Zeitschrift: Archives des sciences [1948-1980]
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 9 (1956)
Heft: 4

Artikel: Spectrographie hertzien à haute résolution et relaxation nucléaire
Autor: Manus, Claude
Kapitel: I: Aperçu historique : sur les différemts spectroscopes de R.M.N.
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-738983

Nutzungsbedingungen
Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation
L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use
The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 11.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

SPECTROGRAPHE HERZTIEN A HAUTE RÉSOLUTION ET RELAXATION NUCLÉAIRE

PAR

Claude MANUS

Ingénieur diplômé E.P.U.L.

CHAPITRE PREMIER

APERÇU HISTORIQUE SUR LES DIFFÉRENTS SPECTROSCOPES DE R.M.N.

Introduction.

Nombreuses sont les publications qui présentent un état des théories de base de la résonance magnétique nucléaire. Si les théories de Rabi, Bloch, Bloembergen, etc., désormais classiques, ont été citées et reprises d'une façon détaillée dans maintes publications, dans certains livres et nombre de thèses, en revanche, les spectrographes hertziens n'ont pas connu la même fortune. Il est peu de publications qui brossent un tableau complet de l'évolution si rapide de la technique instrumentale dans ce domaine. Aussi avons-nous choisi comme avant-propos à ce travail de décrire brièvement les caractéristiques des principaux appareils utilisés depuis 1946. Nous nous sommes efforcés de mettre en valeur leurs possibilités et de définir leurs limites. Nous n'avons pas mentionné les dispositifs à échos de spin, qui méritent d'être traités à part.

Spectroscope de F. Bloch [1].

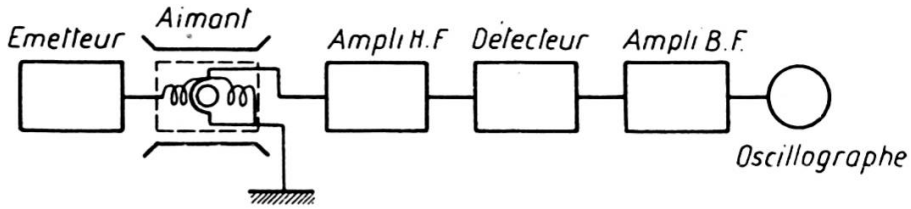


Fig. 1 Spectroscope de F. Bloch

F. Bloch, en 1946, réalise un premier dispositif dans lequel la partie émission et réception sont séparées l'une de l'autre. Le niveau de H.F. est produit par deux bobines en série. La réception se fait dans une troisième bobine à angle droit.

Le champ de balayage $H_s \sin \omega_s t$ (fig. 2) produit une répétition du signal à la fréquence: f_s. L'information se traduit par une fonction périodique du temps qui peut être détectée et amplifiée par les méthodes classiques.

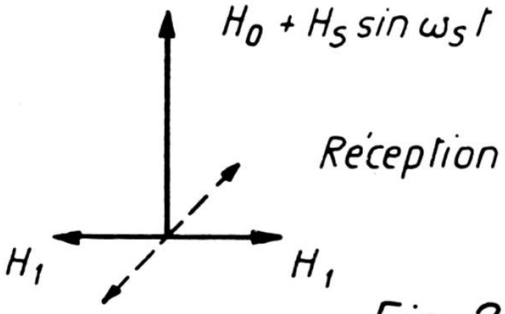
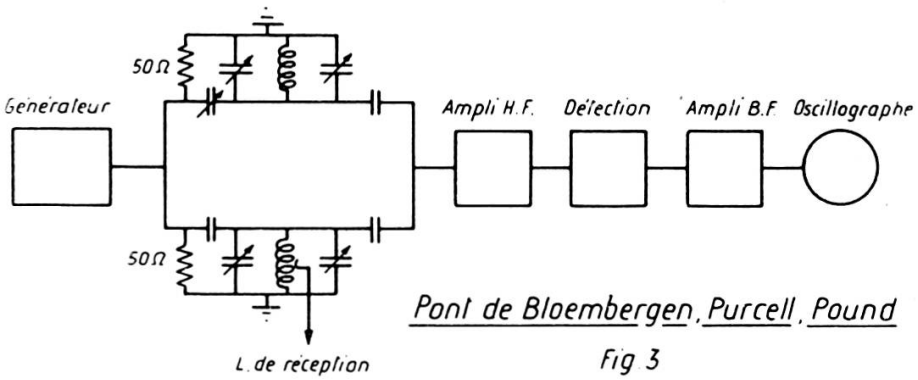


Fig. 2

Il est à noter que la profondeur de modulation associée à l'amplitude du signal est extrêmement faible dans la plupart des spectroscopes hertziens. En effet, le signal est souvent de l'ordre de quelques μ volts, parfois quelques dizaines de μ volts. Le champ de fuite dû à H_1 dans la bobine de réception produit une f.é.m. de l'ordre de quelques dizaines de millivolts et plus. La profondeur de modulation est donc environ de 10^{-3}. Elle est parfois très inférieure à cette valeur.

Spectroscope de Bloembergen, Purcell et Pound [2].

L'émission et la réception se font dans la même bobine. Le générateur de H.F. alimente un pont du type suivant (fig. 3):



Pont de Bloembergen, Purcell, Pound

Fig 3

Le pont de B.P.P. peut se ramener au schéma simplifié de la figure 4.

Si R_0 est la résistance en parallèle du circuit oscillant, l'admittance:

$$A_0 = \frac{1}{R_0} + j\left(\omega C_0 - \frac{1}{\omega L_0}\right) \cdot \qquad \text{(I-1)}$$

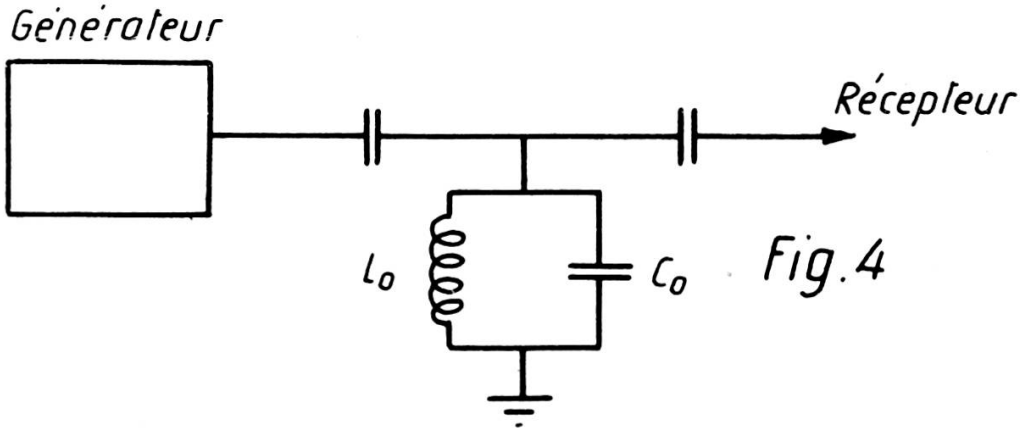


Fig. 4

Schéma simplifié du pont de B.P.P.

A la résonance la self devient:

$$L = L_0 (1 + 4\pi\varkappa) \qquad \text{(I-2)}$$

avec

$$\varkappa = \varkappa' - j\varkappa'' \,. \qquad \text{(I-3)}$$

L'admittance à la résonance est:

$$A_1 = \frac{1}{R_0} + j\left[\omega C_0 - \frac{1}{\omega L_0 (1 + 4\pi\varkappa)}\right] = \frac{1}{R_0} + j\frac{4\pi\varkappa}{\omega L_0} \cdot \qquad \text{(I-4)}$$

(I-4) est valable pour

$$\omega^2 L_0 C_0 = 1 \,. \qquad \text{(I-5)}$$

Soit $V_0 = \frac{i_0}{A_0}$, la tension aux bornes du circuit oscillant en dehors de la résonance.

Soit $V_1 = \frac{i_0}{A_1}$, la tension aux bornes du circuit oscillant à la résonance.

On en déduit:

$$V_1 = V_0 (1 - j4\pi\varkappa Q) \quad \text{où} \quad Q = R_0/\omega L_0 . \tag{I-6}$$

Soit

$$\Delta V = V_1 - V_0 = - j4\pi Q V_0 . \tag{I-7}$$

D'où:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = - 4 \pi Q (\varkappa'' + j \varkappa') . \tag{I-8}$$

Soit αV_0 = tension à la sortie du pont.

Nous aurons donc la tension:

$$V_0 (- 4\pi Q\varkappa'' - j4\pi Q\varkappa' + \alpha) .$$

Si α est réel, c'est $\varkappa'$ qui est mesuré.

Si α est imaginaire, c'est $\varkappa''$ qui apparaît.

Utilisation du pont de Tuttle [3].

Il semble que le pont de Tuttle (fig. 5) soit d'un emploi aussi intéressant que le pont précédent. Il a été utilisé par Soutif [4].

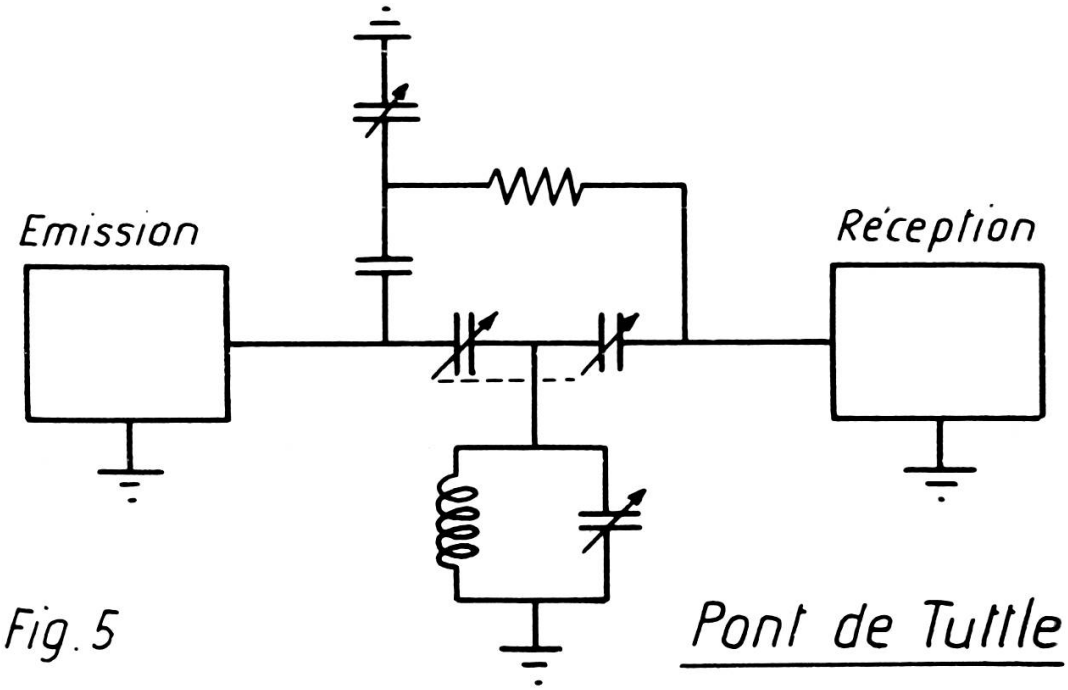


Fig. 5 Pont de Tuttle

La condition d'équilibre de tout pont est réalisée lorsque deux relations indépendantes sont satisfaites. En réglant le pont de sorte qu'une des deux conditions soit remplie, on peut obtenir soit la courbe d'absorption, soit la courbe de dispersion.

Spectroscopes de Roberts [5].

Roberts, en 1947, proposa deux méthodes nouvelles pour la détection de la résonance nucléaire:

1. *Utilisation d'un récepteur à super-réaction.*

Nous indiquerons très sommairement le principe. On sait que le récepteur à superréaction est un générateur d'ondes sinusoïdales entretenues et périodiquement interrompues par une fréquence de faible valeur par rapport à la fréquence d'oscillation.

Supposons que la fréquence d'oscillation soit précisément la fréquence de Larmoor. L'apparition de la résonance a pour effet de modifier l'amplitude de chaque train d'onde. En utilisant à nouveau le principe de modulation du champ magnétique indiqué plus haut, nous aurons à la sortie de la détection un phénomène périodique qui pourra servir d'indicateur de présence de résonance. Il n'est pas question de se servir d'un récepteur à superréaction pour l'étude de la forme des raies, en raison de la très grande complexité de la « réponse » au signal de résonance. En revanche, sa sensibilité est très bonne.

Il est particulièrement indiqué pour la mesure des rapports gyromagnétiques. En effet, Zimmermann [6] et Chambers [7] mesurèrent en 1949 un grand nombre de rapports gyromagnétiques avec un appareil basé sur le principe de la super-réaction.

2. *Autodyne.*

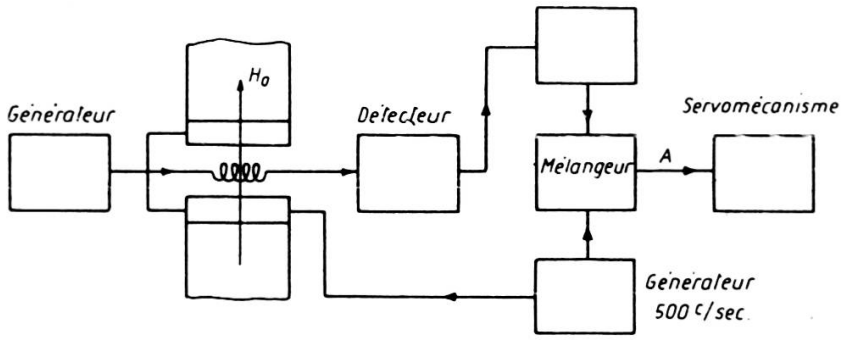
Cette méthode est plus intéressante que la première. Il s'agit d'un oscillateur réglé à sa limite d'entretien (niveau des oscillations de très faible amplitude). Le passage à la résonance apporte là aussi une perturbation qui modifie l'amplitude et la fréquence des oscillations. Si la détection se fait sur l'ampli-

tude, on fait apparaître la courbe d'absorption; si au contraire, il s'agit d'une détection de phase, c'est la courbe de dispersion qui apparaît. Il est fait usage généralement d'oscillateurs à résistance négative. Signalons que ces deux types de détecteurs à super-réaction et autodyne n'ont pas la sensibilité du montage de Bloch ou de Purcell. En revanche, l'autodyne semble particulièrement bien adaptée à la stabilisation protonique des champs magnétiques, ainsi qu'à la construction de spectroscopes hertziens destinés à la métrologie des champs. Zimmermann [8], en 1948, proposait une version modifiée de l'autodyne de Roberts.

Dès 1948, Packard [9] proposait un régulateur de champ magnétique basé sur la résonance du proton; nous en donnerons brièvement quelques caractéristiques.

Stabilisateur protonique de Packard.

C'est le montage type « Bloch » qui a été utilisé; le signal est balayé à faible amplitude (plus petite que la largeur de raie), à 500 c/sec.



Stabilisateur protonique de Packard Fig. 6

A la sortie du « lock-in », c'est la dérivée de la courbe d'absorption qui apparaît (fig. 7).

A la résonance, nous sommes au point O, la tension est nulle, si le courant est soumis à une dérive, une tension > 0 ou < 0 apparaît en A (selon le signe de la dérive). Cette tension est employée comme tension d'erreur et attaque un servomécanisme à contre-réaction, qui produit un courant de

compensation dans une bobine annexe, montée sur l'électro-aimant. La stabilisation est d'autant meilleure que la raie est étroite.

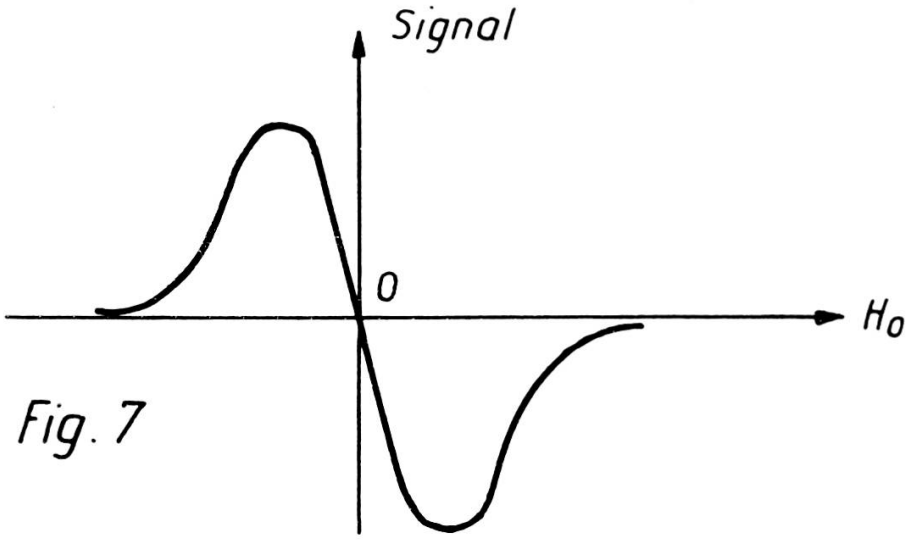


Fig. 7

Packard est arrivé à un facteur de stabilisation de 25'000, correspondant à 0,02 gauss de dérive pour 10% de variation de secteur.

Spectroscope de Hopkins [10].

Hopkins, en 1949, propose un mesureur de champ magnétique. Il couvre la bande 3 Kgauss à 19 Kgauss. Précision $\pm$ 2 $^0/_{00}$. Il s'agit d'un appareil basé sur le montage autodyne. Cet appareil se recommande par sa simplicité. Il est à noter qu'il serait possible de construire un mesureur de champ ayant une précision plus considérable, de l'ordre de quelques 10^{-4}. Les circuits évidemment seraient plus complexes et l'appareil plus encombrant.

Projet d'un mesureur de champ magnétique à 5 10^{-4}
entre 500 gauss et 20 Kgauss.

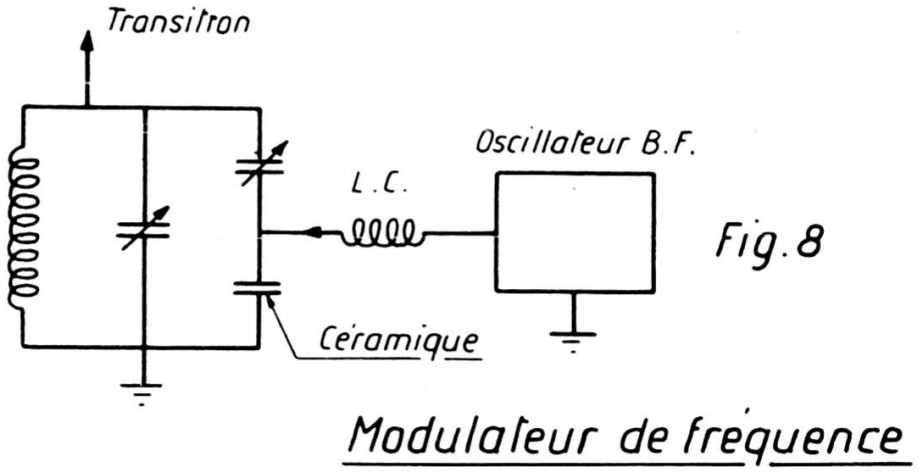
Rappelons que le rapport gyromagnétique du proton déterminé avec la plus haute précision par Thomas et al. [11] est connu à $\pm$ 6 10^{-5}.

$$\gamma = (2{,}67523 \pm 0{,}00006)\ 10^4 .$$

Un des points essentiels serait de mettre au point un oscillateur à fréquence variable comprise entre 2 Mc/sec et 80 Mc/sec dont la stabilité soit supérieure à 10^{-4}. Nous avons construit un oscillateur du type transitron présentant de telles performances dans une bande de fréquences un peu différente (voir p. 385). Sa stabilité est de 10^{-5} au cours d'un heure. Son alimentation doit être soigneusement stabilisée, le circuit oscillant générateur de H.F. est calorifugé. L'étalonnage en fréquence se ferait par les méthodes habituelles.

La détection de la résonance pourrait s'effectuer par la méthode de Purcell. Reste le problème du balayage. Nous proposons la même solution que nous avions exposée au Colloque Ampère 1954 [12] et qui a été développée dans [13].

La modulation du champ magnétique nécessite une paire de bobines de balayage et augmente notablement les dimensions de la tête de mesure. Elle est remplacée par une modulation de fréquence. Cette modulation de fréquence peut se faire très simplement au moyen d'une céramique ferro-électrique $Ba(TiO)_3$ [14], montée sur le circuit oscillant du transitron. Ce montage a l'avantage de la simplicité; son fonctionnement a prouvé ses qualités (fig. 8).



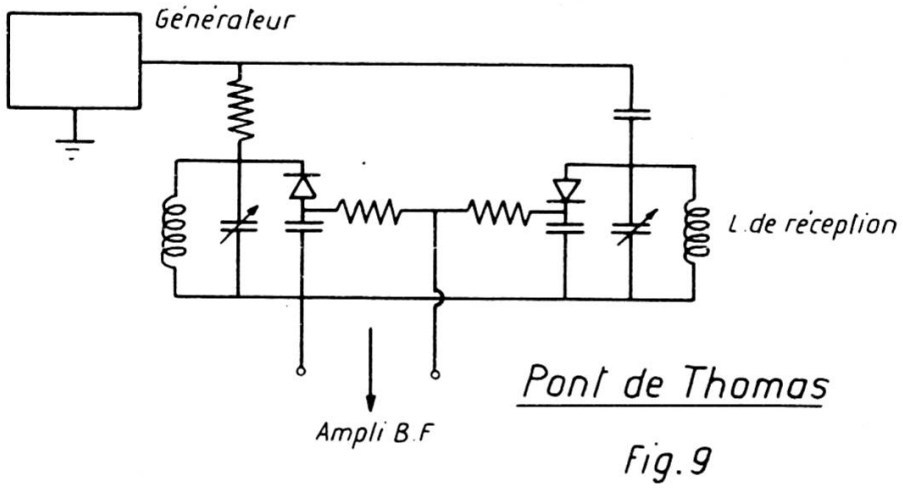
Spectroscope de Thomas [15].

Thomas a proposé un pont simplifié, plus simple à ajuster que le pont de Purcell, et qui a l'avantage d'être extrêmement

peu microphonique (fig. 9). Il permet de mettre en évidence $(u^2 + v^2)^{1/2}$.

L'auteur signale que le rapport signal/bruit du dispositif est peu élevé par le fait qu'il est impossible d'introduire un amplificateur H.F. dans le circuit après la bobine de réception. En d'autres termes, le flicker-effect du premier étage d'amplification B.F. est responsable du bruit élevé de l'installation.

Ce montage convient pour des mesures de champ ou des stabilisateurs protoniques; il est contre-indiqué pour l'étude des raies larges, où une grande sensibilité est requise.



Spectrographe de Pound et Knight [16].

Il se distingue par le grand nombre d'observations de types différents qu'il permet. Pound et Knight ont fait usage de la méthode autodyne, avec oscillateur à résistance négative. La caractéristique principale de cet appareil est que le condensateur variable du circuit générateur de haute fréquence est commandé par un moteur synchrone puissamment démultiplié. Ce perfectionnement permet la recherche de raies correspondant à des rapports gyromagnétiques inconnus par enregistrement direct. L'exploration est prévue à une vitesse de balayage suffisamment lente pour que les raies, même très fines, aient le temps d'être enregistrées. La bande 6-12 Mc/sec est couverte en quatre jours dans les cas qui nécessitent une très faible vitesse de balayage.

Il permet des observations dans un domaine de $T_1 T_2$ compris entre 10^{-3} et 10^{-6} sec^2.

La sensibilité de ce dispositif est voisine de celle qui caractérise les dispositifs de Bloch et de Purcell. L'appareil est particulièrement bien adapté pour la recherche des résonances dans les cristaux, un peu moins pour l'étude des raies très fines. A noter que le balayage est effectué à des fréquences comprises entre 280 c/sec et 1400 c/sec. Or les « fréquences latérales » sont dans ce cas très gênantes. Remarquons que le détecteur autodyne voit ici une de ses faiblesses très clairement soulignée. En effet ce montage, asymétrique de nature, se prête mal à l'amplification sur la composante haute fréquence. Ceci a pour conséquence d'obliger les auteurs à choisir une fréquence élevée de balayage pour obtenir un flicker-effect plus faible et, comme nous le faisions remarquer, à renoncer à l'observation des raies fines. Cet appareil a l'avantage entre autres de n'être sensible qu'à la courbe d'absorption du signal. L'appareil fonctionne sur batteries. Les auteurs ont proposé par la suite une version améliorée de leur spectroscope [17].

Spectroscope de Brown [18] *et* [19].

Il fonctionne entre 6 gauss et 12 gauss. La détection se fait par un pont de Wheatstone muni de deux circuits oscillants. Une des selfs contient l'échantillon.

Spectromètre de Proctor [20].

Il est basé sur la méthode de détection de Bloch. Il fonctionne à champ constant. Les capacités d'accord du circuit d'émission et de réception sont commandées par un moteur, ce qui assure une variation continue de la fréquence de résonance. Un principe de réinjection permet de séparer u et v. Cet appareil a servi à la détermination d'un certain nombre de rapports gyromagnétiques.

Spectromètres de M. F. Packard et Y. T. Arnold [21].

Résolution élevée grâce à un réglage mécanique des pièces polaires. (1 mgauss de largeur de raie.)

Le transitron de Knoebel et Hahn [22]

Il s'agit d'un transitron (oscillateur à résistance négative) modulé en fréquence par un condensateur vibrant mécaniquement. Il a été spécialement étudié pour la métrologie des champs. Son réglage est aisé. Une difficulté cependant; la modulation de fréquence s'accompagne d'une modulation d'amplitude, à la fréquence même de l'observation, qui est indiscutablement gênante. Cet effet ne peut être supprimé. Il est dans la nature même de l'oscillateur à résistance négative. Il convient de le réduire par l'injection d'une tension d'amplitude et de phase telles que l'effet soit diminué sur l'oscillographe. Sa caractéristique n'étant pas linéaire, ce n'est pas exactement la courbe d'absorption qui est observée. Il est particulièrement indiqué pour la métrologie et la stabilisation protonique. Ce dispositif a été repris par certains expérimentateurs pour l'étude de la résonance quadripolaire.

Pont en T de Waring, Spencer, Euster [23].

Les auteurs donnent peu de renseignements sur les performances obtenues avec ce pont. Nous nous contentons de signaler son existence.

Spectroscope de Guttowsky, Meyer, Mac Clure [24]
(haute résolution).

Les auteurs ont utilisé le pont de Bloembergen, Purcell et Pound. Sa particularité est la suivante: le balayage se fait à des fréquences comprises entre 0,4 c/sec et 2 c/sec, avec observation directe sur oscillographe à trace persistante. Ce dispositif a permis de séparer les trois raies principales de l'alcool éthylique. Les auteurs présentent un deuxième dispositif du type autodyne inspiré du montage de Hopkins; il s'agit d'un oscillateur du type Colpitt fonctionnant avec lock-in. Les auteurs utilisèrent également un superrégénérateur pour les observations de corps à faible T_1. Sa résolution, de l'ordre du milligauss, est obtenue par un aimant permanent spécialement usiné.

Spectroscope de Guidsberg et Beers [25].

Il s'agit d'un autodyne du type « grounded-plate Hartley ». Ce qui a été déjà dit sur les autodynes reste valable pour cet appareil.

Spectrographe de Malling (Varian) [26].

Cet appareil, basé sur le montage de Bloch, fonctionne sur L.I. (lock-in). Sa sensibilité est remarquable, le niveau de bruit de fond ramené à l'entrée correspond à quelque 10^{-8} volt. Pour une raison bien compréhensible, l'auteur ne donne aucun renseignement précis sur les particularités de ce spectrographe. Comme test de sensibilité, l'auteur annonce l'observation de la résonance sur l'oxygène 17 dissout dans l'eau, ainsi que la résonance sur le deutérium contenu dans l'eau (en proportion de $2\ 10)^{-4}$.

Spectromètre de H.F. Weaver [27].

Il s'agit d'une version modifiée du spectromètre de Proctor. La sensibilité est augmentée par une amplification plus importante en H.F. Il se prête bien à l'exploration des raies larges par le fait qu'il peut produire un champ haute fréquence dont la valeur dépasse 1 gauss.

Appareil de Beljers [28].

Il s'agit d'un autodyne destiné à la mesure des champs magnétiques entre 1,6 et 8,2 Kgauss.

Spectroscope de Chiarotti, Cristiani, Giulotto, Lanzi [29].

Il est spécialement étudié pour la mesure des longs temps de relaxation (compris entre 10^{-2} sec et 20 sec). Il s'agit du montage de Bloch pourvu d'un dispositif de compensation électronique permettant de réduire le champ H.F. de fuite dans la bobine de réception. Ceci permet une grosse amplification en H.F. Les signaux sont observés directement sur oscillographe à trace lente, la période de balayage peut descendre jusqu'à

20 sec, grâce à un générateur de B.F. d'un type mécanique. L'amplificateur B.F. est évidemment du type amplificateur à courant continu. C'est le dispositif, à notre connaissance, qui permette de mesurer avec la plus grande précision les temps de relaxation T_1 compris dans la bande 10^{-2} sec à 20 sec.

Spectroscope de Gabillard [30].

Il s'agit d'un oscillateur à résistance négative reposant sur le montage de « Clapp ». Cet appareil est particulièrement bien adapté aux mesures cyrogéniques.

Spectromètre de Manus, Béné, Extermann, Mercier [31].

Ce spectroscope couvre une gamme de champ magnétique encore jamais explorée de 0,5 gauss à 3 gauss. La grande sensibilité du spectroscope (type Bloch) a permis d'observer des résonances à 2,3 Kc/sec présentant un rapport S/B (signal sur bruit) de 10. Sa résolution est de 1 mgauss, elle est fixée par la distortion du champ magnétique terrestre produite par les fers des murs. Une plus haute résolution est actuellement à l'étude.