

磁場の精密測定(II)

竹 本 将

1. 緒 言

近代精密科学の急速な発展のために物性研究の測定装置も亦高度に精密化せざるを得ない。而して此等の研究に當つて強大な磁場或は極度に均一な磁場を絶對的に必要とする場合が屢々起きてくる。Nuclear magnetic resonance absorption を測定して物質の色々な性質を論ずることは数年来盛に行われて来た所であるが、このためには可成り広い範囲に亘つて非常に均一な磁場を必要とする。

Nuclear magnetic resonance absorption が物性研究に於て持つ意義は非常に重大であり、次に述べる様な Resonance の特性を測定解明するに在る。

即ちSpin-spin 及び Spin-lattice relaxation time, Resonance の波形及び巾、此等の温度に依る変化、又核の周囲の電子の磁気遮蔽作用に基づく Resonance shift 等を測定することが其の重要なものである。此等の量の数値の決定には高周波の周波数を精密に測定しなければならないから、これには周波数標準として標準電波と精密周波計が利用される。

此等の要求のために筆者は先に⁽¹⁾均一磁場発生用小型電磁石と Pound-Knight 型電波分光器を製作して各種の実験に供して来たが尙不十分な点が多いので此の度周到な設計の下により優良な材料を用いて稍々大型の⁽²⁾熊谷型電磁石 μ を製作した。然し二三の不可避的な制約のために充分満足出来るとは云い難いのであるが、其の性能に就いて述べることにする。

2. 電磁石と永久磁石。磁場の均一性

磁気能率を有する核を含む試料を静磁場 H の中に入れると其の energy は $H\mu/l$ だけ距つた等間隔の準位に分離する。energy の転位を起させるには試料を H に直角な高周波コイルに入れて微弱な振動磁場を加えねばならない。Resonance absorption は周波数 ν が Larmor frequency $\gamma H/2\pi$ に等しい時におこる。茲に $\gamma=2\pi\mu/lh$ で核の Gyromagnetic ratio である。

吸収の強さは $\frac{11}{4} \frac{7}{4} \gamma H$ に従つて増加するので特に γ の値が小さい核に対しては強い静磁場が必要になる。実際には磁場の大きさとしては数千 oersted が用いられている。これを振動数で云うと 1MC から 40MC に相当している。

分解能と信号の強さを増すには高度に均一で而も安定な磁場を用いなければならない。共鳴周

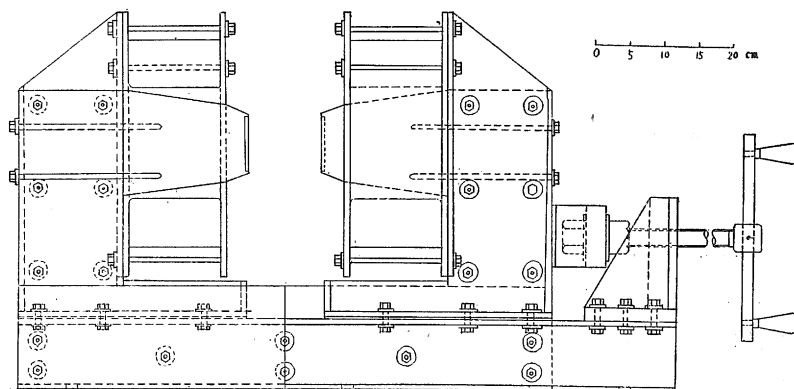
波数の精度は共鳴曲線の見掛けの中によつて制限される。多くの液体並びに溶液に於ては Natural linewidth は milligauss の order 或はそれ以下であるから、分解能の限度に達するには試料全体に亘る磁場の不均一度が矢張り此の order でなければならない。Natural linewidth より大きな不均一が現われるとこのために吸収線の中が広くなり、これに比例して吸収の強さの極大も減少する。

Nuclear magnetic resonance absorption の測定には電磁石、永久磁石共に使用されているがこれは利用度及び経験の問題であり、どちらか一方だけでは重要なすべての問題に対して充分とは云えない。電磁石は非常に強い磁場を発生し、且広い範囲に亘つて磁場を変化させることが出来るが価格が高く、冷却及び磁場の適正な調整が必要となるために操作が余り簡単とは云えない。又電源の安定化が困難な問題となる。尙、磁極面が或る決つた磁場に対し非常によい均一性を保つ様に設計、加工されても、hysteresis のために、それ以外の異つた磁場に於いて同じ様に良好な均一度を示すとは限らない。又鉄心の色々な磁化過程に対し安定な均一度を得ることも困難であろう。

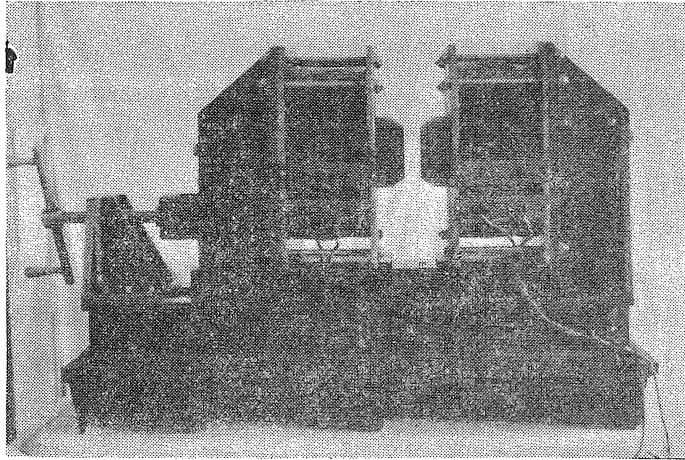
一方永久磁石の作る磁場は研究対象の field dependence を測定するのに十分な程広い範囲に亘つて変化することは出来ない。又永久磁石で普通に得られている磁場では r の値の低い核による吸収を検出するのに充分でない。然し resonance absorption の実験に於て永久磁石が使用されている理由は其れが簡単であり、非常に安定性が良く、磁場の均一度が高く、又価格が比較的安いからである。尙永久磁石は磁場が周囲の温度に依つて変化する缺点を持つ。此の温度係数は大部分のものについて $-0.02\% \text{ deg}^{-1}$ の程度であることが知られている。

3. 電磁石の設計及び材料

第1図に新しく作つた電磁石の正面図、第2図に其の写真を示す。之に依つて大略の概念は掴み得られることゝ思う。



第1図 新製電磁石正面図



第2図 新製電磁石写真

次に附属品の簡単な説明を加えて置く。

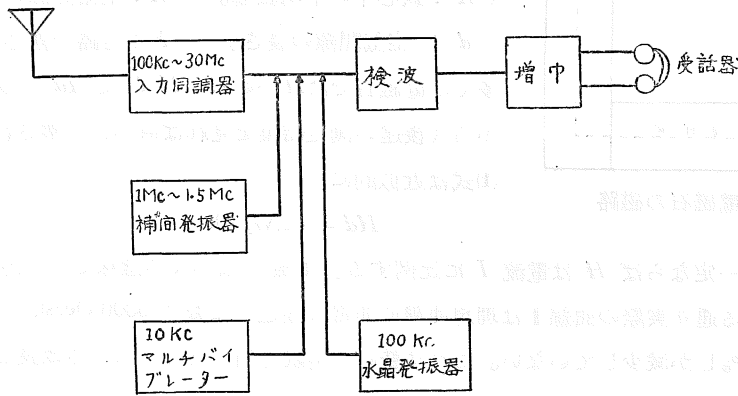
- (1) 重量：約800kg
- (2) 鉄心：純鉄。(Cの含有量：0.03%， H_c ：0.76oerst， B_{max} ：15250 gauss)
- (3) 励磁コイル…3.2mm ϕ の二重綿巻銅線を真鍮製卷棒に各1310回，総計2620回巻いた。
この直流全抵抗は10 Ω コイルと卷棒との間の耐圧は1000Vに取つてある。
- (4) 加工精度， $\frac{2}{100}$ mm。(磁極端面は $\frac{1}{100}$ mm)
- (5) 使用電源：180AHの蓄電池40個。
- (6) 変調コイル：0.45mm ϕ の二重綿巻銅線を Pole pieceの先端部に各500回宛巻き之を直列につないで使用する。
- (7) Pole piece：直径15cmの純鉄の円鑄を直径13cmまでTaperとなし此の部を更に直径10cmに絞り，磁場を均一にするために端面の周囲にRoseの設計による厚さ1mm巾2.11mmの突起部を設け，磁極間には精密に仕上げた真鍮製のスペーサー3個を入れて使用する。磁極間隙はハンドルに依つて巾5cmまで変化することが出来る。
- (8) 其他附属の金属は普通の軟鉄を使用してある。

4. 周波数の精密測定

核磁気共鳴に依つて磁場を精密に測定するには磁場と直線的関係にある共鳴周波数を精密に知らねばならない。このために Heterodyne 法により被測定電波と補間発振器の周波数との夫々の基本波或は高調波の zero beat を検出する方法を採用した。

補間発振器は1MC~1.5MCの間を発振する如く作られ，別に100KCの水晶発振器及び此の100KCで同期制御された10KCの Multivibrator を備え，補間発振器の周波数を100KC及び10KCの間隔で精密校正し結局10c/sまで測定することが出来る仕組みになっている。従

つて精度は $\sim 10^{-5}$ の order となり、1MC の order では6桁の読取精度を有する。又入力同調器を備え、100KC \sim 30MC の間を共振し、之に依つて被測定電波の周波数の概数を知ることが出来る。以上周波数精密測定系の系統図を第3図に示す。

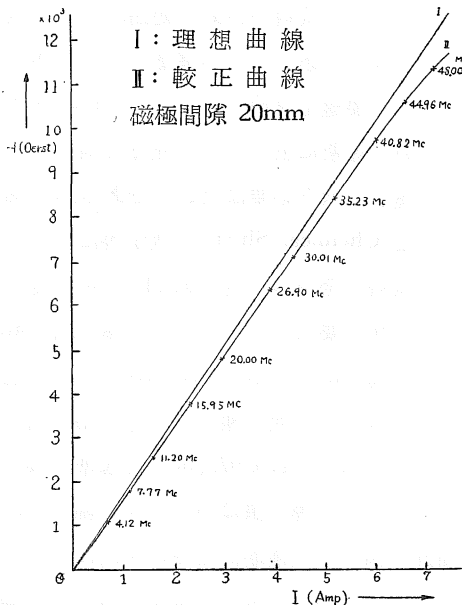


第3図 精密周波計系統図

5. 電磁石の性能

(1) 磁極間隙 20mm の場合。

第4図に此の場合の電流対磁場の関係を示す。



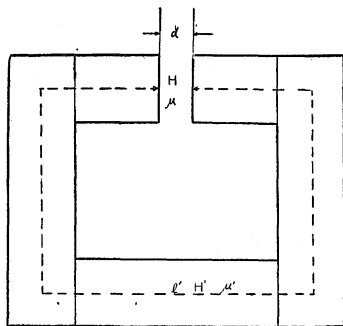
第4図 電流磁場校正曲線

曲線 II は核磁気共鳴に依つて求めた電流磁場校正曲線であつて、共鳴周波数を附記してある。10000 Oerst, までは予想通り大体一直線となつてゐる。尙此の図は電流を増加して行つた時の上昇曲線であるが、下降曲線は上昇曲線の少し上側に來、最大 70 Oerst, の Hysteresis を有することが分つた。僅かな偏差のため図に書き難いので省略してある。この Hysteresis は帰点を小さく取れば取る程段々少なくなつて行く。

磁場の値は Proton resonance により次式に従つて計算した。

$$H = 2.3487 \cdot 10^{-4} \cdot \nu \text{ Oerst.}$$

但し、 ν は共鳴周波数 (c/s) を表わす。



第5図 電磁石の磁路

次に第5図より周知の次の関係式が成立つ。

$$H^2 l' + Hd = 4\pi NI / 10 \quad (1)$$

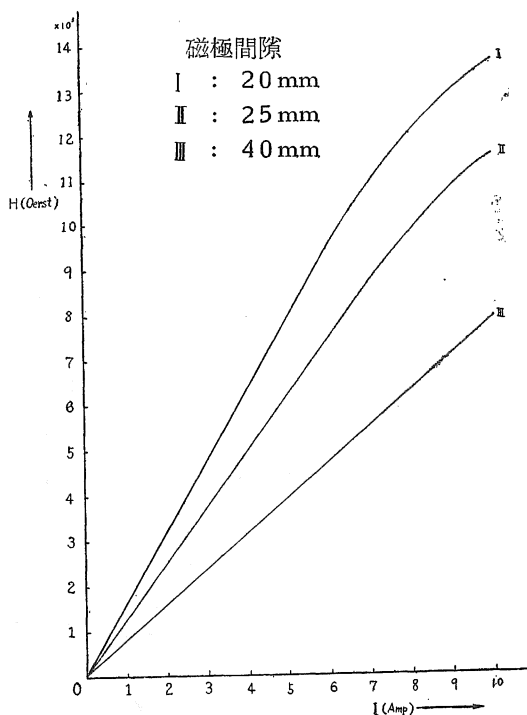
- I : 励磁電流 (Amp)。 N : コイルの総巻数
 - H' : 鉄心中の平均磁場。 H : 空気間隙の磁場
 - d : 空気間隙の長さ。 l' : 磁路の鉄心部分の長さ
- 多くの電磁石では $H' \ll H$, $H' l' \ll Hd$ が成立っているから(後述の測定結果を見れば直ちに了解されよう)

(1)式は近似的に

$$Hd = 4\pi NI / 10 \quad (2)$$

となり、 d が一定ならば H は電流 I に比例する。曲線 I はかゝる意味での理想曲電を表わす。図から分る通り実際の曲線 II は理想曲線に非常に接近しており 6000 Oerst. の所で理想値より僅かに3%しか減少していない。これは鉄心に純鉄を用いたことによる改良点の一つである。

(2) 磁極間隙 20mm, 25mm, 40mm の場合 : -



第6図 磁極間隙20mm, 25mm, 40mmに於けるH-I曲線

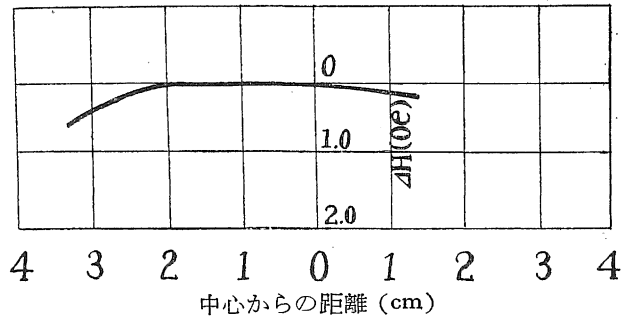
スペーサーの位置によつて僅かであるが変化する。尙此の図から磁極端面を更に平滑に仕上げる必要のあることが分る。経験に依ると一つの磁場に対して部分的に最良の場所が有り、磁場を変えるとこの場所が移動し又其の最良度に変化する。この事実は電磁石の不利な点であつて、良く設計された永久磁石を使用すべきであろう。

第6図から分る通り間隙が増加するにつれて磁場の大きさは減少するが曲線は次第に直線に近づき又 Hysteresis も少くなる。

(3) 磁場の均一性 : -

少くも試料の占める範囲に亘つて磁場が均一であることが望ましいのであるが此の要望を実現することは容易ではない。対象に依つては左程まで均一性を八釜しく云ふ必要はないのであるが、例えば Chemical Shift の測定等に在つては試料の全領域に於て0.01 oerst 程度の均一性が要求されている。磁極間隙 20mm の場合に於ける Pole piece 中心附近の磁場の均一性の様子の一例を第7図に示す。但し 7178.97 (oe) を基準に取つてある。此等の値はハンドルの締め方、ス

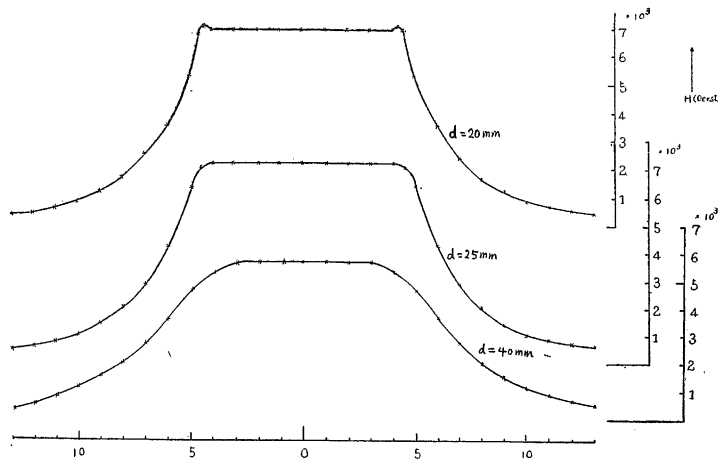
尙第8図に三種の磁極間隙に
 対する磁場の均一度の有様を核
 磁気共鳴によつて較正した磁束
 計で測定した結果を掲げてお
 く。磁極間隙 20mmに 対して、
 radial 方向の磁場の不均一を補
 償するために Rose の設計によ
 る突起部を設けてあるが、この
 図から磁場を均一にするには
 Rose の設計が必要なことが理
 解されよう。



第7図 磁極中心附近の磁場の均一度

	鉄 心	磁 直	極 径	磁極 間隙	coilの 総巻数	大きさ の關係	Roseの 設 計	Taper
A	純 鉄	10	cm	2.0	2620	大	有 り	有 り
C	軟 鉄	8		2.5	1400	中	有 り	有 り
B	軟 鉄	4		2.0	2800	小	無 し	無 し

第1表 三種の電磁石概要

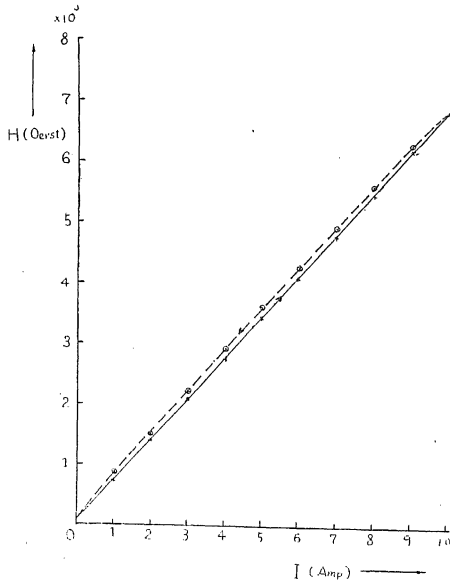


第8図 磁極間隙 20mm, 25mm, 40mmに於ける均一度

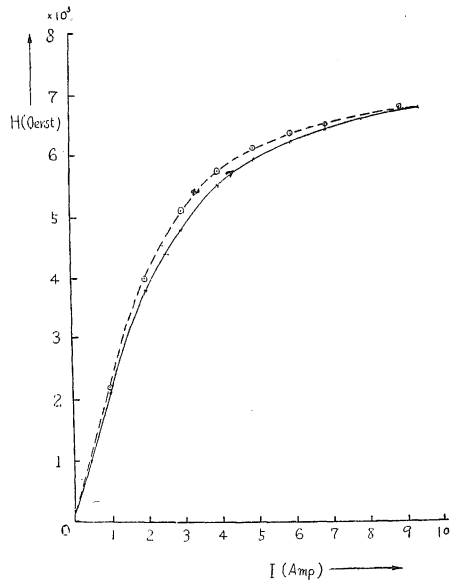
(4) 三種類の電磁石の比較：—

A は新しく製作した電磁石, B は以前に筆者の作った電磁石⁽¹⁾, C は旧式のドイツ製電磁石
 である。此等の大体の説明を上掲第1表に示す。

第9図に電磁石B, 第10図に電磁石 C の上昇曲線及び下降曲線を示す。電磁石 A に対するも
 のは第4図である。



第9図 電磁石Bの上昇及下降(点線)曲線



第10図 電磁石Cの上昇及下降曲線

此等三つの特性曲線から電磁石の設計と使用材料の選択が如何に必要であるか分るのであらう。

(5) 鉄心(純鉄)中の磁場の強さ及び透磁率：—

(1)式から

$$H' = \frac{4\pi NI/10 - Hd}{l'} \quad (3)$$

(3)式に実際の値、 $l' = 172\text{cm}$ 、 $d = 2\text{cm}$ 、 $N = 2620$ 、を代入し更に $H-I$ 曲線、 B_m の連続性を考慮に入れると鉄心中の透磁率 μ' が次の関係から求められる。

$$\mu' = \frac{H}{H'} \quad (4)$$

この様にして得られた μ' の値を第2表 (a) に示してある。純鉄であるために μ' は可成り大きな値を探ることが分る。第3表 (b) は同じ試料を小さな Ring 状としたものについて Ballistic 法で求めた値である。両者の数値の相異は 磁力線の leak, Hysteresis, 加工歪, 熱処理等の影響によるものであるが、共に $0.5 \sim 1.0$ oerst の間に μ' の極大を有している。

$I(\text{Amp})$	$H(\text{Oe})$	$H'(\text{Oe})$	μ'	H_o'	μ_o'
1	1600	0.52	3080	1	3980
2	3200	1.05	3050	2	3690
3	4790	1.58	3034	3	3060
4	6360	2.10	3030	4	—
5	7980	2.80	2850	5	2800
6	9580	3.37	2840	6	—
7	11000	5.17	2130	25	610

(a)

(b)

第2表 鉄心(純鉄)中の透磁率

6. 結 言

今度新しく製作した電磁石の性能の概要は以上の如くである。熊谷型電磁石の設計の優秀性に加うるに鉄心として焼鈍した純鉄を使用した場合の性能の改善が如何なる点にどの程度現はれたかを知ることが出来た。磁場の均一性の向上と之と不離の関係にある電源の安定化とが今後に残された問題である。終りに電磁石の製作に当り貴重なる材料の寄贈並びに加工の労を提供して戴いた日立製作所安来工場に対して深甚なる感謝の意を捧げる次第である。尙本研究に対し熱心に測定に従事して戴いた上村正、小倉実両君に厚く御礼申上げる。

文 献

- (1) 竹本：島根大学論集（自然科学）；No.3. 43 (1953)
- (2) 熊谷，庄野：理工学研究所報告；6.2.17 (1952)
- (3) H. S. Gurovsky ; L. H. Meyer ; R.E Mc Clure ; Rev. Sci. Inst. ; 24. 8, 644 (1953)
- (4) C. Kittel ; Ferromagnetism.
- (5) L. F. Bates : Modern Magnetism.
- (6) D, J, E, Ingram : Spectroscopy at Radio and Microwave Frequencies. (1955)

(昭和 30 年 11 月 30 日 受理)