## 原著論文

# 再生型および超再生型NQRスペクトロメータのための周波数マーカー

## (NQR/周波数マーカー)

### 三島満雄

# Frequency Marker for Regenerative and Superregenerative NQR Spectrometers

(NQR / Frequency marker)

Mitsuo MISHIMA

The frequency marker for regenerative and externally-quenched superregenerative NQR spectrometers was constructed for the purpose of determining resonance frequencies from absorption spectra drawn on the chart of the recorder. The performance of the frequency marker was examined by scaling on an absorption spectrum at intervals of 5kHz or 10kHz. It was confirmed that the resonance frequency could be determined at least with an accuracy of  $\pm 1$ kHz in either the regenerative or superregenerative spectrometer.

記録計の記録紙に描かれた吸収スペクトルから共鳴周波数を決定することを目的として、 再生および他励式超再生型NQRスペクトロメータのための周波数マーカーを製作した。吸収 スペクトルに5kHzまたは10kHzの間隔の目盛を入れることによりマーカーの性能を調べた。 再生および超再生スペクトロメータのどちらにおいても、共鳴周波数を少なくとも±1kHzの 精度で決定できることが確かめられた。

### 緒 言

核四極共鳴 (NQR)を観測する際に,吸収が弱くオ シロスコープ上で観測できないときには,ロックイン アンプで位相検波し共鳴吸収を記録計で記録する。周 波数を決定する際に,最大吸収の部分で掃引を止めて, その周波数を決定する方法もあるが,線幅が広い場合 や吸収が弱く雑音が多い場合は,共鳴曲線の中心が分 かり難い。このとき,共鳴スペクトル上に周波数目盛 が書き込まれていると非常に都合がよい。

周波数の掃引はバリコンを回転させるかまたは可変 容量ダイオードのバイアス電圧を変化させて行う。い ずれにしても周波数変化はバリコンの回転角またはダ イオードのバイアス電圧に対して直線的でない。この ため、市販の超再生型スペクトロメータ (Wilks-1A およびDECCA NQRスペクトロメータ) では記録計の マーカーペンで周波数目盛を書き込ませている。これ らを利用して観測された共鳴周波数には精度が±10 KHzのものが少なくない。これでは精度が不十分で、 試料の温度がわずかに変化しても共鳴周波数は変化す るので、少なくとも±1KHzで読み取る必要がある。 ね合わせて記録計で記録すれば、より高い精度で共鳴 周波数を読み取ることができる。再生型スペクトロメー タで観測したスペクトルに周波数カウンターを利用し て周波数目盛を書き込んだ例はあるが、<sup>1)</sup> ブロッキン グ発振をする超再生型スペクトロメータでは周波数カ ウンターで周波数を直接読み取ることができないので、 この方法は利用できない。多くの場合、超再生型スペ クトロメータで観測することが多いので、再生型およ び他励式超再生型スペクトロメータの両方に使用でき、 ±1KHzの精度で読み取れる周波数マーカーを製作し た。基本的な回路の構成はSmithらのマーカーペンの ための回路<sup>2)</sup>を参考にしたが、スペクトルに直接目盛 を入れることとクエンチの周波数を制御することが異 なる。

このためにはより細かい周波数目盛をスペクトルに重

#### 回路の構成

回路の構成を図1に示す。スペクトロメータのRF 信号と適当な周波数のクロックを混合し、その唸りの 成分を濾波した後、直流電圧に変換して、周波数目盛 の信号とする。周波数目盛はロックインアンプの出力 に目盛信号を重ね合わせて記録計に出力する。この図

化学教室 Department of Chemistry

は記録計のペンに周波数目盛を刻ませる部分のみで, 記録計のマーカーで目盛を入れる部分は含まれていな い。クエンチ周波数の信号は超再生型スペクトロメー タを使用する場合のみ使用する。フェーズロックドルー プ(PLL)回路の出力パルスにはジッターがあるため, クエンチ周波数の信号源として直接は使用せず,外部 同期端子をもった低周波発振器の同期信号として用い て,低周波発振器のジッターのない正弦波または矩形 波を利用する。



図1 周波数マーカーの構成

1. 高周波の増幅

RF信号の増幅部を図2に示す。スペクトロメータ からRF信号を取り出すのに、容量の小さいコンデンサー をタンク回路に接続するか、数回巻きのコイルをタン ク回路付近に配置するかまたはバッファーアンプを利 用しているので、特にインピーダンスの整合を考慮し ていない。高周波はµPC1664(NEC)により10倍程度増 幅している。200MHzまでは全く問題はなかった。図 3 (a)の回路のミキサからのスペクトロメータへのク ロックパルスの通り抜けを避けるために、µPC1664の OUT1, OUT2のそれぞれに2段のエミッターフォロワ を接続している。Q3, Q5の2つのエミッターフォロ ワの出力は、それぞれ図3(a)~(e)の記録計の記録ペ ンのための回路(Aユニット)と大まかな周波数目盛 を刻むマーカーペンのための回路(Bユニット)に入 力する。

#### 2. ミキサ,フィルタと増幅

図3(a)の回路はRF信号とクロックパルスのミキサ およびローパスフィルタからなり、AユニットとBユ ニットでは共通の回路である。Aユニットで使用した クロックパルスの周波数は1k, 5k, 10k, 20k, 40k, 50k, 60k, 80k, 100k, 120k, 150k および160kHz, Bユニット では10k, 100k, 200k, 300k, 500kおよび1MHzである。 クロックパルスを抵抗R1とコンデンサーC1からなる 微分回路を通し、次のトランジスタQ1の回路により微 分パルスの負電圧部分をカットしてミキサに加える。 (トランジスタの代わりにダイオードを使用した場合 は負パルが0.6V程度残るので偶数次の高調波が弱くな る。) R3の抵抗値の部品の配置等の影響がかなりあり、 1k 付近の抵抗の最適値を選びフィルタ出力が最大と なるように調整する必要がある。ミキサの部分は周囲 の配線等の影響が大きくシールドすることが重要であ る。ローパスフィルタは遮断周波数が約28Hzの6次 のバターワース型 (減衰特性 - 36dB/oct) を採用し, OPアンプOp4で交流分を増幅している。(フィルタは 遮断周波数が50Hz以下で、急峻なロールオフ特性が得 られればよく、厳密である必要はない。) このフィル タはRF周波数とクロックパルスの高調波の差が約 ±30Hz以下になったとき周波数が一致したとみなし



図2 高周波の増幅回路

て、その唸り成分を利用して記録計に目盛を書き込ま せるためのものである。

ローパスフィルタからの交流成分は図3(c)の回路 により増幅,整流し,次段の図3(d)または(e)のOp8 またはOp11で構成するコンパレータに接続する。こ の回路まではAおよびBユニットの共通の回路である。 図3(d),(e)のコンパレータは電圧比較型のものより 電流比較型のものが良い結果が得られた。図3(d)と (e)はそれぞれAとBユニットの終段回路で,この部分 のみが2つのユニットで異なる。Aユニットではダイ オードD1, D2を挿入して、コンパレータの出力が正電 圧のみとなるようにし、Op9で構成するアンプのスイッ チSW1は記録計で描かれた吸収曲線上に、上向きまた は下向きに周波数目盛を入れるために使用する。最終 段の非対称な差動増幅器を用いたのはロックインアン プからの入力の増幅度は1で、Op9からの出力電圧の みを1/6程度に減少させるためである。

Bユニットは記録計のマーカーをオン、オフするた









(C)

図 3 周波数目盛の生成回路 (a)ミキサ回路 (b)ローパスフィルタ回路 (c)フィルタ出力の増幅と整流回路



図3 周波数目盛の生成回路 (d)周波数目盛電圧と検波出力の混合回路 (e)マーカーペンのスイッチング回路

めの回路で、低電流で駆動するフォトリレーTLP595A (東芝,4,6端子間のオン抵抗の実測:1 ,許容電流: 300mA)を使用して、このリレーを2mA程度の電流で 駆動している。

## 3. クロックパルス

発信周波数12.8MHzのクリスタルモジュール (京セ ラKTXO-18S, 温度特性 ± pm/-20~60 , エージング特 性 ± 1ppm/year)を基準周波数源として, 12.8MHzを適 当に分周することにより、周波数が1k,5k,10k,20k, 40k,50k,80k,100k,160kHzおよび200kHzのクロック パルスを得た。60k,120k,150k,300k,500kおよび 1MHzのクロックパルスは12.8MHzの周波数のものを 分周しても得られないので、図4のようなPLL回路を 利用して、内蔵のVCO回路により3MHzで発振させ、こ れをさらにIC3で3分周して1MHzのパルスを得た。こ れらの適当な分周により60k,120k,150k,300kと500 kHzのクロックパルスを得た。この回路では発振周波



図4 PLL回路による1MHzと3MHzのクロックパルスの生成回路

数を固定していることと、スプリアスをできるだけ減 少させるため、74HC4046のExORによる位相比較器の PC1を使用し、さらに干渉をさけるため位相比較器と VCOは別のICを使用した。<sup>3)</sup>

#### 4. クエンチ周波数

図4に他励式超再生スペクトロメータのためのクエ ンチ周波数の生成回路を示す。スペクトロメータの周 波数範囲やスペクトロメータに使用する発振器の型に より、広範囲のクエンチ周波数が要求されることから、 PLL用ICとしてロック範囲の広いC-MOSの4046Bを採 用し、図のR1、R2、C2、C3の抵抗とコンデンサーから 成るループフィルタを用いて10k~300kHzの範囲の周 波数で発振させることができた。分周回路はカスケー ド接続した3個のMC14522とデジタルスイッチで構成 し、1kHz単位で設定できるようにした。

出力は形が矩形波であることから高調波を減少させ るため、信号をOp4、Op5で構成する遮断周波数可変の ローパスフィルタを通している。遮断周波数の変化は フォトカプラーMCD5221 (モリリカ) のR13, R14の 抵抗をフォトカプラー中のフォトダイオードの電流を 変化させて行う。電流の制御はIC1のVCOの制御電圧 を利用して、Op1、Op2を通してOp3で電圧 電流変換 しフォトカプラーの電流を制御している。可変抵抗 VR1を調整して適当な遮断周波数とする。10kHz付近 ではかなり歪みのある正弦波となるが,充分目的に耐 えている。フォトカプラーには相当の個性があるので, Op2の周りの抵抗値は目安に過ぎない。このようにし て得られた出力(OF)をKENWOOD製(AG-253)または NF回路ブロック製(SY-107A,廃止品種)の低周波発振 器の同期信号として入力し,低周波発振器をジッター のない正確なクエンチ周波数の信号源としている。

(低周波発振器の機種によってはフィルタ回路は必ず しも必要ではない。)

超再生スペクトロメータの発振器は、上述のように、 クエンチ周波数でブロッキング発振をする。このため、 図 3 (a)のミキサに入力したクロックパルスの高調波 が、スペクトロメータの発振周波数と一致したときと クエンチ周波数と一致したときの両方で唸り成分を生 じる。したがって、読み取りやすい周波数目盛を入れ るのには、スペクトルの周波数範囲にもよるが、クエ ンチ周波数を5kHzまたは10kHz単位で正確な周波数で 設定することが必要である。また、 クエンチ周波数が 50kHzのとき、40kHzまたは60kHzクロックパルスを用 いるとサイドバンドの周波数にも応答するため50kHz との差の10KHz単位の目盛を入れこともできる。勿論、 10kHzのクロックを用いてもよいが、クロックパルス とクエンチの周波数の差を利用して周波数目盛を入れ る方法はクロックの高調波が弱くなる100MHz領域で は特に有効である。

### 結果と性能

NQRスペクトロメータとしてRobinson型の再生発振 検波器<sup>4)</sup>とDean型の他励式超再生発振検波器<sup>5)</sup>を用い, 試料としてp-ジクロロベンゼンを用い, NQRを共に磁 場のゼーマン変調<sup>6)</sup>を使って観測し,周波数マーカー の性能を検討した。図6にその結果を示す。図6(a) は再生発振器で得られたスペクトルで,このときの試 料温度が292Kであった。AおよびBユニットのクロッ クパルスとしてそれぞれ5kHz,50kHzを用いた。記録 計のペンは5kHz毎に周波数目盛を刻んでおり,マーカー の目盛の間隔もクロックパルスの周波数と一致してい る。図が縮小されているため34.29MHzの目盛は明確



図5 クエンチパルスの生成とフィルタ回路



図 6 NQR スペクトル (a) 再生型スペクトロメータによるスペクトル (b) 超再生型スペクトロメータによるスペクトル

ではないが吸収曲線の最大の部分にあり,共鳴周波数 は34.290MHzと,半値幅は周囲の目盛の間隔から1.7 kHzと読み取ることができる。5kHzの目盛があれば, 共鳴周波数を目分量で十分に±1kHzの精度で読み取 ることができる。

図6(b)は超再生型発振器を用い294kで測定した結 果である。スペクトルはサイドバンドが多く現れ、吸 収が強すぎるためゼーマン変調の影響も強く表れて、 やや目盛が分かりにくい。この場合は、クエンチの周 波数は60kHzに設定し、Aユニットの入力パルスは50 kHzに、Bユニットへのパルスは300kHzに設定した。 34.40MHz付近の吸収もサイドバンドである。マーカー の目盛はクエンチ周波数の倍数となっているため、目 盛間隔は60kHzとなっている。他方、ペンが刻んだ目 盛間隔は50kHzと60kHzの差の10kHzとなっている。こ の図から共鳴周波数は34.282MHz±1kHzと読み取れる。 このスペクトルの測定の際に、図3(b)の回路の増幅 度を大きくしたため、所々に5kHzの目盛が入っている が、原因は解明していない。5kHzの目盛が入ることに よって不都合は生じないので現段階では改良はしてい ない。再生型発振器の場合でも同様に、図3(b)の回 路の増幅度を大きくすると、クロック周波数の1/2の目 盛が入るようにすることができる。

### 考 察

周波数マーカーをスペクトロメータに接続した際に、 スペクトロメータに何らの影響を与えないことが重要 で、特にRF信号の入力回路に注意を払う必要がある。 図 2 のRF増幅回路においてµPC1664のOUT1とOUT2 のそれぞれにトランジスタQ2とQ3およびQ4とQ5で構 成する 2 段階のエミッターフォロワを接続している。 Q3とQ5によるエミッターフォロワを省略した場合は、 図 2 (a)のミキサ回路からスペクトロメータへのクロッ クパルスの通り抜けが生じ、クロックパルスの高調波 がスペクトルに重畳される現象が見られた。 2 段階の エミッターフォロワの採用はクロックパルスの通り抜 け阻止に効果的で、図 6 (a)および(b)に見られるよう に、スペクトルにクロックパルスの影響は全く現れて いない。

RF増幅回路以外で問題となるのは、回路内で発生す るノイズである。周波数目盛の生成回路で問題となる のは、図3(d)と(e)におけるコンパレータとリレー回 路の電圧および電流ノイズである。これらの回路では コンパレータは電流比較型のものを採用している。コ ンパレータに電圧比較型を使用した場合は、微弱なノ イズが発生し、このノイズが電源ラインを通って交流 および直流増幅回路に回り込み、コンパレータがリセッ トされず発振する現象が生じた。これに対し、電流比 較型コンパレータではノイズによる不具合はなく、コ ンパレータは安定な作動をしている。

図3(e)の回路においてメカニカルリレーを使用した場合,数十mAの駆動電流が必要であり,リレーのセット・リセットによって生じる電流ノイズのために,ノイズの回り込みによりコンパレータとリレーのリセットが困難となった。これを解決するためには,リレーのための別電源を必要とし,さらに電源ラインをフェライトコアに通し,最も効果的な配線の位置を探る必要があった。フォトカプラーを使用した際には,駆動電流が小さいため,別電源は不要であり,図3(a)~(e)の回路を同一基板上に組み込んでもノイズによる不具合は生じていない。

図4と図5の回路および分周回路では、デジタル回

路とアナログ回路とでは別電源を使用いるので、ノイ ズの問題は生じていない

# まとめ

再生型および超再生型スペクトロメータでは、今回 報告した周波数マーカーの使用により30MHz台の共鳴 周波数を±1kHzの精度で読み取りことができる。共 鳴周波数の低い<sup>14</sup>N核の場合はより容易に目盛を入れ ることができる。超再生スペクトロメータの場合が他 励式の場合に、報告した周波数マーカーの使用が有効 である。

# 参考文献

- 1) M.Suhara, Sci. Rep. Kanazawa Univ. 17, 7-15 (1972).
- 2) J.A.S.Smith and D.A.Tong, J. Sci. Instrum. 1, 8-14 (1968).
- 3) 遠坂俊昭, トランジスタ技術, 2001. 3月号, p 249.
- 4) F.N.H.Robinson, J. Phys. E: Sci. Instrum. 15, 814 823 (1982).
- 5) C.Dean and M.Pollak, Rev. Sci. Instrum. 29, 630-632 (1958).
- 6) F.N.H.Robinson, J. Phys. E: Sci. Instrum. 13, 961-963 (1980).