

10MHz 帯域の定常核磁気共鳴装置の制作

はじめに

今日における分析機器は、コンピュータ制御を前提としており、誰もが簡単に装置を取り扱うことができる。しかし、測定原理および測定手法を詳細に理解するためには、単純かつ古典的な装置が適している。特に、核磁気共鳴(NMR)装置は、チューニング等すべての測定が自動化されており、測定者が原理を考えずとも、測定を行うことができる。そこで、測定原理および測定手法に対する測定者の理解を深めることを目的に、定常法(CW)による NMR 装置を制作した。定常法は、Q メーター方式、臨界発振方式、ブリッジ方式、クロスコイル方式の4種類がある。本稿では、リターンロスブリッジを用いた 10MHz 帯域の CW-NMR の制作を紹介する。

装置の制作

図1に制作した CW-NMR 装置の概略図を示す。標準発生器(FGE3250, kikusui)から出力された信号は、分配器に入力される。2つに分配された高周波信号の1つは、アッテネータからリターンロスブリッジを経由し、プローブであるコイルに入力される。コイル中の試料で磁気共鳴が生じると、タンク回路のインピーダンス整合の破れによる反射が生じる。この反射信号(核磁気共鳴信号)は、高周波アンプで増幅後、ミキサ回路で検波される。検波信号は、オーディオアンプで増幅され、310Hz の磁場変調信号を参照信号としたロックインアンプ(5600A, NF ブロック回路)を用いて検出される。ロックインアンプから出力されるアナログ信号を、データロガー(USB6000, ナショナルインスツルメンツ)と PC を用いて記録し、核磁気共鳴信号を測定する。電磁石および磁場変調コイルは、電子スピン共鳴装置(JES-RE1X, 日本電子)に付属するものを使用した。本節では、自作した分配器、アッテネータ、リターンロスブリッジ、プローブ、高周波アンプ、検波回路、低周波アンプの制作過程を示す。

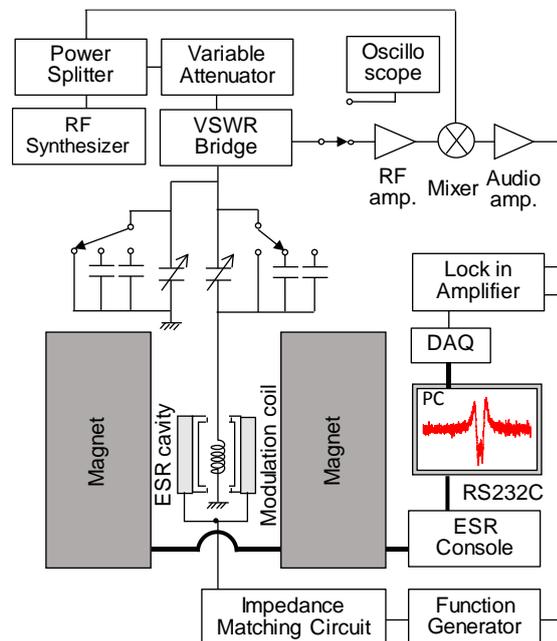


図1 製作した CW-NMR の概略図

ハイブリッド2分配器

ハイブリッド2分配器は、入力信号を位相差のない2つの振幅の等しい信号に分配する。分配器は、抵抗、フェライトコア・ビーズおよびストリップラインを用いて制作することができる。抵抗による分配器は、挿入損失が多く、端子間の逆結合減衰量が少ないため、フェライトコアを用いた分配器（図2）を制作した。図2の高周波トランス T_1 、 T_2 は、それぞれ 50Ω の入力インピーダンスを 25Ω に、 25Ω の不平衡入力を 100Ω に変換する。高周波トランス T_1 、 T_2 には、フェライトコア FT-50-77 を用いており、 T_2 はバイファイラ巻とした。 T_1 と T_2 間に挿入されるセラミックコンデンサは、高周波特性を改善するために用いている。

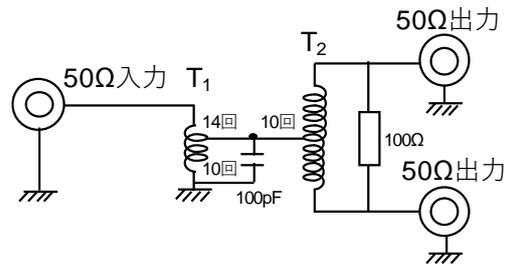


図2 ハイブリッド2分配器の回路

可変アッテネータ

プローブに入力する高周波信号強度を可変するために、ロータリースイッチを用いたアッテネータを作成した。図3に示した減衰量 3.5dB の T 型アッテネータを、ロータリースイッチに8回路取付け、最大減衰量 27dB のアッテネータとした。

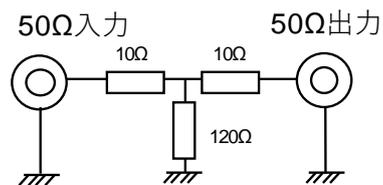


図3 3.5dB T型アッテネータの回路

リターンロスブリッジ

図4は、リターンロスブリッジの回路である。フェライトコアは、FT-50-43 を用いた。図5に、制作したリターンロスブリッジの高周波特性を示す。DUT 開放時の高周波特性から 10MHz における挿入損失は、約 4.5dB であることがわかる。DUT 50Ω 終端時には 48dB となり、 40dB 以上の減衰量を測定することができる。

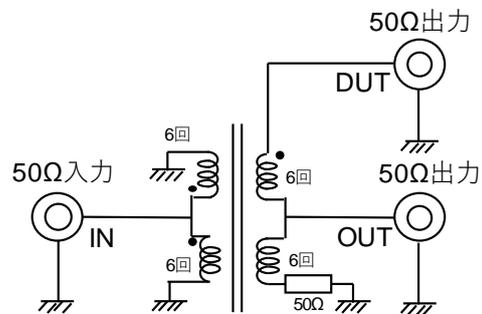


図4 リターンロスブリッジの回路

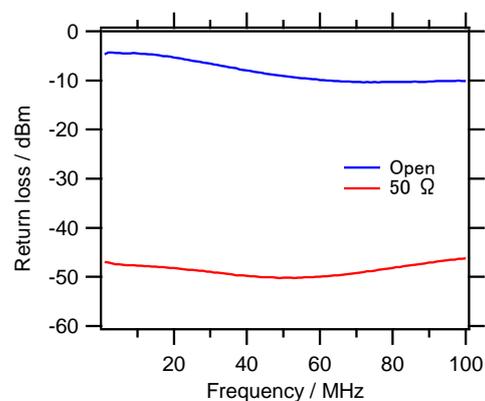


図5 制作したリターンロスブリッジの高周波特性

高周波アンプ

高周波アンプには、簡単に入手可能、回路が単純かつ単電源で動作することを条件に、広帯域アンプとしては低雑音であり、入出力が 50Ω に整合されている GN1021 (パナソニック) を用いた。利得 25dB の高周波アンプ回路 (図 6) は、生基板上に配線した。

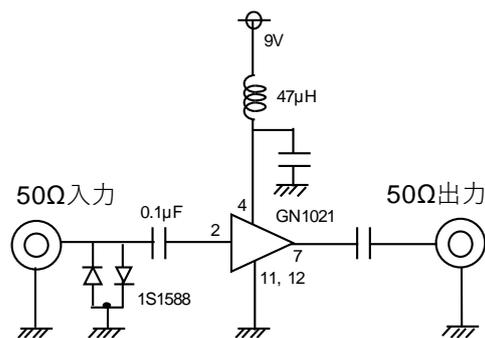


図 6 高周波アンプの回路

検波回路 (プロダクト検波)

検波回路は、ダブルバランスミキサ IC、NJM1496D を用いて制作した。データシートに記載されているプロダクト検波回路を転用した。

分配器、アッテネータ、リターンロスブリッジ、プローブ、高周波アンプ、検波回路は、1つのアルミケースに格納し (図 7)、高周波アンプおよび検波用 9V 電源には AC アダプタを用いた。

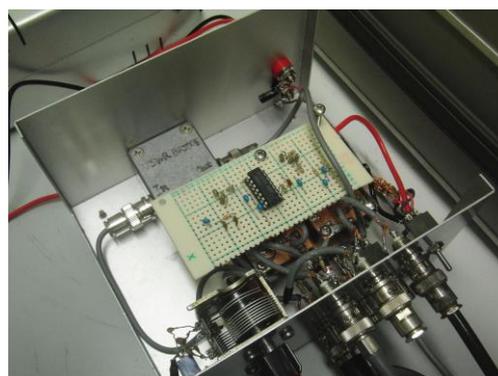


図 7 制作したブリッジ回路と信号受信部

低周波アンプ

図 8 は、オペアンプ IC、TL071 を用いた低周波アンプの回路である。利得は、33 倍である。9V 正負電源には、9V 電池を 2 つ用いた。制作した回路はアルミケースに格納した。

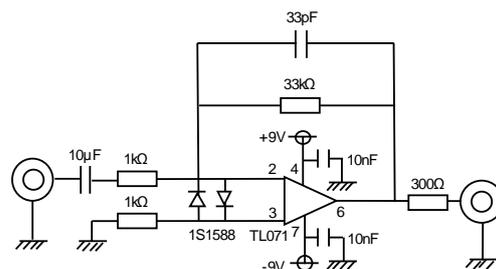


図 8 低周波アンプの回路

プローブ

図 9 は、制作したプローブである。外径 4mm のテフロンチューブに、エナメル線を 25 回程度巻き付け、同軸ケーブル (1.5D-2V) に接続し、プローブとした。



図 9 NMR 試料管中のプローブ

測定例

図10は、天然ゴムの $^1\text{H-NMR}$ 信号を示す。天然ゴムは、プローブのテフロンチューブ内に入れた。プローブは、外径 5mm の NMR 用試料管に入れ、ESR 用試料固定治具を用いて、ESR 共振器に固定した。

測定では、ブリッジを完全には平衡させず、リターンロスブリッジの DUT からみたインピーダンスの実部と虚部、どちらか一方に不平衡分を残す必要がある。プローブに対して並列に接続されたバリコンを適当な値し、直列に接続されたバリコンを動かして、リターンロスブリッジの出力が最小となる場所で測定したため、虚部の不整合となり、NMR の分散が観測された。本装置は、磁場変調を用いているために、NMR の分散を微分した形状で、信号が観測される。天然ゴムの核磁気共鳴信号強度は、低周波増幅後 30 μV 程度であった。

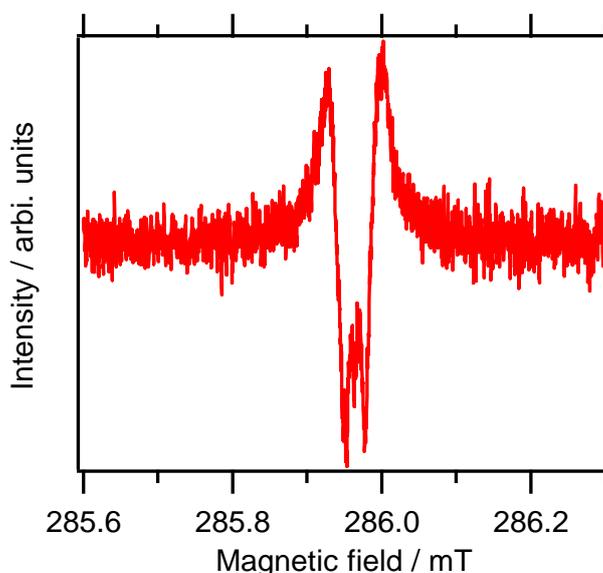


図10 天然ゴムの $^1\text{H-NMR}$ 信号。測定は、285.38mT から 286.38mT に外部磁場を掃引し、周波数 12.2MHz、0dBm を分配器に入力し、アッテネータを 7dB とした。低周波増幅器の利得は、33 倍とした。

まとめ

リターンロスブリッジを用いた 10MHz 帯域の CW-NMR 装置を制作した。制作した CW-NMR 装置は、卒研性を対象とした NMR 講習会で使用する予定である。