**Zeitschrift:** Archives des sciences [1948-1980]

Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève

**Band:** 8 (1955)

Heft: 2

**Artikel:** Étude expérimentale de la résonance nucléaire

Autor: Denis, P.M.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-739844

#### 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:** 01.11.2025

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

# ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE LA RÉSONANCE NUCLÉAIRE

PAR

#### P. M. DENIS

(Avec 18 fig.)

#### I. Introduction.

#### 1. La Précession de Larmor.

Un dipôle magnétique de moment  $\mu$  placé dans un champ magnétique  $H_0$  précesse autour d'un axe parallèle au champ  $H_0$ , à une fréquence  $\omega_0$  qui est la fréquence de Larmor; celle-ci dépend à la fois de  $H_0$  et de  $\mu$  (fig. 1).

En effet ce dipôle magnétique est soumis à un couple  $\vec{L} = \vec{\mu} \wedge \vec{H}_0$ .

La dérivée par rapport au temps du moment de la quantité de mouvement étant égale au couple appliqué, nous avons:

$$d\vec{p}/dt = \vec{L} = \vec{\mu} \wedge \vec{H}_0$$

Comme pour les noyaux le moment magnétique  $\mu$  est proportionnel au moment angulaire p:

$$d\vec{p}/dt = -g (e/2 \text{ Mc}) \vec{H}_0 \wedge \vec{p}$$

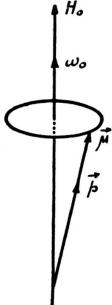


Fig. 1.

est l'équation de mouvement. La grandeur de p reste constante et il précesse avec une vitesse angulaire:

$$\omega_0 = g \cdot e/2 \,\mathrm{M}c \cdot \mathrm{H}_0 .$$

Un noyau de spin I possède un moment magnétique  $\overline{\mu}$ :

$$|\vec{\mu}| = g (e/2 \text{ Mc}) \cdot [I (I + 1)]^{\frac{1}{2}} \cdot \hbar$$

avec les deux composantes  $\mu_{\perp}$  perpendiculaire et  $\mu_{||}$  parallèle au champ  $H_0$ :

$$\mu_{\perp} = g (eh/2 \text{ M}c) \cdot [\text{I } (\text{I} + 1) - m^2]^{\frac{1}{2}}$$

$$\mu_{||} = g (eh/2 \text{ M}c) \cdot m .$$

L'énergie potentielle U d'un moment magnétique  $\overset{\rightarrow}{\mu}$  dans un champ  $\overset{\rightarrow}{H_0}$  vaut:

$$\mathbf{U} = -\stackrel{\rightarrow}{\mu} \cdot \stackrel{\rightarrow}{\mathbf{H}} = - \mu_{\mathbf{H}} \cdot \mathbf{H_0}$$

soit pour l'énergie du dipôle magnétique nucléaire caractérisé par l'état m:

$$\mathrm{U} = -g \; (e \hbar/2 \; \mathrm{M}c) \; . \; m \mathrm{H_0}$$

m ayant 2I + 1 valeurs possibles. Il y a donc 2I + 1 niveaux d'énergie entre lesquels il peut y avoir des transitions; celles pour lesquelles m change de plus ou moins une unité sont seules possibles.

En introduisant le magnéton nucléaire  $\mu_0$  ( $\mu_0 = e\hbar/2 \text{ M}c$ ) on peut écrire la proportionnalité entre  $\mu$  et I sous la forme

$$\mu_{\mbox{\scriptsize H}} = \mbox{\scriptsize gI} \ \mu_{\mbox{\scriptsize 0}} \ .$$
 max.

La tendance du moment magnétique serait de s'aligner parallèlement au champ magnétique, l'énergie potentielle étant alors minimum. Mais par ailleurs chaque degré de liberté du noyau possède une énergie thermique  $\frac{1}{2}$  kT (k const. de Boltzmann, T temp. absol.), qui est beaucoup plus importante que la différence énergétique entre les positions possibles du moment magnétique nucléaire dans le champ magnétique, à température ordinaire, ceci pour n'importe quel noyau. Dans un échantillon contenant un grand nombre de noyaux les collisions thermiques tendront donc à détruire l'ordre qui se serait établi sous l'influence du champ magnétique seul. Ainsi dans un échantillon

contenant des noyaux dont le spin vaut  $\frac{1}{2}$  (deux positions possibles pour le vecteur  $\mu$ ) au lieu de trouver tous les moments magnétiques dans l'état énergétique correspondant à  $m=+\frac{1}{2}$  il n'y en aura qu'un très faible excès dans l'état  $m=+\frac{1}{2}$  par rapport à l'état  $m=-\frac{1}{2}$ , ceci même pour de forts champs magnétiques. C'est à ces quelques moments en excès qu'il faut attribuer la magnétisation nucléaire de l'échantillon:

$$M = \chi_0 H_0$$

 $\chi_0$  est la susceptibilité magnétique statique de la substance contenue dans l'échantillon.

#### La Résonance.

On peut induire des transitions entre les différents niveaux énergétiques en fournissant de l'énergie (sous forme d'un champ oscillant par exemple) au système des noyaux contenus dans l'échantillon. Cette énergie peut être fournie à n'importe quelle fréquence, mais l'absorption sera maximum à une fréquence bien déterminée. Dans tout système une transition entre deux niveaux d'énergie U(m') et U(m'') est accompagnée d'une émission ou d'une absorption d'un quantum  $\hbar \omega$ :

$$\hbar \omega = U(m') - U(m'')$$
.

Dans le cas envisagé la différence U(m') — (Um'') ne peut valoir que  $\pm g \mu_0 H_0$ , on a donc:

$$\begin{split} \hbar \; \omega \; &= \; g \; \mu_0 \; H_0 \;\; , \quad \text{ou} \\ \omega \; &= \; g \; (e/2 \; Mc) \; . \; H_0 \end{split}$$

qui est précisément la fréquence de Larmor  $\omega_0$ . L'absorption est sélective et présente son maximum pour une fréquence égale à la fréquence de précession des noyaux dans le champ  $H_0$ . Le processus est compliqué par les phénomènes de relaxation.

## 2. Interactions spin-réseau.

# Le Temps de Relaxation T<sub>1</sub>.

Dans un échantillon contenant des moments magnétiques nucléaires, ceux-ci, en l'absence de champ magnétique extérieur, sont également répartis entre les différents niveaux (niv. Zeeman) isoénergétiques qui sont au nombre de 2I+1. Si l'échantillon est brusquement plongé dans un champ magnétique il s'écoulera un certain temps jusqu'à l'établissement du nouvel équilibre. Pour un champ  $H_0$  donné le nombre des moments en excès dans les états énergétiques inférieurs définit une température des spins. L'étude de l'approche de l'équilibre revient à celle de l'échange d'énergie entre les spins qui se trouvent à la température instantannée  $T_s$  (qui est une fonction du nombre de spins dans un état) et le réseau d'atomes ou de molécules. Pour que le système des spins puisse se refroidir il faut que la transition entre le niveau supérieur et le niveau inférieur soit plus fréquente que la transition inverse.

Soient N(m') et N(m'') les populations de deux niveaux Zeeman d'énergies [1] U(m') et U(m''). Il y aura équilibre si:

N 
$$(m')$$
. W  $(m'-m'') = N (m'')$ . W  $(m''-m')$ 

où W est la probabilité totale de transition par unité de temps après équilibre. Avant que cet équilibre soit établi, la probabilité P pour qu'un moment dans un état m' passe à l'état m'' dans l'unité de temps n'est pas W qui est celle de l'équilibre, mais elle est liée à l'état final par le facteur de Boltzmann.

$$W(m'-m'') = P(m'-m'') \cdot e^{-U(m'')/kT}$$

mais P(m'-m'') = P(m''-m'). Pour le cas  $I = \frac{1}{2}$ :

$$\begin{cases} W (m' - m'') = P \cdot e^{-\frac{1}{2} \cdot g \mu_0 H_0 / k T} \\ W (m'' - m') = P \cdot e^{+\frac{1}{2} \cdot g \mu_0 H_0 / k T} \end{cases} \quad U (m) = g \mu_0 m H_0 .$$

Soient N(m') et N(m'') les populations des deux niveaux, et n = N(m') - N(m''). n change de deux unités pour chaque transition.

$$dn = 2 \text{ N } (m'') \cdot \text{W } (m'' - m') - 2 \text{ N } (m') \cdot \text{W } (m' - m'') \cdot dt$$

$$\text{W } (m' - m'') = \text{P } \cdot (1 - \frac{1}{2} \cdot g \mu_0 \text{ H}_0/k\text{T})$$

$$\text{W } (m'' - m') = \text{P } \cdot (1 + \frac{1}{2} \cdot g \mu_0 \text{ H}_0/k\text{T})$$

$$dn/dt = 2 \text{ P } (n_0 - n)$$

 $n_0 = ng \,\mu_0 \,H_0/kT$  étant la valeur d'équilibre en intégrant, on trouve une exponentielle:

$$n = n_0 \left(1 - e^{-2Pt}\right)$$

dont la constante de temps  $T_1 = \frac{1}{2} P$  s'appelle constante de temps spin-réseau ou constante de temps de relaxation thermique.

## 3. Interactions spin-spin.

# Le Temps de relaxation T2.

a) Nous avons étudié les interactions entre les spins nucléaires et le réseau. Mais par ailleurs chaque spin est couplé magnétiquement à ceux qui l'entourent; c'est l'interaction spin-spin. Chaque noyaux n'est pas seulement plongé dans un champ magnétique  $H_0$ ; à celui-ci vient s'ajouter le champ des dipôles voisins qui sont répartis dans les 2I+1 orientations possibles, il est donc en fait légèrement plus grand ou plus petit que  $H_0$ . L'ordre de grandeur de cet écart est de 5 gauss. En effet le champ local  $H_{loc}$  peut être évalué à

$$H_{loc} = \, \mu_0 \, r^{-3} \quad soit \quad 5 \; gauss \; \cdot \label{eq:hloc}$$

Cette fluctuation topographique de la valeur effective de  $H_0$  crée une dispersion  $d \omega_0$  de la fréquence de précession  $\omega_0$ .

$$d \omega_0 = g \mu_0 \, \hbar^{-1}$$
 .  $H_{loc}$  soit  $10^{-4} \, \mathrm{sec}$ .

Deux noyaux précessant en phase au temps t=0 seront hors de phase après un temps de l'ordre de  $10^{-4}$  sec.

b) Si deux moments sont en position antiparallèle, l'un produit à l'emplacement de l'autre un champ magnétique qui précesse à une fréquence très voisine de celle qui peut produire une transition et réciproquement. Il est possible alors que ces deux noyaux s'inversent mutuellement, laissant l'énergie du système de spins inchangée. Ce phénomène est appelé « collision spin-spin ». Cette collision limite la durée de vie du spin dans un état donné et correspond à un étalement de

l'énergie. En effet, si la phase entre deux noyaux voisins change après un temps égal à 1/d  $\omega_0$ , il s'écoulera au plus ce temps pour que deux noyaux se trouvent en phase et puissent s'inverser. La durée de vie dans un état se réduira donc à un temps de l'ordre de 1/d  $\omega_0$  et l'étalement de l'énergie sera:

$$dU \cdot (1/d \omega_0) = \hbar$$
.

Ce phénomène conduit aussi à une dispersion de la fréquence de Larmor, donc à une largeur finie de la raie d'absorption.

## 4. Absorption et susceptibilité complexe.

Lors d'un apport d'énergie produisant des transitions entre les niveaux Zeeman au moyen d'un champ magnétique oscillant, une part de cette énergie qui est absorbée. Soit M la magnétisation par unité de volume de l'échantillon; M est lié au champ H par la susceptibilité  $\chi$ . Soit A l'énergie absorbée par unité de volume et par cycle.

$$\mathbf{A} = \frac{\boldsymbol{\omega}}{2\pi} \int_{t=0}^{t=2\pi/\omega} \mathbf{H} \cdot d\mathbf{M} \cdot$$

Représentons le champ magnétique oscillant par la partie réelle de:

$$\mathcal{H}=2~\mathrm{H_1}\,e^{i\omega t}~\chi=\chi'-i\,\chi''$$
 .   
 In magnétisation complexe

M qui est la partie réelle de M, est la quantité physiquement observable.

$$M = \chi' (2 H_1 \cos \omega t) + \chi'' (2 H_1 \sin \omega t) .$$

χ", partie imaginaire de la susceptibilité, se trouve en quadrature de phase par rapport au champ oscillant. A vaut alors:

$$A = 2 H_1^2 \gamma''$$
.

L'énergie absorbée par le système des spins est proportionnelle à  $\chi''$ .

### 5. Les équations de Bloch.

On peut calculer l'effet des temps de relaxation sur la résonance à l'aide du formalisme classique de Bloch [2], [3].

L'échantillon est placé dans un champ magnétique  $H_0$  dirigé selon l'axe des z (système trirectangle). Le champ oscillant  $2 H_1$  représenté comme la somme de deux champs tournant en sens inverse vaut:

$$\begin{cases} H_x = H_1 \cos \omega t \\ H_y = {}^{\pm}H_1 \sin \omega t \end{cases}.$$

Un des champs, H<sub>y</sub>, tournant en sens inverse de la précession des spins est rapidement hors de phase et son action peut être négligée. On prendra par la suite le signe — qui correspond au sens de précession d'un moment magnétique positif.

L'échantillon contient N moments nucléaires par unité de volume, les noyaux ont un spin I et un moment gI magnétons nucléaires. L'équation du mouvement est:

$$d\overrightarrow{\mu}/dt = g(e/2 \text{ M}c) \cdot \overrightarrow{\mu} \wedge \overrightarrow{H}$$
.

Posant:  $\gamma = g (e/2 \text{ M}c)$  et sommant sur tout le volume de l'échantillon,

$$\vec{d}M/dt = \gamma \vec{M} \wedge \vec{H}$$

qui est une des contributions au dM/dt total.

La composante selon z de la magnétisation est proportionnelle à l'excès des moments nucléaires dans les états énergétiques inférieurs, elle donne une contribution:

$$d\mathbf{M}_z/dt \,=\, \big(\mathbf{M}_0 - \mathbf{M}_z\big)/\mathbf{T}_1 \ .$$

Les collisions spin-spin donnent aussi une contribution qui peut être mise sous la forme:

$$\begin{split} d\mathbf{M}_{\underline{x}}/dt &= --\mathbf{M}_{\underline{x}}/\mathbf{T_2} \\ d\mathbf{M}_{\underline{y}}/dt &= --\mathbf{M}_{\underline{y}}/\mathbf{T_2} \enspace . \end{split}$$

Résolvant la valeur de dM/dt en ses composantes et tenant compte des constributions ci-dessus, nous obtenons l'équation de Bloch:

$$\begin{cases} d\mathbf{M}_{x}/dt = \gamma \left[\mathbf{M}_{y} \, \mathbf{H}_{0} + \mathbf{M}_{z} \, \mathbf{H}_{1} \sin \omega \, t\right] - \mathbf{M}_{x}/\mathbf{T}_{2} \\ d\mathbf{M}_{y}/dt = \gamma \left[\mathbf{M}_{z} \, \mathbf{H}_{1} \cos \omega \, t - \mathbf{M}_{x} \, \mathbf{H}_{0}\right] - \mathbf{M}_{y}/\mathbf{T}_{2} \\ d\mathbf{M}_{z}/dt = \gamma \left[\mathbf{M}_{y} \, \mathbf{H}_{1} \sin \omega \, t - \mathbf{M}_{y} \, \mathbf{H}_{1} \cos \omega \, t\right] + (\mathbf{M}_{0} - \mathbf{M}_{z})/\mathbf{T}_{1} \end{cases}.$$

Ces équations admettent comme solution particulière pour  $M_x$  et  $M_z$  la solution stationnaire:

$$\begin{cases} M_{x} = \frac{1}{2} \cdot \chi_{0} \omega_{0} T_{2} \cdot \frac{(2 H_{1} \cos \omega t) T_{2} (\omega_{0} - \omega) + 2 H_{1} \sin \omega t}{1 + T_{2}^{2} (\omega_{0} - \omega)^{2} + \gamma^{2} H_{1}^{2} T_{1} T_{2}} \\ M_{z} = \chi_{0} H_{0} \cdot \frac{1 + T_{2}^{2} (\omega_{0} - \omega)_{2}}{id.} \end{cases}$$

où l'on a posé:

$$\chi_0 = (N/3 kT) g^2 \mu_0^2 I (I + 1)$$
 (susceptibilité de Curie)

On trouve alors pour la susceptibilité complexe:

$$\begin{cases} \chi' \, = \, \frac{1}{2} \, \cdot \, \chi_0 \, \, \omega_0 \, \, T_2 \cdot \frac{T_2^2 \, (\omega_0 - \omega)}{1 \, + \, T_2^2 \, (\omega_0 - \omega)^2 \, + \, \, \gamma^2 \, \, H_1^2 \, T_1 \, T_2} \\ \\ \chi'' \, = \, \frac{1}{2} \, \cdot \, \chi_0 \, \omega_0 \, \, T_2 \cdot \frac{1}{\mathrm{id.}} \end{cases}$$

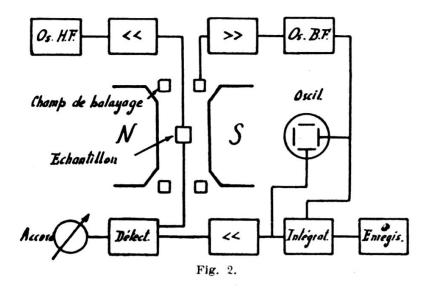
Ce qui donne en portant  $\chi''$  dans la valeur de l'absorption A:

$$A = \omega H_1^2 \chi_0 \frac{\omega_0 T_2}{id.}$$

#### II. APPAREILLAGE.

La méthode employée au cours des mesures a été celle de l'induction nucléaire de Bloch [2]. Cette méthode dans laquelle le signal est reçu dans une bobine indépendante du système émetteur présente sur l'« absorption nucléaire » [4] l'avantage de permettre la détermination des signes des moments magnétiques et la valeur des spins.

Cette méthode comprend les éléments schématisés dans le diagramme ci-joint, qui seront étudiés successivement.



- 1) Un dispositif qui produit le champ magnétique stationnaire H<sub>0</sub>.
- 2) Un émetteur H.F. qui alimente le champ oscillant H<sub>1</sub>.
- 3) Une tête de mesure comprenant l'échantillon soumis à l'investigation, la bobine productrice du champ HF (H<sub>1</sub>), la bobine de réception et un pont d'équilibrage HF.
- 4) Un dispositif de réception du signal de résonance nucléaire comprenant: amplification HF, détection et amplification BF.
- 5) Un dispositif de balayage BF du champ H<sub>0</sub>.
- 6) Un dispositif de lecture ou d'enregistrement du signal reçu.

# 1. Le Champ magnétique constant H<sub>0</sub>.

Deux systèmes différents ont été successivement employés:

- a) Un électro-aimant, qui avec son noyau de fer avait l'inconvénient de ne pas produire un champ magnétique homogène; nous l'avons utilisé dans un domaine allant de quelques centaines de gauss à 5.000 gauss environ.
- b) Un système de spires d'Helmholtz, construit pour donner une homogénéité maximum sur le volume de l'échantillon (homogénéité de l'ordre de 10<sup>-6</sup>) et qui malgré les faibles

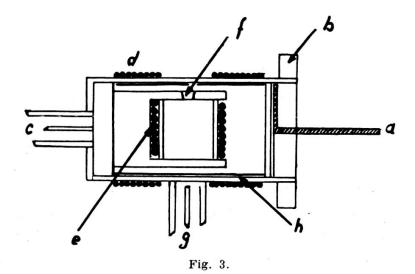
champs produits, partant de faibles énergies induites, donnait de meilleurs résultats que le champ à fer et ceci même pour des valeurs de champs magnétiques dix à vingt fois supérieures. L'hétérogénéité présentée par les électro-aimants produit un élargissement des raies observées et le T<sub>2</sub> résultant prend des valeurs très différentes du T<sub>2</sub> propre du produit étudié. Il en résulte qu'il est difficile de mesurer des temps de relaxation transversale dans la plupart des noyaux au moyen d'un champ à fer, même après correction de ceux-ci. (A ce sujet voir G.-J. Béné, thèse, Paris, 1951.)

## 2. Le Champ haute fréquence H<sub>1</sub>.

Ce champ a été produit au moyen de différents oscillateurs; les premiers essais ont comporté un oscillateur piloté par un quartz, mais devant la nécessité de varier la fréquence de façon continue, il a été remplacé soit par des oscillateurs de type « ECO » soit par des oscillateurs symétriques. Ceux-ci étaient suivis d'étages d'isolement et d'un amplificateur de puissance. La stabilité d'un tel ensemble est suffisante à condition que celui-ci soit alimenté par des batteries d'accumulateurs, ce qui par ailleurs élimine tout ronflement.

#### 3. La Tête de mesure.

Différentes têtes ont été utilisées pour répondre à des buts déterminés. Nous n'en décrirons que deux.

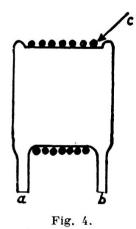


- A. Groupe producteur du champ H<sub>1</sub>.
  - a) Commande du « Paddle » servant à équilibrer le champ HF.
  - b) Collerette d'orientation du système dans le champ Ho.
  - c) Arrivée de la haute fréquence par un tube coaxial.
  - d) Spires produisant le champ HF (H<sub>1</sub>) bobinées sur polystyrène.
- B. Groupe de réception du signal.
  - e) Bobine de réception.
  - f) Orifice de remplissage de la capsule contenant le corps étudié.
  - g) Départ coaxial de la bobine de réception.
  - h) Blindage électrostatique.

Volume de l'échantillon: environ 1,5 cm³. Matière: Laiton, laiton argenté, polystyrène. Blindage électrostatique: Or.

Dispositif permettant, pour les liquides, de changer d'échantillon en cours d'observation.

Ce dispositif a été créé pour observer le déplacement de raie dû au sel paramagnétique ajouté à l'échantillon.

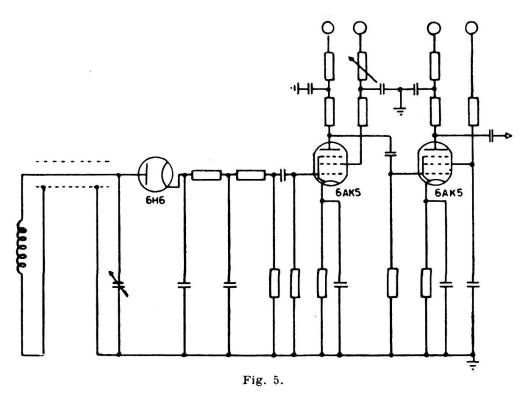


- a) Tube d'arrivée du liquide étudié.
- b) Tube d'évacuation.
- c) Bobine de réception sur capsule de verre.

Volume: environ 4 cm<sup>3</sup>. Matière: Laiton, verre.

## 4. Groupe détection et préamplification.

Même après équilibrage du « paddle » qui joue le rôle de pont HF il reste encore dans la bobine une forte intensité HF et la profondeur de modulation est très faible. Pour augmenter le rapport signal/bruit de fond nous avons placé un circuit résonnant à l'entrée de la détection, sous la forme d'une capacité en parallèle sur la bobine de réception (fig. 5). Ceci



n'était possible que pour les applications dans lesquelles le champ magnétique  $H_0$  variait lentement de manière à atteindre la résonance et la fréquence d'émission restait fixe. L'amplification en moyenne fréquence est peu souhaitable, la lampe de conversion introduisant trop de bruit de fond.

Différentes diodes ont été employées avec des résultats assez identiques, alors que les détecteurs à cristaux du type IN34 présentent plus de « souffle ».

L'amplification HF à bande très étroite donne un bon rapport signal/bruit. En effet, si g(v) représente le gain de l'amplificateur à la fréquence v, nous avons sur l'ensemble du spectre de bruit la valeur

$$\overline{\mathrm{E}}^{2} = 4 \ k \mathrm{TR} \int\limits_{0}^{\infty} \frac{g^{2} \ (\mathsf{v})}{1 + 4 \ \pi^{2} \, \mathrm{R}^{2} \, c^{2}} \, d\mathsf{v}$$

pour la somme du carré des amplitudes de la f.e.m. générée par le bruit. R représente la résistance équivalente de source et c la capacité qui est en parallèle sur celle-ci (cap. propre de la résistance), k la constante de Boltzmann et T la température absolue.

A  $300^{\circ}$  K, E<sup>2</sup> (v) vaut, pour une résistance pure  $1,6.10^{-20}$  (volts)<sup>2</sup> par cycle et par ohm.

Dans les cas où le champ magnétique H<sub>0</sub> reste constant et la fréquence d'excitation varie, on peut employer un amplificateur apériodique ou un dispositif émetteur-récepteur dont les condensateurs d'accord sont couplés mécaniquement.

Un amplificateur à courant continu a été utilisé pour suivre la courbe de résonance dans les cas de variation extrêmement lente du champ H<sub>0</sub>, aucun champ de modulation n'est alors utilisé.

## 5. Le balayage du champ H<sub>0</sub>.

On superpose au champ magnétique  $H_0$  (valeur correspondant à  $\omega_L = \gamma H_0$ ) un champ alternatif de faible amplitude  $H_b$  et de fréquence  $\omega_b$  pour pouvoir observer la courbe de part et d'autre de la valeur de résonance. Pour appliquer ce champ nous avons employé un système de bobines d'Helmholtz placées à l'intérieur du dispositif produisant le champ  $H_0$  de façon à ne pas diminuer l'homogénéité du champ total agissant sur l'échantillon. Ces bobines sont alimentées par un amplificateur piloté par un oscillateur BF à fréquence variable. Différentes amplitudes  $H_b$  et différentes fréquences  $\omega_b$  ont été utilisées (de 16 H à 5 KH) de façon à faire varier le temps passé à la résonance qui est fonction de la fréquence de balayage et de l'amplitude de celui-ci.

Pour certaines applications il a été nécessaire d'employer un balayage produisant un passage unique à la résonance et de vitesse variable. Cet effet était obtenu en faisant varier l'intensité d'alimentation du système produisant le champ  $H_0$  (champ à air), variation qui, à l'aide d'un dispositif à constante de temps variable, produisait le déclenchement du spot de l'oscilloscope; la vitesse de passage était connue par ponctuation de la courbe (axe z).

Les passages extrêmement lents ont été obtenus par échauffement progressif d'un élément de circuit alimentant le dispositif producteur du champ magnétique H<sub>0</sub>.

### 6. Dispositif de lecture.

Les signaux sortant du préamplificateur sont envoyés à l'amplificateur « vertical » d'un oscilloscope cathodique alors que la tension alternative de balayage du champ H<sub>0</sub> est envoyée à l'amplificateur « horizontal » de l'oscilloscope. (Ceci pour les balayages permanents, tandis que pour les essais en balayage unique on se sert de celui incorporé à l'oscilloscope avec départ déclanché, ou pour les balayages extrêmement lents de l'amplificateur à courant continu « horizontal » de l'appareil.) Les figures sont alors photographiées en un seul passage (pour le cas du balayage unique) ou intégrées sur une centaine de passages (pour les balayages permanents) en prenant la précaution qu'une trace non répétée n'impressionne pas le film photographique. On peut aussi employer des tubes à trace persistante en intercalant un filtre devant l'écran de celui-ci, ce qui donne le même effet d'intégration.

Dans d'autres cas les signaux ont été envoyés à l'amplificateur d'un enregistreur sur bande magnétique et « rejoués » plus tard ce qui, après lecture, permettait un choix des scènes désirées.

Quand le ronflement secteur devient important vis-à-vis de l'amplitude du signal propre, ou que celui-ci est perdu dans le bruit de fond, on peut encore obtenir une bonne résolution en employant des détecteurs de phase ou des intégrateurs qui décrivent en plusieurs passages point par point la valeur de la courbe de résonance. De tels dispositifs permettent d'augmenter encore le rapport signal/bruit d'un facteur 100.

# III. DIFFÉRENTES FORMES DE SIGNAUX DE RÉSONANCE NUCLÉAIRE.

La forme des signaux de résonance varie beaucoup suivant les temps de relaxation  $T_1$  et  $T_2$  de l'échantillon étudié, suivant l'amplitude  $H_1$  du champ de haute fréquence et suivant l'amplitude et la fréquence du champ de balayage superposé au champ constant  $H_0$ . Plus exactement, les différentes formes de signaux dépendent du rapport des quantités ci-dessus.

Nous définirons premièrement le temps de passage à la résonance comme:

$$\mathbf{T}_r = \mathbf{T}_b \cdot \mathbf{H}_1 / 2 \mathbf{H}_b$$

où T<sub>b</sub> représente la période de balayage et H<sub>b</sub> son amplitude.

Secondement le passage à la résonance sera dit adiabatique si le temps passé à la résonance est grand par rapport à  $T_L$ , période de Larmor,  $T_L$  valant:

$$1/\gamma H_0$$
.

Nous admettons en outre que  $T_2$  est plus petit ou au plus égal à  $T_1$ , ce qui est pratiquement toujours vérifié et que:

$$H_1 < H_b < H_0$$
 .

Formons en outre les fonctions suivantes:

$$u = 2 \chi' H_1$$

$$v = -2 \chi'' H_1$$

ce qui donne pour u et v:

et

$$u(t) = M_0 | \gamma | \frac{T_2^2 (\omega_0 - \omega)}{1 + T_2^2 (\omega_0 - \omega)^2 + \gamma^2 H^2 T_1 T_2} \cdot H_1$$

$$v(t) = -M_0 | \gamma | \frac{T_2}{id.} \cdot H_1$$

$$M_z(t) = M_0 \frac{1 + T_2^2 (\omega_0 - \omega)^2}{id.}$$

 $M_z(t)$  peut être remplacé par m(t).  $M_0$ . u et v sont des fonctions de t à cause du terme  $(\omega_0 - \omega)$  qui permet d'introduire le balayage qui est une fonction de t.

E. E. Salpeter [5] a présenté une étude mathématique qui constitue un excellent point de départ qualitatif de la question.

1. Temps de relaxation plus courts que la période de balayage.

$$T_1$$
 ,  $T_2 \ll T_b$  .

Les valeurs de u(t), v(t) et m(t) ne diffèrent que peu de leurs valeurs d'équilibre, et ceci tout près de la valeur de résonance.

## a) Passage adiabatique.

$$T_r \gg T_L$$
.

Les fonctions  $u\left(t\right)$  et  $v\left(t\right)$  présentent alors les allures suivantes:

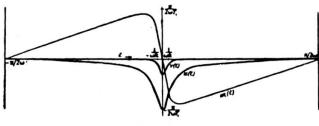
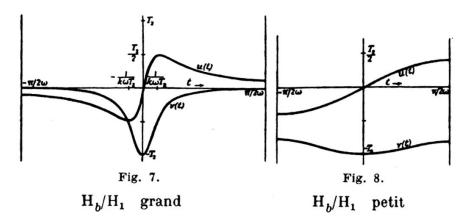


Fig. 6.

## b) Passage non-adiabatique.

Les figures diffèrent suivant l'amplitude du champ de haute fréquence, plus exactement suivant le rapport  $H_b/H_1$ .

# 1) $H_b/H_1 \cdot T_2^2 \Omega \ll 1$ .



# 2) $H_b/H_1 \cdot T_2^2 \Omega \gg 1$ .

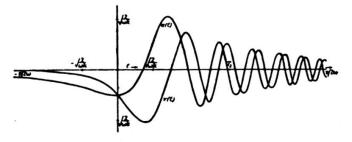


Fig. 9.

Courbes expérimentales obtenues en variant l'amplitude du champ de balayage:

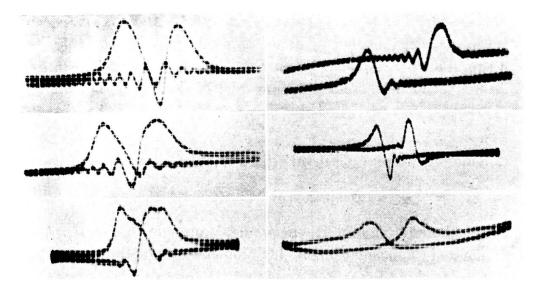


Fig. 10 a.

Fig. 10 b.

Les mêmes figures peuvent être obtenues en faisant varier le temps de relaxation transversale  $T_2$ , dans le cas de solutions, ceci en ajoutant un sel paramagnétique de façon à obtenir différentes concentrations de celui-ci, ou ce qui revient au même différents  $T_2$ . Les oscillogrammes ci-dessus ont été obtenus pour des protons dans l'eau avec de l'alun de chrome comme sel paramagnétique.

Cette méthode [6] permet de déterminer  $T_2$ . Ces courbes ont une forme dépendant d'un paramètre [7]  $p = T_2 \cdot \sqrt{|\gamma|} \left(\frac{\partial H_0}{\partial t}\right)_r \left(\frac{\partial H_0}{\partial t}\right)_r$  étant connu et p calculé d'après les auteurs cités, on peut trouver la valeur de  $T_2$ ,  $\gamma$  étant connu pour le noyau sousmis à l'investigation.

Cette méthode nécessite la connaissance du paramètre p, ce qui représente un inconvénient; elle est semi-expérimentale. Il existe un autre moyen de mesure directe de  $T_2$  [8]. Il consiste du  $T_2$ " apparent, à éliminer progressivement le  $T_2$  dû à l'inhomogénéité du champ magnétique, jusqu'à ce que cette différence tende vers une valeur limite qui est le  $T_2$  réel de l'échantillon.

## 2. Temps de relaxation plus longs que la période de balayage.

Dans le cas précédent, le dernier passage à la résonance n'avait aucun effet sur le passage suivant. Entre deux passages successifs, l'échantillon avait le temps de revenir aux valeurs d'équilibre thermique. Il en est tout autrement pour les temps de relaxation beaucoup plus long que la période de balayage.

$$T_1 \gg 2 \pi/\Omega$$
.

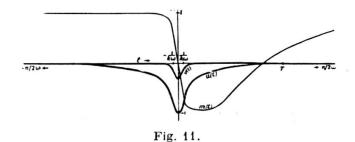
Comme T<sub>2</sub> est plus petit ou égal à T<sub>1</sub>, il faut voir deux cas:

$$T_2 \gg 2 \pi/\Omega$$
 et  $T_2 \ll 2 \pi/\Omega$ .

Enclenchons le champ  $H_1$  un moment après le champ  $H_z$ . Au moment de l'enclenchement, les moments magnétiques nucléaires sont dans un état d'équilibre. Au premier passage à la résonance ils quittent cet état d'équilibre et n'ont pas le temps de le regagner avant le second passage. Hors de la résonance, ils atteignent une valeur moyenne après un temps de l'ordre de  $T_1$ .

## a) Passage adiabatique.

$$T_b \gg T_L$$
 mais  $T_1 \gg 2 \pi/\Omega$ ,  $2 \pi \ll T^e \ll T_2 \ll T_1 \gg 2 \pi/\Omega$ .



### b) Passage non-adiabatique.

1 
$$((2 \pi)^2 \cdot (H_b/\gamma H_0 H_1 T_b)$$
.

 $T_1$  et si possible  $T_2 \gg T_b$ 

Etudions le cas du paragraphe b) pour  $H_b/H_1$  grand. Nous avons amené  $T_2$  à devenir progressivement plus grand

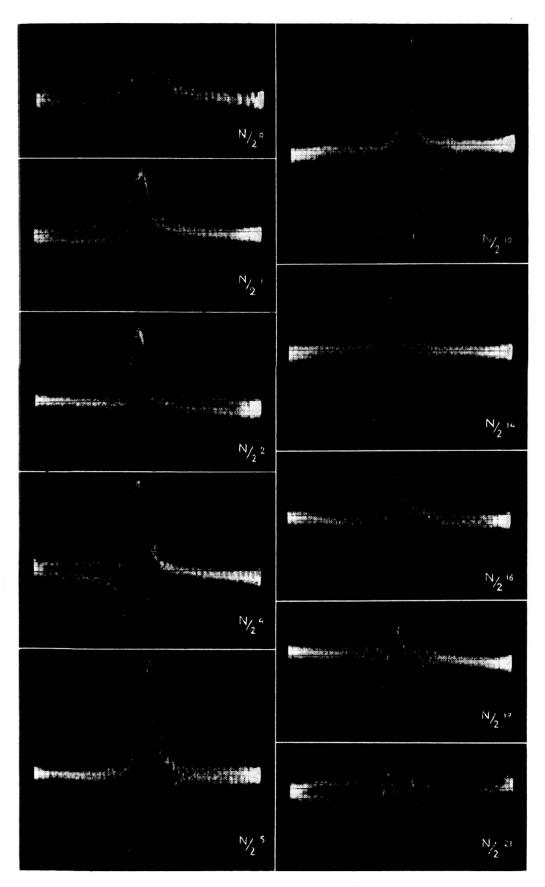
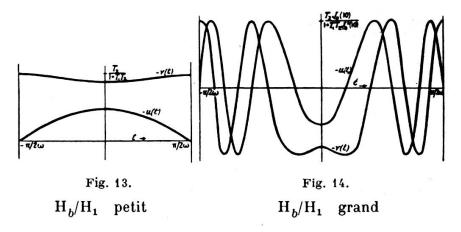


Fig. 12.



que le temps de passage à la résonance (figure 12) en faisant varier la concentration du sel paramagnétique ajouté à l'échantillon de N/1 à N/2<sup>24</sup>. On constate que lorsque T<sub>2</sub> atteint la valeur de la période de balayage, des « prébattements » prennent naissance. Un dispositif de balayage unique a permis de montrer que ces prébattements sont conformes à la théorie proposée par Salpeter; en effet ce dispositif permet de passer une seule fois par la valeur de résonance du champ H<sub>0</sub>, il n'y a donc pas d'interactions possibles avec des passages antérieurs; on constate alors que le phénomène de prébattements disparaît et que l'amplitude des signaux augmente. La figure 15 permet de se rendre compte de cette augmentation d'amplitude. Les deux courbes se rapportent à l'eau pure, l'amplification est la même dans les deux cas.

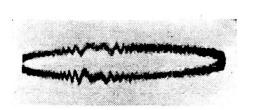


Fig. 15 a. Balayage à 50 H.

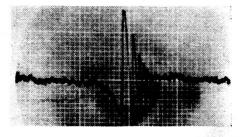
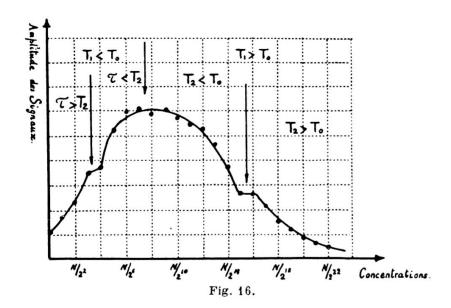


Fig. 15 b.
Balayage unique.

Amplitude des signaux.

Si nous considérons l'amplitude des signaux de la figure 12 et que nous portons celle-ci en fonction de la dilution du sel paramagnétique, c'est-à-dire de T<sub>2</sub>, nous obtenons le diagramme suivant (fig. 16). On observe dans la courbe trois paliers

caractéristiques qui se trouvent aux valeurs [9]:  $T_r = T_2$ ;  $T_b = T_1$ ;  $T_b = T_2$ .



Cette courbe permet de déterminer les conditions optima d'observation d'un signal de résonance magnétique nucléaire.

## 3. Phénomènes particuliers.

Battements de battements.

### a) Le phénomène permanent.

L'échantillon est divisé en deux cellules contenant les protons de l'eau, mais les temps de relaxation transversale sont rendus différents dans chacune de ces cellules au moyen de deux sels paramagnétiques, ou d'un seul en deux concentrations différentes.

On peut obtenir le même phénomène en plaçant une substance unique dans un porte échantillon double dont les logements se trouvent dans deux zones d'homogénéité différentes. On le réalise à l'aide d'un système à symétrie cylindrique; le système intérieur placé au centre d'un champ produit par des spire d'Helmholtz est soumis à un champ magnétique de même amplitude mais beaucoup plus homogène que la couronne cylindrique qui l'enveloppe. Les composantes des temps de relaxation transversale  $T_2$  dues à l'inhomogénéité du champ sont

alors très différentes pour les deux échantillons. On observe de nouveau des battements de battements permanents ayant les mêmes caractères (fig. 17).

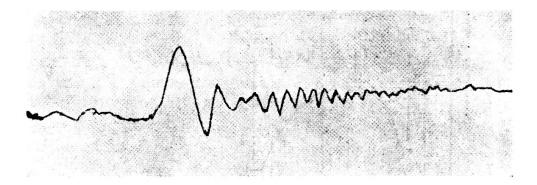


Fig. 17.

## b) Le phénomène transitoire.

On étudie l'interaction du signal « aller » et du signal « retour » en balayage circulaire lorsque la composante statique  $H_0$  décroît très lentement. Le phénomène est étudié pour les signaux présentant un grand nombre de battements ou même très légèrement le phénomène des prébattements. Ces formes de signaux, caractérisant le passage rapide [2] ont lieu lorsque  $T_2$  est de l'ordre de grandeur de  $T_b$ , période de balayage circulaire superposé au champ statique  $H_0$ .

Le dispositif permettant d'ajuster sur l'écran de l'oscilloscope la phase relative des deux signaux a été réglé de telle sorte que ceux-ci apparaissent ensemble sur la gauche de la trace visible sur l'écran.

L'allure du phénomène transitoire, précédant dans le temps les signaux normaux, suivis de battements et visibles dans les derniers clichés de la figure 18 est représentée par les deux premiers enregistrements.

- Au moment de l'apparition des signaux (fig. 1), on observe, sur la trace supérieure, le maximum du signal « aller », et sur la trace inférieure, un nombre de battements très élevé, de pseudopériode et d'amplitude sensiblement constantes.
- 2. Ce signal est suivi, après un temps très court, d'une extinction presque complète (fig. 2).

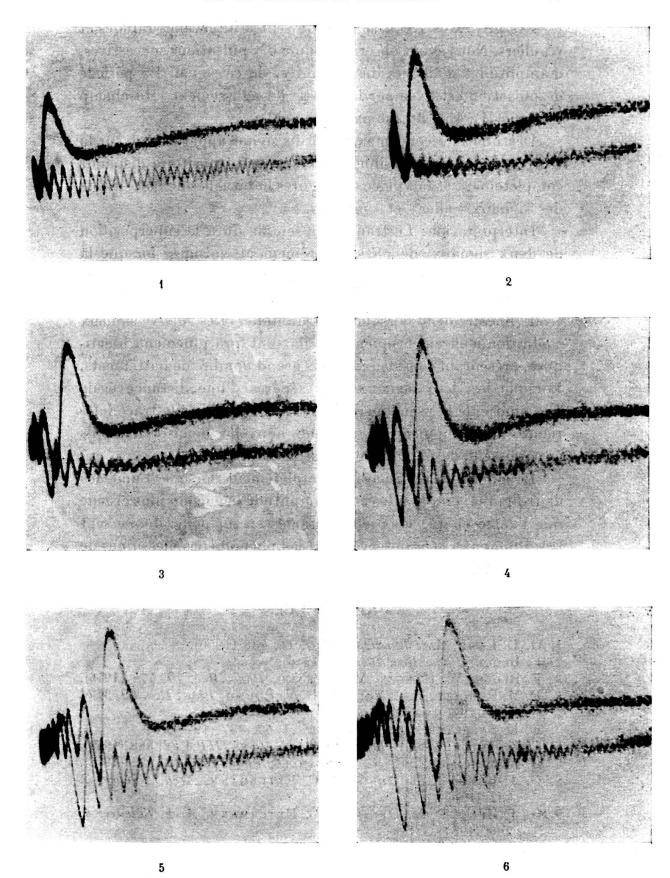


Fig. 18.

Les processus 1 et 2 se reproduisent à intervalles rapides et réguliers. Nous avons observé jusqu'à dix pulsations successives, d'amplitudes d'ailleurs décroissantes, de ce signal. La période de pulsation est fixée par la vitesse de « glissement » du champ statique H<sub>0</sub>. Elle lui est proportionnelle.

Dès que le second maximum du signal apparaissant sur la trace supérieure est visible, le phénomène transitoire disparaît complètement et fait place aux figures habituelles de battements des signaux « aller » et « retour ».

Interprétation: Le transitoire semble dû à la superposition de deux signaux, de phase extrêmement voisines, lorsque la valeur de résonance est elle-même très voisine de la valeur maximum de  $H_0 + H_s$ . sin  $T_0$ . La distance des deux signaux croît linéairement lorsque  $H_0$  diminue. Les deux signaux s'additionnent algébriquement; ils sont pratiquement identiques, présentant tous deux un très grand nombre de battements. Lorsque les deux signaux sont séparés d'une distance égale à la moitié de la pseudopériode des battements de la trace inférieure, ils s'annulent; après une nouvelle demi-période, ils apparaissent de nouveau et ainsi de suite.

Le phénomène disparait complètement lorsque l'une des deux figures composantes a une amplitude beaucoup plus grande que l'autre et que les pseudopériodes en un point donné sont très différentes. On observe alors les phénomènes classiques de battements.

#### RÉFÉRENCES

- 1. G. E. PAKE, Am. Journ. of Phys. 18, 438 (1950).
- 2. F. Bloch, Phys. Rev. 70, 460 (1946).
- 3. F. BLOCH, W. HANSEN, M. PACKARD, Phys. Rev. 70, 474 (1946).
- 4. E. M. Purcell, H. C. Torrey, R. V. Pound, *Phys. Rev.* 69, 37 et 680 (1946).
- 5. E. E. SALPETER, Proc. Phys. Soc. A. 63, 337 (1949).
- 6. C. R. EXTERMANN, P. M. DENIS, G. J. BÉNÉ, HPA 22, 388 (1949).
- 7. B. A. JACOBSOHN, R. K. WANGSNESS, Phys. Rev. 73, 942 (1948).
- 8. G. J. Béné, P. M. Denis, R. C. Extermann, Arch. Sciences 3, 452 (1950).
- 9. G. J. Béné, P. M. Denis, R. C. Extermann, Arch. Sciences 4, 266 (1951).