Zeitschrift: Archives des sciences [1948-1980]

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

Band: 11 (1958)

Heft: 7: Colloque Ampère

Artikel: Une technique de bande latérale dans la spectrométrie à induction magnétique nucléaire de haute résolution

Autor: Wegmann, L. / Camponovo, G.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-738885

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: 09.08.2025

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

Une technique de bande latérale dans la spectrométrie à induction magnétique nucléaire de haute résolution

par L. Wegmann et G. Camponovo
Section électronique de la Maison Trüb, Täuber & Cie A.G., Zurich

---

Dans la construction d'un spectromètre à induction magnétique nucléaire (spécialement conçu pour être utilisé dans la détermination des structures de molécules), il y a en dehors du problème de la résolution (c'est-à-dire de la séparation des raies voisines dans le spectre d'absorption) celui de la *détermination du nombre de noyaux.*

Chaque raie d'absorption spectrale d'une substance est provoquée par un nombre déterminé de noyaux atomiques de même structure et il est du plus grand intérêt de déterminer le nombre des noyaux pour chaque raie.

Ce nombre est donné dans le spectre d'absorption par l'intégrale normalisée de la surface d'une raie d'absorption. Des exemples d'application seront donnés dans une deuxième publication [1].

Le planimétrage des signaux d'absorption est très souvent difficile, en particulier lorsque les raies sont fortement décomposées par une interaction Spin-Spin. C'est pourquoi un système d'intégration électronique a été développé et il peut être incorporé dans le spectromètre à induction magnétique nucléaire de la Maison Trüb, Täuber & Cie S.A., Zurich [2]; il rend ainsi possible l'enregistrement direct des spectres d'absorption intégrés sur l'enregistreur.

Cette recherche est basée sur les travaux de H. Primas et Hs.-H. Günthard, de l'Institut de Chimie organique de l'Ecole polytechnique fédérale de Zurich [3, 4].

La précision atteinte est capitale pour l'utilisation de la méthode; celle-ci est donnée en premier lieu par le rapport signal-bruit. Ce point a fait déjà l'objet d'un grand soin lors du développement de la mise au point du spectrographe et, en particulier, lors de la construction du détecteur synchrone [3, page 328]. Un examen précis du bruit montre que dans le

fonctionnement courant le bruit n'est pas, en général, blanc (c'est-à-dire indépendant de la fréquence), mais présente pour les basses fréquences une composante prédominante; elle provient des variations du Leakage et peut influencer considérablement l'exactitude de l'intégration des spectres. Ces variations peuvent être éliminées du spectre si l'on emploie la méthode de bande latérale.

Cette méthode, qui a déjà été employée plus d'une fois dans la spectrométrie à induction magnétique nucléaire à large bande, fut tout d'abord proposée par Halbach [5] pour la spectrométrie à haute résolution. Elle consiste en une modulation du champ H_0, produit par un champ alternatif de fréquence relativement basse, superposée au champ H_0. A l'inverse de la méthode de modulation de basse fréquence qui utilise une amplitude de modulation qui est petite par rapport à la largeur des raies et qui de ce fait ne peut être utilisée pour la haute résolution, la méthode par bande latérale utilise une amplitude de modulation qui est grande par rapport à la largeur des raies et qui, en particulier, dépasse encore sensiblement l'étendue totale d'un spectre.

Comme résultat de cette sorte de modulation, il se produit une série de spectres où le spectre principal de la première harmonique, qui est modulé avec la fréquence de modulation Ω, est séparé par un détecteur synchrone. Les rapports d'amplitude des spectres latéraux sont très variables, selon la grandeur de lamplitude de modulation A_M. Par exemple, la raie principale disparaît avec un A_M déterminé et peut même devenir négative. C'est pourquoi il est essentiel de connaître plus exactement ces relations.

Primas [4] a discuté les équations de Bloch de ce point de vue et établi ainsi, pour la raie principale modulée avec A_M, le comportement suivant:

Nous écrivons l'amplitude A_M en unités de fréquence, par:

$$\omega_M = \frac{A_M}{\gamma}$$

où γ est le rapport gyromagnétique du noyau atomique examiné. Le champ H_0 modulé est alors donné par:

$$H_0 = H_{0k} + \gamma \cdot \omega_M \cdot \cos \cdot \Omega t$$

où H_{0k} est le champ magnétique constant donné par l'aimant. Dans ce champ, pour une petite saturation, c'est-à-dire une petite amplitude H_1 (comme c'est toujours le cas dans la spectrométrie à haute résolution), le

signal S est calculé en fonction de l'amplitude relative de modulation ω_M/Ω et comparé au signal N, lequel serait donné, avec la même saturation, par la méthode stationnaire (sans modulation). La comparaison de ces amplitudes, c'est-à-dire le rapport $\frac{S}{N}$ est représenté dans la figure 1, en haut, en fonction de $\frac{\omega_M}{\Omega}$. On s'aperçoit que le procédé de modulation donne une

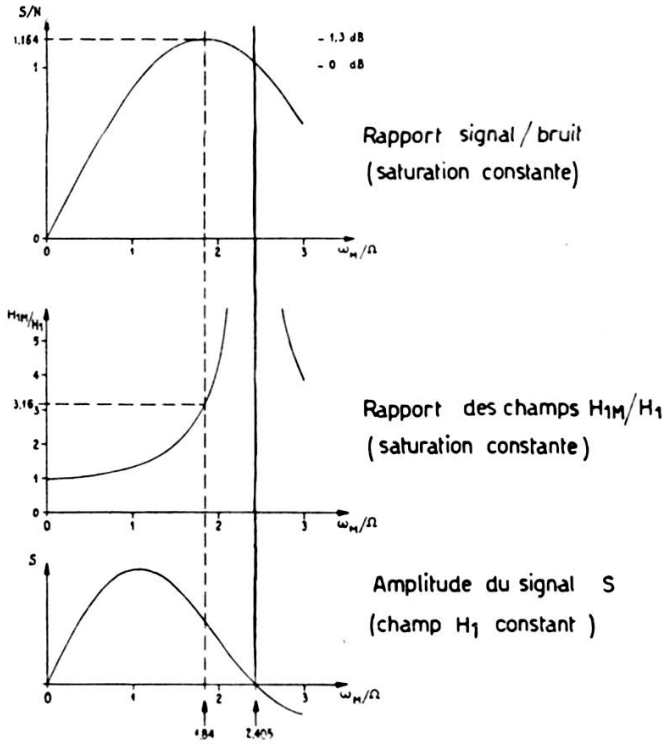

Fig. 1 Relations dans la technique de bande latérale

amplitude de signal maximum, quand l'amplitude relative de modulation est de 1,84; elle est même plus grande que le signal stationnaire d'un facteur 1,16. Comme le bruit blanc sera transmis inchangé dans le procédé de bande latérale, le rapport signal-bruit sera aussi amélioré de ce facteur par rapport au cas stationnaire. Mais comme la partie basse fréquence du bruit contient les variations du Leakage, cette partie dépassant donc le bruit de Johnson, ce rapport sera d'autant amélioré que dans le redressement synchrone, cette partie du bruit sera éliminée.

Dans le milieu de la figure 1 est représenté le rapport d'amplitude du champ de haute fréquence $\frac{H_{1M}}{H_1}$ nécessaire à l'obtention du même degré de saturation. Celui-ci est aussi fonction de l'amplitude de modulation. Pour

une amplitude de modulation optimum, le champ de haute fréquence H_{1M} doit être choisi avec un facteur 3,16 fois plus élevé que H_1 pour la méthode stationnaire.

La méthode à suivre consiste tout d'abord à déterminer avec la méthode stationnaire, de la manière classique, la saturation, puis à choisir la valeur désirée de H_1 en dessous de la saturation. Lors du passage au procédé de

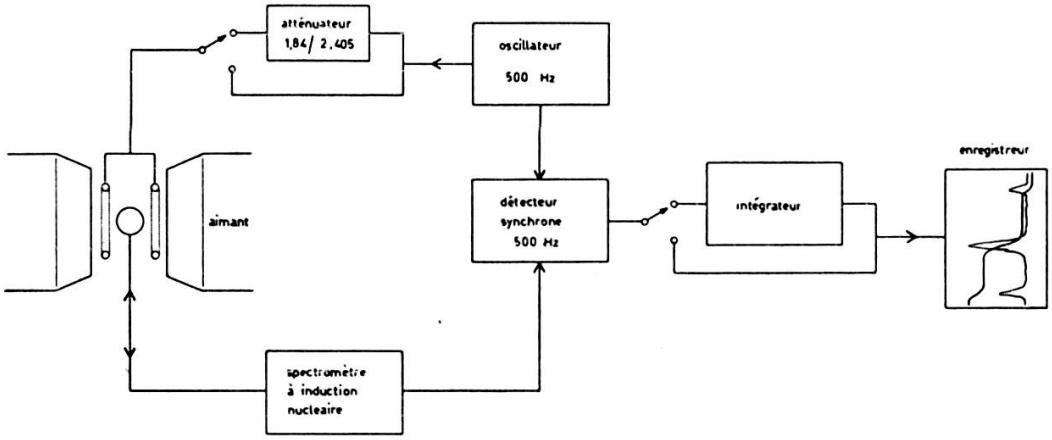

Fig. 2 Schema en bloc du spectromètre avec modulation bande-laterale et intégrateur

bande latérale, ce champ sera multiplié par le facteur 3,16. On doit alors chercher l'amplitude de modulation optimum. Ceci ne peut cependant pas se produire par le fait que le maximum de l'amplitude de signal sera cherché en fonction de l'amplitude de modulation, parce qu'alors le degré de saturation serait modifié (la courbe sur la figure 1, en haut, serait alors déplacée). Il y a pourtant une valeur déterminée, indépendante de la saturation et de l'amplitude de modulation; cette valeur est celle pour laquelle le spectre principal s'annule exactement.

Cette valeur se trouve à $\frac{\omega_M}{\Omega} = 2{,}41$ (voir figure 1, en bas). Si après avoir obtenu cette valeur on réduit l'amplitude de modulation d'un facteur de $\frac{1{,}84}{2{,}41}$, on obtient les conditions dans lesquelles le rapport signal-bruit atteint son maximum et le spectrographe est alors réglé pour la prise de spectrogrammes.

L'appareillage supplémentaire nécessaire à cette méthode est représenté dans le schéma d'ensemble de la figure 2. Pour la méthode stationnaire, on adjoint au spectromètre un oscillateur 500 Hz et un détecteur synchrone

de 500 Hz. La tension de 500 Hz sera appliquée sur deux bobines placées entre les pièces polaires de l'aimant où elle produit la modulation de champ pour la production de bandes latérales, réglable en amplitude. Un atténuateur de rapport de $\frac{1,84}{2,41}$ permet un étalonnage rapide, comme il est indiqué plus haut. Le spectrogramme peut être enregistré directement ou peut être connecté à un intégrateur électronique qui sera décrit plus tard [1].

BIBLIOGRAPHIE

1. G. Camponovo, B. Marugg, L. Wegmann, Intégration électronique des signaux d'absorption de résonance magnétique nucléaire. *Archives des Sciences*, *10*, 1958.
2. L. Wegmann, *Chimie et Industrie*, *77*, 1051, 1957.
3. H. Primas, Hs. H. Günthard, Ein Kernresonanzspektrograph mit hoher Auflösung. *H.P.A.*, *30*, 297, 1957.
4. H. Primas, Ein Modulationsverfahren für die Kernresonanzspektroskopie mit hoher Auflösung. *H.P.A.*, *31*, 17, 1958.
5. K. Halbach, *H.P.A.*, *27*, 259, 1954 et *29*, 37, 1955.