Amélioration de la sensibilité des magnétomètres à résonance paramagnétique

D. Bourdel, P. Boujol, J. Pescia

► To cite this version:

D. Bourdel, P. Boujol, J. Pescia. Amélioration de la sensibilité des magnétomètres à résonance paramagnétique. *Revue de Physique Appliquée*, 1972, 7 (1), pp.23-27. 10.1051/rphysap:019720070102300 . jpa-00243591

HAL Id: jpa-00243591

<https://hal.science/jpa-00243591>

Submitted on 1 Jan 1972

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

AMÉLIORATION DE LA SENSIBILITÉ DES MAGNÉTOMÈTRES A RÉSONANCE PARAMAGNÉTIQUE

D. BOURDEL, P. BOUJOL et J. PESCIA

Laboratoire de Magnétisme et d'Electronique Quantique
Université Paul Sabatier, 31, Toulouse

(Reçu le 11 juin 1971, révisé le 15 novembre 1971)

Résumé. — L'utilisation de la résonance paramagnétique offre de nombreux avantages pour la réalisation d'un magnétomètre. Mais celui-ci ne sera utilisable en pratique qu'à la condition de présenter une sensibilité suffisante. Une précédente réalisation menait en effet à la sensibilité assez modeste de 10 gammas.

Nous avons procédé à une étude théorique qui nous a permis d'optimiser les paramètres. Nous avons ensuite réalisé un appareil dans lequel la détection de la résonance s'effectue à l'aide de bobines de Bloch. La sensibilité obtenue est de 350 milligammas.

Abstract. — The use of paramagnetic resonance as a basic technique offers many advantages in designing a magnetometer. But, for practical applications, such an apparatus must have enough sensitivity. The rather poor results obtained through an earlier paramagnetic resonance magnetometer were of 10 gammas.

A theoretical study has been developed and its results were used to optimize the physical parameters. As a result of this study, an apparatus using Bloch's coils was built. The sensitivity obtained was of the order of 350 milligammas.

I. Position du problème. — La résonance magnétique nucléaire a permis de réaliser un certain nombre de magnétomètres : magnétomètre à protons [1], à maser [2], à oscillateur de spin [3], à polarisation dynamique [4].

La résonance paramagnétique électronique (RPE), mise à part son intervention indirecte dans la polarisation dynamique, ne semble avoir fait l'objet que d'un seul essai et ce il y a quelques années [5], [6]. Il semble que la sensibilité relativement modeste obtenue alors, ait freiné le développement de cette technique.

La RPE présente pourtant plusieurs avantages remarquables pour la mesure des champs magnétiques. Elle permet en effet :

1° La mesure des variations rapides du champ, car elle présente couramment des temps de relaxation spin-réseau T_1 inférieurs à la microseconde [7].

2° La détermination de la direction du champ à mesurer.

3° La réalisation d'un appareil simple, d'un poids et d'un volume peu importants puisqu'il ne met en jeu que quelques bobines et une électronique assez réduite. La miniaturisation de l'ensemble est donc facile.

L'ensemble de ces qualités ne sera cependant d'une utilité pratique qu'à la condition de doter l'appareil d'une sensibilité suffisante. C'est pourquoi nous avons repris l'étude d'un magnétomètre à RPE, en faisant porter d'abord notre effort sur la sensibilité. On verra

que nos expériences apportent dans ce domaine, une amélioration très nette par rapport aux travaux antérieurs.

II. Théorie élémentaire du magnétomètre à RPE. —

A. PRINCIPE DE LA MESURE. — Si l'on crée la RPE avec un champ Zeeman de la forme :

$$H_0 = A \cos \Omega t$$

on observe, dès que l'amplitude A est suffisante, une raie formée de deux pics symétriques par rapport à l'origine (Fig. 1a).

En adoptant un système de coordonnées signaux-temps on obtient encore une raie présentant, à l'intérieur d'une période, un centre de symétrie (Fig. 1b). Le signal ne contient alors que des harmoniques impaires en Ω . Si l'on superpose maintenant au champ précédent une perturbation magnétique B colinéaire, l'échantillon « voit » le nouveau champ Zeeman :

$$H_0 = B + A \cos \Omega t. \quad (1)$$

La symétrie disparaît alors (Fig. 1c). Il y a apparition d'harmoniques paires. Le terme en 2Ω , proportionnel à B , en permet la mesure.

B. CALCUL DE L'EXPRESSION DU SIGNAL [8]. — (Nous ne donnerons ici que les grandes lignes de ce calcul dont la description détaillée fera l'objet d'une autre publication.) Lorsque le champ Zeeman est du même

FIG. 1. — *a*) Signal de résonance en présence d'un champ Zeeman sinusoïdal, en fonction du champ magnétique. *b*) Signal de résonance en présence d'un champ Zeeman sinusoïdal, en fonction du temps. *c*) Déformation du signal de résonance par une composante statique B du champ.

ordre de grandeur que le champ radiofréquence ou la largeur de raie, l'aimantation macroscopique $\mathbf{M}$ et son évolution sont régies par l'équation de Bloch « modifiée » [9] :

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = \gamma \mathbf{M} \wedge \mathbf{H} - \frac{\mathbf{M} - \chi_0 \mathbf{H}}{T} \quad (2)$$

où $\mathbf{H}$ est la somme $\mathbf{H}_0 + \mathbf{H}_1$ des champs Zeeman et radiofréquence, γ le rapport gyromagnétique, χ_0 la susceptibilité. On a supposé, ce qui est légitime en champ faible : $T_1 = T_2 = T$ [10]. (T_2 : temps de relaxation spin-spin).

Soient u et v les projections de $\mathbf{M}$ sur le trièdre mobile lié à $\mathbf{H}_1$. Si $\mathbf{H}_1$ est un champ tournant unique on résout (2) assez facilement ce qui fournit :

$$u \sim \chi_0 H_1 \frac{1 - \omega_0(\omega - \omega_0) T^2}{1 + T^2(\omega - \omega_0)^2} \quad (3)$$

$$v \sim -\chi_0 H_1 \frac{\omega T}{1 + T^2(\omega - \omega_0)^2}$$

(ω et ω_0 désignant respectivement les pulsations de $\mathbf{H}_1$ et de résonance).

Lorsque $\mathbf{H}_1$ est un champ oscillant, c'est le cas de nos expériences, il est décomposable en deux champs tournants de vitesses angulaires ω et $-\omega$. Les composantes de l'aimantation s'obtiendront cette fois en faisant la somme de deux expressions du type (3) correspondant chacune à l'un des champs tournants. Dans notre appareil, la détection de la résonance utilise des bobines de Bloch [11], travaillant en dispersion. Nous recueillons donc un signal proportionnel à (Fig. 2) :

$$u_y = -v(\omega) + v(-\omega) \\ = \chi_0 H_1 T \omega \left[\frac{1}{1 + T^2(\omega - \omega_0)^2} - \frac{1}{1 + T^2(\omega + \omega_0)^2} \right] \quad (4)$$

FIG. 2. — Courbe théorique donnant la dispersion en fonction du temps pour une détection par bobines de Bloch.

Cette expression a été établie dans les hypothèses suivantes, qui correspondent à nos expériences :

$$\Omega T \ll 1, \quad \gamma H_1 T \ll 1.$$

Elle montre que, en dehors de la saturation, on a avantage à travailler avec une valeur relativement élevée de H_1 . Nous avons adopté 100 mOe. Il convenait de choisir un mode de détection adéquat. Nous avons essayé successivement un pont d'impédance et des bobines de Bloch. Cette seconde technique a fourni les meilleurs résultats.

Il convient de remarquer ici que dans leur premier essai Jung et Van Cakenberghe utilisaient une détection autodyne, et une valeur de H_1 très faible, égale à 1 mOe. On sait en effet que l'autodyne impose l'emploi d'aussi faibles valeurs de H_1 . Sinon il apporte un bruit de fond important. Il semble donc que ces auteurs se soient placés dans des conditions assez défavorables qui expliquent la modestie de la sensibilité alors obtenue.

III. Description de l'appareil [8] (Fig. 3). — **A. PRODUCTION DU CHAMP ZEEMAN OSCILLANT.** — Ce champ est produit par deux bobines de Helmholtz,

alimentées par un générateur à 1 kHz. L'amplitude A du champ est de $4\,300 \pm 9$ mOe.

FIG. 3. — Schéma de principe du magnétomètre à bobines de Bloch. 1) Générateur haute fréquence. 2) Récepteur. 3) Générateur de balayage. 4) Détecteur synchrone. 5) Enregistreur.

B. LES BOBINES DE BLOCH. — La bobine émettrice L_1 est de forme parallélépipédique. Elle contient la bobine L_2 , de forme cubique, qui peut pivoter à l'intérieur de L_1 . L_2 contient l'échantillon d'un volume de 9 cm^3 .

Le signal parasite inhérent au léger couplage des deux bobines peut être neutralisé de la façon suivante : Le pivotement de L_2 dans L_1 permet d'éliminer la composante en quadrature avec la tension de L_1 . Une méthode d'opposition utilisant deux boucles inductives [12] permet d'éliminer la composante en phase.

C. L'ÉCHANTILLON. — Nous avons utilisé du Di-Phényl-Picryl-Hydrazyl en poudre, placé dans une cavité de la bobine L_2 . Au cours des développements ultérieurs de l'appareil, nous utiliserons les échantillons décrits dans une précédente publication [13] et qui fournissent des raies plus fines avec une meilleure stabilité.

D. PRODUCTION DU CHAMP H_1 . — Un générateur à 10 MHz, piloté par quartz, alimente la bobine L_1 . A ses bornes apparaît une tension de 50 V (c. à c.) qui produit un champ H_1 de 100 mOe.

E. RÉCEPTION DU SIGNAL. — La bobine L_2 attaque un multiplicateur de Q [14]. Il est suivi d'une détection linéaire (transistor à effet de champ assurant une détection Sylvania). Après amplification basse fréquence, le signal peut attaquer au choix un oscilloscope, qui permet d'observer les courbes de la figure 4, un détecteur synchrone, dont la tension de référence est

fournie par le générateur de champ Zeeman, suivi d'un enregistreur qui permet les mesures de champ magnétique.

FIG. 4. — Signal de RPE du magnétomètre à bobines de Bloch.

IV. Performances obtenues. — **A. MESURE DES PERFORMANCES.** — Les mesures ont été effectuées de nuit, dans un local situé à la campagne et éloigné de tout moteur électrique. On réduisait ainsi au maximum les parasites magnétiques. Le champ à mesurer était produit par un barreau aimanté, monté sur un axe vertical animé d'un mouvement de rotation (3 tours par minute) grâce à un mouvement d'horlogerie. Le moment du barreau était de 11 A.m^2 ce qui produisait au centre de l'échantillon des champs alternatifs d'amplitudes 20 et 15 gammas obtenus en réglant la distance entre le centre du barreau et le centre de l'échantillon respectivement à 4,70 m et 5,28 m. Ces valeurs du champ étaient contrôlées à l'aide d'un magnétomètre commercial du type fluxgate.

B. SENSIBILITÉS OBTENUES. — Nous avons porté, dans le tableau ci-dessous, les résultats de cinq expériences. Les deux premières correspondent au montage à bobines de Bloch décrit ci-dessus. Les deux suivantes, à un montage de même type, avec le même champ H_1 , mais avec une détection de la résonance magnétique effectuée par un pont d'impédance. Le dernier résultat donné tient lieu de référence : c'est celui annoncé par Jung et Van Cakenberghe [6].

Enregistrement	Bobines de Bloch		Pont		Performances Jung et al.
	a	b	c	d	
Amplitude de variation du champ B (en gammas)	15	20	15	15	
Amplitude du bruit (Unités arbitraires)	2	2	3,5	4	
Rapport signal sur bruit	43	51	35	38	
Sensibilité limite (en milligammas)	350	400	440	500	10 000

FIG. 5. — Résultats expérimentaux. *a)* et *b)* Réponse du magnétomètre à bobines de Bloch pour des excitations sinusoïdales d'amplitudes respectives, 20 γ et 15 γ . *c)* et *d)* Réponse du magnétomètre à pont d'impédance pour des excitations sinusoïdales d'amplitude 15 γ .

V. Conclusion. — Nos résultats, qui apportent un gain d'environ 30 sur la réalisation d'autres auteurs, ont permis de doter le magnétomètre à RPE d'une sensibilité suffisante pour des applications pratiques. Ainsi devient-il possible de profiter des qualités intrinsèques de l'appareil : rapidité de réponse, directivité de la mesure, simplicité de l'appareil, miniaturisation commode. L'adoption d'échantillons plus adéquats, une optimisation plus poussée des paramètres qui conditionnent le rapport signal sur bruit et l'utilisation

d'une contre-réaction globale, devraient permettre de nouveaux progrès sur la sensibilité de ce type de magnétomètre.

Remerciements. — Les auteurs remercient vivement D. Silhouette ainsi que le Professeur R. Lacoste pour de fructueuses discussions sur ce sujet. Ils sont reconnaissants au CNRS d'une aide financière qui a permis de réaliser les expériences.

Bibliographie

- [1] BONNET (G.), Thèse Grenoble 1961, Rapport CEA, 1962.
  - [2] BENOIT (H.), HENNEQUIN (J.), *C. R. Acad. Sci. Paris*, 1959, **248**, 1991.
  - [3] GRIVET (P.), BLAQUIÈRE (A.), BONNET (G.), *C. R. de la 3^e conférence Internationale d'électronique quantique*, Dunod, Paris, 1964, **2**, 231.
  - [4] SALVI (A.), *Rev. Phys. Appl.*, 1970, **5**, 131.
  - [5] JUNG (P.) et VAN CAKENBERGHE (J.), *Bull. Amp.*, 1961, **10**, 132.
  - [6] JUNG (P.) et VAN CAKENBERGHE (J.), *Brevet U. S. Pat. Off.*, 1965, 3, 191, 118.
  - [7] PESCIA (J.), *J. Physique*, 1966, **27**, 782.
  - [8] BOURDEL (D.), Thèse, Toulouse, 1971.
  - [9] BLOCH (F.), *Phys. Rev.*, 1946, **70**, 460.
  - [10] ABRAGAM (A.), « Les Principes du magnétisme nucléaire », PUF, Paris, 1961, 51.
  - [11] GRIVET (P.), « La Résonance Paramagnétique nucléaire », CNRS, Paris, 1955, 182.
  - [12] WEAVER (H. E.), *Phys. Rev.*, 1953, **89**, 923.
  - [13] BOURDEL (D.), LOPEZ (P.), PESCIA (J.), *Rev. Phys. Appl.*, 1970, **5**, 187.
  - [14] BENOIT (H.), Thèse *Ann. Phys.*, 1959, **5**, 1439.
-