. De Boer W., CERN, 74-11, Geneva, 1974.
6. Cox S.F.J. Rutherford Laboratory, Chilton Report RL-74-147, 1974.
7. Niinikoski T.O., Udo F. Nucl.Instr.Meth., 1976, 134, p. 219.
8. Babou M. et al. Nucl. Instr.Meth., 1979, 160, p. 1-22.
9. Cash A.R. et al. J.Phys.E: Sci.Instr., 1980, 13, No. 2, p. 182-191.
10. Hiramatsu S. et al., Nucl.Instr.Meth., 1979, 160, p.193-194.
11. Борисов Н.С. и др. ОИЯИ, 13-10257, Дубна, 1976.
12. Гарифьянов Н.С., Козырев Б.М., Федотов В.Н. ДАН СССР, 1968, 178, с. 808.
13. Krumpolc M., De Boer B.G., Roček J., Am.Chem.Soc., 1978, 100, No. 1, p. 145-153.
14. Krumpolc M. In: Proc. of the Second Workshop on Polarized Target Materials. Chilton, 1980, p. 56-58.
15. Лучкина С.А., Галимов Р.М., Бунятова Э.И. ОИЯИ, 12-82-732, Дубна, 1982.
16. Derouane E.J., Ouhadi T. Chem.Phys.Lett., 1975, 31, No. 1, p. 70-74.

Рукопись поступила в издательский отдел
25 ноября 1982 года.

Бунятова Э.И., Бубнов Н.Н. Д1-82-805

Синтез комплекса хрома (V) на основе дейтерированного этандиола для мишени с поляризованными дейтронами

С целью создания рабочего вещества мишени с поляризованными дейтронами синтезирован комплекс хрома (V) с лигандами на основе дейтерированного этандиола. По спектрам ЭПР при $T = 293$ К и $T = 77$ К определена концентрация и g -фактор комплекса.

Описана методика приготовления комплекса хрома (V) на основе частично дейтерированного этандиола.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

- Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1982

Bunyatova E.I., Bubnov N.N. D1-82-805

Synthesis of Chromium (V) Complex on the Basis of Deuterated Ethanediol for a Polarized Deuteron Target

To develop the target with polarized deuterons the chromium (V) complex with deuterated ethanediol ligands was synthesized. The electron paramagnetic resonance (EPR) spectra were employed to determine the concentration and g -factor of the complex. The procedure of obtaining the chromium (V) complex with partly deuterated ethanediol ligands is also described.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research, Dubna 1982

Перевод авторов.