

オートダイナ回路を用いたプロトンの磁気 共鳴吸収による磁場の測定

庄 野 久 夫

Measurement of Magnetic Field by Proton Resonance Using an Autodyne Circuit

Hisao SHONO

ABSTRACT: In order to determine the accurate magnetizing curve of an electromagnet for the experiment of microwave paramagnetic absorption, proton resonance using a modified autodyne detector has been used. Although the circuit is simple, it has high sensitivity. With this circuit, absolute values of magnetic fields ranging from 50 to 5200 Oersteds were measured. Practices in measurements are described in detail.

(Received June 18, 1952)

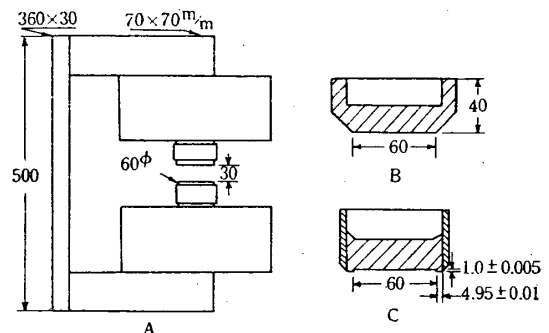
I. 緒言

強磁性体あるいは常磁性塩のマイクロ波の吸収実験に用いる電磁石⁽¹⁾の作る磁場の絶対値を正確に知る必要があつたので、プロトンの磁気共鳴吸収を用いて校正を行い、また磁場の不均一などを測定した。本文にはその実験結果と、オートダイナ法による測定法について述べたいと思う。はじめに試みた回路は H. A. Thomas 等⁽²⁾の用いた Amplitude Bridge で、続いて菊地氏等⁽³⁾の試みた井上回路、A. Robert⁽⁴⁾、亀井氏⁽⁵⁾の用いた超再生回路を順次試みたが、磁場の不均一のため、いずれもプロトンの共鳴を検出することができなかつた。しかし M. H. Rose⁽⁶⁾の方式で磁極に Shimming を施す事によつて起再生の方式で先ず共鳴点の検出ができた。次に A. Robert⁽⁴⁾や N. J. Hopkins 等⁽⁷⁾が用いたオートダイナ法を用いたが、一般には感度が低いので、3000 エルステッド以下の測定は困難であつた。そこで幾つかの点を考慮する事によつて 50 エルステッド程度の共鳴シグナルを得る事ができた。また磁極

の不均一性に就ては 8 MC の標準電波を校正用に用いて測定した。なおこれらの実験は殆んど硝酸鉄を溶かした水の中のプロトンを用いて行われた。

II. 測定を行つた磁石

第 1 図 A のような大型マグネトロンに用いられた電磁石について行つたのであるが、これはマイクロ波の実験用に B のような磁極がつけられていた。この間隙では上記のようにいずれの方法によつても遂にシグナルの検出は不可能であつた



第 1 図

が、Rose の計算値から周辺突起部すなわちリムの寸法を決めて C の如く改造した。この時始めてシグナルを得たわけであるが、測定の都合上、各磁極を取付けるための真鍮のガイドの上に 0.6 m/m の線をそれぞれ 40 回宛巻き、6V の出力を持つ変圧器をつなぎ、その一次側をスライダックによつて調節して 50 サイクルによる変調を行つた。

磁石は 1 図のように磁場の方向が垂直になるように置き、間隙の長さを加減する装置は何も持っていない。また間隙にスペイサーなどを用いなかつたために、磁場が強くなるに従つて、幾分間隙が縮まり約 6000 エルステッドの時に 1m/m 程度接近したが、そのままの状態で行つた。

III. 検出装置

(a) 超再生方式

はじめに第 2 図 A の自励式超再生方式を試み、コイルは外径 10m/m、長さ約 25m/m 程度のアンブルの中に硫酸銅の飽和溶液を入れて、その上に 0.35 m/m の 2 重絹巻線を巻き、検出にはその発振器の傍にスーパーヘテロダイン受信機を置き、発振器から輻射される電波を受信した。超再生特有の雑音の中に出現する極めて強勢なシグナルを得る事ができた。しかしこの方式の特徴である多重同調現象があり、時には 10 数本のシグナルが連続してブラウン管面上にみられた。この現象は発振管のグリッド或いはプレート回路の

C. R などの時定数で発振波の変調周波数がきまり、顕著なサイドバンドが数多く伴い、その 1 つ 1 つでプロトンのシグナルが現われるのであつて、真の同調点を見出す事は困難であつた。このとき時定数やプレート電圧などを加減すれば、この現象は或程度軽減され 2 図 B のような信号を得る事ができた。しかし乍らこのような状態を広い範囲に亘つて実現することは困難であつたので、次に他励式超再生方式を試みた。この場合にはクエンチング電圧の振巾、波形、周波数などを適当にえらぶ事によつて、あまり多くの多重信号を伴わずに感度のよい状態が得られた。またブラウン管に現われた多重信号のうちで、真の共振点であるシグナルは、クエンチング周波数を変化させても移動しないが、サイドバンドによるものはそれぞれ左右に移動するので区別することはできる。

こうして比較的簡単に共鳴シグナルを捉えることが出来て、1340 から 4120 エルステッド迄の磁場の測定を行う事ができた。この時の磁場は同調周波数から次のようにして求めた。F. Bloch⁽⁸⁾ が簡単な実験の結果与えた式では

$H = 2.369 \times 10^{-4} f$ cycle/sec であるが、この時にはプロトンの Gyromagnetic Ratio を γ とし、 $\gamma = 2.79353 \frac{e}{M_p C}$, $M_p = 1.67248 \times 10^{-24}$ gr, $C = 2.99776 \times 10^{10}$ cm/sec として計算した値の $H = 2.3481 \times 10^{-4} f$ cycle/sec を用いた。また最後には H. A. Thomas 等⁽⁹⁾ が行つた精密な実験から得たプロトンの磁気能率から次の式を得て用いた。

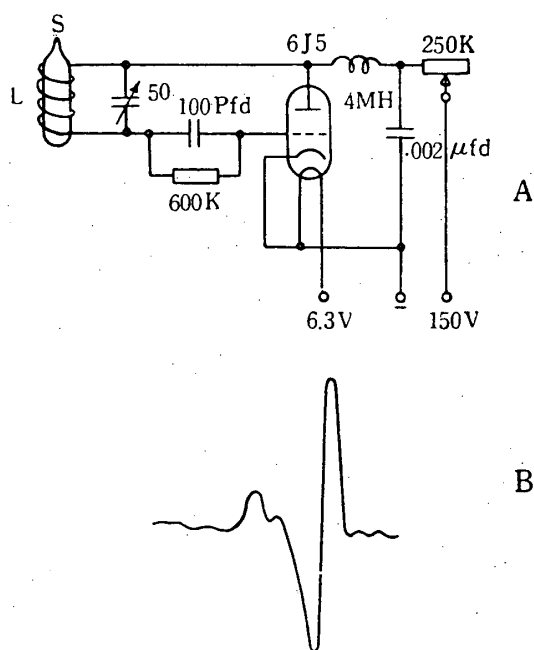
$$H = 2.3486 \times 10^{-4} f \text{ cycle/sec} \quad (1)$$

以上のように超再生方式は可なり感度を持っているが、信号対雑音比が悪く、調整個所も多く、また同調点が比較的ブロードであつたので、広い範囲の磁場を正確に求める事はむつかしかつた。

以上の実験でクエンチング電圧を止め、単なる再生式としてもシグナルを微弱ながら得る事ができたので、続いて再生式の場合でもどの程度迄感度を何上できるかを試みる事にした。

(b) オートダイン法

ヘテロダイン検波のうちで発振と検波を同一の真空管で行うこの方式の場合、グリッド検波がプレート検波に比べて一般に感度が高いので、専ら



第 2 図

前者について考える事にする。この場合一般には信号が外部から与えられた時の感度は、発振電圧が制御グリッドとカソードの形成する2極管に流す電流によつてきまる働作点と、この低周波出力を増巾する3極管または5極管としての相互コンダクタンスの状態によつて決る。一般に発振は極めて弱く、しかも管のコンダクタンスの最大の所に於て最高の感度がある。一方コイルの中の試料の中にある原子核が吸収できるエネルギーには限度があり次の式で示すことができる。

$$P = \frac{2I}{2I+1} \cdot \frac{N}{t} \cdot \frac{(h\nu)^2}{kT} \quad (2)$$

ここで I は原子のスピンの数、 T は温度、 N は原子核の数、 ν は周波数、 t は弛張時間である。

例えば室温で 1cc の水が 30MC で吸収し得る電力は僅かに 10^{-9} watt の程度にすぎない⁽⁴⁾。更にこれ以上の電力では却つて飽和現象のために吸収される電力はだんだん減少する⁽¹²⁾。

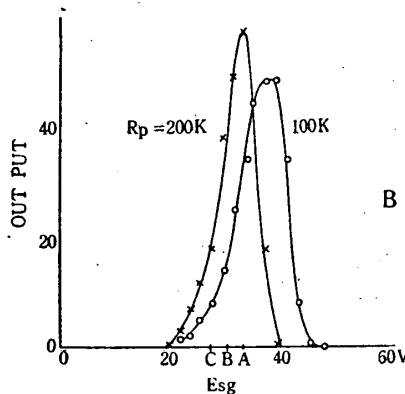
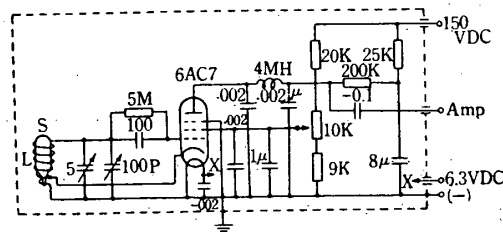
このような状件の下に適当な検波状態をみつめるためには、発振強度は可なり滑らかに、しかも広い範囲に亘つて変化させる事が必要となつて来る。そこでこの調節を行うためにとられる一般的な方法は反結合発振器ではフィードバックの量を加減することである。このフィードバックの量を a とすれば、これは次の式で示される。

$$a = \frac{MGm}{C} \quad (3)$$

ここで M はコイルの結合係数、 Gm は発振検波管の実効コンダクタンスで、 C は同調回路の合成容量である。そこでこれを行う実際的な方法は次のようなものである。(1) 結合コイルに並列にコンデンサーを入れて加減する。(2) プレート電圧を変化する。(3) 4極又は5極管の場合はスクリーングリッド電圧を変化する。(4) 結合用コイルの位置又は大きさを加減する。

さて今迄に行われているこの方式での実験⁽⁴⁾はいずれも3極管を用いているが、3極管ではグリッド・プレート間の静電容量が大きく、発振強度の変化を発振周波数の変化のないように行うことは困難で、特に周波数が高くなるに従つて著しい。結局 Gm の大きい5極管を用い、(3)の方法で行うのが最もよいと考えられるが、この場合スクリーングリッドの変化によつて感度が大きく

左右される事は見のがせない。これについては梶井氏の実験が⁽¹⁰⁾あるが、実際に数値を決定するために第3図Aの回路で実験をくり返した。

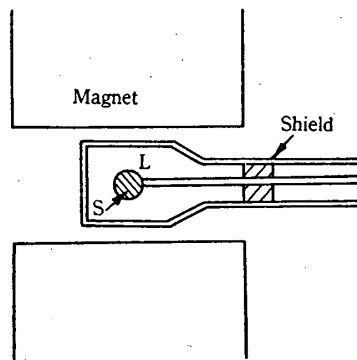


第3図

先ずカソードを接地してフィードバックをかけない状態にして、コントロールグリッドから大体同調周波数の共振点に近い周波数の変調波を入れ、スクリーングリッドの電圧を変化させた。この時の変調出力の模様を同図Bに示す。負荷抵抗が低くプレート電圧が高い程、働作する電圧範囲は広くなり、最良点の電圧は高くなる。また入力電圧の変化でこの山の高さは変化するが頂点を与えるスクリーングリッドの電圧は変化しない。そこで発振検波にした状態で最も感度を高くするためには、例えば負荷抵抗 200 KΩ のとき B 図の頂点に対する A に近くて、それより低い B 点で発振状態になるように、結合用のコイルすなわちこの場合はコイルのタップの位置を調整することが望ましい。C 点附近で発振を始めるようにすると、電圧が A 点に近づくに従つて発振は所謂軟発振から硬発振に移り、超再生状態になつてしまう。 Gm の高い真空管では結合用のコイルの回数或いはコイルのタップ位置の調整は非常に微妙で、別々に捲いた結合用コイルの間隙又は回数などを変化する方が容易であつた。しかし簡単のためにこの実験ではタップをとつて用いた。グリッド抵抗はなるべく高いものの方が発振への移行が

滑らかに行くので、ここでは $5M\Omega$ を使った。この検波器の後には 3 段の低周波増巾器を設け受信器できくか、整流したものを $100\mu A$ の電流計で指示させるようにした。

なお低周波には 2 段の L. C からなる低域濾波器を入れて、200 サイクル以上を遮断することもできるようにした。また 2MC の水晶発振器を組込み較正用とした。コイルは長さ 30 cm 程の 3 本の線を夫々間隔 1.5cm に並行に延長し、その先端にとりつけた。このままでは非常に多くの電信、電話が受信されるので、上と下だけをシールドし、側面は時折り標準電波を入れるためにあけて置いた。しかしこの場合にはアンテナを近づけぬ限り妨害を受けることはな

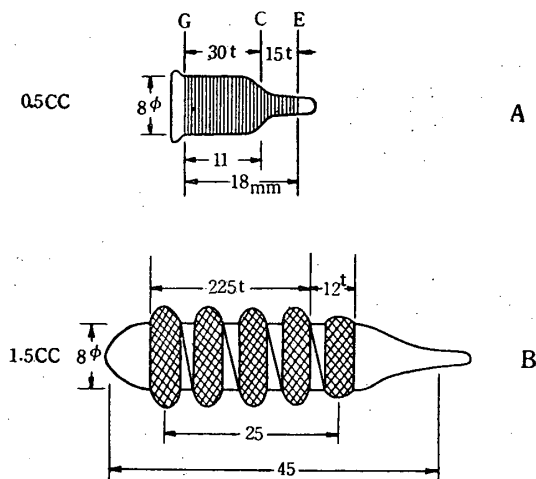


第 4 図

かつた。これを第 4 図のようにコイルの軸を直流磁場に対して垂直に置いた。

コイルの寸法は第 5 図に示してある。ガラスの容器には $Fe(NO_3)_3$ の 1/3 N の水溶液を入れ、口を封じた上でこの上に直接エナメル線を捲いた。

22~8 MC の周波数範囲では A の容器の上に 0.3mm の絹捲線を、8MC~500kc では 0.2mm のエナメル線を、500 kc~200 kc では B の容器の上に 0.1mm のエナメル線をまいて用いた。次に試料を入れたガラス容器は磁石の関係上水平に



第 5 図

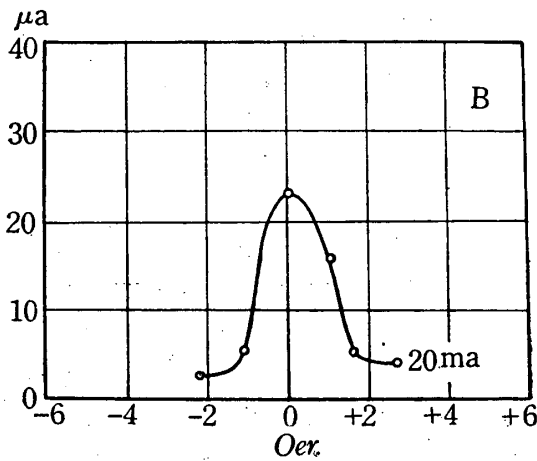
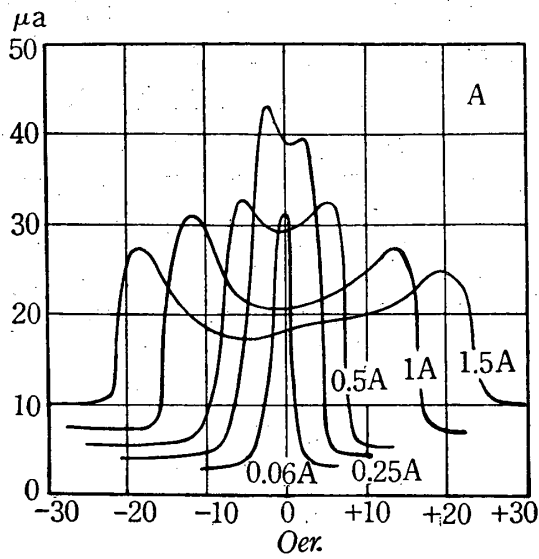
置いたので、容器を封じた場合残った気泡が振動で動揺すると、発振の強度が変化するので、シールド板との間に綿をつめ、また装置全体を磁石の台とは別の自在台の上に支えて用いた。また外部からの静電誘導を極力さけるために、検波部及びシャーシの底部をシールドし、シャーシ、磁石、磁場変調コイルの midpoint などを接地した。装置のフィラメント電源には蓄電池を用い、プレート電圧は放電管で安定化された整流電源から 150 V を供給した。また磁場変調コイルは直流磁場及び変調磁場を大きくした時、振動を伴い勝であつたので、磁極になるべく強く固着するように捲いた。

IV. 測定結果

(A) 磁場の均一性の測定

コイルは第 5 図 A のように捲き、200 度目盛のダイヤルの中央附近で 8MC に同調し、その前後約 40 度は 1 度当りの周波数変化を 2.5 kc 程度とした。

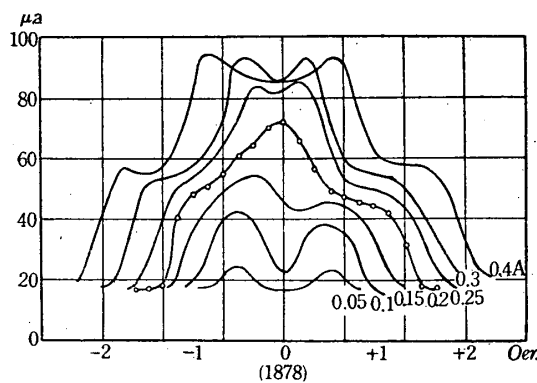
その上に主同調コンデンサーを入れて中心周波数の変化が補えるようにした。スイッチを入れてから 30 分以上たてば、殆んど周波数の変動は認められなかつた。この上に R カットの 2MC の水晶を発振させ、その高調波で較正し乍ら実験を行ったが、この水晶の高周波で 8MC の波は、標準電波に比べて約 200 サイクル低かつたので、その点は考慮に入れて用いた。また時々この水晶の較正を標準電波で行つた。しかし一方磁石の銅線の抵抗の温度変化による磁場の変動が遙かに大きく、1880 エルステッド附近では 1 分間に 1~2 エルステッド程度になることもあつた。電池は十分に充電を行い、その後 1 時間半以上磁石に電流を通し、温度変化が飽和すると同時に蓄電池の最良の状態での測定を行うようにした。測定の結果の 1 例を第 6 図に示す。これはコイルを磁極のほぼ中心に置き、変調電流を変えて、ダイヤルの読みに対する出力電流を記録したもので、A では変調電流の減少とともに巾はせまくなり、バックグラウンドの誘導によるノイズレベルが低下しているのがみられ、変調電流 20 mA の時は B のようになりこの時の半値巾は約 1.2 エルステッドであつた。次で 8MC 附近でダイヤルの変化に対する周波数の変化を極力小さくして、100 度の前後約 80 度の間は 1 度当り 1.37 kc になるようにし、精



第 6 図

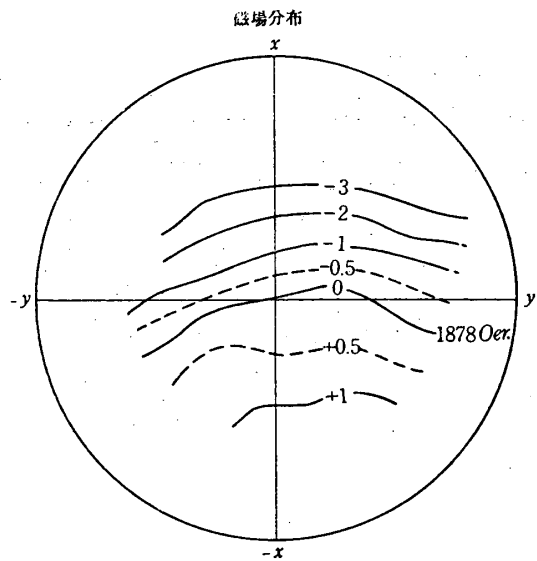
密に磁場の変化をはかる事にした。この時の1例を第7図に示す。これは中心より少し離れた位置であつて複雑な変化をしている。このように出力の変化は変調磁場の大きさと、その位置の不均一さとに関連している。

変調磁場がサンプルの範囲の磁場の不均一より



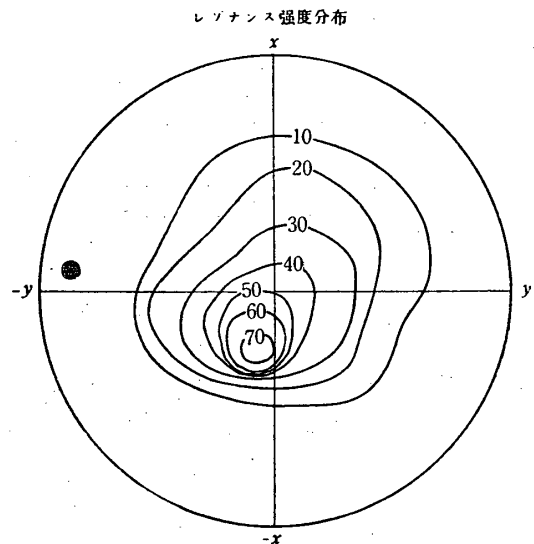
第 7 図

大きいと、図の山は2つに分れるが、これらについては後に述べる。さて磁極の中には磁場によつて均一性は違うので最適の変調電流をきめる事はむつかしかつたが、便宜上 200MA として次のような実験を行つた。先ずコイルを磁場の中心に置き第10図のように $y-y'$ をきめ、それと直角の方向を $x-x'$ とし、それぞれ 4mm の間隔でコイルの中心を移動させ、その時現われる出力の最高点に対する周波数を磁場の強さに引直して書いたのが第8図である。磁極の全面に亘つて信

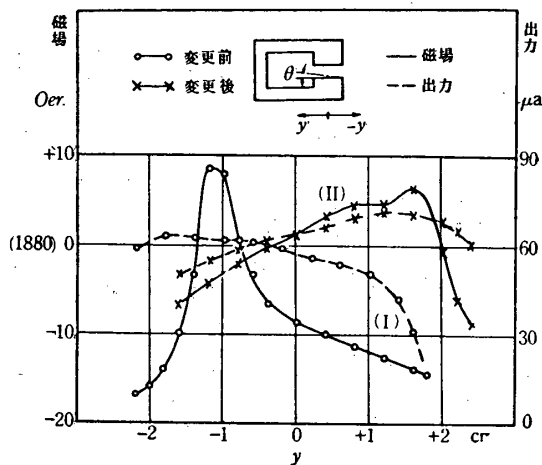


第 8 図

号を検出する事はできず、相当な不均一さを示している。この時の出力の最高値で等高線を描くと第9図のようであり、明らかに頂点が現われ、第8図で見る均一性の良い位置で著しく強い信号が得られる事を物語っている。再び $x=0$ の点

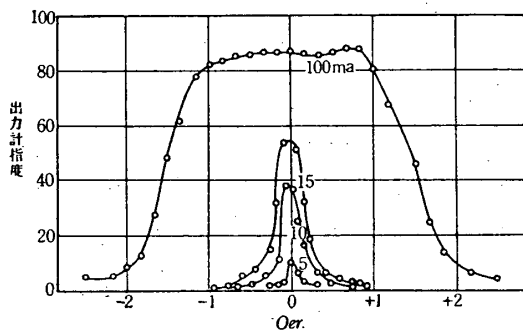


第 9 図



第 10 図

で y 方向に位置を変えて磁場の強さと出力の変化をとつたのが第 10 図 (I) の曲線である。これは磁極の前側が僅かに間隔が短くなつていてと考えられたので磁極片を約 2 度後方を上げて取つけると (II) のようになり、補正が利きすぎた事がわかつた。次で最も出力の大きい点すなわち均一性のよい場所で変調を変えて測つたのが第 11 図であり、5mA の変調の時に得た半値巾は約 0.1 エルステッドである。

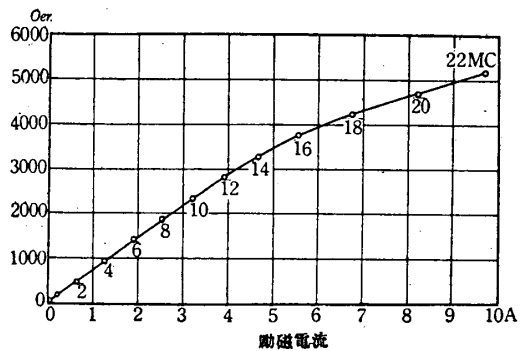


第 11 図

(B) 磁石の磁化曲線の測定

上記の磁化曲線を正確に求めるために次のような実験を行つた。先ず同調コンデンサーの容量を 100 pf 程度として、コイルは第 5 図 A のように試料の上に適当に捲いた。これを磁極の中央に置くと相当強い共鳴シグナルを得る事ができたので、コイルを多く取替る事をせず、同調コンデンサーに並列に固定コンデンサーを加えて行き広い範囲の共鳴をはかることができた。しかしこの場合周波数が高い方ではカソードタップの位置は極めてアース側に近くなり、22MC のときには真空

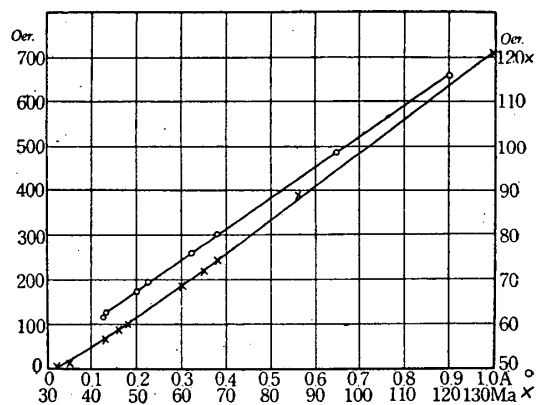
管からコイルに至る約 40cm の 3 本の線のインダクタンスが大きくきいていて、接地側の線と、カソード側の線はそれぞれほぼ中央で短終した程度で充分な結合が得られた。2~22 MC の間は 2 MC の水晶発振器の高調波を利用したが、4MC, 8MC は直接 JJY と 10MC はハワイの標準電波 WWVH とで較正を行うことができた。こうして得たのが第 12 図で 4000 エルステッド附近から



第 12 図

上では飽和現象が現われている。なおこの電磁石の磁路は硅素鋼板が用いられている関係上、ヒステリシスは比較的少いようであるが、例えば 2200 エルステッド附近では電流を 0 から上げて行つた場合と、6 A 位から下げて行つた場合とでは約 1.3% の開きがあつた。この測定では電流の上昇過程で測定してあるが、測定点附近では極くせまい範囲で上下させてとつたものである。

次にこの方式で 500 エルステッド以下の磁場を測定する事を試みた。試料は同じものでこれに 0.2mm のエナメル線を第 5 図 A のようにまき、励磁電流を 1A 程度から下げて行つて第 13 図の



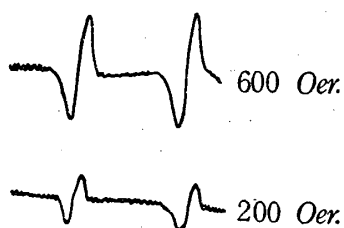
第 13 図

ように 658~119.5 エルステッドの点をもつばら同調コンデンサーに固定コンデンサーを附加して行く丈けでとることができた。更にこれ以下の点を測るため第 5 図 B のように試料の容器を長くし、その上に 0.2 mm 線を 5 つのセクションに分けて乱捲とし、これに段々と大きい値の容量を加えて 88.2~50~50.55 エルステッドの間に 9 つの測定点を得た。50.55 エルステッドの時に並列に入れたコンデンサーは約 2200pf であつた。この時の S/N は 3 位であつた。なお磁場の低下に伴つて共鳴曲線

の中もせまくなるので、変調電流も極めて小さくまた微細に調節する必要が認められた。

第 14 図には 600 エルステッドと

200 エルステッドの時の共鳴シグナルのブラウン管上の模様を示した。



第 14 図

V. 考 察

主としてオートダイン法の場合に就て考える。上記の場合のように発振コイルの中に試料を入れると、共鳴の起きた時には試料の磁氣的サッセプティビリティの中の実数部と虚数部が変化する。実数部のためには周波数の変化を受け、虚数部のためには振巾の変化が起る。そのため一般に共鳴により検波管の出力にあらわれる電圧波形は単純な吸収曲線すなわちベル形とはならず、むしろ微分波形としてあらわれる。この場合低周波増巾器の特性上過渡現象による波形の歪みも加わつて更にこの傾向は強くなる。さて磁場の絶対値を知る目的からは共鳴曲線の中はできる限り狭い事が望ましいのであるが、この巾を決定するのは、ほとんどその磁場の均一さであつて、純粋な水で測つた R. M. Brown⁽¹¹⁾ の結果によれば半値巾は 2.7 ミリエルステッド以下になつており、H. A. Thomas 等⁽⁹⁾ は 4700 エルステッドで 0.3 エルステッドの巾を硝酸鉄の 1/3 N 溶液で得ている。

この場合試料に加える常磁性イオンは飽和値を高くして吸収量を大きくするために用いられるが、N. Bloembergen⁽¹²⁾ の行つた実験などからみても、イオンを加えた事によつて起る共鳴点の移

行は僅かで、この場合の目的には殆んど無視できると考えられる。実際にはこの場合のように吸収曲線の中がもつばら磁場の不均一によつて左右されるときには、変調を行う磁場の強さによつて、この実験のように出力を整流して電流計を振らせている場合にはみかけの中や、出力の示す曲線は変化して来る。すなわち変調磁場の中がその磁場の不均一さより小さい場合には第 7 図の 0.15 A 以下の場合のように 2 つの山に分れて平均磁場を求めるのに困難となり、変調電流を適当に増加すると図の 0.2 A の時のように比較的単純な単峰特性の出力となる。これより変調を深くすると、再び山がわかるが、平坦部分が広がるのみである。

また変調周波数が或程度大きいと、変調される為に出る側帯波に対しても共鳴点があられるようになるので、受信出力の S/N が大きくて、しかも側帯波のえいきようを受けないようになるべく低く撰ぶ必要がある。このほか全体として測定の精度を左右するものに周波数の読取精度がある。標準電波やこれで較正された水晶発振器の電波と同一周波数での測定には零ビートの中で共鳴信号を得る事も可能なので、 10^{-5} 程度は確保できるが、それ以外の点ではもつばらダイヤルの精度と、周波数の安定度が大きくきいてくし、磁石の励磁電流を読む電流計の精度にも関係する。結局電流計の読みの 10^{-3} という程度に抑えられてしまうが、この程度の精度で現在のところマイクロウェイブの諸測定には差支ない。このほか共鳴による吸収量と出力との関係は磁場の絶対値の測定には殆んど関係はないが、吸収曲線の形を考える必要のある場合には重要な問題である。しかし現在の所検波器の特性は殆んど自乗特性の範囲で偽作していると見なしているが、くわしい検討は次の機会にしたい。なおこの場合には 1 cc 前後の水で 50 エルステッドまでの相当の感度があつたことは、これより均一性のよい磁場では更に低い値まで測定し得る可能性があると言ひ得よう。また以上の実験で得られた感度は主として磁場の均一性がきいていて、吸収量を大きくする目的で試料を大きくすると、かえつて出力が減少することがあり、また極めて小さい資料ではそれ自体の吸収量が小さく、また必然的に細い線を用いるこ

とになりコイルの損失は増すので、適当な大きさというものが存在する。第 5 図 A の試料では 1cm 当り 2 エルステッド以上の傾度の場所では共鳴の信号は得られなかつた。この事は特別に小さい試料をしかも感度も更に高い回路とともに用いない限り、一般に使用される電磁石の磁場を測定することは不可能なことを物語っていると思う。さらに感度に影響があるものは周波数の関係で、吸収量は(2)式にある通り、周波数の自乗に比例しても、実際には周波数の上昇とともに回路の損失が増し、検波能力の低下があるほか、コイルまでの線長がきいてきて、有効に試料との結合が得られなくなる。また低い周波数ではなるべく回路の Q を上げる意味で L を大きくすると、一定の大きさの試料では結合度が減少するので、やはり実験には適した周波数があり、これは 5~20MC の程度であつた。広い磁場の範囲をこの周波数範囲で測定するためには Li^7 を使用すればより強い磁場が、ジフェニル・ピクリル・ヒドラジル、 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{N}-\text{NC}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3^{(13)}$ などが利用できればより低い磁場がこの装置で測定できると考えられる。

IV. 結 言

以上は現在までに発表されている幾つかの磁気共鳴吸収検出装置中の簡単な 1 つのオートダイナ法を用いて、可なり広い範囲の磁場の絶対値を測定した。また磁石の特性を二、三の点について調べた。

終にのぞみこの研究を直接御指導下さつた熊谷寛夫教授に心から感謝を捧げる。またこの実験のため種々御教示を賜つた村川潔教授ならびに亀井享氏をはじめ、助力を与えられた青木賢司氏に厚く御礼を申しあげる。

文 献

- (1) 熊谷寛夫, 大野和郎, 林巖雄, 阿部英太郎, 庄野久夫, 射場本秀子, 日月繁信, 島田順二: 理工研報告, 5 (1951), 135.
- (2) H. A. Thomas, R. D. Hantoon: *R. S. I.*, 20 (1949), 516.
- (3) 菊地正士, 伊藤順吉, 神田貞之助, 益田義賀, 日下履一郎: 日本物理学会分科会発表, 4 月 (1950).
- (4) A. Robert: *R. S. I.*, 18 (1947), 845.
- (5) 亀井享: 理工学研究所第 6 回講演会, 6 月 (1950).
- (6) M. H. Rose: *Phys. Rev.*, 53 (1938), 715.
- (7) N. J. Hopkins: *R. S. I.*, 20 (1949), 401.
- (8) F. Bloch, W. W. Hansen, M. Packard: *Phys. Rev.*, 70 (1946), 474.
- (9) Harold A. Thomas, Raymond L. Driscoll, John A. Hipple: *Rept. N. B. S.*, 44 (1950), 569.
- (10) 梶井謙一: *CQ*, 1 (1947), 7.
- (11) Richard M. Brown: *Phys. Rev.*, 78 (1950), 530.
- (12) N. Bloembergen, W. C. Dickinson: *Phys. Rev.*, 79 (1950), 179 L.
- (13) Martin A. Garstens: *Phys. Rev.*, 81 (1951), 645 L.

(1952 年 6 月 18 日受理)