

Résonance magnétique nucléaire dans les champs très faible. I., Un spectroscope hertzien pour l'observation de la résonance entre 15 et 2 kc/s

Autor(en): **Manus, Claude / Béné, Georges / Extermann, Richard**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Helvetica Physica Acta**

Band (Jahr): **28 (1955)**

Heft VII

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-112626>

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.

Résonance magnétique nucléaire dans les champs très faibles.

I. Un spectroscope hertzien pour l'observation de la résonance entre 15 et 2 kc/s.

par Claude Manus, Georges Béné, Richard Extermann et Robert Mercier.

Institut de Physique, Université de Genève.

(12 VIII 1955.)

Résumé. Les différents éléments sont décrits en détail et plus particulièrement la tête de résonance, organe principal du dispositif. Le rapport signal sur bruit de l'installation complète est calculé et comparé aux valeurs expérimentales.

L'étude de la résonance magnétique nucléaire dans des champs extérieurs de faible intensité a fait l'objet d'un nombre très limité d'investigations.

Nous citerons les travaux, désormais classiques, de BROWN¹⁾ où le champ magnétique de résonance des protons ne semble pas être descendu au-dessous de 6 Gauss, les travaux non publiés de LÖSCHE²⁾ et de ses collaborateurs où un rapport signal/bruit de 10 a été observé pour la résonance des protons à 3 Gauss, et enfin la belle expérience de PACKARD et VARIAN³⁾ où la précession libre des protons dans le champ magnétique terrestre a été observée après polarisation du système des spins dans un champ élevé.

Nous avons entrepris cette étude et, après deux dispositifs de transition couvrant les bandes 70–12 Gauss⁴⁾, puis 10–2 Gauss⁵⁾ pour la résonance des protons, nous présentons un dispositif nouveau qui nous a permis d'observer déjà dans d'excellentes conditions la résonance magnétique nucléaire des protons dans des champs extérieurs allant de 3 à 0,5 Gauss, cette valeur (0,5 g) correspondant à une valeur moyenne du champ magnétique terrestre.

Description du spectroscopie.

L'installation a été conçue de façon à permettre l'observation de la résonance à la fréquence minimum d'exploration du spectroscopie (2 kc/s) avec un rapport signal/bruit de l'ordre de 10. La figure 1 donne le schéma général de l'installation.

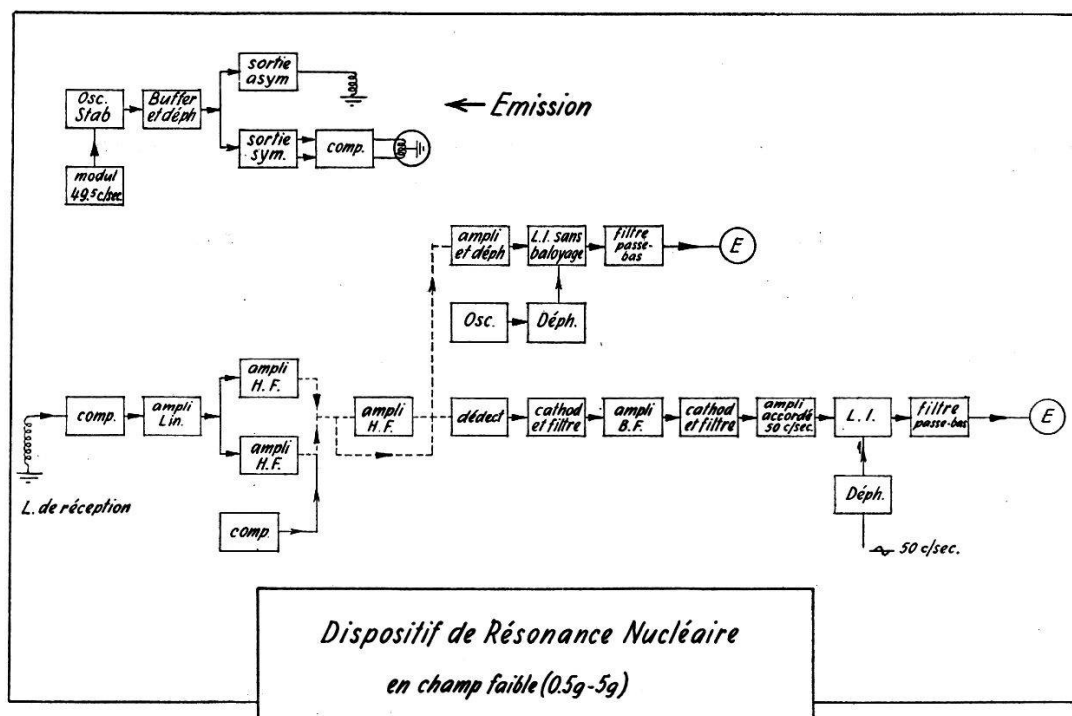


Fig. 1.

Comme on le voit, la partie réception a été agencée de telle sorte qu'il soit possible de combiner à volonté des étages à résistance, à circuit accordé ou des étages d'amplification à basse fréquence selon les exigences de l'observation. Cette grande souplesse de fonctionnement s'est révélée particulièrement utile lors de nos premiers essais.

Nous passerons en revue successivement les divers éléments du spectroscopie.

Tête de résonance.

Elle est du type « Bloch » à deux bobines. Les bobines d'émission ont un diamètre de 35 cm et une longueur de bobinage de 2,8 cm. Il y a 85 spires par bobine réparties en 6 couches. La self inductance totale d'émission est de 13 mHy. Les caractéristiques de ces bobines ont été étudiées de telle sorte que le champ nécessaire pour exciter la résonance des noyaux, même lorsque les temps de relaxation sont courts, soit produit par une tension ne dépassant pas quelques volts. Des conditions d'homogénéité du champ HF dans le volume de réception ont également prévalu pour le choix du diamètre. La

bobine de réception a fait l'objet d'une étude systématique portant sur le diamètre de la bobine et celui du fil, le nombre de spires, le nombre de couches et la longueur de la bobine. Le fil de Litz utilisé a été spécialement réalisé pour ce montage. La bobine a 15 cm de diamètre sur 17 cm de longueur environ. Sa self inductance est de 20 mHy. Ces dimensions nous ont permis d'obtenir un facteur de qualité variant de 230 à 80 entre 10 et 2,4 kc/s. Les échantillons étudiés sont contenus dans des récipients de 2 litres: l'introduction de produits contenant de fortes concentrations de sels paramagnétiques n'a pratiquement pas d'influence sur la sélectivité du circuit de réception. Nous avons vérifié également que l'épaisseur du bobinage de réception n'introduisait pas d'effets d'inhomogénéité ou d'écran nuisibles à l'observation des signaux. La figure 2 de la tête de résonance montre certains détails mécaniques d'exécution:

a) Réglage de la position des bobines d'émission par rapport à la bobine de réception de façon à réduire les couplages par induction mutuelle.

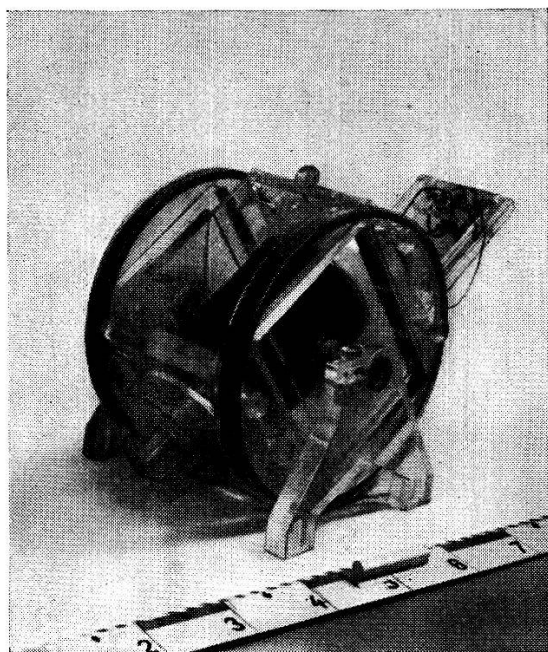


Fig. 2.

b) Centrage de la bobine de réception et possibilité de faire pivoter toute la tête autour de l'axe des bobines d'émission, afin de pouvoir rendre perpendiculaires son axe et le champ magnétique.

c) Piston réglable maintenant l'échantillon en une position déterminée à l'intérieur de la bobine de réception.

d) Potence de distribution des fils commandant l'émission et la réception HF.

Emission.

Elle est produite par un oscillateur à fréquence variable du type RC réalisé de façon à délivrer une oscillation particulièrement stable en amplitude et en fréquence. Il comporte une sortie symétrique qui permet d'actionner un compensateur électronique fonctionnant sur un principe de réinjection. Ce compensateur a pour but de diminuer encore le couplage résiduel après réglage de la compensation mécanique. Le réglage mécanique permet d'obtenir un facteur de compensation de 2 à $3 \cdot 10^3$ (rapport entre la tension d'émission et la tension de réception). La compensation électronique permet d'obtenir dans les cas les plus favorables une valeur globale de 10^6 . On a, dans ce dernier cas, évité tout fluage mécanique de la tête de mesure, cause possible de dérive, par l'emploi de plexiglas.

Réception.

Les circuits d'émission et de réception sont accordés à l'aide de condensateurs au polystyrène. Le circuit oscillant de réception est relié à un premier amplificateur linéaire à faible niveau de bruit d'entrée, qui fonctionne en étage isolé, découpleur d'autooscillations. Cet amplificateur attaque un second étage accordé sur la fréquence de réception: sa sélectivité est supérieure à 100 sur toute la bande de réception ($Q = 250$ à 12 kc/s). A titre d'exemple, nous indiquerons que la bande passante de sortie est de l'ordre de 20 cycles/s à 2,4 kc/s. Un 3^e étage peut être ajouté, si les conditions d'observations l'exigent. La sortie peut se faire: a) soit sur un lock-in classique; b) soit sur un lock-in sans balayage d'un principe analogue à celui de BAKER⁶). Nous avons noté ailleurs⁷) que les lock-in classiques appliqués à la détection de la résonance aux basses fréquences présentaient une particularité très intéressante: le spectre de bruit à la sortie de la détection présente une région de faible intensité précisément dans la zone de la fréquence de balayage, à condition que la bande passante des circuits accordés sur la HF soit suffisamment étroite. Cette circonstance exceptionnelle a grandement facilité nos premières observations. Nous y reviendrons dans le paragraphe traitant du rapport signal/bruit.

Remarquons qu'il est nécessaire d'introduire des filtres très efficaces entre la détection et le lock-in, car la fréquence porteuse et sa modulation sont relativement voisines. Nous avons ajouté encore avant l'entrée du lock-in un amplificateur accordé sur la fréquence

de balayage de façon à ne pas saturer le lock-in par le bruit des étages préamplificateurs. La fréquence de balayage est réglable d'une façon continue de 18 à 200 cycles/s ce qui permet d'étudier systématiquement les effets du balayage sur les résonances⁸).

Champ magnétique.

Pour la résonance des protons entre 4 et 0,5 Gauss, le champ magnétique qui vient s'ajouter au champ terrestre est produit par une paire de bobines d'Helmholtz de 1 m 20 de diamètre, dont l'axe est orienté dans la direction du champ terrestre. Le balayage alternatif se fait dans une deuxième paire de bobines d'Helmholtz de 80 cm de diamètre: l'ensemble des 4 bobines est calculé de façon à produire au centre du système et dans un volume de 2 litres un champ dont l'inhomogénéité soit inférieure au milligauss. La position de la tête de mesure a été choisie en une région où l'inhomogénéité

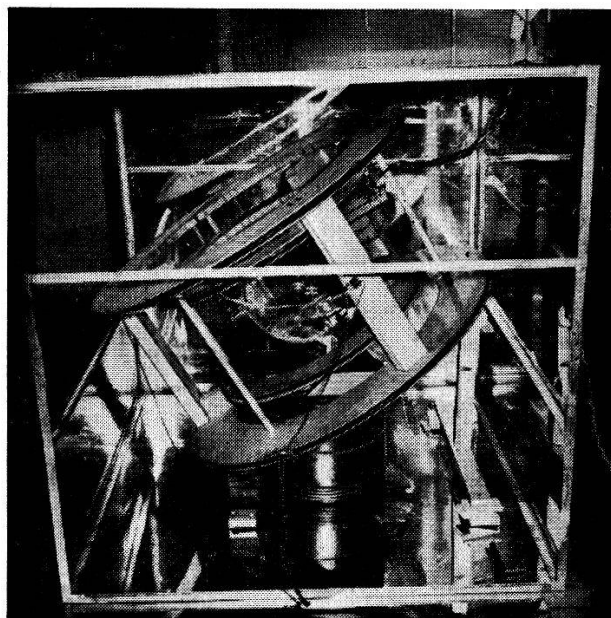


Fig. 3.

due au champ terrestre sur le volume indiqué, et qui a pour origine les matériaux ferro-magnétiques entrant dans la construction du bâtiment ne dépasse pas 1,5 milligauss. Cette étude a été conduite d'abord au magnétomètre.

Lorsque les expériences sont faites de jour, il apparaît une composante du champ magnétique, variable dans le temps (parasites industriels) et de valeur 3 à 5 milligauss. Nous avons observé de nuit des courbes de résonance atteignant la largeur de 1,5 milligauss lorsque la largeur naturelle des raies était inférieure à cette valeur.

Nous noterons pour finir qu'une des principales difficultés rencontrées a été la nécessité de supprimer les phénomènes de micro-couplage entre la bobine de réception et les amplificateurs de haute fréquence. Ceci a été rendu possible grâce à la présence d'un étage tampon et surtout d'un blindage en aluminium enfermant la tête de résonance et les bobines de polarisation: il s'agit d'un cube de 1,50 m de côté. Par ailleurs les effets microphoniques ont été supprimés par des systèmes amortisseurs (fig. 3).

Résultats.

A la fréquence de 12 kc/s le rapport signal/bruit de la résonance des protons de l'eau est supérieur à 100. A 2000 c/s ce rapport signal/bruit est égal à 8. Les valeurs théoriques, sur la base desquelles le dispositif a été dimensionné sont en excellent accord avec les valeurs mesurées*).

Calcul du rapport signal sur bruit.

On sait que le signal est donné par l'expression (9):

$$e_{\text{volt}} = \mu_0 (\chi \cdot H) n_r \cdot S_r \cdot w \cdot Q_r \quad (1)$$

avec

$$\chi_{\text{nucl}} = \frac{j+1}{3j} \frac{n \cdot m^2}{kT} \quad (\text{susceptibilité nucléaire})$$

dans laquelle n_r et S_r sont le nombre de spires et la section de la bobine de réception; Q_r est son facteur de qualité.

D'autre part l'inhomogénéité du champ magnétique qui produit la résonance entraîne un élargissement de la raie observée en même temps qu'une diminution de son amplitude.

Si $M_0 = (X \cdot H)$ BLOCH a montré que

$$v_{\text{max}} = \frac{1}{2} \left(\frac{T_2}{T_1} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot M_0$$

(v = courbe d'absorption).

Dans cette expression

$$\frac{1}{T_2} = \frac{1}{T_{2n}} + \frac{1}{T_2^*}$$

où T_{2n} = temps de relaxation naturel,

T_2^* = temps de relaxation associé à l'inhomogénéité.

*) Les auteurs remercient Monsieur BERNARD CAGNAC, stagiaire du Laboratoire de Physique de l'Ecole Normale Supérieure (Paris), qui a effectué les mesures correspondant à la bande 0,9-0,5 Gauss.

Par remplacement il vient :

$$v_{\max} = \frac{1}{2} \left(\frac{T_{2n} T_2^*}{(T_2^* + T_{2n}) T_1} \right)^{\frac{1}{2}} M_0.$$

Dans les premières expériences, les échantillons étaient soumis à un gradient de 1,5 mgs, correspondant à $T_2^* = 0,05$ s.

Dans le cas où $T_1 = T_{2n} = 2,3$ s (H_2O)

$$2 V_{\max} \cong \left(\frac{T_2^*}{T_1} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot M_0 \cong \frac{1}{7} M_0.$$

L'expression (1) devient dans le cas général

$$e_v = \mu_0 (X \cdot H) n_r \cdot S_r \cdot w \cdot Q_r \cdot \frac{1}{2} \left[\frac{T_2^* \cdot T_{2n}}{T_1 (T_2^* + T_{2n})} \right]^{\frac{1}{2}} = S \text{ (Signal).}$$

Calcul du bruit d'agitation thermique.

a) Bruit de l'émission :

Si R_e = résistance de bruit à l'entrée de la lampe alimentant le circuit oscillant d'émission,

A_e = amplification de la même lampe, le bruit émis par la bobine d'émission induit une force électromotrice dans la bobine de réception de valeur :

$$\sqrt{e^2} = [4 K \cdot T R_e \Delta f_r]^{\frac{1}{2}} A_e \cdot (\alpha_e \cdot \alpha_m)$$

où Δf_r = bande passante équivalente du circuit oscillant de réception = $(\pi/2) \cdot B$ (c/s).

$\alpha_e \alpha_m$ = atténuation due aux effets conjugués du compensateur électronique et mécanique ($\alpha_e \alpha_m < 1$).

D'autre part le circuit oscillant de réception a un bruit de fond propre qui est $[4 K T \cdot (Q_r w L_r) \Delta f_r]^{\frac{1}{2}}$.

Q_r et L_r sont respectivement le facteur de qualité et la self inductance du circuit de réception.

Le bruit dû aux deux effets est :

$$\sqrt{e_0^2} = [4 K \cdot T \cdot (\Delta f_r)]^{\frac{1}{2}} [Q_r w L_r + R_e A_e^2 \alpha_e^2 \alpha_m^2]^{\frac{1}{2}},$$

Sa densité spectrale est :

$$(4 K T) [Q_r w L_r + R_e A_e^2 \alpha_e^2 \alpha_m^2].$$

Bruit à la sortie de la détection.

On pourrait montrer que la densité spectrale à la sortie de la détection est donnée par la courbe suivante (fig. 4).

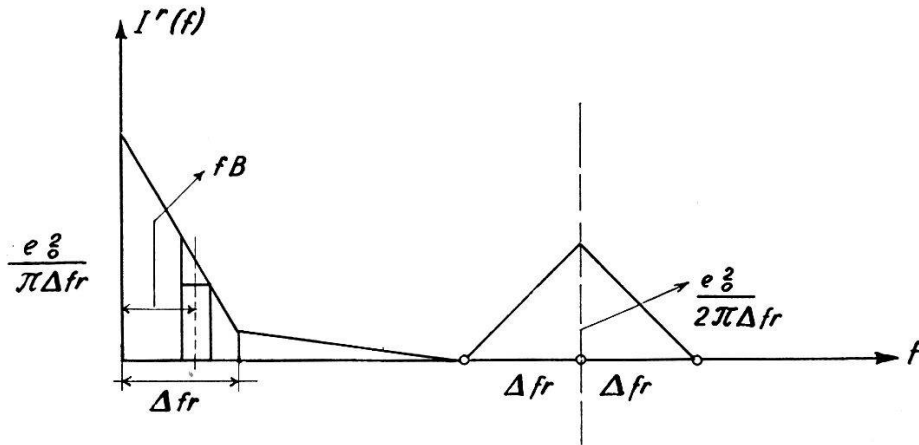


Fig. 4.

Le spectre correspondant aux fréquences élevées est absorbé par les filtres. Il reste l'expression :

$$\frac{e_0^2}{\pi \Delta f_r} \left[1 - \frac{f}{\Delta f_r} \right]$$

dans laquelle f est la fréquence de balayage = f_B (comprise entre 18 c/s et 200 c/s).

On voit que la densité spectrale du bruit est d'autant plus petite que $f_B/\Delta f_r$ est voisine de 1.

Dans les dispositifs courants de spectroscopie hertzienne, Δf_r est de l'ordre de quelques dizaines de kilocycles au minimum. Dans le domaine de fréquences de l'appareil, il en est tout autrement, l'expression $[1 - f_B/\Delta f_r]$ peut être très petite.

Le lock-in a pour effet de déplacer l'information vers la fréquence 0⁸) par une opération d'hétérodynage sur la fréquence de balayage. Si Δf_s = bande passante de sortie réglable de 0,05 c/s à 2 c/s. Le bruit à la sortie est :

$$\left(\frac{2 e_0^2}{\pi \cdot \Delta f_r} \left[1 - \frac{f_B}{\Delta f_r} \right] \Delta f_s \right)^{1/2}.$$

Soit :

$$\left\{ \frac{8 KT}{\pi} \left[1 - \frac{f_B}{\Delta f_r} \right] \Delta f_s \right\}^{1/2} [Q_r w L_r + R_e A_e^2 \alpha_e^2 \alpha_m^2]^{1/2} A$$

A = Amplification de tout le dispositif

$$\text{si } \Delta f_s = \frac{1}{2\pi RC}.$$

On est conduit à l'expression :

$$\frac{S}{B} = \frac{\mu_0 (XH) \cdot n_r \cdot S_r \cdot w \cdot Q_r \frac{1}{2} \left[\frac{T_2^* T_{2n}}{T_1 (T_2^* + T_{2n})} \right]^{\frac{1}{2}}}{\left[\frac{8KT}{\pi} \left(1 - \frac{f_B}{\Delta f_r} \right) \Delta f_s \right]^{\frac{1}{2}} \left[Q_r w L_r + R_e \cdot A_e^2 \cdot \alpha_e^2 \cdot \alpha_m^2 \right]^{\frac{1}{2}}} \cdot \eta,$$

expression dans laquelle le volume de la bobine de réception est supposé rempli par l'échantillon.

Le rapport signal/bruit calculé pour $H = 0,6$ Gauss est de 13, la valeur mesurée est 8.

η est un facteur ≤ 1 dépendant du réglage du lock-in et des conditions de balayage. Dans les cas les plus favorables, sa valeur est 1. Signalons enfin que le compensateur est réglé de façon à ce que la valeur de $(\alpha_e \alpha_m)$ corresponde au minimum de tension d'attaque de la détectrice compatible avec la linéarité de son fonctionnement.

Ce travail a pu être réalisé grâce à l'aide financière de la CSA et pour l'un d'entre nous (C.M.) du Fonds National pour la Recherche Scientifique.

Références.

- 1) R. M. BROWN, Phys. Rev. **78**, 530 (1950).
- 2) Communication personnelle de l'auteur (1954).
- 3) M. PACKARD et R. VARIAN, Bull. Amer. Phys. Soc. **28**, 77 (1953).
- 4) J. WINTER, C. MANUS, G. BÉNÉ, P. DENIS et R. EXTERMANN, Arch. Sci. Genève **7**, 23 (1954).
- 5) J. WINTER, J. SALMON, C. MANUS, G. BÉNÉ, P. DENIS et R. EXTERMANN, C. r. Acad. Sci., Paris **239**, 803 (1954).
- 6) BAKER, Rev. sci. Instr. **25**, 390 (1954).
- 7) C. MANUS, Colloque Ampère 1955 (sous presse).
- 8) C. MANUS et G. BÉNÉ, Arch. Sci. **8**, 19 (1955).
- 9) F. BLOCH, Phys. Rev. **70**, 460 (1946).