

# 深瀬研 NMR マニュアル目次

v. 1.00 1998-3-10 後藤貴行

1. マグネット操作
  - 1-1 本体
  - 1-2 ケーブル
  - 1-3 永久電流ヒータ
  - 1-4 電源(シグマ電子)
  - 1-5 制御プログラム(シグマ電子)
2. クライオスタット
  - 2-1 ピックアップコイル
  - 2-2 同調用可変キャパシタ
  - 2-3 チューニングとアンテナ
  - 2-4 同軸コネクタ
  - 2-5 ヒーター及び温度計
3. 温度制御
  - 3-1 キャパシタンス温度計コントローラ
  - 3-2 白金抵抗温度計コントローラ
4. 送信系
  - 4-1 パルス発生器
    - 4-1-1 繰り返しトリガ発生器
    - 4-1-2 コムパルス発生器
    - 4-1-3  $T_1$  遅延タイミング発生器
    - 4-1-4  $P_1/P_2$  発生器
    - 4-1-5 位相反転制御器
    - 4-1-6 ブランキングゲートタイミング発生器
  - 4-2 標準信号発生器(SG)
  - 4-3 高周波スイッチング
  - 4-4 終段アンプ
5. 受信系
  - 5-1 プリアンプ
  - 5-2 高周波バッファアンプ
  - 5-3 位相検波器
  - 5-4 ビデオアンプ
  - 5-5 フェーズシフタ
  - 5-6 高周波フィルタ
  - 5-7 モニター用オシロスコープ
  - 5-8 ボックスカー積分器
  - 5-9 デジタルアベレージャ
6. 測定
  - 6-1 測定プログラム
  - 6-2 各パネルの操作

## 1. マグネット操作

### 1-1 本体

高均一 6T マグネット(5×10<sup>-6</sup>/5mm-DSV)、インダクタンス 40H、公称最高電流 27.03A、コイルコンスタント 0.22T/A、最高掃引レート 8mA/sec。

実際は~28A 程度まで励磁可能、掃引レートは最大~20mA/sec(クールダウン直後)、~50mA/sec(励磁後)。コイル抵抗は、室温 40.3Ω、77Kで ~Ω、4.2Kで 0Ω。

### 1-2 ケーブル

電流リードはかなり余裕を持った太いもの(100A 用)を使用している。マグネットデュワーでの接続部分は機械的に弱いので、取り外す場合はハーメチックシールを壊さぬよう注意すること。保護ダイオードは室温部分に出してある。6T からのクエンチでは 60~80C 程度に発熱することがあるが、ヘリウムの蒸発は殆どない。

ヘリウム消費量を抑えるため、97 年にカレントリードに YBCO リードを装着した。ダイオードは、このリードよりも電源側に取り付けられているため、「ヘリウム液面が下がり過ぎたことによるクエンチ」ではマグネットが破壊される可能性がある。

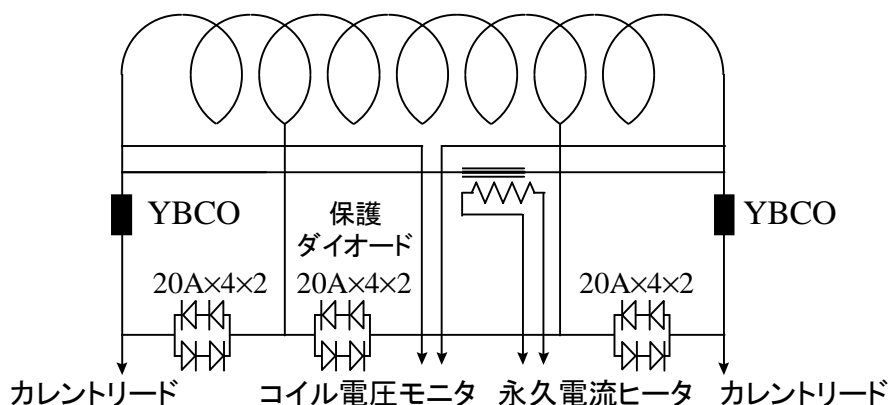


図1 高均一 6T マグネット配線図

### 1-3 永久電流ヒータ

メイン電流リードに永久電流モードスイッチが取り付けられている。電流は 50mA であるが、この電流では回路が切断するまでに数十秒かかるため、一旦、100mA 程度の電流を数秒間流してから弱めるとよい。

c.f. 小林研 15T の高均一マグネットの psw の動作は速く、数秒である(念のため数分待つこと)が、強磁場 20T ではかなり遅く、必ず数分待たないと誤動作する。

### 1-4 電源(シグマ電子)

クエンチした際は、掃引レートをマニュアル(M)にして、掃引方向は down、磁場設定値 0 として電源を入れる。磁場設定値は、背面の BNC 端子から、TR-6142 の定電圧出力で制御する(0~10V)。背面のスイッチを external 側にしておくことと、制御電圧が負であることに注意する。外部制御時は、磁場設定値のダイヤルと掃引方向スイッチの up/down は不問、stop にした時には掃引停止となる。

外部制御の方法(制御電圧極性、電流 / 電圧比)は、電源の型番によって異なるので、電源を交換した場合は、それぞれの電源のマニュアルを見て確認すること。

## 1-5 制御プログラム(シグマ電子)

アドバンテストの TR-6142 を経由して磁場設定値を制御する。制御電圧 0~10V で、出力電流 0~100A に対応する。プログラム名は、tr6142.exe で、使用法は例えば 24.52A に設定するには

```
A>tr6142 m 24.52
```

となる。掃引レートの外部制御は出来ない。

## 2. クライオスタット

### 2-1 ピックアップコイル

同調用コイル(3~20T 程度)と結合用コイル(1~2T 程度)を誘導結合させたものを作成する。直径は 5.5mm(内径)が標準であり、粉末配向用のテフロンケースもこれに合わせてある。専用のステンレス棒があるので、これにマイラテープあるいは薬包紙を巻いてその上から導線を巻き付け、アロン、GE ワニス、アラルダイト、スタイキャスト等の接着剤で固める。

共鳴周波数は、主に同調用コイルの巻線密度で決まり、共鳴の Q 値は、主に結合コイル側のインピーダンスマッチングで決まる。これは結合コイルと同調コイルの巻線比で決定される。マッチングが取れているかどうかの、もっとも簡単な判断方法は、ネットワークアナライザのスミスチャート図で、共鳴点付近のループが原点を通っているかどうかを見ることである。ループが小さすぎるのであれば結合を密に(結合コイルの巻き数増)、大きすぎるのであれば疎(結合コイルの巻き数減)とするのが目安。

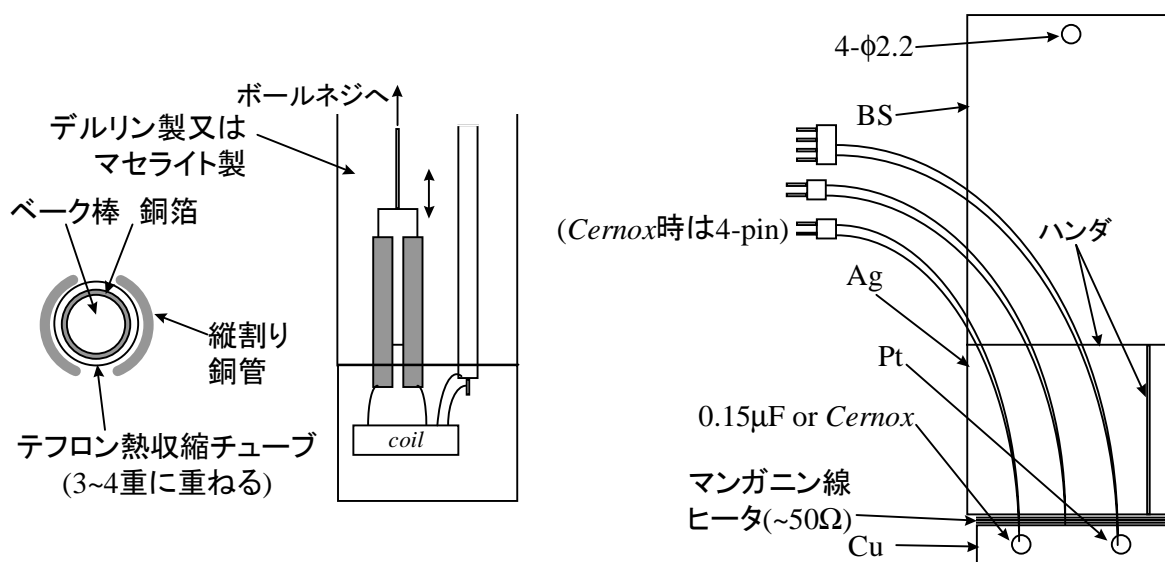


図2 NMR クライオスタットのプローブ部分とシールド管

プロトン用のコイルは、特に銀線である必要は無いが、銅線の被覆も強力な  $^1\text{H}$  の信号を出すので注意が必要である。同様にセロテープや接着剤もプロトンを含んでいるので、結局、テフロンテープのみで抑える。

Cu 核用のコイルは銀線で作製する。線と線がタッチしないように、間隔を空けて巻くことが必要となる。ポリミドチューブを被せても良い。また、ニラコからテフロン被覆の銀線が市販されている。強磁場センターの 20T マグネット VTI は、テールが肉厚の Cu 製であるため、シールドを十分にしないと、Cu の信号を拾ってしまう。真鍮や銀の一重管では不十分で、上からアルミホイル等で幾重にも覆う必要があった。なお、小林研に置いてある高均一 15T ではその必要はない。

## 2-2 同調用可変キャパシタ

現在使用しているベーク棒に巻いた銅箔の上からテフロン熱収縮チューブを 3~4 重に被せたもの(可動部分)を、対向する 2 枚のすり割り銅管(固定部分)の間をスライドさせて、容量を変化させるものである。可動部分を引き抜いてしまうと、嵌めるのが困難な場合が多いので十分に注意する。もし引き抜いてしまった場合は、デルリン製の下部ヘッドを同軸ケーブルから引き抜いて組み立て直す。

なお、現在採用している方法以外にも、クライオスタット上部にバリコンをつけたり、内部に超小型高耐圧の市販のトリマコンデンサをつけたりする方法もある。前者は、外部のバリコンとコイルとの間の同軸ケーブルのキャパシタンスと損失のために、同調周波数をあまり上げられないのと、Q ファクタが下がってしまうという欠点がある。後者は、例えば、Voltronics 社の非磁性トリマは Q も高く使い易いが、ガラス製であるため、熱サイクルを繰り返すと割れてしまうことが多い。サファイヤ製のトリマも売られており、こちらは少し丈夫らしいが高価である。

## 2-3 チューニングとアンテナ

ピックアップコイルの共振回路のチューニングを取るには、コイルの近くにアンテナを置いて電圧が最大になるようにするか、あるいは、共振回路への入力部分の電圧を高インピーダンスでモニタし、最小(タンク回路の吸収が最大)となるようにすればよい。ネットワークアナライザでチューニングを調べて、周波数を決めても良いが、スペクトロメータに繋ぎ換えたときに、若干ずれる可能性があることに注意する。

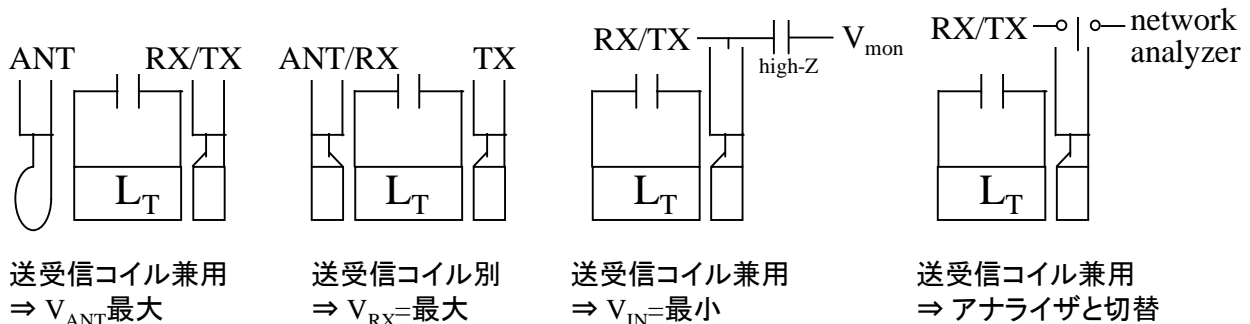


図3 アンテナ及びチューニングの取り方

なお、タンク同調回路は、図示したものだけではなく、LC シリーズ回路や、double-C による分割・逆分割、など様々である(電波物性・低温技術等参照)。特に、キャパシタンスをクライオスタットの上部に取り付ける場合には、L との接続部分で Q が落ちないように

に、低損失・低容量の太いケーブル(自作)を使うか、あるいは接続部分の実効長さを 1/2 波長(半波長)として、L のインピーダンスがそのまま上部に現れるようにする、などの対策が必ず必要である。

## 2-4 同軸コネクタ

N 型コネクタを  $\phi 3.55$  のセミリジッド同軸ケーブルに装着している。芯線及び誘電体が熱収縮により、引っ込んでしまい、ショートあるいは断線してしまうことがある。この時は、コネクタを一旦取り外し、セミリジッドケーブルの外皮を少し剥いて再び取り付けることになる。その際、ケーブルが少し短くなるので、コネクタの向く方向もそれに応じて少しずれることになる。

なお、古いタイプのクライオスタット(上下動部分がデルリン製)は同軸ケーブルの直径が  $\phi 3.2$  と細いため、多少の自由度があるので N 型コネクタへの半田付けは、真っすぐにつけるように特に注意が必要である。

強磁場センター 20T 用のクライオスタットでは、このようなセミリジッドケーブルの伸縮による断線をなくするために、上部のコネクタを L 型 SMA として、引っ張りに対する強度を持たせている。

## 2-5 ヒーター及び温度計

現在使用しているクライオスタットは真空断熱型ではなく、キャップは RF シールド及びヒータ用である。上部は真鍮製、下部及び底蓋は銀製(図 2)で、底蓋の下にさらに銅ブロックをハンダ付けし、ヒーター線(マンガニン線、バイファラ巻  $\sim 50\Omega$ )と温度計(チップ型コンデンサ、白金抵抗、セルノックス等)を取り付けてある。

クライオスタット本体とシールド管との接続は、IC ピッチのコネクタを使うと良い。

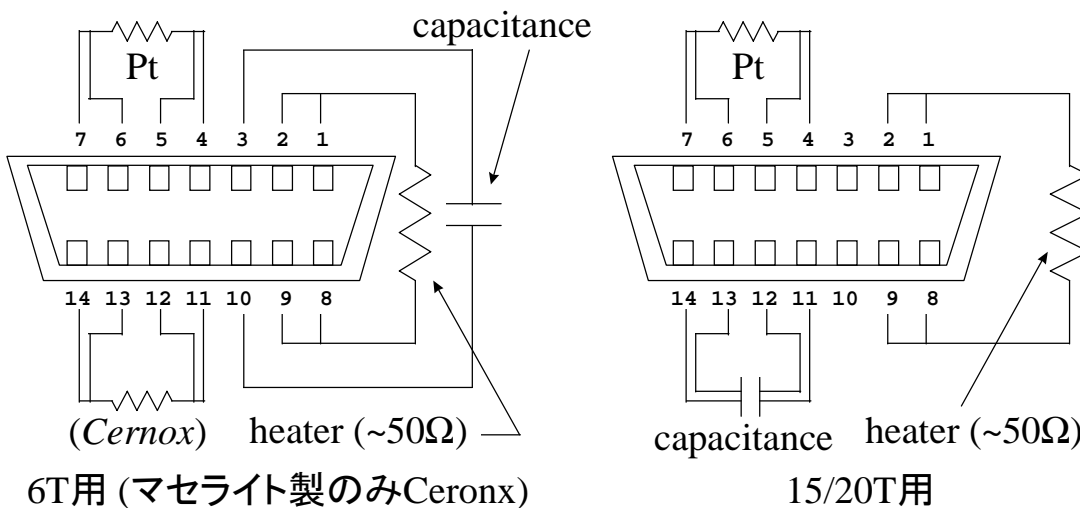


図4 温度計・ヒーター用コネクタ結線

キャパシタンスセンサは市販の  $\sim 0.15\mu\text{F}$  程度のチップコンデンサを使用する。200K 付近にキャパシタンスの「飛び」が出る場合があるが、全体としては、温度を上げると単調増

加すると見てよい。磁場 6T での使用では 2 端子接続で十分であるが、15T ではリード線の磁気抵抗が効いて来るので、クライオスタット内の配線は二つのツイストペアによる 4 端子接続にしてある。

なお、ツイストペアの容量は~100pF/m であり、センサの容量( $10^{+3}\sim 10^{+5}$ )に比べて小さいので無視してよい。

Cryostat	Magnet	Sensor #1	Sensor #2
デルリンネジ 6T	6(15)T	Pt-Netsushin (mc903H/L.th) c01/mc903/mc903L, mc903h	Capacitance
デルリンネジ 15T	15(6)T	Pt-Netsushin (ptm89H/L.th) c01/old/ptm89L, ptm89h	Capacitance
ボールネジ・細 6/15T	6/15T	Pt-Netsushin (mc904) c01/mc904/mc904a.dat	cx-1050-aa (x04780) c01/960801/cx1030.xy
ボールネジ 20T-#1	20T	Pt-Resistance(Iwasaki?)	Capacitance
ボールネジ 20T-#2*	20T	Pt-Netsushin (p25021.th) c04/970714c970716.dat	Capacitance
ボールネジ NQR-#1	glass dewar	Pt-Netsushin (C2010-3) c01/920912/c9209_3L, c9209_3h	N/A

\* — シールド管のみ

### 表1 各クライオスタット用温度計

ファイル名で拡張子の無いものは、パラメタファイル(.th)、ついているものはデータファイル。測定条件等は各ディレクトリを参照すること。なお、参考までに、p25022 は抵抗測定用クライオに取付け済。

## 3. 温度制御

### 3-1 キャパシタンス温度計コントローラ(CSC-400, レークショア)

シールドルーム用のクライオスタットは、4.2~65K の低温ではキャパシタンスセンサを用いて磁場中温度制御を行う。コントローラの規定設定値は、10~40nF までであるが、「原点補正調整」によって、47.7nF まで測定可。ヒーターパワーリミッタは最高の 1A にセット、ゲインとオートリセットは、それぞれ PID の P と I のことであり、ゲインは~1、リセットは数秒程度にセット(米国式表示)。

### 3-2 白金抵抗温度計コントローラ(フィンランド製)

自動レジスタンスブリッジによって、白金抵抗などの測定値と設定値の差分を高砂の直流電源に入力してヒータを駆動。PID 値の設定は手動(米国式表示)。センサーの抵抗の温度

依存性によって、正負の極性を切替える。白金はノーマル側、セルノックスやCGRはインバーサ側。

注) Oxford社の温度コントローラのPIDは英国式表示であり、例えば、Pはプロポーショナルバンド幅を表し、絞るほど、高感度になる。

#### 4. 送信系

##### 4-1 パルス発生器

シーケンス  $N \times (\tau_C - P_C) - \tau_1 - P_1 - \tau_E - P_2$  を周期  $\tau_0$  で繰り返す。このうち、 $\tau_1$  はコンピュータで自動制御できる。また、各パルスは位相制御可能であり、繰り返し周期の倍数で反転させたり、あるいはコンピュータで指定することも出来る。

ボックスカーを使ったスピンエコーの磁場掃引スペクトル測定の際は、各パルス位相の交互反転を繰り返す(P1は $\times 2$ で反転し、ボックスカー積分器の入力極性も同期して反転、P2は $\times 4$ で反転)。ただし、FIDでは反転しない(信号も反転してしまうため)。一方、アベレージャによるT1測定(スピンエコー)の場合は、P2のみ $\times 2$ で反転しながら積算した後、P1を反転して積算し、コンピュータで減算する。

P1 位相	P2 位相	P1- ringing	P2- ringing	エコー 信号	Boxcar 入力極性	
0	0	+	+	+	+	} 実際に使用
180	0	-	+	-	-	
0	180	+	-	+	+	
180	180	-	-	-	-	
180	90	-	+	+	+	} 現状では不使用
0	90	+	+	-	-	
180	270	-	-	+	+	
0	270	+	-	-	-	

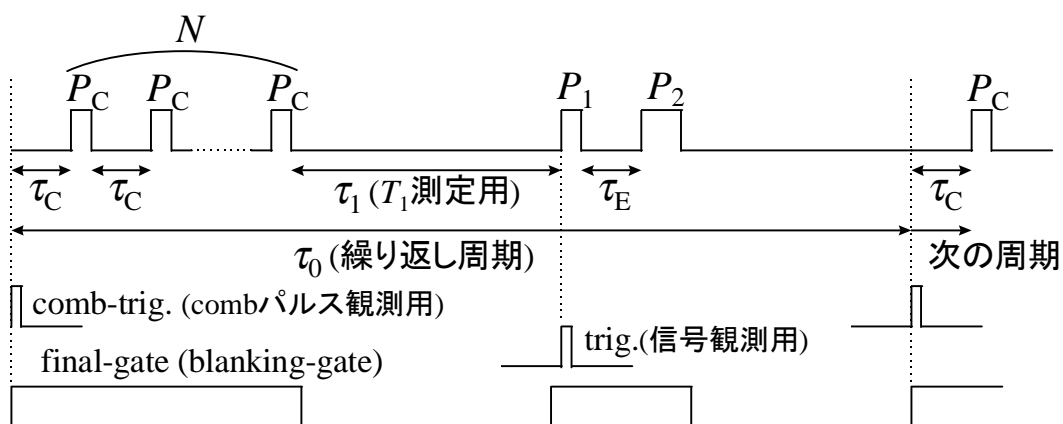


図5 典型的な  $T_1$  測定用スピンエコーパルスシーケンス

#### 4-1-1 繰り返しトリガ発生器

測定の周期を決定する。シールドルーム用のものは 10msec~10sec まで可変可能(6T 用)。決めかたは、「 $T_1$  より長めに」、というのが基本であるが、長くし過ぎると実効的なアベレージ回数が減って S/N が劣化するので、多少、飽和して信号が小さくなくても、速い繰り返しの方が良い場合が多い。なお、 $T_1$  の測定時は、この繰り返しの速さで、「測定確度」と「測定効率」が決まるので、十分注意して設定する。

時間基準は商用電源の 50Hz を元に行っているため、測定は 50Hz の波において、特定の位相の所で行われる。これはハムノイズの影響を排除するためである。

強磁場用の繰り返しトリガは時間基準を水晶発振と商用電源(line)とで切り替えられるようになってはいるが、水晶発振モードで使用した方がよい。内蔵 LSI の入力周波数対応範囲が比較的高いため、原発振があまり低い(100Hz)と不安定になることがあるためである。

#### 4-1-2 コムパルス発生器

縦緩和時間  $T_1$  を測定する際に使用する。繰り返しトリガの入力を受けて、指定されたパルス間隔、パルス長、及び数のコムパルスを発生した後、最後にコムパルス終端を知らせるパルスを別の出力端子から出す。この comb-end パルスが次項の  $T_1$  遅延タイミング発生を駆動させるトリガとなる。

基本的には、パルスの間隔  $\tau_c$  とパルス長  $P_c$  はそれぞれ、 $\sim T_2$  及び  $90^\circ$  度条件程度と言われている。これはスピン群が「栗のいが」状態になるようにせよ、ということである。実際は、 $\tau_1$  を狭くした極限(あまり狭くするとトリガがかからなかったり、comb パルスに対するエコーが出たりするので、数十~百  $\mu$ sec とする)で、信号が出来るだけ小さくなる(飽和)ように合わせる。典型的な例では、 $(100-3) \times 10$  程度( $\tau_c=100\mu$ ,  $P_c=3\mu$ ,  $N=10$  発)である。それから、反対に  $\tau_1$  を長くした極限で、信号の大きさが完全に熱平衡値に達していることを確認することが大変重要である。熱平衡に達しているかどうかは、 $\tau_1$  を変えるか、あるいはコムパルスを off にしても信号の大きさが変わらないことを確認すればよいのであるが、数パーセント程度の僅かな変化は目で見てもわからない。よって、大体の目安としては、まず、 $T_1$  を粗く測って見て、その値の 10 倍程度の時間を  $\tau_1$  とするのがよい(電波物性 / 安岡)。

なお、スペクトル測定の時など、コムパルスを使わない時は「comb-SW」あるいは「パルス出力 SW の comb」をオフにする。電源を切ってしまうと、P1/P2 パルスを駆動するためのトリガも出なくなってしまうので注意。

#### 4-1-3 $T_1$ 遅延タイミング発生器

comb パルスの終端から P<sub>1</sub> までの遅延時間を決定する。入力コムパルス発生器の comb-end パルスで、指定された時間だけ遅延した後、delayed パルスを出力する。遅延時間はコンピュータで指定できるように GP-IB インターフェースを内蔵している。このインターフェースの補助 TTL 出力(GPIB のアドレストコマンド GET/SDC で on/off 制御)を使って P<sub>1</sub> の位相反転等を行っている。

#### 4-1-4 P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub> 発生器



スピニングエコーを観測するための二つのパルスが発生する。パルス長と間隔はそれぞれ独立に調整できる。FIDを観測するためには、どちらかのパルスのみを on にするのであるが、P2 を使用した方がよい。P1 を使用すると、ブランキングゲートが P2 で閉じるまでのノイズが信号に重なってしまうからである。

#### 4-1-5 位相反転制御器

各パルスの位相を制御する。位相制御の原理は、まず、位相の異なる連続波を作っておき、それらに対応するデジタルパルスでスイッチして高周波パルスにして、最後にパワーデバイダで混合する。

シールドルーム用のものは4相に対応しているが、当然ながら対応した位相の連続波が入力されていないと出力されない。RF スイッチャー内部に二つの  $0^{\circ}$ - $180^{\circ}$  ハイブリッドが内蔵されているので、 $0^{\circ}$  と  $90^{\circ}$  の位相の連続波を与えるだけで4相を得ることができる。通常は  $90^{\circ}$  入力は終端されているが、必要な場合は attenuated-CW-out の出力を  $0^{\circ}$ - $90^{\circ}$  ハイブリッド(クアドラチャハイブリッド)で分割してそれぞれ接続すればよい。

#### 4-1-6 ブランキングゲートタイミング発生器

ブランキングゲートとは、パワーアンプの最終段のトランジスタを強制的に on/off するゲート信号のことであり、ファイナルゲートとも呼ばれる。通常、パワーアンプは入力が皆無の状態でも、かなりのノイズ(といっても  $\mu\text{V}$  程度)を出力している。入力が無い時にブランキングゲートを off にしておくことで、このノイズを極めて小さくすることができる。

理想的には入力した高周波パルス信号より、僅かに幅が広くて( $0.5\sim 1\mu\text{sec}$  程度)、入力高周波パルスをすっぽり覆うようなゲートパルスをブランキング端子に入れてやればよい。しかし、最近のパワーアンプは入力高周波パルスとすっかり同じ幅のブランキングゲートパルスでもほとんど正常に動作するものが多い。

#### 4-2 標準信号発生器(SG)

出力はパワーデバイダで分割して送信系の高周波パルススイッチャーと、受信系の位相検波器に接続する。特にパワーデバイダでアイソレートする効果があるかどうかは疑問。T型コネクタでパラレルアウトしても良いと思われる。

パワーアンプの最大入力電圧は通常、1V 程度なので、SG の出力は  $+13\text{dBm}(2\text{Vpp})$  以上に上げないよう注意。マルコーニの SG は最大で  $+13\text{dBm}$  であるが、HP は機種によっては  $+17\text{dBm}$  まで上げられる。と言って、絞り過ぎると DBM のドライブが不完全となり、受信系の位相検波の感度が著しく低下してしまう。

#### 4-3 高周波スイッチング

シールドルーム用、強磁場用、いずれの装置においても、R&K 社の TTL ドライバ付き RF スイッチを使って高周波パルスを生成している。出力パルスの位相反転は、まず複数の位相を持った連続波を作り、それらを別々にスイッチしてパルスにしてから、パワーデバイダ(パワーコンバイナ)で混合している。

スイッチャーに装備されているゲイン調整を絞り切った状態でも若干の出力は出るので留意しておく。また、実験中はこのスイッチャーの電源を必ず ON に保つこと。

#### 4-4 終段アンプ

シールドルーム用は ENI 社 5100L-NMR(5~400MHz, 100W, ゲイン 50dB)に、R&K 社の 1KW-Booster (5~220MHz, ゲイン 10dB)をカスケード接続。

強磁場用は ENI 社の 300W で 5~250MHz、ゲイン 58dB、但し 220MHz 以上は 150W、ゲイン 53dB。温度警報センサーによるフェールセーフ制御を取り外してあるので注意が必要。背面にサーミスタセンサー出力が出ているので、冷えた状態でテスターの抵抗レンジでセンサーの抵抗値を調べておくとよい。

いずれのアンプも、ブランキングゲートを内蔵しており、レベルは負論理 TTL。ENI のアンプは、フロントパネルを外すと中にレベル切替のスイッチがある。背面の PULSE/CW のスイッチは通常、PULSE 側にしておく。

### 5. 受信系

#### 5-1 プリアンプ

Doty 社のプリアンプを使用。電源は 18V、ただし、箱の中に三端子レギュレータが入っていて、15V に落して供給している。前段に保護用のダイオードを必ず取り付け使用する。

なお、プリアンプ内部にも、一応、保護ダイオードが内蔵されているので、外したままでも、ある程度(コムパルスのように多数のパルスを連続して入れる場合は危険)は大丈夫であるが、気を付けるに越したことはない。

#### 5-2 高周波バッファアンプ

Avantek 社の UTO シリーズの中から、NF やゲイン、最大入力レベルを考慮して、適宜選択して使っている。シールドルーム用では、途中にアッテネータを入れてある。強磁場用のものでは、一切入っていないので、ゲイン調整は、段間アンプを一段、外したり、あるいはアッテネータを挿入するなどして行う。トータルゲインは 80dB 程度(初段プリアンプ含まず)。

購入は、最近では、プリアンプ、バッファアンプ共に、(株)トムス(村瀬さん)から。山田洋行でも取り扱っている。

#### 5-3 位相検波器

ダブルバランストミキサを使用。強磁場用では Anzac 社の数万円の高級品、シールドルーム用は、R&K の 8 ピンタイプのもので、一つ千円程度。

local 入力がハイレベルタイプのもので使った方が、ダイナミックレンジが稼げるため、結局、S/N も上がる。

#### 5-4 ビデオアンプ

位相検波後の出力(帯域数 MHz)を 20~40dB 程度増幅する。電圧が高めであるため、スルーレートの大きな増幅器が必要となる。強磁場用はコムリニア社のビデオアンプを使用しているが、この会社は買収されてしまったため、当該製品はもはや入手できない。LH0032(高速 OP アンプ)や LH0003(高速バッファ)を使用して自作することになる。なお、シールドルームの初段ビデオアンプは、LH0032 で自作したもので、ゲインは 40dB。

自作する際の注意としては DC ゼロバランス(オフセット)をきちんと取ることである。さもないと、モニター用のオシロスコープの感度を上げて行くと、信号が上下に飛んでしまう場合がある。オフセット調整用に、大きな抵抗値のサーメットを使うと、振動などによってちょっとずれただけで大きくバランスが崩れてしまうので、小抵抗のサーメットの両端に高抵抗を二つ繋いだものを使うとよい。また、電源も正負トラッキングタイプを使うこと(電源のゼロバランスも出力変動に大きく影響する)。

### 5-5 フェーズシフタ

シールドルーム用は、R&K 社のワイドバンドフェーズシフタを使用。これは、ヘテロダインで、周波数を一旦上げてフェーズをずらしてから、また戻してやることで広帯域にしている。

強磁場用はサムウェイのモジュール(バンド幅~1 オクターブ)を複数台、切り替えて使用。このモジュールは、制御電圧を出来るだけハイレベル側にして使った方が SN が良くなる。また、サムウェイのモジュールは R&K のモジュール(外観は殆ど同じ)に比べて安価であるが、その分、制御電圧に対する位相変化分のリニアリティや、出力レベルのフラットネスが劣っている。

なお、専用のフェーズシフタを使わなくとも、例えば、同軸ケーブル長を変えて位相を変えることもできる。チューナブルフィルタを繋いでいる場合は、チューニングを僅かにずらすことによってもフェーズを変えられる。更に、クライオスタットのチューニングを僅かにずらしてもフェーズが変る。ただし、これは逆に言うと、フィルタやクライオスタットのチューニングを変えた時は、位相を合わせ直す必要があるということである。

### 5-6 高周波フィルタ

S/N 比はバンド幅に逆比例するという事は昔から言われているので、随所にフィルタを入れて帯域を狭くしたいところであるが、帯域が 1MHz と 1kHz では大きな差があるのだろうが、1~2 個の広帯域バンドパスフィルタを入れたくらいでは、ほとんど変らない。NMR の測定系の実質的な帯域はピックアップコイルのタンク回路と、同期検波でほぼ決まっている。それでも気やすめに、段間にいくつか、フィルタ(ローパス、ハイパス、バンドパス)を入れて置くと多少よい。

放送局からの混信や、コンピュータ・アベレージャのデジタルノイズの排除に、ノッチフィルタがあると良いだろう。

### 5-7 モニター用オシロスコープ

信号経路の随所をオシロスコープによってモニタすることで、スペクトロメータが正常

に機能しているかどうかをチェックできる。以下にモニタ点の一覧を示す。

アベレージド出力のみは、トリガ入力をアベレージャから取ること。それ以外は、P1に同期したトリガでよい(もちろん、コムパルスを見る時は、コムパルスの出始めに同期したトリガ)。

	接続機器	帯域目安	モニタ電圧目安
常時モニタ	アンテナ(入力を 50 終端せよ)	数 MHz~数百 MHz	数十 mV~数百 mV
	検波出力 (ビデオアンプ)	DC ~ 数 MHz	数百 mV
	アベレージャ出力 (帯域は read-out で指定)	DC ~ 数 MHz	数百 mV
	ボックスカーゲート(デジタル)	DC ~ 数 MHz	数百 mV
テスト時のみ	パワーアンプ入力	数 MHz~数百 MHz	数百 mV
	パワーアンプ出力 (20dB アッテネータ必須)	数 MHz~数百 MHz	数十 V~数百 V (20dB アッテネータを必ず付ける)
	受信アンプ(段間)	数 MHz~数百 MHz	数 mV~数百 mV
	ブランキングゲート(デジタル)	DC ~ 数 MHz	数百 mV

表2 オシロスコープによるモニタポイント

#### 5-8 ボックスカー積分器

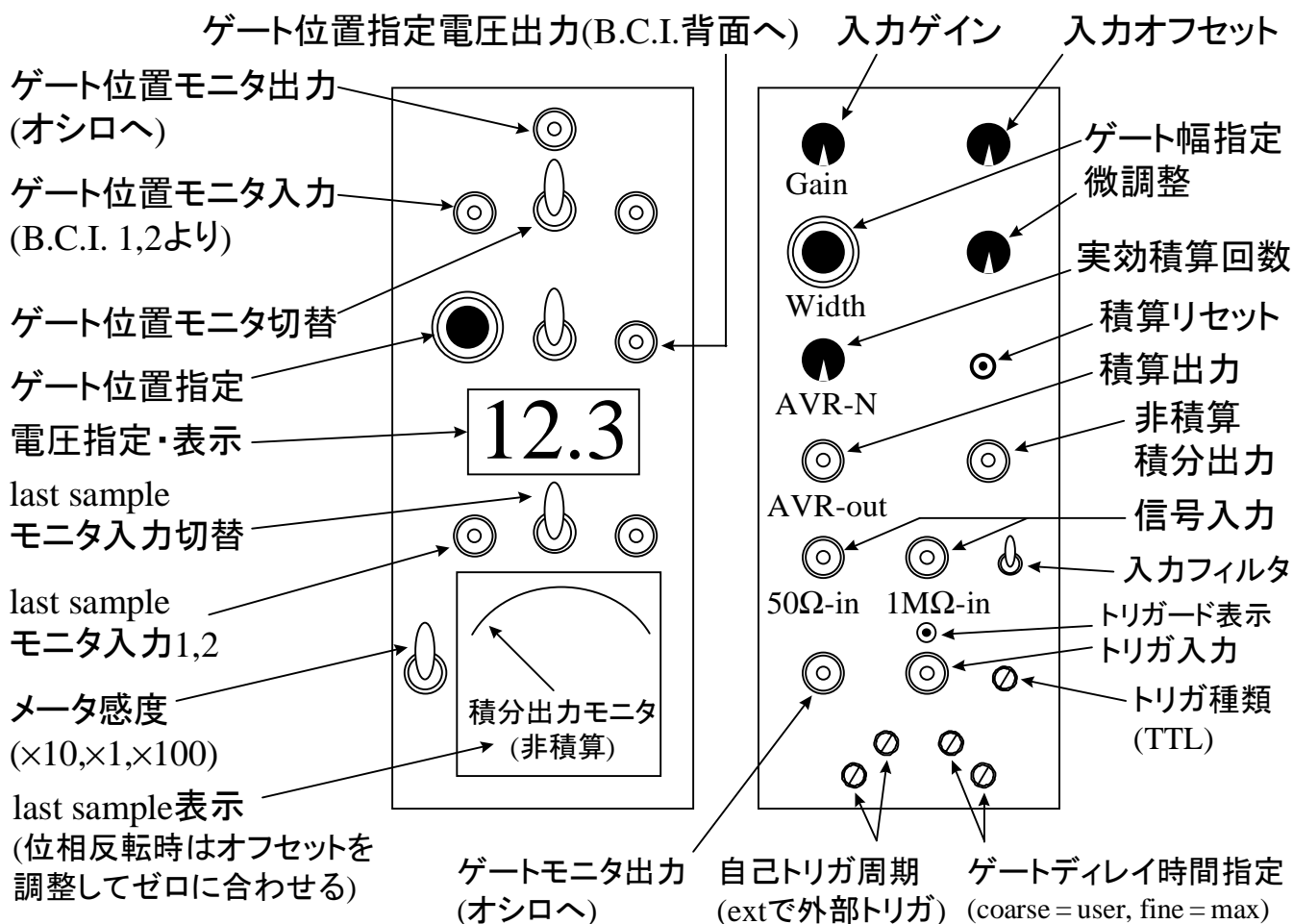
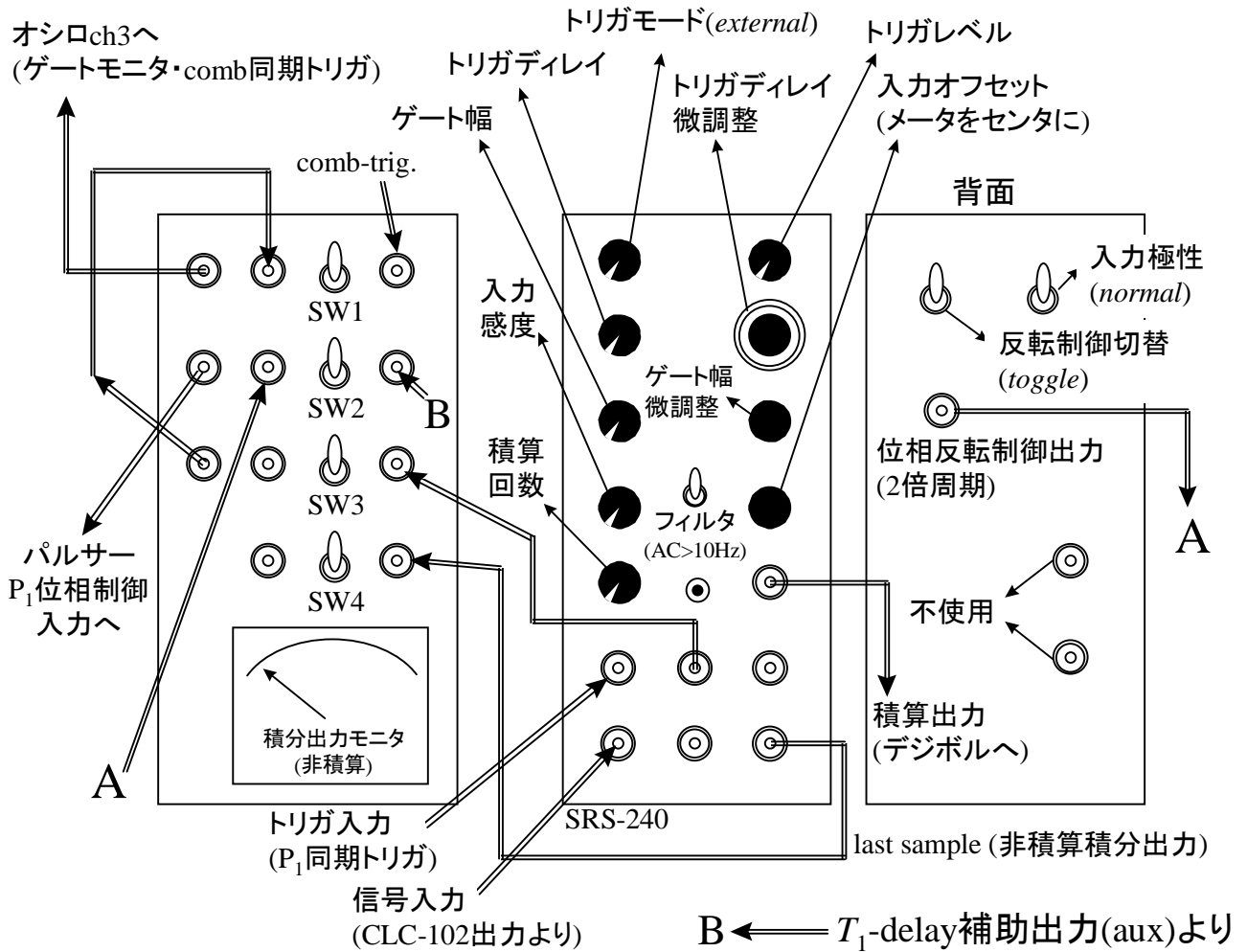


図6 強磁場センター用ボックスカー(EG&G 社)、左は自作の制御パネル

強磁場用とシールドルーム用で、メーカーが異なるので、使い勝手によく注意すること。特に、EG&G 製は、フロントパネルでのゲートディレイ調整が微調のみであるため、外付回路から制御電圧(DC)を入力して調整している。なお理学部の高木滋氏によれば、これらのディレイ調整は「いい加減」で、ゲート位置のずれが S/N 比に深刻に影響するため、水晶によるゲートタイミング専用のトリガパルスを用意すべきだそうである。



切替パネルスイッチ			
SW	出力	入力 1	入力 2
SW1	オシロスコープ ch3 へ	ボックスカー ゲートモニタ(SW3)より	comb-trig より(combパルスの スタートに同期したトリガ)
SW2	パルサー P <sub>1</sub> 位相制御へ	ボックスカーABS 出力より (2倍周期反転)	T <sub>1</sub> -delay 補助出力より (PC 制御)
SW3	ボックスカー ゲートモニタ(SW1)へ	ボックスカー1 の gate-mon.より	ボックスカー2 の gate-mon.より
SW4	非積分出力 モニターメータへ	ボックスカー1 の last sample output より	ボックスカー2 の last sample output より

図7 シールドルーム用ボックスカー(Stanford Research 社)、左は自作の制御パネル。

### 5-9 デジタルアベレージ

シールドルームの S121 は、まず、special function を ON にしないとアベレージできない。また、背面のデータ点数 SW を FFT 時などは 4K、スピンエコーによる T<sub>1</sub> 測定の際は 1K 程度にすると効率がよい。

## 6. 測定

## 6.1 測定プログラム

使用プログラム等を以下に示す。スペクトルを測定する際は、必ず T1 測定用 delay を最短(~10 $\mu$ 程度)にしておく。長い時間に設定されていると、繰り返しタイミングが設定通りにならないことがある。

測定内容	深瀬研 6T	小林研 15T	強磁場センタ 20T
磁場掃引 スペクトル (Spin-Echo)	温度設定は手動にて tr6142:手動磁場設定 mca245:測定 SRS245:BoxCar モニタ	itc4gp:温度制御 PS120gp:手動磁場設定 mca2ss:測定 (mca2ssv:VSM 用電源)	itc5:温度制御 ips120:手動磁場設定 mca5:測定
FFT スペクトル	s121:データ転送 (背面 SW は 4K にする)	h312s:データ転送 (HP546B にても可能、6T/15T/20T)	
広幅周波数 スペクトル (NQR 等)	s121bp:転送, 位相反転 (位相反転は SRS245 のデジタル出力 1)	h312bp:データ転送、位相反転 (位相反転は delay の aux-out)	
縦緩和率 (T1)	s121bpt6:転送, 反転, 遅延 (背面 SW は 1K 程度にする) delay95:手動遅延設定	h312sbpt1:転送,反転,遅延 delay:手動遅延設定	
横緩和率 (T2)	手動	手動	

高速フーリエ変換は、PC-98/MS-DOS 用のもの(FFT.EXE)ではデータ点が 8192 点までなので、分解能を上げたい時は、FFT32.EXE を Windows95 の DOS 窓(PC-98, IBM いずれにても可)で使う。

## 6.2 各パネルの操作

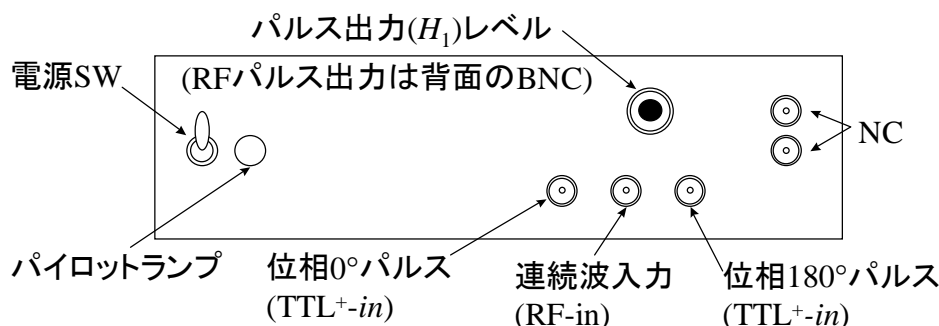


図8 高周波パルス生成器(RF スイッチャ、強磁場用)。背面から出力された高周波パルスは、パワーアンプの入力に接続する。出力レベル調整はリニアでない(あるところから急に大きくなって、また飽和する)ので注意。連続波の入力はSG の出力を繋ぐが、SG の出力レベルは+13dBm (2.0V)以上にしないこと。パワーアンプを破壊する可能性がある。

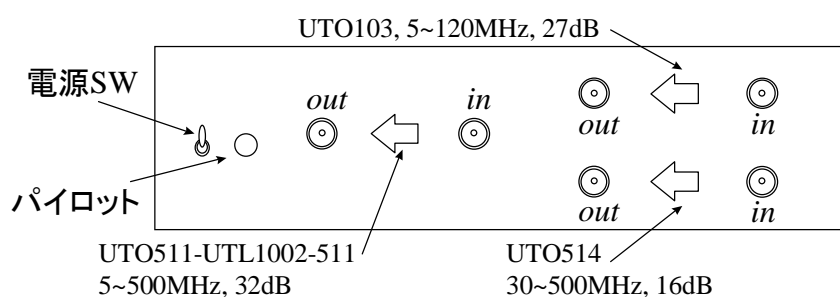


図9 中段 RF 受信アンプ(強磁場用)。周波数と信号強度に応じてどの素子を使用するかを決める。初段で Doty 社のプリアンプを使用する際は、このパネルの内の1つを使うだけで十分である。低温で信号強度が大きい時はこのパネルをとばして検波器パネルの RF 最終段入力につないでもよい。

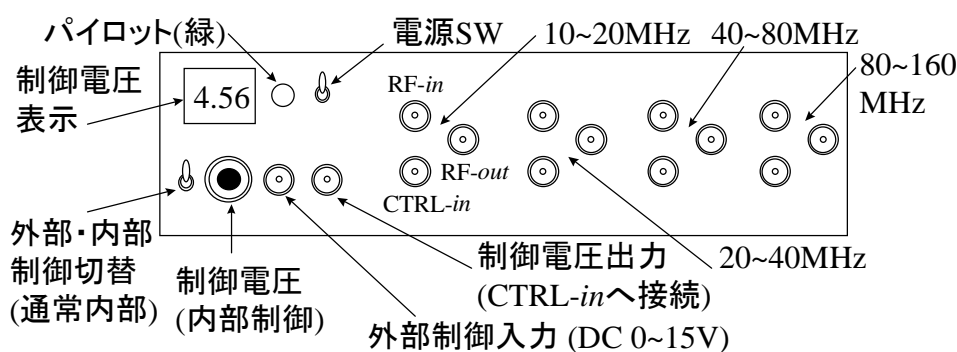


図10 フェーズシフタ(強磁場用)。サムウェイ社の狭帯域フェーズシフタを周波数別に繋ぎ替えて使用する。この時、高周波の入出力端子と共に、制御電圧の端子も繋ぎ替える事を忘れないように。なお、位相の可変幅は、シールドルーム用の R&K 社ワイドバンドフェーズシフタとは異なり、周波数と制御電圧いずれに対しても非線形である。外部制御入力から直流電圧を印加することで、コンピュータを使った制御(位相の自動調整)も可能となる。



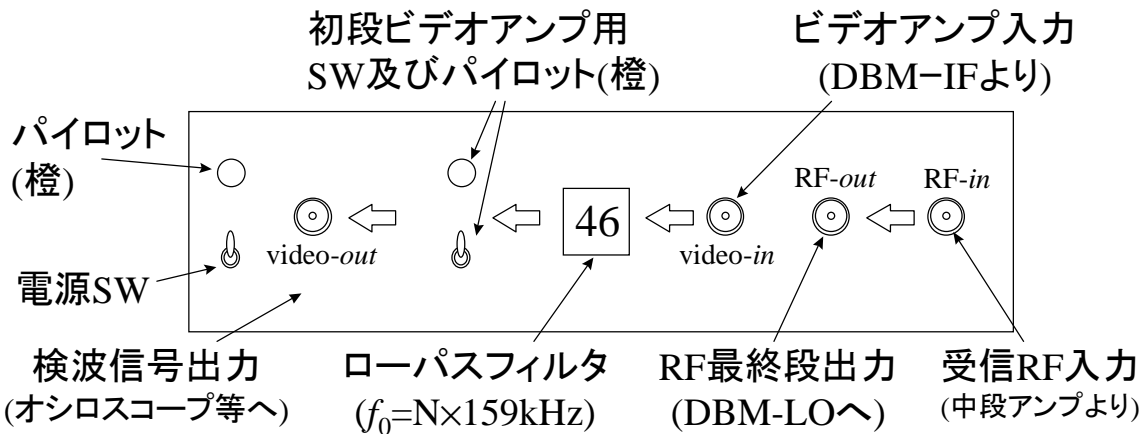


図11 強磁場用 RF 受信アンプ(終段)、検波、ローパスフィルタ、ビデオ増幅器。フィルタ周波数を 00 にすると、出力が異常になる。ビデオ増幅器を破壊するかも知れないので、00 にはしないこと。

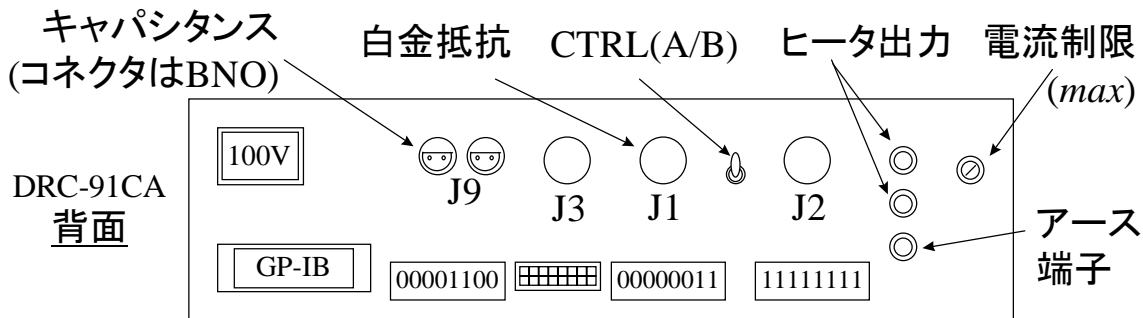


図12 強磁場用温度コントローラ(LakeShore DRC-91CA)の背面パネル。センサーカードは白金とキャパシタンスが入っている。

ヒーターが断線していると、出力パワー表示(LED)はゼロのままとなる。また、LED の点灯数は、ヒーター出力精度の分解能よりも著しく粗い。同じ点灯数でも、ヒーターパワーは微妙に変動していることがある。

ヒーター制御用のセンサーの切替は、背面の手動スイッチで行う。

キャパシタンスセンサのケーブルは二芯の BNC である BNO コネクタを使う。専用の二芯同軸ケーブルが強磁場センターに残っているかも知れない。Oxford 社の二芯 BNC とは異なるものなので注意。

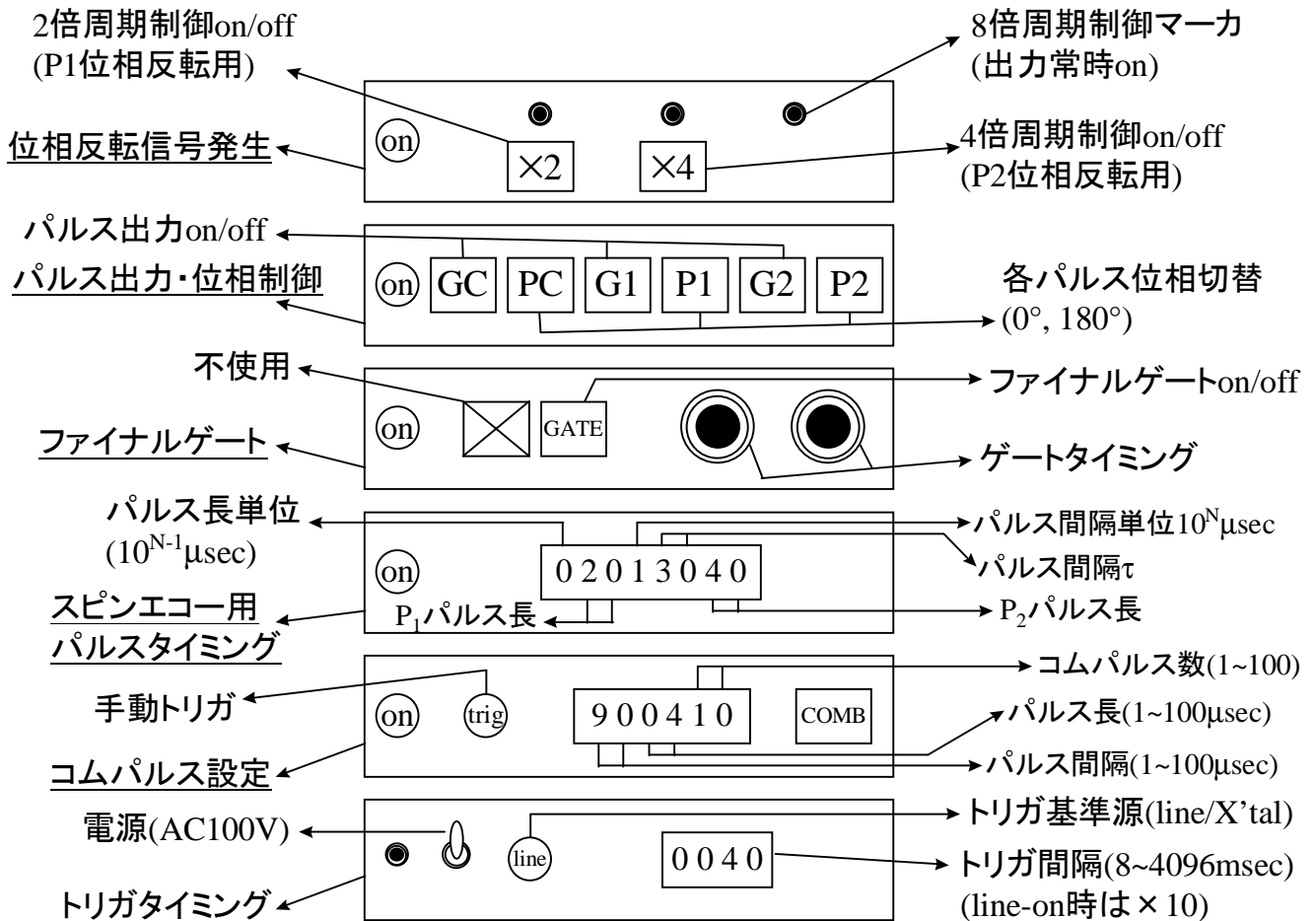


図13 強磁場用パルサー。オールデジタル方式。

パルス間隔・パルス長の設定値を00にしないこと。また、切替える際は、ゲートを一旦切ってから。ゲートタイミング(ファイナル用ブランキングゲート)は調整不要。繰り返しタイミングのライン同期SWは、ONにすると、たまにミスカウントすることがある。スペクトルの測定にはそれでもよいが、T<sub>1</sub>の時はoffにしておいた方がよい(offの場合、原発振は水晶)。

T<sub>1</sub> 遅延の発生器は図示していない。大き目の箱に入れて後部に設置してある。T<sub>1</sub> 測定時以外は、localモードSWをONにして、遅延時間の手動設定を10μ程度にしておく。T<sub>1</sub> 測定時はこのlocalモードSWをoffにして、コンピュータから制御する。コマンドは、delay.exeである。コンピュータ制御によるP<sub>1</sub>の反転もこの遅延発生器のAux-outで行う。h312bpt1.exeは、遅延時間と、位相反転の両方を自動制御してくれる。

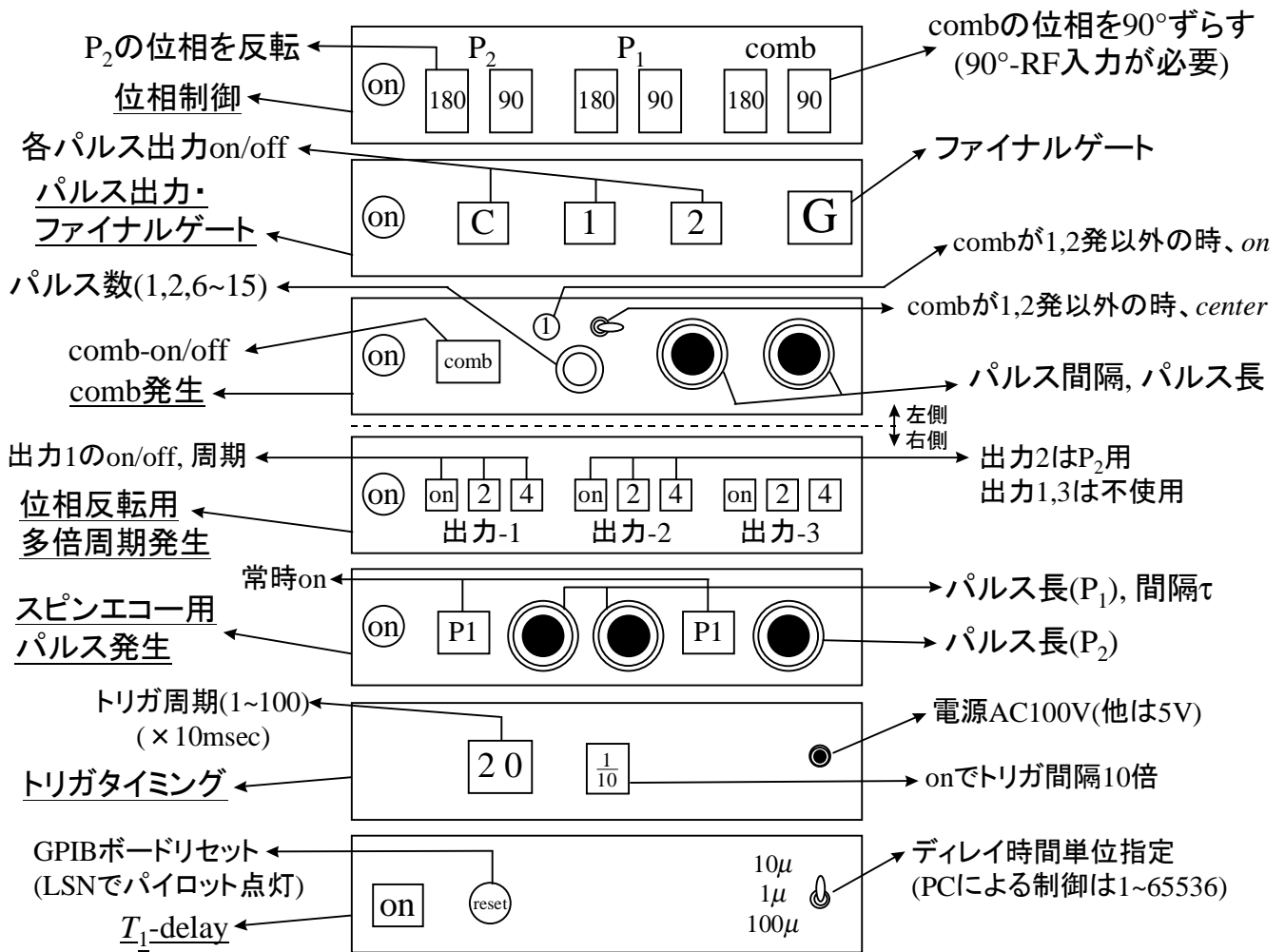


図14 シールドルーム用パルサー。

パルス長、パルス間隔は、 $T_1$  遅延を除いてすべてワンショットマルチバイブレータによるアナログ制御である。最下段に図示(実際は右側に縦置き)した  $T_1$  遅延発生器のみは GP-IB ボードを内蔵しており、コンピュータ制御される。制御プログラムは、遅延時間設定や補助出力制御など単独での制御は `delay95.exe`、位相反転したエコー波形のデータ転送は `s121bp6.exe`、アベレージャからのデータ転送と位相反転を含めた  $T_1$  測定には `s121bpt6.exe` を使う。位相反転をコンピュータ制御するには、制御パルスのケーブル接続を Boxcar 積分器の隣のスイッチパネルで切り替えておく必要がある。

各ボックスへの供給電源は、繰り返しトリガ発生器のみは 100V(50Hz に同期させるため)で、それ以外は DC5V である。

なお繰り返しになるが、通常、測定前に `delay95 time 10` を必ず実行して、 $T_1$  遅延時間を繰り返し時間  $\tau_0$  に比べて十分短くしておかないと、繰り返し時間の設定が反映されないことがある。

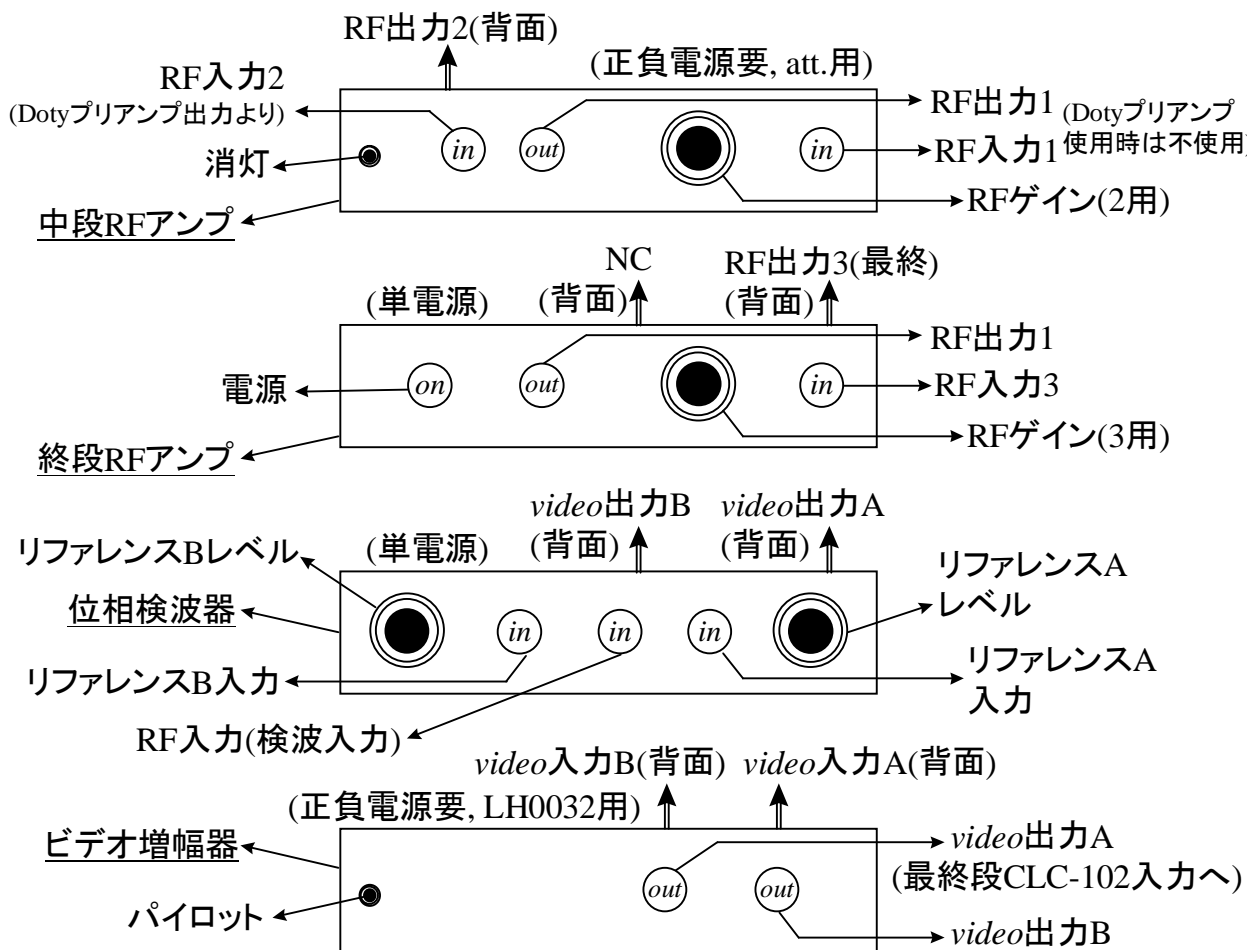


図15 シールドルーム用受信アンプ及び検波器、ビデオアンプ(最下段)。ビデオアンプ(LH0032)の出力は上段にあるコムリニヤ社の高出力ビデオアンプ CLC-102(壊れたら自作)に入れてさらに増幅して、オシロスコープやボックスカー積分器等に入力する。

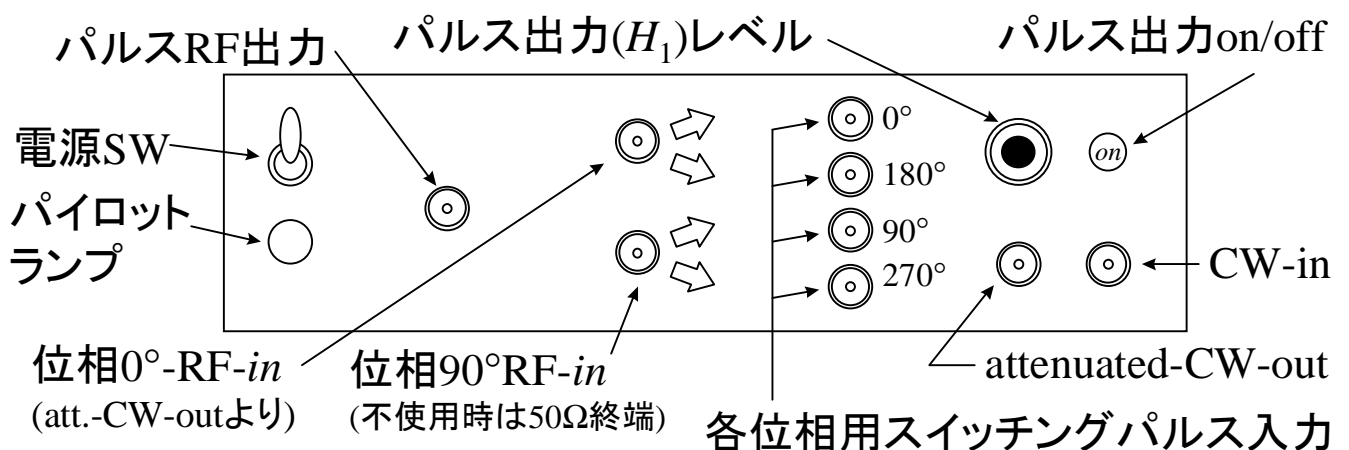
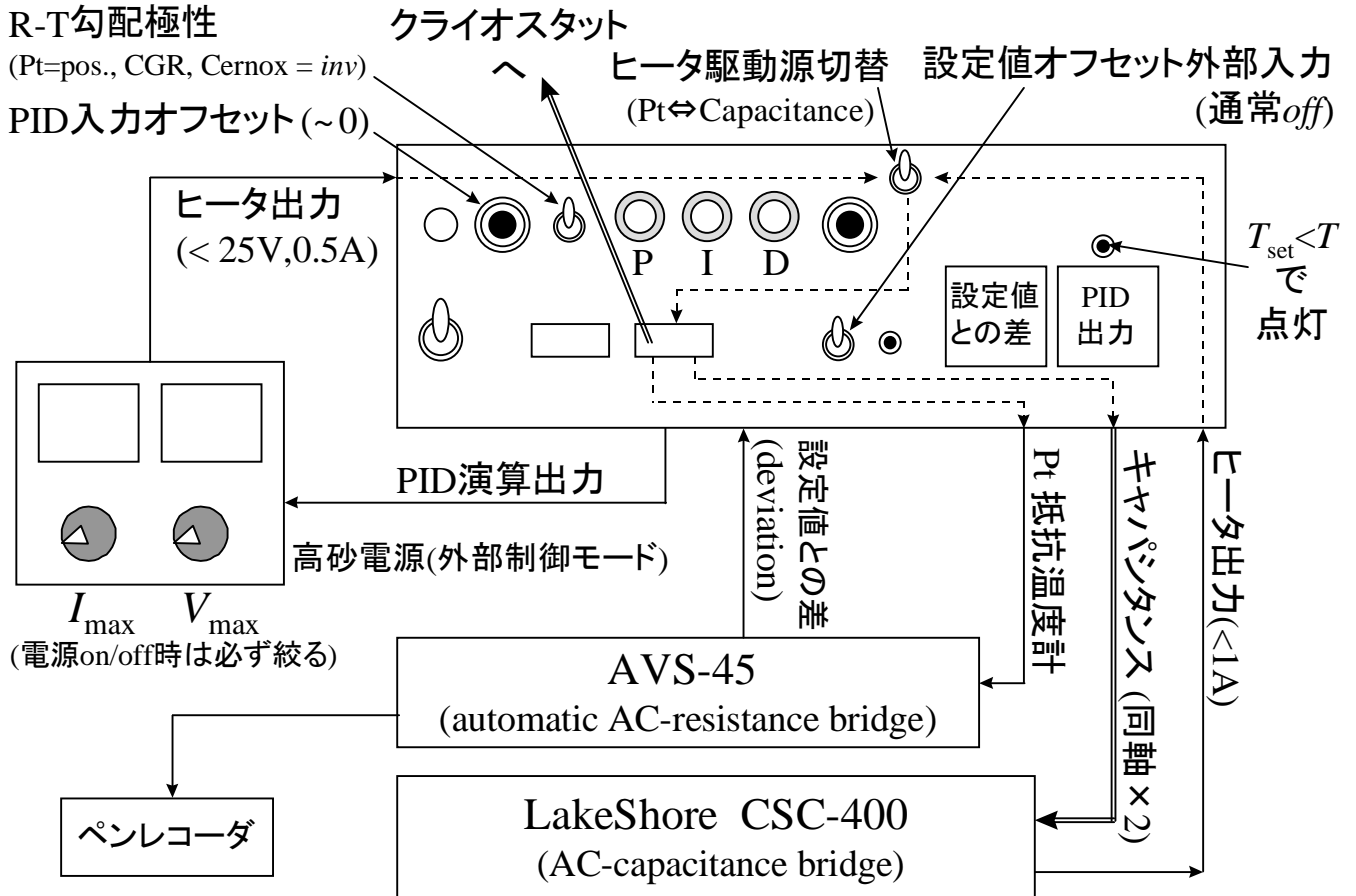


図16 シールドルーム用高周波スイッチ。入力された2相(0°, 90°)の連続波をハイブリッドジャンクションで位相反転し、4相出力としている。よって、90°の連続波入力が無い時は、90°と270°スイッチングパルス入力は無効となる。



温度(K)	センサー	測定ブリッジ	ヒータ駆動	PID	備考
4.2~65	Capacitance	LakeShore CSC-400	ditto	P(gain) I(reset)	ヒータ切替 SW=cap 側.
65~300	Pt	AVS-45 自動 抵抗ブリッジ	高砂電源 (リモート 制御モード)	自作 PID	ヒータ切替 SW=Pt 側.  *Cernox センサ使用時は R-T 勾配 SW を負にする

図17 シールドルーム用温度制御。4.2~65K はキャパシタンスセンサで、温度計からのヒータ出力で制御。70K 以上は白金センサの値をレジスタンスブリッジ(AVS-45)で読み取り、PID 演算を行った出力で高砂電源をリモート制御。

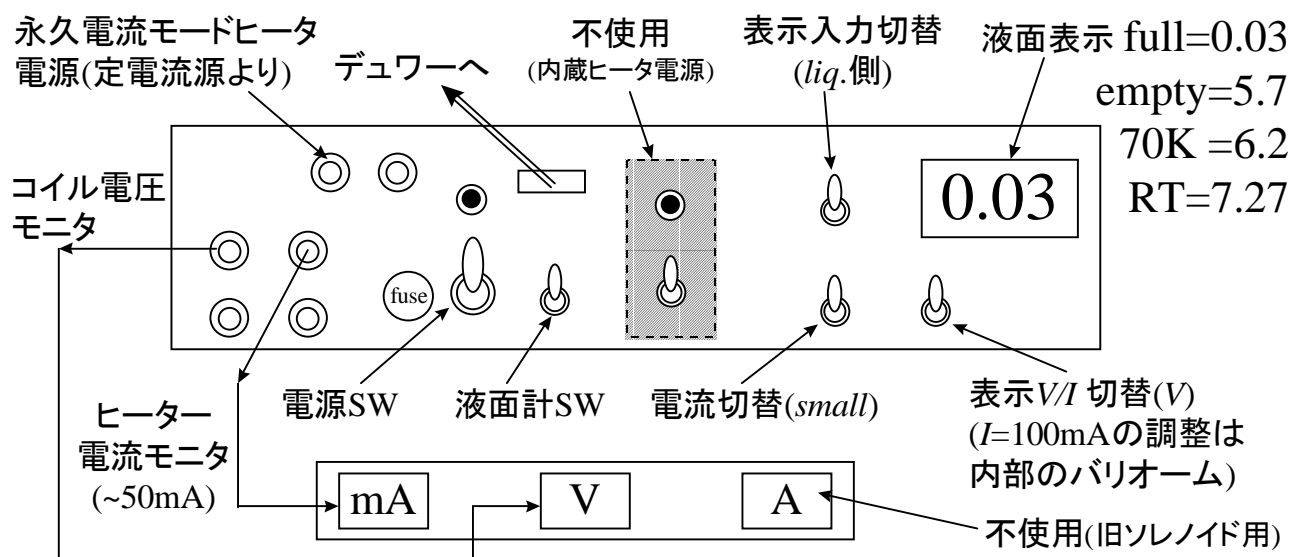


図18 シールドルーム用マグネット制御パネル。コイル電圧表示、永久電流モードヒータ制御、ヘリウム液面計。

以前は、永久電流ヒータ電源と液面計電源を兼用させていたのであるが、相互に干渉することがあったために、現在は完全に分離している。

## トラブルシューティング

### Q1 焦げ臭い

- 1) まず、パワーアンプのゲートを off にして、電源を切れ。
- 2) 強磁場用パワーアンプ(ENI-300W)は背面に温度センサ(サーミスタ)出力が出ているので、テスターの抵抗レンジで見てもよ。
- 3) 超伝導マグネットのカレントリードは発熱していないか
- 4) 装置やケーブル類は、発熱・ショート・焼損していないか

### Q2 アンテナにパワーがかからない (あるいは数 mV と異常に小さい)

- 1) パルススイッチャのアッテネータが絞られ過ぎていないか
- 2) ブランキングゲートが off になっていないか
- 3) SG の出力は出ているか (+13dBm or 2.0V)
- 4) パワーアンプの出力は出ているか  
(20dB 以上のアッテネータを付けてオシロスコープでモニタしてみる)
- 5) パルススイッチャの出力は出ているか
- 6) クライオスタットの同軸コネクタは断線・ショートしていないか  
(正常時の抵抗は、数 $\Omega$ 程度。0.1~0.2 $\Omega$ ならショート)

### Q3 オシロスコープがブランクアウトして何も映らない

- 1) トリガは正常にかかっているか (通常は ch4 に P1 パルスと同期したトリガを入れて normal モード)。一旦、トリガモードを auto あるいは full-auto にしてみよ。
- 2) 他のオシロスコープで試せ

### Q4 オシロスコープの信号モニタのノイズレベルが異常に低い(通常 ~ 数十 mV)

- 1) SG の出力は出ているか (+13dBm or 2.0V)
- 2) フェーズシフタの電源は入れてあるか
- 3) プリアンプやバッファアンプ群全てに正常に電源が供給されているか。

### Q5 アベレージャが応答しない(あるいはエラーになる)

- 1) special-function のスイッチは押してあるか
- 2) リセットスイッチを入れ直せ
- 3) 一旦電源を切って入れ直せ(その際は、special-function も押し直す)

### Q6 アベレージャの出力がオシロスコープに現れない

- 1) read-out のタイミング指定は適当な値になっているか
- 2) write-on あるいは read-on は押してあるか
- 3) オシロスコープのトリガはアベレージャから取っているか

### Q7 信号が波打っている、あるいはベースラインが上下に振動している。

- 1) ハムを拾っていないか。トリガを電源同期とするか、ハムを除去せよ。
- 2) 特定の周波数のノイズ源とビートになっていないか。周波数をずらしてみよ。

### Q8 ケーブルを動かすと信号がふらつく

- 1) 位相検波用の参照信号が空中に漏れている。ケーブルや筐体のシールドを厳重にしてケーブルをしっかりと固定する。

### Q9 位相反転出来ない

- 1) 位相制御のパルス入力はどこに繋がれているか確認せよ。  
ボックスカーの反転制御出力か、あるいは、T1-delay の補助出力か。
- Q 10 アンテナのモニタ出力が、「げとげと」している。あるいは信号がふらつく。
- 1) 放電していないか。まずは、パワーを絞ってみよ。
- Q 11 放電がひどい
- 1) テフロンテープの巻きかたが足りなかったのでは?  
2) コイルが、アンテナや、シールド管など、金属部分に接近しすぎていないか。  
3) パワーを絞って、パルス幅を広げよ。90 度条件は  $\gamma H_1 = 4 \cdot 2\pi / \tau_{P1}$  である。
- Q 12 リンギングがひどい
- 1) コイルのインピーダンスマッチングが取れていない  
2) コイルを縛るなどしてメカニカルに固定  
3) 柔らかい線でコイルを作れ(糸ハンダ等)  
4) チューニング条件を、アンテナ電圧最大ではなく、リンギングビート最小として合わせよ。  
5) 測定周波数を上げよ(小さな L で済むように)  
6) 抵抗線でコイルを作るなどして Q を下げよ (但し、この場合  $H_1$  が余計に必要なになるので、数百 W のトランジスタアンプでは不可であろう)。
- Q 13 チューニングがブロード(Q が低い: ディップが数 dB しかない)
- 1) インピーダンスが mismatch でないか。ネットワークアナライザでスミスチャートを出し、共振点のループが原点を通っているか見よ。  
a) 原点に達していない(ループが小さい) カップリングが疎過ぎる  
b) 原点をを乗り越す(ループが大きい) カップリングが密過ぎる  
2) クライオスタットのどこかでショートしていないか。
- Q 14 信号が見つけれられない
- 1) コイルの  $^{63/65}\text{Cu}$ 、テフロンテープの  $^{19}\text{F}$ 、スタイキャスト・コイル被覆の  $^1\text{H}$  等は正常に見えているか  
2)  $H_1$  は十分にかかっているか。  $\gamma$  が小さいほど  $H_1$  もたくさんかける必要がある。但し、かけすぎても NG。  
3) フィルタの帯域は合っているか  
4) いつでもエコーが見えるとは限らない。FID が出ていないかどうか、アベレージ等で確認せよ(その場合、位相反転は off にする必要がある)。  
5) シフトの大きさを確認せよ(ナイトシフト、四重極シフトの符号と大きさ)  
6) 繰り返しタイミングは T1 に比べて速すぎないか  
7) P1 と P2 の間隔は T1 に比べて短かすぎないか

## 後記

ファイル名 — fukaseNMR.doc

丸善ファイル名 — maruzen2.doc