

Relaxation nucléaire de He³ gazeux par des surfaces

Autor(en): **Ganière, J.G.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Helvetica Physica Acta**

Band (Jahr): **46 (1973)**

Heft 1

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-114474>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Relaxation nucléaire de He³ gazeux par des surfaces

par J. G. Ganière

Laboratoire d'Optique Physique, EPF, Lausanne

(8. VIII. 72)

Abstract. The apparatus described in a previous article is used to measure the nuclear relaxation time of ³He gas, at a few torrs pressure, in contact with glass surfaces (borosilicate and aluminosilicate), as a function of the temperature and of the intensity of the magnetic field. A model, taking into account the magnetic dipole interaction between the ³He atoms and the paramagnetic centres existing on the surface, has been developed. Using measured values of relaxation times, it produces a sticking time of 10⁻¹⁰ to 10⁻¹¹ s for ³He atoms on the surface of aluminosilicate glass at room temperature. We also measured ³He cells containing monocrystals of LiF or CaF₂ and cells having an internal surface either irradiated with ultraviolet light or covered with a silicone-resin layer.

I. Introduction

Nous avons développé précédemment un appareillage pour mesurer le moment magnétique nucléaire d'un gaz de He³ à la pression de quelques torr et polarisé par pompage optique [1].

Cette polarisation décroît principalement par suite des phénomènes de relaxation que subissent les atomes lors de leurs collisions avec la surface du récipient. Dans des ampoules en verre de 6 cm de diamètre on mesure des temps de relaxation allant de 0,1 à 10 heures. La relaxation intrinsèque du gaz à quelques torr de pression serait de plusieurs jours. L'étude de ces relaxations peut donner des renseignements sur l'adsorption et les collisions des atomes sur les surfaces.

Le phénomène de polarisation optique nécessite un éclairage intense et la présence d'une faible décharge dans l'ampoule. Ces conditions perturbent les surfaces et contribuent fortement à la relaxation. Aussi avons-nous développé une technique de mesure de la polarisation et de sa relaxation par induction nucléaire en l'absence de la décharge et de la lumière de pompage [1].

La mesure du moment résultant s'effectue en écartant le moment magnétique résultant d'un petit angle α de la direction d'équilibre au moyen d'un pulse de champ alternatif, transverse au champ constant B_0 et oscillant à la fréquence de Larmor. On mesure alors le signal induit par la précession libre du moment autour de B_0 . La perte de moment due à chaque mesure est de 1‰ à 1‰, ce qui permet de suivre la relaxation en effectuant plusieurs mesures successives.

A l'aide de ce procédé nous avons étudié la relaxation sur diverses surfaces en fonction de la température et de l'intensité du champ magnétique.

II. Considérations expérimentales

a) Détermination du temps de relaxation longitudinal T_1

Lors de chaque détermination de T_1 il faut appliquer une suite de pulses de champ magnétique transverse B_1 , chaque pulse permettant une mesure de la polarisation. Nous effectuons des mesures espacées régulièrement et suffisamment dans le temps, de telle manière que la perte produite entre deux mesures par la relaxation en surface soit beaucoup plus importante que celle due à chaque mesure. Cette dernière a été déterminée expérimentalement par une suite ininterrompue de 50 à 100 pulses; elle est de l'ordre de 0.1 à 1% par mesure, selon la valeur de α , que l'on pourra choisir d'autant plus petite que la polarisation est grande.

Les valeurs du moment magnétique résultant de l'échantillon sont alors reportées dans un graphique semi-logarithmique en fonction du temps, en tenant compte de la perte due à chaque mesure; la pente de la droite obtenue détermine la valeur du temps de relaxation. Pour plus de précision, chaque point est en réalité la moyenne entre 2 ou 3 mesures.

En pratique pour des échantillons de 30 cm³, à la pression de 3 à 4 torr, polarisés à près de 20%, la perte relative lors de chaque mesure est inférieure à 1% de la polarisation mesurée, tout en réalisant un rapport signal sur bruit initial de l'ordre de 20.

Pour des échantillons plus petits, par exemple de 12 cm³, à la pression de 2 à 3 torr, polarisés à près de 15%, on doit admettre lors de la mesure une perte relative de l'ordre de 1,5% de la polarisation mesurée pour avoir un même signal sur bruit. Dans les deux cas, nous déterminons T_1 avec une précision de $\pm 5\%$.

b) Etude en fonction du champ magnétique

Notre système de détection nous oblige à faire les mesures à un champ magnétique fixe de 433 Wb/m². Aussi, dans notre étude en fonction du champ magnétique, nous devons systématiquement revenir à cette valeur pour effectuer une mesure, puis retourner immédiatement à la valeur initiale du champ magnétique, à laquelle on désire étudier la relaxation.

Nous avons vérifié expérimentalement que l'effet dû à ces modifications rapides de champ (3 sec environ) ne perturbe pas la polarisation de l'échantillon, en mesurant l'effet dû à un grand nombre de ces changements.

Les valeurs du champ magnétique ont été déterminées avec une précision de 1%.

c) Etude en fonction de la température

Pour les cellules de 12 cm³, nous avons fait construire un dewar qui peut se placer à l'intérieur des bobines de détection. De l'azote gazeux froid, à débit constant et réglable, circule autour de l'échantillon, le maintenant à une température constante, comprise entre la température ambiante et -165°C . Elle est mesurée à l'aide d'un thermocouple placé au voisinage de la cellule. La régulation ne permet de la définir qu'à $\pm 5^\circ\text{C}$.

d) Effet du rapport surface/volume

La polarisation est transportée par diffusion des atomes vers les surfaces. Les valeurs obtenues pour T_1 sont proportionnelles au rapport A/V où A est la surface

apparente de l'ampoule et V son volume. Aussi, pour comparer nos résultats à ceux obtenus par d'autres expérimentateurs, nous devons initialement les ramener à une même valeur du rapport A/V .

e) *Relaxation par inhomogénéité du champ*

L'échantillon doit être placé dans un champ très homogène, car la diffusion des atomes dans un gradient provoque une relaxation importante; elle a été analysée dans le travail précédant [1].

III. Résultats et discussions

Nos premières mesures ont porté sur la relaxation produite par le verre de l'ampoule. Nous avons étudié le verre Pyrex et un verre d'aluminosilicate de Schott.

La figure 1a montre qu'à température ambiante la relaxation sur le verre Pyrex est indépendante du champ magnétique.

En fonction de la température (figure 1b), on observe un maximum de T_1 au voisinage de 130°K, en accord avec les résultats de Fitzsimons et al. [2]. Ces derniers suggèrent l'explication suivante: Le verre Pyrex possède une structure assez ouverte comportant de nombreuses cavités et canaux, responsables de la diffusion de l'hélium à travers ce verre. On peut alors expliquer ce maximum par le concours des deux mécanismes d'adsorption suivants:

- A basse température une adsorption de Van der Waals en surface. L'énergie de liaison étant faible, cette adsorption diminue rapidement si la température augmente. Il en résulte une diminution du taux de relaxation ou une augmentation de T_1 .
- A partir d'une certaine température la diffusion vers les cavités devient importante. Ceci équivaut à une augmentation effective du taux de relaxation de la surface et T_1 diminue.

Dans les cellules de verre aluminosilicate (figure 2) la présence d'ions aluminium modifie le réseau, en diminuant le nombre d'interstices ainsi que la facilité d'accès à ceux-ci. Ceci a pour conséquence soit de supprimer le maximum obtenu dans le cas du verre Pyrex, soit de déplacer ce maximum vers des températures beaucoup plus élevées [2]. En même temps on observe une dépendance de T_1 avec le champ magnétique (figure 2a).

IV. Recherche des éléments responsables de la relaxation en surface

La relaxation de surface peut provenir de l'interaction des atomes He³ avec des centres paramagnétiques situés à la surface intérieure des ampoules.

Hochstrasser et Courvoisier [4] et [5] ont observé par R.P.E. qu'une surface vierge de silice ou de quartz produite sous ultra-vide par rupture ou clivage comporte une faible densité de centres paramagnétiques superficiels. Ces centres paramagnétiques E'_s de spin électroniques $S = 1/2$ ont un caractère axial et sont attribués au radical-Si, où l'électron non apparié occupe l'orbitale non liante d'un atome de silicium. Ces centres ne sont pas des centres d'absorption pour les gaz rares et sont stables lorsqu'ils

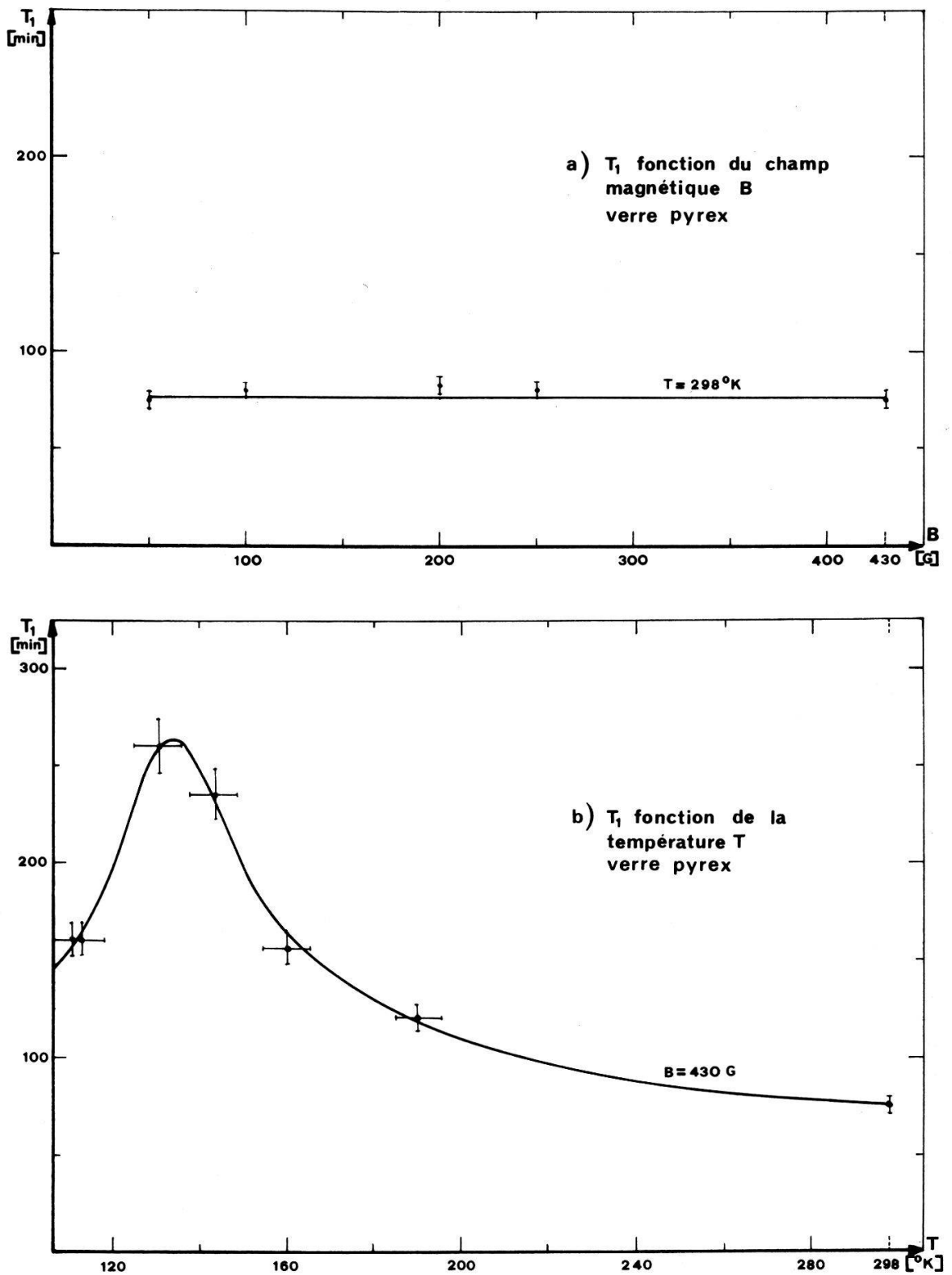
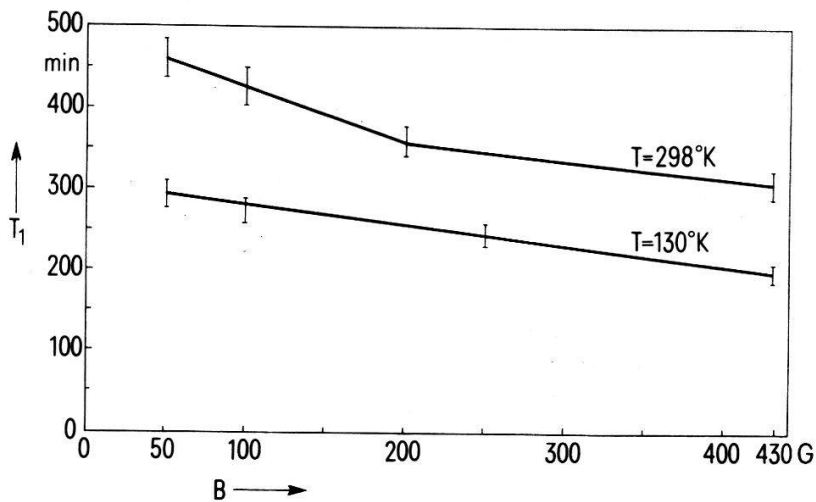
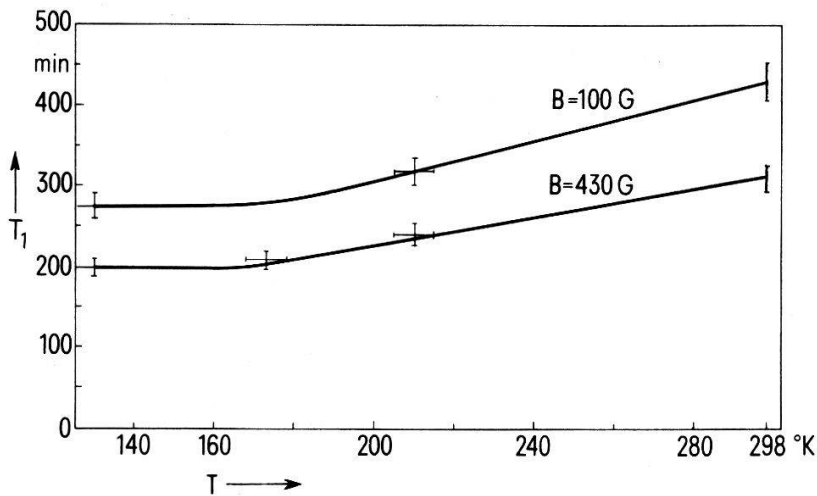


Figure 1
Temps de relaxation sur verre Pyrex.



a) T_1 fonction du champ magnétique B
verre aluminosilicate



b) T_2 fonction de la température verre aluminosilicate

Figure 2

Temps de relaxation sur verre aluminosilicate.

ne sont pas pollués par des gaz de l'atmosphère. Ils ont aussi été observés après frottement, après irradiation de rayons γ , de neutrons ou de photons situés dans la bande d'absorption 2000 Å à 3000 Å [6].

Les valeurs des composants du tenseur g sont très voisines de celles obtenues par Castle et al. pour les centres E'_1 et E'_2 situés dans le volume [7 et 8].

La facilité avec laquelle les centres E'_s ont été observés à température ambiante et la faible largeur naturelle des signaux (quelques dizaines de milligauss) nous font penser que le temps de relaxation propre T_1 de ces centres est supérieur à 10^{-7} sec.

Les densités de centres paramagnétiques superficiels observés sur la silice peuvent être de l'ordre de 10^{12} centres/cm².

Dans nos expériences, nous avons considéré la surface comme propre lorsqu'elle a été étuvée sous ultra-vide (inférieure à 10^{-8} torr) à 400°C et nettoyée par une forte décharge après remplissage à quelques torr de He³. Cette décharge a l'avantage de nettoyer la surface, mais elle doit avoir le grand désavantage de produire une forte densité de centres paramagnétiques superficiels. Nous effectuons bien un recuit à la flamme ensuite en chauffant l'extérieur de la cellule à une température voisine de celle de ramollissement du verre. Toutefois, la conductibilité thermique du Pyrex étant très mauvaise, nous ne sommes pas certains d'avoir éliminé la majorité de centres

paramagnétiques créés à la surface intérieure de l'échantillon. Aussi, nous pouvons supposer valablement que la surface de nos échantillons a une densité superficielle de centres paramagnétiques E'_s de l'ordre de 10^{10} à 10^{11} centres/cm².

Les verres commerciaux contiennent en outre des impuretés paramagnétiques dont le fer Fe^{3+} est le plus fréquent. La concentration relative peut atteindre 10^{-4} , ce qui équivaut à une concentration superficielle de 10^{12} centres par cm².

V. Calcul du taux de relaxation apporté par couplage dipolaire magnétique par les centres paramagnétiques superficiels

Dans ce cas, nous supposons que durant le temps de vol le spin nucléaire I de l'atome de He^3 est soumis uniquement au couplage avec le champ statique B_0 . Sur la paroi, pendant le temps de séjour, le spin nucléaire I est soumis à un champ aléatoire $b(t)$ dû aux centres paramagnétiques superficiels. Ce champ fluctue à cause de la durée de collage limitée et également à cause des renversements des spins électroniques par suite de leur propre relaxation. τ_c caractérise le temps de corrélation de cet interaction du spin nucléaire I avec le champ aléatoire. En utilisant le formalisme de la relaxation dans les liquides et les gaz [9] et en nous basant sur le travail de Lemeignan [10], nous obtenons la relation suivante pour exprimer le taux de relaxation moyen que subit chaque particule :

$$\frac{1}{T_1} = \gamma_N^2 \frac{2}{3} \overline{b^2} \frac{t_s}{t_t} \frac{\tau_c}{1 + \omega^2 \tau_c^2} \quad (1)$$

$\overline{b^2}$ est la moyenne quadratique de l'amplitude du champ magnétique aléatoire $b(t)$ sur la paroi. Le facteur $\frac{2}{3}$ provient de ce que nous avons supposé qu'il n'y a pas de corrélation entre les composants de $b(t)$ suivant deux directions perpendiculaires.

t_s/t_t est la fraction du temps pendant lequel une particule quelconque séjourne sur la surface. t_s est le temps de séjour, t_t est le temps de séjour plus le temps de vol.

Dans notre cas, nous pouvons poser $\omega^2 \tau_c^2 \ll 1$ condition de rétrécissement extrême. Après avoir estimé en fin de calcul la valeur de τ_c , nous vérifierons que cette condition est bien satisfaite.

La valeur quadratique du champ magnétique que produit un centre paramagnétique à une distance comprise entre r et $r + dr$ est donnée par la relation suivante :

$$b^2(r) = 2 \frac{\mu_0^2}{(4\pi)^2} \gamma_e^2 \hbar^2 S^2 \frac{1}{r^6}$$

Le facteur 2 provient du moyennage sur toutes les orientations. D'autre part

$$\frac{1}{4} \frac{n \bar{v} 2\pi r dr t_s}{nV}$$

est la fraction du temps pendant lequel chaque particule séjourne sur la couronne de rayon compris entre r et $r + dr$ entourant le centre paramagnétique. \bar{v} est la vitesse moyenne des particules de He^3 , n la densité de ces particules et V le volume.

En posant que l'échantillon a une surface A qui contient une densité superficielle de centres paramagnétiques N_c , nous pourrions exprimer le taux de relaxation in-

finitésimal $d(1/T_1)_s$ que subit chaque particule et qui est dû à toutes les couronnes de rayon compris entre r et $r + dr$ qui entourent tous les centres paramagnétiques :

$$d\left(\frac{1}{T_1}\right)_s = \frac{2\mu_0^2}{34\pi} \gamma_N^2 \gamma_e^2 \hbar^2 S^2 \frac{1}{4V} \bar{v} t_s \tau_c A N_c \frac{dr}{r^5}$$

Si l'on suppose que les centres sont uniformément répartis sur la surface, une densité de 10^{10} centres/cm² donne une distance moyenne entre centre de 300 Å.

Le taux de relaxation $(1/T_1)_s$, apporté par couplage dipolaire magnétique par tous les centres paramagnétiques superficiels à chaque atome de He³, l'interaction ayant lieu pendant la durée de collage de l'atome en surface, est :

$$\left(\frac{1}{T_1}\right)_s = \int_{R_{\min}}^{R=150\text{Å}} d\left(\frac{1}{T_1}\right)_s = t_s \cdot \tau_c \cdot 6,7 \cdot 10^{15}$$

Ce coefficient numérique est valable pour :

$$\gamma_N = 2 \cdot 10^8 \text{ (rad. m}^2/\text{V s}^2\text{)}.$$

$$\gamma_e = 1,75 \cdot 10^{11} \text{ (rad. m}^2/\text{V s}^2\text{)}.$$

$$V = 1,2 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3, A = 3 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2, \bar{v} = 1,5 \cdot 10^3 \text{ m/s}.$$

$$N_c = 10^{10} \text{ centres/cm}^2 = 10^{14} \text{ centres/m}^2, R_{\min} = 1 \text{ Å}.$$

Pour $N_c = 10^{12}$ centres/cm² le coefficient devient $6,7 \cdot 10^{17}$.

Si nous prenons une valeur de $T_1 = 250 \text{ min} = 1,5 \cdot 10^4 \text{ sec}$ obtenue facilement dans le cas du verre aluminosilicate, nous trouvons une valeur du produit de $t_s \cdot \tau_c$:

$$t_s \cdot \tau_c = 10^{-20} \text{ à } 10^{-22} \text{ s}^2$$

Lors de la discussion sur des centres paramagnétiques superficiels, nous avons considéré que leur temps de relaxation propre devait être vraisemblablement supérieur à 10^{-7} sec. Dans ce cas, le temps de corrélation sera régi principalement par le temps moyen de séjour $\tau_c = t_s$, aussi aurons-nous :

$$t_s = 10^{-10} \text{ à } 10^{-11} \text{ s}$$

La surface de verre étant très complexe, il n'a pas été possible jusqu'à ce jour de faire une mesure précise de la statistique des temps de séjour d'un atome de He. Aussi ce résultat, bien inhabituel à la lumière de la formule de Frenkel $t_s = t_0 \exp E_a/kT$ n'est-il pas nécessairement impossible. ($t_0 = 10^{-13}$ s, E_a = énergie d'adsorption, $E_a = 0,01$ eV [11].)

En effet, certaines théories examinant le facteur préexponentiel t_0 dans la durée de collage, permettent de justifier une si grande valeur. Le collage de la particule en surface introduit localement une forte variation de l'entropie qui a pour effet une augmentation de t_0 et de ce fait du temps moyen de séjour de la particule à toutes les températures. A titre indicatif, nous signalons que des mesures du temps moyen de séjour gaz-surface ont été réalisées par Armand et Legay [13] par l'intermédiaire de l'écoulement moléculaire en régime transitoire et à la température ambiante. Les mesures effectuées avec He⁴ sur le cuivre ont fourni la valeur du temps de séjour moyen : $t_s = 10^{-11}$ sec. Ces auteurs n'ont pas fait de mesures sur le verre.

Par un calcul complémentaire que nous ne reproduisons pas [15], nous avons constaté que le processus de relaxation intervenant pendant le temps de séjour des particules sur la surface est beaucoup plus important (de l'ordre de 10^5 fois) que celui intervenant pendant le vol des particules au voisinage des centres paramagnétiques.

De plus, nous sommes arrivés à la conclusion que les impuretés éventuellement présentes dans le gaz devaient elles aussi relaxer essentiellement durant leur temps d'adsorption en surface.

La variation de T_1 avec l'intensité du champ n'est pas expliquée; elle semble être liée intimement au mécanisme d'interaction ainsi qu'à la statistique des temps de corrélations.

VI. Résultats complémentaires sur d'autres surfaces

Différentes surfaces ont été étudiées. Le tableau réunit quelques résultats obtenus à température ambiante, à 430 Gauss, pour un même rapport A/V ($A = 50 \text{ cm}^2$, $V = 30 \text{ cm}^3$). La pureté indiquée a été mesurée lors de l'établissement d'une faible décharge, soit à l'aide d'un spectromètre Bausch et Lomb (voir annexe), soit par une observation à l'oeil à l'aide d'un spectroscopie de poche, en regardant l'intensité relative des raies parasites. Les deux méthodes ont une sensibilité maximum équivalente, par contre la seconde, utilisant le spectroscopie de poche est plus rapide, mais ne donne qu'une information subjective. L'étalonnage de la pureté est caractérisé de la manière suivante: 1) pas de raie parasite décelable; 2) raies parasites faiblement décelables; 3) raies parasites visibles; 4) raies parasites très visibles et nombreuses.

<i>Surface</i>	<i>Pureté</i>	<i>T₁ mesuré (en sec)</i>
(voir détails dans le texte)		
a) Pyrex	(1) et (2)	0,7 à $2 \cdot 10^4$
b) Verre aluminosilicate	(1)	2 à $3 \cdot 10^4$
c) SR-82 sur Pyrex	(3)	$2,5 \cdot 10^3$
d) Pyrex + vanne en verre	(1) et (2)	0,1 à $5 \cdot 10^2$ ¹⁾
e) Pyrex + cristaux de LiF ou CaF ₂	(3) et (4)	10 à 50
f) Pyrex irradié par lumière ultra-violette	(1) et (2)	$\Delta T_1 = 50\%$

Le taux de polarisation obtenu avec ces différents échantillons dépend nécessairement du temps de relaxation mesuré. Il est compris entre 0,5% et 20%.

Description des cellules utilisées

a) et b) *Verres Pyrex et aluminosilicates*. Diamètre des ampoules environ 4 cm, étuvées à 400° et dégazées par décharge He³, puis réétuvées. Voir chapitre précédent et annexe.

c) *Cellule de Pyrex avec couche complète de SR-82 (Résine-Silicone, General Electric)*. La surface de Pyrex est totalement recouverte d'une couche de SR-82, réalisée par immersion de la cellule dans une solution de SR-28 diluée dans de l'acétone pro-analyse. La couche a été polymérisée sous vide à 400°C pendant 15 minutes, puis

¹⁾ Les valeurs données ici ont été corrigées afin de supprimer l'effet de la relaxation par inhomogénéité de champ dans la région de la vanne, côté cellule de mesure.

étuvée sous vide poussé à 250°C pendant 3 jours. La pression finale à température ambiante était inférieure à 10^{-8} torr, dans le système de pompage.

Le taux de relaxation relativement important est dû à la présence d'impuretés et sans doute à une diffusion du gaz He^3 sous la couche semi-poreuse.

Des essais semblables avec des couches de téflon ont donné des temps de relaxation de quelques minutes au maximum.

d) *Cellule de Pyrex possédant une vanne sphérique ou conique entre deux compartiments contenant du gaz He^3 .* Des cellules avec vanne intérieure ont été essayées afin de pouvoir isoler et remettre en contact une surface (de relaxation particulière ou de purification) avec le gaz He^3 polarisé. La figure 3 donne un croquis d'une telle cellule.

La vanne en verre rodé, de préférence sphérique, doit se trouver dans la région homogène du champ magnétique pour éviter la relaxation parasite par inhomogénéité de champ.

Après polarisation, nous pourrions diminuer l'intensité du champ magnétique jusqu'à la valeur du champ terrestre. Tout l'échantillon serait alors dans un même

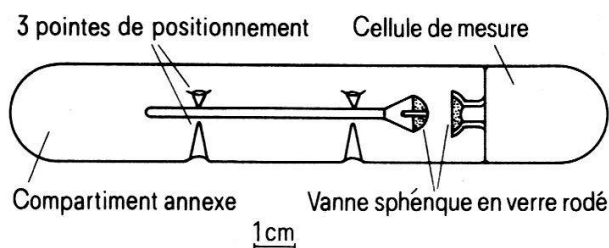


Figure 3

Croquis d'une cellule possédant une vanne intérieure.

gradient de champ qui donne un temps de relaxation parasite de 25 minutes [1]. Nous pourrions alors ouvrir la vanne pour mettre le gaz polarisé en contact avec d'autres surfaces. Malheureusement les surfaces rodées de ces vannes semblent avoir un effet de relaxation important car toutes les molécules qui diffusent entre les deux surfaces rodées distantes d'une fraction du libre parcours moyen effectuent de nombreux chocs avant de ressortir. De plus, il est très difficile de réaliser une excellente étanchéité avec le compartiment non polarisé et fortement relaxant à cause des inhomogénéités de champ. Or, un calcul simple montre qu'une surface totalement relaxante de $0,1 \text{ mm}^2$ seulement suffit pour réaliser un temps de relaxation global de l'ordre d'une seconde.

e) *Cellule de Pyrex contenant des monocristaux de LiF ou CaF_2 .* Ces monocristaux de haute pureté, achetés chez Harshaw, ont les dimensions suivantes après clivage dans l'air: $10 \times 10 \times 2$ à 4 mm .

Les cellules contenant ces cristaux ont été étuvées à 400°C sous vide poussé (10^{-7} à 10^{-8} torr) pendant une trentaine d'heures. Après remplissage de He^3 et scellement, nous avons constaté la présence d'un dégazage constant des cristaux, gaz qu'il n'a pas été possible d'éliminer sans la présence continue d'une surface active de getter (cellule avec vanne). Les temps de relaxations sont très courts, mais on ne peut pas affirmer que cette relaxation ne soit pas produite par ces impuretés. Il vaudrait mieux travailler avec des cristaux réalisés sous ultra-vide, car il n'est pas possible d'utiliser une surface active de getter dans la cellule de mesure, cette surface active étant elle-même très relaxante.

Ces cristaux avaient été choisis dans le but de mesurer l'effet de relaxation dû à des surfaces mieux définies que la verre, diamagnétiques et possédant des noyaux magnétiques dont le temps de relaxation est assez grand (10^2 à $5 \cdot 10^2$ sec). On peut en effet espérer polariser ces noyaux par ce contact avec le gaz.

f) *Cellule de verre Pyrex irradiée par rayons UV*. Puisque l'on peut créer des centres paramagnétiques par irradiation [6], il nous a semblé intéressant de faire une tentative dans cette direction. Une cellule présentant une pointe intérieure de Pyrex, de 7 cm^2 de surface (voir annexe) de faible épaisseur de paroi (0,2 à 0,3 mm), a été irradiée à l'aide d'une lampe de mercure de 150 W. Nous avons constaté l'apparition d'une relaxation supplémentaire, proportionnelle à l'intensité de la lampe Hg. Pour une irradiation maximum, le taux de relaxation supplémentaire était de l'ordre de 100% du taux de relaxation initial. Aussi pensons-nous qu'il serait intéressant de développer une telle expérience d'irradiation en la couplant à une mesure complémentaire par R.P.E. qui permettrait de déterminer de la même manière que l'a fait G. Hochstrasser la densité supplémentaire de centres créés en surface. Nous pourrions aussi vérifier si ce sont bien des centres supplémentaires qui apportent cette nouvelle relaxation et, à partir de la valeur de la densité superficielle des centres, calculer avec plus de précision la valeur de t_s .

VII. Préparation des cellules de He^3

Caractéristiques générales

Nos cellules de mesure ont les dimensions suivantes (figure 4) : Les parois sont soit en verre au borosilicate (Pyrex S. 732.01 ou Schott Duran 50), soit en verre aluminosilicate (Schott Supremax N° 8409) enfermant du gaz He^3 à une pression comprise entre 1 et 8 torr.

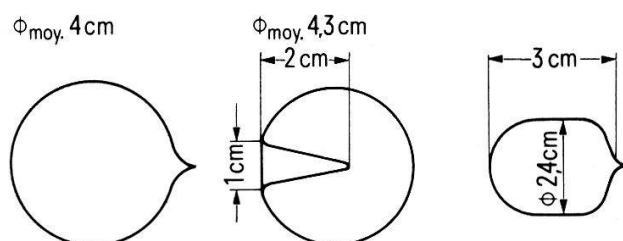


Figure 4
Quelques modèles de cellule.

silicate (Schott Supremax N° 8409) enfermant du gaz He^3 à une pression comprise entre 1 et 8 torr.

Réalisation

Les cellules, après un nettoyage au mélange chromique et un rinçage à l'acétone pro-analyse, sont montées sur un rack de pompage. Ce dernier est constitué de pompes Vac-Sorb (cryopompe) pour réaliser le vide primaire et de pompes Vac-Ion (pompes à titane) pour réaliser un vide meilleur que 10^{-8} torr. Ces pompes ont l'avantage d'éviter la présence de vapeur d'huile (figure 5).

Après étuvage, dépôt du getter et remplissage, nous la retirons de l'installation en fermant le premier queusot, laissant la cellule de mesure en contact avec le compartiment de purification (figure 6). La cellule de mesure est alors étuvée pendant une

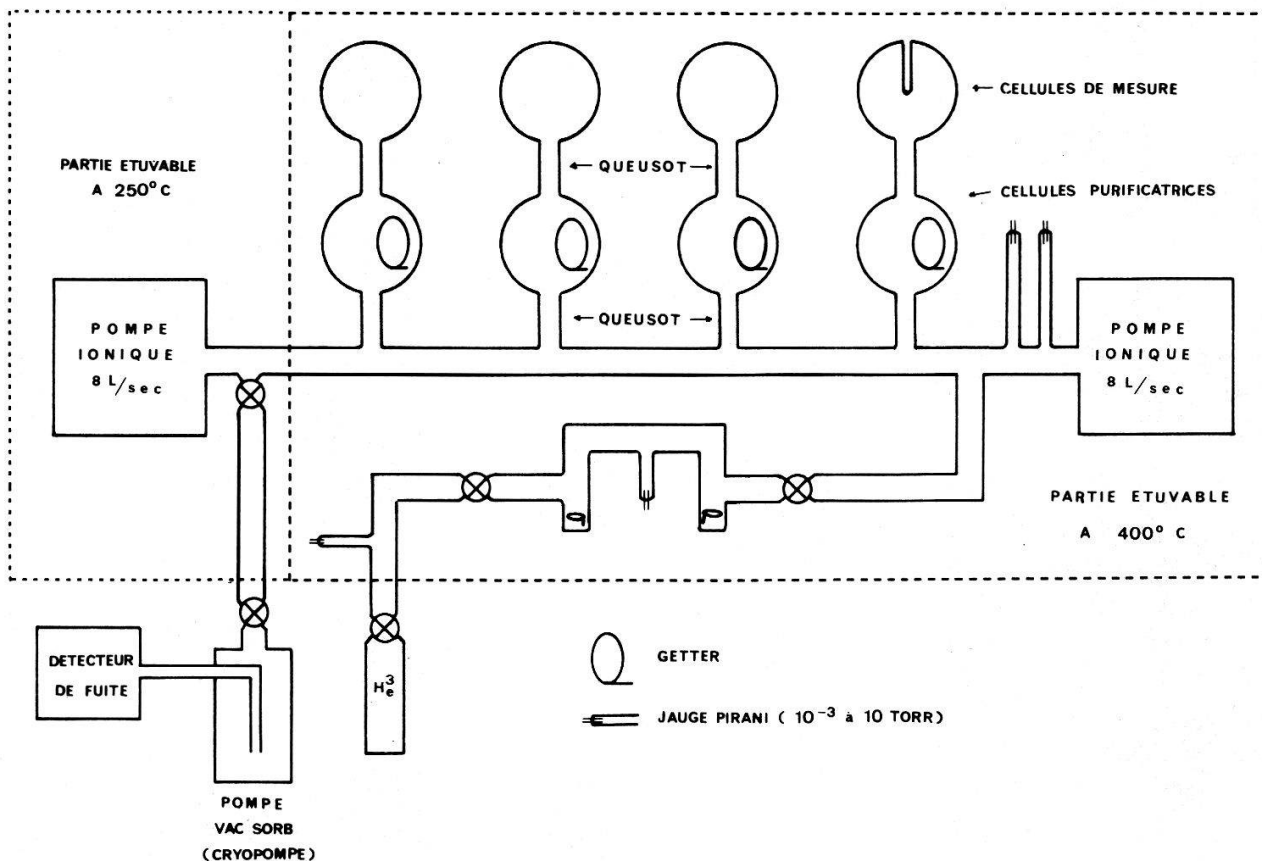


Figure 5
Système de préparation de cellule de verre à remplir avec He³.

heure à 500°C, puis soumise à une forte ionisation pendant une demi-heure afin de purifier la surface. La décharge a par contre l'inconvénient de créer des centres paramagnétiques en surface et de détériorer la structure superficielle. Aussi effectuons-nous un recuit à la flamme à une température voisine de celle du point de ramollissement du verre. Après le second queusotage, nous obtenons une cellule avec un spectre optique de haute pureté.

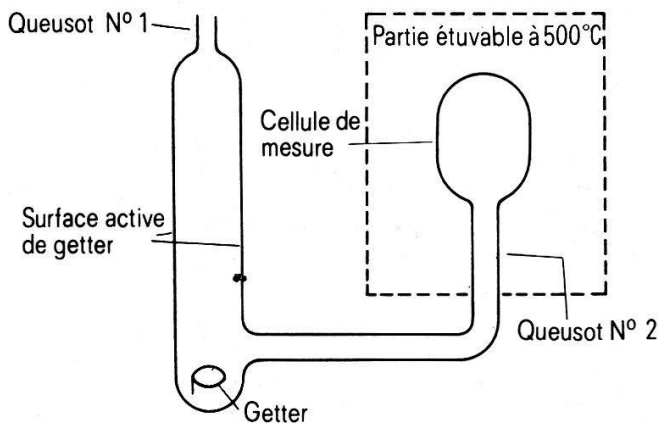


Figure 6
Cellule en préparation avec compartiment de purification.

Contrôle de la pureté du gaz de He³ dans les cellules

Pour contrôler la pureté de nos cellules, après remplissage, nous avons ionisé le gaz et étudié les raies spectrales obtenues sur un film de haute sensibilité à l'aide d'un spectographe Bausch et Lomb (réseau: 450 traits/mm, dispersion 15 Å/mm pour le premier ordre, ouverture 1/23). Un microdensitographe nous permet de déterminer les raies avec une précision de $\pm 0,6$ Å et de détecter des raies dont l'intensité est égale ou supérieure à $2 \cdot 10^{-4}$ fois celle des raies les plus intenses de He³.

Nous avons constaté que nos cellules peuvent désorber du CO₂, O₂ et H₂ lors du queusotage ou en présence d'une forte ionisation. Nos études ont montré qu'une surface de titane ou de getter de baryum 'piège' ces produits désorbés c'est-à-dire purifie le gaz He³ sans en modifier sa pression.

VIII. Conclusions

Les mesures d'approche ont montré que les différentes surfaces ont des propriétés relaxantes très différentes et que la méthode de mesure employée se prête bien à leur étude.

Il faudrait disposer de cellules en matière moins complexe et moins poreuse que le verre. Parmi les verres, les aluminosilicates semblent convenir le mieux.

Il serait utile de travailler dans un volume plus grand (par exemple 1000 cm³) et de forme allongée avec une inhomogénéité inférieure à 1 mG. Nous pourrions alors utiliser des cellules avec vanne à surface non rodée sans risque de relaxation parasite par inhomogénéité. Il serait possible d'avoir deux compartiments de volume semblable reliés par la vanne, l'un contenant la surface à étudier, l'autre servant à obtenir la polarisation optique en absence de cette surface relaxante.

La pureté est un problème difficile à résoudre avec certaines surfaces. Il semble que les impuretés relaxent surtout pendant leur propre séjour sur les surfaces. Les décharges habituellement utilisées pour nettoyer les surfaces les laissent dans un état fortement relaxant.

Une fois ces conditions expérimentales améliorées, l'étude de la relaxation en fonction du champ magnétique à différentes températures devrait être poursuivie, car elle permet de préciser la fonction de corrélation des champs subie par chaque atome et d'obtenir des informations sur la statistique des durées d'adsorption. Dans ce contexte il serait souhaitable de disposer également d'autres gaz polarisés, tel que le Néon.

Remerciements

L'auteur est heureux de pouvoir exprimer sa profonde reconnaissance à Monsieur le Professeur J. P. Borel pour l'intérêt bienveillant, et pour le soutien constant qu'il lui a toujours témoignés et pour les moyens qu'il a mis à sa disposition tout au long du travail.

Ses sincères remerciements vont également au Professeur P. Cornaz pour toutes les discussions éclairantes et les conseils précieux qu'il a constamment donnés avec tant de gentillesse.

Ce travail a pu être réalisé grâce à une aide matérielle du Fonds National Suisse de Recherche Scientifique; nous lui exprimons ici notre reconnaissance.

RÉFÉRENCES

- [1] J. G. GANIÈRE, *Helv Phys. Acta* Réf. de l'article No 169 ("Appareillage pour")
- [2] W. A. FITZSIMONS, L. L. TANKERSLEY et G. K. WALTERS, *Phys. Rev.* **129**, 156 (1969).
- [3] P. CORNAZ, *Helv. Phys. Acta* **38**, 813 et 843 (1965).
- [4] G. HOCHSTRASSER et J. P. COURVOISIER, *Helv. Phys. Acta* **39**, 189 (1966).
- [5] G. HOCHSTRASSER, P. DUFFAND et I. PEYCHÈS, *C. R. Acad. Sci., Paris* **268**, S.B. 1761 (1969).
- [6] R. A. WECKS, *Phys. Rev.* **130**, 570 (1963).
- [7] J. G. CASTLE, JR., D. W. FELDMANN, P. G. KLEMENS et R. A. WECKS, *Phys. Rev.* **130**, 577 (1963).
- [8] J. G. CASTLE, JR. et D. W. FELDMANN, *Phys. Rev.* **137**, A671 (1965).
- [9] A. ABRAJAM, *Les Principes du magnétisme nucléaire (Bibliothèque des Sciences et Techniques, 1961)*.
- [10] G. LEMEIGNAN, Thèse, Paris, Faculté des Sciences (1967).
- [11] J. B. HOBSON et R. A. AMSTRONG, *J. Phys. Chem.* **67**, 2000 (1963).
- [12] R. S. TIMSIT, J. M. DANIELS et A. D. MAY, *Can. J. Phys.* **49**, 560 (1971).
- [13] G. ARMAND et Y. LEGAY, *Journal de Mécanique. Expériences signalées dans un rapport interne de l'Institut Battelle*.
- [14] P. BLEY et P. TUROWSKI, *Zeitschrift für Physik* **24B**, 2. Heft (1968).
- [15] J. G. GANIÈRE, Thèse, Ecole Polytechnique Fédérale Lausanne (1970).