

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА

5798/83

9/1-83  
P1-83-519

В.В.Поляков<sup>1</sup>, Ю.Ф.Киселев, А.И.Ковалев<sup>1</sup>,  
Э.И.Бунятова, Н.С.Борисов, В.Ю.Траутман<sup>1</sup>,  
К Вернер<sup>2</sup>, Н.Г.Козленко<sup>1</sup>

ПОЛЯРИЗОВАННАЯ ДЕЙТРОННАЯ МИШЕНЬ  
СРЕДНИХ РАЗМЕРОВ

Направлено в журнал  
"Nuclear Instruments and Methods  
in Physics Research"

<sup>1</sup> ЛИЯФ им. Б.П.Константинова, Ленинград

<sup>2</sup> Университет К.Маркса, Лейпциг, ГДР

1983

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Приведено описание поляризованной дейтронной мишени средних размеров, разработанной совместно Объединенным институтом ядерных исследований и Ленинградским институтом ядерной физики. Рабочим веществом мишени является этандиол, состоящий из 25%  $C_2D_4(OH)_2$  и 75%  $C_2D_6O_2$  с парамагнитной примесью  $Cr(V)$  при концентрации  $6 \cdot 10^{19}$  спинов/см<sup>3</sup>. При таком составе вещества форма линии ядерного магнитного резонанса /ЯМР/ усложняется из-за наличия как C-D, так и O-D квадрупольных взаимодействий. В работе предложен новый метод выделения из спектра дейтронного сигнала ЯМР формы линии двух магнитных дипольных переходов  $m_{-1} \leftrightarrow m_0$ ,  $m_{+1} \leftrightarrow m_0$ , где  $m_i$  - магнитное квантовое число. Пользуясь этим методом, можно точно определить асимметрию и, следовательно, поляризацию дейтронов независимо от искажений крыльев спектра ЯМР. Получена приближенная формула, в которой асимметрия выражается через отношение амплитуд двух максимумов сигнала поглощения дейтронов. Форма линии дейтронного сигнала регистрировалась ЯМР-спектрометром с жесткой автоматической подстройкой частоты /АПЧ/ приемного гибридного параллельного контура, который содержит короткий по сравнению с  $\lambda/4$  отрезок коаксиального кабеля. Получено аналитическое выражение, связывающее форму сигнала на контуре с величинами поглощения, дисперсии, параметрами гибридного контура, включая длину, волновое сопротивление и затухание коаксиального кабеля. В результате экспериментальный спектр может быть скорректирован, что весьма существенно при точных измерениях асимметрии. Приведены также описание низкотемпературной камеры рефрижератора растворения  $^3He$  в  $^4He$  и описание методики приготовления вещества мишени. В магнитном поле 2,643 Т при температуре 0,33 К методом "динамического охлаждения" в мишени была достигнута поляризация ядерных спинов дейтерия 0,37 обоих знаков. В соответствии с принципом равенства спиновых температур для ядерных спинов водорода в том же самом веществе получалась поляризация 0,96±0,02 обоих знаков, причем процесс выравнивания спиновых температур происходит непосредственно в процессе динамической поляризации ядер не более чем за 120 мин.

## 2. ПАРАМЕТРЫ ДЕЙТРОННОЙ СПИНОВОЙ СИСТЕМЫ

В магнитном поле  $H_0$  энергия каждого из  $2I + 1$  зеемановских магнитных подуровней дейтрона ( $I = 1$ ) определяется суммой двух членов /1/:

$$E_m = -h\nu_D m_I + h\nu_Q \{3m_I^2 - I(I+1)\} \{3\cos^2\theta - 1\}, \quad /1/$$

где  $\nu_Q = \frac{1}{8}(e^2 q Q/h)$ ;  $eQ$  - величина градиента электрического поля вдоль главной оси тензора градиента,  $eq$  - дейтронный квадрупольный момент,  $h = 6,626 \cdot 10^{-27}$  эрг·с - постоянная Планка,  $\nu_D = \gamma_D H_0 / c^{-1}$  / - центральная частота спектра ЯМР дейтрона,  $\gamma_D = 0,6535 \cdot 10^3$  /Гс $^{-1}$ ·с $^{-1}$  / - гиромагнитное отношение дейтрона,  $m_I = +1, 0, -1$  - магнитное квантовое число,  $\theta$  - угол между направлением магнитного поля  $H_0$  и главной осью тензора градиента электрического поля.

В рабочих мишенях поле  $H_0$  велико, поэтому основной вклад в величину энергетического расщепления магнитных подуровней дает первый зеемановский член в формуле /1/. Именно этот член определяет относительные заселенности  $p_{+1} = N_{+1}/N$ ,  $p_{-1} = N_{-1}/N$ ,  $p_0 = N_0/N$  магнитных подуровней соответственно с  $m_I = +1, 0, -1$ ,  $N$  - общее число дейтронных спинов,  $N_{+1, 0, -1}$  - число спинов с соответствующим значением  $m_I$ .

По определению,

$$p_{+1} + p_0 + p_{-1} = 1. \quad /2/$$

Второй член в формуле /1/ обусловлен взаимодействием электрического квадрупольного момента дейтрона с аксиально-симметричным градиентом электрического поля электронных оболочек атомов, окружающих дейтрон /например, углерода - C-D связи или кислорода - O-D связи/, и по величине является слабым возмущением зеемановского члена. В поликристаллических образцах, в частности этандиоле, квадрупольное взаимодействие определяет форму линии ЯМР поглощения.

Равновесные параметры, характеризующие дейтронную систему, предполагают существование единой спиновой температуры  $T_D$ . В этом предположении соотношения между заселенностями  $p_+$ ,  $p_0$  и  $p_-$  определяются бальцмановским фактором:

$$\frac{p_+}{p_0} = \frac{p_0}{p_-} = \exp\{h\nu_D/kT_D\}; \quad p_+ p_- = p_0^2, \quad /3/$$

где  $k = 1,38 \cdot 10^{-16}$  /эрг/К/ - постоянная Больцмана.

Таким образом, для определения заселенностей каждого из трех магнитных подуровней мишени наряду с соотношениями /2/ и /3/ требуется экспериментальное установление дополнительного парамет-

ра, в качестве которого удобно выбрать поляризацию:

$$P_D = \langle \hat{I}_z \rangle / I = p_+ - p_- = \frac{4 \operatorname{th}(h\nu_D/2kT_D)}{3 + \operatorname{th}^2(h\nu_D/2kT_D)}. \quad /4/$$

В случае протонов / $I = 1/2$ / поляризация

$$P_H = \operatorname{th}(h\nu_H/2kT_H) \cdot p_{+1/2} + p_{-1/2} = 1. \quad /5/$$

Уравнения /5/ для двухуровневой спиновой системы полностью определяют заселенности каждого уровня.

В случае дейтронов тепловое равновесие с единой спиновой температурой  $T_D$  в макроскопически больших объемах мишени может не существовать из-за неоднородности внешнего магнитного поля, неоднородности СВЧ поля накачки в процессе динамической ориентации ядер.

В экспериментах по рассеянию частиц важную роль играет выстраивание - параметр, который следующим образом выражается через заселенности:

$$A_D = \langle 3I_z^2 - I(I+1) \rangle / I^2 = 3(p_{+1} + p_{-1}) - 2 = 1 - 3p_0. \quad /6/$$

Используя формулы /2/, /3/ и /4/, можно получить уравнение, связывающее  $A_D$  и  $P_D$ :

$$A_D^2 - 4A_D + 3P_D^2 = 0. \quad /7/$$

В экспериментах по ЯМР относительная интенсивность магнитных дипольных переходов  $m_{+1} \leftrightarrow m_0$  и  $m_{-1} \leftrightarrow m_0$  определяет другой важный параметр, а именно: асимметрию спектра  $R$ . При ненасыщающем способе регистрации спектра ЯМР асимметрия

$$R = \frac{p_{+1} - p_0}{p_0 - p_{-1}}. \quad /8/$$

Асимметрия следующим образом выражается через поляризацию дейтронов  $P_D$ :

$$P_D = \frac{R^2 - 1}{R^2 + R + 1}. \quad /9/$$

На рис.1 представлены зависимости  $P_D$ ,  $R$ ,  $A_D$  и  $P_H$  от обратной спиновой температуры в пределах до  $P_D \leq 0,5$ .

В правом нижнем углу рис.1 показано изменение заселенностей каждого энергетического уровня в зависимости от  $P_D$ . Причем,  $P_D = 0$  соответствует бесконечная спиновая температура и равные заселенности:  $p_{+1} = p_0 = p_{-1} = 1/3$ . При поляризации  $P_D = 0,398$ ;  $p_{+1} - 1/3 = 0,22$ ;  $1/3 - p_0 = 0,041$ ;  $1/3 - p_{-1} = 0,178$ ;  $A_D = 0,123$ ;  $R = 1,89$ .

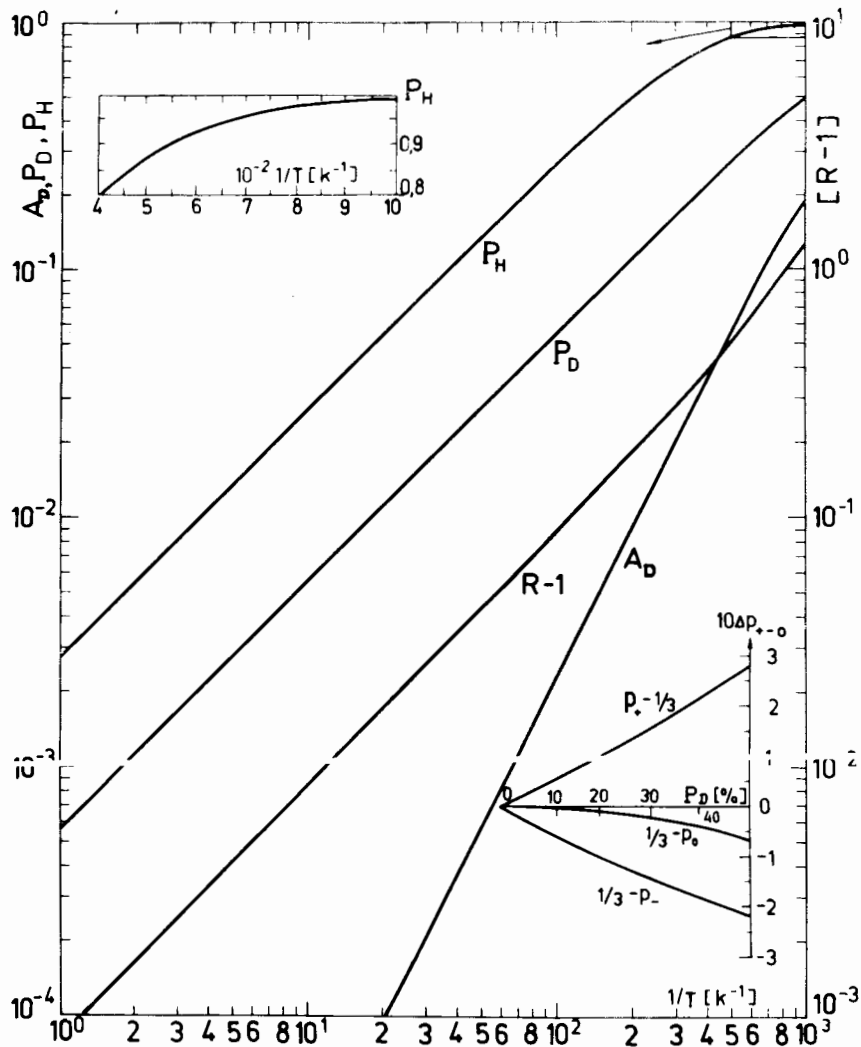


Рис.1. Зависимость параметров выстраивания ( $A_D$ ), поляризации протонов ( $P_H$ ), дейтронов ( $P_D$ ), асимметрии  $R$  и заселенностей уровней  $P_+$ ,  $P_0$ ,  $P_-$  от обратной спиновой температуры.  $H_0 = 2,643$  Т.

### 3. КОНСТРУКЦИЯ КАМЕРЫ РАСТВОРЕНИЯ МИШЕНИ

На рис.2 изображена конструкция низкотемпературной камеры рефрижератора растворения  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ . Камера образована из тонкостенной трубы /1/ диаметром 30 мм, замкнутой на конце стоковым

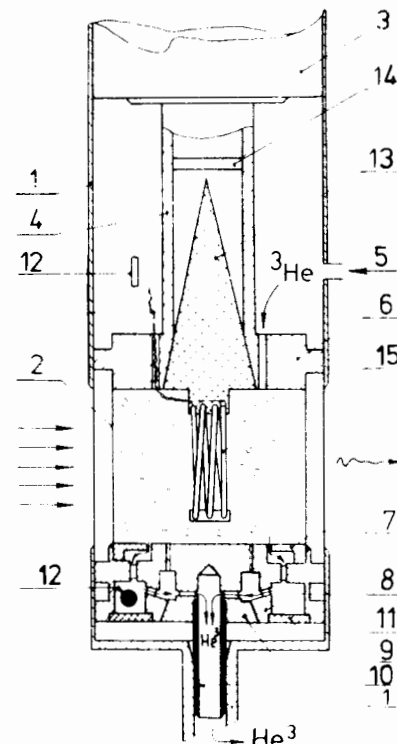


Рис.2. Конструкция камеры растворения  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$  /стрелкой обозначено направление диффузии  $^3\text{He}$  /.

наконечником /1/. Вакуумно эта труба соединена с камерой испарения /не изображенной на рисунке/ и конструктивно служит ее продолжением /2/. Через тракт откачки камеры испарения и саму камеру испарения в эту трубу вставляется СВЧ резонатор /2/, прикрепленный волноводом /4/ к теплоизоляционной пробке /3/ так, что в рабочем положении пробка /3/ разрывает тепловую связь между камерами растворения и испарения. В области прохождения пучка труба /1/ и резонатор /2/ имеют тонкие стенки для уменьшения фона вторичных частиц.  $^3\text{He}$  через отверстие /5/ в трубе /1/ и шесть закритических для СВЧ колебаний отверстий в верхнем фланце /6/ резонатора диффундирует под действием перепада осмотического давления через мишень.

Выход  $^3\text{He}$  из СВЧ резонатора происходит через кольцевой короткозамыкающий СВЧ дроссель, образованный деталями /7/ и /8/ дна резонатора, отверстия в загрузочной пробке /9/ и трубку /10/ в область разбавленного раствора  $^3\text{He}$  противоточного теплообменника /на рисунке не показан/. Трубка /10/ плотно вставляется в стоковый наконечник /1/, образуя большое сопротивление для диффузии  $^3\text{He}$  в области вне СВЧ резонатора. Таким образом,  $^3\text{He}$  принудительно диффундирует через мишень.

С целью электрического согласования волновода /4/ с СВЧ резонатором в волновод вставлен тефлоновый конус /13/, к которому подвешена трехвитковая катушка /15/ с индуктивностью 0,13 мкГн для приема протонного и дейтронного сигналов ЯМР. Для герметизации волновода выше тефлоновой пробки /13/ приклеено тонкое кварцевое стекло /14/. Закритические для СВЧ излучения отверстия в верхнем фланце /6/, короткозамыкающий СВЧ дроссель в дне резонатора и тефлоновый конус позволяют локализовать СВЧ мощность в объеме резонатора. Тем не менее остаточное незначительное излучение СВЧ мощности из резонатора /2/ оказывается достаточным для перегрева чувствительных угольных термометров. По этой причине в процессе динамической накачки поляризации температура камеры растворения и подводимая к резонатору СВЧ мощность конт-

ролируются в основном по циркуляции  $^3\text{He}$  во внешнем контуре циркуляции.

Ниже 0,4 К температура контролируется двумя угольными термометрами /12/, расположенными над верхним фланцем /6/ и в дне резонатора /2/, закрытом шайбой /11/.

Загрузка образца осуществляется после извлечения из трубки /1/ вставки с резонатором /2/. Для этого вставка с резонатором переворачивается, оказавшаяся вверху пробка /9/ вывинчивается из дна резонатора и в образовавшееся отверстие заливается жидкий азот, который вытесняется из резонатора по мере загрузки мишени. Оставшийся в резонаторе жидкий азот вытекает, как только вставка с резонатором будут перевернуты в рабочее положение. При скорости циркуляции  $^3\text{He}$   $3 \cdot 10^{-3}$  моль  $\cdot$  с $^{-1}$  устройство обеспечивает холодопроизводительность 10 мВт при температуре 0,33 К.

#### 4. РЕГИСТРАЦИЯ СПЕКТРА ЯМР ПОЛЯРИЗОВАННОГО ДЕЙТЕРИЯ

Точное определение поляризации по асимметрии спектра дейтронного сигнала ЯМР возможно только после введения в экспериментальный спектр поправки на нелинейность частотной развертки и учета влияния нелинейности Q-метра.

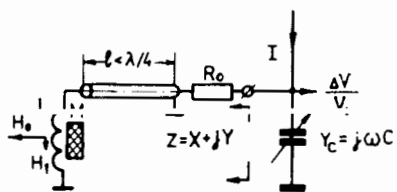


Рис.3. Приемный гибридный контур спектрометра ЯМР.  $H_0$  и  $H_1$  - подмагничивающее и ВЧ магнитные поля соответственно, М - мишень.

На рис.3 представлена схема приемного гибридного резонансного контура спектрометра ЯМР. Контур образован катушкой L с индуктивностью 0,13 мкГн /см. также /15/ на рис.2/, коротким  $l < \lambda/4$  отрезком коаксиального кабеля, сопротивлением  $R_0$  и емкостью C. Система жесткой автоматической подстройки частоты настраивает контур на частоту генератора ( $\omega$ ), питающего контур стабильным по амплитуде ВЧ током I. Развертка спектра осуществляется путем изменения частоты генератора от 16,9 до 17,4 МГц. При заданной ошибке записи спектра ЭВМ, управляющая спектрометром, автоматически выбирает время регистрации каждого участка спектра, исходя из соотношения сигнал/шум, крутизны сигнала и наличия помех. Например, характерное время 4 мин затрачивается на регистрацию 128 точек спектра при соотношении сигнал/шум 2:1 с точностью 0,1%. Коаксиальный кабель длиной  $l < \lambda/4$  в приемном контуре Q-метра искажает действительную форму линии поглощения ЯМР иначе, чем сосредоточенная емкость кабеля такой же длины. Чтобы учесть эти искажения, импеданс  $X + jY$  /см. рис.3/ был разложен в комплексный степенной ряд с точностью до линейного по  $x' - jx''$  члена.

При этом подстраиваемая емкость контура рассчитывалась по формуле  $\omega C = Y/(X^2 + Y^2)$ . В результате расчета получено следующее приближенное выражение для глубины модуляции  $\Delta V/V_0$  ВЧ напряжения на контуре Q-метра:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{(A + B)x'' - (D - E)x'}{1 + Ex' + Ax''}, \quad /10/$$

где

$$x' = 4\pi\eta Q\chi', \quad x'' = 4\pi\eta Q\chi'', \quad Q = \omega L/R_0,$$

$\chi = \chi' - j\chi''$  - комплексная высокочастотная магнитная восприимчивость,  $\eta$  - коэффициент заполнения /для расчетов не требуется/.

$$A = \frac{1 + k_2^2}{(1 - k_2 \frac{\omega L}{\rho})^2 + \frac{\rho}{R_0} [1 + (\frac{\omega L}{\rho})^2] k_1}, \quad /11/$$

$$B = \frac{2R_0}{\rho} (1 - k_2 \frac{\omega L}{\rho})^{-2} \cdot k_1, \quad /12/$$

$$E = 2 \cdot \frac{(k_2 + \omega L/\rho) \cdot k_1}{(1 - k_2 \frac{\omega L}{\rho}) \{ [1 - k_2 \frac{\omega L}{\rho}]^2 + \frac{\rho}{R_0} [1 + (\frac{\omega L}{\rho})^2] \cdot k_1 \}}, \quad /13/$$

$$D = A \cdot B/E, \quad /14/$$

$\rho$  - волновое сопротивление коаксиального кабеля,  $k_1 = \alpha l$ ,  $k_2 = \text{tg} \beta l$ , здесь  $\alpha$  (Нп/м) - постоянная затухания,  $\beta$  (рад.м $^{-1}$ ) - постоянная распространения,  $\omega$  (рад.с $^{-1}$ ) - угловая частота генератора Q-метра. Знак  $\Delta V/V_0$  в формуле /10/ выбран таким образом, что положительному сигналу ЯМР на выходе Q-метра соответствует положительная поляризация ( $x'' > 0$ ).

Выражение /10/ справедливо при условии

$$1 - k_2 \frac{\omega L}{\rho} \gg k_1 \frac{\omega L}{\rho}. \quad /15/$$

Для параллельного приемного контура с коротким кабелем  $l < \lambda/4$  характерна высокая широкополосность при минимальных искажениях крыльев спектра ЯМР.

Сопротивление  $R_0$  в формулах /11/-/14/ измеряется косвенным образом - по добротности  $Q_\eta$  гибридного контура, которая следую-

щим образом зависит от параметров коаксиального кабеля\*:

$$Q_{\eta} = Q_0 \frac{(1+k_2 \rho/\omega_0 L)(1-k_2 \omega_0 L/\rho) + [1+k_2^2 + 2\pi a(1-k_2^2)(\rho/\omega_0 L + \omega_0 L/\rho)]}{2[(1-k_2 \omega_0 L/\rho)^2 + \rho/R_0 [1+(\omega_0 L/\rho)^2] k_1]} \quad /16/$$

где  $Q_0 = \omega_0 L/R_0$ ,  $a = \ell/\lambda$  - отношение длины кабеля к электрической длине волны ВЧ колебаний в кабеле. В случае, если длина коаксиального кабеля кратна  $\lambda/2$ , то есть  $a = n/2$  ( $n = 0, 1, \dots, \infty$ ),  $k_2 = 0$ , из формулы /16/ получается известное выражение /8/

$$Q_{\eta} = Q_0 \frac{1 + \frac{\pi n}{2} \left( \frac{\rho}{\omega_0 L} + \frac{\omega_0 L}{\rho} \right)}{1 + Q_0 \left[ \frac{\rho}{\omega_0 L} + \frac{\omega_0 L}{\rho} \right] k_1} \quad /17/$$

где  $\omega_0$  - центральная частота развертки.

Из формулы /10/ для  $x''$  следует

$$x''_{n+1} = \frac{\left( \frac{\Delta V}{V_0} \right) (1 + E x'_n) + (D - E) x'_n}{A + B - \left( \frac{\Delta V}{V_0} \right) \cdot A} \quad /18/$$

где  $n (0, 1, 2, \dots)$  - номер приближения. Из этого выражения методом итераций по экспериментальному спектру  $(\Delta V/V_0)$  рассчитывается действительная форма линии поглощения. Нулевое приближение  $x' = 0$  дает

$$x''_1 = \frac{(\Delta V/V_0)}{A + B - (\Delta V/V_0) \cdot A} \quad /19/$$

Окончательное решение сводится к нахождению  $x'_n$  из соотношений Кронига-Краммерса и  $x''_{n+1}$  - из формулы /18/ по заданной точности приближения. Учет зависимостей  $x''$  и  $x'$  от  $Q(\omega)$  /см. формулу /10// слабо влияет на конечные результаты.

На рис.4 сплошной линией представлены экспериментальные спектры положительной  $/P_D = +0,36/$  и отрицательной поляризации  $/P_D = -0,32/$ , нормированные на одну и ту же максимальную глубину модуляции  $(\Delta V/V_0)_{\max} = 0,05$ . Пунктирная линия соответствует действительному значению  $x''$ , полученному по формуле /18/, штрих-

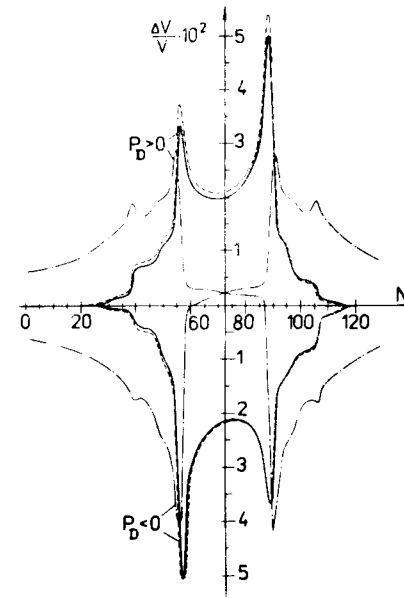


Рис.4. Экспериментальные спектры положительной  $/P_D = 0,36/$  и отрицательной поляризации  $/P_D = -0,32/$ , нормированные на  $(\Delta V/V_0) = 0,05$  /сплошные линии/, спектр, скорректированный на нелинейность Q-метра - пунктирная,  $x''$  - штрих-пунктирная линия. Параметры контура:  $\rho = 50$  Ом,  $L = 0,13$  мкГн,  $R_0 = 2$  Ом,  $\ell = 1,59$  м,  $a = 10^{-3}$  Нп/м,  $\epsilon = 2$ ,  $\omega_0 = 2\pi \cdot 17,2 \cdot 10^8$  рад.с $^{-1}$ .

пунктирная -  $x''$ . Расчет показывает, что, несмотря на небольшую глубину модуляции, коррекция по формуле /10/ существенно уточняет асимметрию и поляризацию  $P_D$ . Так, отношение площадей экспериментальных спектров поглощения

$s_-/s_+ = 0,91$  соответствует отношению поляризаций  $P_-/P_+ = 0,86$  без коррекции на нелинейность и  $s_-/s_+ = 0,87$  соответствует  $P_-/P_+ = 0,89$  после коррекции. Остаточная ошибка 2,5% в несопадении двух последних величин обусловлена приближенностью определения поправки на нелинейность и погрешностью в определении поляризации по асимметрии.

#### 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АСИММЕТРИИ СПЕКТРА ЯМР ДЕЙТЕРИЯ ПО МЕТОДУ КОМПЕНСАЦИИ ПИКА

В случае аксиально-симметричного тензора градиента электрического поля из уравнения /1/ после усреднения по углу  $\theta$  для поликристаллических веществ следует, что спектр ЯМР состоит из двух линий  $J^+(\nu')$  и  $J^-(\nu')$ , соответствующих магнитным дипольным переходам  $m_{+1} \leftrightarrow m_0$ ,  $m_{-1} \leftrightarrow m_0$ , симметричным относительно  $\nu_D$ .

С учетом уравнения /8/ можно записать:

$$J^+(\nu_D - \nu) = R J^-(\nu - \nu_D) \quad /20/$$

Можно предположить, что /20/ выполняется и в случае неаксиально-симметричного тензора градиента электрического поля. В первом порядке теории возмущений это предположение подтверждено расчетами /4/. Результирующий спектр ЯМР в таком случае выражается в виде суммы:

$$s(\nu') = J^+(\nu') + J^-(\nu') = J^-(\nu') + R J^-(\nu') \quad /21/$$

где  $\nu' = \nu - \nu_D$ .

\* Справедливо при параметрах гибридного контура, обеспечивающих выполнение резонансных условий.

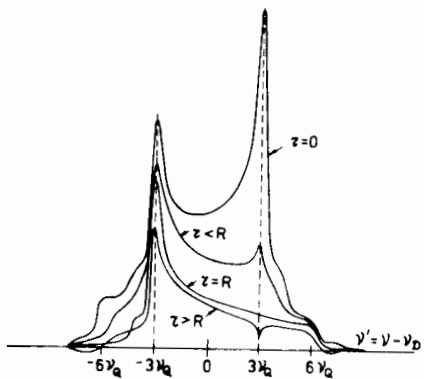


Рис. 5. Формы  $j^-(\nu', r)$  при различных  $r$ .

Введем функции

$$j^-(\nu', r) = \frac{s(\nu') - rs(-\nu')}{1 - r^2}, \quad /23/$$

$$j^+(\nu', r) = rj^-(\nu', r),$$

где  $r$  - пробное значение асимметрии. Отметим, что

$$j^+(\nu', r) + j^-(\nu', r) = s(\nu') \quad /24/$$

не зависит от величины  $r$ .

Из /20/, /21/ и /22/ получим

$$j^-(\nu', r) = \frac{1 - rR}{1 - r^2} J^-(\nu') + \frac{R - r}{R(1 - r^2)} J^+(\nu'). \quad /25/$$

Функция  $j^-(\nu', r)$  имеет два острых экстремума при  $\nu' = \pm 3\nu_Q$  и любых  $r$ , за исключением  $r = R$ , когда второе слагаемое в /25/ обращается в нуль и функция  $j^-(\nu', R) = J^-(\nu')$  становится гладкой в точке  $\nu' = 3\nu_Q$ ; одновременно  $j^+(\nu', R) = J^+(\nu')$ . На рис. 5 показан вид функции  $j^-(\nu', r)$  при разных значениях  $r$ . Параметр  $r$  подбирается итерационным методом по минимуму  $\sigma(r)$  - среднеквадратичного отклонения функции  $j^-(\nu', r)$  от гладкой кривой в двадцати каналах гистограммы вблизи  $\nu' = 3\nu_Q$ . В качестве модельной гладкой кривой брался отрезок параболы третьей степени, проведенный по методу наименьших квадратов через 15 точек гистограммы  $j_{n-1}^-(\nu', r_{n-1})$ ,

Если предположить, что  $s(\nu') \geq 0$ , то функция  $J^-(\nu')$  имеет острый максимум при  $\nu' = -3\nu_Q$  и является гладкой в диапазоне  $-3\nu_Q < \nu' < 6\nu_Q$ . Функция  $s(\nu')$  соответственно будет иметь два максимума при  $\nu' = \pm 3\nu_Q$ . Заменив в формуле /21/  $\nu'$  на  $-\nu'$ , получим систему уравнений:

$$\begin{aligned} s(\nu') &= J^-(\nu') + RJ^-(\nu'), \\ s(-\nu') &= RJ^-(\nu') + J^-(\nu'). \end{aligned} \quad /22/$$

Решение системы уравнений относительно  $J^-(\nu')$  будет следующим:

$$J^-(\nu') = \frac{s(\nu') - Rs(-\nu')}{1 - R^2}.$$

лежащих вне области компенсируемого пика. После минимизации параболы проводилась заново, и осуществлялась следующая итерация. Для получения самосогласованного с точностью 0,1% значения требовалось 3-4 итерации. Увеличение степени модельной параболы  $n > 3$  не изменяло минимального значения  $\sigma(r)$ , и поэтому в дальнейшем  $n = 3$ . Достигнутое при этом  $\sigma(R)$  составляет 0,4% от максимальной величины  $j^-(\nu', R)$ . Предложенный метод обработки дейтронного спектра ЯМР использует лишь самые общие допущения о симметричности линий  $J^+(\nu')$  и  $J^-(\nu')$  и гладкости  $J^-(\nu')$  при  $\nu' = 3\nu_Q$  и не использует каких-либо предположений о конкретной форме линий  $J^+$  и  $J^-$ . Поэтому, в отличие от работы /5/, результат вычисления асимметрии не зависит от модели формы линий  $J^+$  и  $J^-$ , что позволяет применять предлагаемый нами метод для обработки сложных спектров ЯМР полностью дейтерированных молекул. Зная отношения  $J^-(3\nu_Q)/J^-(\nu') = 0,2 + 0,04$  для этандиола, можно предложить простую формулу для приближенного определения асимметрии  $R$  по отношению пиков  $\alpha$  экспериментального спектра:

$$R = \frac{\alpha - 0,2}{1 - 0,2\alpha}. \quad /26/$$

С погрешностью  $R_D + 0,03$  все полученные нами спектры положительной и отрицательной поляризации соответствовали асимметрии, получаемой по формуле /26/.

## 6. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧЕГО ОБРАЗЦА ДЕЙТРОННОЙ ПОЛЯРИЗОВАННОЙ МИШЕНИ

Мишень представляет собой раствор комплекса  $\text{Cr(V)}$ , который образуется в дейтерированном этандиоле путем восстановления шестивалентного хрома. Образец готовился следующим образом /6/: смесь, состоящая из полностью дейтерированного и частично дейтерированного этандиола в соотношении 75%  $(\text{CD}_2\text{OD})_2$  и 25%  $(\text{CD}_2\text{OH})_2$ , и сухой измельченный бихромат калия в весовом соотношении 11:1, перемешивались в течение 60 мин при температуре 60°C и давлении 10-15 Тор. Через 60 мин получалось вещество с концентрацией парамагнитного комплекса  $\text{Cr(V)}$ , равной  $6_{-1}^{+2} \times 10^{19}$  парамагнитных центров в 1 см<sup>3</sup>. Концентрация парамагнитных примесей измерялась путем сравнения спектров электронного парамагнитного резонанса исследуемого образца и эталона - иодида дибензолхрома  $[\text{Cr}^+(\text{C}_6\text{H}_6)_2]J^-$ , растворенного в дейтерированном этандиоле. Отношение весовых концентраций дейтронов и протонов в мишени составляло  $21_{\pm 1,5}$ , отношение спиновых концентраций -  $10,5_{\pm 0,75}$ . Рабочая мишень представляет собой набор замороженных шариков диаметром 2 мм с коэффициентом заполнения  $0,62_{\pm 0,03}$ .



При измерении протонной и дейтронной поляризации использовались два Q-метра, подключаемые к одной и той же индуктивности приемного контура. В поле 2,643 Т в случае протонных спинов индуктивность подключалась к емкости Q-метра последовательно с помощью отрезка коаксиального кабеля длиной  $l = \lambda/4$ . В этом же поле дейтронный сигнал ЯМР наблюдался низкочастотным Q-метром на частоте 17,2 МГц при параллельном подключении индуктивности нерезонансным  $l < \lambda/4$  отрезком кабеля /см. рис.3/. Оба Q-метра содержат систему жесткой АПЧ для настройки приемного контура. С помощью ЭВМ полученный спектр корректировался на нелинейность частотной развертки и нелинейность Q-метра по формуле /18/. Такая коррекция спектра приводила, во-первых, к существенному уменьшению среднеквадратичного отклонения  $\sigma(R)$ , во-вторых, к совпадению отношения площадей экспериментальных спектров поглощения положительной и отрицательной поляризации с отношением соответствующих поляризации, измеренных по R. На рис.6 показаны уточненный таким образом экспериментальный спектр  $s(\nu')$  положительной поляризации  $P_D = 0,362$  и форма линии  $J^-(\nu - \nu_D)$  магнитного дипольного перехода  $m_{-1} - 0$ , выделенная по формуле /25/. На оси частот отмечено значение  $-3\nu_Q$  для градиента электрического поля C-D связей  $\nu_Q = 20 \pm 1$  кГц/ и приближительное положение  $-3\nu'_Q$  слабовыраженного перехода для O-D связей  $\nu'_Q = 26 \pm 3$  кГц/ . Отметим, что метод компенсации пика дает возможность значительно уточнить константу  $\nu_Q$ . Применение добавочных модельных предположений относительно формы линий позволяет в свою очередь разделить линии C-D и O-D связей, что, однако, выходит за рамки данной работы. Таким образом, экспериментально было доказано, что спектр ЯМР может быть представлен в виде суммы двух линий, удовлетворяющих формуле /20/ и гладких в диапазонах  $-6\nu_Q < \nu' < 3\nu_Q$  и  $-3\nu_Q < \nu' < 6\nu_Q$ .

На рис.7 показана динамика изменения обратных спиновых температур протонной и дейтронной спиновых систем в процессе поляризации по методу "динамического охлаждения". Из рисунка видно, что увеличение объема мишени от 4 до 9 см<sup>3</sup> приводит к возрастанию времени динамической поляризации, если холодопроизводительность рефрижератора растворения <sup>3</sup>He в <sup>4</sup>He не изменяется. Для рабочей мишени с объемом 9 см<sup>3</sup> при концентрации Cr(V)  $6 \cdot 10^{19}$  спинов·см<sup>-3</sup> и  $P_H = 0,95$  требовалось 120 мин, чтобы выравнялись спиновые температуры протонов и дейтронов. После достижения такого равновесия наблюдается совпадение теоретического отношения площадей экспериментальных спектров протонного и дейтронного сигналов поглощения с экспериментом /см.рис.8/ \*:

\* Более детальное исследование проведено в работе: Guckelsberger K., Udo F. NIM, 1976, 137, No.3, p.415.

$$\frac{s_H}{s_D} = \frac{1}{2} \frac{\gamma_H^2}{\gamma_D^2} \cdot \frac{N_H}{N_D} \cdot \frac{P_H}{P_D}$$

Изменение поляризации  $P_H$  путем изменения частоты СВЧ поля приводило к изменению  $P_D$  и отношения  $s_H/s_D$  в соответствии с формулой /27/ вплоть до  $P_H = 0,3$ . Ниже этого значения наблюдалось значительное отклонение от формулы /27/ из-за искажения формы линии дейтронного сигнала ЯМР вследствие неоднородности подмагничивающего поля в объеме мишени. Сравнение с теорией позволило вычислить по формуле /27/ отношение  $N_H/N_D$ , которое в пределах ошибок измерения соответствовало тому же отношению, полученному по структурной формуле вещества и измеренному независимым методом.

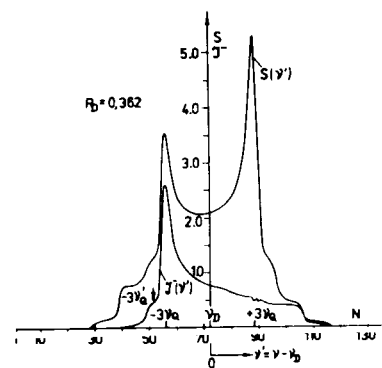


Рис.6. Формы линий спектра поглощения ЯМР  $s(\nu')$  и выделенного из него магнитного перехода  $J^-(\nu')$ .

Рис.7. Зависимость обратных спиновых температур при динамической поляризации ядер мишеней двух объемов при неизменной холодопроизводительности рефрижератора растворения <sup>3</sup>He в <sup>4</sup>He: 1 -  $v = 4$  см<sup>3</sup>; 2 -  $v = 9$  см<sup>3</sup>; ● - протоны, ○ - дейтроны.

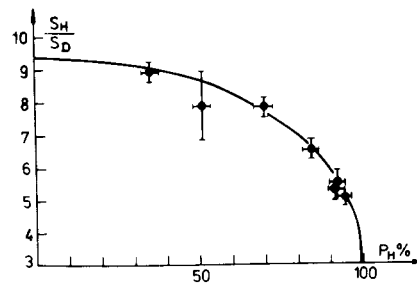
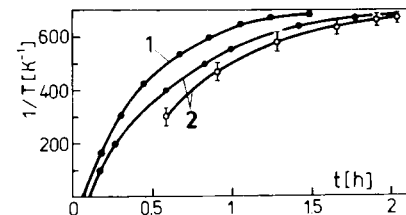


Рис.8. Теоретическое /линия/ и экспериментальные (●) значения отношений площадей протонного и дейтронного сигналов в режиме "замороженной" поляризации.



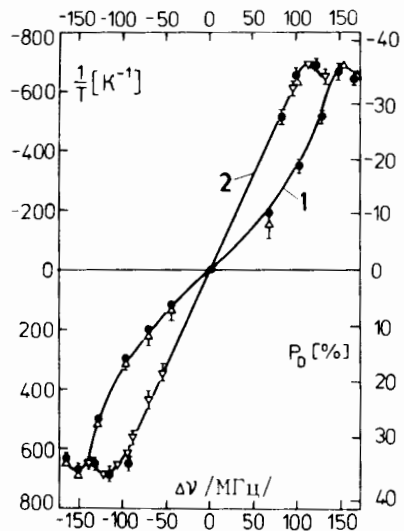


Рис.9. Зависимость обратной спиновой температуры и  $P_D$  от величины расстройки частоты СВЧ поля для мишеней разных объемов: 1 -  $v = 4 \text{ см}^3$ ; 2 -  $v = 9 \text{ см}^3$ ; ● - протоны; ▽ - дейтроны.

Уменьшение концентрации  $\text{Sr(V)}$  до  $2 \cdot 10^{19}$  спинов  $\text{см}^{-3}$  приводило к возрастанию времени теплового смешивания протонной и дейтронной спиновых систем с диполь-дипольным резервуаром электронной спиновой системы. При этом отклонения от формулы /27/ после завершения процесса поляризации ядер достигали 50% при одновременном уменьшении максимальной величины поляризации до  $P_H = 0,75$ .

Время ядерной релаксации протонных и дейтронных спинов в поле 2,6 Т при температуре 65 мК составляет более 150 ч. В поле 0,4 Т при той же температуре - 16 ч. Таким образом, из приведенных данных видно, что эксплуатация такой мишени в "замороженном" режиме в поле 0,4 Т возможна только при дальнейшем понижении температуры камеры растворения. При выключенном поле СВЧ было обнаружено нерезонансное выравнивание спиновых температур протонов и дейтронов в случае их исходного неравенства. На рис.9 показана зависимость  $P_H$  и  $P_D$  от величины расстройки частоты СВЧ поля для объемов мишени 4 и 9  $\text{см}^3$ , измеренных при одной и той же холодопроизводительности рефрижератора растворения  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ . В каждом случае положения максимумов протонной и дейтронной поляризаций совпадают в пределах экспериментальной погрешности измерения. Однако положение максимумов зависит от тепловой нагрузки на камеру растворения так, что уменьшение объема мишени и соответствующее понижение окружающей температуры увеличивают расстояние в единицах частоты между максимумами положительной и отрицательной поляризаций, что также находится в соответствии с теоретической моделью теплового смешивания /1/. Максимально достигнутое значение протонной и дейтронной поляризаций обоих знаков составляет соответственно 0,96 и 0,37.

## 8. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Полученные в данной работе формулы /18/ и /25/ позволяют наиболее точно измерить равновесные параметры дейтронной спиновой системы. По формуле /26/ можно приближенно оценить асиммет-

рию, зная отношение амплитуд двух максимумов дейтронного сигнала. Экспериментально доказано, что спектр дейтронного сигнала имеет ось симметрии при  $\nu = \nu_D$ . Все остальные физические результаты полностью подтверждают выводы теории теплового смешивания только в случае достаточно высоких концентраций парамагнитных центров.

Создана дейтронная мишень из этандиола с повышенной концентрацией дейтерия.

Авторы выражают глубокую благодарность профессорам Ю.М.Казаринову, В.Г.Вовченко, доктору физико-математических наук Б.С.Неганову за поддержку эксперимента, доктору химических наук И.Ф.Тупицыну за предоставление этандиола высшего качества, доктору химических наук Н.Н.Бубнову за помощь при исследовании образцов мишени.

## ЛИТЕРАТУРА

1. De Boer W. Preprint CERN 74-11, Geneva, 1974.
2. Неганов Б.С., Борисов Н.С., Павлов В.Н. Авт.свид. СССР № 579508. Бюл. ОИПОТЗ, 1977, 41, с.140; Борисов Н.С. и др. ОИЯИ, 13-10253, Дубна, 1976; ПТЭ, 1978, № 2, с.32.
3. Burget J. et al. Nucl.Phys.Inst., Czechoslovak Acad.Sci., Rez.Report, December, 1972.
4. Cohen M.M. et al. Solid State Phys., 1957, 5, p.321.
5. Hamada O. et al. N.L. for High En.Phys., Japan; KFK Preprint, 80-2, May, 1980.
6. Бунятова Э.И., Бубнов Н.Н. ОИЯИ, Д1-82-805, Дубна, 1982.
7. Киселев Ю.Ф., Матафонов В.Н. ПТЭ, 1977, № 5, с.55.

Рукопись поступила в издательский отдел  
19 июля 1983 года.

## НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги, если они не были заказаны ранее.

D3-11787	Труды III Международной школы по нейтронной физике. Алушта, 1978.	3 р. 00 к.
D13-11807	Труды III Международного совещания по пропорциональным и дрейфовым камерам. Дубна, 1978.	6 р. 00 к.
	Труды VI Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1978 /2 тома/	7 р. 40 к.
D1,2-12036	Труды V Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1978	5 р. 00 к.
D1,2-12450	Труды XII Международной школы молодых ученых по физике высоких энергий. Приморско, НРБ, 1978.	3 р. 00 к.
	Труды VII Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1980 /2 тома/	8 р. 00 к.
D11-80-13	Труды рабочего совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике, Дубна, 1979	3 р. 50 к.
D4-80-271	Труды Международной конференции по проблемам нескольких тел в ядерной физике. Дубна, 1979.	3 р. 00 к.
D4-80-385	Труды Международной школы по структуре ядра. Алушта, 1980.	5 р. 00 к.
D2-81-543	Труды VI Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1981	2 р. 50 к.
D10,11-81-622	Труды Международного совещания по проблемам математического моделирования в ядерно-физических исследованиях. Дубна, 1980	2 р. 50 к.
D1,2-81-728	Труды VI Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 60 к.
D17-81-758	Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981.	5 р. 40 к.
D1,2-82-27	Труды Международного симпозиума по поляризационным явлениям в физике высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 20 к.
P18-82-117	Труды IV совещания по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. Дубна, 1981.	3 р. 80 к.
D2-82-568	Труды совещания по исследованиям в области релятивистской ядерной физики. Дубна, 1982.	1 р. 75 к.
D9-82-664	Труды совещания по коллективным методам ускорения. Дубна, 1982.	3 р. 30 к.
D3,4-82-704	Труды IV Международной школы по нейтронной физике. Дубна, 1982.	5 р. 00 к.

Заказы на упомянутые книги могут быть направлены по адресу:  
101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79  
Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

Поляков В.В. и др. P1-83-519  
Поляризованная дейтронная мишень средних размеров

Представлено описание дейтронной замороженной поляризованной мишени, изготовленной из этандиола с высоким содержанием дейтерия. Получены аналитические выражения для коррекции спектра ЯМР, вызванной нелинейностью Q-метра, и разработан метод определения асимметрии. Экспериментальные результаты подтверждают теорию теплового смешивания дейтронной и протонной спиновых систем с диполь-дипольным резервуаром электронных спинов.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Poljakov V.V. et al. P1-83-519  
A Medium Size Polarised Deuteron Target

A frozen polarised deuteron target based on ethanediol with high percentage of deuterium is described. Analytical expressions for the NMR spectrum correction for non-linearity of Q-meter are obtained and a method for the determination of the asymmetry is developed. Experimental results confirm the thermal mixing theory for deuteron and proton spin systems with dipole-dipole reservoir of electron spins.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод авторов