

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

P12-85-929

Э.И.Бунятова, Н.Н.Бубнов *

СИНТЕЗ КОМПЛЕКСА Cr (V)
В ДЕЙТЕРИРОВАННЫХ ЭТАНДИОЛЕ
И ПРОПАНДИОЛЕ ДЛЯ МИШЕНИ
С ПОЛЯРИЗОВАННЫМИ ДЕЙТРОНАМИ

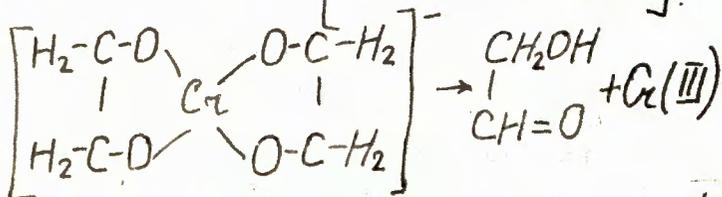
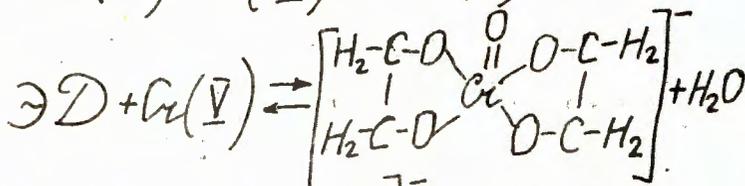
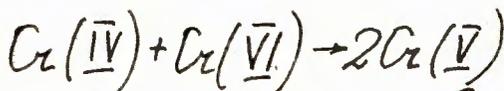
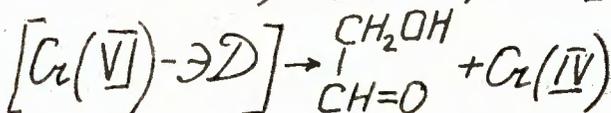
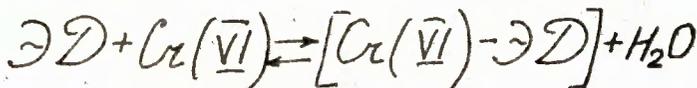
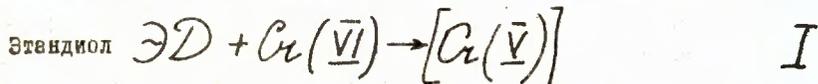
* Ордена Ленина Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова АН СССР

1985

Рабочее вещество для дейтронных поляризованных мишеней может быть создано на основе комплексов $\text{Cr}(\bar{\text{V}})$ в дейтерированных диолах. С этой целью в 1979 г. в Государственном институте прикладной химии (ГИПХ) разработан способ получения дейтерированных этандиола-1,2 и пропандиола-1,2. В конце 1979 г. ГИПХ приготовил для ЛЯП ОИЯИ первую опытную партию дейтерированного этандиола $(\text{CD}_2\text{OH})_2$ с содержанием дейтерия 98 ат % и $(\text{CD}_2\text{OD})_2$ с содержанием дейтерия 98,5 ат. %.

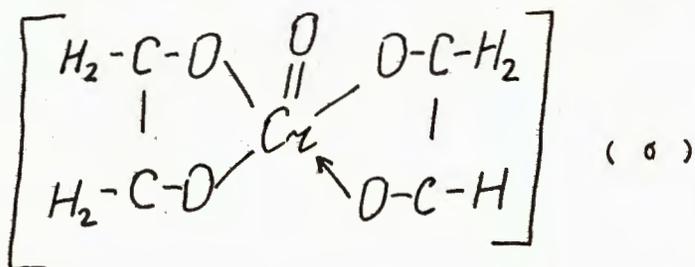
Окислительно-восстановительная реакция образования комплекса $\text{Cr}(\bar{\text{V}})$ в диолах

Синтез комплекса $\text{Cr}(\bar{\text{V}})$ в этандиоле впервые описан в работе /1/. Комплекс $\text{Cr}(\bar{\text{V}})$ образуется при окислении диолов хроматами и бихроматами. Кинетика этого процесса подробно изучена в работах /2,3/, согласно которым он включает следующие стадии:



(a)

Рабочим веществом поляризованной мишени служит комплекс $Cr(V)$, который является промежуточным продуктом реакции восстановления $Cr(VI)$ и получается на стадии (4) реакции (I). Структура комплекса $Cr(V)$ подтверждается анализом спектров электронного парамагнитного резонанса (ЭПР)/I,2,5/. Комплекс имеет один неспаренный электрон (электронная структура d^1) и почти изотропный g -фактор = $1,981 \pm 0,001$. Ширина линии ЭПР в зависимости от концентрации меняется от $3 \cdot 10^{-4}$ Т до $36 \cdot 10^{-4}$ Т. В концентрированном растворе в спектре ЭПР помимо интенсивного сигнала наблюдаются четыре слабые линии, обусловленные сверхтонким взаимодействием (СТВ) неспаренного электрона с ядрами изотопа ^{53}Cr , спин которых равен $3/2$. Суммарная интенсивность этих линий соответствует естественному содержанию изотопа ^{53}Cr (9,5%). При комнатной температуре в сильно разбавленных растворах центральная линия расщепляется на 9 компонент с биномиальным соотношением интенсивности, что свидетельствует о СТВ неспаренного электрона с 8 эквивалентными протонами (суммарный спин равен 4), на основании чего комплексу приписана структура (а). Авторы работы (5) регистрируют в этой реакции комплекс, центральная линия которого расщепляется на 8 компонент. Если реакционную смесь разбавить этанолом (2:1), то центральная линия расщепляется на 9 компонент. Это различие, как полагают авторы, связано с лигандным окружением хрома. В присутствии спирта этандиольные дианионы выступают в качестве бидентатных лигандов, образуя структуру (а), без спирта один из диольных лигандов замещается альдегидом-продуктом окисления этандиола, чему соответствует структура (б):



При низких температурах (77 К и ниже) спектр ЭПР представляет собой единичную слегка анизотропную линию $g_{op} = 1,981$.

Как видно из приведенной схемы реакции, комплекс $Cr(V)$ является промежуточным продуктом реакции. Стабильность его ограничена, так как $Cr(V)$ склонен восстанавливаться до $Cr(III)$, который образует

комплексные соединения с продуктами реакции /2/. Комплексы $Cr(III)$ характеризуются g -фактором, очень близким по значению к g -фактору комплексов $Cr(V)$, и широкой линией ЭПР $\Delta H = 3 \cdot 10^{-2} - 6 \cdot 10^{-2}$ Т в зависимости от вязкости и концентрации раствора /2/.

Для образцов, которые используются в мишенях, необходимо иметь высокую концентрацию комплексов $Cr(V)$ - $5 \cdot 10^{19} - 1,6 \cdot 10^{20}$ парамагнитных центров в cm^3 ($1/cm^3$) при возможно низкой концентрации комплексов $Cr(III)$, которые ограничивают получение максимально возможной поляризации /6,7/. Наличие $Cr(III)$ в рабочих образцах мишени в ряде случаев делает невозможным проведение сложных экспериментов по рассеянию частиц. Конечная концентрация комплексов $Cr(V)$ и $Cr(III)$ зависит от температуры и времени реакции /2,3,6/. Присутствие в реакционной смеси воды, которая образуется при окислении диола, приводит к увеличению концентрации комплекса $Cr(III)$. Поэтому проводили к увеличению концентрации комплекса $Cr(III)$. Поэтому проводили при пониженном давлении, удаляя образующуюся в реакции воду. Особое свойство реакционной системы - высокая светочувствительность. Можно проводить фотовосстановление бихроматов диолами /6,9/. Эта технология интересна и перспективна. Однако с целью улучшения конечного отношения концентрации $[Cr(V)] / [Cr(III)]$ мы проводили окислительно-восстановительную реакцию в этандиоле и пропандиоле-1,2 при нагревании, защищая реакционную колбу от воздействия света /8/. При этом реакция протекает медленнее, чем на свету, но конечная концентрация комплексов $Cr(V)$ достигает оптимальной величины, необходимой для рабочего вещества мишени /7,8/. При исследовании рабочего образца комплекса $Cr(V)$ в пропандиоле-1,2 - методом ЭПР с чувствительностью спектрометра 10^{11} $1/cm^3$ не было замечено присутствия примеси $Cr(III)$ /8/. В качестве окислителя мы выбрали $K_2Cr_2O_7$, так как этот бихромат обеспечивает медленное течение реакции /6/.

Измерение концентрации комплексов $Cr(V)$ проводилось методом ЭПР путём сравнения параметров $k(\Delta H)^2$ исследуемого образца и эталонного вещества дибензолхрома $[Cr^{+}(C_6H_6)]^{2+}$, а также путём сравнения площадей под кривой поглощения образца и эталона, определённых с помощью номограммы /10/. Следует отметить, что определение абсолютного количества спинов в образце затруднительно. Несмотря на то, что наш стандарт по спектральным параметрам очень близок к образцу, концентрация спинов определена с большой ошибкой (см. таблицы). Для характеристики образца мы использовали также параметр ΔH -ширину линии ЭПР между точками максимального наклона кривой поглощения.

Синтез комплекса $Cr(V)$ в дейтерированном этандиоле

Из-за высокой стоимости дейтерированного этандиола отработку

способа приготовления рабочего вещества мы производили на нейтрерированном этандиоле $(\text{C}\mathcal{D}_2\text{OH})_2$. В полученных образцах исследовалась поляризация протонов.

Из работ /7,12/, посвящённых дейтронным поляризованным мишеням, нам было известно, что возможно получить комплекс $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ и в дейтерированном этандиоле. Однако указывалось, что использовался дейтерированный этандиол общей формулы $(\text{C}\mathcal{D}_2\text{OH})_2$, так как существовало мнение, что для образования комплекса по крайней мере в гидроксильных группах необходимо сохранить атомы водорода. Была известна оптимальная концентрация комплексов, равная $7 \cdot 10^{19}$ I/cm³, обеспечивающая высокую поляризацию дейтронов.

В процессе отработки условий проведения реакции восстановления $\text{K}_2\text{C}\mathcal{Z}_2\text{O}_7$ в нейтрерированном этандиоле мы установили:

1. Проведение реакции при температуре 50°C, указанной в работе /12/, при соотношении реагентов /2/ приводит к недостаточной концентрации комплекса $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ - не выше $3 \cdot 10^{19}$ I/cm³, ΔH образца $< 3 \cdot 10^{-4}$ Т. Исследования динамической поляризации протонов в таких образцах показали, что величина поляризации протонов не превышала 50%. Поэтому мы варьировали температурный режим реакции и выбрали интервал температур 60-70°C, при котором происходит реакция образования комплекса $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ с концентрацией $6 \pm 1 \cdot 10^{19}$ I/cm³, $\Delta \text{H} > 4 \cdot 10^{-4}$ Т, обеспечивающей высокую поляризацию протонов.

2. Во всех исследуемых образцах содержалось некоторое количество непрореагировавшего бихромата. Существует вероятность того, что избыточный бихромат может увеличивать ошибку при определении концентрации методом ЭПР. Проведение центрифугирования образцов нежелательно из-за того, что промежуточный комплекс $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ имеет ограниченную стабильность. Учитывая вышесказанное, мы снизили навеску бихромата в два раза, по сравнению с работой /3/, руководствуясь данными по растворимости бихромата. Растворимость $\text{K}_2\text{C}\mathcal{Z}_2\text{O}_7$ в $(\text{C}\mathcal{H}_2\text{OH})_2$ составляет 3% по весу при T=20°C; 6% - при T=70°C; 12% при T=80°C. Образцы, приготовленные с уменьшенной навеской бихромата, имели концентрацию комплекса $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$, равную лишь $(1,5-2) \cdot 10^{19}$ I/cm³, $\Delta \text{H} < 3 \cdot 10^{-4}$ Т. Поэтому в дальнейшем мы были вынуждены проводить реакцию при избытке $\text{K}_2\text{C}\mathcal{Z}_2\text{O}_7$, при соотношении реагентов, указанных в работе /3/.

Затем мы начали работать с дейтерированными веществами. В нашем распоряжении было два вида дейтерированного этандиола - $(\text{C}\mathcal{D}_2\text{OH})_2$ и $(\text{C}\mathcal{D}_2\text{O}\mathcal{D})_2$. Наиболее важным параметром дейтронной мишени является высокое содержание атомов дейтерия. В работе /13/ описывается метод приготовления рабочего вещества, состоящий в том, что комплекс $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ синтезируется в частично дейтерированном диоле $(\text{C}\mathcal{D}_2\text{OH})_2$ с высокой

концентрацией - $2 \cdot 10^{20}$ I/cm³. "Переконцентрированный" образец не обеспечивает высокой поляризации дейтронов /13/. К этому образцу добавляется 2 части полностью дейтерированного диола. Таким образом достигается оптимальная концентрация $7 \cdot 10^{19}$ I/cm³. Мы не смогли получить воспроизводимые результаты при использовании разбавления "переконцентрированных" образцов. Для того, чтобы увеличить количество атомов дейтерия в образцах, мы проводили реакцию восстановления $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ в смеси диолов - 25% $(\text{C}\mathcal{D}_2\text{OH})_2$ + 75% $(\text{C}\mathcal{D}_2\text{O}\mathcal{D})_2$. Способ приготовления образца описан в работах /14,15/. Таким образом, нам удалось увеличить по сравнению с работой /12/ содержание дейтерия в рабочем веществе мишени с 66 до 90 ат.% (до 16 вес.%) и соответственно уменьшить содержание водорода с 33 до 10 ат.% (с 3 до 0,87вес.%). Исследования динамической поляризации дейтронов в образцах, приготовленных по вышеуказанной методике, проводились в ДИЯФ на установке, описанной в работе /8/ в магнитном поле 2,6 Т при температуре 0,3К. Основные характеристики рабочих образцов приведены в табл.1. Полученные результаты позволили создать методику приготовления дейтронной поляризованной мишени, которая обеспечивает высокую поляризацию дейтронов. В работе /15/ приведено описание и основные характеристики экспериментальной установки - поляризованной дейтронной мишени средних размеров, в которой в качестве рабочего вещества использовался комплекс $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ в частично дейтерированном этандиоле.

Т а б л и ц а I

Основные характеристики рабочих образцов на основе комплекса $\text{C}\mathcal{Z}(\bar{\text{V}})$ в частично дейтерированном этандиоле

| № обр. | Ширина линии ЭПР 10 ⁻⁴ Т | Концентрация комплекса I/cm ³ · 10 ¹⁹ x | Объём образца см ³ | Поляризация дейтронов % |
|--------|--|--|----------------------------------|----------------------------|
| 1 | 5,5 | 7 * | 4 | 30 ^ж |
| 2 | 2,75 | 2 | 6 | 25 |
| 3 | 6 | 6 | 9 | 37 |

* Значение концентраций дано с точностью 30%.

ж Значения поляризации дейтронов дано с точностью 2,5%.

Успех на пути повышения содержания дейтерия в рабочем веществе

мишени побудил нас к работе с полностью дейтерированным этандиолом ($C_2D_2O_2$)₂, несмотря на то, что в работах /7,11/ указывалось на невозможность получения комплекса $C_2(\bar{V})$ в ($C_2D_2O_2$)₂. Мы сделали попытку провести реакцию восстановления $K_2Cr_2O_7$ в ($C_2D_2O_2$)₂ в тех же условиях, в которых проводилась эта реакция в частично дейтерированном этандиоле.

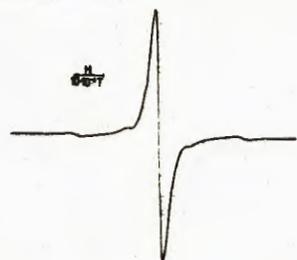


Рис.1.Спектр ЭПР $C_2(\bar{V})$ -комплекса в дейтерированном этандиоле при $T = 293K$.

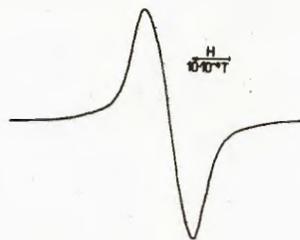


Рис.2.Спектр ЭПР $C_2(\bar{V})$ -комплекса в дейтерированном этандиоле при $T = 77K$.

На рис. 1 и 2 приведены спектры ЭПР полученного комплекса $C_2(\bar{V})$ при $T = 293K$ и $T = 77K$. g -фактор комплекса, вычисленный по положению линии радикала 2,2,6,6-тетраметилпиперидин-1-оксида, равен 1,979, что говорит о локализации неспаренного электрона на d -орбитали атома хрома. В спектре ЭПР дейтерированного комплекса проявляется только СТВ неспаренного электрона с ядром ^{53}Cr , СТВ с дейтронами не проявляется из-за малой константы СТВ.

Таким образом, нам удалось получить комплекс $C_2(\bar{V})$ в полностью дейтерированном этандиоле и увеличить содержание дейтерия в рабочем веществе мишени до 98 ат.%, которое определяется только степенью обогащения исходного этандиола /14/.

Исследования динамической поляризации дейтронов в образцах проводились в Институте физики высоких энергий на установке, описанной в работах /16,18/ в магнитном поле 2,1 Т при температуре 0,2К /17/. Характеристики некоторых образцов приведены в таблице 2. Концентрация комплекса определялась по описанной выше методике.

Из таблицы 2 видно, что удалось получить высокую поляризацию дейтронов 40% в объеме мишени 60 см³. По другому наиболее важному параметру - времени релаксации дейтронов, которое составляет больше 220 часов при $T = 20$ мК - созданное рабочее вещество позволяет мишени работать в "замороженном" режиме, что существенно расширяет экспериментальные возможности мишени /18/.

Т а б л и ц а 2

Основные характеристики рабочих веществ на основе комплекса $C_2(\bar{V})$ в полностью дейтерированном этандиоле

| № | Ширина линии ЭПР $H \cdot 10^{-4} T$ | Концентрация комплекса $I / \text{см}^3 \cdot 10^{19} \text{ ж}$ | Объем образца см^3 | Поляризация дейтронов % |
|---|---|---|--------------------------------|----------------------------|
| 1 | 3 | 4 | 2 | 40 ± 2 |
| 2 | | 1 | 1 | 10 |
| 3 | 6 | 6 | 60 | 40 ± 2 |

* Значение концентраций дано с точностью 30 %.

Синтез комплекса $C_2(\bar{V})$ в дейтерированном пропандиоле

Следующим этапом нашей работы был синтез рабочего вещества на основе дейтерированного пропандиола. Одним из основных требований, которое предъявляют к рабочему веществу мишени наряду с высоким содержанием дейтерия, высокой степенью поляризации ядер, является относительная доля нейтронов, которую принято выражать отношением ν - числа поляризуемых нейтронов (или протонов) к числу всех нуклонов (нейтронов и протонов). Для этандиола $\nu = 0,30$, для пропандиола $\nu = 0,32$. Поэтому для исследования с поляризованными дейтронами, как и с протонами, предпочтительнее иметь мишень на основе пропандиола. У нас есть большой опыт работы с рабочим веществом на основе пропандиола-1,2. Изучена реакция восстановления $K_2Cr_2O_7$ в $C_3H_8O_2$. Приготовлено было более 100 рабочих образцов, на которых получили поляризацию протонов, близкую к 100% /8/.

В 1981 г. от ГИПХа мы получили опытную партию различных производных пропандиола:

$C_3H_6(O_2D)_2$ - 10 г.
 $C_3D_6(O_2D)_2$ - 10 г.
 $C_3D_6(OH)_2$ - 10 г.

и провели анализ полученных образцов методом ядерного магнитного резонанса, с целью установления степени дейтерирования по различным группам. Установлено, что примеси водорода главным образом содержатся в CD -группах. Группа OD , которая принимает участие в образовании комплекса, дейтерирована на 99% и выше.

Т а б л и ц а 3

Основные характеристики образцов на основе комплекса $Cz(\bar{V})$ в полностью дейтерированном пропандиоле

| № обр. | К-во $C_3D_8O_2$ см ³ | К-во $K_2Cz_2O_7$ δ см ³ $C_3D_8O_2$ | Темпера- тура реакции °C | Время реакц. час. | Ширина линии н·10 ⁻⁴ Т | Концентр. $Cz(\bar{V})$ I/см ³ * |
|--------|---|---|-----------------------------------|-------------------------|---|---|
| 1 | I | 0,1 | 65 | 2 | 2,84 | 2 · 10 ¹⁹ |
| 2 | I | 0,05 | 65 | 3 | 2,36 | 1,2 · 10 ¹⁹ |
| 3 | I | 0,05 | 70 | 3 | 5,197 | 5 · 10 ¹⁹ |
| 4 | I | 0,05 | 70 | и конц. 1 | 2,36 | 1 · 10 ¹⁹ |
| | | | | 2 | 2,6 | 1,52 · 10 ¹⁹ |
| | | | | 3 | 2,6 | |
| 5 | I | 0,079 | 80 | 3 | 11,8 | 1,5 · 10 ²⁰ |
| 6 | I | 0,1 | 80 | 2 | 8,5 | 1 · 10 ²⁰ |
| 7 | 2,3 | 0,1 | 80 | 1,25 | 5,197 | 5 · 10 ¹⁹ |
| 8 | 16 25% $C_3D_6(OH)_2$ + (75% $C_3D_8O_2$) | 0,1 | 70 | 1,5 | 5,19 | 5 · 10 ¹⁹ |

* Значение концентраций дано с точностью 30%.

Затем была проведена серия опытов для отработки способа приготовления вещества на основе полностью дейтерированного пропандиола- $I,2 C_3D_6(O_2D)_2$. В работе /6/ приведено типичное время реакции при $T=70^\circ C$ для некоторых диолов и $K_2Cz_2O_7$. В этих условиях возможно получить одинаковую концентрацию ($7 \cdot 10^{19}$ I/см³) комплекса за разное время, которое для этандиола составляет 10 мин, для пропандиола - 1,2 - 120 мин. В процессе отработки условий проведения реакции восстановления $K_2Cz_2O_7$ в пропандиоле- $I,2 C_3D_6(O_2D)_2$ мы установили (см. таб.3):

I. Как и в этандиоле, реакцию следует вести при избытке $K_2Cz_2O_7$. Несмотря на то, что в образцах имеется некоторый остаток непрореаги-

ровавшего $K_2Cz_2O_7$ (образцы 1,7,8), снижение навески (образцы 2,4) не обеспечивает желаемой концентрации комплекса.

2. Проведение реакции при температуре 65-70°C с различной навеской $K_2Cz_2O_7$ в течение 2-3-х часов не обеспечивает получения комплекса желаемой концентрации (образцы 1,2,4).

3. Как при работе с недейтерированным пропандиолом /6/ очевидный путь повышения концентрации комплекса $Cz(\bar{V})$ в растворе состоит в отгонке части диола из раствора. Нам удалось провести такое концентрирование в образце 4. Но $C_3D_8O_2$ очень дорог, поэтому в способ получения рабочего образца желательно не включать стадию повышения концентрации.

4. Была повышена температура проведения реакции до 80°C. При приготовлении образца 5 время реакции составляло 3 часа. Этот образец имеет уширенный и несколько измененный сигнал ЭПР, высокую концентрацию комплекса. Изменение сигнала, возможно, свидетельствует о примеси парамагнитного комплекса $Cz(\bar{III})$. Снижение времени реакции до 2-х часов (образец 6) также не привело к получению образца желаемой концентрации. Но снижение времени реакции до 1 часа 15 минут (образец 7) обеспечивало получение комплекса с оптимальной концентрацией. Образец обладает сигналом ЭПР с $\Delta H=5,2 \cdot 10^{-4}$ Т. В этом образце была получена поляризация дейтронов, равная 39% /17/. Образец 8 представляет собой комплекс $Cz(\bar{V})$, который был приготовлен в частично дейтерированном пропандиоле (25% $C_3D_6(OH)_2$ + 75% $C_3D_8O_2$).

Таким образом, мы разработали методику приготовления рабочих образцов мишени - комплексных соединений $Cz(\bar{V})$ в дейтерированных этандиоле и пропандиоле. Комплексы $Cz(\bar{V})$ в дейтерированных диолах представляют собой в настоящее время наиболее удобное рабочее вещество дейтронной поляризованной мишени для пучков невысокой интенсивности благодаря тому, что вещество мишени имеет единственную парамагнитную примесь. В процессе поляризации вещество мишени находится в стеклообразном состоянии, сохраняя структуру жидкой фазы, которая характеризуется однородным распределением парамагнитных центров с практически изотропным g -фактором. Комплексные соединения $Cz(\bar{V})$ в диолах имеют бидентатные лиганды на основе органических спиртов. Поэтому рабочее вещество мишени наряду с ядрами дейтерия и незначительной доли ядер водорода и ^{53}Cz содержит в основном ядра ^{12}C и ^{16}O , спин которых равен нулю. Следовательно, нет сложной картины значительной поляризации различных ядер, что особенно важно для некоторых экспериментов по рассеянию частиц, в которых невозможно разделить рассеяния на свободных протонах и связанных нуклонах /22/. Основным механизмом динамической поляризации ядер в комплексах $Cz(\bar{V})$ в диолах является хорошо изученный процесс динамического охлаждения /15,18/.

Все эти свойства комплексов позволили создать рабочее вещество - комплекс $C\gamma(\bar{V})$ в дейтерированном этандиоле, на основе которого впервые создана дейтронная поляризованная мишень "замороженного" типа /18/.

В зарубежных лабораториях в настоящее время много работают над созданием рабочего вещества для дейтронной поляризованной мишени на основе облученного дейтерированного аммиака ND_3 /19-23/. Недавно опубликована работа о первом использовании ND_3 на протонном пучке высокой интенсивности /21/. Благодаря высокому содержанию дейтерия, высокой радиационной стойкости, этот материал несомненно очень интересен. Однако в процессе облучения в ND_3 образуются по меньшей мере два вида радикалов ND_2^{\cdot} и D^{\cdot} ; в замороженном состоянии ND_3 обладает поликристаллической структурой, не исключающей наличия различных кристаллических структур с различным градиентом поля /19-21/. В процессе поляризации дейтронов в ND_3 происходит поляризация ядер ^{14}N /22,23/. Нет единого мнения о механизме поляризации /21,23/. Все эти особенности мишени на основе дейтерированного аммиака, по-видимому, затрудняют использование этой мишени в замороженном варианте /18/.

Авторы благодарят Н.С.Борисова, Ю.Ф.Киселёва, М.Ю.Либурга, В.Н.Матафонова, А.Б.Неганова, Ю.А.Усова, О.Н.Шевелёва за проведение поляризационных исследований образцов, Б.С.Неганова и Ю.М.Казаринова - за внимание к работе.

Литература

1. Гарифьянов Н.С. и др. ДАН СССР, 1968, 178, с.808.
2. Boutchev P.R. et al. Inorg.Chim.Acta, 1972, 6, p. 499
3. Glattli H. Proc. 2nd Int.Conf.on Polarized Targets, Berkeley, 1971, Virginia, 1972, p. 281
4. Glattli H. et al. Phys.Lett., 1969, 29A, p. 5
5. Derouane E.J., Ouhadi T. Chem.Phys.Lett., 1975, 31, No 1, p. 70
6. De Boer W. Nucl.Instr.and Meth., 1973, 107, p.99
7. De Boer W. CERN 74-11, Geneva, 1974
8. Борисов Н.С. и др., ОИЯИ, 13-10253, 13-10257, Дубна, 1976.
9. Mitewa M. et al. Inorg.Chem.Lett., 1975, 11, p. 793
10. Лазарев Г.Г., Добряков С.П. ЖСХ, 1981, 22, № 5, с.178.
11. Krumpole M. and Rocek J. J.Am.Chem.Soc., 1977, 99, p. 137
12. De Boer W. et al. J.Low Temp.Phys., 1974, 15, p. 249
13. Cash A.R. et al. J.Phys.E: Sci.Instr., 1980, 13, No 2, p. 182
14. Вшуатова Е.И. and Вубнов Н.Н. Nucl.Instr.and Meth., 1984, 219, p. 297

15. Kiselev Yu.F. et al. Nucl.Instr.and Meth., 1984, 220, p. 399
16. Борисов Н.С. и др., ОИЯИ, 1-80-98, Дубна, 1980.
17. Борисов Н.С. и др. ЖЭТФ, 1984, 87, с.2234.
18. Борисов Н.С. и др. ОИЯИ, P-I-85-292, Дубна, 1985.
19. Mayer W. In: AIP Conf.Proc. No 95, New York, 1983, p. 505
20. Riecher H. In: AIP Conf.Proc. No 95, New York, 1983, p. 520
21. Dostert R. et al. In: Proc.4 Workshop on Polarized Targets Materials and Techniques. Bonn, 1984, p. 13, p. 33
22. Court G.R. et al. In: Proc. 4 Workshop on Polarized Targets Materials and Techniques. Bonn, 1984, p. 122, p. 53.
23. Althoff K.H. et al. In: Proc. 4 Workshop on Polarized Targets Materials and Techniques, Bonn, 1984, p. 23

Рукопись поступила в издательский отдел
23 декабря 1985 года.

НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

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

| | | |
|---------------|--|------------|
| D17-81-758 | Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981. | 5 р. 40 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. |
| D11-83-511 | Труды совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике. Дубна, 1982. | 2 р. 50 к. |
| D7-83-644 | Труды Международной школы-семинара по физике тяжелых ионов. Алушта, 1983. | 6 р. 55 к. |
| D2,13-83-689 | Труды рабочего совещания по проблемам излучения и детектирования гравитационных волн. Дубна, 1983. | 2 р. 00 к. |
| D13-84-63 | Труды XI Международного симпозиума по ядерной электронике. Братислава, Чехословакия, 1983. | 4 р. 50 к. |
| D2-84-366 | Труды 7 Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1984. | 4 р. 30 |
| D1,2-84-599 | Труды VII Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1984. | 5 р. 50 |
| D17-84-850 | Труды III Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1984. /2 тома/ | 7 р. 75 |
| D10,11-84-818 | Труды V Международного совещания по проблемам математического моделирования, программированию и математическим методам решения физических задач. Дубна, 1983 | 3 р. 50 |
| | Труды IX Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1984 /2 тома/ | 13 р. 50 |
| D4-85-851 | Труды Международной школы по структуре ядра, Алушта, 1985. | 3 р. 75 |

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

Бунятова Э.И., Бубнов Н.Н.

P12-85-929

Синтез комплекса хрома (V) в дейтерированных этандиоле и пропандиоле для мишени с поляризованными дейтронами

С целью создания рабочего вещества для мишени с поляризованными ядрами дейтерия синтезирован комплекс Cr (V) в дейтерированных диолах - этандиоле и пропандиоле. Описана кинетика и условия реакции окисления диолов бихроматом, необходимые для получения комплекса. Кратко изложена методика синтеза комплекса Cr (V) в дейтерированном этандиоле. При использовании комплекса Cr (V) в полностью дейтерированном этандиоле $C_2D_4(OD)_2$ в качестве рабочего образца дейтронной поляризованной мишени, объемом 60 см^3 , при температуре $0,2\text{K}$ в магнитном поле $2,1\text{T}$ динамическим методом получена поляризация дейтронов, равная $40 \pm 2\%$. Достигнутая поляризация может быть сохранена - "заморожена" в магнитном поле $0,45\text{T}$ при температуре $0,02\text{K}$. Впервые создана дейтронная поляризованная мишень "замороженного" типа. Подробно изложена методика синтеза комплекса Cr (V) в дейтерированном пропандиоле- $1,2 \text{ C}_3D_8(OD)_2$. Рабочее вещество на основе этого комплекса имеет более высокое содержание дейтерия и лучшее соотношение числа поляризуемых нуклонов к числу всех нуклонов в образце по сравнению с комплексом Cr (V) в этандиоле. Эти особенности рабочего вещества делают его перспективным для использования в мишени "замороженного" типа. Приведен краткий обзор работ зарубежных лабораторий по созданию рабочего вещества дейтронной поляризованной динамическим методом мишени на основе облученного аммиака.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1985.

Перевод авторов

Bunyatova E.I., Bubnov N.N.

P12-85-929

Cr(V) Complex Synthesis in Deuterated Ethanediol and Propanediol of the Target with Polarized Deuterons

To development the target with polarized deuterons, the chromium (V) complex with deuterated ethanediol and propanediol ligands was synthesized. The kinetics and the flow regime of the oxidation reaction of diols with dichromates, necessary for getting the complex is presented. The method of the synthesis of the Cr (V)-complex in deuterated ethanediol $C_2D_4(OD)_2$ is briefly described. The $40 \pm 2\%$ deuteron polarization was achieved in the 60 cm^3 target at $0,2\text{K}$ in the field of 2.1T with the help of the Cr (V) complex in completely deuterated ethanediol. This polarization, reached by dynamic method, can be conserved by freezing it at 0.02K and 0.45T . It is the first "frozen" type polarized deuteron target. Synthesis of Cr (V) complex in deuterated propanediol- $1,2 \text{ C}_3D_8(OD)_2$ is described in detail. The characteristic features of this substance is the higher deuterium content and better ratio of the number of polarized nucleus to the total number of nucleus, than in ethanediol. Thus, it seems to be an attractive material for a "frozen" target. A review of the achievements of various laboratories in developing the material for a dynamically polarized target on the basis of irradiated ammonia is reported.

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

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1985