N° d'ordre 61

THÈSES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE

pour obtenir le titre de Docteur-Ingénieur

par

BERNARD LOUCHART

Ingénieur I. S. E. N.

★

PREMIÈRE THÈSE

Étude de certains phénomènes transitoires se produisant en R.M.N. à l'établissement du régime de Mémoire de Phase
Description de l'appareillage spécial réalisé pour cette étude

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 24 Septembre 1966, devant la COMMISSION D'EXAMEN

M. R. GABILLARD	Président
M. A. LEBRUN	Examinateur
M. E. CONSTANT	Examinateur

FACULTE DES SCIENCES DE LILLE

Doyens Honoraires : MM. LEFEBVRE, PRUVOST, PARREAU

Professeurs honoraires : MM. ARNOULT, BEGHIN, BROCHARD, CAU, CHAPELLON, CHAUDRON, CORDONNIER, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE FLEURY, P.GERMAIN, KAMPE DE FERIET, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG, MM. MAZET, A.MICHEL NORMANT, PARISELLE, PASCAL, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, WIEMANN, ZAMANSKY

Doyen : TILLIEU, Professeur de Physique

Assesseurs : M. DURCHON, Professeur de Zoologie
M. HEUBEL, Professeur de Chimie Minérale

Professeurs : MM. BACCHUS, Astronomie Calcul numérique
BECART, Physique
BERKER, Mécanique des Fluides
BLOCH, Psychophysiologie
BONNEMAN-BEMIA, Chimie et Physico-Chimie Industrielles
BONTE, Géologie Appliquée
BOUISSET, Physiologie animale
BOURIQUET, Botanique
CELET, Géologie
CORSIN, Paléobotanique
DECUYPER, Mathématiques
DEDECKER, Mathématiques
DEFRETIN, Biologie marine
DEHORS, Physique Industrielle
DELATTRE, Géologie
DELEAU, Géologie
DELHAYE, Chimie minérale
DESCOMBES, Calcul différentiel et intégral
GABILLARD, Radioèlectricité
GERMAIN, Chimie Générale, et Chimie Organique
GLACET, Chimie
GONTIER, Mécanique des Fluides
HEIM de BALSAC, Zoologie
HOCQUETTE, Botanique Générale et Appliquée
LEBEGUE, Botanique
Mme LEBEGUE, Physique
MM. LEBRUN, Radioèlectricité
Mlle LENOBLE, Physique
MM LIEBAERT, Radioèlectricité
LINDER, Botanique
LUCQUIN, Chimie
MARION, Chimie
Mlle MARQUET, Mathématiques

MM MARTINOT LAGARDE, Mécanique des Fluides
MAUREL, Chimie
MENNESSIER, Géologie
MONTREUIL, Chimie Biologie
PEREZ, Physique
PHAM MAU QUAN, Mécanique Générale
POITOU, Algèbre Supérieure
POUZET, Mathématiques
PROUVOST, Géologie
ROUELLE, Physique et Electricité Industrielles
SAVARD, Chimie Générale
SCHALLER, Zoologie
SCHILTZ, Physique
Mme SCHWARTZ, Mathématiques
MM TRIDOT, Chimie minérale appliquée
VIVIER, Zoologie
WATERLOT, Géologie et Minéralogie
WERTHEIMER, Physique

Maitres de Conférences :

MM ANDRE, Zoologie
BEAUFILS, Chimie générale et organique
BLANCHARD, Chimie de la Houille
BOILLET, Physique générale
BOUGHON, Mathématiques
BUI TRONG LIEU, Mathématiques
CHASTRETTE, Chimie Générale
COMBET, Mathématiques
CONSTANT, Physique
DANZE, Géologie
DEVRAINNE, Chimie Minérale
Mme DRAN, Chimie de la Houille
MM FOURET, Physique
GAVORET, Physique Théorique
HERZ, Mathématiques
HUARD DE LA MARRE, Calcul Numérique
LACOMBE, Mathématiques
MAES, Physique
MONTARIOL, Chimie
MORIAMEZ, Physique
MOUVIER, Chimie
NGUYEN PHONG CHAU, Physique
PANET, Physique et Electricité Industrielles
POUZET, Mathématiques
RAUZY, Mathématiques
SAASA, Physique
SEGARD, Chimie Biologique
TUDO, Chimie Minérale
VAILLANT, Calcul des Probabilités
VAZART, Botanique
VIDAL, Physique Industrielle

Conseiller d'Administration Universitaire : M. LEGROS

Attaché Principal : M. FACON

Attachés d'Administration : MM. COLLIGNON, JANS, LEROY

A MES PARENTS

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Radioélectricité et Electronique de la Faculté des Sciences de LILLE.

Nous tenons à remercier Monsieur le Professeur GABILLARD, Directeur du Laboratoire, qui nous a confié ce travail et nous a constamment guidé.

Nous exprimons également nos remerciements à Monsieur le Professeur LEBRUN pour son aide précieuse.

Nous assurons de notre gratitude Monsieur CONSTANT, Maître de Conférences, qui a accepté de nous faire l'honneur de participer à notre jury.

Enfin, nous exprimons notre reconnaissance à tous nos camarades et au Personnel du laboratoire pour leurs témoignages de sympathie et leur aide constante.

T A B L E   D E S   M A T I E R E S

Pages

INTRODUCTION

Le sujet de recherche qui nous a été confié consistait en une étude systématique du phénomène de mémoire de phase en résonance magnétique nucléaire.

Ce phénomène se manifeste dans les liquides de temps de relaxation T_I et T_2 élevés lorsque le dispositif expérimental soumet l'échantillon à des passages par les conditions de résonance avec une période de répétition plus courte que les temps T_I et T_2. On observe alors une forme de signal (représenté sur la figure qui suit) se caractérisant par la présence d'oscillations aussi bien avant qu'après l'instant du passage par la résonance.

Ce phénomène a été découvert par S.J. GOODEN et étudié par R. GABILLARD dans sa thèse en I952 qui a montré comment on pouvait l'utiliser pour mesurer les temps de relaxation T_I et T_2 lorsque l'inhomogénie du champ magnétique continu est trop grande pour que les moyens conventionnels utilisant la largeur de raie puissent être employés. Entre I952 et I965, ce phénomène ne semble avoir été étudié que par S. NAKAMURA.

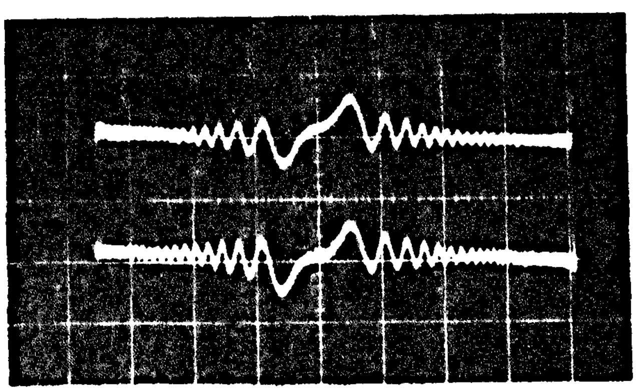
Dans une première partie de notre thèse, nous décrivons le phénomène de mémoire de phase ainsi que les divers comportements transitoires qu'il manifeste, lorsque l'on provoque des variations brusques du champ magnétique continu H_o et nous précisons les conditions expérimentales qu'il faut réaliser pour en effectuer l'étude.

Dans une seconde partie, nous décrivons l'appareillage que nous avons dû réaliser pour étudier ce phénomène. Il consiste en un dispositif à bobines croisées de Bloch fonctionnant à IO 730 kHz dans le champ magnétique d'un aimant permanent de 25[illegible]. Il est entièrement transistorisé afin de pouvoir fonctionner sur piles et n'être pas soumis aux fluctuations rapides véhiculées par le secteur électrique.

Dans une troisième partie, nous exposons les résultats expérimentaux que nous avons obtenus et nous en donnons une interprétation en utilisant les théories de Gabillard et Nakamura.

La concordance des données expérimentales et des conclusions théoriques a été obtanue après avoir défini quantitativement une notion délicate peu traitée par ces deux auteurs "le temps efficace de passage par la résonance".

Cette notion que nous exposons au chapitre II constitue la partie originale de notre travail.



Benzène - H_I = 32,4mG - ΔH = 3,7 G

Horizontal : 50hz, 2 traces séparées - Vertical : ImV/cm

PREMIERE PARTIE

INTRODUCTION ET DESCRIPTION DU PHENOMENE DE MEMOIRE DE PHASE

I. EQUATIONS DE BLOCH

I.I. Principe de l'expérience de BLOCH

Le magnétisme nucléaire a suscité les travaux de nombreux chercheurs {I-2-3-4-5-6}. C'est à BLOCH {7} que revient le mérite d'avoir réalisé le dispositif à champs croisés que nous avons utilisé.
Ce dispositif constitue un moyen d'étude classique de la résonance magnétique nucléaire que l'on a schématisé sur la figure(I):

- Le champ continu polarisant $\vec{H}_o$ est selon Oz' .
- Le champ sinusoïdal $\vec{H}_s$ de pulsation selon Ox'.
- et l'axe de la bobine de réception contenant l'échantillon est selon Oy'.

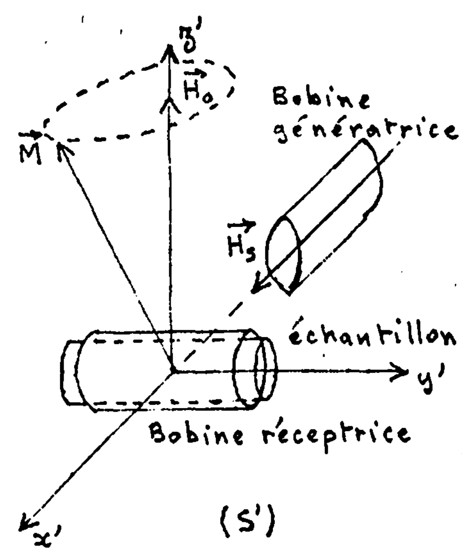


Figure I

Sous l'action de $\vec{H}_s$, la résultante macroscopique $\vec{M}$ de l'ensemble des moments magnétiques $\vec{\mu}$ des noyaux du corps étudié quitte sa position d'équilitre $\vec{M}_o = \chi\vec{H}_o$. La variation de flux créée par le mouvement de $\vec{M}$ induit aux bornes de la bobine de réception une tension appelée par BLOCH "signal d'induction nucléaire".

On rend périodiques le phénomène et l'observation par l'utilisation d'un champ de modulation (ou de balayage) $\vec{H}_m = \Delta H \sin \Omega t$ colinéaire au champ $\vec{H}_o$.

I.2. Comportement des spins libres

Malgré l'état condensé de la matière de l'échantillon liquide, son aimantation nucléaire est cependant assimilable à celle d'un ensemble de spins libres à cause de la petitesse du couplage du spin nucléaire avec les moments magnétiques des orbites et des spins électroniques des atomes.

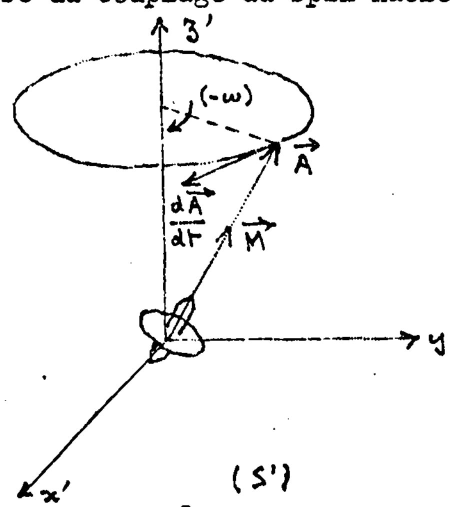


Fig 2

BLOCH a montré que le comportement de $\vec{M}$ était macroscopiquement celui d'un gyroscope parfait pour lequel les moments magnétiques $\vec{M}$ et cinétique $\vec{A}$ seraient portés par l'axe de rotation. Dans ce cas, le mouvement est décrit par la relation :

$$\frac{d\vec{A}}{dt} = \vec{M} \wedge \vec{H} \qquad (1)$$

avec laquelle on obtient :

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = \gamma \vec{M} \wedge \vec{H} \qquad (2)$$

où $\gamma = \frac{\vec{M}}{\vec{A}}$ est le rapport gyromagnétique.

Dans le cas de figure choisi, $\vec{A}$ et $\vec{M}$ sont de même sens ; γ est positif et, par suite, la précession de l'axe se fait dans le sens négatif.

L'interprétation de l'expression (2) est facilitée quand on se place dans un référentiel (S) d'axe Oz' tournant à la vitesse $(-\omega)$ par rapport au référentiel fixe (S') du laboratoire.
La relation (2) devient alors :

$$\left(\frac{d\vec{M}}{dt}\right)_{(s)} = \gamma\, \vec{M} \wedge \left(\vec{H} - \overrightarrow{\left|\frac{\omega}{\gamma}\right|}\right) \qquad (3)$$

et il apparaît un champ efficace fictif :

$$\vec{H}_e = \vec{H} - \overrightarrow{\left|\frac{\omega}{\gamma}\right|}$$

$$\text{avec} \quad \vec{H} = H_o\vec{k} + H_I\vec{i}$$

où H_I est dans le référentiel tournant, un champ constant dirigé suivant Ox. C'est lui qui est responsable du mouvement du gyroscope avec lequel il échange de l'énergie.

L'évolution de $\vec{M}$ dans le référentiel fixe (S') résulte donc de la composition de sa précession autour de $\vec{H}_e$ à la pulsation $\omega_e = -\gamma\vec{H}_e$ avec la rotation de $\vec{H}_e$ autour de H_o à la pulsation ω.

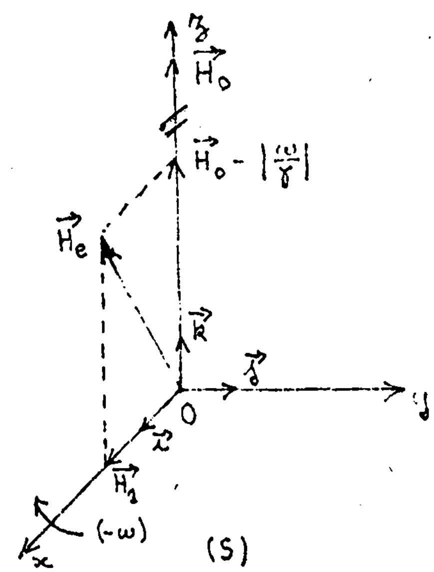


Fig 3

$\vec{H}_I$ étant beaucoup plus faible que $\vec{H}_o$, le changement d'orientation de $\vec{M}$ ne sera appréciable que pour $\omega \simeq \omega_o$.
ω_o est appelée la pulsation de LARMOR et est définie par $\underline{\omega_o = -\gamma H_o}$; c'est lorsque $\omega = \omega_o$ que les échanges d'énergie entre le champ $\vec{H}_I$ et le gyroscope seront les plus intenses.

<u>Remarque</u> :

Le champ sinusoïdal $\vec{H}_s = 2H_I \sin\omega t$ d'axe Ox' produit par la bobine est décomposable en deux champs tournants

- d'amplitude H_I
- de vitesse angulaire $(+\omega)$ et $(-\omega)$.

Ce n'est que grâce à la petitesse de H_I devant H_o que la composante $(+\omega)$ tournant en sens inverse du gyroscope est sans effet sensible {8-9-IO-II}.

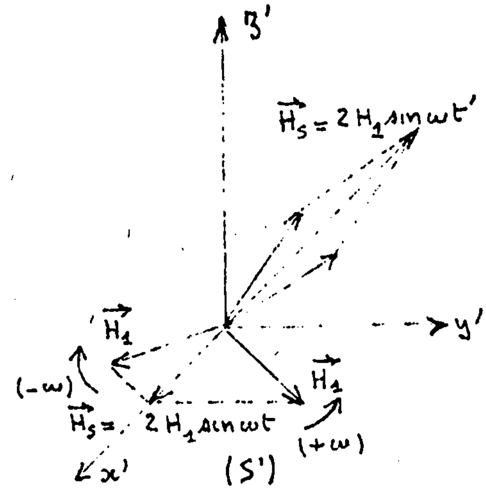


Figure 4

I.3. Phénomènes de relaxation

La relation (3) ne décrit pas complètement le comportement de $\vec{M}$. L'expérience montre en effet que si l'on coupe le champ $\vec{H}_s=2H_I\sin\omega t$ à un instant donné, $\vec{M}$ passe de la position quelconque, qu'il occupait à l'instant de la coupure, à sa position d'équilibre $\vec{M}_o = \chi\vec{H}_o$ par un mouvement obéissant au système d'équations suivant :

$$\frac{dM_x}{dt} = - \frac{M_x}{T_2} \qquad (4)$$

$$\frac{dM_y}{dt} = - \frac{M_y}{T_2} \qquad (5)$$

$$\frac{dM_z}{dt} = - \frac{M_z - M_o}{T_1} \qquad (6)$$

- T_I est le temps de relaxation spin-milieu ou encore longitudinal.

- T_2 est le temps de relaxation spin-spin ou encore transversal. Il rend compte de l'interaction des spins entre eux. Par ailleurs, l' inhomogénie spatiale du champ $\vec{H}$ joue, dans ces temps de relaxation le rôle suivant :

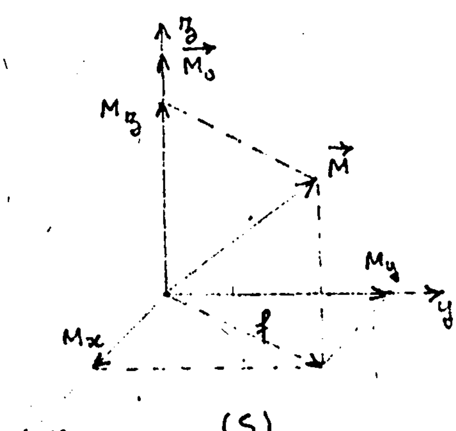


Figure 5

Si le temps τ_2 défini par :

$$\tau_2 = \frac{I}{\gamma \delta H}$$

(où δH est la variation de H à travers le volume de l'échantillon) est plus petit que T_2 (temps de relaxation caractéristique de l'échantillon) il convient de remplacer T_2 par T_2^* défini par.

$$\frac{I}{T_2^*} = \frac{I}{T_2} + \frac{I}{\tau_2}$$

τ_2 étant bien inférieur à T_2, on pourra considérer que

$$T_2^* = \tau_2$$

I.4. Système d'équations de BLOCH

L'association des composantes de la relation vectorielle (3) aux relations (4), (5) et (6) fournit, en posant conformément aux notations courantes :

$u = M_x$ $\quad v = \frac{-\gamma}{|\gamma|} M_y = \pm M_y$ $\quad \Delta\omega = \omega - \omega_o$, un système d'équations qui est à la base de toute étude en résonance magnétique nucléaire :

$$\frac{du}{dt} + \frac{u}{T_2} + \Delta\omega v = 0 \tag{7}$$

$$\frac{dv}{dt} + \frac{v}{T_2} - \Delta\omega u + M_z \gamma H_I \; v = 0 \tag{8}$$

$$\frac{dM_z}{dt} + \frac{M_z - M_o}{T_I} - v\gamma H_I = 0 \tag{9}$$

II. SOLUTIONS DES EQUATIONS DE BLOCH

Les variations de "v" s'obtiennent en recueillant aux bornes de la bobine réceptrice la tension induite par le mouvement de $\vec{M}$.

Le champ $\vec{H}_z$ est composé du champ continu $\vec{H}_o$ auquel on superpose le champ de modulation (appelé aussi champ de balayage) $\vec{H}_m = \Delta H \sin \Omega t$. Cette modulation permet une observation périodique du signal de résonance.
Nous montrerons plus loin que la vitesse de variation de $\vec{H}_z$ due au champ de modulation modifie beaucoup la forme du signal.
Les résultats obtenus sont très différents selon le sens des signes des inégalités que l'on peut établir entre les valeurs des paramètres suivants :

$$\frac{I}{T_I},\ \frac{I}{T_2},\ \gamma dH,\ \ \gamma H_I,\ \ \gamma \Delta H,\ \ \Omega \text{ et } \frac{I}{\tau} = \frac{I}{H_I}\frac{dH_z}{dt} = \frac{\Omega \Delta H}{H_I}$$

où - dH est la largeur de raie inhomogène définie par $dH = I/\gamma T_2^*$

- τ est appelé "temps de passage par la résonance"

Les inégalités que l'on peut établir entre ces divers paramètres dépendent des conditions expérimentales. Nous allons d'abord rappeler quelques cas classiques, ce qui nous permettra de mieux définir les conditions pour lesquelles apparaît le phénomène de mémoire de phase.

II.I. Balayage lent

$$\boxed{\tau \gg T_I}$$

Le balayage est considéré comme lent lorsque τ est beaucoup plus grand que T_I

On peut alors écrire :

$$\frac{du}{dt} = \frac{dv}{dt} = \frac{dM_z}{dt} = 0 \qquad (IO)$$

et les expressions tirées des équations (7) (8) et (9) décrivent les formes représentées figures (6) et (7) des courbes "u" et "v" de dispersion et d'absorption.

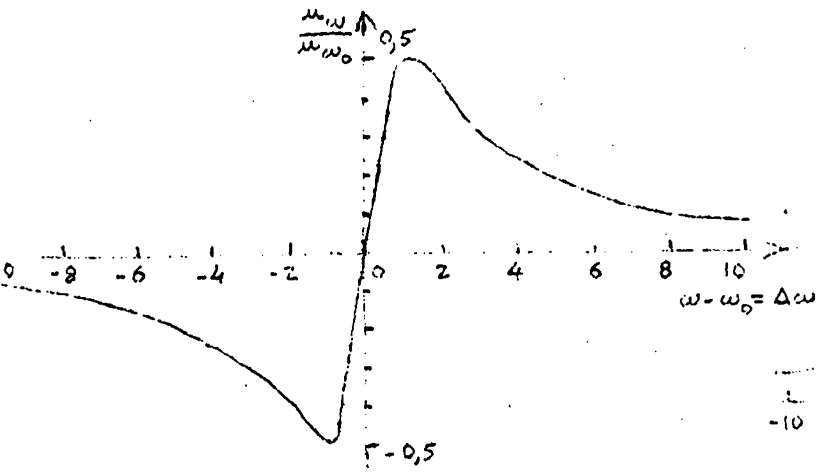


Figure 6

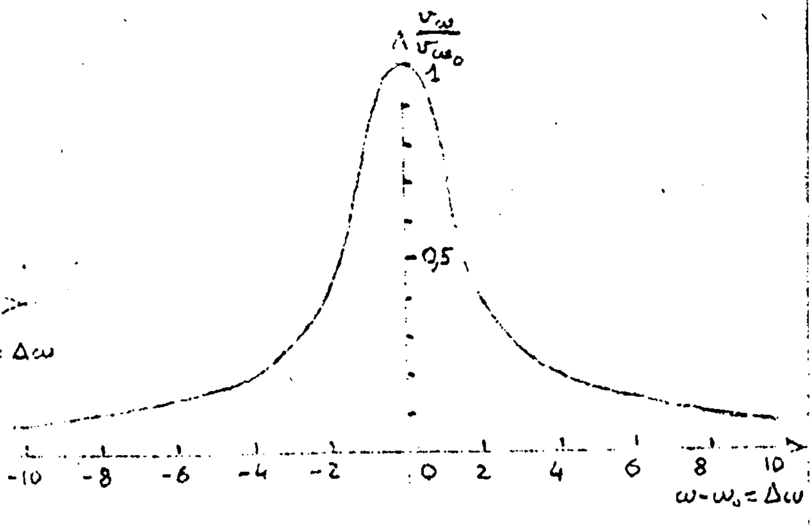


Figure 7

Le signal "v" a la forme d'une courbe de LORENTZ d'expression normalisée :

$$f_{T_2}(\Delta\omega) = \frac{T_2^*}{\pi} \quad \frac{I}{1 + (\omega-\omega_o)^2\, T_2^{*2}}$$

et de largeur à mi-hauteur

$$d\omega = \frac{I}{T_2^*} = \gamma dH$$

Ce n'est que lorsque l'inhomogénie du champ H est faible ($\tau_2 \gg T_2$), que l'on peut remplacer dans ces formules T_2^* par T_2.

II.2. Balayage rapide

$$\boxed{\tau \ll T_I}$$

Nous avons alors : τ très inférieur à T_I

Les relations (10) cessent alors d'être valables et les signaux obtenus présentent des particularités intéressantes selon les valeurs relatives de T_I, T_2 et $T_o = \frac{\pi}{\Omega}$ demi période de balayage.

II.2.I. T_I et T_2 plus petits que T_o

$$\boxed{(T_I < T_o),\ (T_2 < T_o)}$$

Le signal principal se trouve suivi d'un train d'oscillations

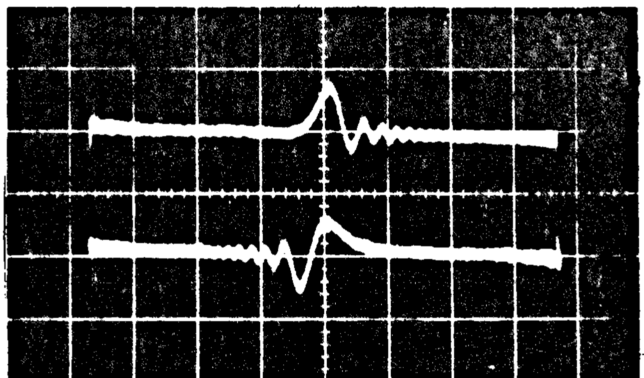


Figure 8

Nitrate ferrique N/10 - H_I = 9mG - ΔH = 5,55 G

Horizontal : 50 Hz - 2 traces séparées

l'une en champ croissant, l'autre en champ décroissant - Vertical : ImV/cm

amorties (appelées "wiggles" par les auteurs américains).

Ces oscillations sont produites par un battement entre la précession à la fréquence variable $\omega_z = \gamma H_z$ du moment magnétique nucléaire $\vec{M}$ (lancé par le choc résultant du passage très rapide par les conditions de résonance) et la fréquence fixe ω du générateur produisant le champ $\vec{H}_I$

Elles ont été étudiées par JACOBSOHN et WANGNESS {I2}.

II.2.2. T_2 plus petit que T_o mais T_I plus grand que T_o

$$\boxed{T_2<T_o, \quad T_I>T_o}$$

En régime permanent, c'est à dire après un certain temps de fonctionnnement de l'appareillage, les signaux sont semblables pour la même raison que dans le cas précédent.

Par contre, l'état stationnaire n'est atteint qu'après une phase transitoire pendant laquelle l'amplitude du signal principal décroît avec une certaine constante de temps comme nous le verrons plus loin.

II.2.3. T_I et T_2 sont supérieurs à T_o

$$\boxed{T_2>T_o, \quad T_I>T_o}$$

Ces conditions sont nécessaires pour que se produise un signal très caractéristique appelé signal de mémoire de phase.

En régime permanent, il est composé d'oscillations situées avant et après le signal principal de résonance.
Cependant, ces conditions ne sont pas suffisantes (comme nous allons le voir dans la description des régimes permanent et transitoire) pour que ce signal se produise.

III DESCRIPTION DU SIGNAL DE MEMOIRE DE PHASE

III.I. Régime permanent

Lorsque tous les transitoires résultant de la mise en marche de l'appareillage se sont éteints et que, à la fois le champ magnétique continu $\vec{H}_o$ et l'amplitude du balayage ΔH, sa fréquence Ω et la fréquence de l'oscillateur haute fréquence, sont parfaitement stables {I3} , on observe le signal représenté figure(9) et (I0).

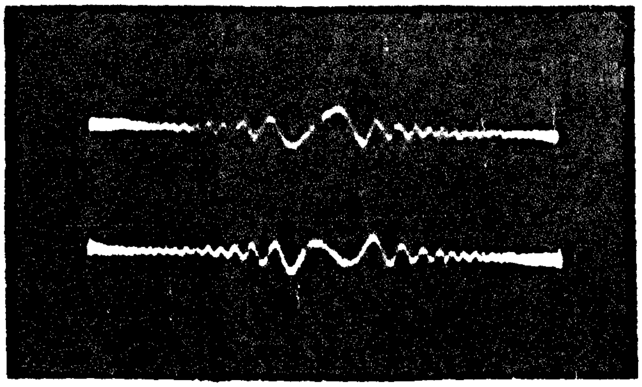


Figure 9

eau - H_I = I8,5 mG - ΔH = 3,7 G

Horizontal 50hz (2 traces séparées) - Vertical : ImV/cm

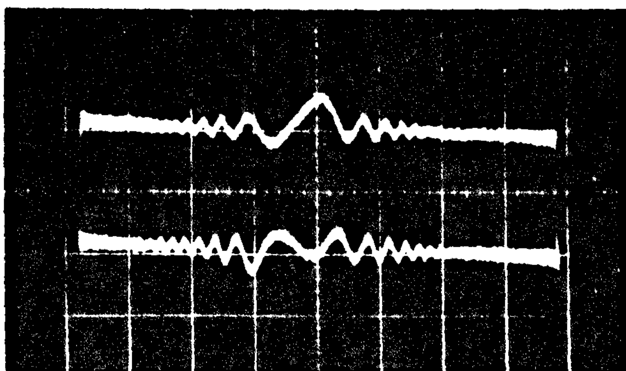


Figure IO

benzène - H_I = I4,2mG - ΔH = 3,7G

Horizontal 50 Hz - Vertical : ImV/cm

Les conditions expérimentales nécessaires à l'observation de ces signaux sont très délicates à réaliser ; il faut, en effet, éliminer soigneusement toutes les sources pouvant provoquer dessfluctuations des paramètres H_o, ΔH, Ω et ω.

En particulier :

III.I.I. Le signal ne sera obtenu que si l'on dispose d'un appareillage d'une excellente stabilité mécanique.

En effet, le moindre déplacement du dispositif de BLOCH dans l'entrefer de l'aimant produit une variation dans le temps de H_o à cause de l'inhomogénie spatiale de ce champ.
Les dérives très lentes, dues par exemple à l'échauffement de la monture, ne sont pas gênantes, mais toute vibration est à exclure soigneusement.

III.I.2. Pour éliminer les fluctuations de H_o, ce champ de 2520G était fourni par un aimant permanent " Allevard Ugine" de 300kg, de pièces polaires de I5cm de diamètre et d'entrefer 6,5cm (volume utilisable :II50cm^3).

III.I.3. Le champ haute fréquence (f_o = IO,73MHz) était fourni par un oscillateur à quartz alimenté par piles. La dérive en fréquence à 20°C n'était que de IO^{-6} en quelques minutes.

III.I.4. La fréquence du champ de balayage était de 50 Hz, mais, pour éliminer les fluctuations transitoires véhiculées par le réseau, nous n'avons pas utilisé celui-ci directement pour assurer le balayage au moyen d'un auto-transformateur comme c'est la pratique courante.

Un oscillateur alimenté sur batteries fournissait le courant 50Hz destiné aux bobines de balayage. Il était synchronisé sur le secteur, et de cette manière, nous obtenions un balayage du champ à une fréquence aussi stable que celle du secteur et d'amplitude absolument exempte de fluctuations.

Signalons enfin, que les vibrations mécaniques du laboratoire créées par le passage de ses occupants ou de lourds véhicules sur la route, le rayonnement dû à des montages à proximité fournissant des impulsions de haute énergie, etc... ont toujours constitué des sources de parasites essentiellement diurnes qu'il nous a été facile d'éliminer par des mesures réalisées la nuit.

III.2. Régimes transitoires.

Une particularité du signal de mémoire de phase est de présenter des régimes transitoires complexes lors de l'établissement brutal de la condition de résonance par commutation du champ $\vec{H}_I$ ou du champ $\vec{H}_o$

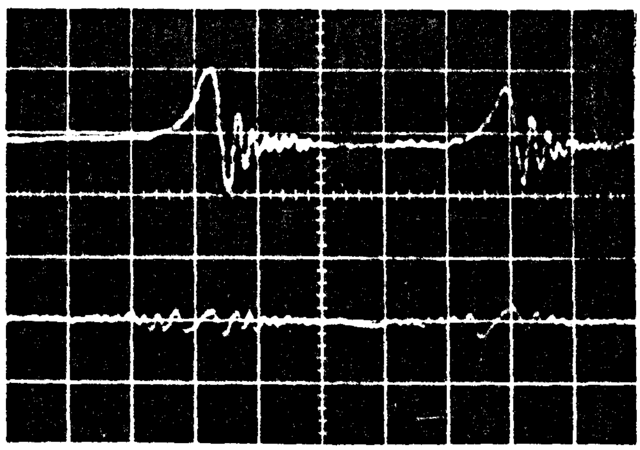


Figure II

eau - H_I = 20mG - H = I,85G - δt = 0,6ms

Horizontal : 2ms/cm - Vertical ImV/cm

Trace supérieure : Régime transitoire

Trace inférieure : régime permanent.

Dans ce dernier cas, que nous avons particulièrement étudié, il n'est pas nécessaire (ni possible avec un aimant permanent) d'établir et de supprimer le champ $\vec{H}_o$. Le balayage $\vec{H}_m$ et le champ $\vec{H}_I$ étant réglés, un simple éloignement de la condition de résonance, par superposition d'un courant continu convenable au courant normal de balayage, suffit à créer la variation de H_o

nécessaire. Il faut cependant, que l'écart h_o (de 5G dans notre appareillage) entre les valeurs de non résonance H'_o et de résonance H_o, soit supérieur à l'amplitude ΔH du balayage utilisé.

Dès que l'on supprime h_o pour établir la résonance, on commence à observer le signal de la trace supérieure de la figure(II). Puis l'amplitude du premier maximum du signal et des oscillations qui le suivent décroît (transitoire décroissant) en même temps qu'apparaissent les oscillations précédant l'instant du passage par la résonance (transitoire croissant). A la fin de ces deux transitoires, on obtient le signal de régime permanent de la trace inférieure de la figure(II).

Nous avons dessiné ce signal sur la figure(I2) afin de bien définir les 3 zones que nous utiliserons dans la suite de la théorie :

- zone I : signal avant la résonance
- zone 2 : signal après la résonance
- zone centrale : zone de résonance s'étendant du temps ($-\delta t$) au temps ($+\delta t$). Cet intervalle de temps est le "temps de passage actif par la résonance" dont nous étudierons l'importance plus loin.

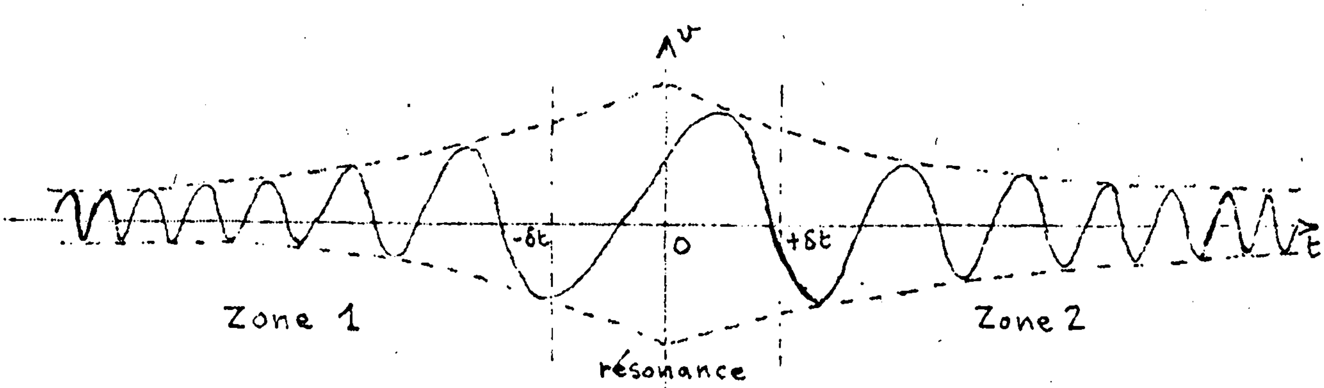


Figure I2

L'utilisation d'un oscilloscope à mémoire aux deux moitiés d'écrans indépendantes a permis la présentation simultanée sur la figure II des deux premiers passages par la résonance (trace supérieure) et de deux passages en régime permanent (trace inférieure) bien que ces phénomènes soient distincts dans le temps.

Les phénomènes de croissance et de décroissance que nous allons détailler maintenant sont différents et d'observation délicate.

Jusqu'à présent, toutes les photographies de signaux que nous avons présentées au lecteur étaient obtenues en réalisant un balayage de l'oscilloscope synchrone de celui du champ magnétique. On n'obtient ainsi que deux traces :

- l'une, est le passage par la résonance en champ croissant
- l'autre, le passage en champ décroissant.

Sur les photos, les deux traces sont séparées par un signal porte rectangulaire sunchronisé avec une phase convenable par le balayage et appliqué à la 2ème entrée de l'amplificateur différentiel utilisé sur l'oscilloscope.

Pour étudier les transitoires, il est préférable de déclencher un balayage linéaire assez lent de l'oscilloscope à l'instant de le suppression du champ h_o. Chaque passage par la résonance produit alors un trait vertical dont l'amplitude est celle du point A de la figure(I2). On obtient ainsi des enregistrement du type de celuide la figure(I3)qui montre la décroissance du premier transitoire.

Nous n'avons pu étudier de cette manière que le premier transitoire. Nous avons essayé d'enregistrer le second transitoire (croissance de A') au moyen d'un signal de modulation de l'intensité du faisceau ne faisant apparaître que le point A', mais le rapport signal/Bruit n'était pas assez bon.

II.2.I. Observation du transitoire décroissant

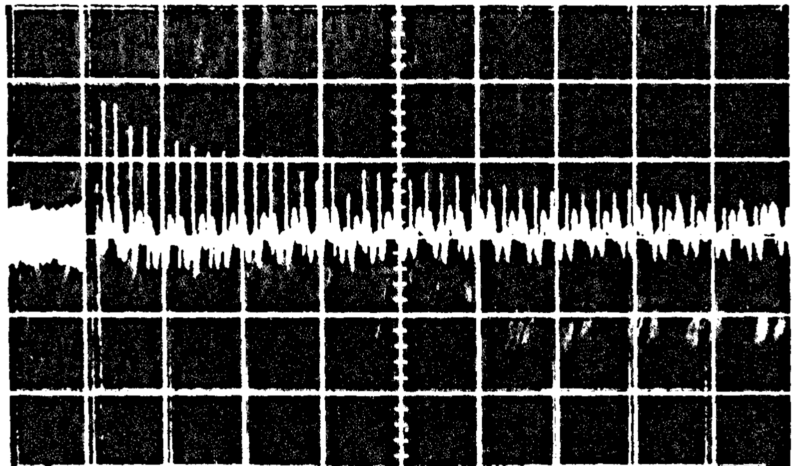


Figure I3 (6-I3)

eau - H_I = I2,3mG ΔH = 3,7G

Horizontal : 50ms/cm Vertical : 0,5mV/cm

θ = 0,I3 s

L'évolution de l'amplitude en A a donc plus particulièrement retenu notre attention. L'aspect classique en est donné par la figure(I3)où apparaît nettement le caractère exponentiel de la décroissance que l'on peut décrire par :

$$V = V_p + (V_o - V_p)\, e^{-t/\theta} \qquad (II)$$

selon les notations portées sur la figure(I4).

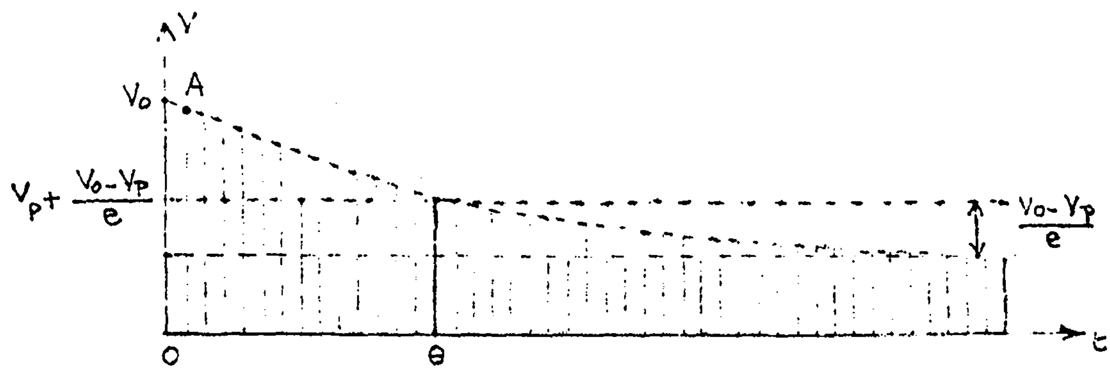


Figure I4

La possibilité de faire varier les paramètres H_I et ΔH nous a donné les résultats suivants .

III.2.I.I. <u>Variation de H_I</u>

L'observation des photos de la figure(I5)montre que lorsque H_I augmente, la constante de temps θ de décroissance diminue alors que le rapport $\frac{V_o}{V_p}$ augmente.

La figure(I6)représente la courbe obtenue pour une valeur fixe de ΔH(ΔH=I,856) en reportant les valeurs expérimentales $\frac{I}{\theta} = f(H_I^2)$ et $\frac{I}{\theta} = f(H_I^4)$.

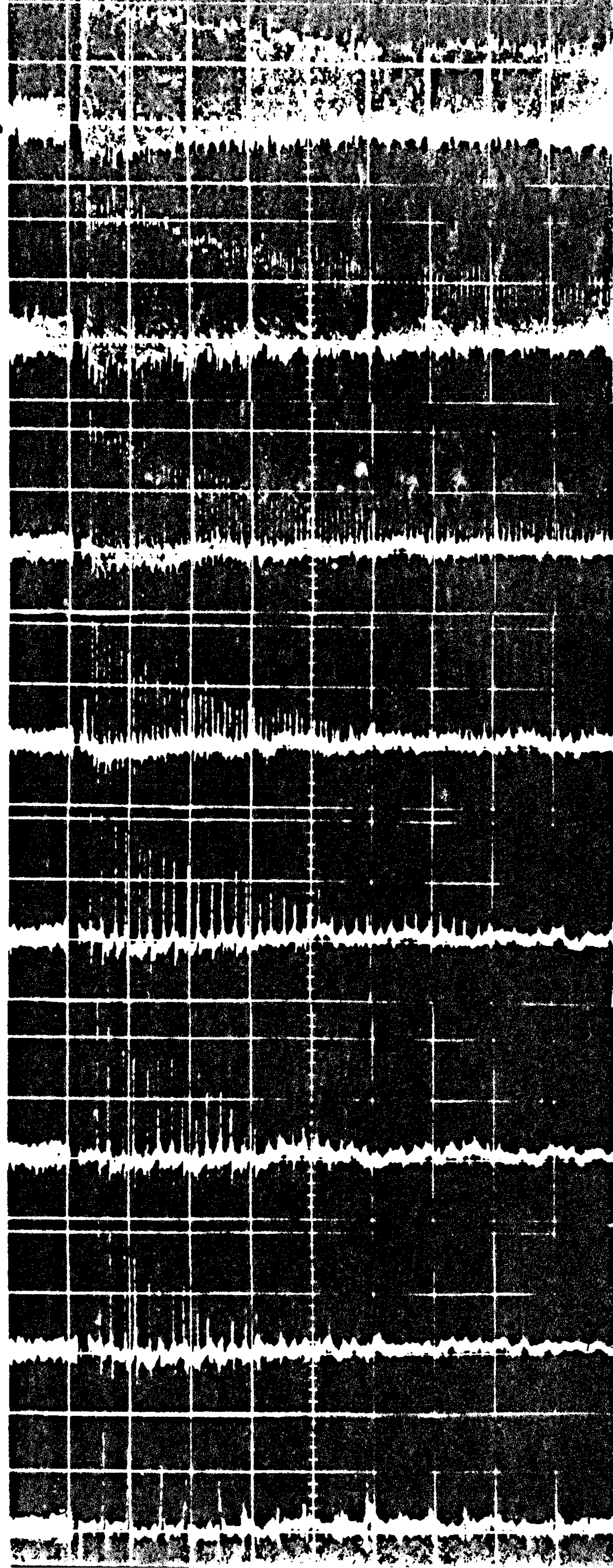
On constate aisément que la variation de $\frac{I}{\theta}$ se décrit par

$$\frac{I}{\theta} = A + kH_I^2 \qquad (I2)$$

tandis que les photos permettent de supposer que

$$\frac{V_o}{V_p} = \frac{B}{\theta} \qquad (I3)$$

où A, B et K sont des constantes.



H_I=2,53mG-H=0,5s/cm-V = 0,5mV/cm
θ =1,9s

H_I=4,7mG-H=0,20s/cm-V=0,5mV/cm
θ = 0,58s

H_I=8,3mG-H=0,Is/cm-V=0,5mV/cm
θ = 0,23s

H_I=I0,8mG-H=0,Is/cm-V=0,5mV/cm
θ =0,I8s

H_I=I2,3mG-H=50ms/cm-V=0,5mV/cm
θ = 0,I25s

H_I=I4,5mG-H=50ms/cm-V=0,5mV/cm
θ = 0,08s

H_I=I6,9mG-H=50ms/cm-V=0,5mV/cm
θ = 0,06s

H_I=25mG-H=20ms cm-V=0,5mV/cm
θ = 0 028s

Figure I5 (8-30-37) ΔH=1,85G

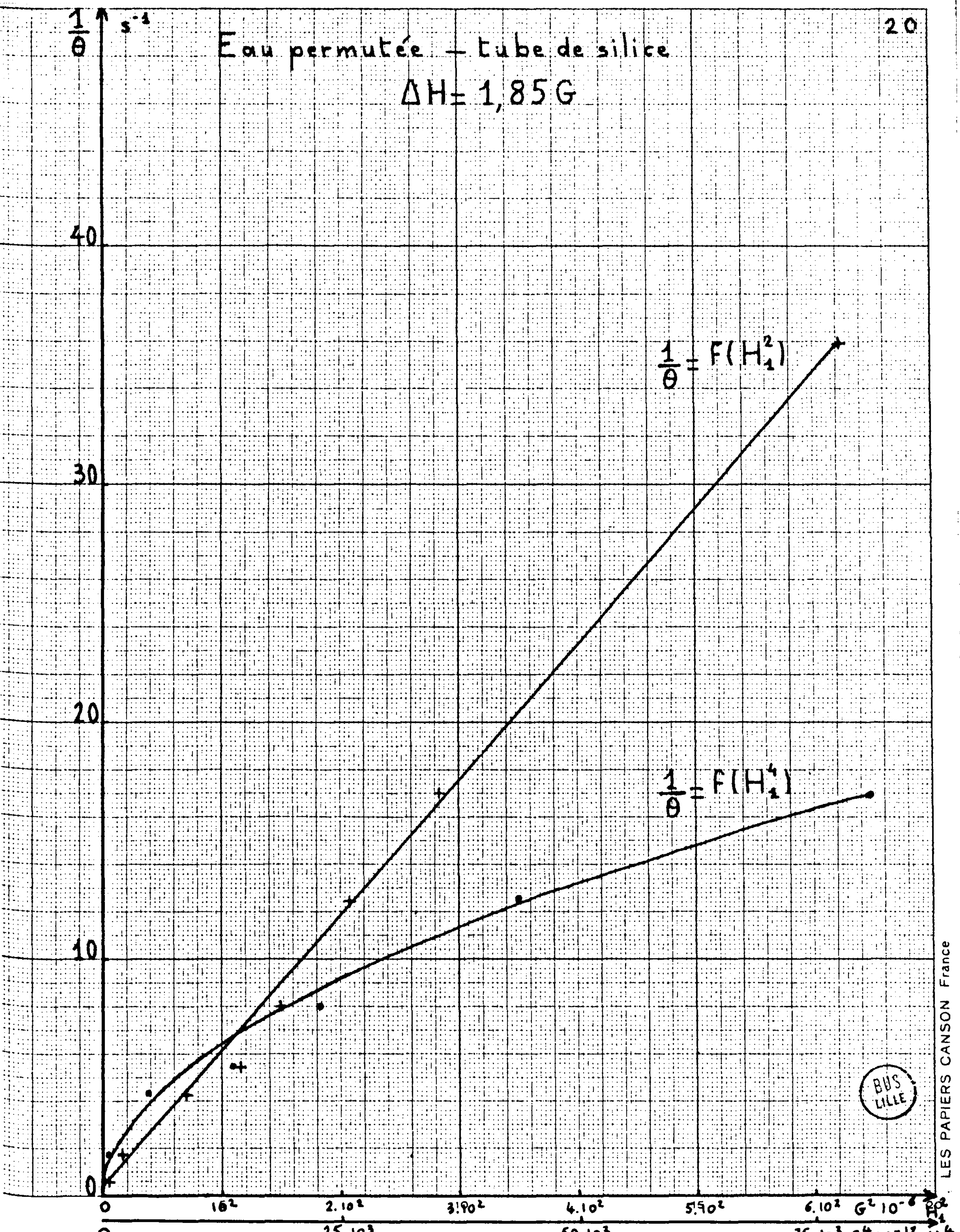

Eau permutée – tube de silice
ΔH = 1,85 G
1/θ s⁻¹
40
30
20
10
0
1/θ = F(H₁²)
1/θ = F(H₁⁴)
0
1.10²
2.10²
3.10²
4.10²
5.10²
6.10²
G² 10⁻⁶ H₁²
0
25.10³
50.10³
75.10³
G⁴ 10⁻¹² H₁⁴
BUS LILLE
LES PAPIERS CANSON France

Fig 16

Les mesures effectuées pour de faibles valeurs de H_I (2,5mG) permettent de penser que θ tend vers T_I tandis que $\frac{V_o}{V_p}$ tend vers I lorsque H_I tend vers 0.

Les constantes A et B ne seraient donc que $\frac{I}{T_I}$ et T_I et les relations (I2) et (I3) pourraient s'écrire :

$$\frac{I}{\theta} = \frac{I}{T_I} + KH^2_I \qquad (I2')$$

$$\frac{V_o}{V_p} = \frac{T_I}{\theta} \qquad (I3')$$

III.2.I.2. Variations de ΔH

Le tracé d'une autre courbe du même type obtenue pour ΔH = 3,7G montre une pente un peu moins que moitié moindre, laissant supposer que K est inversement proportionnel à ΔH.

La forme finale des relations (I2) et (I3) seraient donc :

$$\frac{I}{\theta} = \frac{I}{T_I} + \frac{K'}{\Delta H} H_I^2 \qquad (I4)$$

$$\frac{V_o}{V_p} = \frac{T_I}{\theta} \qquad (I5)$$

comme nous le confirmera la théorie dans la troisième partie de notre thèse.

III.2.2. Transitoire croissant

Il est beaucoup plus difficile à enregistrer par la petitesse des amplitudes A'(figure(I2)) croissant de 0 à la valeur de régime permanent et auxquelles se superpose un bruit de fond trop important. Cependant, on a toujours constaté expérimentalement par l'observation en balayage 50Hz que le temps nécessaire à sa réalisation était supérieur à θ.

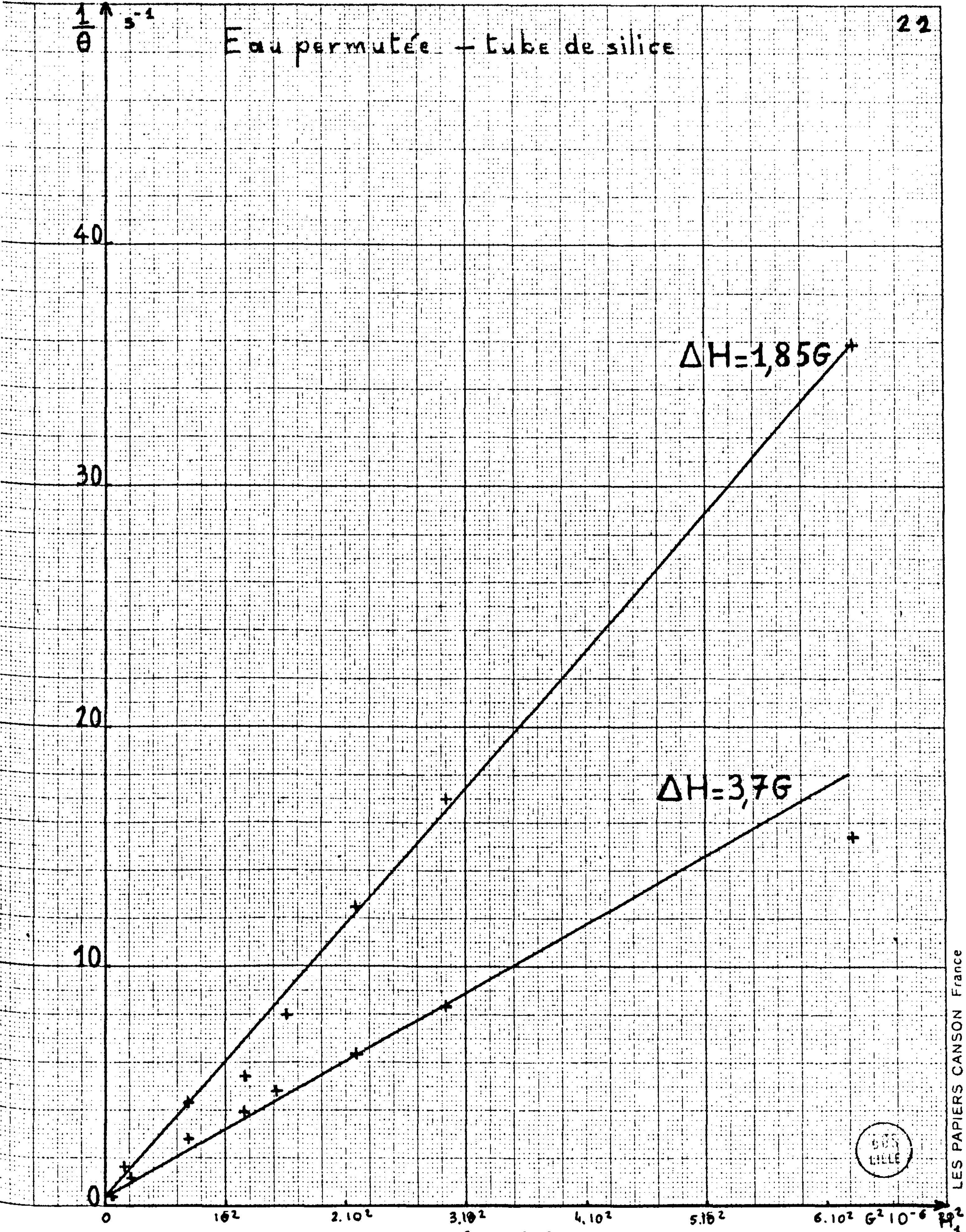

$\frac{1}{\theta}$ s^{-1}
Eau permutée – tube de silice
40
30
20
10
0
$\Delta H = 1{,}85\,G$
$\Delta H = 3{,}7\,G$
0
1.10^2
2.10^2
3.10^2
4.10^2
5.10^2
6.10^2
$G^2\,10^{-6}$
H_1^2

Fig 17

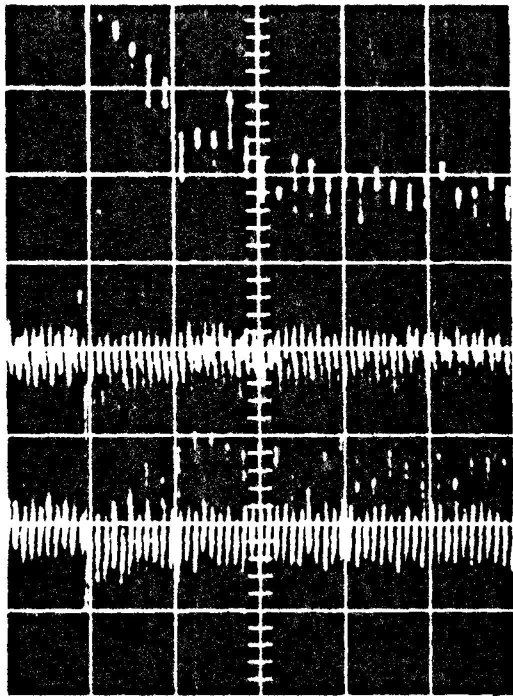


Figure I3 bis

La figure(I3 bis)représente les deux régimes transitoires obtenus sur la même photographie grâce à un dispositif de modulation de WEHNELT représenté figure I9.

DEUXIEME PARTIE

DESCRIPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Nous allons maintenant décrire en détail le dispositif que nous avons réalisé pour effectuer nos mesures.

C'est un type classique d'appareillage à champs croisés de BLOCH : la photographie de la figure I8 le montre dans son ensemble.

Figure I8

Sa transistorisation lui procure une autonomie totale, le choix de certaines solutions techniques et l'utilisation d'appareils modernes d'observation constituent autant d'avantages qui lui donnent son originalité .

Le schéma fonctionnel reproduit figure(I9) permet la localisation de chacun des éléments dont nous avons rassemblé la description en cinq titres :

I Dispositif générateur
II Dispositif à champs croisés
III Dispositif récepteur
IV Dispositif d'observation
V Mesure du champ H_I

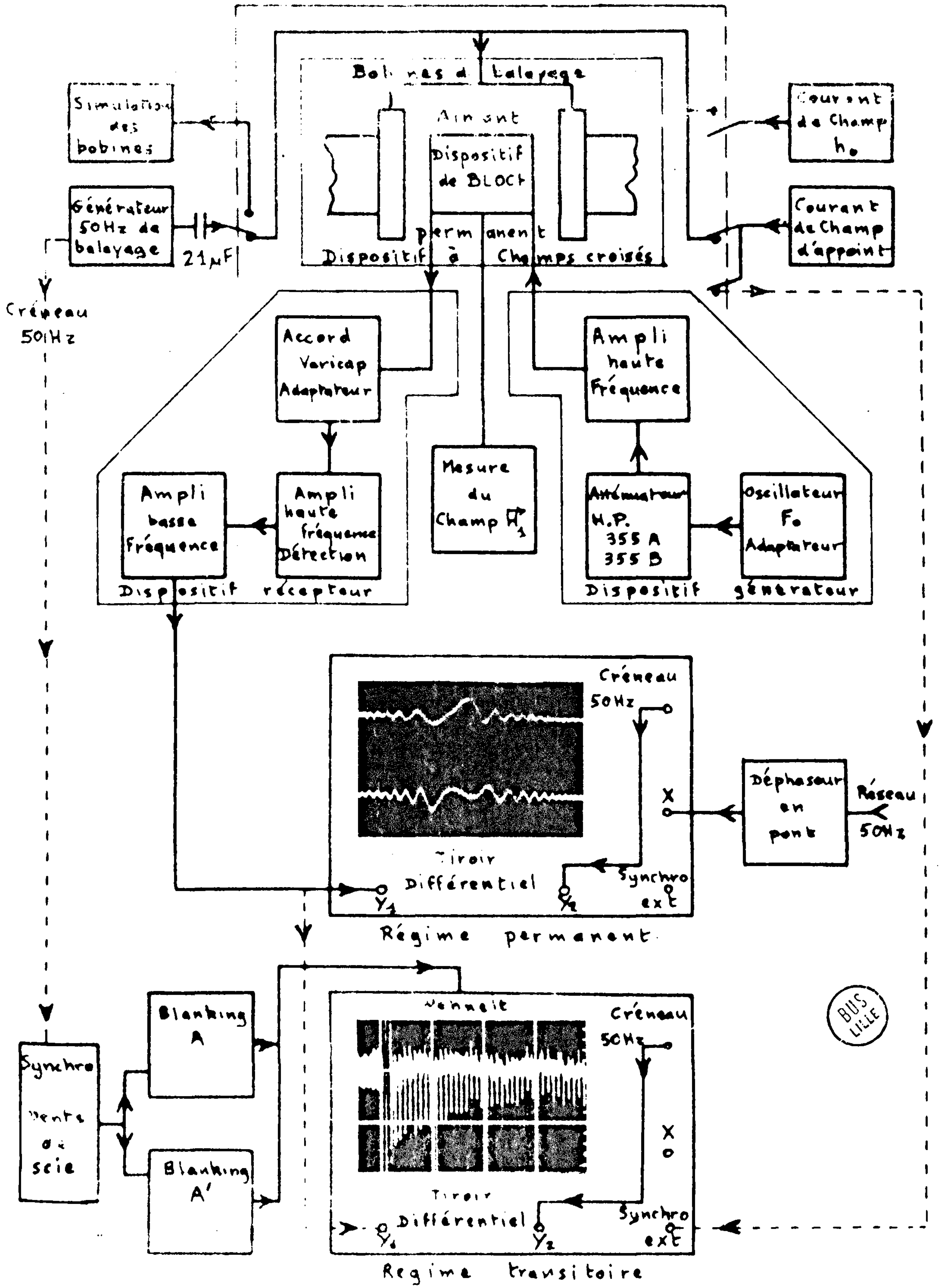

Bobines de balayage
Aimant
Dispositif de BLOCH
permanent
Dispositif à Champs croisés
Simulation des bobines
Générateur 50Hz de balayage
21µF
Courant de Champ h_o
Courant de Champ d'appoint
Créneau 50 Hz
Accord Varicap Adaptateur
Ampli haute fréquence Détection
Ampli basse fréquence
Dispositif récepteur
Mesure du Champ $\vec{H}_1$
Ampli haute fréquence
Atténuateur H.P. 355 A 355 B
Oscillateur F_o Adaptateur
Dispositif générateur
Créneau 50Hz
X
Déphaseur en pont
Réseau 50Hz
Tiroir Différentiel
Synchro ext
Y_1
Y_2
Régime permanent
Synchro Dents de scie
Blanking A
Blanking A'
Créneau 50Hz
X
Tiroir Différentiel
Synchro ext
Y_1
Y_2
Regime transitoire

Fig 19

I DISPOSITIF GENERATEUR

Il comprend l'oscillateur à quartz et son adaptateur, les atténuateurs et l'amplificateur accordé haute fréquence alimentant les bobines de champ $\vec{H}_I$. L'appareil réalisant cette double fonction se trouve placé avec son alimentation de 9V dans un blindage d'aluminium de 5mm d'épaisseur aux dimensions de IIcm de hauteur et I3cm de côté, constituant notre boîtier standard.

I.I. Oscillateur et adaptateur

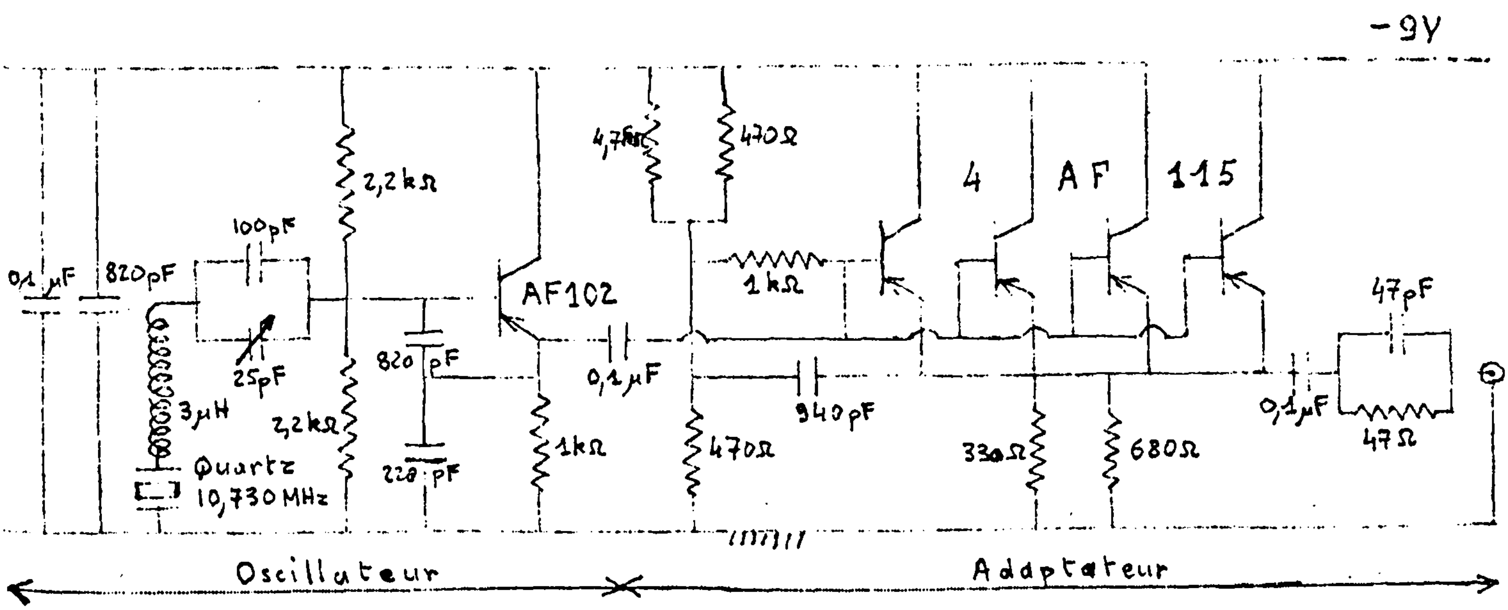


Figure 20

I.I.I. Oscillateur

Le montage du type "CLAPP série" est stabilisé par un quartz à I0,730MHz fonctionnant en transmission. On obtient ainsi sur l'émetteur 2,4V crête à crête d'une onde sinusoïdale pure et stable.

La fréquence à 20°C est F_o = IO 729,8kHz avec une stabilité meilleure que IO^{-6} sur quelques minutes mais descendant à 2 ou $3.IO^{-5}$ par variation de température malgré le coefficient de stabilité thermique S = 2 du montage.

I.I.2. Adaptateur

Il permet d'attaquer convenablement les atténuateurs dont l'impédance caractéristique est de 50Ω. Désirant pouvoir développer 2,4V crête à crête sur cette charge, nous avons opté pour le montage en parallèle de 4 transistors AF II5 {I4}.

L'impédance de sortie est inférieure à 2Ω et le dipôle de 47Ω - 47pF l'amène à 50 Ω en compensant les capacités de câble.

Le coefficient de stabilité thermique de l'ensemble est d'environ 2,5.

II.2. Atténuateurs

Alimentés sous IV crête à crête, ils permettent le réglage du niveau de la tension envoyée à l'amplificateur.
Ce sont les modèles HEWLETT PACKARD 355 A et 355 B atténuant jusqu'à I32 dB par plat de IdB et IOdB.

II.3. Amplificateur

La production du champ $\vec{H}_I$ nécessitant celle d'un courant haute fréquence relativement important (plusieurs dizaines de mA), nous avons retenu la solution des circuits couplés et de l'amplification par circuit résonnant parallèle.

En effet, les circuits couplés constituent un mode de couplage aux bobines aisément réglable et coupant le continu tandis que les capacités parasites du câble et des selfs contribuent à leur accord.

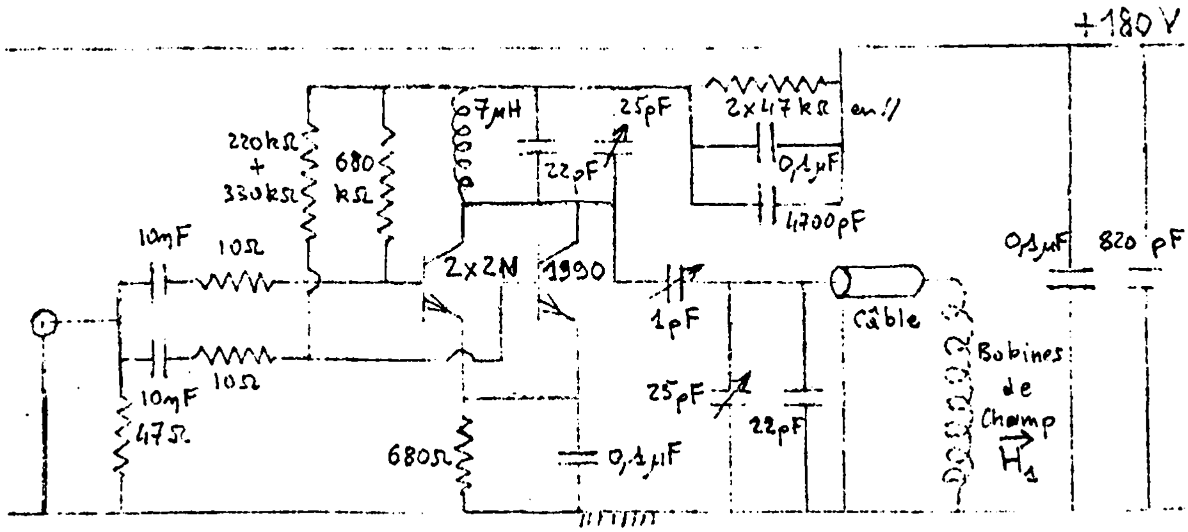


Figure 2I

D'autre part, l'amplification par circuit résonnant parallèle nécessite la production de tensions élevées (jusque 100 V crête à crête) que nous avons pu mettre en oeuvre grâce à des transistors silicium NPN.

L'ensemble placé dans un boîtier a un gain en tension de 100 environ et bénéficie d'une excellente stabilité.

II <u>DISPOSITIF A CHAMPS CROISES</u>

Déjà présenté dans l'exposition du principe de l'expérience de BLOCH, nous rappelons qu'il est constitué par :

- un champ continu $\vec{H}_0$
- un champ sinusoïdal haute fréquence $\vec{H}_S = 2H_I \sin\omega t$
- et une bobine réceptrice contenant l'échantillon

disposés selon les trois directions d'un trièdre tri-rectangle.

La littérature nous habitue à les trouver dans l'ordre selon Oz, Ox et Oy mais il est bien évident qu'on peut (ou qu'il faille) en adopter un autre (cas imposé par l'aiment horizontal). Cela n'a aucune importance dans la mesure où H_o est beaucoup plus grand que le champ terrestre.

II.I. Champ H_o

Il est fourni par un aimant permanent "ALLEVARD UGINE" aux pièces polaires d'un diamètre de I5cm et d'entrefer 6,5cm procurant ainsi un volume utilisable de I I50cm^3 au centre duquel on dispose d'une induction de 2 520G.

On en a déterminé la valeur par la mesure de la fréquence de résonance en R.P.E. (7 050mHz - γ= 2,8003 MHz/G) et en R.M.N. (IO 726,4 kHz-γ =4,257kHz/G)

La fréquence de précession nucléaire dans ce champ ne correspondait pas exactement à la fréquence de notre quartz. Nous avons donc réalisé un dispositif fournissant le champ d'appoint nécessaire au centrage exact du signal de résonance sur l'écran de l'oscilloscope.

L'imprécision de mesure de ce champ rend hélas inutile la précision que l'on atteint sur la détermination de la fréquance de résonance et porte à quelques dizièmes de Gauss l'erreur commise sur la valeur de 2 520G.

II.2 Bobines génératrices

Les bobines génératrices et réceptrices sont montées sur des supports dont nous montrons l'assemblage sur la figure(22).

Le champ $\vec{H}_I$ est fourni par deux enroulements identiques en position d'HELMHOLTZ bobinés à spires jointives sur des mandrins carrés de 5cm de côté.

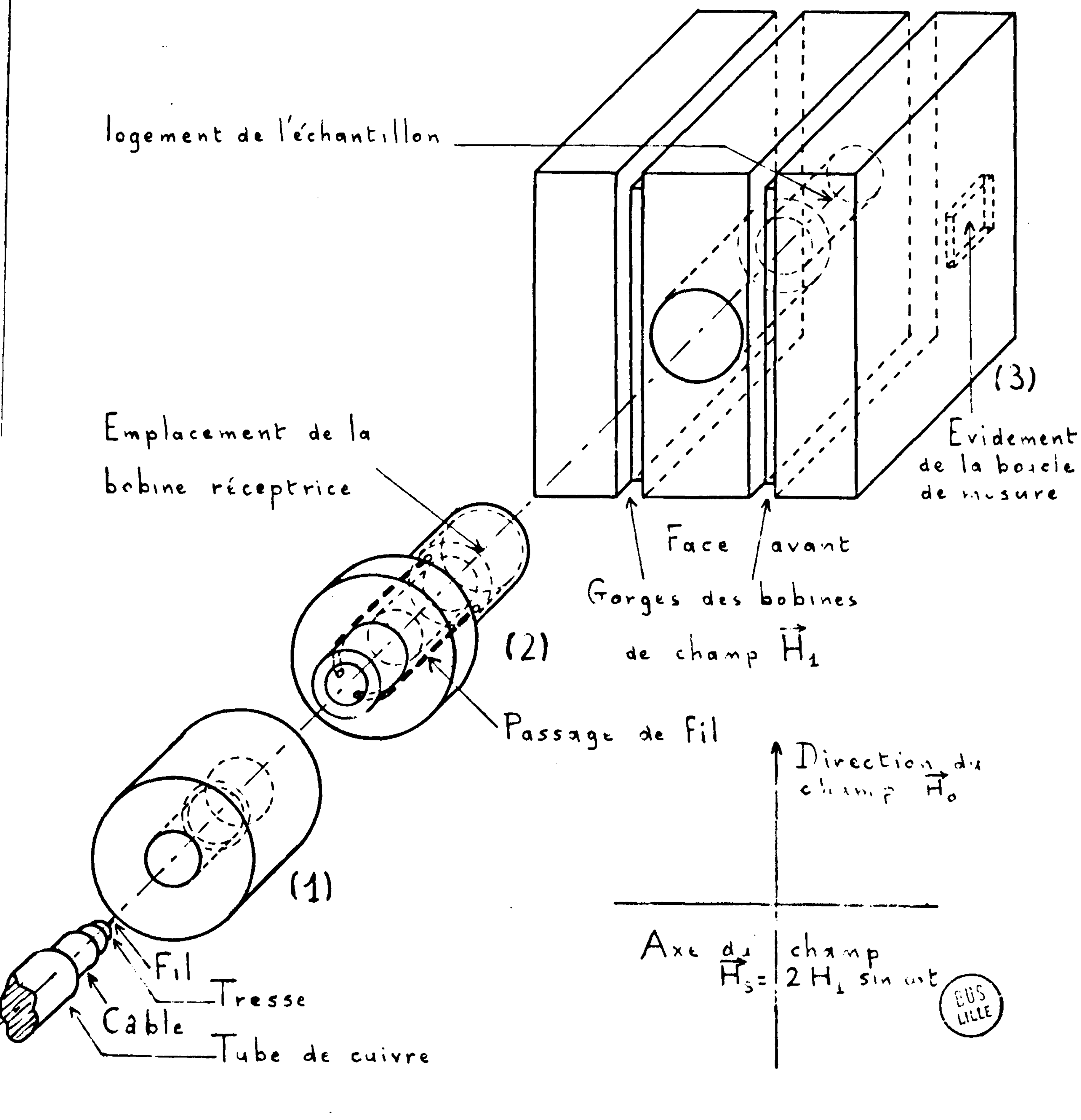

logement de l'échantillon
Emplacement de la bobine réceptrice
(3)
Evidement de la boucle de mesure
Face avant
Gorges des bobines de champ $\vec{H}_1$
(2)
Passage de fil
Direction du champ $\vec{H}_0$
(1)
Axe du champ $\vec{H}_s = 2H_1 \sin \omega t$
Fil
Tresse
Cable
Tube de cuivre

Fig 22

Chacun d'eux comporte 6 tours de fil de cuivre de 0,50mm de diamètre isolé par une couche d'émail et présente à I0,7 MHz une self de 7,7μH de coefficient de qualité Q = I40.

Ayant associé les bobinages en parallèle par raison de symétrie, le sens d'enroulement est tel que les flux s'ajoutent mais la self totale n'est plus alors que de 4,44μH, nécessitant 50pF d'accord, avec Q = I50. Ces valeurs optimales ont été déterminées préalablement par calculs {I5}.

Ainsi montées, les bobines fournissent un champ tournant $\vec{H}_I$ réglable de 0 à I00 mG.

II.3. Bobine réceptrice

Désirant obtenir une self nominale de coefficient de qualité le meilleur possible, sous un volume cylindrique de Icm^3 environ (volume de l'échantillon), nous avons recherché lemmeilleur compromis par le calcul {I5-I6 } et la mesure.

C'est finalement une bobine de 20 spires d'un fil de cuivre de 0,30mm de diamètre isolé par de la soie que nous avons retenue. Elle présente une self de 6,6μH, accordée à I0,7 MHz par 32pF, et un coefficient de qualité Q = I20.

Les éléments (I), (2) et (3) de la figure(22) s'emmanchant l'un dans l'autre et sont orientables. On peut ainsi rendre le plan des passages de fil percé dans la pièce (2) perpendiculaire à celui des bobines génératrices de façon à n'induire magnétiquement aucune tension dans la bobine réceptrice.

L'ensemble est protégé des couplages parasites avec l'extérieur à l'aide d'un blindage en cuivre ouvert à l'arrière pour permettre le passage de l'échantillon dont on règle l'enfoncement à l'aide d'un porte objet à vis fixé sur l'aimant.

On peut ainsi placer l'échantillon au centre du volume déterminé par l'entrefer en même temps qu'on centre du double système de bobines mises en position d'HELMHOLTZ et fournissant :

- l'un, le champ de balayage axé selon $\vec{H}_o$
- l'autre, le champ d'excitation haute fréquence perpendiculaire au précédent.

Les échantillons se présentent sous la forme de tubes en verre Pyrex ou en silice contenant différents types d'eau distillée, du benzène et des solutions de nitrate ferrique $\left(Fe(NO_3)_3\right)$ de concentration molaire variable.

III DISPOSITIF RECEPTEUR

Il comprend deux types d'adaptateur - amplificateur de conception différente mais jouant les mêmes rôles, et un amplificateur basse fréquence faible bruit.

III.I. Adaptateurs-amplificateurs

La réalisation de montages à transistors présentant à IO,7MHz une impédance d'entrée élevée et stable connectée à un circuit résonnant parallèle rencontre de nombreuses difficultés.

Aussi, nous sommes-nous tournés vers d'autres solutions plus abordables :

- l'une, emploie un tube subminiature d'entrée à grille sortie au sommet du type EC IOOO
- l'autre utilise un tecnétron modèle 3T3.

Chacune de ces réalisations est placée avec ses alimentations dans un boîtier blindé.

III.I.I. Montage utilisant un tube EC IOOO

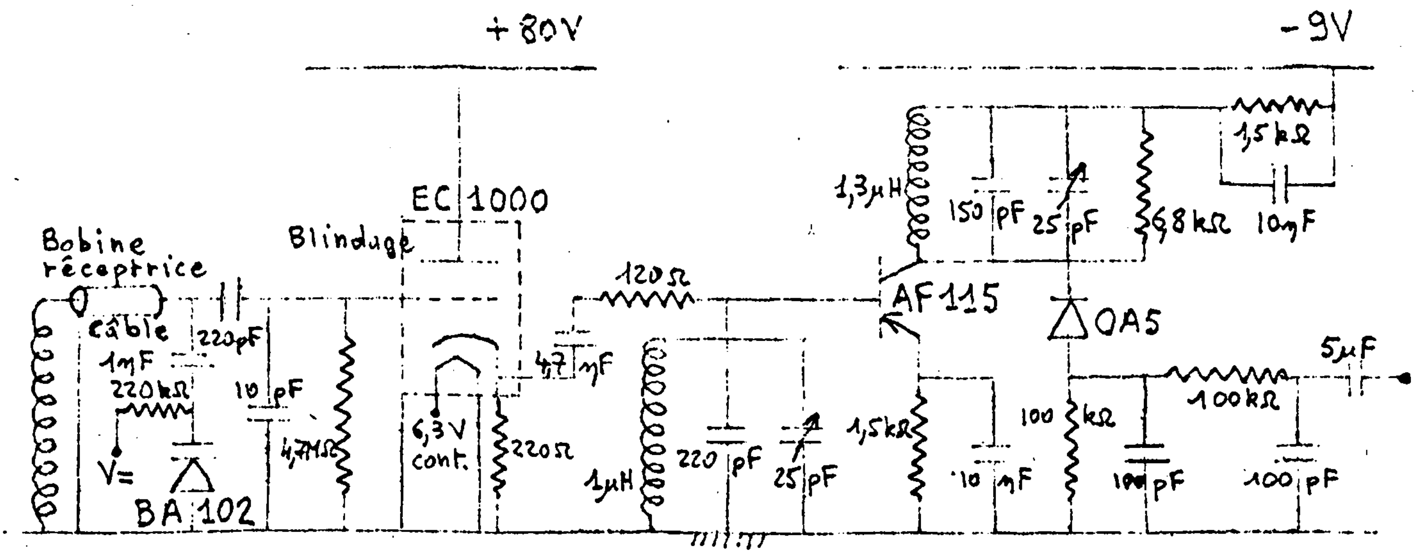


Figure 23

III.I.I.I. Adaptation

L'étage d'entrée a un gain en tension de 0,65 et une impédance d'entrée mesurée à IO,7 MHz équivalente à 25kΩ en parallèle avec IOpF.

L'accord de la bobine réceptrice se fait à l'aide d'une diode Varicap BAIO2 commandée par une tension extérieure fournie par des piles. Elle n'apporte pas de perturbation dans l'amortissement de la bobine car G = IO^{-6} mho de même que le câble de connexion n'intervient dans l'accord que pour une capacité très faible (3pF).

L'impédance de sortie du montage est d'environ 50Ω.

Un étage séparateur isole l'adaptateur de l'amplificateur accordé afin d'éviter toute réaction avec le premier circuit réeonnant.

III.I.2.2. Amplification

Le montage ainsi réalisé présente un gain en tension de 50 environ et une bande passante de 70kHz.

L'ensemble complet se caractérise par une amplification voisine de 40 et un niveau de bruit à la sortie de 0,3mVcc.

III.2. Amplificateur basse fréquence.

Réalisé à partir d'un principe très employé, cet étage a les caractéristiques suivantes :

- impédance d'entrée I70kΩ
- gain réglable de I à 8
- bande passante limitée à IOkHz
- bruit ramené à l'entrée inférieur à 5µV crête à crête

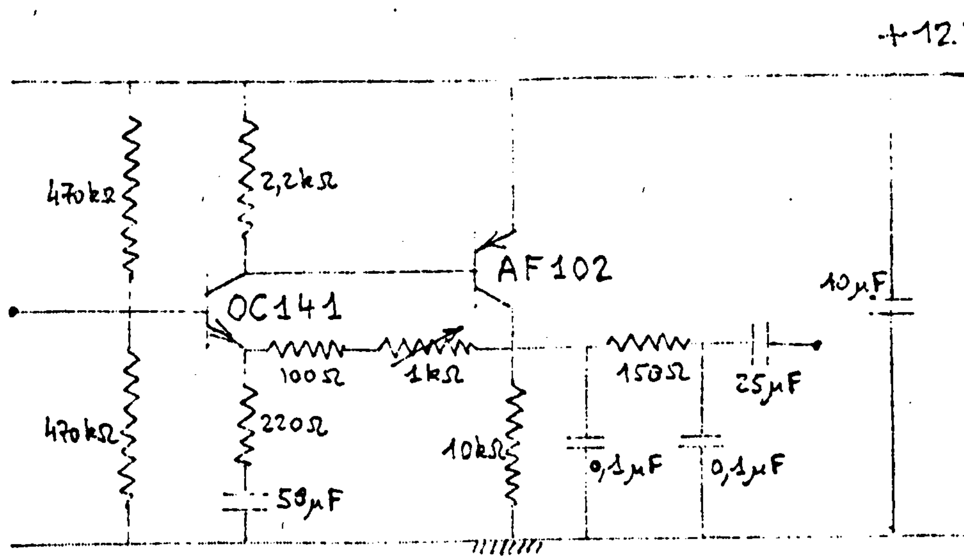


Figure 25

IV.I. Générateur de balayage

La figure(26) en donne le schéma fonctionnel que nous détaillons ensuite.

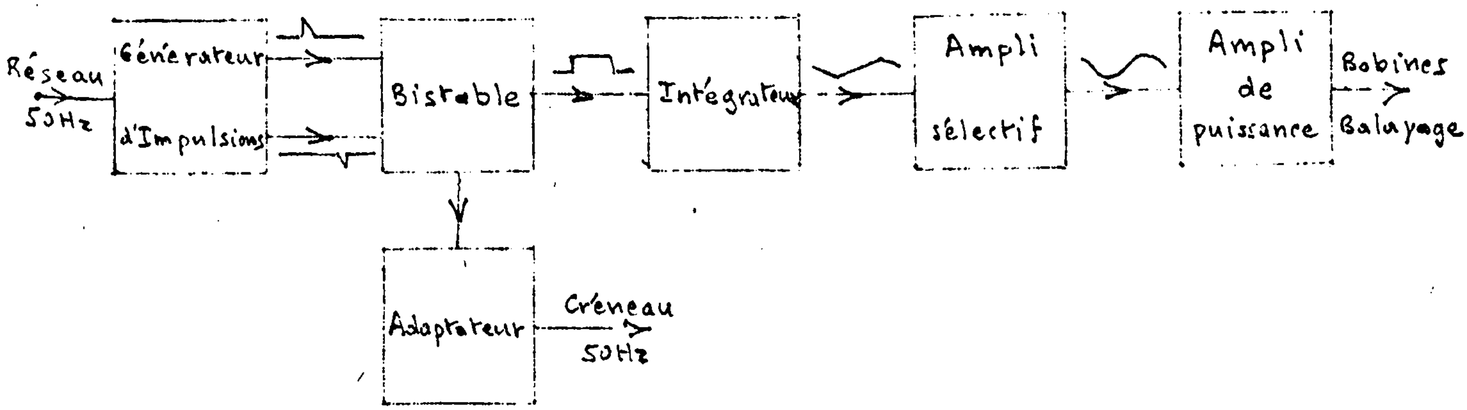


Figure 26

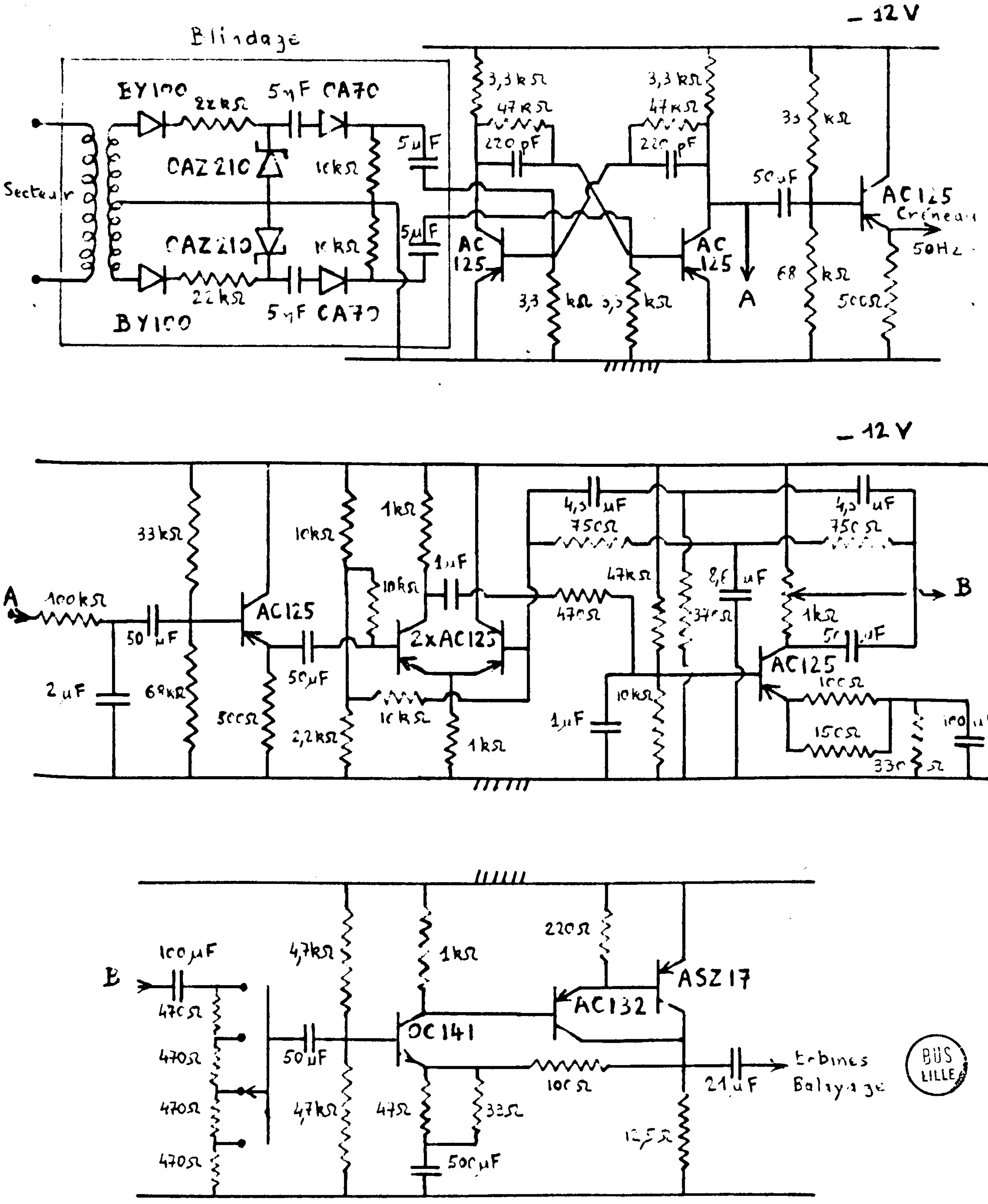
L'ensemble se caractérise par une excellente stabilité à court terme meilleure que 10^{-4} et une dépendance du secteur non mesurable pour des variations brusques de 15V.

Alimenté par une batterie de 12V, il permet d'envoyer un courant purement sinusoïdal de 120mA crête à crête dans les bobines en les accordant sur 50Hz avec la capacité de liaison. Le générateur d'impulsions et le reste du montage sont placés chacun dans un boîtier blindé.

Les bobines de balayage, placées en position d'HELMHOLTZ de part et d'autre de l'entrefer, procurent un champ de balayage homogène dont l'amplitude est liée à celle du courant par le rapport 115G/A.

IV.2. Oscilloscope à mémoire TEKTRONIX 564

Le dispositif de mémorisation de l'oscilloscope TEKTRONIX 564 rend possible des visualisations intéressantes de phases différentes d'un même phénomène grâce aux deux moitiés indépendantes de l'écran.



Blindage
Secteur
BY100
22kΩ
5μF CA70
CAZ210
1ckΩ
5μF
BY100
22kΩ
5μF CA70
−12V
3,3kΩ
47kΩ
220pF
AC 125
3,3 kΩ
50μF
AC125
Créneau
50Hz
A
68 kΩ
500Ω
−12V
A
100kΩ
50μF
2μF
33kΩ
68kΩ
AC125
500Ω
10kΩ
1kΩ
1μF
2xAC125
2,2kΩ
1kΩ
4,3μF
750Ω
47kΩ
470Ω
8,6 μF
370Ω
1kΩ
50μF
AC125
B
100Ω
150Ω
330Ω
100μF
1μF
10kΩ
B
100μF
470Ω
4,7kΩ
50μF
1kΩ
OC141
220Ω
AC132
ASZ17
100Ω
21μF
Bobines
Balayage
47Ω
33Ω
500μF
12,5Ω
+12V

Fig 27

En outre, il permet de ne photographier le signal obtenu qu'à coup sûr lorsqu'il est correctement réglé et exempt de parasites ce qui est imprévisible à priori. On économise aussi la prise de nombreuses photographies inutilisables.

IV.3. Champ d'appoint

La condition $\omega_o = \gamma H_o$ n'étant pas exactement obtenue, il est nécessaire de produire un champ de quelques Gauss en adjoignant au courant sinusoïdal de balayage un courant continu convenable. Il est fourni par un ensemble dont nous donnons le schéma sur la figure(28)et comprenant une batterie de piles haute tension sous faible débit ainsi que la commande du champ h_o

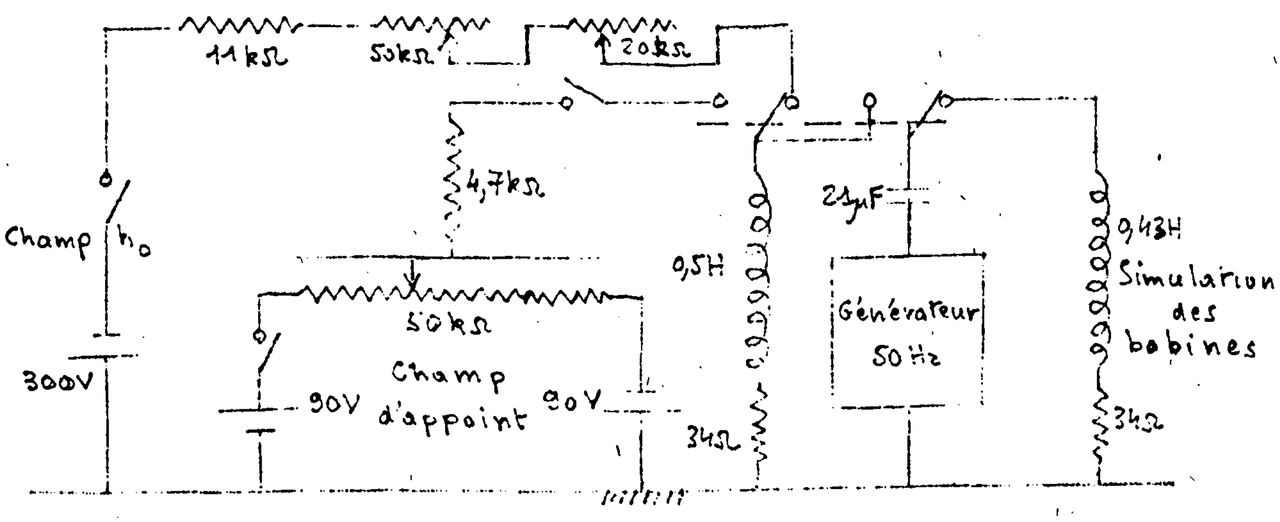


Fig 28

La simulation des bobines de balayage par l'ensemble 0,43H -34Ω permet d'éviter un transitoire gênant lors de la commutation du générateur 50Hz sur celles-ci.

V MESURE DU CHAMP TOURNANT $\vec{H}_I$

La détermination du champ $\vec{H}_I$ à l'endroit de l'échantillon n'est pas possible en cours de mesure. Aussi, avons-nous procédé à l'étalonnage d'une boucle disposée à demeure dans un évidement creusé parallèlement au plan des bobines génératrices (figure (22)) : Nous avons comparé la tension recueillie avec celle d'une seconde boucle placée dans la bobine réceptrice.

Le couplage capacitif s'étant révélé très faible, les valeurs obtenues sur la deuxième boucle sont directement liées à l'induction $\vec{B}_s$ (donc à $2B_I$) par la relation :

$$e = 2B_I S\omega$$

Il est alors facile d'en déduire les valeurs de H_I que l'on reporte sur un graphique en fonction des tensions mesurées sur la première boucle par un millivoltmètre PHILIPS modèle 6014.

Les résultats donnés par la courbe de la figure (29) sont en bonne concordance avec le calcul du champ fait à partir de la tension mesurée aux bornes des bobines génératrices {18}.

A titre d'exemple H_I = 2,52mG pour V_b = 2,22mV efficace tandis que la courbe donne H_I = 2,52mG pour V_b = 2,1mV efficace.

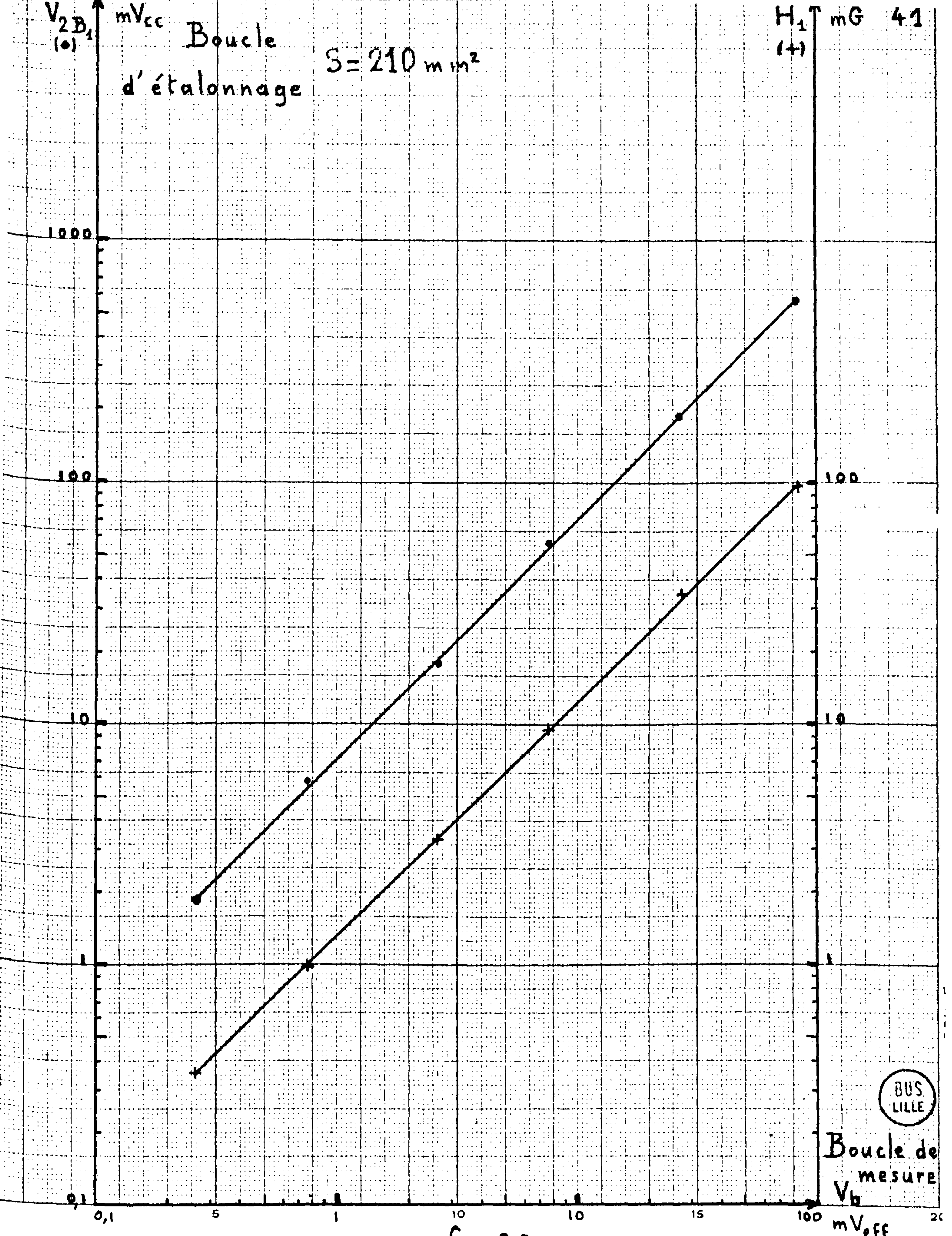

$V_2 B_1$ (•)
mVcc
Boucle d'étalonnage
S = 210 mm²
H_1 (+)
mG
1000
100
10
1
0,1
0,1
5
1
10
10
15
100
mVeff
Boucle de mesure
V_b
BUS LILLE

Fig 29

TROISIEME PARTIE

RESULTATS EXPERIMENTAUX ET ETUDE THEORIQUE

I RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les mesures ont essentiellement porté sur la détermination et la vérification de la loi de variation de la constante de temps θ d'établissement du signal de mémoire de phase en fonction du champ $\vec{H}_I$.

Ayant proposé la relation suivante :

$$\frac{I}{\theta} = \frac{I}{T_I} + \frac{K'}{\Delta H} H_I^2$$

Nous présentons sur les courbes suivantes des figures (30-3I) les résultats obtenus pour divers échantillons d'eau permutée, d'eau distillée, d'eau bi-distillée, de benzène et de nitrate ferrique de concentration molaire variable, tous contenus dans des éprouvettes en verre Pyrex ou en silice.

Le caractère linéaire de la variation de $\frac{I}{\theta}$ en fonction de $H^2{}_I$ observé ainsi pour tous ces échantillons différents, nous a permis de vérifier notre hypothèse théorique **initiale**. Elle sera expliquée plus loin et se trouve confirmée par le bon accord entre les courbes calculées de la figure (32) et les points expérimentaux.

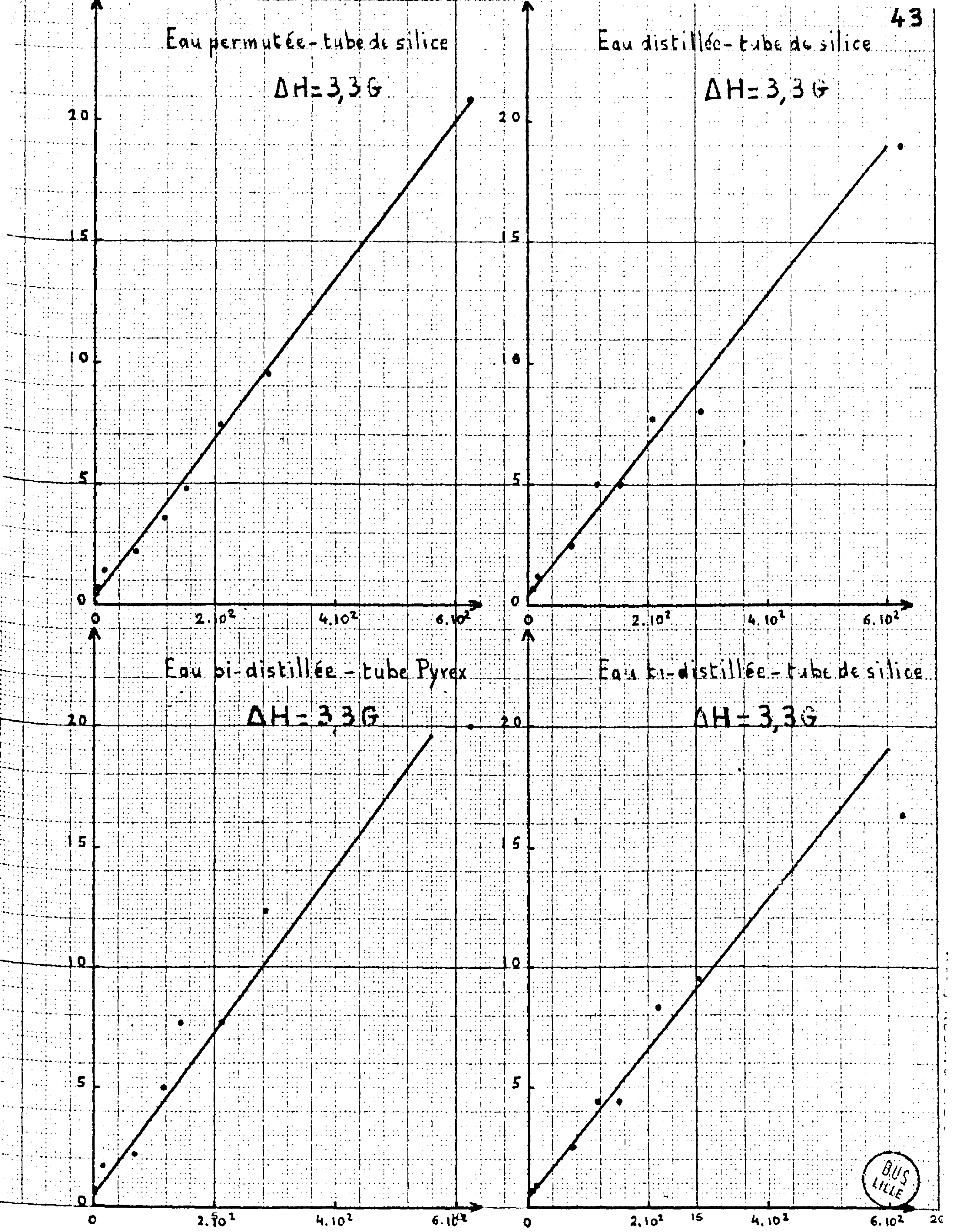
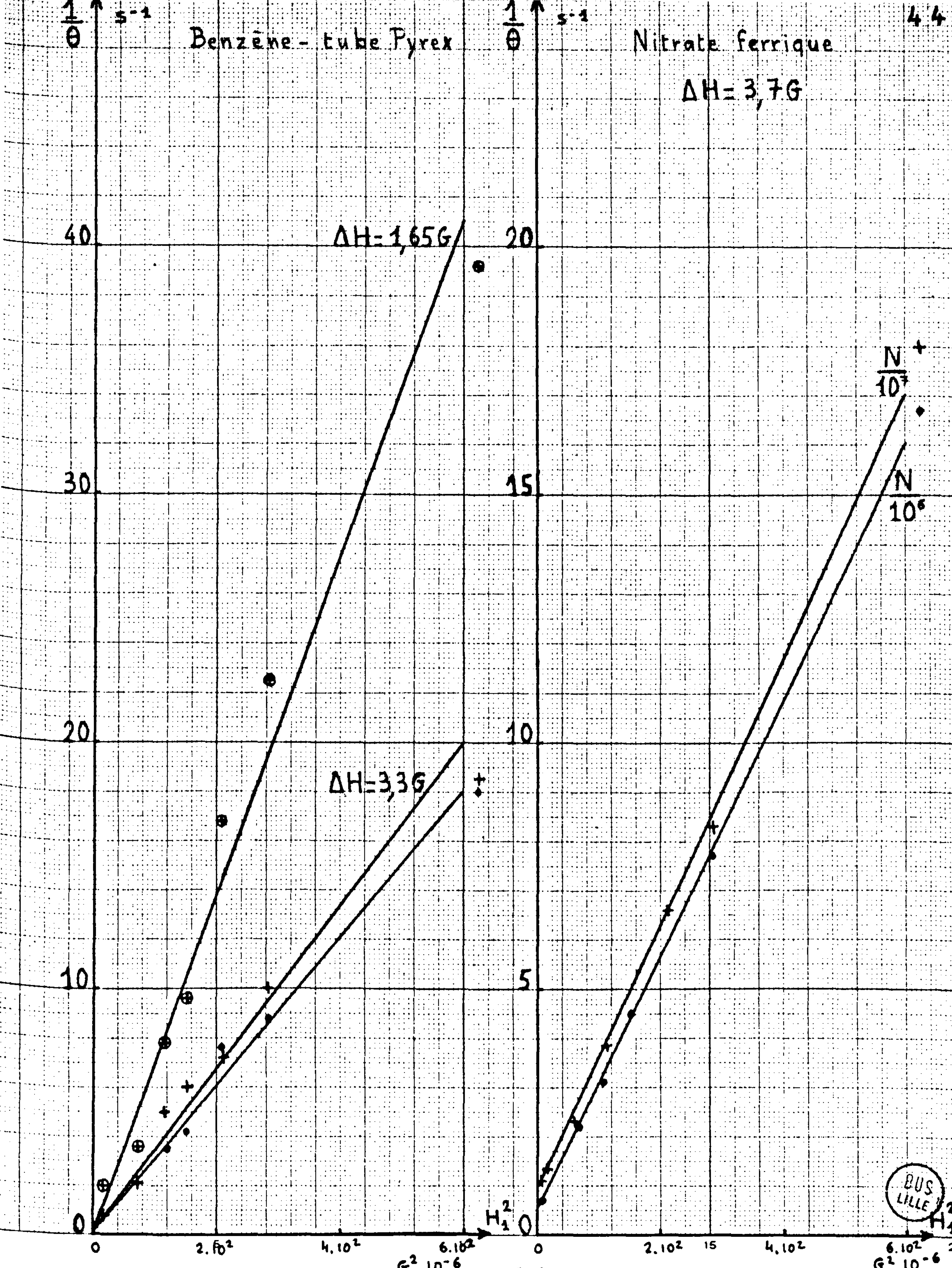
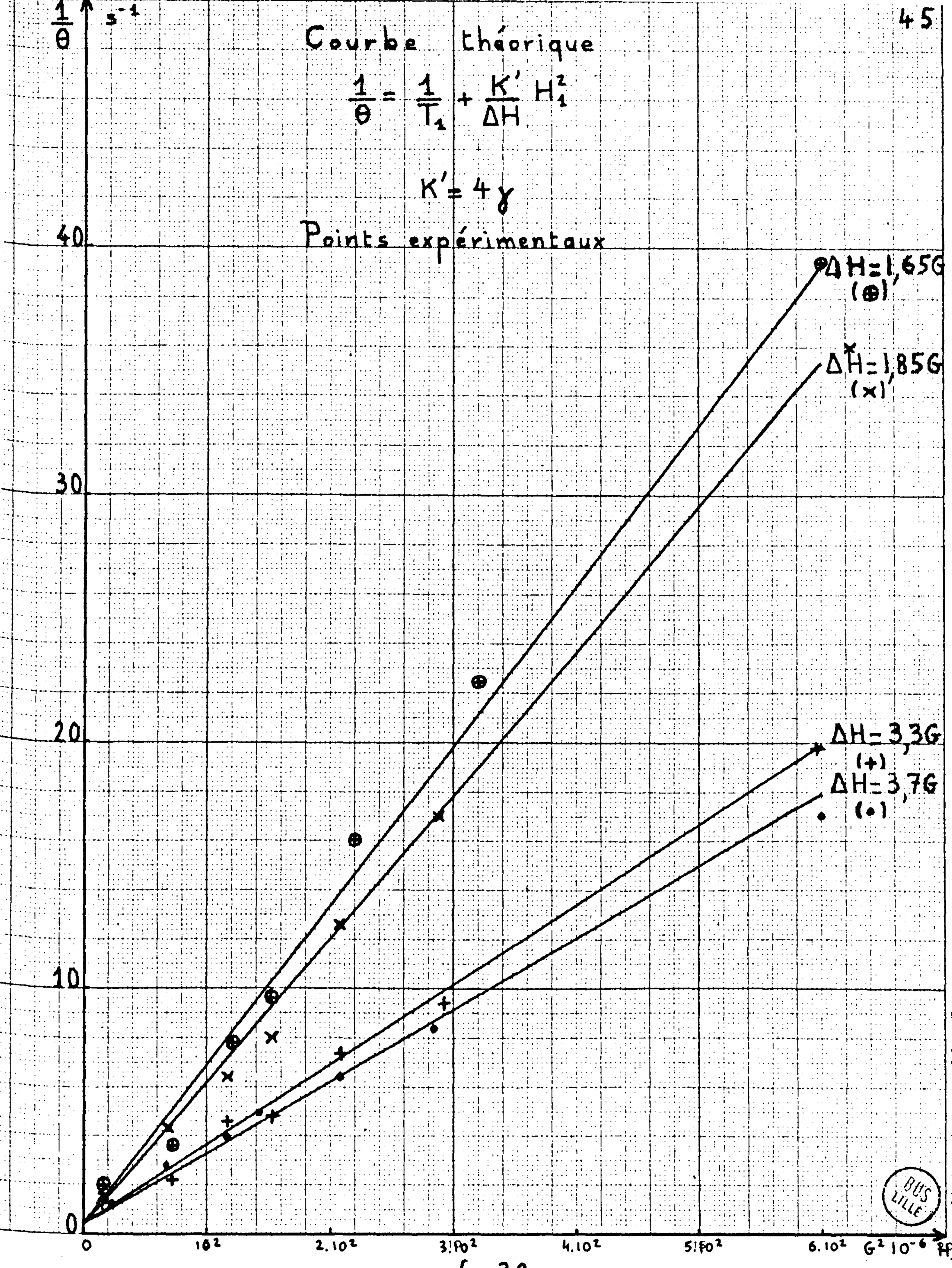

Eau permutée - tube de silice
ΔH = 3,3 G
Eau distillée - tube de silice
ΔH = 3,3 G
Eau bi-distillée - tube Pyrex
ΔH = 3,3 G
Eau bi-distillée - tube de silice
ΔH = 3,3 G
0
5
10
15
20
2.10²
4.10²
6.10²

Fig 30



$\frac{1}{\theta}$ s^{-1}
Benzène - tube Pyrex
$\Delta H = 1{,}65\,G$
$\Delta H = 3{,}3\,G$
40
30
20
10
0
2.10²
4.10²
6.10²
H_1^2
$G^2\ 10^{-6}$
$\frac{1}{\theta}$ s^{-1}
Nitrate ferrique
$\Delta H = 3{,}7\,G$
$\frac{N}{10^7}$
$\frac{N}{10^6}$
20
15
10
5
0
2.10²
4.10²
6.10²
H_1^2
$G^2\ 10^{-6}$

Fig. 31



Courbe théorique
$\frac{1}{\theta} = \frac{1}{T_1} + \frac{K'}{\Delta H} H_1^2$
$K' = 4\gamma$
Points expérimentaux
$\frac{1}{\theta}$ s^{-1}
40
30
20
10
0
$\Delta H = 1,65G$ (⊕)
$\Delta H = 1,85G$ (×)
$\Delta H = 3,3G$ (+)
$\Delta H = 3,7G$ (•)
0
10^2
2.10^2
3.10^2
4.10^2
5.10^2
6.10^2
$G^2 10^{-6}$ H_1^2

Fig 32

A amplitude donnée de balayage, nous n'avons enregistré aucune différence notable sur la pente de la courbe puisqu'elle est déterminée par des paramètres fixés.

Par contre, l'ordonnée à l'origine $\frac{I}{T_I}$ donne des valeurs de T_I différentes selon les types d'échantillons, mais pratiquement indépendantes de leur qualité.

Ces valeurs sont déduites aisément de l'évolution de θ en fonction de H^2_I en graduation bi-logarithmique. On obtient alors des courbes tendant asymptatiquement vers T_I pour les valeurs décroissantes de H_I, comme le montre les figures (33-34).

C'est ainsi que nous obtenons :

2 à 3s pour l'eau

7 à IOs pour le benzène

Is et I,5s pour les solutions de nitrate ferrique à N/IO^6 et N/IO^7.

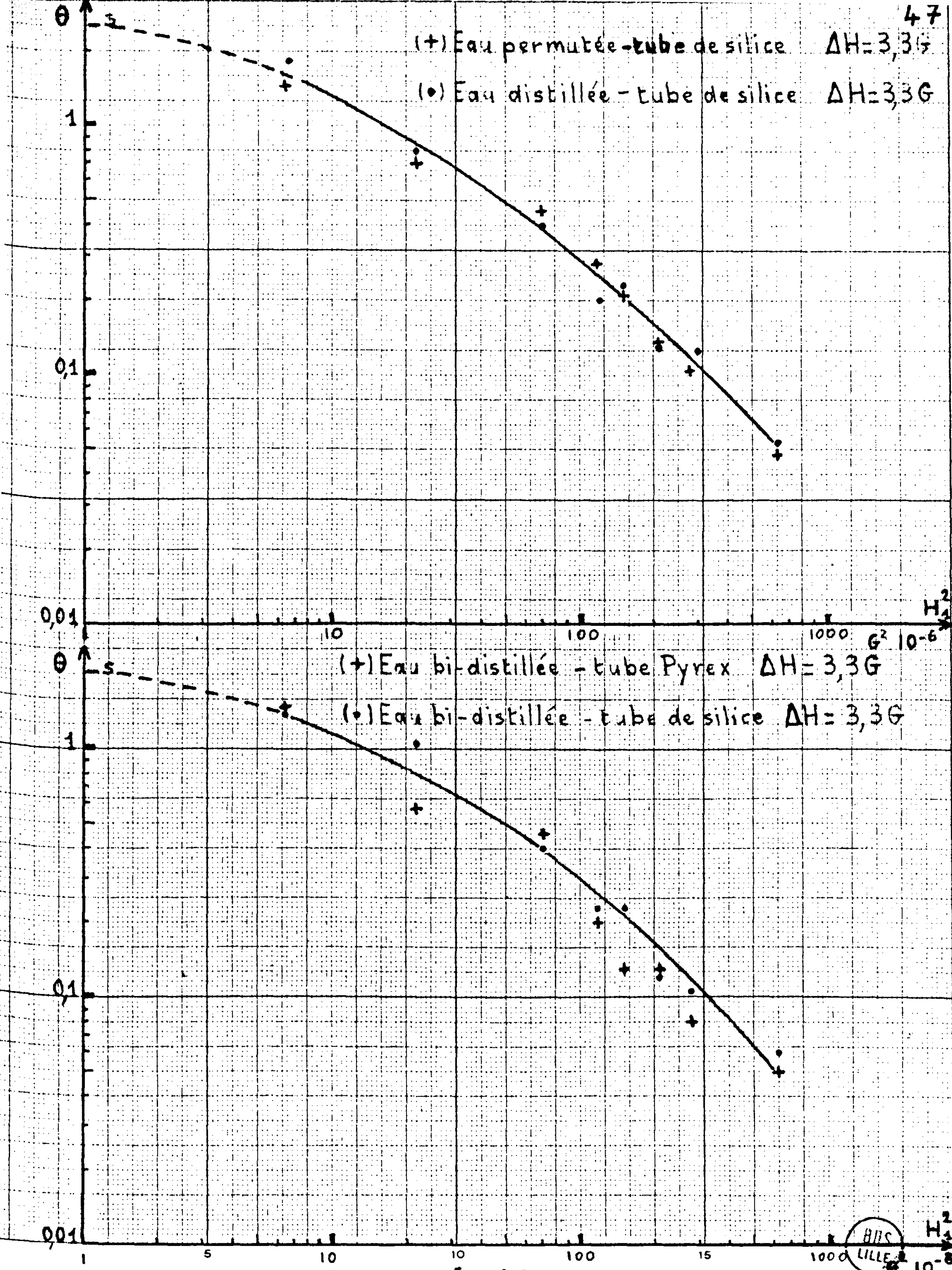
Compte tenu du degré de pureté des produits employés, les résultats ainsi estimés sont en bonne concordance avec ceux de nombreuses autres mesures effectuées par les méthodes d'échos de spins {I9-20-2I-22-23-24-25-26-27-28-29-30}.

II ETUDE THEORIQUE

Le caractère rapide mais non adiabatique {3I} du balayage (ou du passage par la résonance), c'est à dire la condition :

$$\tau = \frac{H_I}{dH_z/dt} << T_I \text{ et } T_2 \qquad (I6)$$

$$\text{mais } \frac{dH_z}{dt} >> \gamma H^2_I \qquad (I7)$$



θ
s
(+) Eau permutée - ~~tube~~ de silice ΔH=3,3G
(•) Eau distillée - tube de silice ΔH=3,3G
1
0,1
0,01
1
5
10
100
1000
H_1^2
G^2 10^{-6}
θ
s
(+) Eau bi-distillée - tube Pyrex ΔH= 3,3G
(•) Eau bi-distillée - tube de silice ΔH= 3,3G
1
0,1
0,01
H_1^2
10^{-6}

Fig 33

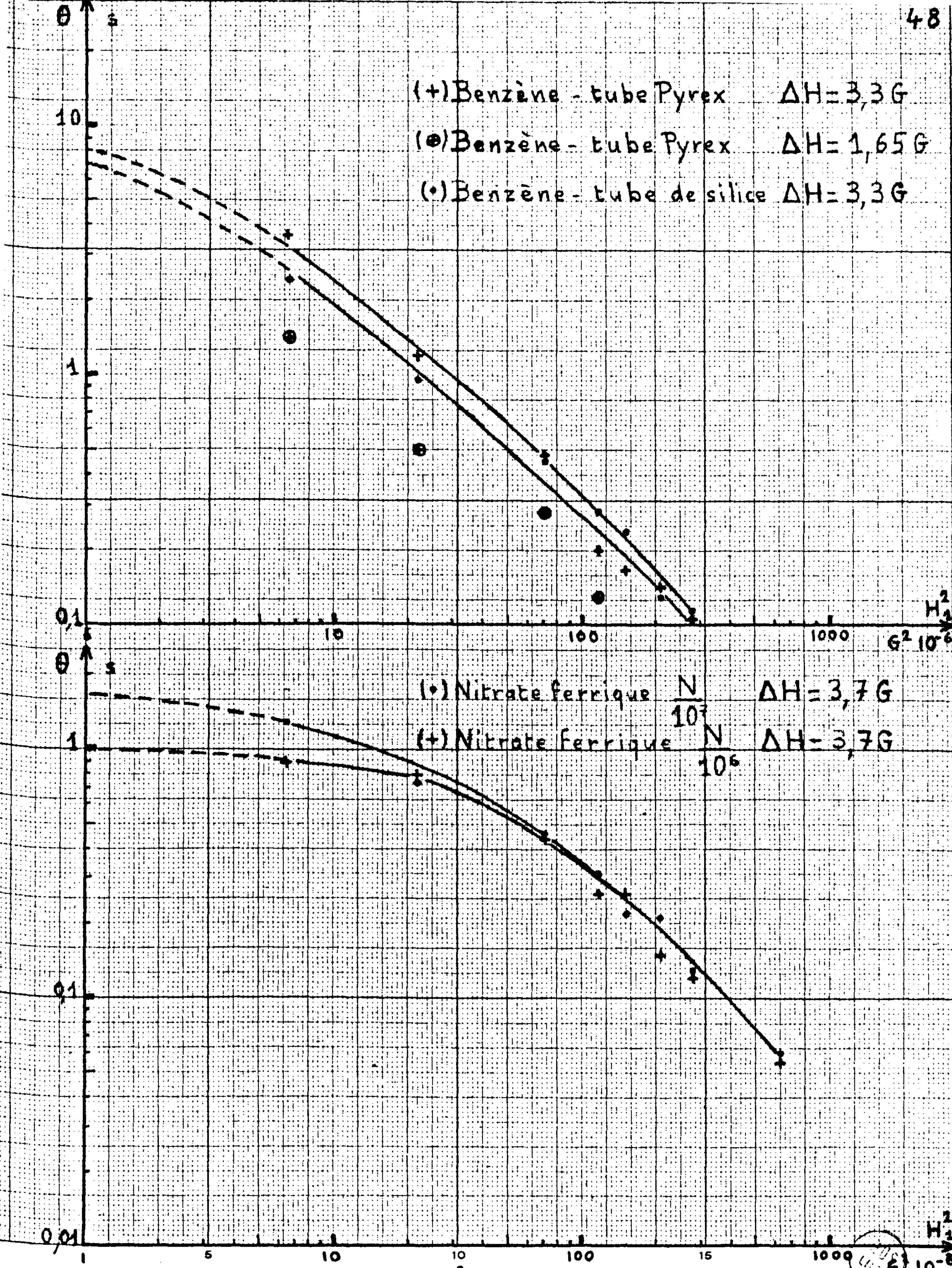

θ s
(+) Benzène - tube Pyrex ΔH = 3,3 G
(⊕) Benzène - tube Pyrex ΔH = 1,65 G
(•) Benzène - tube de silice ΔH = 3,3 G
10
1
0,1
1
10
100
1000
H_1^2
$G^2 \, 10^{-6}$
θ s
(•) Nitrate ferrique $\frac{N}{10^7}$ ΔH = 3,7 G
(+) Nitrate ferrique $\frac{N}{10^6}$ ΔH = 3,7 G
1
0,1
0,01
1
5
10
10
100
15
1000
H_1^2
$G^2 \, 10^{-6}$

fig 34

va nous permettre d'élaborer une théorie simplifiée pour la description du phénomène complexe mémoire de phase.

Cette théorie, exposée par GABILLARD dans sa thèse {32} , scinde le phénomène en deux phases distinctes :

- une phase de résonance pendant un intervalle de temps $(-\delta t, +\delta t)$
- une phase de précession libre qui dure jusqu'à la phase suivante de résonance.

Elle ne donne cependant une description correcte des faits que si l'on réussit à calculer la valeur convenable du temps δt appelé " temps de passage actif par la résonance".

Nous nous sommes inspirés pour réaliser ce calcul du travail de NAKAMURA {33}.

II.I. Premier passage par la résonance

L'étude théorique que nous effectuons dans ce paragraphe ne sera valable que si T_I est supérieur à T_o mais T_2 peut être inférieur ou supérieur à T_o :

$$\boxed{T_I > T_o \qquad T_2 \gtrless T_o}$$

II.I.I. Phase de résonance

On suppose que les conditions initiales sont les suivantes :

I- le champ haute fréquence $\vec{H}_I$ (de quelques mG) et le champ de balayage $\vec{H}_m$ sont établis depuis un certain temps (quelques dizaines de secondes)

2- la valeur H'_o du champ continu nous place en dehors des conditions de résonance car l'intervalle $h_o = H'_o - H_c$ (5G environ) le séparant de la valeur de résonance H_o(2520G) est supérieur à l'amplitude ΔH (3,7G maximum) du balayage. Il s'en suit qu'initialement, le moment magnétique $\vec{M}$ a une valeur proche de celle de l'équilibre $\vec{M}_o = \chi\vec{H}_o$.

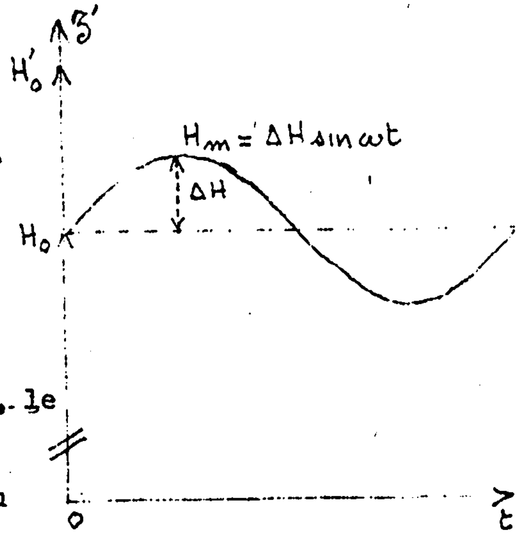


Figure 35

Lorsque l'on supprime brusquement l'écart h_o, le champ magnétique H_o commence à passer périodiquement par les conditions de résonance. Lors du premier passage, la résultante fictive $\vec{H}_e$ va décrire tout le demi-plan zOx, en étant égale à $\vec{H}_I$ à l'instant exact de la résonance, c'est à dire pour $\omega_o = |\gamma| H_o$. Le moment magnétique aura un mouvement assez complexe lié à ce déplacement, mais nous pourrons simplifier son étude en supposant que $\vec{H}_e$ reste confondu avec $\vec{H}_I$ pendant un intervalle de temps $(-\delta t, +\delta t)$, situé de part et d'autre de l'instant exact de la résonance. Pendant cet intervalle de temps, on observera simplement une rotation de $\vec{M}$ autour de $\vec{H}_I$ d'un angle.

$$\Delta\psi = \int_{-\delta t}^{+\delta t} \gamma H_I dt$$

$$\Delta\psi = 2 H_I \delta t$$

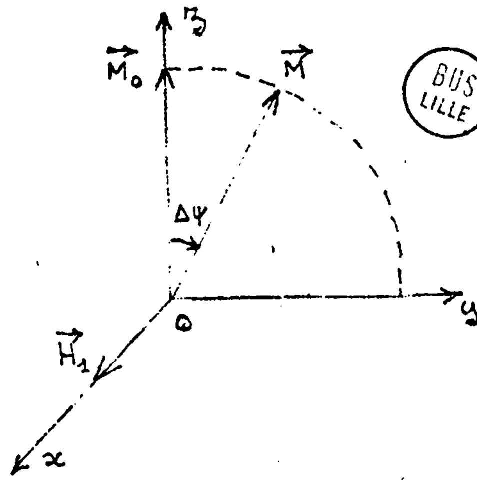


Figure 36

Comme nous le verrons plus loin, le temps δt de passage actif par la résonance est bien inférieur à T_2 et T_I et de ce fait, les phénomènes de relaxation sont négligeables pendant cette phase de résonance.

II.I.2. Phase de précession libre

Après la phase de résonance, le champ $\vec{H}_e$ revient rapidement à une position sensiblement confondue avec l'axe Oz' et le moment magnétique $\vec{M}$ précessionne autour de cet axe à partir de la position où il se trouvait à la fin de la phase de résonance.

Il va donc décrire un cône d'axe Oz, mais en même temps, à cause des inhomogénies spatiales leur donnant des vitesses de précession différentes, les composantes élémentaires $\vec{\mu}$ du moment macroscopique $\vec{M}$ s'éparpillent sur le cône de précession. Ils finissent par s'y répartir uniformément avec la constante de temps τ_2 inférieure à T_o, T_2 et T_I mais supérieure à δt :

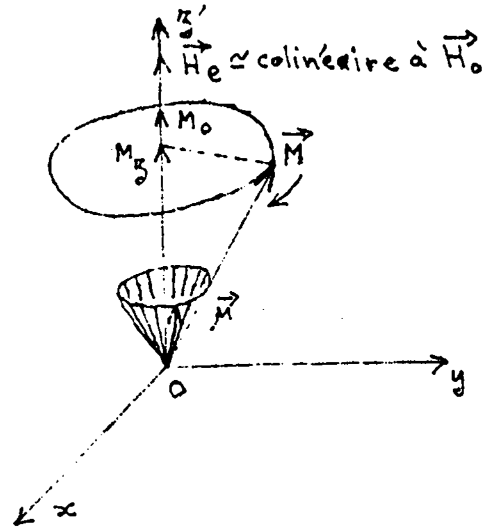


Figure 37

$$\delta t < T_2^* < T_o << T_I \text{ et } T_2 \quad \text{où } T_2^* = \tau_2$$

ne donnant qu'une résultante macroscopique M_z selon $\vec{O}z'$. Il en résulte qu'on n'observe plus de signal après quelques τ_2 bien que les moments magnétiques $\vec{\mu}$ continuent à précessionner autour de Oz. Ceux-ci ne reviennent sur Oz q'avec une constante de temps T_I.

Par suite de l'inégalité $\tau_2 << T_I$, le signal obtenu peut s'écrire

$$v = V_o\, e^{-t/\tau_2} \cos\theta \,. \qquad (I8)$$

$$\text{avec} \quad \theta = \int_{\delta t}^{t} \Delta\omega \, dt$$

$$\text{Or} \quad \Delta\omega = \gamma \, \Delta H \sin \Omega t$$

et pour t petit, mais supérieur à δt, c'est à dire peu après la résonance, on a la relation :

$$\Delta\omega = \gamma \Delta H \, \Omega t$$

L'angle θ s'écrira donc

$$\theta = \int_{\delta t}^{t} \gamma \Delta H \Omega t = \frac{I}{2} \gamma \Delta H \Omega t^2$$

et le signal obtenu sera exprimé par :

$$v = V_o e^{-t/\tau_2} \cos \frac{I}{2} \gamma \Delta H \Omega t^2 \qquad (I9)$$

Cette expression décrit bien le caractère oscillatoire amorti à fréquence croissante de la trace supérieure de la figure II.

II.2. Détermination de l'intervalle de temps $(-\delta t, +\delta t)$

II.2.I. Hypothèse simplificatrice

Considérons les équations de BLOCH :

$$\frac{du}{dt} + \frac{u}{T_2} + \Delta\omega v = 0 \qquad (7)$$

$$\frac{dv}{dt} + \frac{v}{T_2} - \Delta\omega u + M_z \gamma H_I = 0 \qquad (8)$$

$$\frac{dM_z}{dt} + \frac{M_z - M_o}{T_I} - v\gamma H_I = 0 \qquad (9)$$

Aux hypothèses classiques T_I et $T_2 > T_o$, nous ajouterons l'hypothèse que l'amplitude du champ $\vec{H}_I$ est assez petite pour que l'on puisse négliger le terme "$\gamma H_I v$" dans l'équation (9).

Cette hypothèse revient à admettre que le moment magnétique $\vec{M}$ s'éloigne peu de l'axe $\vec{O}z'$ pendant la phase de résonance et à poser

$$M_z \simeq M_o = \chi H_o$$

Les deux premières équations s'écrivent alors

$$\frac{du}{dt} + \frac{u}{T_2} + \Delta\omega\, v = 0 \qquad (20)$$

$$\frac{dv}{dt} + \frac{v}{T_2} - \Delta\omega\, u + M_o \gamma H_I = 0 \qquad (2I)$$

avec la notation :

$$f = v + i\, u$$

on rassemble ces deux expressions en une seule :

$$\frac{df}{dt} + f\left[\frac{I}{T_2} + i\Delta\omega\right] = -M_o \gamma H_I \qquad (22)$$

Cette équation différentielle a pour solution

$$f = -M_o \gamma H_I\, e^{-\int^t \left(\frac{I}{T_2} + i\Delta\omega\right) dt} \int_{t_I}^{t} e^{\int^{t'} \left(\frac{I}{T_2} + i\Delta\omega\right) dt'}\, dt' \qquad (23)$$

où t_I est le temps à partir duquel agit le champ $\vec{H}_I$.
Avec la notation habituelle

$$\Delta\omega = \omega - \omega_o = \gamma(H_z - H_o)$$

$$\Delta\omega = \gamma \Delta H \sin\Omega t$$

nous avons

$$\int^t \Delta\omega dt = \theta\,(t) = -\frac{\gamma\Delta H}{\Omega}\cos\Omega t$$

et nous pouvons écrire

$$-\int^t \left(\frac{I}{T_2} + i\Delta\omega\right) dt = -\frac{t}{T_2} + i\theta\,(t)$$

La fonction devient alors :

$$f = -M_o \gamma H_I \, e^{-t/T_2} \, e^{-i\theta(t)} \int_{t_I}^{t} e^{t'/T_2} \, e^{i\dot\theta(t')} \, dt' \qquad (24)$$

où les termes intégrés expriment la rotation et l'atténuation du vecteur f (projection de $\vec{M}$ sur xoy) en fonction du temps, tandis que l'intégrale représente l'accroissement du module de f dû à l'action du champ $\vec{H}_I$.

II.2.2. Conditions d'intégration

L'intégrande de l'expression (24) :

$$e^{t'/T_2} \quad e^{i\dot\theta(t')}$$

se décompose en deux termes relatifs aux composantes "v" et "u" de f que l'on peut développer de la manière suivante :

$$e^{\frac{t'}{T_2}} \left[\cos \left(\frac{\gamma\Delta H}{\Omega} \cos \Omega t'\right) - i \sin \left(\frac{\gamma\Delta H}{\Omega} \cos\Omega t'\right)\right] \qquad (25)$$

Ne retenons que le terme qui intéresse la composante "v" c'est à dire :

$$\cos \left(\frac{\gamma\Delta H}{\Omega} \cos \Omega t'\right)$$

et représentons son évolution en fonction du temps en supposant réalisée la relation :

$$\frac{\gamma\Delta H}{\Omega} = K\pi \qquad (26)$$

où K est un entier.

Cette condition est nécessaire pour que l'augmentation du module de f produit par chaque passage par la résonance puisse s'accumuler d'un passage au suivant. Elle commande donc l'apparition progressive du signal de mémoire de phase.

La figure(38) obtenue avec la valeur $K = 5$ montre que mathématiquement, la condition (26) est celle qui est nécessaire pour que la fonction

$$\cos\left(\frac{\gamma \Delta H}{\Omega} \cos \Omega t'\right)$$

soit périodique de période T_o.

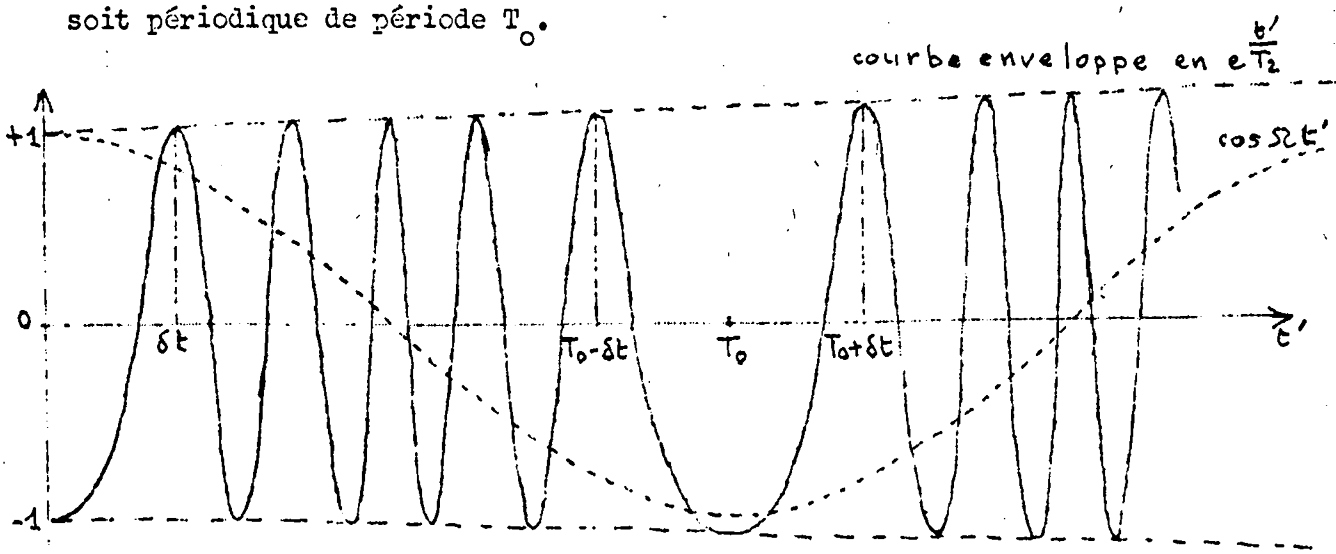


Figure 38

On remarque que la contribution de l'intégrande a la somme de l'intégrale n'est surtout importante qu'au voisinage du temps T_o. Bien que peu élevée, la valeur $K = 5$ permet cependant de bien se rendre compte de ce fait (voir figure 38). Ceci va nous permettre de restreindre l'intervalle d'intégration, c'est à dire de définir le temps de passage actif par la résonance comme l'intervalle de temps défini par ..

$$kT_o - \delta t < t \leqslant kT_o + \delta t \tag{27}$$

$2\delta t$ étant la durée de la période de l'intégrande qui se trouve centrée aux instants $t = kT_o$.
Cet intervalle de temps étant bien inférieur à T_2, on pourra remplacer l'exponentielle e^{t'/T_2} par la valeur e^{kT_o/T_2} qu'elle prend durant ces intervalles de résonance.

L'expression de f devient alors :

$$f = -M_o\gamma H_I\, e^{-t/T_2}\, e^{-i\dot{\theta}(t)} \sum_{k=0}^{n} \int_{kT_o-\delta t}^{kT_o+\delta t} e^{t'/T_2}\, e^{i\dot{\theta}(t')}\, dt' \qquad (28)$$

soit encore :

$$f = -M_o\gamma H_I\, e^{-t/T_2}\, e^{-i\dot{\theta}(t)} \sum_{k=0}^{n} e^{\frac{kT_o}{T_2}} \int_{-\delta t}^{+\delta t} e^{i\dot{\theta}(t')}\, dt' \qquad (29)$$

Après le premier passage par la résonance, nous n'avons que :

$$f = -M_o\gamma H_I\, e^{-t/T_2}\, e^{-i\dot{\theta}(t)} \int_{-\delta t}^{+\delta t} e^{i\dot{\theta}(t)}\, dt'$$

En utilisant la notation :

$$\int_{t_I}^{t} e^{i\dot{\theta}(t')}\, dt' = \Delta t\, e^{i\dot{\alpha}}$$

où Δt et α sont fonctions du temps (t_I, t)
soit encore

$$\int_{t_I}^{t} \sin\theta(t')\, dt' = \Delta t \sin\alpha$$

$$\int_{t_I}^{t} \cos\theta(t')\, dt' = \Delta t \cos\alpha$$

Nous obtenons :

$$\binom{v}{u} = e^{-t/T_2}\left[-M_o\gamma H_I\, \Delta t\, \binom{\cos}{\sin}(\theta - \alpha)\right] \qquad (30)$$

Ce sont les solutions des deux premières équations (7) et (8) de BLOCH dans lesquelles on a négligé les termes en T_2. Le facteur e^{-t/T_2} est introduit ensuite pour rendre compte de l'atténuation.

II.2.3 Détermination de Δt et α

Etudions le terme :

$$f' = -M_o \gamma H_I \Delta t \binom{\cos}{\sin} (\theta - \alpha) \qquad (3I)$$

et posons :

$$F = \sqrt{u^2+v^2} = \gamma H_I M_o \Delta t \ (t_I, t)$$

La détermination de v ou u exige celle de Δt et α; pour faciliter cette détermination, nous allons représenter les variations de la courbe définie paramétriquement par :

$$x = \int_o^t \cos\ \theta(t')\ dt' \qquad (32)$$

$$y = \int_o^t \sin\ \theta(t')\ dt' \qquad (33)$$

On voit déja que $dx = \cos\theta(t')\ dt'$

$dy = \sin\theta(t')\ dt'$

soit $ds = dt'$

$$\frac{dy}{dx} = \mathrm{tg}\ \theta(t')$$

$$\frac{d\theta}{ds} = \frac{d\theta}{dt'} = \Delta\omega = \gamma \Delta H \sin\Omega t$$

La détermination des variables x et y sera grandement facilité en assimilant l'évolution sinusoïdale du balayage à une simple dent de scie selon la figure(39) {34}.

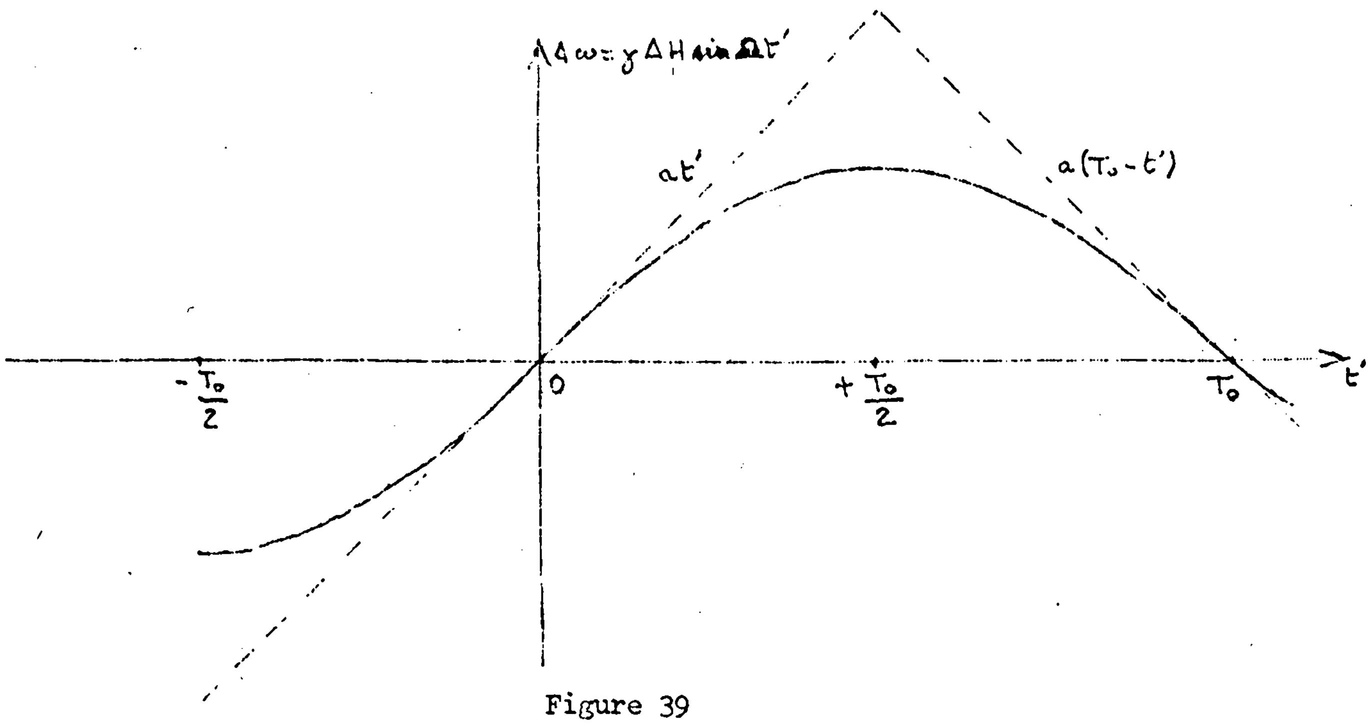


Figure 39

Le fait que nous resteignons la phase utile de la résonance a un intervalle de temps

$$kT_o - \delta t \leqslant t \leqslant kT_o + \delta t$$

nous permet de faire facilement cette assimilation ; il suffit que la dent de scie par laquelle nous allons remplacer la sinusoïde du balayage ait la même pente que la sinusoïde aux temps kT_o.

Par suite, pour la demi-période $(-\frac{T_o}{2}, +\frac{T_o}{2})$

$$\Delta\omega = at'$$

avec $$a = \gamma\Omega\Delta H$$

Nous obtenons alors :

$$\theta\,(t') = \frac{I}{2}\,at'^2$$

c'est à dire

$$x = \int_o^t \cos\frac{at'^2}{2}\,dt' \qquad (34)$$

$$y = \int_o^t \sin\frac{at'^2}{2}\,dt' \qquad (35)$$

en remplaçant $\frac{at'^2}{2}$ par $\frac{\pi\varphi^2}{2}$ x et y deviennent :

$$x = \sqrt{\frac{\pi}{a}} \int_0^{\varphi} \cos \frac{\pi\varphi^2}{2} \, d\varphi \qquad (36)$$

$$y = \sqrt{\frac{\pi}{a}} \int_0^{\varphi} \sin \frac{\pi\varphi^2}{2} \, d\varphi \qquad (37)$$

On reconnaît les intégrales de FRESNEL définissant la spirale de CORNU de façon paramètrique.

La correspondance entre les variables et t peut se résumer rapidement dans le tableau suivant :

φ	∞	$-\varphi_o$	$-I$	0	$+I$	$+\varphi_o$
t	$-\infty$	$-T_o/2$	$-\sqrt{\frac{\pi}{a}}$	0	$+\sqrt{\frac{\pi}{a}}$	$+\frac{T_o}{2}$

Les autres correspondances ne sont possibles que dans un cas précis de valeurs de Ω et de ΔH et la courbe obtenue est représentée sur la figure 40.

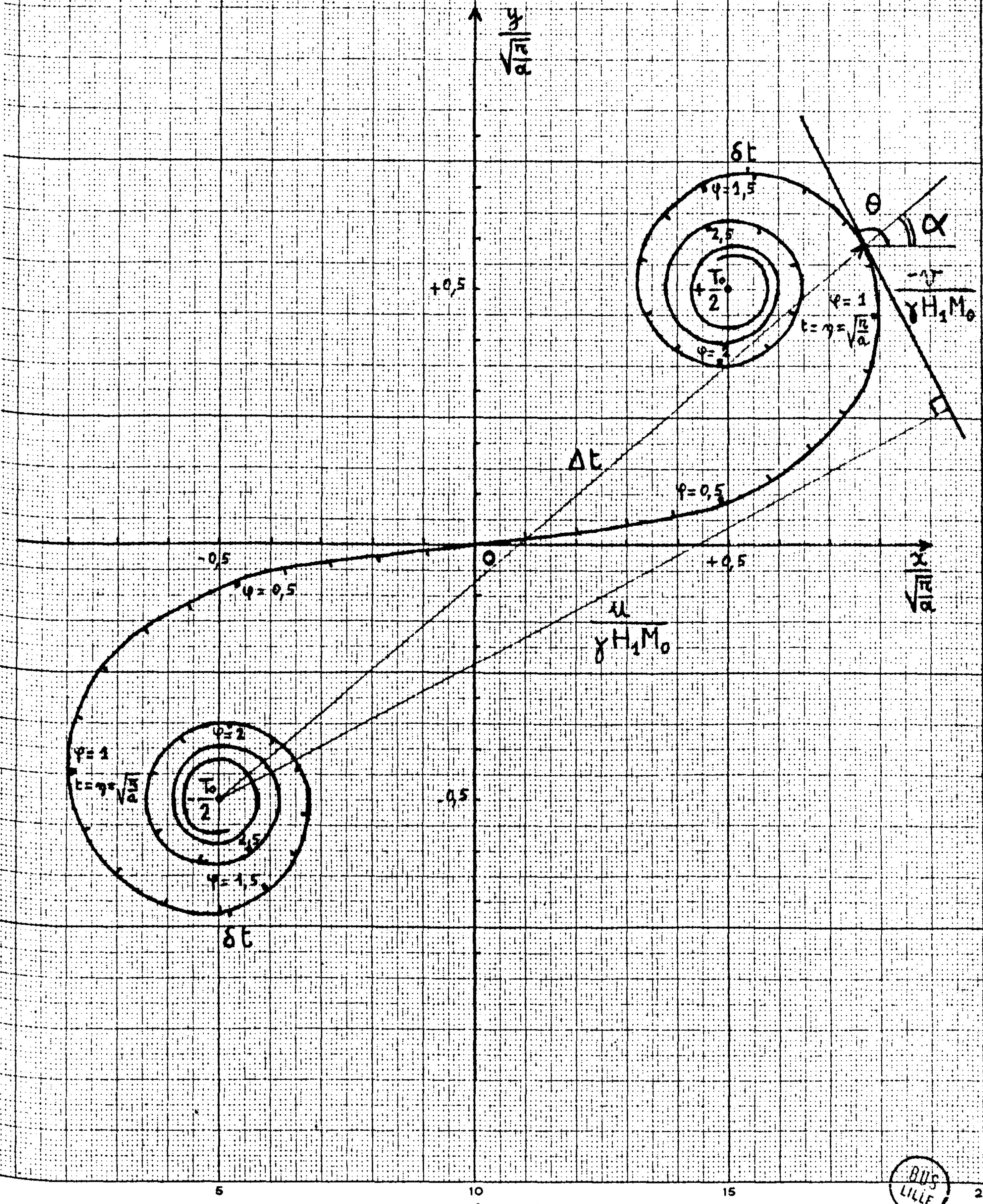

$\frac{y}{\sqrt{\frac{\pi}{a}}}$
$\frac{x}{\sqrt{\frac{\pi}{a}}}$
δt
Δt
θ
α
$\frac{-v}{\gamma H_1 M_0}$
$\frac{u}{\gamma H_1 M_0}$
$+\frac{T_0}{2}$
$-\frac{T_0}{2}$
φ = 1,5
2,5
φ = 1
$t = \eta = \sqrt{\frac{\pi}{a}}$
φ = 2
φ = 0,5
+0,5
-0,5
O
5
10
15
20

Fig 40

Le temps

$$\eta = \sqrt{\frac{\pi}{a}} = \sqrt{\frac{\pi}{\gamma\ \Omega\Delta\ H}}$$

peut encore s'écrire :

$$\eta = \sqrt{\frac{T_o}{\gamma\Delta H}}$$

Ayant $\eta \ll T_o/2$, on peut considérer que le temps $(-\frac{T_o}{2})$, origine du segment Δt se trouve sensiblement au point asymptote de la spirale ; la courbe nous donne alors les éléments Δt et $(0-\alpha)$ et permet ainsi de calculer f' conformément à l'expression (3I).

L'évolution de f' dans le plan (u, v), puis celle de v en fonction du temps, déduites de la courbe précédente, sont représentées sur les figures 4I et 42.

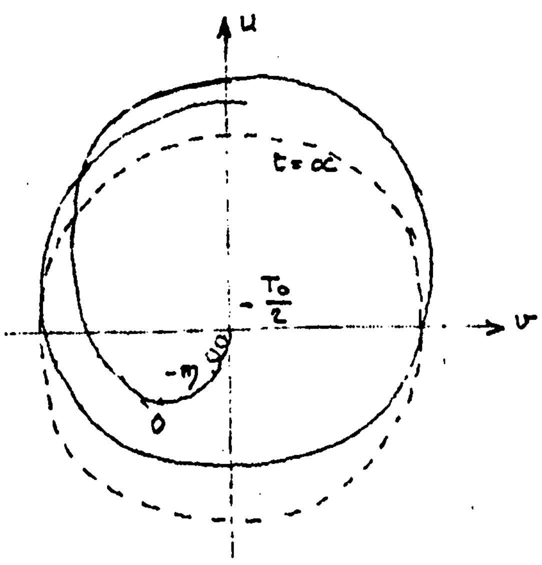


Figure 4I

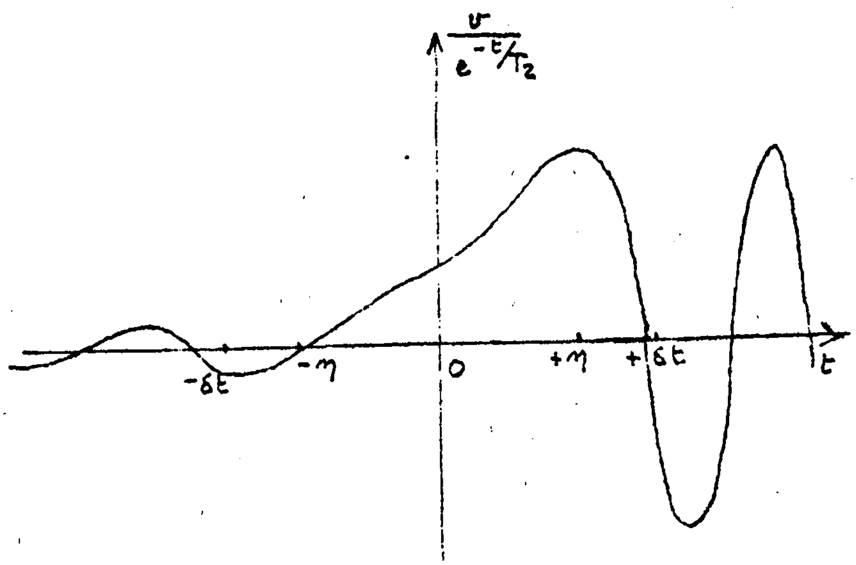


Figure 42

II.2.4. Calcul du temps δt

L'intervalle de temps $(-\delta t, +\delta t)$ défini sur la figure(38) correspond à la valeur $\pm I$($+I$ pour la valeur impaire choisie $K = 5$) de l'expression

$$\cos \left(\frac{\gamma \Delta H}{\Omega} \cos \Omega t'\right)$$

se rapportant à la composante v du signal détaillé dans les relations (24) et (25).

Conformément à la condition de phase (26) nous avons :

$$\frac{\gamma \Delta H}{\Omega} = K\pi$$

et comme nous considérons le temps t' proche de t = 0,

nous avons

$$\cos \Omega t' = + I$$

et nous pouvons effectuer un développement limité :

$$\cos \Omega t' = I - \frac{\Omega^2 t'^2}{2}$$

On déduit alors le temps δt de l'équation

$$\cos \left[K\pi \left(I - \frac{\Omega^2 \delta t^2}{2}\right)\right] = \pm I$$

dans laquelle il suffit que

$$\frac{\Omega^2 \delta t^2}{2} = \frac{I}{K}$$

Puisque

$$K = \frac{\gamma \Delta H}{\Omega \pi}$$

$$\delta t^2 = \frac{2\pi}{\gamma \Omega \Delta H}$$

et

$$\boxed{\delta t = \sqrt{\frac{2\pi}{\gamma \Omega \Delta H}}} \qquad (38)$$

Le temps δt de passage actif par la résonance est donc déterminé par la pulsation et l'amplitude de balayage.
Comme

$$\eta = \sqrt{\frac{\pi}{\gamma \Omega \Delta H}}$$

Nous avons :

$$\boxed{\delta t = \eta\sqrt{2}}$$

Cette relation permet de localiser ce temps sur les courbes des figures (40) et (42) et nous verrons qu'il correspond assez bien avec les déterminations expérimentales que l'on peut faire directement sur la figure (II) et indirectement sur les figures (9) (I0) et (44).

II.3. Régime permanent en mémoire de phase

II.3.I. Description du comportement de $\vec{M}$

Nous sommes dans le cas où T_I et $T_2 > T_c$. La phase transitoire étant supposée terminée, chaque séquence de précession libre verra le moment magnétique $\vec{M}$ se rapprocher de l'axe $\vec{O}z$ et tendre vers M_o avec la constante de de temps T_I. Puisque $T_I >> T_o$ $\vec{M}$ n'a pas le temps de reprendre sa valeur $\vec{M}_o = \chi \vec{H}_o$ avant la période de résonance suivante.

La résonance surprend donc $\vec{M}$ dans une position intermédiaire pour le placer en une autre à partir de laquelle il précessionne de nouveau en conservant cependant la mémoire de tous les déphasages qui se sont produits dans l'échantillon depuis la mise en route du dispositif expérimental.

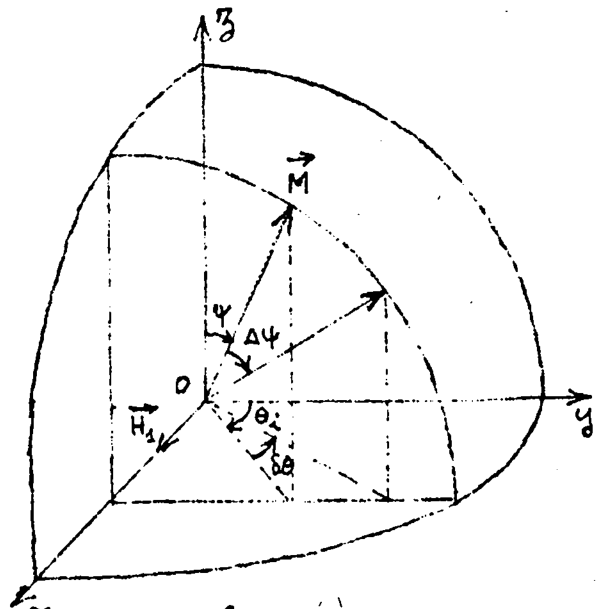


Fig 43

θ_i étant l'angle de la projection horizontale du moment magnétique par rapport à $\vec{Oy}$ à l'instant initial d'une phase de résonance, le passage de celle-ci produit un déphasage $\delta\theta_i$, que l'on peut écrire :

$$\delta\theta_i = \text{cotg}\psi\Delta\psi \;\; \sin\theta_i$$

si $\delta\theta_i$ est petit, soit pour H_I faible.

La phase de précession libre qui suit augmente θ_i de

$$\Delta\theta_i = \gamma\int_0^{T_0} (\Delta H \sin\Omega t + \delta)\, dt - 2K\pi$$

où δ est l'inhomogénéité du champ dans lequel se trouve l'ensemble des noyaux.

Après n passages par la résonance, l'angle de phase θ_i sera

$$\theta_n = \sum_{i=I}^{n} \Delta\theta_i + \delta\theta_i$$

Après chaque passage par la résonance, nous aurons un signal :

$$v_n = V_0 e^{-t/\tau_2} \cos\left[\theta(t) + \theta_n\right]$$

$$\text{où} \quad \theta(t) = \gamma\int_0^{t} (\Delta H \sin\Omega t + \delta)\, dt \qquad (39)$$

θ_n est à chaque différent.

II.3.2. Hypothèses relatives au régime permanent

Pour expliquer l'existence d'un régime permanent, nous devons admettre qu'après un certain temps de fonctionnement du dispositif expérimental la condition :

$$\sum_{n=n}^{n+p} \Delta\theta_n + \delta\theta_n = 2K\pi \qquad (40)$$

se trouve réalisée.

Ce temps s'est révélé expérimentalement supérieur à la constante de temps θ du transitoire situé après la résonance (Ière partie III.2.2.) et NAKAMURA {33} montre qu'il tend vers la valeur T_I pour des valeurs très faibles de H_I. L'angle de phase θ_n n'aura plus que p valeurs possibles qu'il prendra successivement.

Le signal obtenu étant de période T_o et non pT_o, nous devons admettre qu'à chaque passage par la résonance, les phases de tous les moments mangétiques élémentaires, qui sont soumis au terme d'inhomogénité ($\delta \pm d\delta$) sont uniformément réparties entre les p valeurs de θ_n.

Par suite, les noyaux considérés engendreront un signal

$$v = V_o e^{-t/\tau_2} \cos (\theta_o + \gamma\delta t + \Phi) \tag{4I}$$

$$\text{avec } \theta_o = \gamma \int_o^t \Delta H \sin\Omega t \, dt$$

où l'on montre que $\emptyset$ est une fonction arbitraire de δ, $\frac{\Delta H}{\Omega}$ mais aussi d'entiers arbitraires.

Pour l'échantillon complet, on obtiendra :

$$v = V_o e^{-t/\tau_2} \cos \theta_o \int_o^{\infty} 2\varphi(\delta) \cos (\gamma.\delta.t+\Phi) \, d\delta$$

soit

$$v = V_o \, e^{-t/\tau_2} \cos\theta_o \, F(t) \tag{42}$$

F(t) aura obligatoirement les propriétés suivantes :

$$F(-t) = F(t)$$

$$F(t+T_o) = F(t)$$

d'où après la résonance $v(t) = V_o \, e^{-t/\tau_2} F(t)$ (43)

avant la résonance $v(-t) = V_c e^{t/\tau_2} F(-t) \, e^{-T_o/T_2}$ (44)

Ainsi, malgré τ_2, pendant chaque phase de précession libre autour de $\vec{H}_e$, un signal oscillatoire réapparaît avant la phase de résonance suivante. Il croît avec l'orientation de $\vec{H}_e$ selon $\vec{H}_I$ et est décelable d'autant mieux que $T_2 > T_o$ puisque chaque réorganisation des moments élémentaires μ fait apparaître la composante transversale diminuant avec la constante de temps T_2.

Si $T_2 \gg T_o$, les signaux situés à proximité de la résonance sont d'amplitude semblable, car l'effet de la relaxation transversale est faible, mais l'atténuation qui les précède ou les succède peut être très rapide puisque qu'elle dépend de τ_2. Elle sera donc d'autant plus rapide que l'inhomogénie du champ H_o sera plus grande.

II.3.3. Interprétation physique

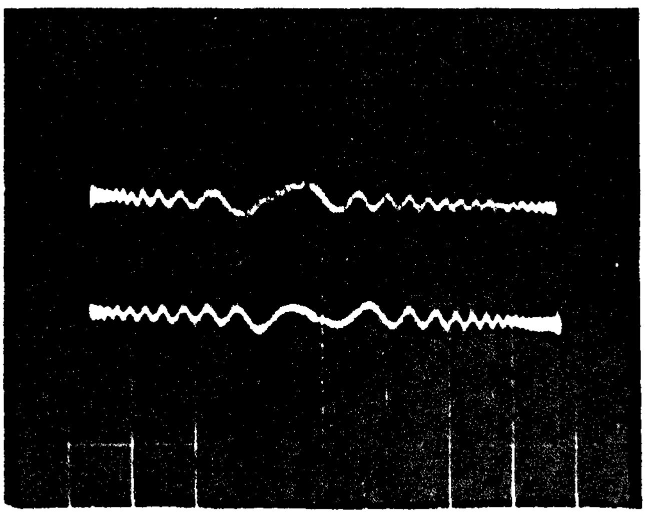


Figure 44

eau H_1 = 18,5mG ΔH = 1,85G

Horizontal 50 Hz Vertical ImV/cm

La figure(44) permet d'interpréter comme ce signal reproduisant les battements des deux tensions induites dans la bobine de détection, par le moment magnétique nucléaire tournant d'une part, et la tension radio-fréquence produisant $\vec{H}_I$ d'autre part. Ce sont les battements de deux ondes : l'une, de pulsation variable $\omega(t) = \gamma H_z(t)$ modulée par le balayage, l'autre fixe $\omega_o = \gamma H_o$.

Si le balayage est linéaire, la forme de l'onde obtenue est approximativement donnée par :

$$\cos \left[\int \left(\omega(t') - \omega_o \right) dt' \right] \simeq \cos \frac{I}{2} \gamma \Delta H \Omega t^2$$

identique à l'expression (I9) et où apparaît la symétrie par rapport à l'instant $t = 0$ de la résonance.

II.3.4. Observation optimale et condition de phase

La représentation du régime permanent pourrait aussi s'obtenir à partir des spirales de CORNU raccordées les unes aux autres aux temps $k \frac{T_o}{2}$. Certaines dispositions sont plus favorables que d'autres à la construction du signal de mémoire de phase et nous avons pu constater expérimentalement que c'est avec grand soin qu'il faut régler le paramètre important ΔH afin de pouvoir obtenir une observation optimale.

Le signal de mémoire de phase présentera alors un nombre entier N d'oscillation qu'il est souhaitable de voir réparties également de chaque côté de la résonance.

Or
$$N = \frac{I}{2\pi} \int_0^{T_o} \Delta\omega \, dt = k \text{ (entier)} \qquad (45)$$

puisque

$$\theta(T_o) = \int_0^{T_o} \Delta\omega \, dt$$

représente l'angle dont a tourné le vecteur f pendant une séquence de résonance.

Comme

$$\Delta\omega = \gamma \Delta H \sin \Omega t$$

nous obtenons

$$N = \frac{I}{2\pi} \int_{0}^{T_o} \gamma \Delta H \sin \Omega t \, dt$$

$$= \frac{I}{2\pi} \left(- \frac{\gamma \Delta H}{\Omega} \right) \left[\cos \Omega t \right]_{0}^{T_o}$$

$$N = \frac{2 \gamma \Delta H}{2 \pi \Omega} = \frac{\gamma \Delta H}{\pi \Omega} \qquad (46)$$

Nous retrouvons ainsi la condition de phase (26) posée à priori pour obtenir une expression (24) de f de période T_o.

II.4. Etude du régime transitoire suivant l'établissement des conditions de résonance

Nous n'avons décrit jusqu'à présent que le premier passage par la résonance et le régime permanent. Nous allons maintenant décrire les passages qui suivent le passage initial pendant la phase transitoire.

Il est bien évident que si l'on a T_I et $T_2 < T_o$, le moment magnétique $\vec{M}$ a le temps, non seulement de regagner la direction $\vec{O}z'$, mais aussi celle de reprendre sa valeur d'équilibre $M_o = X_o H_o$: il n'y a pas dans ce cas de transitoire.

Pour qu'il y ait un transitoire, il faut avoir $T_I > T_o$ et généralement dans ce cas, on a aussi $T_2 > T_o$.
Cependant, nous avons montré que la mise en phase des divers composants du moment magnétique $\vec{M}$ (qui donne naissance aux oscillations précédent la résonance, caractéristiques du signal de mémoire de phase) ne se produit qu'avec une constante de temps supérieure à la constante de temps θ du régime transitoire situé après la résonance.

En conséquence, l'évolution de $\vec{M}$ durant le transitoire qui nous intéresse pourra être décrite par la même théorie que celle correspondant au cas $T_I>T_o$ mais $T_2<T_o$ puisque les premiers mouvements de $\vec{M}$ sont uniquement réglés par $T_2^{*}\approx\tau_2<T_o$.

Suivons l'évolution du moment magnétique $\vec{M}$ depuis l'instant où s'effectue la commutation du champ $\vec{H}_c$, le champ $\vec{H}_I$ étant établi.

II.4.I. <u>Temps précédant la commutation de H_o</u>

$$\boxed{t< -\delta t}$$

$\vec{M}_o = X_o\vec{H}_o$ conformément aux hypothèses du paragraphe II.I.I.

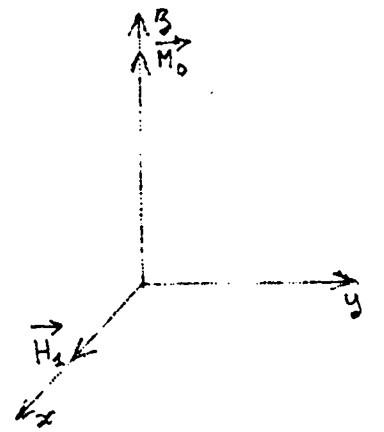


Figure 45-I

II.4.2. <u>Première phase de résonance</u>

$$\boxed{-\delta t<t<+\delta t}$$

Le champ $\vec{H}_I$ agit et $\vec{M}$ tourne de $\Delta\psi$ donnant une composante $M_I = M_o \cos\Delta\psi$.

L'angle $\Delta\psi$ étant faible, nous pouvons remplacer le cosinus par son développement limite :

$$M_I = M_o \left(I - \frac{\Delta\psi^2}{2}\right) \qquad (47)$$

(formule valable à <0,5 % par défaut jusque 35°, et < 5 % jusque 60°)

La diminution δM_z sera

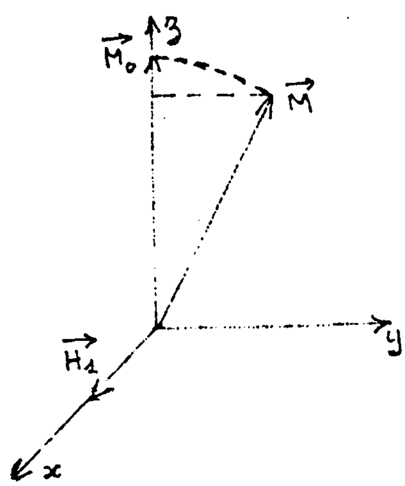


Fig 45-2

$$\delta M_z = M_o - M_I$$

$$\delta M_z = M_o \quad \frac{\Delta\psi^2}{2} \qquad (48)$$

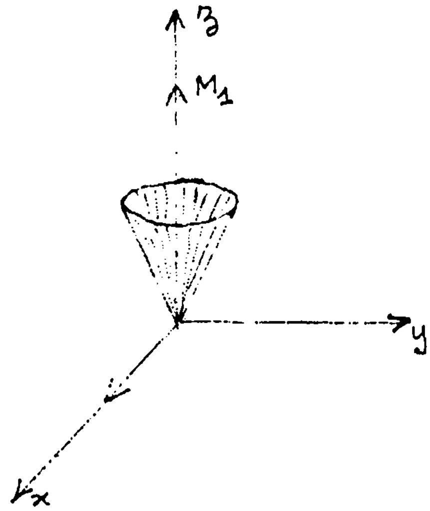


Figure 45-3

II.4.3. Début de la première phase de précession libre

$\boxed{+\delta t < t < \text{quelques}\, \tau_2}$

Les inhomogénies ont réparti uniformément les composantes élémentaires $\vec{\mu}$ selon un cône d'axe $\vec{O}z$, avec une constante de temps $\tau_2 < T_o$.

Toute résultante macroscopique a disparu du plan xOy et Mz n'a pas sensiblement évolué vers sa valeur d'équilibre M_o.

II.4.4. Précession libre

$\boxed{\text{quelques } \tau_2 < t < T_o}$

La constante de temps T_I règle la remontée de Mz vers M_o et l'évolution peut s'écrire :

$$M_z = M_o - (M_o - M_I)\, e^{-t/T_I} \qquad (49)$$

Au temps $t = T_o$, M_z acquiert la valeur M_2 et l'augmentation ΔM_z obtenue sera :

$$\Delta M_z = M_2 - M_I$$

$$\Delta M_z = (M_o - M_I)(I - e^{-T_o/T_I})$$

soit en développant l'exponentielle puisque $T_o < T_I$,

$$\Delta M_z = (M_o - M_I)\ \frac{T_o}{T_I} \qquad (50)$$

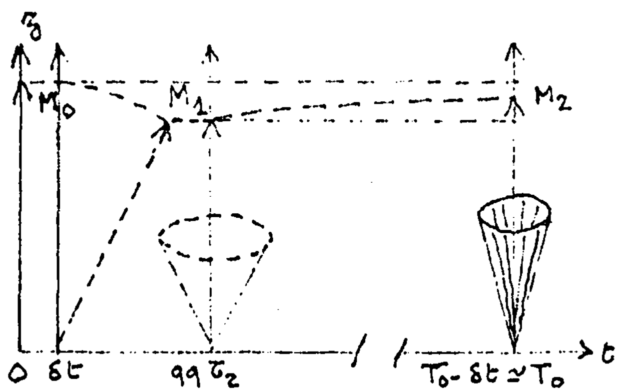


Figure 45-4

En conséquence, pendant le temps T_o, la composante M_z varie de :

$$DM_z = \Delta M_z - M_z$$

$$DM_z = -M_o \frac{\Delta\psi^2}{2} + (M_o - M_I)\frac{T_o}{T_I} \qquad (5I)$$

II.4.5. Etude d'un passage quelconque par la résonance, le régime permanent n'étant pas encore atteint

Plaçons-nous au n^ieme passage par la résonance, le régime permanent n'étant pas encore atteint.

La diminution de la composante M_z sera :

$$\delta M_z = M_{zn-I} - M_{zn}$$

soit encore

$$\delta M_z = M_{zn-I} - M_{zn-I}\left(I - \frac{\Delta\psi^2}{2}\right)$$

c'est à dire

$$\delta M_z = M_{zn-I}\frac{\Delta\psi^2}{2} \qquad (52)$$

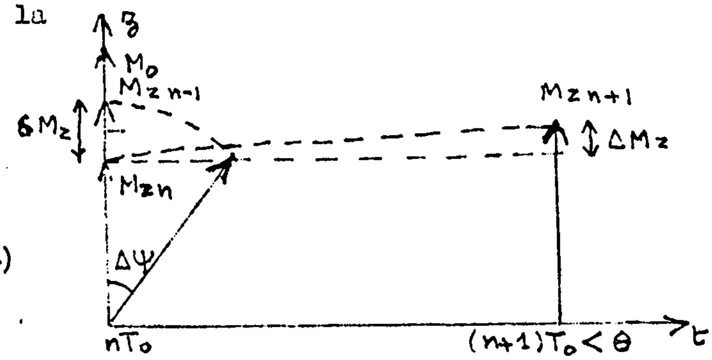


Figure 45

L'augmentation acquise à l'instant du passage suivant par la résonance peut s'écrire :

$$\Delta M_z = M_{zn+I} - M_{zn}$$

soit encore

$$\Delta M_z = \left[M_{zn} + (M_o - M_{zn})(I - e^{-T_o/T_I})\right] - M_{zn}$$

et puisque $T_o \ll T_I$

$$\Delta M_z = (M_o - M_{zn})\frac{T_o}{T_I}$$

en utilisant la relation

$$M_{zn} = M_{zn-I}\left(I - \frac{\Delta\psi^2}{2}\right)$$

Nous obtenons

$$\Delta M_z = M_o \frac{T_o}{T_I} - M_{zn-I}\left(I - \frac{\Delta\psi^2}{2}\right) \frac{T_o}{T_I} \quad (53)$$

La variation de la composante M_z sera donc

$$DM_z = M_o \frac{T_o}{T_I} - M_{zn-I} \left(I - \frac{\Delta\psi^2}{2}\right) \frac{T_o}{T_I} - M_{zn-I} \frac{\Delta\psi^2}{2} \quad (54)$$

et

$$\frac{DM_z}{T_o} = \frac{M_o}{T_I} - \frac{M_{zn-I}}{T_I}\left[I + \frac{\Delta\psi^2}{2} \left(\frac{T_I}{T_o} - I\right)\right]$$

L'accroissement étant sensiblement linéaire, on a :

$$\frac{DM_z}{T_o} = \frac{dM_z}{dt}$$

et comme $T_I \gg T_o$ nous limiterons la formule à

$$\frac{dM_z}{dt} = -M_z \frac{I + \frac{\Delta\psi^2}{2} \frac{T_I}{T_o}}{T_I} + \frac{M_o}{T_I} \quad (55)$$

II.4.6. <u>Interprétation</u>

C'est une équation différentielle décrivant l'évolution du signal "v" d'une amplitude initiale

$$V_o = M_o \sin\Delta\psi = M_o \Delta\psi$$

à l'amplitude permanente :

$$V_p = M_o \Delta\psi \frac{I}{I + \frac{\Delta\psi^2}{2} \frac{T_I}{T_o}} = V_o \frac{\theta}{T_I} \quad (56)$$

avec une constante de temps :

$$\boxed{\Theta = \frac{T_I}{I + \frac{\Delta\psi^2}{2} \frac{T_I}{T_o}}} \quad (57)$$

En effet, l'équation sans second membre peut s'écrire :

$$\frac{dM_z}{dt} = \frac{-M_z}{\theta}$$

donnant l'allure exponentielle vers un régime permanent atteint lorsque

$$\Delta M_z = \delta M_z$$

soit pour

$$M_o \frac{T_o}{T_I} - M_z \left(I - \frac{\Delta\psi^2}{2}\right) \frac{T_o}{T_I} = M_z \frac{\Delta\psi^2}{2}$$

c'est à dire, quand

$$M_z = M_o \frac{I}{I + \frac{\Delta\psi^2}{2}\left(\frac{T_I}{T_o} - I\right)} \simeq M_o \frac{I}{I + \frac{\Delta\psi^2}{2} \frac{T_I}{T_o}}$$

$$M_z = M_o \frac{\theta}{T_1}$$

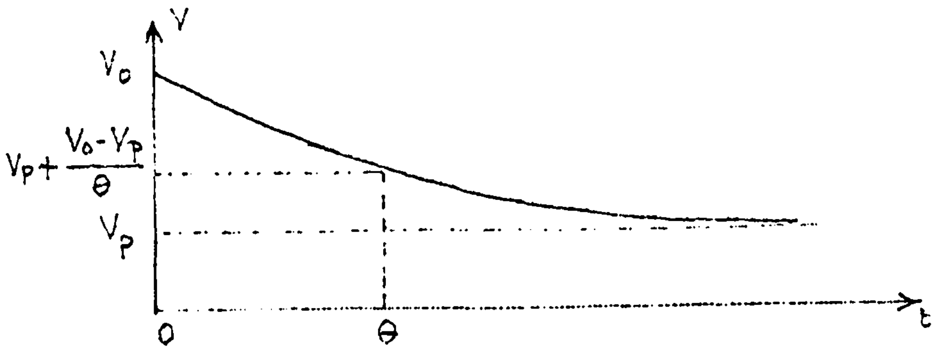


Figure 46

$\Delta\psi$ commande la constante de temps θ mais aussi le rapport d'amplitude $\frac{V_p}{V_o}$

et pour $\Delta\psi \to 0$ nous avons $\left\{ \begin{array}{l} \theta \to T_I \\ V_p \to V_o \end{array} \right.$

Nous retrouvons ainsi théoriquement les hypothèses que nous avions formulées dans le but d'établir les formules (I4) et (I5)

$$\frac{I}{\theta} = \frac{I}{T_I} + \frac{K'}{\Delta H} H^2{}_I$$

$$\frac{V_o}{V_p} = \frac{T_I}{0}$$

qui rendaient compte phénoménologiquement des résultats expérimentaux.

En effet, la théorie nous donne :

$$\frac{I}{0} = \frac{I}{T_I} + \frac{\Delta\psi^2}{2T_o}$$

soit

$$\frac{I}{\theta} = \frac{I}{T_I} + 4\gamma^2 H^2{}_I \quad \frac{2\pi}{\gamma\Omega\Delta H} \quad \frac{I}{2T_o}$$

c'est à dire :

$$\boxed{\frac{I}{\theta} = \frac{I}{T_I} + \frac{4\gamma H_I^2}{\Delta H}} \qquad (59)$$

La constante K' est donc égale à 4γ soit I07,2 $IO^3 rd/s/G$.

Nous allons maintenant utiliser les relations (38) et (59) donnant δt et $\frac{I}{\theta}$ afin de les confronter avec nos valeurs expérimentales.

III APPLICATIONS

III.I. Calcul de δt

La figure (II) permet d'estimer δt à 0,6ms mais manque de précision.

Néanmoins, l'accord avec la valeur calculée est assez bon puisque celle-ci est :

$$\delta t = 0{,}635\text{ms}$$

avec $\Delta H = 1{,}85$ G

On peut d'ailleurs améliorer la confrontation en utilisant les photos des signaux obtenus par balayage 50 Hz. A l'annulation de la tension de modulation, la résonance exacte apparaît au centre de la trace horizontale grâce à un réglage de phase et on peut dire que le déplacement du spot y est décrit par une fonction linéaire du temps.

L'évolution du spot selon la dent de scie tangente au temps t = 0 serait régléepar la relation

$$\ell = kt$$

pour l'intervalle de temps

$$-\frac{T_o}{2} < t < \frac{T_o}{2}$$

où

$$k = \frac{d}{dt}\,(\ell_o \sin\Omega t)_{t=0}$$

soit

$$k = \ell_o \Omega.$$

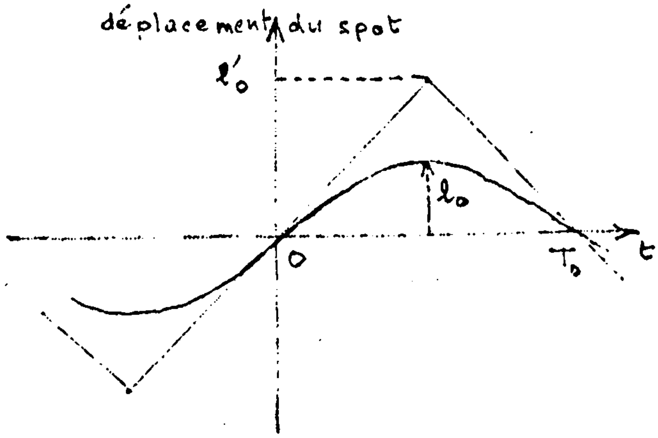


Figure 47

Par suite l'excursion maximale linéaire serait :

$$\ell'_o = \ell_o\, \Omega \frac{T_o}{2} = \ell_o \frac{\pi}{2}$$

La figure(9)obtenue pour $\Delta H = 3{,}7$ G donne un temps $2\delta t$ représenté par 10,5mm. Il y correspond un déplacement fictif total

$$\ell'_o = 75\ \frac{\pi}{2} = 118\text{mm}$$

représentant 10ms.

On obtient ainsi :

$$\delta t = \frac{10 \times 10{,}5}{2 \times 118}$$

$$\delta t = 0{,}445\text{ms}$$

La relation (38)

$$\delta t = \sqrt{\frac{2\pi}{\gamma\Omega\Delta H}}$$

établie au paragraphe II.2.4. de cette troisième partie, nous permet d'en déterminer la valeur :

$$\delta t = \sqrt{\frac{2\pi}{2\pi.\ 4257.\ 2\pi 50.\ 3{,}7}}$$

$$\delta t = 0{,}45 \text{ ms}$$

La figure(44) où ΔH = I,85 G donne un intervalle de temps $2\delta t$ représenté par I5mm. La valeur mesurée de δt est alors :

$$\delta t = \frac{I5.IO}{2.II8}$$

$$\delta t = 0{,}635 \text{ms}$$

Un calcul semblable en précédent donne

$$\delta = 0{,}635 \text{ms}$$

III.2. <u>Courbes $I/\theta = f$</u> (H_I^2)

Les courbes théoriques représentées sur la figure (32) pour T_I = 2s montre le bon accord avec les points expérimentaux obtenus pour les différents échantillons d'eau distillée, bi-distillée et permutée.

III.3. <u>Détermination du temps de relaxation T_I</u>

Les figures(30) et (3I) obtenues en traçant les courbes $\theta = f(H_I^2)$ en graduation bi-logarithmique permettent une bonne détermination du temps de relaxation T_I comme le montrent les résultats exposés au chapitre I de la troisième partie.

CONCLUSION

Au cours de ce travail, nous avons d'abord construit un dispositif permettant d'observer et d'étudier le phénomène de mémoire de phase en R.M.N. La mise au point d'un tel dispositif est extrêmement délicate et nous avons indiqué au chapitre III de la première partie les précautions et les réglages délicats que cette réalisation implique.

L'étude théorique du phénomène n'est pas non plus en elle même très facile et nous avons dû utiliser au mieux, pour parvenir à la faire, les approximations que la disproportion des temps caractéristiques T_o, T_I, T_2, etc... permettent de faire.

Nous avons comparé les résultats de cette étude théorique à nos résultats expérimentaux et l'accord satisfaisant obtenu, particulièrement en ce qui concerne les phénomènes transitoires, nous donne à penser que la théorie que nous proposons permet de décrire avec une assez bonne précision le phénomène de mémoire de phase.

B I B L I O G R A P H I E

(I) KOPFERMAN, "Kernmomente" Akad. Verlag., LEIPZIG I940, EDWARDS I945

(2) TOLANSKY, "Hyperfine structure in line spectra and nuclear spin" METHNEN, LONDRES (I948)

(3) LAZAREW B., L. SCHUBNIKOW, Physik Z. Sovjetunion, I937, II, p.445

(4) RABI J.J., MILLMAN S., KUSCH P.,ZACHARIAS J.R., Phys. Rev., I939, 55, p.526

(5) PURCELL E.M., TORREY H.C., POUND R.V., I946, 69, p.37

(6) BLOEMBERGEN N., PURCELL E.M., POUND R.V., Phys. Rev., I948, 73, p.I898

(7) BLOCH F., Phys. Rev., I946, 70, p.460

(8) ABRAGAM A., "Principes du magnétisme nucléaire" I96I, p.I9, P. U .F.

(9) WINTER J., C. R. acad. sci. fr., I955, 24I, p.375

(IO) BLOCH F., SIEGERT A., Phys. Rev., I940, 57, p.552

(II) MARGERIE J., BROSSEL J., C. R. acad. sci. fr., I955, 24I, p.373

(I2) JACOBSOHN B.A., WANGNESS R.K., Phys. Rev., I948, 73, p.943

(I3) GOODEN S.J., Nature, I950, I65, p.IOI4

(I4) BLANCHEVILLE P., Onde électrique, I960, 399, p.440

(I5) TERMAN F.E., Radio Engineers Handbook, Mc GRAW HILL Book Co, NEW YORK, I943, p.47

(I6) GRIVET P., GABILLARD R., SOUTIF M., "Résonance Paramagnétique nucléaire" C.N.R.S., PARIS, I955, p.I60

(I7) DRUART M., D. E. T. S., I.R.E.L., LILLE, I964, p.I3

(I8) GRIVET P., BENE G.J., DUPUIS P.M., EXTERMANN R.C., "Résonance paramagnétique nucléaire", C.N.R.S., I955, p.200

(I9) TORREY H.C., Phys. Rev., I949, 76, p.I059

(20) HAHN E.L., Phys. Rev., I949, 76, p.I45

(2I) HAHN E.L., Phys. Rev., I950, 77, p.297

(22) HAHN E.L., Phys. Rev., I950, 80, p.580

(23) HAHN E.L., MAXWELL D.E., Phys. Rev., I952, 88, p.I070

(24) HAHN E.L., Phys. To-day, I953, 6, n°II, p.4

(25) CON H.Y., PURCELL E.M., Phys. Rev., I954, 94, p.630

(26) MEIBOOM S., GILL D., Rev. Sci. Instr. U.S.A., I958, 29, p.688

(27) CSAKI A., BENE G., C. R. acad. Sci., I960, 25I, p.228

(28) CSAKI A., Thèse de Doctorat n°I352, Birkhäuser, BALE, I963

(29) SOLOMON I., Phys. Rev. Letters, I959, 2, p.30I

(30) SOLOMON I., C. R. acad. sci.I,I959, p.92

(3I) ABRAGAM A., "Principes du magnétisme nucléaire", PU.F, I96I, p.33 & 65

(32) GABILLARD R., Thèse PARIS, I952

(33) NAKAMURA S., J. Sci. Hiroshima Univ. Serv.A., I959, 23, n°2, p.2I5

(34) WANGNESS R.K., BLOCH F., Phys. Rev., I953, 89, p.728

SECONDE THESE

PROPOSITIONS DONNEES PAR LA FACULTE

-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

FLUCTUATIONS DU CHAMP TELLURIQUE

Vu et approuvé

Lille, le I5 Septembre I966

Le Doyen de la Faculté des Sciences

Pour le Doyen empêché

L'Assesseur.

J. HEUBEL

Vu et permis d'imprimer,

Lille, le I5 Septembre I966

Le Recteur de l'Académie de LILLE,

G. DEBEYRE,