

1. 第一週

(ア) NMR の簡単な原理を知ろう「割と多くの原子核は磁石だ」

- ① 原子核や電子はどうして磁石になっているか？
- ② 磁場中に置かれた磁石のエネルギーと電磁波のエネルギー
- ③ 共鳴条件  $\omega = \gamma H$  の意味を知ろう

(イ) NMR スペクトロメータ装置の原理を知ろう

- ① DC パルス、高周波パルス、信号検出系、参照信号
- ② 水冷マグネットと Hall 素子による磁場モニタ
- ③ 同期検波  $2 \sin \omega t \sin \Omega t = \cos(\omega - \Omega)t - \cos(\omega + \Omega)t$  の原理を理解しよう

(ウ) NMR の信号を見てみよう「割と簡単に原子核の動きが見える！」

- ① 水  $\text{H}_2\text{O}$  の水素  $^1\text{H}$  核(=陽子)の FID 信号を見よう
- ② FID 信号を大きくしよう「磁場、周波数、パルス幅、チューニング、試料位置」
- ③ 磁場を変えながら FID 信号のフーリエ変換をして見よう

2. 第二週

(ア) 共鳴条件の式から核の磁石の強さ(=核磁気モーメント  $\gamma$ )を求めよう

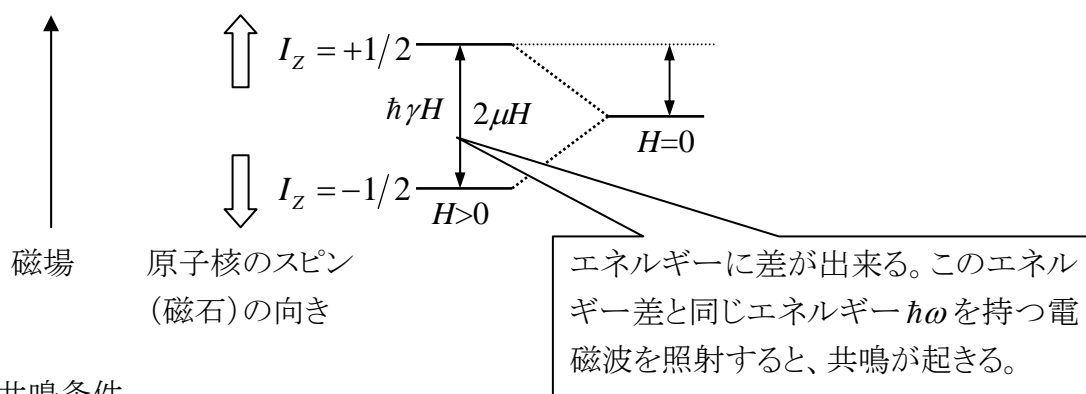
- ① FID 信号を見つけよう(前回の復習)
- ② 磁場を微調整して共鳴条件(FID の振動が消えるところ)に合わせよう
- ③ 磁場と周波数の値をグラフにし、最小二乗法で  $\gamma$  の値を求めよう

3. 第三週

(ア) 試料の位置を変えて、どの位置がもっとも磁場が均一であるか調べよう

- ① FID 信号を見つけ、信号が最も長続きするように試料位置を調整しよう
- ② オシロスコープのデータを PC に転送し、フーリエ変換しよう
- ③ 試料位置を変えてフーリエスペクトルの変化を見よう

NMR 原理早わかり



共鳴条件

両者のエネルギーが等しくなる場所:  $h\gamma H = h\omega$

プランク定数を両辺から払って、 $\gamma H = \omega$  が、NMR の共鳴条件。

### NMR から何がわかるか？

$\gamma H = \omega$ のうち、 $\gamma$ は原子核の性質として調べられて詳しい値がわかっている。 $\omega$ は周波数カウンタで簡単に10桁以上を正確に測定できる。すると、 $H$ 、すなわち、磁場がわかるのである。しかし、この磁場はただの磁場ではない。物質内部の磁場である。つまり、  
[物質内部の磁場] = [マグネットの磁場] + [電子が作る磁場]  
であり、結局、右側の『電子が作る磁場』を知ることが出来る。

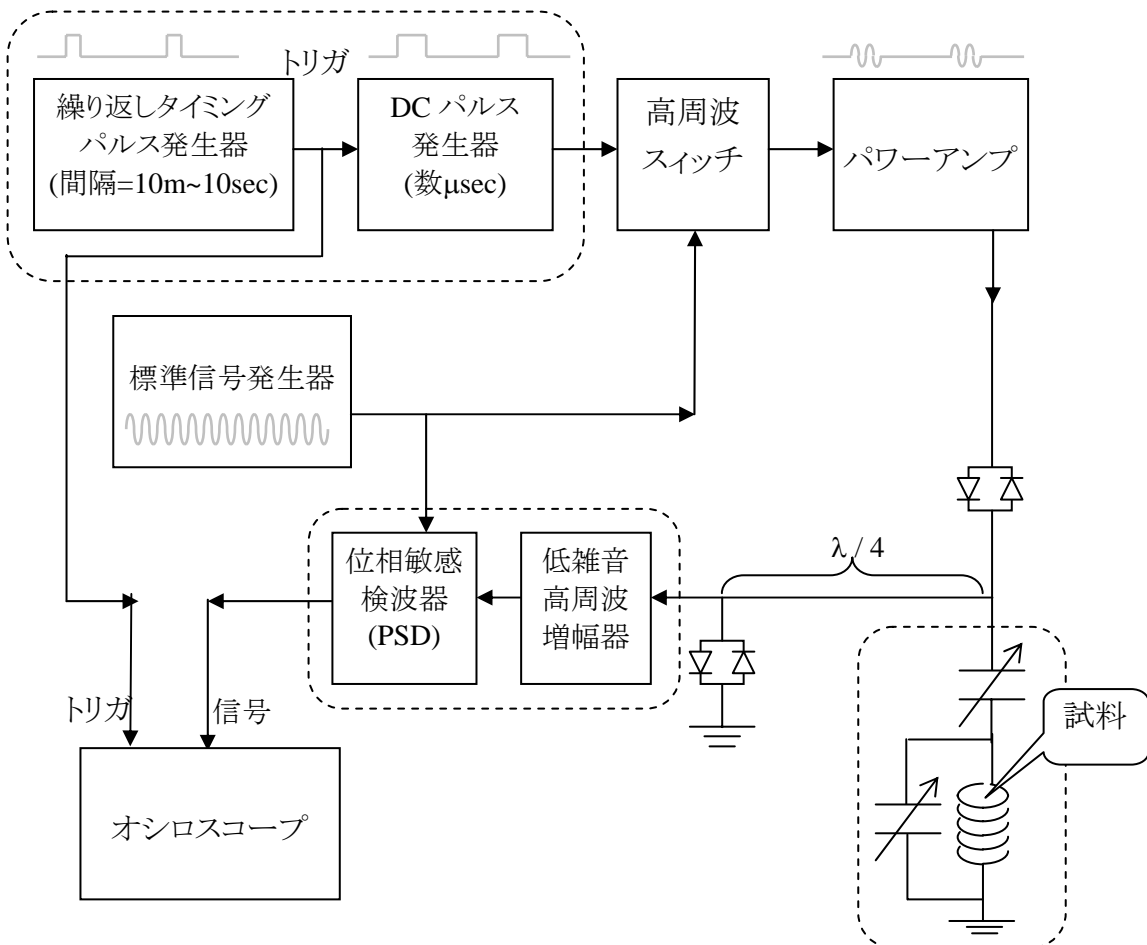
電子が作る磁場がわかると、何が楽しいか？

電子が止まっている(半導体)か、動いている(自由電子)か、超伝導か、強磁性(永久磁石)か、ガラス状態か、など、電子がどういう状態にあるかで、その電子が作る磁場の大きさや揺らぎ、均一度が異なっている。

注)これは量子力学と統計力学と固体物理をやるとわかる。

だから、新しい超伝導体や、新しい半導体デバイス、新しい磁性体など、新素材を開発しようと思ったら、まず、固体の中の電子を調べるのが大事なわけで、それをやるのが固体NMRなのである。

### NMR 装置早わかり



1 核スピンの NMR 信号を観察し、PC に取り込む

1.1 装置の識別—どれがどの装置かを認識しよう

No.	水冷 マグネット	シグナル ジェネレータ	DC パルサー (パルス幅・繰返し)	磁場測定 (ホール素子)
1号	小型 20mm (小型ポンプ冷却)	真空管 (ダイヤル式)	アナログ (自作 by 学生)	自作 (TR6142)
2号	小型 20mm (小型ポンプ冷却)	デジタル (Agilent Technologies)	デジタル (Thamway)	自作 (TR6142)
3号	大型 65mm (水道水冷却)	デジタル (Hewlett-Packard)	デジタル (Thamway)	デジタル (Lakeshore475)

1.2 各装置の構成パーツを理解しよう

- ・マグネット、直流電源
- ・ホール素子による磁場計
- ・DC パルス発生器 (パルサー)
- ・シグナルジェネレータ
- ・高周波パワーアンプ
- ・NMR プローブ
- ・NMR 信号受信機

1.3 同軸ケーブルの色を認識しよう

赤＝送信系 (高周波パルス発生)、青＝受信、  
白＝直流 (DC) パルス、橙＝トリガパルス、  
黄＝参照信号(reference)

1.4 磁場を発生させよう

**【重要】安全の確認** イ)怪我をしないように。ロ)電源を壊さないように。

マグネット電源の使い方—電流リミッタと電圧リミッタ

ホール素子による磁場強度の読み取り

※1、2号機は JIKKEN1-A の PC で、TR6142AW 1 と TR6142BW 1 を  
実行しておくこと。3号機は Lakeshore 社のガウスメータを ON にしておく。

1.5 高周波パルス発生の操作: 同軸ケーブル「赤」

周波数設定—シグナルジェネレータの使い方

パワーアンプの電源の入れ方・切り方

パルス振幅設定 (1, 2, 3号機ともやり方が異なるので注意 !)

1.6 オシロスコープによるパルスの観察—トリガのかけかた: 同軸「白」

パルス長、パルス間隔設定—パルサーの使い方

オシロスコープのトリガをかける

オシロスコープの horizontal-axis と vertical-axis を調整する

1.7 NMR 受信機の理解と操作: 同軸ケーブル「青」

青(受信)・赤(送信)ケーブルの接続と、保護回路の装着のチェック

プローブ同調回路のチューニング

受信感度設定

位相敏感検波(PSD)の原理— $2\sin\omega t \sin\Omega t = \cos(\omega - \Omega)t - \cos(\omega + \Omega)t$

オシロスコープによる信号の観察

オシロスコープの averaging 機能—ノイズは $1/\sqrt{N}$ で減少して行く

## 1.8 NMR 信号の簡略な説明

電磁波のエネルギー $\hbar\omega$ と、スピン(磁気モーメント)のエネルギー $\hbar\gamma B$

共鳴条件 $\omega = \gamma B$ で高周波パルス照射するとスピンの回転

## 1.9 デジタルオシロスコープ

トリガの設定: 同軸ケーブル「橙」

時間軸・電圧軸の設定

アベレーシング(平均化)の設定

PC 取り込み—ソフトウェア TDS220W の使い方

---

## 2 NMR の共鳴条件 $\omega = \gamma B$ を確かめる

2.1 マグネット操作、磁場読み取りの復習

2.2 高周波パルス発生時の復習

2.3 オシロスコープによる NMR 信号観察の復習

2.4 位相敏感検波によるビート(うなり)の観察

磁場をずらしてゼロビートを観察する

周波数をずらしてゼロビートを観察する

2.5 試料について

水に含まれる水素原子核の性質を知る—42.5774MHz/T

$\omega = \gamma B_0$ から何がわかるかを理解する—物質内部の磁場

2.6 周波数と磁場を少しずつ変えて $\omega = \gamma B_0$ を確かめる

Sma4win の使い方 (Excel でも可)

最小自乗法のやり方

なぜ原点を通らないか—鉄芯の残留磁束

---

## 3 FID 信号の減衰の速さ $T_2^*$ を測定し、磁場の「不均一」を知る

3.1 なぜ FID 信号が減衰するかを理解させる

初めは揃って回っているが、速度が異なるとずれて行く

3.2 減衰の速さ=磁場の不均一から何がわかるか

スピニング、強磁性、反強磁性、常磁性、反磁性の区別

超伝導状態における渦糸状態—磁気浮上の原理と関係している

3.3 FID 信号の PC への転送の復習と FFT

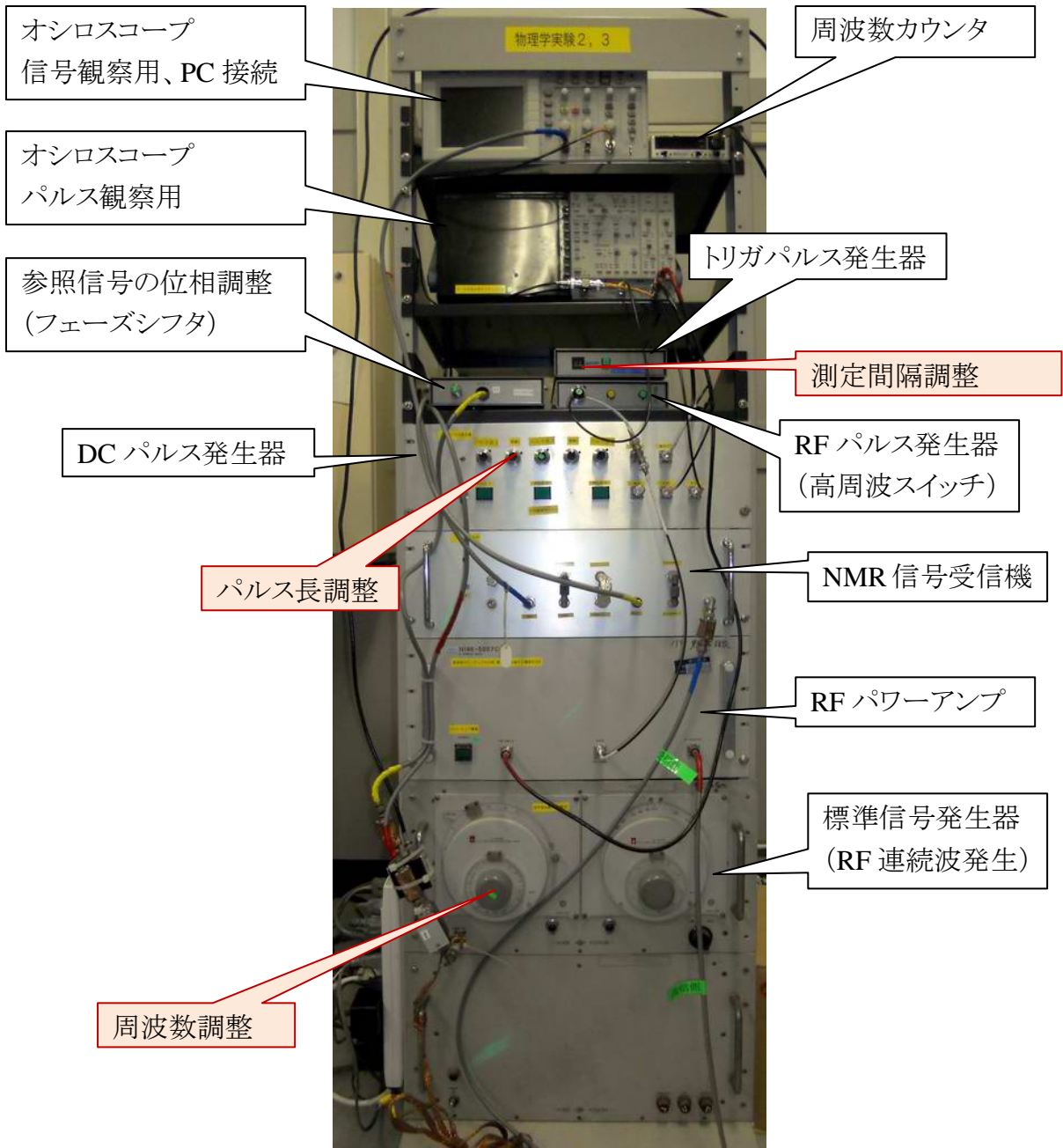
FID 信号を転送し、sma4win で表示させる

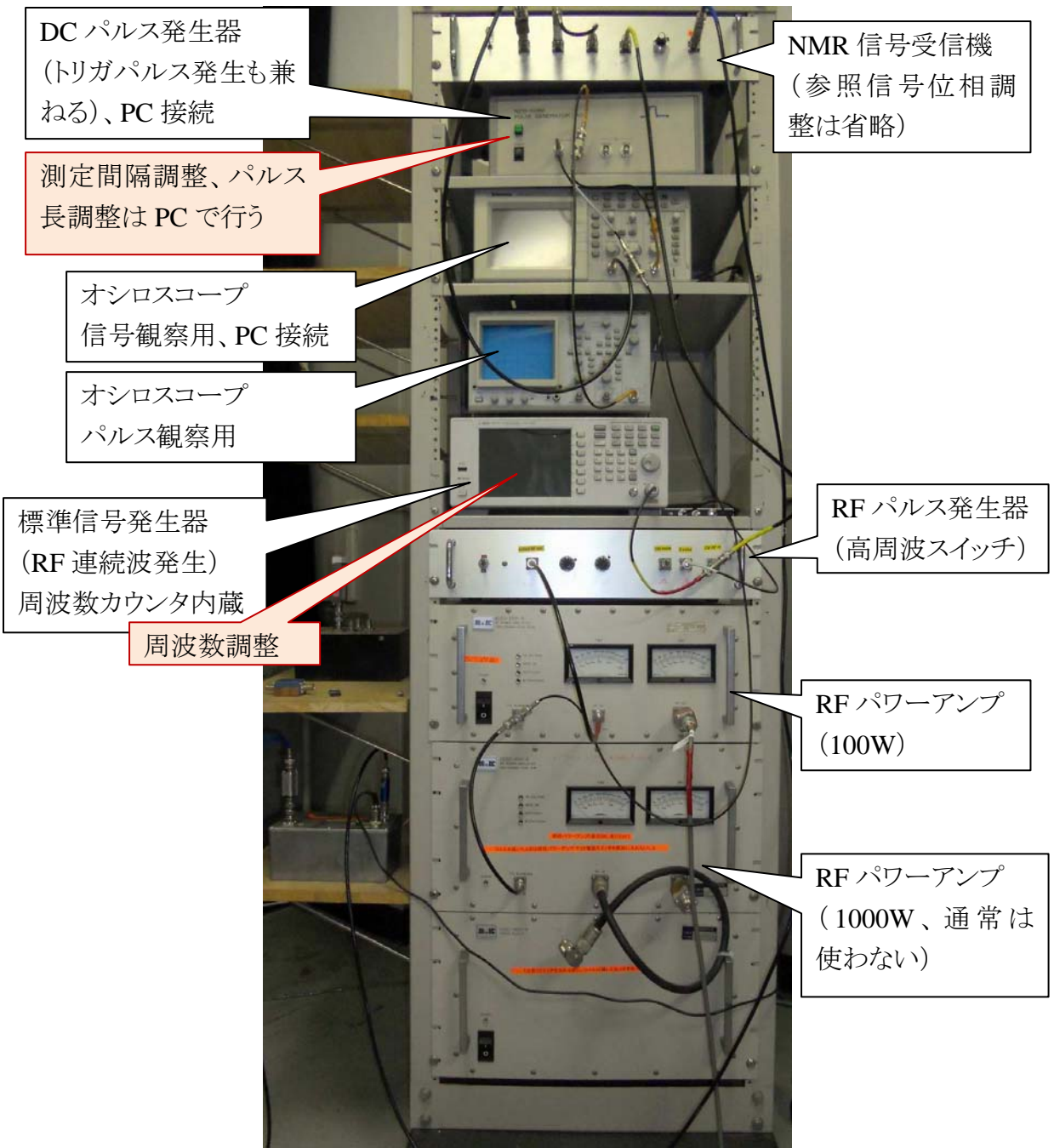
FFT32 でフーリエ変換を行う

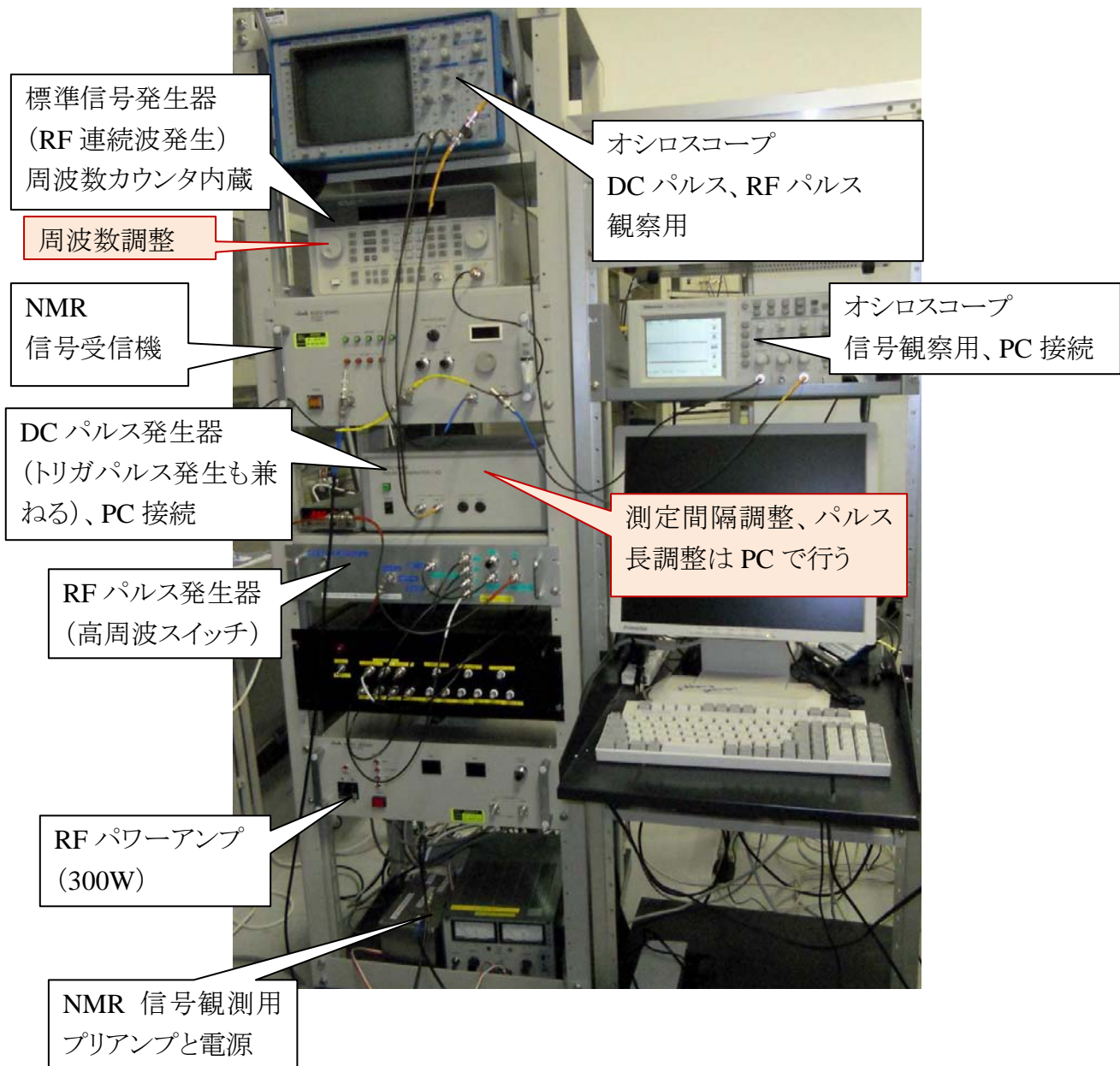
フーリエパワースペクトルを sma4win で表示させる

フーリエ変換の簡略な説明—周波数の成績分布図

プローブを 5mm ずつずらして、フーリエスペクトルを測定する











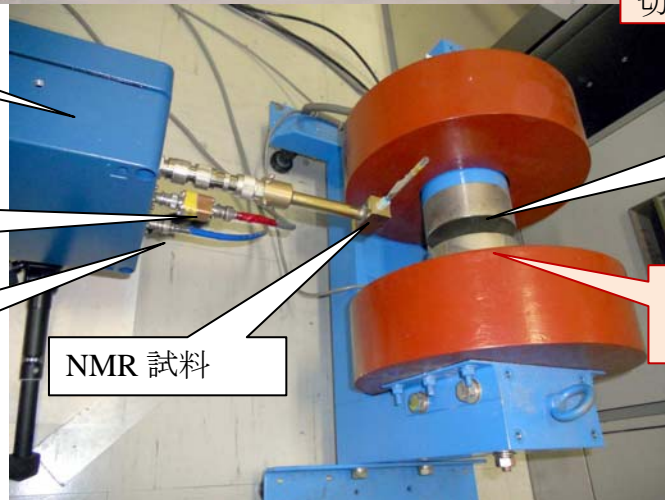
磁場値測定  
(ホール電圧)

定電流発生器  
(ホール素子に流すため)

使用后、必ず電源 OFF

マグネット用  
直流電源

電源 OFF の前に、電流  
CI・電圧 CV どちらかの  
つまみを左(CCW)に回し  
切ること!!!



NMR プローブ

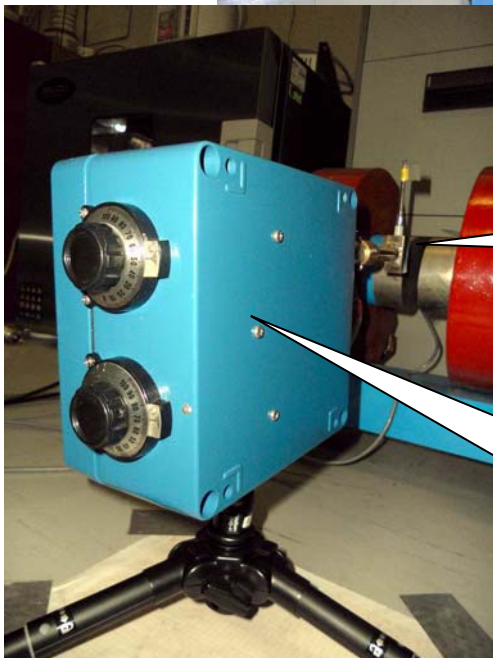
水冷マグネット  
(1テスラ)

高周波パルス入  
力(赤ケーブル)

使用前に、必ず循環水  
ポンプを ON にすること

NMR 信号出力  
(青ケーブル)

NMR 試料



NMR 試料  
(ガラス管に入っているの  
で割らないように!!!)

NMR プローブ  
(可変コンデンサに繋がれた二つのつま  
みを調整して、信号が最大になるように)



### 実験Ⅲ—NMR

- 4 横緩和率  $T_2^*$ —いろいろな試料で信号を比べて見よう
  - 4.1 純水
  - 4.2 磁性体  $\text{NH}_4\text{CuCl}_3$
  - 4.3 ポリスチレン棒
  - 4.4 硫酸銅水溶液(高濃度)
  - 4.5 ユーザー試料
- 5 縦緩和率  $T_1$ —誘導放出
  - 5.1 高いところからなぜ落ちにくいのか
  - 5.2 誘導放出からわかること
  - 5.3 硫酸銅水溶液の濃度を調べよう
- 6 Motional Narrowing—動いていると均一になる？
  - 6.1  $T_2^*$ の意味の復習
  - 6.2 固体と液体とどちらが均一か—予想しよう
  - 6.3 不均一な状態で何が面白いのか、TA の話を聞こう
  - 6.4 実際に解かして調べよう  
【安全注意】やけどをしないように