



HAL
open science

Détection et traitement de signaux RMN en champ inhomogène

Gaël Le Bec

► **To cite this version:**

Gaël Le Bec. Détection et traitement de signaux RMN en champ inhomogène. Traitement du signal et de l'image [eess.SP]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2007. Français. NNT: . tel-00177759

HAL Id: tel-00177759

<https://theses.hal.science/tel-00177759>

Submitted on 9 Oct 2007

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER – GRENOBLE 1

N° attribué par la bibliothèque

THÈSE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER

Spécialité : « **Signal, Image, Parole, Telecoms** »

préparée au laboratoire Grenoble Image Parole Signal Automatique (GIPSA-lab)
et au laboratoire Grenoble Génie Électrique (G2Elab)

dans le cadre de l'École Doctorale « **Électronique, Électrotechnique,
Automatique, Traitement du Signal** »

présentée et soutenue publiquement

par

Gaël LE BEC

le 10 septembre 2007

Détection et traitement de signaux RMN en champ inhomogène

Directeurs de thèse : Kosai RAOOF et Jean Paul YONNET

JURY

Monsieur	Jean-Marc FOURNIER	Président
Monsieur	François GUILLET	Rapporteur
Monsieur	Hamid BEN AHMED	Rapporteur
Monsieur	Dimitrios SAKELLARIOU	Examineur
Monsieur	Kosai RAOOF	Directeur de thèse
Monsieur	Jean-Paul YONNET	Directeur de thèse
Monsieur	Aktham ASFOUR	Invité

Résumé

Les expériences de résonance magnétique nucléaire (RMN) sont généralement réalisées dans des champs magnétiques très élevés et très homogènes. Cependant, des systèmes portables sont apparus ces dernières années. Ces systèmes permettent de faire des mesures de relaxométrie. Si les champs magnétiques statique et radiofréquence (RF) sont corrélés, il est également possible d'acquérir des spectres RMN.

Si le champ magnétique statique est inhomogène, l'excitation de l'échantillon et la réception du signal doivent être large bande. Plusieurs séquences d'excitation ont été étudiées, dans le cadre d'applications RMN portables. L'utilisation d'impulsions modulées en fréquence permet de minimiser la puissance instantanée émise par le système. Une modélisation des signaux d'échos de nutation permet d'évaluer l'effet des défauts de corrélation entre les champs statique et RF. À la réception, si la fréquence de résonance n'est pas stable (la polarisation des aimants varie avec la température), la représentation des signaux d'écho dans le plan temps-fréquence permet d'améliorer le rapport signal sur bruit.

Une solution permettant de générer deux champs magnétiques perpendiculaires et corrélés a été proposée. Cette solution, basée sur le théorème de rotation de l'aimantation, est valable pour des systèmes infiniment longs. L'influence des effets de bord et de plusieurs imperfections a été étudiée. Une sonde RMN portable a été construite; cette sonde mesure $8 \times 3 \times 1.5 \text{ cm}^3$. Des premiers signaux ont été obtenus avec cette sonde.

Enfin, un spectromètre RMN existant a été adapté à des application RMN portable. Des préamplificateurs ont été construits et un nouveau logiciel de commande, plus souple, a été développé. Ce spectromètre a permis d'obtenir des signaux RMN en champ magnétique inhomogène.

Abstract

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) experiments are commonly done in highly homogeneous magnetic fields. However, portable systems appeared few year ago. Such systems are used for relaxometry experiments, and should be used for spectrometry if the radiofrequency and the static magnetic field are correlated.

In inhomogeneous magnetic fields, the sample must be excited by wideband pulse sequences. Excitation sequences for portable applications have been studied. Chirp pulses may be employed to reduce the RF power. A modelisation of nutation echo signal is useful to evaluate the effect of mis-correlation errors. If the resonance frequency is not well known (this may occurs if the magnet polarization is temperature dependent), the signal-to-noise ratio of the receiver may be increased by a time-frequency representation of the echo signal.

A magnetic system, which creates two correlated and perpendicular magnetic fields, has been designed. This system is based on the easy axis rotation theorem. The influence of end effects and imperfections has been studied. A portable probe has been constructed ; the probe measures $8 \times 3 \times 1.5 \text{ cm}^3$. Preliminary NMR signals have been obtained with this probe.

A NMR spectrometer has been modified for portable NMR applications. Low noise preamplifiers have been constructed and a control software has been developed. NMR signals have been obtained in inhomogeneous magnetic fields with this spectrometer.

Remerciements

Cette thèse a été dirigée par Kosai Raoof et par Jean-Paul Yonnet. Je les remercie tous deux pour leur disponibilité et pour la liberté qu'ils m'ont donné au cours de cette thèse. Kosai m'a apporté sa vision pluridisciplinaire et sa grande expérience de l'électronique. Les discussions avec Jean-Paul, qui m'a fait profiter de son expertise dans le domaine du magnétisme, ont été essentielles au bon déroulement de ma thèse.

Je tiens à remercier Jean-Marc Fournier, qui a présidé le jury de cette thèse, pour son enthousiasme et pour l'intérêt qu'il porte à la RMN bas champ.

Je remercie également Hamid Ben Ahmed et François Guillet pour avoir rapporté ma thèse. Leurs relectures attentives de ce manuscrit ont permis d'améliorer le contenu scientifique et la lisibilité de ce document.

Dimitris Sakellariou, qui a examiné cette thèse, m'a beaucoup aidé lors de la mise au point d'expériences de RMN portable. Je le remercie chaleureusement pour son aide et pour l'accueil qu'il m'a fait au CEA Saclay. Lors de ces visites au CEA, Jacques-François Jacquinet m'a fait profiter de son expérience en RMN et en instrumentation ; je l'en remercie.

Ces travaux s'appuient en partie sur la thèse d'Aktham Asfour. Je le remercie pour sa disponibilité et pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail.

Plusieurs aspects instrumentaux de ce travail ont été réalisés par deux stagiaires en maîtrise, Grégory Seabra et Régis Ducol. Je les en remercie.

Merci aux membres, permanents ou de passage, thésards, chercheurs, ingénieurs ou autres, musiciens et artistes de tous poils, etc., des laboratoires GIPSA-lab et G2Elab.

Un petit mot pour Nuttapon et Ludovic, avec qui j'ai partagé mon bureau au cours de ces années de thèse. Je les remercie pour la bonne ambiance dans ce bureau, pour l'aide qu'ils m'ont apporté à l'occasion et pour leur générosité.

Merci à mes amis de Grenoble, de Rennes, de Cachan et d'ailleurs.

Enfin, je tiens à remercier Caroline pour tout ce qu'elle m'a apporté.

Table des matières

1	Résonance magnétique nucléaire	21
1.1	Description classique de la RMN	22
1.1.1	Mouvement de précession	22
1.1.2	Effet Zeeman et résonance magnétique nucléaire	22
1.1.3	Équations de Bloch	23
1.1.4	Sensibilité et rapport signal sur bruit	25
1.2	RMN en champ inhomogène	27
1.2.1	Champ inhomogène	27
1.2.2	Bande passante et inhomogénéité du champ	28
1.2.3	Échos de spin	28
1.2.4	Limites de la RMN en champ inhomogène	31
1.3	Spectroscopie RMN haute résolution en champ inhomogène	31
1.3.1	Spectrométrie RMN	31
1.3.2	RMN haute résolution en champ inhomogène	33
2	Excitation et détection large bande	39
2.1	Excitation	40
2.1.1	Homogénéité, bande passante et puissance RF	40
2.1.2	Impulsions RF rectangulaires	41
2.1.3	Série d'impulsions de faible puissance	42
2.1.4	Impulsions modulées en fréquence	44
2.1.5	Impulsions de type sécant hyperbolique	45
2.1.6	Séquence d'impulsions modulées en fréquence	46
2.2	Détection	49
2.2.1	Modélisation d'un signal d'écho de spin	49
2.2.2	Signal d'écho de nutation	49
2.2.3	Filtrage adapté	52
2.2.4	Représentation temps-fréquence	52
2.2.5	Systèmes multi-antennes	54
3	Champs magnétiques corrélés	57
3.1	Principe	58
3.1.1	Rotation de l'aimantation	58
3.1.2	Courant Ampériens et charges magnétiques équivalentes	59
3.1.3	Champs magnétiques corrélés	60
3.2	Système à un aimant	60
3.2.1	Induction créée par un aimant 2D	60

3.2.2	Effets de bord	63
3.2.3	Mauvais ajustement de l'antenne et de l'aimant	66
3.2.4	Épaisseur des conducteurs	70
3.2.5	Matériaux magnétiques	70
3.3	Systèmes à plusieurs aimants	74
3.3.1	Système à deux aimants	74
3.3.2	Réseaux d'aimants	78
4	Instrumentation	83
4.1	Aimants	85
4.1.1	Aimant en H	85
4.1.2	Aimant portable	85
4.2	Instrumentation RF	86
4.2.1	Synthétiseur de fréquence	86
4.2.2	Récepteur numérique	86
4.2.3	Amplificateur de puissance	87
4.2.4	Antenne et circuit d'adaptation	88
4.2.5	Découplage des antennes d'émission et de réception	89
4.2.6	Préamplificateurs	91
4.2.7	Duplexeurs	93
4.3	Développements logiciels	96
4.3.1	Processeur de signal ADSP 21061	96
4.3.2	Gestion des séquences d'impulsions	96
4.3.3	Compilation de la séquence	96
5	Expériences et résultats	101
5.1	Mesures RMN en champ relativement homogène	102
5.1.1	Homogénéité du champ magnétique statique	102
5.1.2	Séquence RMN et paramètres	102
5.1.3	Calibration des impulsions RF	102
5.2	Mesures RMN en champ inhomogène	104
5.2.1	Homogénéité du champ magnétique statique	104
5.2.2	Signaux d'échos	104
5.3	Sonde RMN portable	110
5.3.1	Champ magnétique statique	110
5.3.2	Système à une antenne	111
5.3.3	Système à deux antennes	111
	Conclusions et perspectives	115

Notations

\mathbf{B}_0	induction magnétique statique
\mathbf{B}_1	induction magnétique radiofréquence
$\Delta\mathbf{B}_0$	inhomogénéité de l'induction magnétique statique
B	intensité de l'induction \mathbf{B}
f_0	fréquence de Larmor
Δf	bande passante
γ	rapport gyromagnétique
\mathbf{M}	aimantation macroscopique
$\boldsymbol{\mu}$	moment magnétique
T_1	temps de relaxation longitudinal
T_2	temps de relaxation transversal
T_2^*	temps de relaxation transversal effectif
ω_0	pulsation de Larmor
TF(.)	transformée de Fourier
*	produit de convolution
.*	conjugué
$\ \cdot\ $	norme d'un vecteur
$ \cdot $	valeur absolue
\times	produit vectoriel de vecteurs
\cdot	produit scalaire de vecteurs

Liste de sigles

2D, 3D	deux et trois dimensions
a.u.	unités arbitraires
CAN	convertisseur analogique-numérique
CNA	convertisseur numérique-analogique
CPMG	séquence d'échos de Carr-Purcell-Meiboom-Gill
DDC	<i>Digital Down Converter</i>
DDS	<i>Direct Digital Synthesis</i>
DSP	<i>Digital Signal Processor</i>
FFT	<i>Fast Fourier Transform</i>
FID	<i>Free Induction Decay</i>
IRM	imagerie à résonance magnétique
JFET	<i>Junction Field Effect Transistor</i>
ppm	partie par million
RF	radiofréquence
RMN	résonance magnétique nucléaire
RSB	rapport signal-sur-bruit
STFT	<i>Short Time Fourier Transform</i>
TF	transformée de Fourier

Préambule

Le travail présenté dans ce manuscript a été réalisé dans les laboratoires Grenoble Image Parole Signal Automatique (GIPSA-lab) et Grenoble Génie Électrique (G2Elab). Les principaux aspects abordés sont le traitement et la modélisation des signaux RMN d'une part, et les systèmes à aimants permanents d'autre part.

Introduction

La résonance magnétique nucléaire (RMN) a été découverte en 1946. De très nombreuses applications sont apparues depuis; citons par exemple la spectroscopie RMN haute résolution, indispensable pour étudier la structure des molécules et des protéines, et l'imagerie par résonance magnétique (IRM), utilisée dans le domaine biomédical depuis plus de vingt ans. Ces techniques ont nécessité d'importants développements théoriques, méthodologiques et instrumentaux.

Certains échantillons chimiques, lorsqu'ils sont placés dans le champ d'un aimant, acquièrent une polarisation magnétique. Cette polarisation peut être perturbée par un champ magnétique radiofréquence; lors du retour à l'équilibre de l'échantillon, un signal est émis.

Les expériences de RMN sont généralement réalisées dans des aimants très puissants (de 1.5 tesla pour l'imagerie médicale à 14 teslas en chimie) et dont le champ magnétique est très homogène (le champ est souvent constant à 10^{-7} près). Grâce à ces aimants, construits en matériaux supraconducteurs, le rapport signal sur bruit et la résolution spectrale des expériences RMN sont très élevés. La figure 1 montre l'architecture d'un spectromètre RMN.

Cependant, des aimants à bas champ magnétique sont utilisés pour des applications spécifiques : contrôle non destructif, imageurs « ouverts », systèmes portables. Des dispositifs de RMN « externe », capables d'acquérir des signaux dans un champ magnétique peu homogène, sont apparus dès les années 80. Ces dispositifs ont été initialement développés pour l'industrie pétrolière et permettaient de faire des mesures en cours de forage. Depuis, des systèmes plus petits ont été conçus.

Les systèmes portables sont très utiles pour mesurer des temps de relaxation, temps au bout desquels l'échantillon revient à son état d'équilibre. Ces temps de relaxation donnent beaucoup d'informations sur l'échantillon. Malheureusement, la résolution fréquentielle de ces systèmes est très faible et ils ne sont pas utilisables en spectroscopie.

Des études récentes ont montré qu'il est possible de mesurer des spectres RMN haute résolution dans un champ magnétique inhomogène, à condition que le champ magnétique de l'aimant et le champ magnétique radiofréquence soient corrélés : si le champ créé par l'aimant varie dans l'espace, le champ radiofréquence doit varier proportionnellement. Dans ce cas, des séquences d'excitation spécifiques permettent d'annuler l'effet des inhomogénéités du champ de l'aimant.

Dans ce manuscrit, nous proposerons des dispositifs magnétiques qui génèrent un champ magnétique statique et un champ magnétique radiofréquence corrélés. L'influence des imperfections du système sur les signaux RMN sera étudiée. Nous nous intéresserons ensuite à l'excitation de l'échantillon et à la détection des signaux dans les systèmes portables : à bas champ, avec une large bande passante. Enfin, nous décrirons le spectromètre RMN développé au laboratoire. Ce spectromètre sera testé en champ inhomogène .

Dans un premier temps, nous rappellerons les principes physiques de la RMN, dans les limites de la théorie classique. Les spécificités de la RMN en champ inhomogène et l'effet d'une corrélation entre les champs magnétiques statique et radiofréquence seront détaillés.

Nous nous intéresserons ensuite à l'excitation de l'échantillon et à la détection des signaux RMN en champ inhomogène. En effet, les formes d'onde des impulsions d'excitation influencent la corrélation des champs magnétiques. Plusieurs séquences d'excitation seront étudiées et leur efficacité sera discutée. Une modélisation des signaux d'échos RMN permettra d'évaluer l'effet d'une mauvaise corrélation des champs magnétiques statique et radiofréquence. Nous montrerons l'intérêt des représentations temps-fréquence pour la détection de faibles signaux d'échos.

Dans le troisième chapitre, nous étudierons un système magnétique qui permet de créer deux champs magnétiques corrélés. L'influence de plusieurs défauts – effets de bords, épaisseur des conducteurs, matériaux magnétiques – sera prise en compte. Nous proposerons une géométrie qui permet d'améliorer l'homogénéité du champ magnétique et de limiter l'impact des effets de bord.

Un spectromètre-imageur RMN a été développé au laboratoire, lors d'une thèse précédente. Cet appareil n'a pas été conçu pour la spectroscopie en champ magnétique inhomogène ; plusieurs modifications, instrumentales et logicielles, ont été nécessaires. En particulier, le gain du récepteur a été augmenté et un nouveau logiciel de contrôle, permettant de reconfigurer facilement le spectromètre, a été développé. Ces aspects instrumentaux sont décrits dans le quatrième chapitre.

Enfin, nous présenterons des signaux RMN obtenus en champ inhomogène. Ces signaux ont été acquis en plaçant un échantillon dans un aimant dont le champ magnétique est relativement homogène, puis en utilisant une sonde RMN portable. Ils permettent de valider les méthodes d'excitation et de détection décrites précédemment.

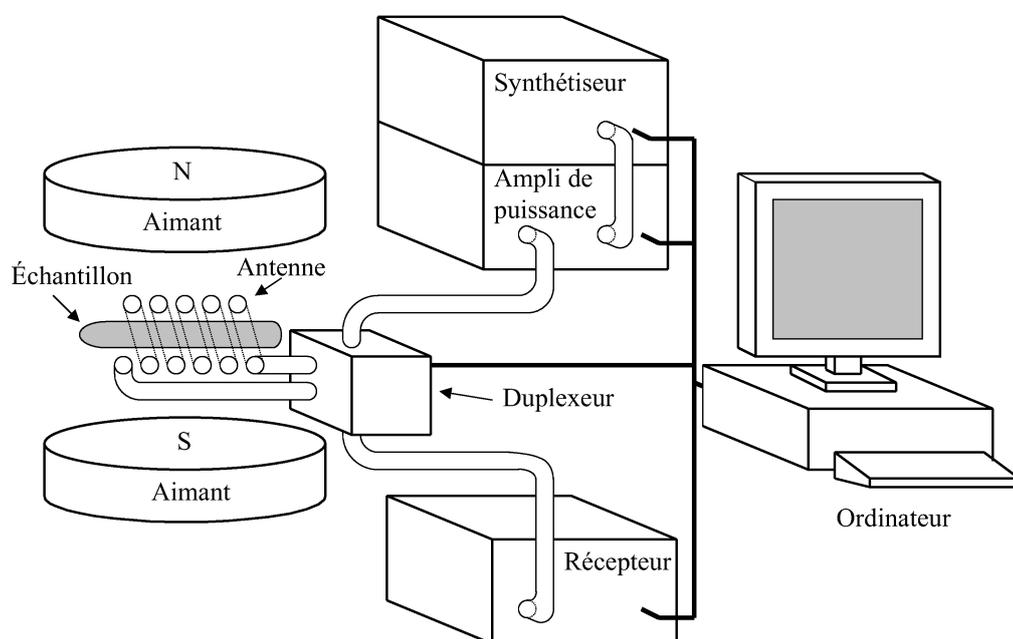


Fig. 1 – Architecture d'un spectromètre RMN.

Chapitre 1

Résonance magnétique nucléaire

Introduction

Certains atomes acquièrent des propriétés particulières quand ils sont placés dans un champ magnétique. S'ils sont perturbés par une onde radio, ils renvoient un signal que l'on peut analyser.

La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) est un phénomène complexe qui est décrit par les lois de la physique quantique. Une telle description (sur laquelle des ouvrages très complets existent, voir par exemple [1]) permet de calculer finement le spectre des signaux RMN, ou de remonter à la structure d'une molécule à partir de ces signaux. Mais ceci n'est pas l'objet de cette thèse ; pour les problèmes qui nous intéressent, une description phénoménologique, plus simple, est suffisante. En utilisant les outils de la mécanique classique, nous rappellerons brièvement les équations du mouvement d'un moment magnétique placé dans un champ magnétique, dites *équations de Bloch*. Nous verrons que l'excitation de certains échantillons par un champ magnétique radiofréquence (RF) permet d'obtenir un *signal RMN*. Cette approche nous permettra de décrire les signaux *d'écho de spin* que nous utiliserons par la suite. Nous préciserons ensuite ce qu'est la RMN *haute résolution* et nous verrons sous quelles conditions cette expérience est possible si le champ magnétique est *inhomogène*.

1.1 Description classique de la RMN

1.1.1 Mouvement de précession

Certains noyaux atomiques possèdent un moment magnétique que les physiciens relient au nombre de spin. La mécanique classique montre que ce moment $\boldsymbol{\mu}$ est soumis à un couple quand il est placé dans une induction magnétique statique \mathbf{B}_0 . Le moment $\boldsymbol{\mu}$ est alors animé d'un mouvement de précession (Fig. 1.1). La pulsation de la rotation de $\boldsymbol{\mu}$ autour de \mathbf{B}_0 vaut

$$\omega_0 = -\gamma B_0 \quad (1.1)$$

où γ est le *rapport gyromagnétique*. La fréquence correspondante est appelée fréquence de Larmor. Par la suite, nous considérerons seulement les noyaux d'hydrogène ^1H dont le rapport gyromagnétique vaut $\gamma \approx 2.67 \cdot 10^8 \text{ rad} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{T}^{-1}$; voir les ouvrages [1, 2] pour plus de détails. Si plusieurs noyaux sont placés ensemble dans un champ \mathbf{B}_0 (orienté selon l'axe Z par convention), leurs moments magnétiques n'ont aucune raison de tourner « en phase » : la composante transversale M_{XY} de l'aimantation macroscopique (la somme de tous les moments magnétiques) est nulle. Il existe cependant une aimantation longitudinale M_Z , parallèle au champ \mathbf{B}_0 .

1.1.2 Effet Zeeman et résonance magnétique nucléaire

Les moments magnétiques placés dans un champ magnétique se comportent comme des petites boussoles : ils peuvent s'orienter dans la direction du champ – position stable – ou dans la direction opposée – instable. La différence d'énergie entre ces deux états est

$$\Delta E = \gamma \hbar B_0 \quad (1.2)$$

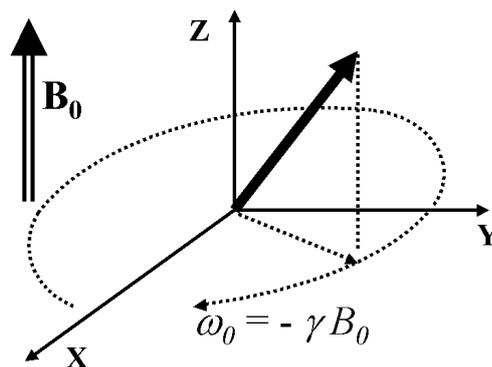


Fig. 1.1 – Mouvement de précession d'un moment magnétique placé dans une induction magnétique statique.

Applications	Induction magnétique		Fréquence de Larmor	
RMN bas champ	0,1	T	4,2	MHz
IRM clinique	1,5	T	64	MHz
Spectroscopie haut champ	14	T	600	MHz

Tab. 1.1 – Fréquence de Larmor des noyaux d'hydrogène en fonction de l'induction.

où \hbar est la constante de Planck réduite. Cette différence étant très faible, il y a presque autant de moments magnétiques antiparallèles à \mathbf{B}_0 que de moments magnétiques dans le sens opposé ; il en résulte faible aimantation macroscopique parallèle à \mathbf{B}_0 . Un noyau atomique peut passer d'un état à un autre s'il est excité par une onde électromagnétique d'énergie $\Delta E = \hbar\omega_0$.

À bas champ, les fréquences de résonance sont relativement faibles (Tab. 1.1) : on parlera plutôt d'induction magnétique radiofréquence (notée \mathbf{B}_1 dans la suite) que de d'onde électromagnétique. Si l'induction \mathbf{B}_1 tournant à la fréquence de Larmor est perpendiculaire à l'induction statique \mathbf{B}_0 , l'aimantation macroscopique est perturbée : elle peut basculer dans le plan de l'induction \mathbf{B}_1 et même s'inverser. Cette aimantation tourne à la fréquence de Larmor. Si l'on approche une bobine, une tension apparaît à ses bornes : c'est un signal RMN.

1.1.3 Équations de Bloch

En faisant le bilan des forces exercées sur le moment magnétique d'un noyau atomique placé dans un champ \mathbf{B}_0 , on montre simplement que $d\boldsymbol{\mu}/dt = \gamma\boldsymbol{\mu} \times \mathbf{B}_0$, soit pour l'ensemble de l'échantillon :

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = \gamma\mathbf{M} \times \mathbf{B} - \mathbf{R}[\mathbf{M} - \mathbf{M}_0] \quad (1.3)$$

où \mathbf{M}_0 est l'aimantation macroscopique et où la matrice

$$\mathbf{R} = \begin{pmatrix} 1/T_2 & 0 & 0 \\ 0 & 1/T_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1/T_1 \end{pmatrix} \quad (1.4)$$

décrit les phénomènes de relaxation transversale et longitudinale du système. La relaxation longitudinale est due au retour du système à l'équilibre thermique après une constante de temps T_1 . La relaxation transversale de l'aimantation macroscopique, elle, est liée aux inhomogénéités locales du champ magnétique. Le champ statique local est modifié par la présence d'atomes voisins : les moments magnétiques statiques perdent leur cohérence et M_{XY} décroît avec une constante de temps T_2 .

Lorsque l'échantillon est excité par une induction magnétique radiofréquence, l'induction magnétique effective est

$$\mathbf{B}(t) = \mathbf{B}_0 + \mathbf{B}_1(t) \quad (1.5)$$

où \mathbf{B}_1 est une induction radiofréquence perpendiculaire à l'induction statique \mathbf{B}_0 :

$$\mathbf{B}_1 = B_1 \cos(\omega_{RF} t + \varphi) \mathbf{x}. \quad (1.6)$$

Les moments magnétiques se mettent à précesser autour de cette induction magnétique effective : on parle de *nutation*. C'est par ce mouvement de nutation que l'aimantation macroscopique peut basculer dans le plan XY .

Les équations de Bloch sont généralement écrites dans un repère tournant à la fréquence ω_{RF} . L'induction magnétique effective devient

$$\begin{aligned} B_X &= B_1 \cos(\varphi), \\ B_Y &= B_1 \sin(\varphi), \\ B_Z &= B_0 + \omega_{RF}/\gamma. \end{aligned} \quad (1.7)$$

La composante B_Z est modifiée car le mouvement de précession disparaît dans un repère tournant à la fréquence de Larmor. La pulsation de précession effective dans le repère tournant est

$$\Omega = \omega_0 - \omega_{RF}. \quad (1.8)$$

1.1.3.1 Effet d'une impulsion radiofréquence

Dans un premier temps, intéressons nous à un échantillon placé dans un champ magnétique homogène et excité à la fréquence de Larmor par une induction $\mathbf{B}_1 = B_1 \mathbf{y}$. Pour une durée τ de l'impulsion RF et si l'amplitude de \mathbf{B}_1 est constante, l'aimantation tourne d'un angle de nutation β tel que

$$\beta = -\gamma B_1 \tau. \quad (1.9)$$

A la fin de l'impulsion l'aimantation dans le repère tournant est :

$$\begin{aligned} M_X &= M_0 \sin \beta, \\ M_Y &= 0, \\ M_Z &= M_0 \cos \beta. \end{aligned} \quad (1.10)$$

Nous parlerons alors d'impulsion β ; les impulsions $\pi/2$ et π seront très utilisées par la suite. Ce résultat est vrai si la fréquence de l'induction \mathbf{B}_1 est proche de la fréquence de Larmor, c'est à dire si

$$|\gamma B_1| \gg |\Omega|. \quad (1.11)$$

Si la fréquence de l'impulsion RF s'éloigne de la fréquence de Larmor, l'équation (1.9) devient :

$$\beta = -\tau\sqrt{(\gamma B_1)^2 + \Omega^2}. \quad (1.12)$$

Cette équation montre que plus l'induction statique \mathbf{B}_0 est inhomogène, plus l'induction radiofréquence \mathbf{B}_1 doit être importante. L'influence de l'offset de fréquence Ω est alors réduite et l'angle de basculement reste contrôlé par \mathbf{B}_1 .

1.1.3.2 Précession libre et relaxation

Les équations de Bloch décrivent également le retour à l'équilibre du système, après une impulsion radiofréquence. Le signal observé lors du retour à l'équilibre est appelé signal FID pour *Free Induction Decay*. En l'absence d'un champ magnétique RF, l'équation (1.3) se réduit à :

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = -\mathbf{R}[\mathbf{M} - \mathbf{M}_0]. \quad (1.13)$$

L'aimantation transversale M_{XY} s'amortit donc avec une constante de temps T_2 tandis que l'aimantation longitudinale M_Z revient à sa position d'équilibre – parallèle à l'induction \mathbf{B}_0 – avec une constante de temps T_1 : ceci est illustré par la figure 1.2. En général, le temps T_1 est supérieur au temps T_2 ; le tableau 1.2 donne quelques valeurs de ces temps pour des échantillons biologiques.

Dans de nombreuses applications, la mesure des temps de relaxation permet de caractériser un échantillon :

- en imagerie médicale, les contrastes T_1 et T_2 sont utilisés pour créer des images des tissus ;
- dans un puits de pétrole en cours de forage, des mesures RMN permettent de caractériser le milieu : la sonde est-elle entourée d'eau, de gaz ou d'huile [3, 4, 5, 6] ?
- un fruit pourri n'a pas le même T_2 qu'un fruit frais. Des méthodes basées sur la RMN sont utilisées pour trier des oranges [7].

Le temps T_2 est lié aux inhomogénéités locales du champ magnétique (créées par les atomes voisins). Cependant, si l'induction \mathbf{B}_0 est inhomogène – c'est le cas en RMN externe – la relaxation transversale est accélérée. Le signal RMN décroît alors très rapidement et devient difficile à détecter. Il est heureusement possible de contourner ce problème en utilisant des séquences d'impulsions particulières appelées « séquences d'écho ».

1.1.3.3 Simulations numériques

Dans la suite de ce travail, nous utiliserons les équations de Bloch pour calculer le signal RMN après une séquence d'impulsions radiofréquences. La littérature sur le sujet est très abondante, voir par exemple la thèse d'A. Asfour [8] pour plus de détails.

1.1.4 Sensibilité et rapport signal sur bruit

L'une des principales limites des expériences de RMN est leur faible rapport signal sur bruit. La différence d'énergie entre les deux états possibles d'un moment magnétique placé dans une induction \mathbf{B}_0 est très faible (Eq. 1.2) : les énergies mises en jeu lors de l'excitation

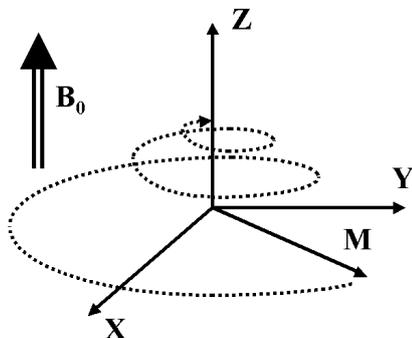


Fig. 1.2 – Retour de l'aimantation macroscopique à son état d'équilibre.

Tissus	T1	T2	
Eau pure	3000	2000	ms
LCR	2500	200	ms
Graisse	180	90	ms
SG	500	90	ms
SB	350	75	ms

Tab. 1.2 – Ordre de grandeur des temps de relaxation pour des tissus biologiques et un champ de 1 T. LCR : liquide céphalorachidien, SG : substance grise, SB : substance blanche.

et du retour à l'équilibre du système le sont aussi. Le signal induit dans une bobine par la précession d'un moment magnétique est

$$\xi = -\frac{\partial}{\partial t} [\mathbf{B}_1^u \cdot \boldsymbol{\mu}] \quad (1.14)$$

où \mathbf{B}_1^u est l'induction magnétique produite par l'antenne quand elle est traversée par un courant unitaire. Antenne est un abus de langage courant en RMN : il s'agit en fait d'une bobine. Si l'induction \mathbf{B}_1 est relativement constante sur le volume de l'échantillon, l'amplitude du signal est, d'après Hoult [9],

$$\xi = K\omega_0 B_1^u M_0 V \quad (1.15)$$

avec

$$M_0 = N\gamma^2 \hbar^2 I(I+1)B_0/3kT \quad (1.16)$$

où K est un facteur d'inhomogénéité, V est le volume, N est le nombre de noyaux résonants par unité de volume, I est le nombre de spin et k est la constante de Boltzmann. Puisque $\omega_0 = -\gamma B_0$, le signal varie avec le carré de l'induction magnétique statique. Le bruit thermique créé par une antenne est

$$V_N = \sqrt{4kTR\Delta f} \quad (1.17)$$

où R est la résistance de l'antenne et Δf est la bande passante. Un bruit radiofréquence peut bien sûr s'ajouter au bruit thermique si le système n'est pas dans une cage de Faraday. Si l'on prend en compte l'épaisseur de peau dans l'antenne, l'expression du rapport signal sur bruit devient assez compliquée; voir la référence [9] pour plus de détails. Les équations 1.15 et 1.17 montrent que :

- le signal RMN est faible à bas champ ;
- le bruit est important quand la bande passante est grande, ce qui est le cas si le champ est inhomogène.

Tout ceci complique la conception de systèmes RMN portables.

1.2 RMN en champ inhomogène

1.2.1 Champ inhomogène

Dans les paragraphes précédents, nous avons supposé que l'induction \mathbf{B}_0 était constante dans l'espace, *homogène*. C'est généralement vrai dans les aimants RMN de laboratoire : dans la zone de mesure, le champ magnétique statique varie très peu et des bobines de correction, dites bobines de *shim*, permettent d'annuler les imperfections. De tels aimants ont permis d'immenses progrès en chimie (ils sont utilisés pour déterminer la structure des molécules) et en imagerie médicale. Cependant, ces aimants sont fabriqués en matériaux supraconducteurs et ils prennent beaucoup de place. Ils se prêtent donc mal à la RMN externe (ou *ex-situ*) car ils ne peuvent pas être déplacés.

Les systèmes RMN portables utilisés depuis une vingtaine d'années produisent un champ magnétique statique bien moins constant : si par exemple la zone de mesure est à l'extérieur du système, le champ magnétique décroît très rapidement. Les mesures peuvent

alors se faire dans une fine tranche où le champ \mathbf{B}_0 varie peu. En général, ces systèmes ne permettent pas de faire de la spectroscopie haute résolution : les interactions fines, de l'ordre du ppm ou moins, sont masquées par l'imprécision du champ magnétique. La mesure des temps de relaxation T_1 et T_2 reste possible : on parle alors de relaxométrie RMN.

L'inhomogénéité du champ magnétique statique a une importance considérable lors de l'excitation d'un échantillon et lors de la réception d'un signal RMN. Dans les paragraphes qui suivent, nous rappellerons comment un échantillon peut être excité dans un champ inhomogène, et à quel prix.

1.2.2 Bande passante et inhomogénéité du champ

Nous avons vu plus haut que la fréquence de résonance est liée à l'intensité de l'induction magnétique statique (cf. Eq. 1.1). Si l'induction magnétique statique n'est pas constante, la bande passante du système vaut environ

$$\Delta f = \frac{\gamma}{2\pi} \Delta B_0 \quad (1.18)$$

où ΔB_0 représente l'inhomogénéité de l'induction magnétique statique. Le moment magnétique d'un noyau précesse à une fréquence comprise entre f_0 et $f_0 + \Delta f$, où f_0 correspond au champ magnétique minimal. Les moments magnétiques se déphasent alors rapidement (Fig. 1.3) et le signal RMN disparaît.

Tout se passe comme si le temps de relaxation transversale T_2 était beaucoup plus court. Il ne s'agit plus d'un temps propre à l'échantillon, mais d'un temps lié aux aimants utilisés. L'effet des inhomogénéités de l'induction \mathbf{B}_0 est exprimé par le temps de relaxation transversale effectif T_2^* défini par

$$\frac{1}{T_2^*} = \frac{1}{T_2} + \frac{\gamma}{2\pi} \Delta B_0. \quad (1.19)$$

Si le champ magnétique n'est pas homogène, ce temps peut devenir très court : quelques dizaines de microsecondes ou moins. La figure 1.4 montre un signal FID simulé dans un champ homogène (a) puis inhomogène (b).

Ce phénomène de relaxation n'est pas lié à un échange d'énergie entre les spins ni au retour à l'équilibre du système. L'état de l'échantillon ne change pas, et on verra que les déphasages apportés par les inhomogénéités du champ magnétique peuvent être compensés par une séquence d'impulsions RF.

Notons également que si tous les noyaux n'ont pas la même fréquence de résonance, l'excitation doit être *large bande*. Cette excitation large bande est souvent réalisée par une impulsion très courte et de forte puissance. Nous reviendrons sur ce point dans la partie 2.

1.2.3 Échos de spin

1.2.3.1 Écho de Hahn

Nous avons vu plus haut que les inhomogénéités du champ magnétique entraînent une décroissance rapide du signal RMN. L'acquisition d'un tel signal est délicate et présente peu d'intérêt, car :

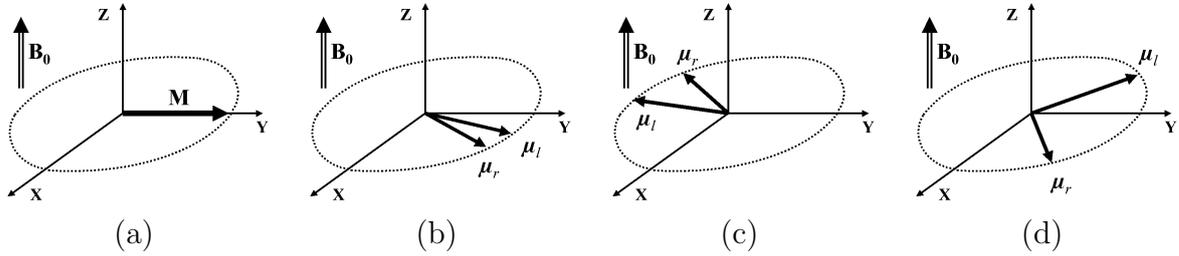


Fig. 1.3 – Déphasage des moments magnétiques. Après basculement dans le plan XY (a), les moments magnétiques tournent à des vitesses différentes. Les moments se déphasent progressivement (b,c,d). μ_r : moments « rapides » voyant un fort champ magnétique ; μ_l : moments « lents » voyant un champ magnétique plus faible.

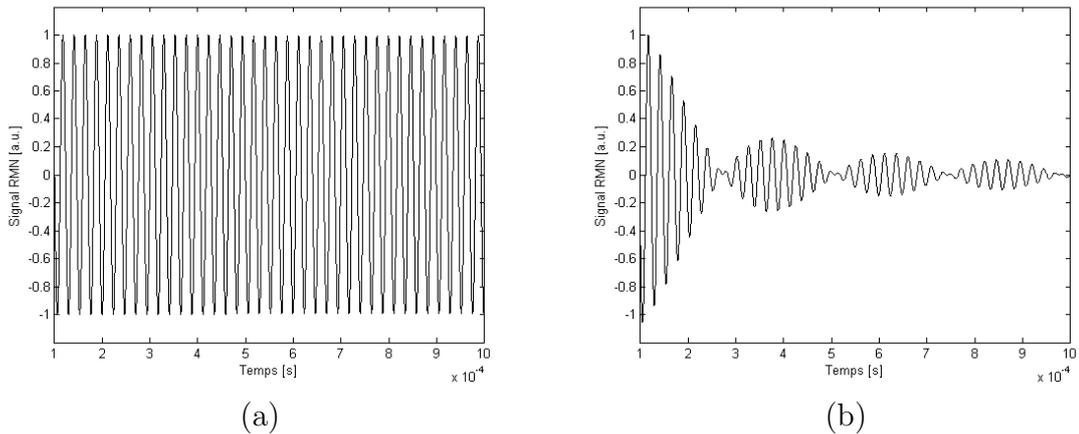


Fig. 1.4 – Effet de l'inhomogénéité du champ magnétique sur le temps de relaxation T_2^* . (a) : champ très homogène, (b) : champ homogène à 10000 ppm. La répartition en fréquence des moments magnétiques est une fonction porte. Paramètres de la simulation : impulsion rectangulaire $\pi/2$, $T_1 = 1$ s, $T_2 = 100$ ms, $f_{MIN} = 4.25$ MHz. Durée de la simulation : 100 μ s.

- les signaux ne peuvent pas être acquis juste après l'impulsion radiofréquence, car le récepteur doit être protégé ;
- il n'est plus possible de mesurer le temps de relaxation T_2 car la relaxation est masquée par les inhomogénéités de l'induction \mathbf{B}_0 .

Heureusement, les moments magnétiques peuvent être « refocalisés » à l'aide d'une seconde impulsion radiofréquence [10] : un *écho de spin* apparaît alors à distance de l'impulsion d'excitation. L'écho le plus connu est l'écho de Hahn, découvert en 1950. Nous rappelons son principe sur la figure 1.5. L'aimantation macroscopique de l'échantillon (a) est basculée dans le plan XY par une impulsion d'angle $\pi/2$ (b). Les moments magnétiques se déphasent rapidement (c) à cause des inhomogénéités du champ magnétique : ils tournent à des vitesses différentes. Une impulsion d'angle π permet d'inverser les moments magnétiques (d) : les moments « rapides » rattrapent les moments « lents » et forment un écho de spin (e) avant de se déphaser (f). La figure 1.6 montre la simulation d'un écho de Hahn dans un champ inhomogène.

1.2.3.2 Diffusion translationnelle

Les molécules d'un échantillon sont toujours plus ou moins libres de se déplacer par diffusion. Si l'on suit un noyau, le champ magnétique auquel il est soumis varie au cours de ses déplacements : il en résulte des déphasages supplémentaires qui ne sont pas refocalisés par un écho de Hahn. Dans ce cas, l'amplitude de l'écho est

$$M_{xy}(2\tau) = M_0 e^{-\tau/T_2} e^{\frac{(-D \gamma^2 G_0^2)}{3} 2\tau^3} \quad (1.20)$$

où D est le coefficient d'autodiffusion, G_0 le gradient du champ magnétique et τ est le temps entre l'impulsion $\pi/2$ et l'impulsion π . Pour plus de détails sur ce résultat, voir par exemple la référence [2]. La décroissance en τ^3 peut être très rapide si le gradient du champ est important.

1.2.3.3 Séquence CPMG

Dès 1954, Carr et Purcell [11] ont proposé une séquence d'impulsions permettant de limiter l'effet de la diffusion. Après une impulsion $\pi/2$, une série d'impulsions π permet de refocaliser le signal (Fig. 1.7). L'amplitude du n^e écho est

$$M_{xy}(2\tau) = M_0 e^{-\tau n/T_2} e^{\frac{(-D \gamma^2 G_0^2)}{3} 2n\tau^3}, \quad (1.21)$$

ce qui revient à diviser l'effet de la diffusion par n^2 . Cette séquence a été améliorée quelques années plus tard par Meiboom et Gill [12] : on parle de séquence CPMG du nom de ses inventeurs. Mesurer l'amplitude de chaque écho d'une séquence CPMG revient à échantillonner la décroissance du signal. À partir d'une telle expérience, plusieurs paramètres peuvent être estimés.

- L'amplitude du signal est proportionnelle à la densité ρ de moments magnétiques (*i.e.* la densité de proton en RMN ^1H). Si l'on s'intéresse uniquement à la densité, on peut accumuler tous les échos pour augmenter le rapport signal sur bruit.
- Le signal décroît avec le temps de relaxation T_2 . Ce temps est relié à des paramètres physiques de l'échantillon. Par exemple, en RMN du pétrole, T_2 donne des informations sur la viscosité de l'échantillon.

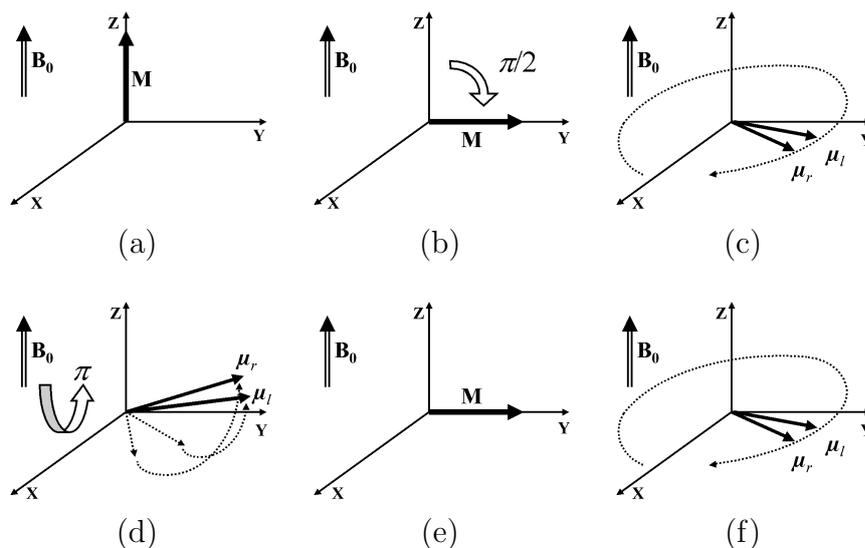


Fig. 1.5 – Echo de spin : système à l'équilibre (a), impulsion $\pi/2$ (b), déphasage des moments magnétiques lents μ_l et rapides μ_r (c), inversion par une impulsion π (d), écho (e), déphasage des moments magnétiques (f).

Cette séquence d'impulsions permet donc d'annuler l'effet des inhomogénéités du champ et de limiter fortement l'effet de la diffusion ; c'est probablement la séquence la plus utilisée dans des champs magnétiques inhomogènes.

1.2.4 Limites de la RMN en champ inhomogène

Nous avons vu qu'il est possible de mesurer les temps de relaxation T_1 et T_2 dans un champ magnétique inhomogène. Ces mesures trouvent des applications en RMN externe, qu'il s'agisse de mesures dans des forages pétroliers [3, 13, 4, 5, 6, 14], de caractérisation de matériaux [15, 16, 17, 18, 19, 20] ou d'imagerie [21, 22, 23, 24].

Cependant, il n'est pas possible de mesurer des interactions fines entre des atomes voisins : interactions liées au couplage entre les spins, à la structure des molécules, etc. Ces interactions sont en effet masquées par les inhomogénéités du champ magnétique statique. Nous verrons que pour les mesurer il faut ajouter des contraintes supplémentaires sur les champs magnétiques statique et radiofréquence.

1.3 Spectroscopie RMN haute résolution en champ inhomogène

1.3.1 Spectrométrie RMN

Contrairement à ce que l'on pourrait croire, tous les noyaux d'hydrogène (ou d'un autre élément possédant un moment magnétique : ^{13}C , ^{15}N , etc.) d'une même molécule n'ont pas la même fréquence de résonance. Ces écarts de fréquences correspondent à des différences d'énergie (Eq. 1.2) liées à la structure des molécules. Plusieurs phénomènes interviennent :

- les *déplacements chimiques* créés par le nuage électronique des atomes voisins ;
- les différents *couplages* entre les spins des électrons et des noyaux voisins.

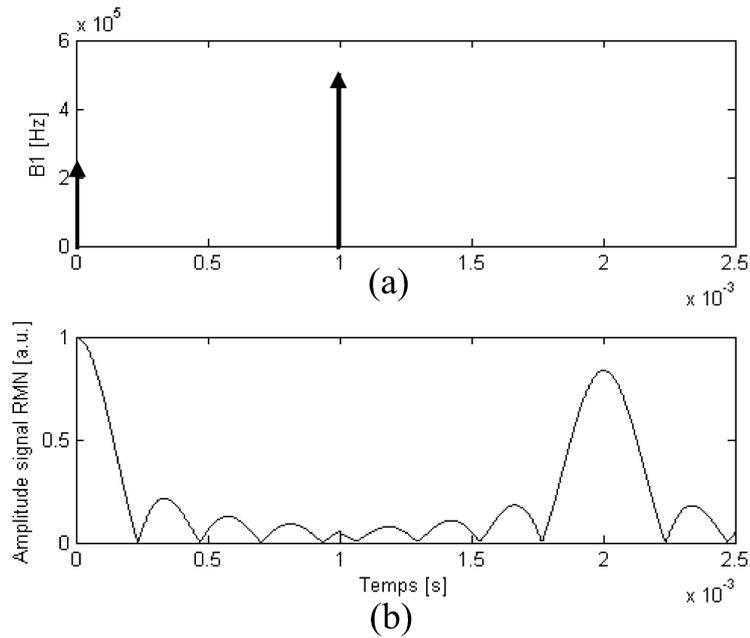


Fig. 1.6 – Simulation d'un écho de Hahn. Inhomogénéité de \mathbf{B}_0 : 1000 ppm ; induction statique de 0.1 T (4.25 MHz). $T_1 = 1$ s ; $T_2 = 100$ ms. (a) : excitation. Impulsion $\pi/2$: $\gamma/(2\pi)\mathbf{B}_1 = 250$ kHz, durée $1 \mu\text{s}$; attente $\tau = 1$ ms ; impulsion π : $\gamma/(2\pi)\mathbf{B}_1 = 500$ kHz ; durée $1 \mu\text{s}$. (b) : amplitude du signal RMN, en bande de base.

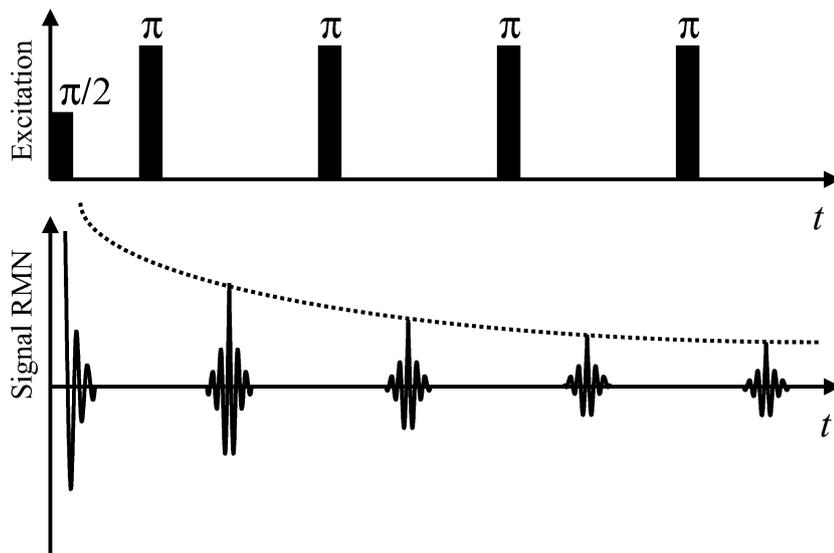


Fig. 1.7 – Séquence d'excitation CPMG. Après une impulsion $\pi/2$, une série d'impulsions π permet de former plusieurs échos.

Le nuage électronique perturbe localement l'induction magnétique statique qui prend la valeur $B_0(1 - \sigma)$ où σ est le déplacement chimique. Cet écart est très faible – de l'ordre du ppm. Les écarts d'énergie créés par les couplages entre spin sont généralement encore plus faibles et nous n'en parlerons pas; ces interactions sont décrites dans [1, 2]. Si l'induction magnétique statique est inhomogène, il n'est en général pas possible d'observer les déplacements chimiques car ils sont masqués par les inhomogénéités de \mathbf{B}_0 . De plus, les séquences d'écho de Hahn et CPMG décrites dans le paragraphe 1.2.3 refocalisent les déplacements chimiques en même temps que les inhomogénéités de l'induction magnétique. Nous verrons par la suite que l'on peut créer des *échos de nutation* pour pallier ce problème.

1.3.2 RMN haute résolution en champ inhomogène

Les expériences de RMN haute résolution se font généralement dans des aimants supraconducteurs très puissants et dont le champ est très homogène. On peut imaginer de nombreux cas où il n'est pas possible de déplacer l'échantillon dans un laboratoire : il faut alors déplacer le spectromètre et l'aimant... à condition qu'ils soient portables. Les travaux récents de Meriles [25], Sakellariou [26, 27] et Topgaard [28, 29, 30] ont montré qu'il est possible d'observer des déplacements chimiques en champ magnétique inhomogène, si les inhomogénéités de l'induction \mathbf{B}_0 peuvent être compensées par les inhomogénéités de l'induction \mathbf{B}_1 . Il a été montré que si les champs magnétiques statique et radiofréquence sont corrélés et perpendiculaires dans le volume de mesure, il est possible de refocaliser les inhomogénéités du champ statique sans refocaliser les déplacements chimiques. Autrement dit, il est possible de mesurer un spectre RMN haute résolution dans un champ inhomogène si

$$B_0 \propto B_1 \quad (1.22)$$

$$\mathbf{B}_0 \perp \mathbf{B}_1 \quad (1.23)$$

dans le volume de mesure.

1.3.2.1 Échos de nutation

Le principe d'un *écho de nutation* [31] est illustré par la figure 1.8. Un système de spin à l'équilibre est perturbé par une impulsion *dure* (courte et de forte puissance) qui fait basculer les moments magnétiques d'un angle β autour de l'axe \mathbf{X} . Cet angle est fonction de \mathbf{B}_1 et est indépendant des déplacements chimiques. Puisque l'induction \mathbf{B}_1 n'est pas homogène, l'angle β dépend de la position des moments magnétiques. L'angle entre deux moments est

$$\Delta\beta = -\gamma\Delta B_1\tau_\beta \quad (1.24)$$

où ΔB_1 est l'écart entre le champ RF que voient les deux moments et τ_β est la durée de l'impulsion. Une seconde impulsion, d'angle $\pi/2$, bascule les moments dans le plan XY . À l'aide d'impulsions *composites* [32], il est possible de créer des impulsions $\pi/2$ précises même si le champ RF est inhomogène. Après un temps de précession t , l'écart de phase entre les deux moments est

$$\alpha = \Delta\beta + \gamma\Delta B_0 t \quad (1.25)$$

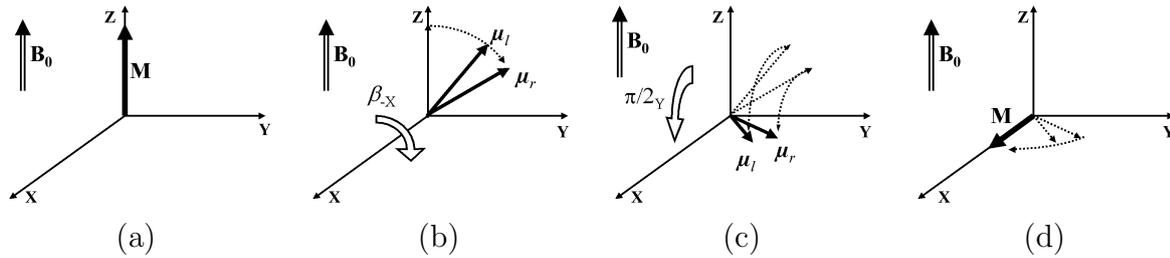


Fig. 1.8 – Formation d'un écho de nutation. Le système de spin (a) est perturbé par une impulsion RF (b) qui fait basculer les moments d'un angle dépendant de l'induction \mathbf{B}_1 , indépendamment des déplacements chimiques. Une impulsion $\pi/2$ bascule les moments magnétiques dans le plan XY (c). Les moments précessent à une vitesse dépendant du champ magnétique statique. Si les deux champs sont corrélés, un écho se forme (d).

où ΔB_0 est l'inhomogénéité de l'induction. Si les inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 sont corrélées, tous les moments magnétiques sont en phase au bout d'un temps

$$\tau = (\Delta B_1 / \Delta B_0) \tau_\beta \quad (1.26)$$

et un écho de nutation se forme... ce qui permet d'enregistrer un point du signal FID ! Pour enregistrer plusieurs points du FID et calculer un spectre, il faut créer plusieurs échos à l'aide de séquences ressemblant un peu aux trains CPMG.

1.3.2.2 Séquences d'échos de nutation

Les échos de nutation décrits ci-dessus permettent de compenser l'effet des inhomogénéités du champ à un moment donné. Cependant, cette séquence ne peut pas être appliquée plusieurs fois de suite, car à chaque impulsion on bascule les moments magnétiques d'un angle $\pi/2$. Pour acquérir plusieurs points d'un signal FID, il faut déphaser les moments magnétiques d'un angle qui dépend de l'induction \mathbf{B}_0 , sans que ces moments quittent le plan XY . Nous avons donc besoin d'une impulsion radiofréquence de rotation qui soit :

- d'axe Z ;
- d'un angle dépendant des inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 .

Ceci peut être réalisé par l'impulsion composite [25]

$$[\beta]_Z = (\pi/2)_{-Y} [\beta]_{-X} (\pi/2)_Y \quad (1.27)$$

qui est décrite sur la figure 1.9. Une séquence de plusieurs impulsions de ce type (Fig. 1.10) permet d'échantillonner le signal FID en compensant les inhomogénéités du champ magnétique avant chaque acquisition. Seule l'amplitude de chaque écho est mesurée et on parle d'une acquisition *stroboscopique*. Des séquences de ce type ont déjà été utilisées pour acquérir des spectres haute résolution en champ inhomogène. Un système « portable » basé sur cette méthode a été conçu par Perlo [33]. Cependant, il n'est pas évident d'ajuster les champs magnétiques statique et RF. Dans la suite de ce travail, nous développerons des systèmes magnétiques vérifiant les conditions (1.23) dans des volumes plus importants.

1.3.2.3 Influence des erreurs de corrélation

Dans la description des échos de nutation des paragraphes précédents, nous avons supposé que les champs magnétiques statique et RF étaient parfaitement corrélés, ce qui est

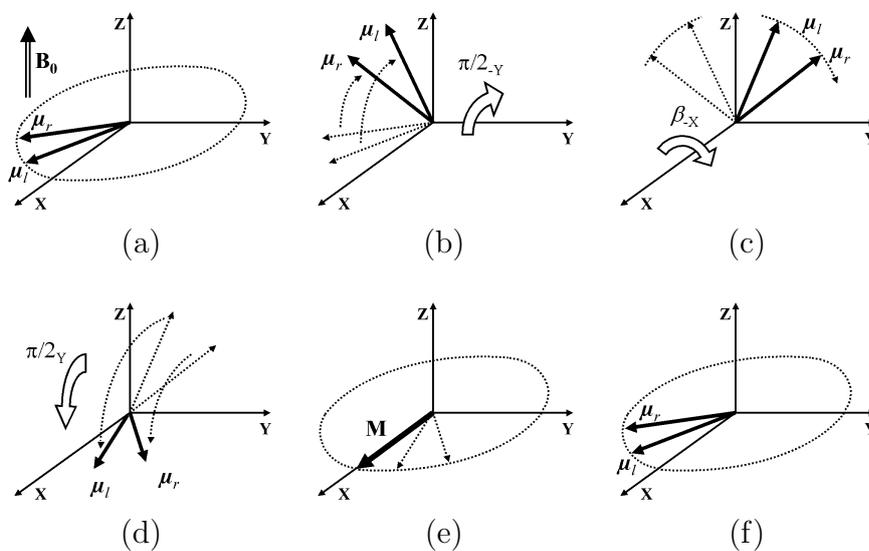


Fig. 1.9 – Impulsion composite de rotation autour de l'axe Z . Les moments magnétiques (a) sont basculés dans le plan YZ par une impulsion $\pi/2$ (b) puis déphasés d'un angle β par une impulsion RF (c). Une seconde impulsion $\pi/2$ bascule les moments dans le plan XY (d) : ils ont donc tourné autour de l'axe Z par rapport à leur position initiale. Après un écho (e), ils se déphasent (f).

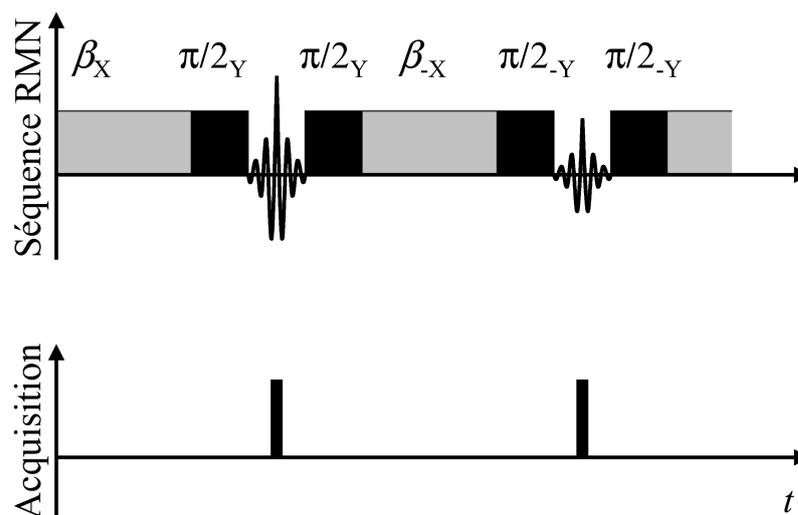


Fig. 1.10 – Séquence d'échos de nutation, d'après [25].

impossible à réaliser en pratique. Quelle est l'influence des erreurs de corrélation sur la formation des échos et l'observation des déplacements chimiques? Prenons deux moments magnétiques placés aux points r et r' , soumis aux inductions statiques $\mathbf{B}_0(r)$ et $\mathbf{B}_0(r')$ et aux inductions RF $\mathbf{B}_1(r)$ et $\mathbf{B}_1(r')$. Ces moments sont excités par la séquence suivante :

- basculement de $(\pi/2)_Y$ par une impulsion dure ;
- déphasage pendant un temps τ_1 ;
- basculement de $(-\pi/2)_{-Y}$
- nutation d'un angle $(\beta)_X$ pendant un temps τ_2 ;
- basculement de $(\pi/2)_Y$;
- écho après un temps τ_3 .

Si la corrélation est parfaite, $B_1(r)/B_0(r) = B_1(r')/B_0(r')$. Dans ce cas, en supposant que $B_1 \gg \Delta B_0$, on montre facilement que l'écho se produit après un temps

$$\tau_3 = \tau_2 \frac{\Delta B_1}{\Delta B_0} - \tau_1 \quad (1.28)$$

$$= \tau_2 C - \tau_1 \quad (1.29)$$

avec $\Delta B = B(r) - B(r')$. Par contre, si la corrélation n'est pas parfaite, les déphasages créés par les inhomogénéités du champ magnétique statique ne sont pas compensés au même instant : l'écho est étalé dans le temps. Dans ce cas, deux moments magnétiques se refocalisent à un instant

$$\tau_3(r, r') = \tau_2 [C + \epsilon_C(r, r')] - \tau_1, \quad (1.30)$$

où ϵ_C représente l'erreur de corrélation, d'écart type σ_C . L'écart type du temps d'écho est donc

$$\sigma_{\tau_3} = \sigma_C \tau_2 \quad (1.31)$$

On en déduit l'écart type de l'erreur de phase créée par l'erreur de corrélation :

$$\sigma_\phi = \gamma \Delta B_0 \sigma_{\tau_3} \quad (1.32)$$

$$= \gamma \Delta B_0 \sigma_C \tau_2 \quad (1.33)$$

à la fin de la séquence, ΔB_0 représentant les inhomogénéités du champ magnétique statique. Au cours de cette même séquence, le déplacement accumulé par le déplacement chimique σ est

$$\varphi = 2\pi f_0 \sigma (\tau_1 + \tau_3). \quad (1.34)$$

Pour observer un déplacement chimique, il faut :

$$\varphi \gg \sigma_\phi, \quad (1.35)$$

soit

$$\sigma \gg \sigma_C \frac{\Delta B_0}{B_0} \frac{\tau_2}{\tau_1 + \tau_3}. \quad (1.36)$$

L'erreur permise sur la corrélation dépend donc de l'inhomogénéité du champ magnétique statique et de la séquence d'excitation. Nous donnerons plus de détails sur l'effet des erreurs de corrélations dans le chapitre 2, paragraphe 2.2.2.

Conclusion

Après avoir rappelé quelques bases de la RMN, nous avons abordé les difficultés liées aux inhomogénéités du champ magnétique statique. Dans un champ inhomogène, la fréquence de résonance n'est pas la même pour tous les moments magnétiques : ils se déphasent et le signal RMN s'atténue très vite. Il existe depuis longtemps des solutions permettant d'atténuer l'effet de ce déphasage : l'écho de Hahn et la séquence CPMG sont les exemples les plus connus. Cependant, les expériences de RMN haute résolution (permettant d'observer des interactions fines entre les noyaux) sont longtemps restées inaccessibles en champ inhomogène. Des méthodes récentes permettent de compenser les inhomogénéités du champ statique par les inhomogénéités du champ RF, à condition que ceux-ci soient corrélés : si un champ varie, l'autre doit varier de la même façon. Il faut donc construire des systèmes magnétiques qui vérifient cette condition.

Chapitre 2

Excitation et détection large bande

Introduction

Dans les expériences de RMN, il faut exciter un échantillon puis détecter et traiter un signal. De façon très générale, une telle expérience est décrite par le schéma bloc de la figure 2.1a; rappelons toutefois que les systèmes RMN ne sont pas linéaires. Si le champ magnétique n'est pas homogène, il est souvent utile d'exciter le système par une séquence d'impulsions radiofréquence pour créer des échos, comme sur la figure 2.1b (voir le chapitre 1). Pour mesurer un temps de relaxation ou acquérir un spectre dans un champ inhomogène, on mesure le maximum de chaque écho : ceci revient à échantillonner la réponse du même échantillon placé dans un champ homogène (Fig. 2.1c).

Nous nous intéresserons dans un premier temps aux impulsions RF utilisées pour exciter le système. Ces impulsions demandent une certaine puissance, qui n'est pas toujours disponible sur les systèmes portables. Nous étudierons aussi de l'influence de ces impulsions sur la corrélation des champs magnétiques (décrite aux chapitres 1 et 3), quand le champ magnétique statique n'est pas homogène. Une modélisation précise des signaux d'échos nous permettra d'évaluer l'influence des erreurs de corrélation sur le signal RMN. Ensuite, nous parlerons de la détection des échos. Si l'on recherche la valeur maximale de ces signaux, il faut localiser l'écho – ce signal peut être faible et très bruité, et il faut tenir compte des retards introduits par l'électronique – et estimer son amplitude. Une méthode temps-fréquence sera proposée pour améliorer le rapport signal sur bruit.

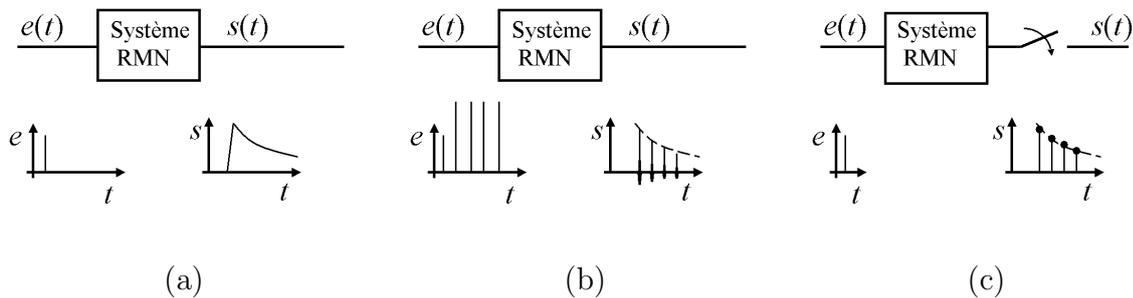


Fig. 2.1 – Schéma bloc d'une expérience de RMN dans un champ homogène (a) et inhomogène (b). Schéma équivalent en champ inhomogène (c).

2.1 Excitation

2.1.1 Homogénéité, bande passante et puissance RF

La bande passante des signaux RMN dépend de l'homogénéité du champ magnétique (cf. chapitre 1). Si le champ magnétique est peu homogène, cette bande passante est

$$\Delta f \approx \frac{\gamma}{2\pi} \Delta B_0 \quad (2.1)$$

où ΔB_0 est l'inhomogénéité du champ magnétique statique. À la fréquence de résonance, l'angle de basculement d'un moment magnétique varie avec le champ magnétique radiofréquence : le spectre de ce champ doit être relativement constant sur toute la bande passante. Si l'inhomogénéité du champ magnétique statique augmente, la bande passante

augmente : il faut alors diminuer la durée de l'excitation pour élargir le spectre du champ RF. Pour obtenir un même angle de nutation, l'amplitude de l'excitation RF doit augmenter :

$$B_1 \propto \Delta B_0. \quad (2.2)$$

L'énergie nécessaire au basculement des moments magnétiques est très faible (Eq. 1.2) et le champ RF est créé par une inductance. La puissance RF est donc dissipée essentiellement par la résistance de l'antenne et par l'échantillon :

$$P_{RF} = R_{EQ} I_{RF}^2, \quad (2.3)$$

où R_{EQ} est une résistance série équivalente et I_{RF} est le courant d'excitation. Le champ magnétique RF est proportionnel au courant qui parcourt l'antenne : pour une fréquence donnée, il augmente avec la racine de la puissance RF. D'après les équations (2.1) et (2.2), la puissance moyenne de l'excitation varie en

$$P_{RF} \propto B_1^2 \quad (2.4)$$

$$\propto \Delta f^2. \quad (2.5)$$

Notons aussi que pour une inhomogénéité $\Delta B_0/B_0$ donnée, la bande passante est plus étroite à bas champ magnétique.

Dans les paragraphes qui suivent, nous nous intéresserons au spectre du champ magnétique radiofréquence. Les systèmes RMN sont fortement non-linéaires : l'amplitude du signal et l'angle de nutation ne sont pas proportionnels à l'amplitude du champ radiofréquence (Eq. 1.10 et 1.12). En pratique, l'amplitude du signal reste presque constante tant que l'écart de pulsation $\Omega = \omega_0 - \omega_{RF}$ est inférieur à γB_1 (voir la référence la référence [1] pour plus de détails). Le spectre du champ RF ne permet donc pas de prédire le signal RMN. Ce spectre a pourtant une forte influence sur la corrélation des champs magnétiques : le champ radiofréquence est modulé par le spectre de l'excitation. Le spectre d'une impulsion dépend de sa longueur : plus l'impulsion est courte, plus son spectre est large. Si le champ magnétique statique est inhomogène, l'échantillon est souvent excité par des impulsions très courtes – quelques microsecondes – et de forte puissance. Ces impulsions *dures* ont l'avantage d'être simples à réaliser mais la forte puissance instantanée qu'elles nécessitent n'est pas toujours disponible sur les systèmes portables. Une autre solution consiste à *moduler la fréquence* des impulsions. Ces impulsions sont plus *sélectives* – leur spectre est uniforme sur une région donnée – et plus efficaces. Si le champ magnétique est inhomogène, il faut cependant que ces impulsions restent suffisamment courtes pour limiter l'effet de la diffusion.

2.1.2 Impulsions RF rectangulaires

Dans le cas le plus simple, l'impulsion RF n'est modulée ni en amplitude, ni en fréquence (Fig. 2.2a). Une telle impulsion a un spectre très large qui n'est pas uniforme (Fig. 2.2b). Cette non-uniformité a une influence sur l'angle de nutation des moments magnétiques et sur la corrélation des inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 . Le tableau 2.1 donne l'énergie dans la bande passante en fonction de la non-uniformité acceptée. Ce tableau montre qu'une grande partie de l'énergie est dissipée hors de la bande passante. Le tableau 2.2 donne la durée maximale

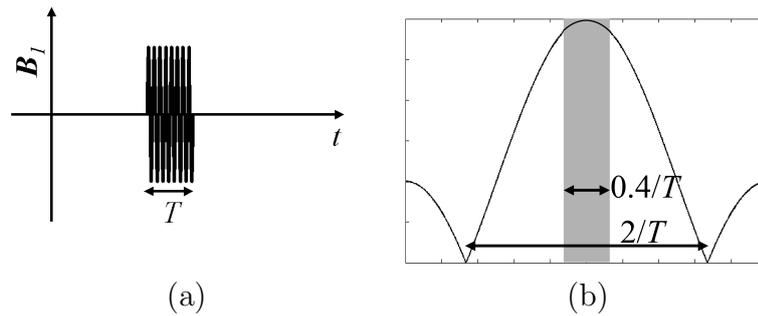


Fig. 2.2 – Impulsion RF rectangulaire de durée T (a) et son spectre en bande de base (b). Dans la région grise, le spectre est constant à 5% près.

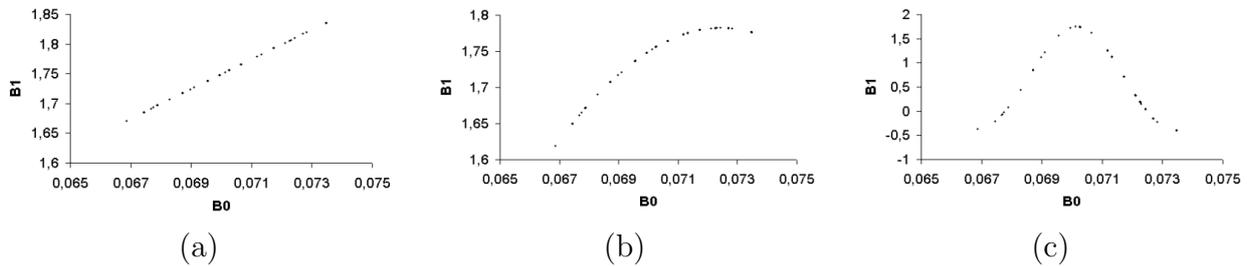


Fig. 2.3 – Influence du spectre d'une impulsion rectangulaire sur la corrélation des champs magnétiques statique et radiofréquence. Durée de l'impulsion : $0.1 \mu\text{s}$ (a), $1 \mu\text{s}$ (b) et $10 \mu\text{s}$ (c). Les inductions B_0 et B_1 sont simulées pour un système à deux aimants antiparallèles – cf. chapitre 3 – de dimensions $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ écartés de 1 cm. Dans la région choisie, l'homogénéité du champ est de 10% et les erreurs de corrélation liées à la géométrie du système sont inférieures à 100 ppm. B_0 est en Tesla et B_1 est la sensibilité en gauss/ampère.

d'une impulsion rectangulaire en fonction de l'homogénéité du champ magnétique statique et de l'uniformité du champ RF désirée. Si l'on veut maîtriser précisément l'amplitude du champ RF, et c'est le cas lorsque l'on utilise les corrélations de B_0 et B_1 pour compenser les inhomogénéités du champ, les impulsions doivent être très courtes. Avec une impulsion d'une microseconde, il est possible d'atteindre une précision de 0.1 % pour une homogénéité du champ de l'ordre de 1 %. La figure 2.3 montre la déformation de la courbe $B_1 = f(B_0)$ par le spectre d'une impulsion rectangulaire.

Une simple modulation d'amplitude permet d'améliorer l'efficacité de ces impulsions. Si par exemple l'amplitude du champ radiofréquence est modulée par un sinus cardinal, l'impulsion est beaucoup plus sélective : le spectre a l'allure d'une porte... À condition que la chaîne d'amplification du spectromètre soit linéaire et ne déforme pas l'impulsion.

2.1.3 Série d'impulsions de faible puissance

Il est possible d'exciter un échantillon avec une série d'impulsions de faible puissance : les contraintes sur les amplificateurs RF sont limitées et leurs dimensions peuvent être réduites. La séquence DANTE (pour *Delays Alternating with Nutations for Tailored Excitation*) décrite par Bodenhausen [34] permet ce type d'excitation et a déjà été mise en oeuvre sur un système portable, le NMR-MOUSE [15, 35]. Dans ce paragraphe, nous rappellerons brièvement les propriétés de cette séquence.

$\Delta B_1/B_1$ %	Énergie utile / Énergie totale [a.u.]
0.1	0.04
1	0.11
5	0.25
10	0.34

Tab. 2.1 – Efficacité spectrale d’une impulsion rectangulaire.

		Durée de l’impulsion RF [μs]			
		10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}
$\Delta B_1/B_1$	10^{-4}	36	3.6	0.36	0.036
	10^{-3}	120	12	1.2	0.12
	10^{-2}	370	37	3.7	0.37
	10^{-1}	1200	120	12	1.2

Tab. 2.2 – Durée d’une impulsion RF rectangulaire en fonction de l’homogénéité du champ statique $\Delta B_0/B_0$ et de l’uniformité du champ radiofréquence $\Delta B_1/B_1$, autour de $\gamma/2\pi B_0 = 4.5$ MHz.

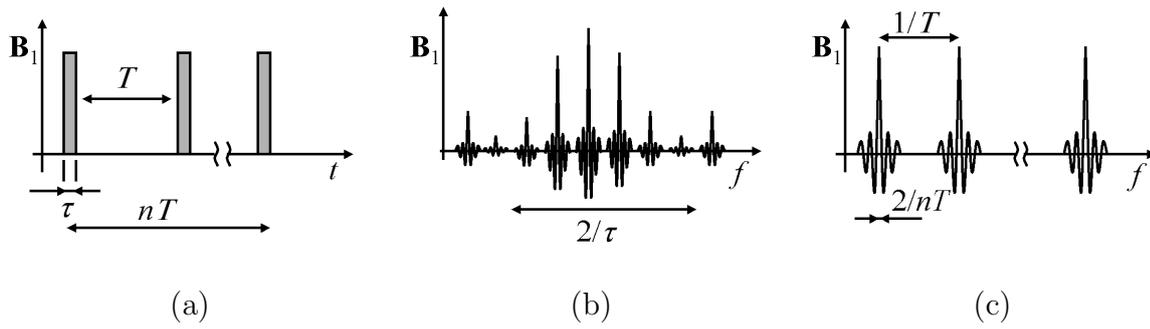


Fig. 2.4 – Séquence d'excitation DANTE (a) et son spectre (b,c).

L'échantillon est excité par une série d'impulsions qui font toutes basculer l'aimantation d'un angle $\theta = \gamma B_1 \tau$ tel que $\theta \ll \pi/2$. Les impulsions sont rectangulaires, de durée τ et séparées par un intervalle T . L'allure temporelle de cette séquence est donnée sur la figure 2.4a et son spectre est donné sur les figures 2.4b et 2.4c. Si les impulsions sont suffisamment rapprochées, un seul pic du spectre se trouve dans la bande passante du spectromètre. La largeur de ce pic est contrôlée par la longueur de la séquence.

Cette séquence d'excitation a l'avantage de demander peu de puissance et d'être simple à mettre en oeuvre. Cependant, elle ne correspond pas à nos besoins : la bande passante est étroite et le spectre du champ magnétique RF varie rapidement.

2.1.4 Impulsions modulées en fréquence

Pour notre application, nous avons besoin d'une impulsion :

- large spectre, car le champ magnétique statique est inhomogène ;
- dont le spectre est uniforme sur la bande passante, car les champs statique et RF doivent être corrélés ;
- de faible amplitude, car la puissance est limitée sur les systèmes portables.

Nous avons vu les limites des impulsions dures en termes de puissance et d'uniformité du spectre. Une solution simple consiste à moduler la fréquence de l'excitation : la bande passante peut ainsi être choisie indépendamment de la durée de l'impulsion. Si l'impulsion est étalée dans le temps, son amplitude est diminuée et la puissance RF est plus faible (à énergie constante).

Les impulsions modulées en fréquences sont appelées *chirp* car elles ressemblent aux chants des oiseaux. La forme la plus générale d'un chirp est

$$s(t) = S(t) \sin \left(2\pi \int f(t) dt + \varphi_0 \right) \quad (2.6)$$

où $S(t)$ module l'amplitude du signal, $f(t)$ est la fréquence instantanée et φ_0 est la phase à l'origine. Dans la suite, nous appellerons chirp la forme la plus simple de ce signal, où S est une fonction porte et f est linéaire.

2.1.4.1 Impulsion Chirp

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons aux signaux de la forme

$$s(t) = S_0 \sin \left(2\pi \left(f_0 + \frac{\Delta F}{T} t \right) t \right), \quad t \in [0, T] \quad (2.7)$$

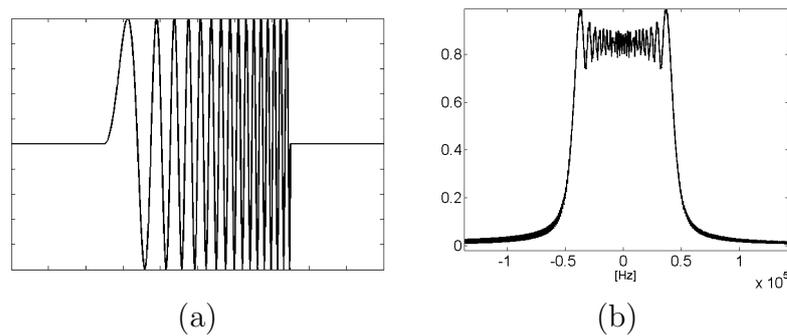


Fig. 2.5 – Allure d'un chirp (a). Spectre d'un chirp de durée $T = 1$ ms et d'excursion en fréquence $\Delta F = 45$ kHz (b).

où T est la durée de l'impulsion et ΔF est l'excursion en fréquence. L'allure temporelle et le spectre d'un tel signal sont donnés sur la figure 2.5. Le spectre du signal est large, mais on observe une forte ondulation dans la bande passante. Ce type d'excitation, utilisé en RMN dès 1975 par Delayre [36], peut s'avérer utile s'il n'est pas nécessaire de contrôler finement l'amplitude du champ magnétique radiofréquence. Il n'existe pas d'équation analytique donnant l'angle de nutation en fonction de l'amplitude et de la durée de l'impulsion. En simulation, on trouve que le champ nécessaire à un basculement de $\pi/2$ est [37, 38]

$$\frac{\gamma}{2\pi} B_1 \approx 0.276 \sqrt{\frac{\Delta F}{T}}. \quad (2.8)$$

Le tableau 2.3 donne l'amplitude du champ RF assurant une nutation de $\pi/2$, pour différents types d'impulsions. Ce tableau montre qu'une impulsion chirp permet de réduire considérablement la puissance d'excitation.

Les moments magnétiques résonant à la fréquence f sont excités autour de l'instant

$$t = \frac{f - f_0}{\Delta F} T. \quad (2.9)$$

Ce type d'impulsion introduit donc un déphasage entre les moments magnétiques. Ce déphasage est gênant pour deux raisons :

- si le déphasage est relativement faible, l'information sur la phase du signal RMN est perdue ;
- si le déphasage est fort, le signal s'atténue très rapidement.

Une seule impulsion modulée en fréquence ne permet pas d'exciter correctement un système de spins en champ inhomogène. Nous verrons par la suite qu'une série d'impulsions peut être utilisée pour refocaliser ce déphasage.

2.1.5 Impulsions de type sécant hyperbolique

Les impulsions de type sécant hyperbolique (notées HS pour *hyperbolic secant*) sont des impulsions modulées en fréquence dont l'amplitude et la fréquence varient moins brutalement que pour le chirp défini par l'équation (2.7). Ces impulsions sont utilisées en RMN pour inverser un système de spins sur une large bande de fréquence [39]. L'amplitude $\omega_1 = \gamma B_1$ d'une impulsion HS s'écrit [40]

$$\omega_1(t) = \omega_1^{MAX} \operatorname{sech} \left(\frac{2\beta}{T} \left(t - \frac{T}{2} \right) \right) \quad (2.10)$$

Impulsion	(a)	(b)	(c)	(d)	
Durée	0.001	0.01	1	1	ms
$\gamma/2\pi B_1$	$2.5 \cdot 10^5$	$2.5 \cdot 10^4$	$1.8 \cdot 10^3$	$6 \cdot 10^3$	Hz

Tab. 2.3 – Champ nécessaire à une nutation de $\pi/2$, pour différents types d’impulsions RF. L’homogénéité du champ magnétique statique est de 1% et la fréquence de résonance est de 4.5 MHz. (a) : impulsion rectangulaire, champ RF uniforme à 1% près. (b) : impulsion rectangulaire, champ RF uniforme à 10% près. (c) : chirp, $\Delta F = 45$ kHz. (d) : secant hyperbolique, $\Delta F = 45$ kHz.

et sa pulsation instantanée est

$$\omega_{RF} = \omega_0 + 2\pi\Delta F \tanh\left(\frac{2\beta}{T}\left(t - \frac{T}{2}\right)\right) \quad (2.11)$$

où ω_1^{MAX} est l’amplitude maximale du champ RF, ΔF est l’excursion de fréquence, T est la durée de l’impulsion et β dépend de la troncature des fonctions sech et tanh. La figure 2.6 donne l’allure d’une impulsion HS et la figure 2.7 donne son spectre. Par rapport au chirp, les ondulations dans la bande passante sont très réduites. Le spectre est pourtant loin d’être uniforme, et il reste des ondulations très importantes en bordure de bande.

Les moments magnétiques résonant à la fréquence f basculent au bout du temps [40]

$$t = \frac{T}{4\beta} \ln\left(\frac{\Delta F + f - f_0}{\Delta F - f + f_0}\right) + \frac{T}{2} \quad (2.12)$$

si l’on suppose que leur rotation est instantanée. Les moments magnétiques sont donc tous déphasés, comme dans le cas d’une excitation par un chirp.

Les impulsions HS ont un comportement proche de celui des chirps linéaires. L’ondulation dans la bande passante est plus faible, mais elles sont plus délicates à manipuler : l’amplificateur de puissance doit être linéaire, à cause de la modulation d’amplitude. Notons également que le spectre n’est pas constant dans la bande passante, malgré l’absence d’ondulations : ce type d’impulsion ne permet pas de limiter l’influence de l’excitation sur la corrélation des champs magnétiques.

2.1.6 Séquence d’impulsions modulées en fréquence

L’une des limitations des impulsions modulées en fréquence est la perte de la phase des moments magnétiques. Ceci se traduit par une perte d’information – on mesure la valeur absolue du signal, et non ses parties réelle et imaginaire – et par une atténuation du signal. Il est heureusement possible de compenser ce déphasage par une impulsion π [37, 38]. Cette séquence est illustrée par la figure 2.8. Considérons le spin excité au tout début de l’impulsion $\pi/2$. Sa phase est inversée au début de l’impulsion π et s’annule à l’instant $\tau'_1 = \tau_{\pi/2} + \tau - \tau_\pi$. De même, le spin excité à la fin de l’impulsion $\pi/2$ est refocalisé à l’instant $\tau'_2 = \tau_{\pi/2} + \tau_\pi$. Pour qu’un écho se forme, il faut que ces spins se refocalisent au même moment, soit

$$\tau_\pi = \frac{1}{2}\tau_{\pi/2}. \quad (2.13)$$

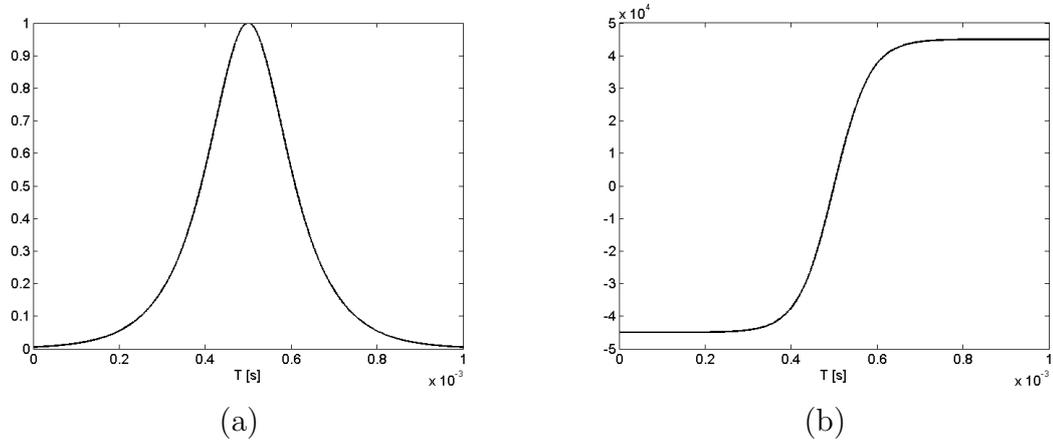


Fig. 2.6 – Impulsion HS. (a) : modulation d'amplitude $\omega_1(t)$. (b) : modulation de fréquence $2\pi\omega_{RF}(t)$, avec $\Delta F = 45$ kHz, $T = 1$ ms et $\beta = 6$.

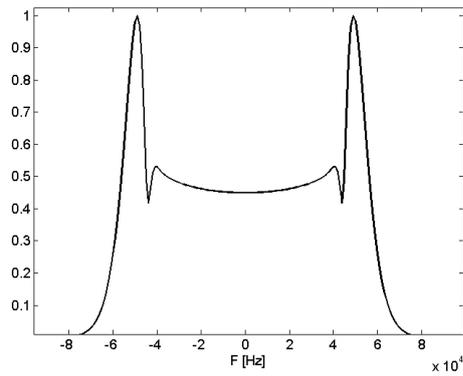


Fig. 2.7 – Spectre d'une impulsion HS, avec $\Delta F = 45$ kHz, $T = 1$ ms et $\beta = 6$.

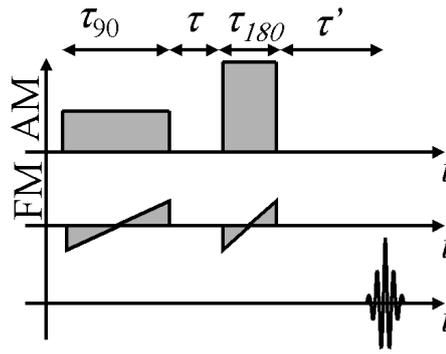


Fig. 2.8 – Séquence d'écho de spin pour des impulsions modulées en fréquence. AM : amplitude des impulsions ; FM : fréquence instantannée des impulsions.

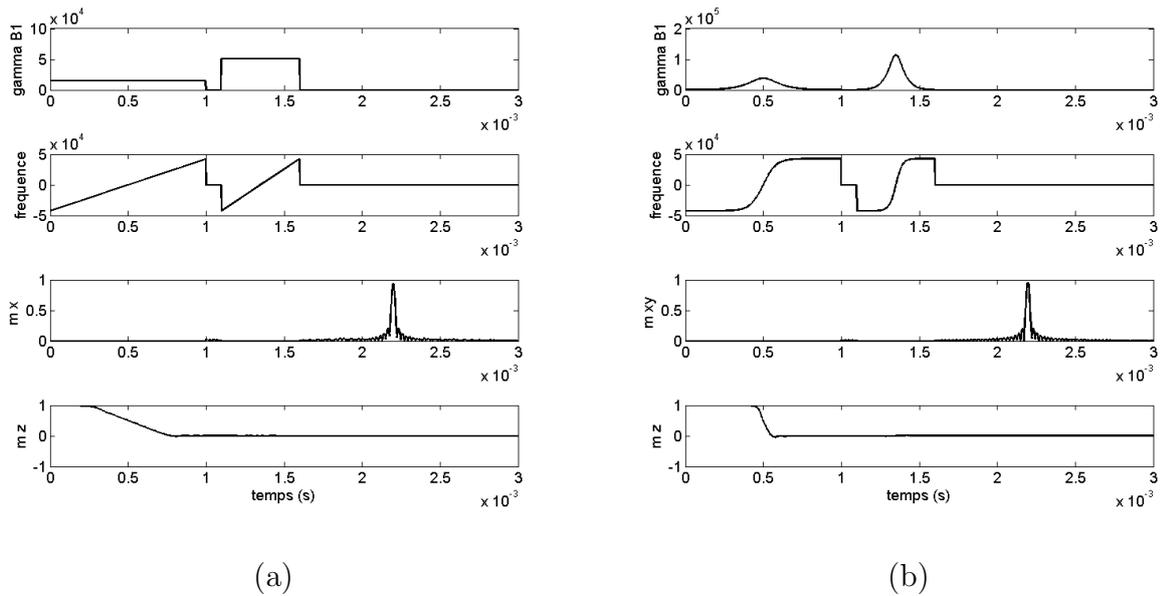


Fig. 2.9 – Simulation d'échos de spin créés par des impulsions modulées en fréquence. Impulsions chirp (a) et HS (b). $\tau_{90} = 1$ ms, $\tau = 0.1$ ms et $\tau_{180} = 0.5$ ms. $\Delta B_0/B_0 = 1$ %.

Par simulation, on trouve que l'amplitude de l'impulsion π doit être environ trois fois celle de l'impulsion $\pi/2$. Les figures 2.9a et 2.9b montrent la simulation d'échos de spin pour des impulsions chirp et HS. Dans les deux cas, les spins sont bien refocalisés. En pratique, la durée de la séquence est limitée par les phénomènes de diffusion qui ne sont pas pris en compte dans cette simulation. Si la condition (2.13) n'est pas respectée, les spins ne se refocalisent pas tous en même temps. On obtient alors un signal d'amplitude plus faible et de durée plus longue appelé *pseudo-écho*.

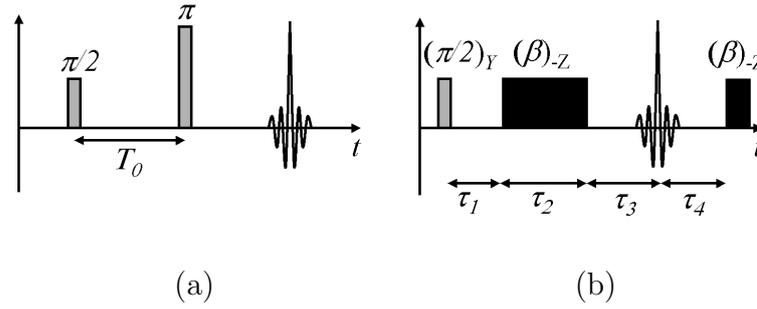


Fig. 2.10 – Séquences d'écho de Hahn (a) et d'écho de nutation (b).

2.2 Détection

2.2.1 Modélisation d'un signal d'écho de spin

Le diagramme temporel d'une séquence d'écho de spin est donné sur la figure 2.10. À cause de l'inhomogénéité du champ magnétique statique, les moments magnétiques se déphasent pendant le temps T_0 et ont la phase $\varphi_0 = 2\pi T_0 f$ au début de l'impulsion π . Après l'impulsion π , cette phase s'inverse et l'expression du signal RMN est

$$s(t) = e^{j2\pi\delta ft} \text{TF}^{-1} [h \rho] (t - T_0) \text{TF}^{-1} [S_P] (t + T_0) \quad (2.14)$$

où TF est la transformée de Fourier, $h(\Omega)$ est la sensibilité de l'antenne et du récepteur, $\rho(\Omega)$ est la densité de moments magnétiques résonant à la fréquence Ω , $S_P(\Omega)$ est le spectre RMN de l'échantillon, δf est l'écart entre la fréquence de résonance et la fréquence de démodulation du récepteur et T_0 est le temps entre les deux impulsions. L'origine des temps est prise après l'impulsion π . Dans le cas d'une expérience de relaxométrie RMN, si le spectre est masqué par les inhomogénéités du champ, on a

$$s(t) \approx e^{j2\pi\delta ft} \text{TF}^{-1} [h \rho] (t - T_0). \quad (2.15)$$

Un signal d'écho a donc la forme

$$s(t) = S(t - T_0) e^{j2\pi\delta ft} \quad (2.16)$$

où S présente une symétrie hermitienne.

2.2.2 Signal d'écho de nutation

Le même raisonnement peut être fait dans le cas d'un écho de nutation (Fig. 2.10b). Les spins situés aux points r et r' se refocalisent après un temps

$$\tau_3(r, r') = \tau_2 C(r, r') - \tau_1, \quad (2.17)$$

où

$$C(r, r') = \frac{\Delta B_1(r, r')}{\Delta B_0(r, r')}, \quad (2.18)$$

avec $\Delta B(r, r') = B(r) - B(r')$ – voir le chapitre 1, paragraphe 1.3.2.3 pour plus de détails. Les temps τ_1 et τ_2 sont définis sur la figure 2.10b et l'origine des temps est placée à la fin

de l'impulsion $(\beta)_{-Z}$. Si les champs statiques et RF sont parfaitement corrélés, le signal d'écho est celui décrit dans le paragraphe précédent :

$$s(t) = \text{TF}^{-1} [h \rho] (t - \tau_3) \text{TF}^{-1} [S_P] (t + \tau_1) \quad (2.19)$$

$$= G(t - \tau_3) H(t + \tau_1). \quad (2.20)$$

Supposons maintenant que l'erreur de corrélation $\epsilon_C = C - C_0$, où C_0 est la valeur moyenne de $C(r, r')$, soit une variable aléatoire densité de probabilité $f(\epsilon_C)$. Le signal RMN devient

$$s(t) = H(t + \tau_1) \int f(\epsilon_C) G(t - \tau_3 - \epsilon_C \tau_2) d\epsilon_C \quad (2.21)$$

$$= \left[\frac{1}{\tau_2} f\left(\frac{\cdot}{\tau_2}\right) * G \right] (t - \tau_3) H(t + \tau_1), \quad (2.22)$$

où l'opérateur $*$ désigne un produit de convolution. De même, le signal du N^{e} écho est

$$s_N(t) = \left[\frac{1}{\tau_2} f\left(\frac{\cdot}{\tau_2}\right) *^{(N)} G \right] (t + \tau_4 - C_0 \tau_2) H(t + \tau_1 + (n - 1)(\tau_3 + \tau_4)) \quad (2.23)$$

où $*^{(N)}$ désigne N produits de convolution. On voit ici que les erreurs de corrélation élargissent et atténuent le signal d'écho. L'effet de ces erreurs s'accumule d'un écho à l'écho suivant, ce qui limite le nombre de points d'acquisition – le signal décroît plus rapidement – et diminue la résolution du spectre.

Cette décroissance est délicate à exprimer dans le cas général. Nous nous limiterons au cas où le signal d'écho a une enveloppe gaussienne

$$s(t) = \frac{S_0}{\sqrt{2\pi\Delta T_0}} e^{-\frac{1}{2} \frac{t^2}{\Delta T_0^2}}, \quad (2.24)$$

S_0 étant l'amplitude de l'écho et $2\sqrt{2\ln 2} \Delta T_0$ sa largeur à mi-hauteur dans le domaine temporel, et où la variable aléatoire C est distribuée selon une loi normale de moyenne C_0 et de variance σ_C^2 . L'origine des temps est prise à l'instant où le premier écho atteint son maximum.

Le rapport entre l'amplitude de deux échos consécutifs s'exprime très simplement :

$$\frac{S_{N+1}}{S_N} = \frac{\Delta T_N}{\sqrt{\Delta T_N^2 + \sigma_C^2 \tau_2^2}}, \quad (2.25)$$

$2\sqrt{2\ln 2} T_N$ étant la largeur à mi-hauteur du N^{e} écho. Les erreurs de refocalisation s'accumulent et étalent les échos : $T_{N+1} > T_N$ quelque soit N . Ceci permet de majorer l'atténuation :

$$\frac{S_{N+1}}{S_N} > \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{\sigma_C^2 \tau_2^2}{\Delta T_0^2}}}. \quad (2.26)$$

L'amplitude du N^{e} écho peut donc être minorée :

$$S_N > S_0 \left(\frac{1}{\sqrt{1 + \frac{\sigma_C^2 \tau_2^2}{\Delta T_0^2}}} \right)^N. \quad (2.27)$$

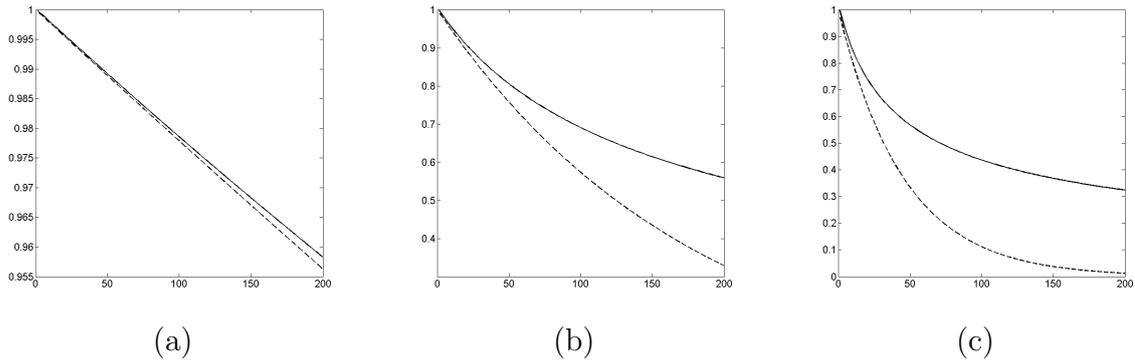


Fig. 2.11 – Atténuation de l’amplitude des échos par les erreurs de corrélation. Les courbes en traits pleins donnent l’amplitude calculée à partir de l’équation (2.23), en fonction du numéro de l’écho. Les courbes en traits pointillés donnent la décroissance exponentielle calculée par l’équation (2.29). $\Delta T_0 = 10 \mu\text{s}$, $\tau_2 = 20 \mu\text{s}$ et $\sigma_C = 0.01$ (a), $\sigma_C = 0.05$ (b), $\sigma_C = 0.1$ (c).

Le maximum du N^{e} écho est atteint à l’instant

$$t_N = N (\tau_2 + \tau_3 + \tau_4), \quad (2.28)$$

ce qui permet de réécrire l’équation (2.27) sous la forme

$$S_N > S_0 e^{-\frac{t_N}{T_2^C}} \quad (2.29)$$

avec

$$T_2^C = \frac{2 (\tau_2 + \tau_3 + \tau_4)}{\ln \left(1 + \frac{\sigma_C^2 \tau_2^2}{\Delta T_0^2} \right)}. \quad (2.30)$$

La décroissance du signal liée aux défauts de corrélation ressemble à une relaxation transversale de constante de temps T_2^C . Pour minimiser l’effet des défauts de corrélation, il faut donc que

$$\frac{\sigma_C^2 \tau_2^2}{\Delta T_0^2} \ll 1. \quad (2.31)$$

Cependant,

- ceci est un cas particulier (allure gaussienne de l’écho et de la distribution des erreurs de corrélation) ;
- il s’agit seulement d’une inégalité qui permet de minorer l’atténuation causée par les erreurs de corrélation.

L’équation (2.29) ne donne donc qu’un ordre de grandeur de l’atténuation du signal d’écho.

Des simulations ont été réalisées pour plusieurs valeurs du paramètre $\sigma_C^2 \tau_2^2 / \Delta T_0^2$; les résultats sont donnés sur la figure 2.11. Cette figure montre que l’équation (2.29) est une bonne approximation pour les premiers échos. Ensuite, la décroissance est moins rapide qu’une décroissance classique en T_2 .

2.2.3 Filtrage adapté

Si l'on connaît la forme du signal d'écho, le système de détection optimal est un *filtre adapté* [41], c'est à dire un filtre dont la sortie est l'intercorrélation du signal observé et de la forme du signal attendue. La sortie de ce filtre est

$$\begin{aligned} y(t) &= \int x(\tau) s^*(\tau - t) d\tau \\ &= x * s(t) \end{aligned} \quad (2.32)$$

car s présente une symétrie hermitienne (Eq. 2.15). Pour détecter un écho de manière optimale, il faudrait donc connaître la densité de moments magnétiques $\rho(\Omega)$, ce qui n'est évidemment pas le cas en pratique. Cependant, la bande passante du signal est limitée. Si la réception est correcte – *i.e.* si la fréquence du récepteur est bien choisie –, le signal doit être filtré par un filtre passe-bas dont la bande passante est

$$\Delta F = \frac{\gamma}{2\pi} \Delta B_0 \quad (2.33)$$

et dont l'allure de la réponse impulsionnelle ressemble à l'allure du signal d'écho.

2.2.4 Représentation temps-fréquence

Dans le paragraphe ci-dessus, nous avons supposé que la fréquence de résonance était bien connue. Ce n'est pas forcément le cas si le champ magnétique est inhomogène : la fréquence de résonance n'est pas constante et dépend de la position de l'échantillon. De plus, l'induction magnétique créée par des aimants permanents dépend fortement de la température : pour les ferrites durs, l'aimantation rémanente diminue de 0.2 % par degré. Les limites d'un traitement par filtrage passe-bas apparaissent : si le filtre a une bande passante optimale, sa sortie sera fortement dégradée dès que la fréquence de résonance s'écartera de la fréquence du récepteur (*i.e.* dès que $\delta f \neq 0$) puisque le signal ne sera plus dans la bande passante du filtre. Si l'on élargit la bande passante, celle-ci n'est plus optimale et le niveau de bruit augmente. L'idée de traiter le signal par un banc de filtres passe-bande, dont la largeur de bande est optimale, vient alors naturellement. La figure 2.12 donne un schéma de principe. Le signal à la sortie est :

- le signal d'écho démodulé et filtré, pour le filtre dont la bande passante contient la fréquence de résonance ;
- très faible pour les autres filtres.

Il devient alors possible d'estimer la fréquence de résonance de l'échantillon, l'instant de l'écho (en prenant en compte les retards apportés par l'électronique) et son amplitude. Ce type de traitement nous indique quelles sont les fréquences présentes dans le signal, à un instant donné. Nous parlerons donc d'analyse *temps-fréquence*.

Il serait possible de filtrer le signal par un banc de filtres numériques. Cependant, l'outil d'analyse temps-fréquence le plus simple à mettre en œuvre est la transformée de Fourier de courte durée (STFT, pour *Short Time Fourier Transform*), définie par

$$S_x(\tau, \nu) = \int x(T) \psi^*(T - \tau) e^{-j2\pi\nu T} dT \quad (2.34)$$

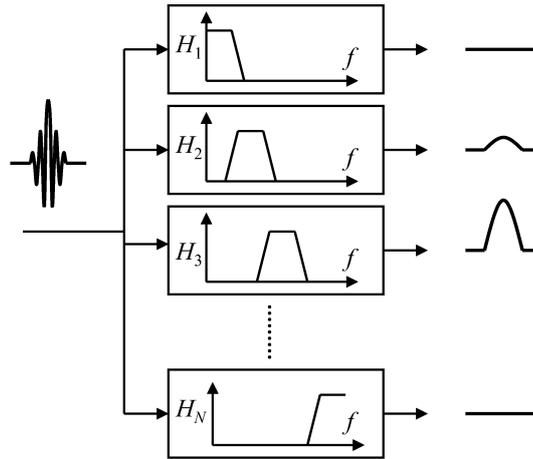


Fig. 2.12 – Filtrage d'un signal d'écho par un banc de filtres passe-bande.

où $\psi(t)$ est une fenêtre de pondération dont la décroissance est rapide. D'après l'équation (2.14), la fenêtre de pondération optimale est

$$\psi(t) = \text{TF}^{-1} [h \rho * S_P]. \quad (2.35)$$

En pratique, on choisira une fenêtre dont la durée dépend de l'inhomogénéité du champ magnétique statique (Eq. 2.33). Si nous nous intéressons à la valeur maximale d'un écho – c'est le cas lors des séquences CPMG ou lors d'une suite d'échos de nutation –, seule la valeur absolue de la STFT nous importe. Nous calculerons donc la distribution $|S_x(t, f)|$, appelée *spectrogramme* de $x(t)$.

Si la fenêtre de pondération est optimale et que le signal d'écho observé est

$$x(t) = \alpha \psi(t - T_0) e^{j2\pi\delta ft} + b(t) \quad (2.36)$$

où $b(t)$ est un bruit et α est une constante, alors

$$S_x(\tau, \nu) = \alpha \int \psi(T - T_0) \psi^*(T - \tau) e^{j2\pi T(\delta f - \nu)} dT \quad (2.37)$$

$$+ \int b(T) \psi^*(T - \tau) e^{-j2\pi\nu T} dT \quad (2.38)$$

$$= S_e(\tau, \nu) + S_b(\tau, \nu). \quad (2.39)$$

En utilisant l'inégalité de Cauchy-Swartz, on montrerait facilement que $|S_e(\tau, \nu)|$ est maximum pour

$$\tau = T_0 \quad (2.40)$$

$$\nu = \delta f. \quad (2.41)$$

Si le RSB est suffisamment élevé, c'est-à-dire si $|S_e(\tau, \nu)| \gg |S_b(\tau, \nu)|$, l'amplitude de l'écho peut donc être estimée en détectant le maximum du spectrogramme.

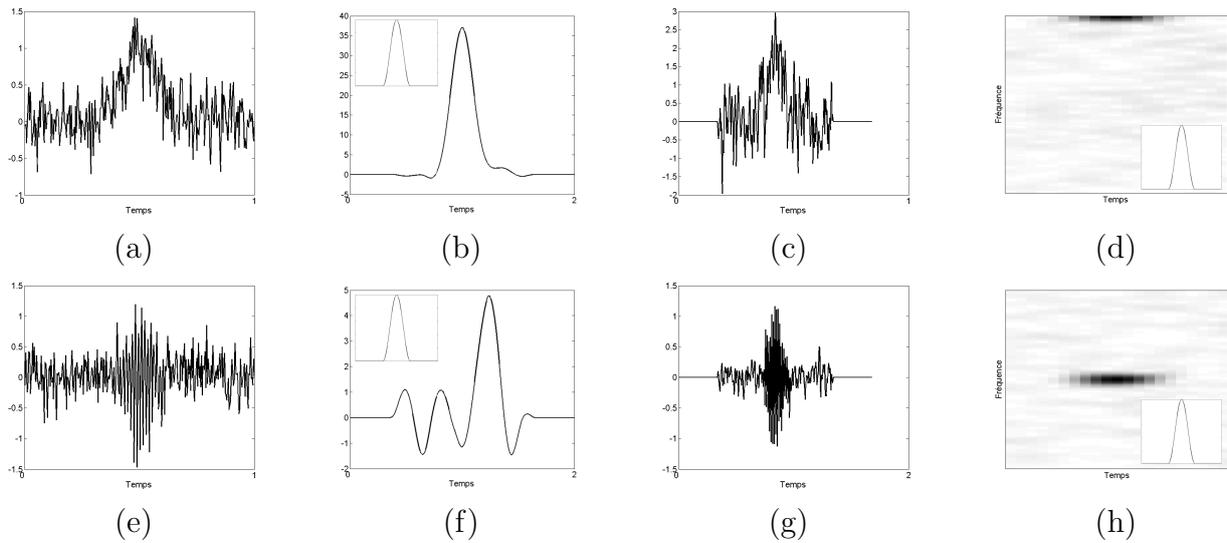


Fig. 2.13 – Filtrage adapté et spectrogramme. (a) et (e) : signaux d'échos. Le RSB est de 12 dB. Sur la ligne du bas, le signal est modulé par une sinusoïde de fréquence δf . (b) et (f) : signaux filtrés par un filtre passe-bas. La réponse impulsionnelle du filtre est donnée en médaillon. Dans le cas (b), le filtre est adapté mais dans le cas (f) l'écho est hors bande passante. (c) et (g) : signaux filtrés par un filtre passe-bas ayant une bande passante plus large. (d) et (h) : représentation temps-fréquence des signaux d'échos. La fenêtre de pondération est donnée en médaillon.

Pour illustrer cette méthode, nous avons simulé un signal d'écho bruité, de RSB 12 dB, que nous avons traité par filtrage et par analyse temps fréquence. Si la fréquence de résonance de l'échantillon est bien maîtrisée, l'écho est en bande de base (Fig. 2.13a). Dans le cas contraire, le signal d'écho est modulé (Fig. 2.13e). Le traitement de l'écho par un filtre passe bas ne donne pas de bons résultats. En effet, si la bande passante du filtre est étroite, le signal d'écho risque d'être fortement atténué en cas d'imprécision sur la fréquence de résonance (Fig. 2.13f). La sortie du filtre est alors le bruit dans la bande passante, et non le signal d'écho. Il est évidemment inutile d'élargir la bande passante du filtre : dans ce cas, le bruit n'est plus éliminé (Fig. 2.13c et Fig. 2.13g). La représentation du signal d'écho dans le plan temps-fréquence permet résoudre ce problème. Sur les figures 2.13d et 2.13h, les signaux d'échos ont la même allure. Si la fréquence de démodulation est mal maîtrisée, on observe seulement un décalage de l'écho dans le plan temps-fréquence, sans modification du rapport signal sur bruit. Cette représentation permet d'améliorer le RSB, car si le bruit est distribué uniformément dans le plan temps-fréquence, l'écho, au contraire, est représenté par peu de coefficients.

2.2.5 Systèmes multi-antennes

Le signal RMN est proportionnel à la sensibilité de l'antenne B_1^u , qui est l'induction RF créée quand l'antenne est parcourue par un courant unitaire. On montre très simplement que cette sensibilité varie en

$$B_1^u \propto \frac{1}{d} \quad (2.42)$$

où d est la dimension caractéristique de l'antenne. Les petites antennes sont donc plus sensibles – car plus proches des dimensions de l'échantillon – que les grandes antennes.

Ces dernières années, des microbobines ont été mises au point pour mesurer des spectres RMN sur des échantillons de dimensions très réduites [42, 43, 44]. Dans le domaine de l'imagerie médicale, les réseaux d'antennes sont de plus en plus utilisés pour améliorer le rapport signal sur bruit [45] ou pour diminuer le temps d'acquisition des images [46, 47, 48]. Dans des travaux précédents, nous avons relié la sensibilité des antennes aux coefficients d'un mélange convolutif de sources pouvant être séparées par une analyse en composantes indépendantes [49, 50]. En effet, l'accélération de l'acquisition des images IRM peut conduire à un sous-échantillonnage. Les images, obtenues par FFT des signaux d'échos, sont alors repliées. L'acquisition de plusieurs images repliées, pondérées par les sensibilités des antennes, permet la reconstruction. Des cartes de sensibilités doivent donc être mesurées ou estimées.

Nous ne reviendrons pas sur les méthodes permettant d'associer plusieurs antennes de manière optimale ; retenons seulement qu'un système multi-antennes est intéressant si chaque antenne de réception est sensible à une partie de l'échantillon. Les champs de vision des antennes, c'est-à-dire les régions où elles sont sensibles, ne doivent pas se recouper. De plus, les antennes doivent être découplées : deux antennes couplées et sensibles à la même région sont équivalentes à une antenne plus grande qui sera plus facile à réaliser.

Pour notre application, nous nous limiterons à un système à deux antennes :

- une grande antenne d'excitation, adaptée aux dimensions de l'aimant pour assurer la corrélation des inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 lors des rotations $(\beta)_{-Z}$ (voir le chapitre 3 pour plus de détails) ;
- une petite antenne de réception, très sensible, adaptée aux dimensions de l'échantillon.

Ces deux antennes devront être très bien découplées, pour éviter que la petite antenne ne perturbe la corrélation des champs magnétiques lors de l'excitation. Les détails pratiques concernant la réalisation de ces antennes seront donnés plus loin.

Conclusion

Dans un premier temps, nous avons étudié plusieurs aspects de l'excitation RF : l'efficacité des impulsions, l'amplitude de l'induction nécessaire à la nutation des moments magnétiques et l'influence du spectre de l'excitation sur la corrélation de \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 . Les impulsions RF rectangulaires sont peu efficaces, car la majeure partie de l'énergie qu'elles contiennent est dissipée hors de la bande passante. De meilleurs résultats peuvent être obtenus avec des séquences d'impulsions modulées en fréquence : ce type d'excitation semble mieux adapté aux systèmes portables. Dans tous les cas, la courbe de corrélation $B_1 = f(B_0)$ est déformée par le spectre de l'excitation RF.

Nous avons ensuite donné une expression des signaux d'écho de spin et d'écho de nutation, en fonction de la répartition des moments magnétiques et du spectre RMN de l'échantillon. Les imperfections de la corrélation entre \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 agissent comme un filtre linéaire qui étale et atténue le signal d'écho. Pour les premiers échos, l'atténuation créée par les erreurs de corrélation ressemble à l'effet d'une relaxation transversale dont la constante de temps dépend des inhomogénéités du champ, des erreurs de corrélation et de la séquence d'échos.

Si l'on considère que la fréquence de résonance est mal connue – ce qui est le cas si le champ n'est pas homogène ou si l'induction dépend de la température –, l'amplitude et la position de l'écho peuvent être déterminées par des outils d'analyse temps fréquence.

Ces méthodes permettent d'observer le signal sur une large bande tout en éliminant le maximum de bruit.

Enfin, il nous semble intéressant d'utiliser deux antennes dans notre système : une antenne d'émission assurant la corrélation des champs \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 et une antenne de réception adaptée au volume de l'échantillon.

Chapitre 3

Champs magnétiques corrélés

Introduction

Pour réaliser des expériences de RMN externe haute résolution, permettant de mesurer des déplacements chimiques, il faut créer deux inductions magnétiques statique \mathbf{B}_0 et radiofréquence \mathbf{B}_1 *corrélées* – si l’une des inductions varie dans l’espace, l’autre doit varier proportionnellement – et relativement homogènes. Dans un premier temps, nous montrons que ce problème a une *solution exacte* en deux dimensions. Cette solution est basée sur un principe très utilisé pour la conception de systèmes à aimants : en 2D, si l’on tourne l’aimantation d’un certain angle, le champ tourne de l’angle opposé. Nous étudierons ensuite les différents *défauts* d’un système réel qui peuvent dégrader la corrélation des champs magnétiques. Ces défauts sont multiples : effets de bord, mauvais positionnement de l’antenne, épaisseur des conducteurs, imperfections des matériaux magnétiques, etc. Nous verrons enfin comment l’association de *plusieurs aimants* permet de réduire considérablement les effets de bord tout en améliorant l’homogénéité des champs magnétiques.

3.1 Principe

Pour obtenir des champs magnétiques corrélés, plusieurs solutions sont envisageables. La plus simple, proposée par Perlo *et al.*, consiste à positionner très précisément une bobine dans le champ d’un aimant [33, 51] : cette méthode est efficace, mais le volume utile (volume dans lequel les champs statique et RF sont corrélés) est faible. Nous avons cherché à concevoir des systèmes magnétiques vérifiant par construction

$$\begin{aligned} \mathbf{B}_0 &\perp \mathbf{B}_1 \\ B_0 &\propto B_1. \end{aligned} \quad (3.1)$$

Ceci peut être réalisé assez simplement dans un système à deux dimensions (système long). Pour arriver à ce résultat, nous utiliserons quelques éléments de magnétostatique.

3.1.1 Rotation de l’aimantation

Considérons une distribution linéaire de dipôles magnétiques. L’induction magnétique créée en un point de coordonnées (r, θ) est [52]

$$d\mathbf{B} \begin{cases} dB_r = \frac{JdS}{2\pi r^2} \cos(\theta - \beta) \\ dB_\theta = \frac{JdS}{2\pi r^2} \sin(\theta - \beta) \end{cases} \quad (3.2)$$

où J est une polarisation magnétique et dS est une surface élémentaire ; les angles β et θ sont définis sur la figure 3.1a. Si les dipôles pivotent d’un angle γ , l’induction magnétique devient

$$d\mathbf{B}_\gamma = \mathbf{R}_{-\gamma} d\mathbf{B} \quad (3.3)$$

où $\mathbf{R}_{-\gamma}$ est une matrice de rotation d’angle $-\gamma$. Ce résultat est facilement généralisable à un aimant long (Fig. 3.1b). L’aimant crée une induction

$$\mathbf{B} = \int_S d\mathbf{B} \quad (3.4)$$

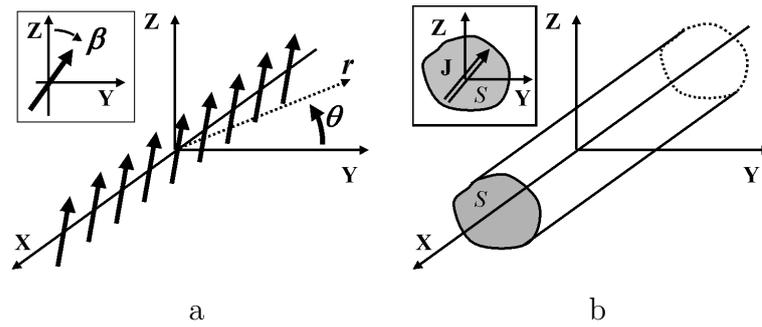


Fig. 3.1 – Distribution linéaire et infinie de dipôles magnétiques (a) et aimant long (b) de polarisation \mathbf{J} et de surface S .

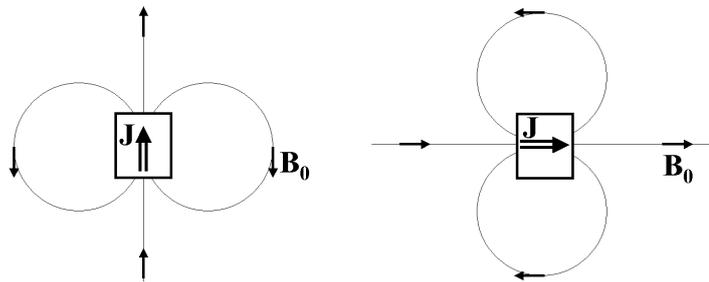


Fig. 3.2 – Rotation de la polarisation d'un aimant 2D.

et si la polarisation est pivotée d'un angle γ

$$\mathbf{B}_\gamma = \int_S d\mathbf{B}_\gamma = \mathbf{R}_{-\gamma}\mathbf{B}. \quad (3.5)$$

Ce résultat est le théorème de rotation de l'aimantation. Beaucoup de systèmes à aimants permanents sont basés sur ce principe, utilisé initialement pour réaliser des onduleurs de synchrotrons [53, 54] et des paliers magnétiques [52]. Les cylindres de Halbach, par exemple, génèrent un champ magnétique relativement homogène à l'aide d'aimants longs. Ils ont déjà été utilisés en relaxométrie RMN bas champ ; voir par exemple les références [55, 14].

Nous retiendrons que si la polarisation d'un long aimant tourne d'un certain angle, l'induction magnétique tourne de l'angle opposé. La figure 3.2 illustre ce phénomène dans le cas d'un angle $\pi/2$ et d'un aimant rectangulaire.

3.1.2 Courant Ampériens et charges magnétiques équivalentes

Dans un matériau uniformément aimanté, l'induction magnétique peut être calculée en utilisant des courants surfaciques équivalents [56] :

$$\mathbf{j}_S = \mathbf{J} \times \mathbf{n} \quad (3.6)$$

où \mathbf{j}_S est une densité surfacique de courants, \mathbf{J} est la polarisation magnétique de l'aimant et \mathbf{n} est un vecteur unitaire normal à la surface. Un aimant peut encore être représenté par des charges magnétiques fictives équivalentes définies par

$$\rho_m = -\text{div}\mathbf{J} \quad (3.7)$$

$$\sigma_m = \mathbf{J} \cdot \mathbf{n}, \quad (3.8)$$

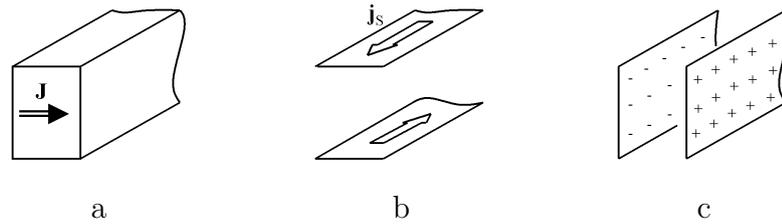


Fig. 3.3 – Équivalence entre un aimant (a), une densité de courant (b) et une densité de charges magnétiques (c).

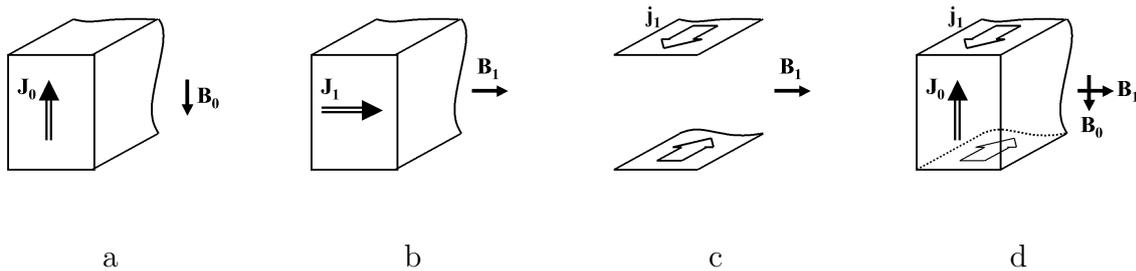


Fig. 3.4 – Système à champs magnétiques corrélés.

ρ_m étant une densité de charges volumiques, σ_m une densité de charges surfaciques. Ainsi, l'aimant de la figure 3.3a est équivalent aux densités de courant de la figure 3.3b et aux charges magnétiques de la figure 3.3c.

3.1.3 Champs magnétiques corrélés

Prenons un aimant long (Fig. 3.4a) qui génère une induction \mathbf{B}_0 . Si l'on pivote la polarisation de cet aimant d'un angle $\pi/2$ (Fig. 3.4b), l'induction tourne de l'angle opposé et l'on obtient une induction \mathbf{B}_1 . D'après l'équation (3.5), les inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 sont perpendiculaires et corrélées. Maintenant, remplaçons l'aimant par une densité de courant équivalente, *i.e.* une bobine ajustée à ses dimensions (Fig. 3.4c). Les inductions magnétiques créées par la bobine et par l'aimant sont corrélées et perpendiculaires (Fig. 3.4d), et ceci est vrai partout ! A condition que le système soit suffisamment long, ce qu'il faudra vérifier par la suite. Notons également que l'induction magnétique \mathbf{B}_0 est constante alors que l'induction \mathbf{B}_1 peut être alternative.

3.2 Système à un aimant

3.2.1 Induction créée par un aimant 2D

L'aimant et l'antenne présentés sur la figure 3.5 forment une sonde RMN élémentaire, à partir de laquelle nous pourrions construire des systèmes plus compliqués. L'induction

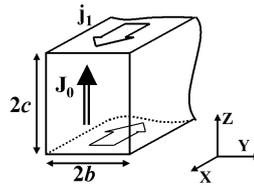


Fig. 3.5 – Dispositif élémentaire générant deux champs corrélés.

magnétique créée par l'aimant est [57]

$$\begin{aligned}
 B_Y &= \frac{J_0}{4\pi} \ln \frac{[(b-y)^2 + (c+z)^2][(b+y)^2 + (c-z)^2]}{[(b+y)^2 + (c+z)^2][(b-y)^2 + (c-z)^2]} \\
 B_Z &= \frac{J_0}{4\pi} \left\{ \arctan \frac{y-b}{z-c} - \arctan \frac{y+b}{z-c} \right. \\
 &\quad \left. - \arctan \frac{y-b}{z-c} + \arctan \frac{y+b}{z+c} \right\}
 \end{aligned} \tag{3.9}$$

où J_0 est la polarisation et b et c sont les dimensions de l'aimant. L'induction créée par l'antenne peut également être calculée à partir de cette formule, en faisant le changement de variables

$$\begin{cases} y' \leftarrow -z \\ z' \leftarrow y \\ b' \leftarrow c \\ c' \leftarrow b \end{cases}$$

L'induction est évidemment homogène suivant l'axe X – le système est bidimensionnel – mais pas dans le plan YZ . La figure 3.6 montre l'induction calculée par l'équation (3.9). L'induction est constante sur chaque ligne de contour de la figure 3.6b et reste relativement constante autour de chaque ligne. La zone utile pour des applications RMN est donc un cylindre dont la base est donnée par deux contours. La distance entre la zone de mesure et l'aimant dépend de la fréquence d'excitation du système : plus on s'éloigne de l'aimant et plus la fréquence de résonance diminue. Pour résumer :

- l'induction magnétique est constante dans le sens de la longueur de l'aimant ;
- l'induction est constante sur des contours en « papillons » dont la position dépend de la fréquence d'excitation ;
- le gradient de l'induction ne s'annule pas.

Nous avons tracé la courbe $B_1 = f(B_0)$ sur la figure 3.7. Cette courbe montre que les deux inductions sont très corrélées. Ceci est vrai si le système est très long, les bobines parfaitement ajustées sur les aimants, etc.

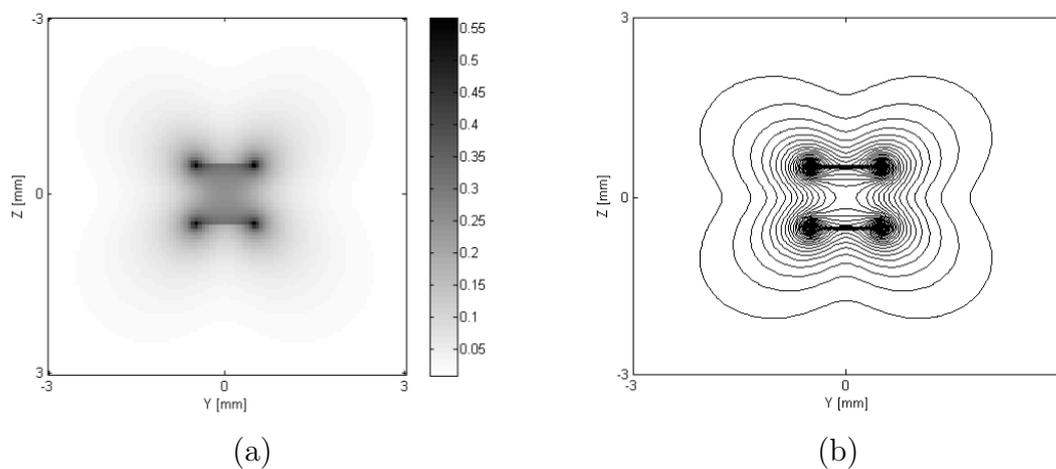


Fig. 3.6 – Induction [T] créée par un aimant 2D de dimensions 1×1 mm et de polarisation $J_0 = 1$ T (a). Lignes de niveau de ce champ (b).

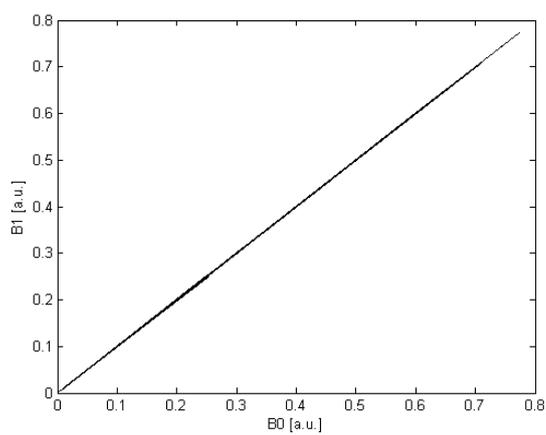


Fig. 3.7 – Corrélation des inductions dans un système à deux dimensions.

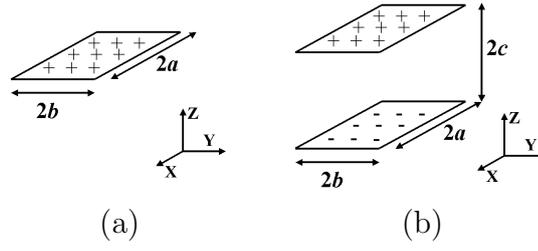


Fig. 3.8 – Distribution de charges magnétiques (a) et aimant(b).

3.2.2 Effets de bord

3.2.2.1 Induction créée par un aimant 3D

L'induction magnétique créée par une distribution rectangulaire de charges magnétiques peut être calculée analytiquement. On trouve les résultats dans plusieurs ouvrages [57, 58] :

$$\begin{aligned}
 B_X^{ab} &= \frac{J_0}{4\pi} \ln \left[\frac{y+b+\sqrt{(y+b)^2+(x-a)^2+z^2}}{y-b+\sqrt{(y-b)^2+(x-a)^2+z^2}} \right. \\
 &\quad \left. \cdot \frac{y-b+\sqrt{(y-b)^2+(x+a)^2+z^2}}{y+b+\sqrt{(y+b)^2+(x+a)^2+z^2}} \right] \\
 B_Y^{ab} &= \frac{J_0}{4\pi} \ln \left[\frac{x+a+\sqrt{(y-b)^2+(x+a)^2+z^2}}{x-a+\sqrt{(y-b)^2+(x-a)^2+z^2}} \right. \\
 &\quad \left. \cdot \frac{x-a+\sqrt{(y+b)^2+(x-a)^2+z^2}}{x+a+\sqrt{(y+b)^2+(x+a)^2+z^2}} \right] \\
 B_Z^{ab} &= \frac{J_0}{4\pi} \left[\arctan \frac{(x+a)(y+b)}{z\sqrt{(x+a)^2+(y+b)^2+z^2}} \right. \\
 &\quad + \arctan \frac{(x-a)(y-b)}{z\sqrt{(x-a)^2+(y-b)^2+z^2}} \\
 &\quad - \arctan \frac{(x+a)(y-b)}{z\sqrt{(x+a)^2+(y-b)^2+z^2}} \\
 &\quad \left. - \arctan \frac{(x-a)(y+b)}{z\sqrt{(x-a)^2+(y+b)^2+z^2}} \right]
 \end{aligned} \tag{3.10}$$

où J_0 est la polarisation magnétique de l'aimant. Les axes et les paramètres a et b sont donnés sur la figure 3.8a. D'après l'équation (3.8), un aimant parallélépipédique se comporte comme deux distributions de charges de signes opposés (Fig. 3.8b); il génère donc une induction

$$\mathbf{B}_0^{abc}(x, y, z) = \mathbf{B}^{ab}(x, y, z - c) - \mathbf{B}^{ab}(x, y, z + c). \tag{3.11}$$

De même, l'induction créée par une antenne bobinée sur cet aimant est :

$$\mathbf{B}_1^{abc}(x, y, z) = \mathbf{R}_{-\pi/2} \{ \mathbf{B}^{ac}(x, -z, y + b) - \mathbf{B}^{ac}(x, -z, y - b) \}. \tag{3.12}$$

où $\mathbf{R}_{-\pi/2}$ est une matrice de rotation d'angle $\pi/2$.

L'induction créée par une distribution finie de dipôles magnétiques (Fig. 3.9) permet d'étudier simplement l'influence des effets de bord sur la corrélation entre le champ de

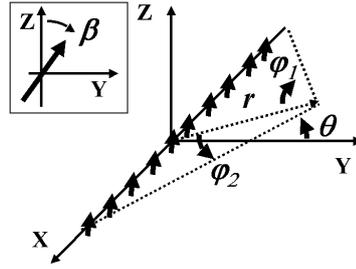


Fig. 3.9 – Distribution finie de dipôles magnétiques.

l'antenne et celui de l'aimant. Après quelques calculs, on trouve [59]

$$d\mathbf{B} \begin{cases} dB_r = \frac{JdS}{16\pi r^2} \cos(\theta - \beta) (\sin 3\varphi_1 + \sin 3\varphi_2 + 5 \sin \varphi_1 + 5 \sin \varphi_2) \\ dB_\theta = \frac{JdS}{4\pi r^2} \sin(\theta - \beta) (\cos \varphi_1 + \cos \varphi_2) \\ dB_Z = \frac{JdS}{12\pi r^2} \cos(\theta - \beta) (\cos \varphi_1 - \cos \varphi_2) \end{cases} \quad (3.13)$$

où JdS est une densité de charges magnétiques (voir le paragraphe 3.1.1). Dans une répartition finie, $\varphi_1 = \pi/2 - \Delta\varphi$ ou $\varphi_2 = \pi/2 - \Delta\varphi$. On retrouve l'équation (3.2) par un développement limité si $\Delta\varphi^2 \ll 1$. Les champs magnétiques statique et RF sont donc corrélés si

$$\Delta\varphi^2 \ll 1. \quad (3.14)$$

Cette condition est très approximative car elle ne prend pas en compte la forme de la sonde ; elle a l'avantage de donner rapidement un ordre de grandeur.

3.2.2.2 Homogénéité de l'induction créée par un aimant 3D

L'induction magnétique créée par un aimant long (de dimensions $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$) a été calculée à partir de l'équation (3.11) ; le résultat est donné sur la figure 3.10. L'induction reste très homogène dans le sens de la longueur (Fig. 3.10a). Par contre, l'induction dans le plan YZ est modifiée dès que l'on « voit » les bords du système : les contours en papillons de la figure 3.6b sont remplacés par les contours plus ronds de la figure 3.10b quand on s'éloigne de l'aimant. La zone de mesure utile pour la RMN est un cylindre dont la base est donnée par deux contours de la figure 3.10b. La longueur du système a peu d'influence sur l'homogénéité du champ magnétique : la zone de mesure est déformée par les effets de bords mais elle n'est pas réduite.

3.2.2.3 Corrélation de \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 en 3D

Dans le paragraphe précédent, nous avons étudié l'influence de la longueur du système sur l'homogénéité de l'induction : nous en avons conclu que l'homogénéité du champ est peu perturbée par les effets de bord. Mais la corrélation des champs magnétiques n'est pas assurée en 3D : le système décrit dans le paragraphe 3.1.3 est infiniment long. Nous verrons que l'influence des effets de bord sur la corrélation des champs est critique, car

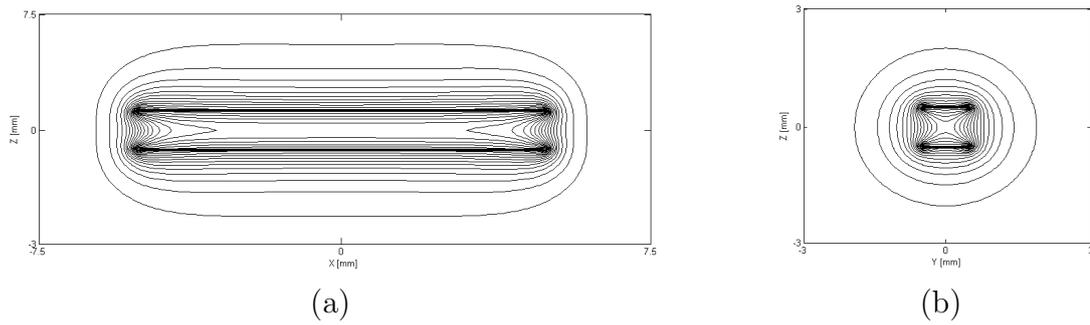


Fig. 3.10 – Induction créée par un aimant de dimensions $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$, dans les plans XZ en $Y = 0 \text{ cm}$ (a) et YZ en $X = 0 \text{ cm}$ (b).

pour mesurer des déplacements chimiques en champ inhomogène les inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 doivent être très bien corrélées.

Nous définissons *l'erreur de corrélation relative*

$$E_g = \frac{B_0^{abc} - [1 + g] B_1^{abc}}{B_0^{abc}} \quad (3.15)$$

où les inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 sont normalisées. Cette erreur sera notée E si $g = 0$. Nous définissons aussi une *erreur de corrélation absolue*, que nous utiliserons pour simplifier certains calculs :

$$\epsilon = B_0^{abc} - B_1^{abc}. \quad (3.16)$$

Enfin, le coefficient

$$C(r, r') = \frac{\Delta B_1(r, r')}{\Delta B_0(r, r')}, \quad (3.17)$$

avec $\Delta B(r, r') = B(r) - B(r')$, a une influence directe sur la refocalisation des moments magnétiques. Nous avons montré dans le chapitre 2 que la densité de probabilité $f(C)$ est, à une constante de temps près, la réponse impulsionnelle d'un filtre linéaire qui atténue le signal d'écho de nutation.

L'erreur de corrélation relative a été calculée pour un barreau de dimensions $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$: le résultat est donné sur la figure 3.11a. Sur la figure 3.11b nous avons affiché en noir les pixels pour lesquels l'erreur de corrélation est inférieure à 1000 ppm. Peu de pixels vérifient cette condition ! L'erreur est relativement importante mais elle s'annule sur les diagonales de la sonde. En effet, en utilisant les équations (3.11) et (3.12) et les symétries de l'induction magnétique on remarque que si

$$\begin{aligned} b &= c \\ y &= \pm z \end{aligned} \quad (3.18)$$

alors

$$B_0^{abc} = B_1^{abc}. \quad (3.19)$$

La corrélation des inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 n'est donc pas très bonne pour le système décrit ci-dessus. Pour pallier ce problème, la solution la plus simple consiste à allonger

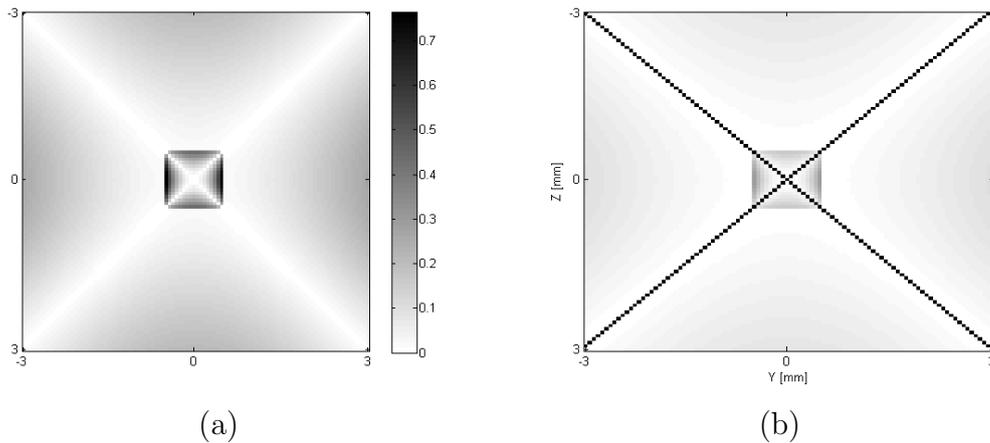


Fig. 3.11 – Erreur de corrélation pour un aimant de $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ (a). L'erreur est inférieure à 1000 ppm pour les pixels noirs de la figure (b).

l'antenne et l'aimant. Nous avons calculé l'erreur de corrélation relative pour différentes longueurs allant de 20 à 100 cm. La figure 3.12 donne dans chaque cas la zone où l'erreur est inférieure à 1000 ppm : il apparaît clairement que la corrélation s'améliore quand la longueur de l'aimant augmente. Les courbes 3.13a et 3.13b donnent le nombre de pixels du plan $X = 0$ vérifiant respectivement $E < 1000 \text{ ppm}$ et $E < 100 \text{ ppm}$, en fonction de la longueur de la sonde. Sur la figure 3.13a, on constate qu'après un certain seuil le nombre de pixels « corrélés » augmente quasi-linéairement avec la longueur de la sonde. Cet effet est moins visible sur la courbe 3.13b : pour les faibles longueurs, seuls les pixels qui sont exactement sur la diagonale vérifient $E < 100 \text{ ppm}$; il y a donc une forte imprécision sur les premières valeurs de la courbe.

La figure 3.14 donne la densité de probabilité de $C(r, r')$ pour différentes longueurs du système. Plus l'aimant est long, plus l'écart type de C est faible : le signal d'écho de nutation sera alors plus important et moins étalé dans le temps.

3.2.3 Mauvais ajustement de l'antenne et de l'aimant

Dans les paragraphes précédents, nous avons supposé que les bobines étaient parfaitement ajustées aux aimants. Introduisons maintenant un léger décalage entre l'aimant et l'antenne (Fig. 3.15) : la corrélation entre \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 risque d'être dégradée. La courbe $B_1 = f(B_0)$, avec un décalage de 1000 ppm, est donnée sur la figure 3.16. Si cette courbe a toujours l'allure d'une droite, on constate qu'elle s'est un peu élargie par rapport à la courbe de la figure 3.7 : ceci indique que la corrélation des champs est moins bonne dans ce cas. En y regardant de plus près, on s'aperçoit que la corrélation des champs n'est plus linéaire mais que

$$B_1 = [1 + g(y, z)] B_0 \quad (3.20)$$

avec $g(y, z) \ll 1$. Sur la figure 3.17, nous traçons les zones où l'erreur E_g est inférieure à 100 ppm, pour plusieurs valeurs de g . Cette figure montre que le rapport B_1/B_0 dépend de la position des pixels. Cette non-linéarité a peu d'influence sur l'utilisation de ce système en tant que sonde RMN, car il suffit de choisir un volume de mesure sur lequel le coefficient g est relativement constant.

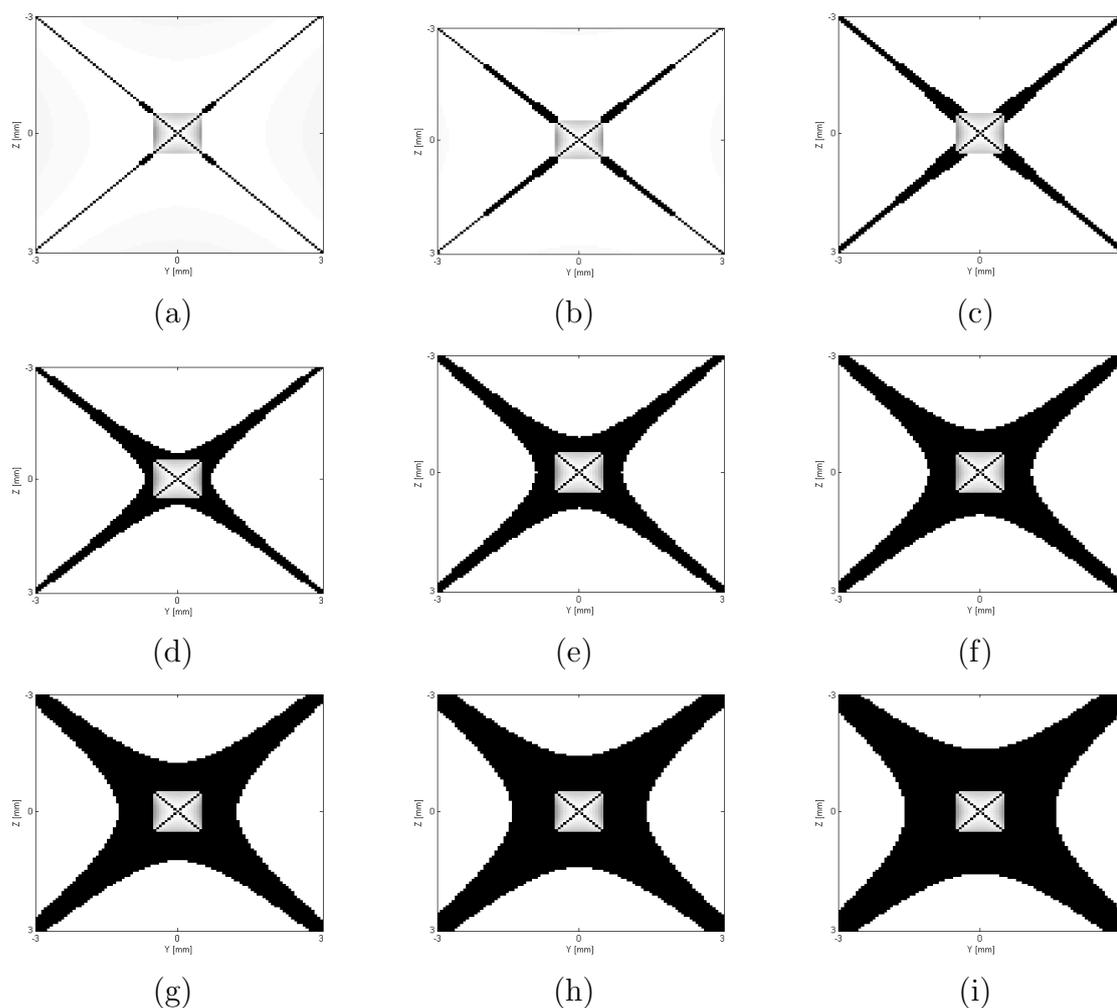


Fig. 3.12 – Corrélation et effets de bord dans le plan YZ , en $X = 0$ cm. Dans la région noire, l'erreur de corrélation est inférieure à 1000 ppm. La section de l'aimant vaut 1×1 cm² et la longueur vaut : 20 cm (a), 30 cm (b), 40 cm (c), 50 cm (d), 60 cm (e), 70 cm (f), 80 cm (g), 90 cm (h) et 100 cm (i).

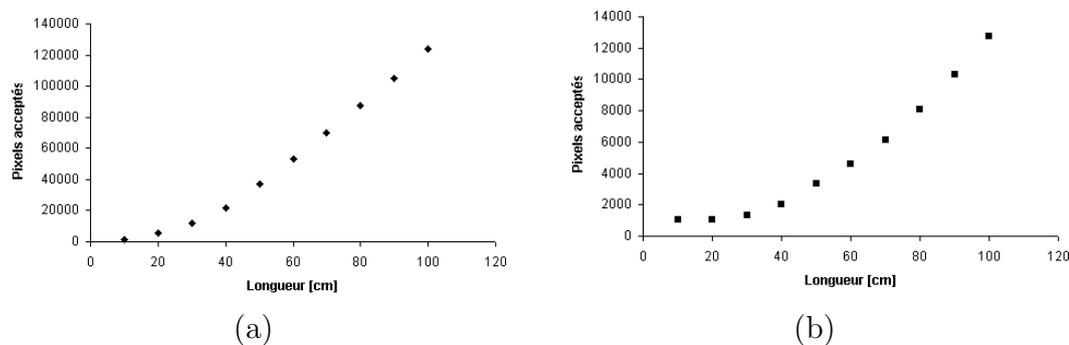


Fig. 3.13 – Nombre de pixels du plan $X = 0$ qui vérifient $E < 1000$ ppm et $E < 100$ ppm, en fonction de la longueur de la sonde. Section de la sonde : 1×1 cm². Ces courbes ne prennent pas en compte les pixels de coordonnées $|Y| > 3$ cm et $|Z| > 3$ cm.

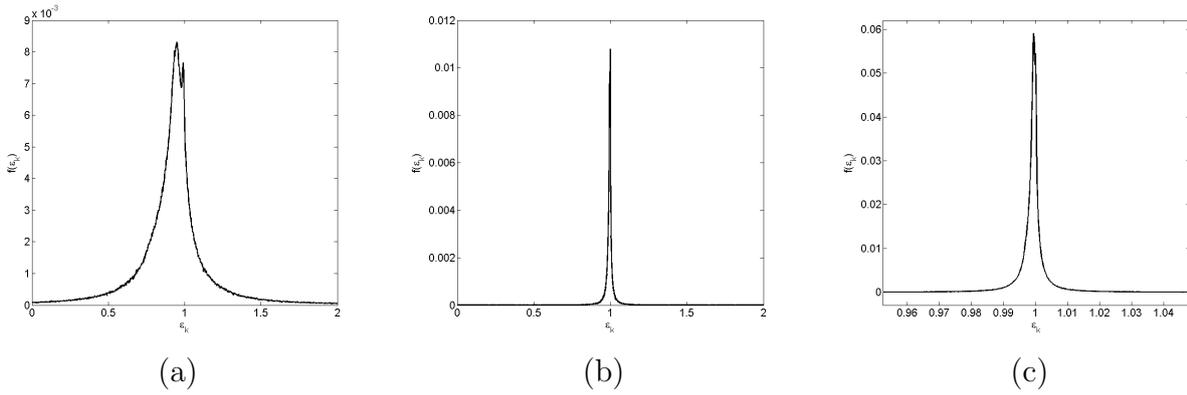


Fig. 3.14 – Densité de probabilité de $C(r, r')$, pour un aimant de section $5 \times 5 \text{ mm}^2$, de longueur 5 cm (a), 20 cm (b) et 50 cm (c). La variance de $C(r, r')$ est $\sigma_C^2 = 0.056$ (a), $\sigma_C^2 = 0.0051$ (b), $\sigma_C^2 = 0.00082$ (c).

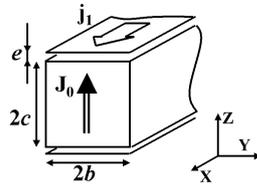


Fig. 3.15 – Décalage entre l'antenne et l'aimant, en 2D.

Quel que soit g , l'erreur de corrélation dépend du décalage entre l'antenne et l'aimant. La figure 3.18 montre l'élargissement de la densité de probabilité de $C(r, r')$ quand le décalage augmente.

Enfin, deux types de défauts peuvent être envisagés :

- soit l'antenne est décollée de l'aimant ;
- soit l'antenne dépasse de l'aimant.

Étant donné la symétrie du problème – l'antenne se comporte comme un aimant pivoté d'un angle $\pi/2$ – ces deux défauts sont équivalents (Fig 3.19).

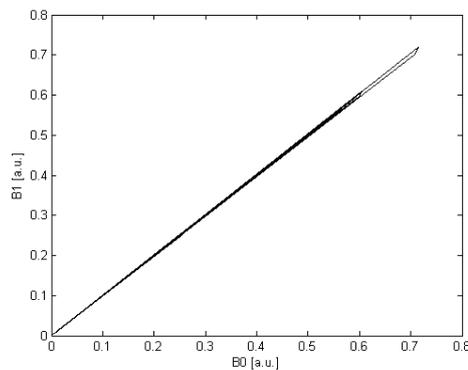


Fig. 3.16 – Corrélation des inductions \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 pour un système 2D de $1 \times 1 \text{ cm}^2$, avec un décalage de $10 \mu\text{m}$ entre l'antenne et l'aimant.

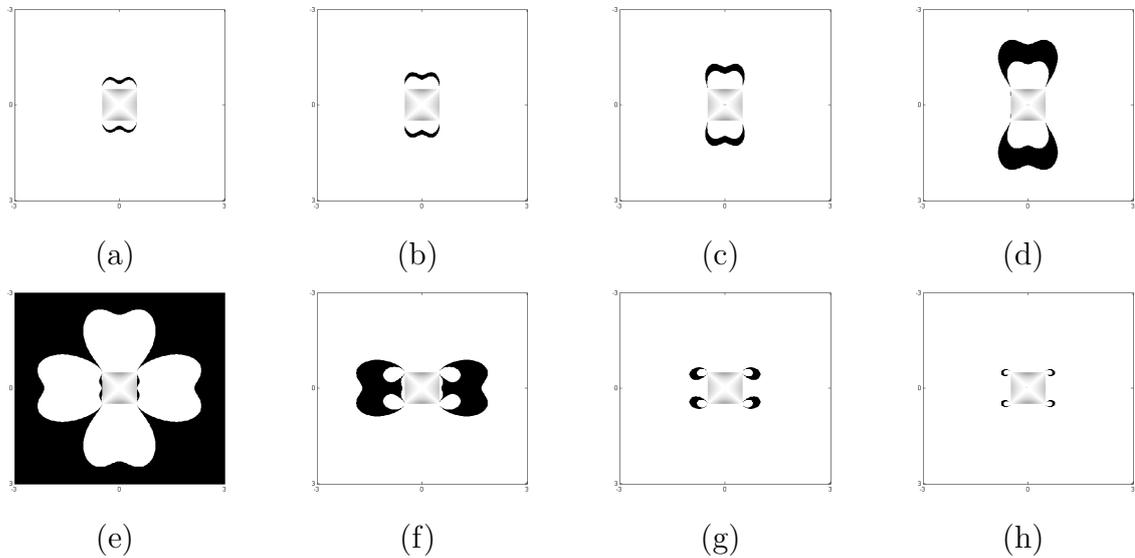


Fig. 3.17 – Effet d'un décalage entre l'antenne et l'aimant. Ces simulations sont faites en 2D avec un aimant de 1×1 cm. Le décalage est de 0.1% de la hauteur de l'aimant. Les pixels en noir vérifient la conditions : $E_g < 100$ ppm, avec $g = 0$ (a), $g = 250$ ppm (b), $g = 500$ ppm (c), $g = 750$ ppm (d), $g = 1000$ ppm (e), $g = 1250$ ppm (f), $g = 1500$ ppm (g), $g = 1750$ ppm (h).

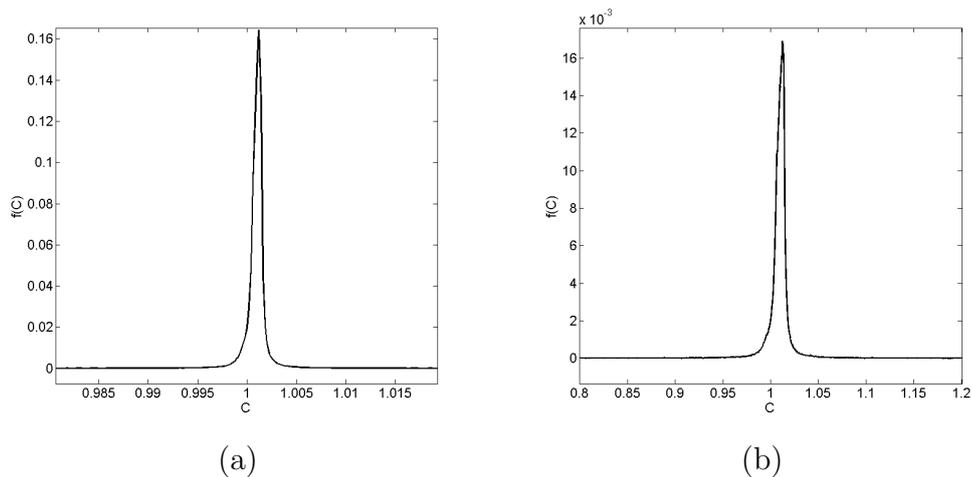


Fig. 3.18 – Effet d'un décalage sur le coefficient $C(r, r')$. Ces simulations sont faites en 2D avec un aimant de 1×1 cm. (a) Décalage de 0.1% de la hauteur de l'aimant. Valeur moyenne : $C_0 = 1.0026$; variance : $\sigma_C^2 = 0.0054$. (b) Décalage de 1% de la hauteur de l'aimant. Valeur moyenne : $C_0 = 1.0108$; variance : $\sigma_C^2 = 0.0063$.

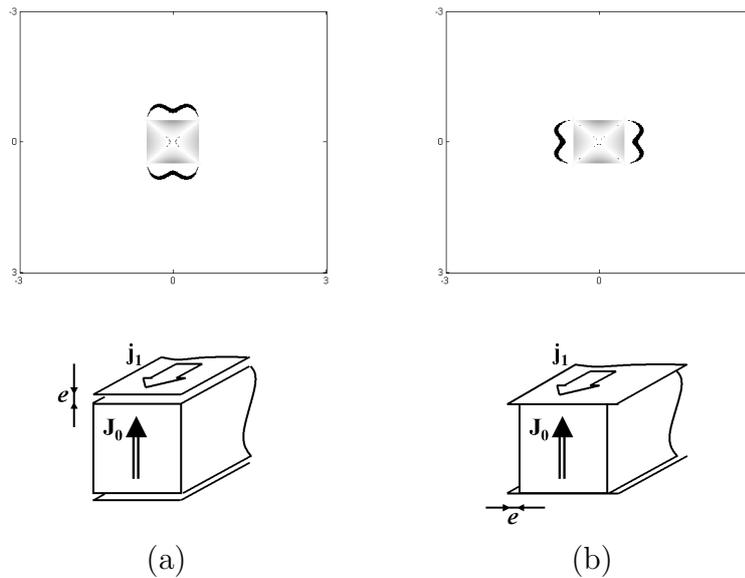


Fig. 3.19 – Défauts d'ajustement. L'antenne peut être décollée de l'aimant (a) ou être trop large (b). Les pixels noirs représentent les points où les inductions sont corrélées.

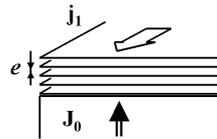


Fig. 3.20 – L'antenne réelle est considérée comme un empilement de d'antennes infiniment fines.

3.2.4 Épaisseur des conducteurs

Les conducteurs utilisés pour l'antenne ont une certaine épaisseur, qui dépend de la technologie employée : par exemple, $35 \mu\text{m}$ pour un circuit imprimé. Si cette épaisseur est plus fine que l'épaisseur de peau, la densité de courant est relativement constante sur toute l'épaisseur de l'antenne. Les courants qui circulent loin de l'aimant – sur la surface extérieure de l'antenne – créent le même effet qu'un mauvais ajustement de l'antenne. Pour simuler l'effet de l'épaisseur des conducteurs, nous avons calculé l'induction magnétique de l'antenne pour plusieurs décalages, puis nous avons additionné toutes les inductions (Fig. 3.20). Les résultats de cette simulation (Fig. 3.21) montrent que l'effet de l'épaisseur des conducteurs est semblable à l'effet d'un léger décalage entre l'antenne et l'aimant.

3.2.5 Matériaux magnétiques

3.2.5.1 Résistivité et effet de peau

Dans le système magnétique décrit plus haut, l'antenne est collée à l'aimant : l'induction RF génère des courants de Foucault. Ces courants ont deux effets négatifs :

- ils dissipent de la puissance ;
- ils s'opposent au champ de l'antenne.

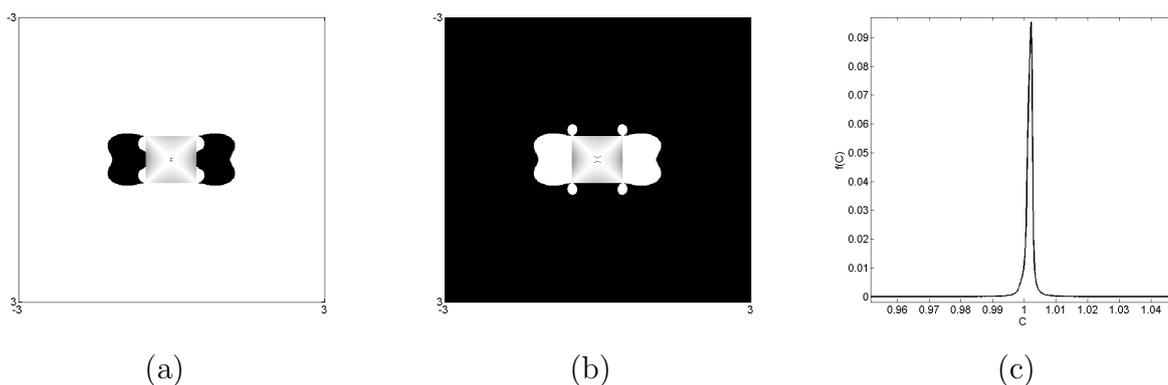


Fig. 3.21 – Influence de l'épaisseur des conducteurs. La simulation est faite pour un aimant de section $1 \times 1 \text{ cm}^2$. L'antenne a une épaisseur de $35 \mu\text{m}$. Les pixels noirs correspondent à une erreur $E_g < 1000 \text{ ppm}$, avec $g = 0$ (a) et $g = 0.2 \%$ (b). (c) Densité de probabilité de $C(r, r')$; moyenne : $C_0 = 1.0035$; variance : $\sigma_C^2 = 0.0055$.

La dissipation de puissance n'est pas l'effet le plus gênant : tant que l'échauffement des matériaux reste faible, il suffit d'augmenter la puissance fournie par le spectromètre RMN. Par contre, si l'induction de l'antenne est déformée par les courants de Foucault, la corrélation entre \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 est détruite.

Pour que ce système puisse fonctionner, il faut que l'induction RF puisse « entrer » dans l'aimant. Pour quantifier cet effet, nous utiliserons le rapport $\delta/2a$, où $2a$ est la hauteur (ou la largeur) de l'aimant et δ est l'épaisseur de peau :

$$\delta = \sqrt{\frac{2\rho}{\mu_0\mu_r\omega_0}}, \quad (3.21)$$

ρ étant la résistivité du matériau, μ_0 la perméabilité du vide, μ_r la perméabilité relative du matériau et ω_0 est la pulsation des courants RF. L'induction RF est peu perturbée par le matériau magnétique de l'aimant si

$$\delta/2a \gg 1. \quad (3.22)$$

Nous avons simulé l'effet des courants de Foucault par une méthode éléments finis (logiciel FLUX, développé au G2Elab et commercialisé par Cedrat). Pour plusieurs valeurs de $\delta/2a$, nous avons tracé la courbe $B_1 = f(B_0)$. Si l'épaisseur de peau est grande devant les dimensions de l'aimant, les induction \mathbf{B}_1 et \mathbf{B}_0 sont corrélées (Fig. 3.22a et Fig. 3.22b). Dès que les dimensions de l'aimant sont proches de l'épaisseur de peau, l'induction RF est très perturbée et la corrélation est détruite (Fig. 3.22c et Fig. 3.22d). Il est donc indispensable que la condition (3.22) soit respectée.

3.2.5.2 Choix d'un matériau magnétique

Pour ne pas perturber l'induction RF, il faut que l'épaisseur de peau soit plus grande que les dimensions – hauteur et largeur – de l'aimant : le choix d'un matériau magnétique va donc dépendre des dimensions du système. Le tableau 3.1 rappelle certaines propriétés physiques des matériaux magnétiques durs les plus courants. Les aimants en ferrite sont les seuls qui sont utilisables pour des applications de dimensions macroscopiques. Ces aimants

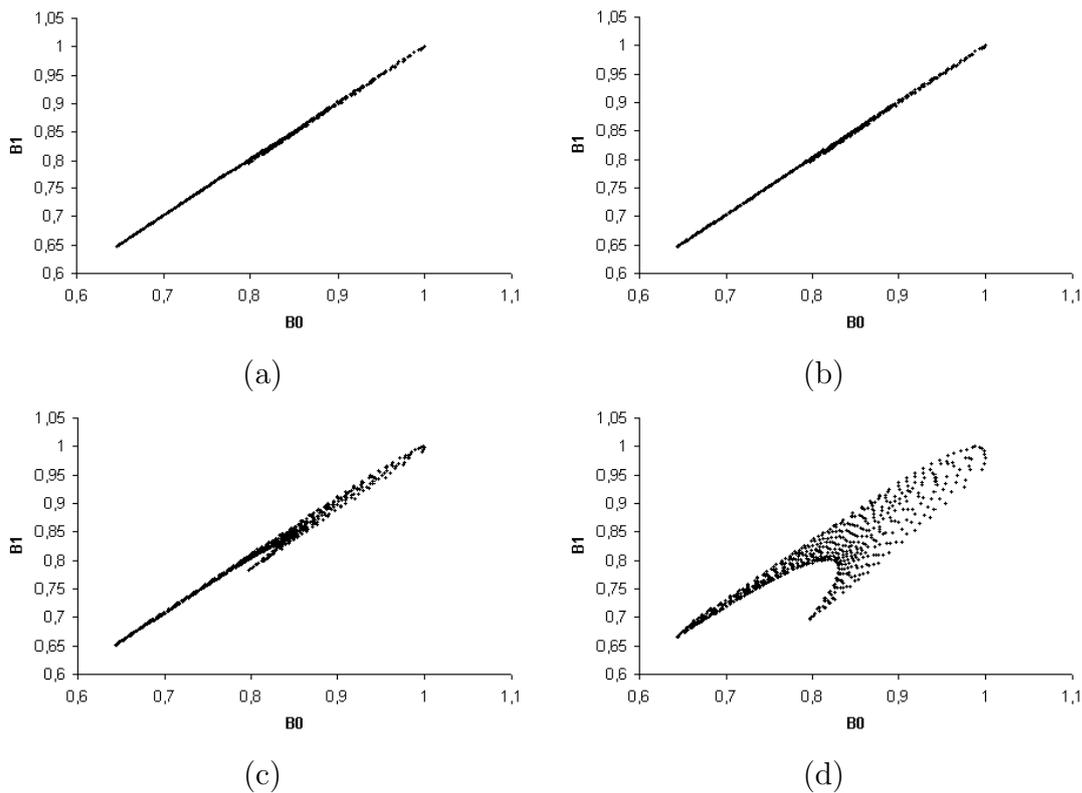


Fig. 3.22 – Effet des courants de Foucault dans l’aimant, pour différents rapports $\delta/2a$. (a) $\delta/2a = 14.2$, (b) $\delta/2a = 7.1$, (c) $\delta/2a = 2.8$, (d) $\delta/2a = 1.4$

ont aussi l’avantage d’être peu chers et plus légers que les autres ; ils ont l’inconvénient d’avoir une polarisation rémanente réduite – rappelons que le signal RMN varie en B_0^2 – et sont plus difficiles à usiner.

3.2.5.3 Aimants ferrites

Les aimants ferrites ont un certain nombre d’imperfections. En particulier, leur aimantation n’est pas parfaitement rigide et peut être perturbée par un champ extérieur.

Nous avons vu dans le paragraphe 3.1.2 qu’un matériau uniformément aimanté est équivalent à deux pôles constitués de charges magnétiques virtuelles surfaciques. Le champ magnétique que ces pôles créent à l’intérieur de l’aimant est appelé *champ démagnétisant*

Matériau	Aimantation rémanente [T]	Résistivité [$\Omega \cdot m$]	Épaisseur de peau à 5 MHz [m]
Neodyme-Fer-Bore	1.20 ... 1.50	$160 \cdot 10^{-8}$	$2.8 \cdot 10^{-4}$
Samarium-Cobalt	0.86 ... 1.10	$86 \cdot 10^{-8}$	$2.1 \cdot 10^{-4}$
Ferrite	0.26 ... 0.40	10^4	50

Tab. 3.1 – Aimantation et résistivité des principaux matériaux magnétiques durs.

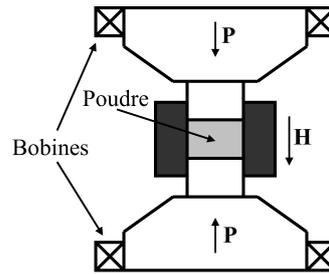


Fig. 3.23 – Fabrication des aimants ferrite et compression sous champ magnétique [60].

car il s'oppose à la polarisation magnétique. En général, le champ démagnétisant n'est pas constant à l'intérieur d'un matériau ; ceci dépend principalement de la forme de l'aimant. Dans notre application, nous utilisons des aimants de section rectangulaire. Dans ce cas, le champ démagnétisant est plus important dans les angles.

Les matériaux ferrites sont constitués de grains monocristallins. Lors de la fabrication, ces grains sont pressés sous un champ magnétique (Fig. 3.23). Ce traitement permet d'orienter leur axe d'aimantation dans une direction privilégiée. En fin de compression, les forces mécaniques appliquées sur les grains sont largement supérieures aux forces magnétiques. L'écrasement de l'arrangement magnétique engendre une désorganisation des grains autour de l'axe magnétique.

Le champ démagnétisant exerce un couple sur les moments magnétiques des grains : ces moments magnétiques pivotent légèrement, ce qui modifie le champ magnétique statique (Fig. 3.24). Ce basculement de la polarisation des grains a pour effet de diminuer légèrement l'aimantation macroscopique. On peut définir une susceptibilité magnétique χ :

$$\mathbf{J} = \mathbf{J}_0 + \mu_0 \chi \mathbf{H} \quad (3.23)$$

où \mathbf{H} est un champ magnétique opposé au champ de l'aimant et orienté selon l'axe de facile aimantation. Pour des aimants en ferrite, $\chi \approx 5\%$.

Cependant, les aimants ont un comportement anisotrope : leur comportement dépend fortement de l'axe selon lequel est appliqué le champ démagnétisant. Si l'effet de la composante du champ démagnétisant parallèle à l'axe de facile aimantation est relativement simple à simuler, par approximations successives, l'effet de la composante perpendiculaire à l'axe de facile aimantation est plus difficile à estimer. En pratique, cette composante perpendiculaire a tendance à désaimanter légèrement les coins de l'aimant.

En raison de l'absence de modèle simple de basculement de l'aimantation d'un aimant ferrite soumis à un champ magnétique transverse, nous n'avons pas simulé cet effet. Son influence semble limitée devant celle des imperfections créées par :

- la découpe des aimants ;
- la dispersion des axes de facile aimantation liée aux inhomogénéités du champ magnétique lors de la fabrication ;
- tous les défauts décrits dans les paragraphes précédents.

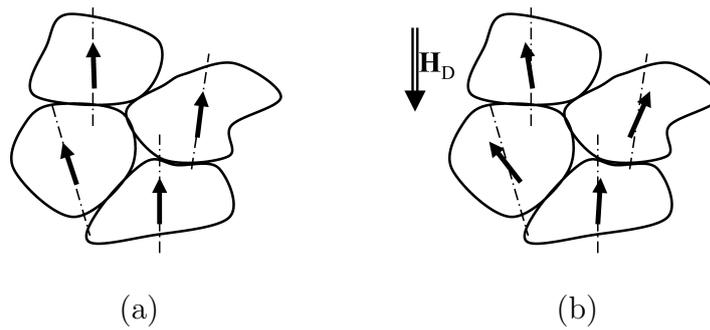


Fig. 3.24 – Orientation des polarisations magnétiques des grains de ferrite sans champ démagnétisant (a) et sous un champ démagnétisant (b). Les axes de facile aimantation sont en pointillés et les polarisations magnétiques sont en traits pleins.

3.3 Systèmes à plusieurs aimants

Le système magnétique que nous avons décrit dans la section précédente permet de créer deux champs magnétiques relativement corrélés. Il est possible d'associer plusieurs éléments de ce type, par exemple pour améliorer l'homogénéité de l'induction \mathbf{B}_0 . Nous verrons que certaines configurations sont préférables à d'autres, et que les effets de bord peuvent être limités par l'utilisation de plusieurs aimants.

3.3.1 Système à deux aimants

3.3.1.1 Configurations

Nous avons vu dans la partie 1 que l'homogénéité du champ magnétique est un paramètre très important en RMN. Même pour les expériences les plus simples – par exemple, la mesure des temps de relaxation T_1 et T_2 – le champ magnétique doit être relativement homogène.

Prenons deux aimants dans un espace à trois dimensions. Il existe une infinité d'associations possibles entre ces deux aimants! Nous nous restreindrons à l'étude des cas décrits sur la figure 3.25. Dans ces quatre configurations le gradient du champ magnétique s'annule dans plusieurs zones, ce qui facilite grandement les expériences de RMN. Le théorème de rotation de l'aimantation permet de montrer simplement que les configurations (a) et (b) sont équivalentes, et que les configurations (c) et (d) le sont aussi. Nous nous intéresserons seulement aux cas *antiparallèle* (a) et *parallèle* (c).

3.3.1.2 Aimants parallèles

L'induction créée par deux aimants parallèles (Fig. 3.25c) est

$$\mathbf{B}_0^{\uparrow\uparrow} = \mathbf{B}_0^{abc}(x, y + d, z) + \mathbf{B}_0^{abc}(x, y - d, z) \quad (3.24)$$

où \mathbf{B}_0^{abc} est donnée par l'équation (3.11) et d est la distance entre les deux aimants. La figure 3.26 donne l'induction $\mathbf{B}_0^{\uparrow\uparrow}$ pour un aimant de $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$. Sur cette figure, l'induction est relativement constante entre les deux aimants et en deux points situés en dessous et au-dessus du centre – notons toutefois que l'induction est beaucoup plus importante au centre. Le volume où le gradient de l'induction est faible est schématisé

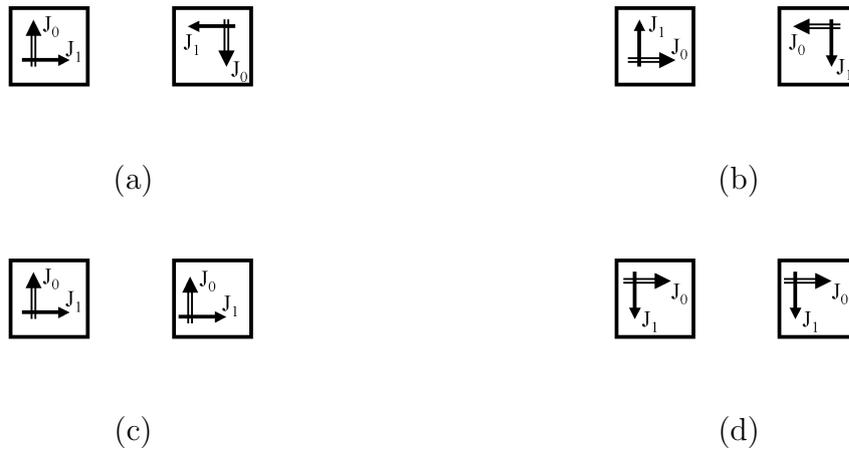


Fig. 3.25 – Quatre configurations étudiées. Les directions d’aimantation des aimants sont anti-parallèles (a,b) ou parallèles (c,d).

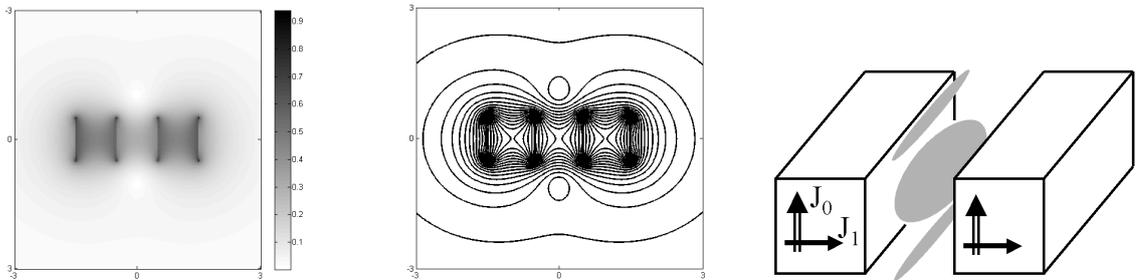


Fig. 3.26 – (a,b) Induction créée par deux aimants parallèles. Dimensions des aimants : $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$. Écart entre les aimants : 1 cm. Polarisation : 1 T. (c) Le gradient du champ magnétique est relativement faible sur la zone grisée.

sur la figure 3.26c. L’homogénéité est donc bien meilleure que pour un système à un seul aimant. L’influence des effets de bord reste sensiblement la même que pour la sonde décrite dans le paragraphe précédent : ce système peut fonctionner, à condition d’être très long.

3.3.1.3 Aimants antiparallèles

Intéressons nous maintenant aux systèmes à aimants antiparallèles (Fig. 3.25a). Ce type de système, conçu pour améliorer l’homogénéité de l’induction, permet aussi de limiter les effets de bord. L’induction magnétique créée par deux aimants antiparallèles est

$$\mathbf{B}_0^{\uparrow\downarrow} = \mathbf{B}_0^{abc}(x, y + d, z) - \mathbf{B}_0^{abc}(x, y - d, z) \quad (3.25)$$

où d est la distance entre les aimants. De même, l’induction créée par l’antenne est

$$\mathbf{B}_1^{\uparrow\downarrow} = \mathbf{B}_1^{abc}(x, y + d, z) - \mathbf{B}_1^{abc}(x, y - d, z) \quad (3.26)$$

L’erreur de corrélation absolue est

$$\epsilon^{\uparrow\downarrow}(x, y, z) = \left\| \mathbf{B}_0^{abc}(x, y + d, z) - \mathbf{B}_0^{abc}(x, y - d, z) \right\| \quad (3.27)$$

$$- \left\| \mathbf{B}_1^{abc}(x, y + d, z) - \mathbf{B}_1^{abc}(x, y - d, z) \right\|. \quad (3.28)$$

En utilisant les symmétries des champs \mathbf{B}_0^{abc} et \mathbf{B}_1^{abc} on montre facilement que

$$\epsilon^{\uparrow\downarrow}(0, 0, z) = 2 (\|\mathbf{B}_{0Y}^{abc}(0, d, z)\| - \|\mathbf{B}_{1Z}^{abc}(0, d, z)\|) \quad (3.29)$$

avec

$$\mathbf{B}_{0Y}^{abc}(0, d, z) = \mathbf{B}_Y^{ab}(0, d, z - c) - \mathbf{B}_Y^{ab}(0, d, z + c) \quad (3.30)$$

$$\mathbf{B}_{1Z}^{abc}(0, d, z) = -\mathbf{B}_Y^{ab}(0, -z, d - b) + \mathbf{B}_Y^{ab}(0, -z, d + b). \quad (3.31)$$

En remarquant que pour $x = 0$ la composante Y de l'équation (3.10) est invariante – au signe près – par la permutation

$$\begin{cases} y \leftarrow -z \\ z \leftarrow y - b \\ b \leftarrow c \end{cases} \quad (3.32)$$

et en remplaçant (3.30) et (3.31) dans l'équation (3.29), on trouve que

$$\epsilon^{\uparrow\downarrow}(0, 0, z) = 0. \quad (3.33)$$

Ce résultat n'est pas vrai pour les aimants parallèles décrits dans le paragraphe 3.3.1.2 : on montrerait, en suivant le même raisonnement que précédemment, que ceci est dû à la composante Z de l'équation (3.10) qui n'est pas invariante par la permutation (3.32).

La figure 3.27 donne l'induction créée par deux aimants antiparallèles de $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$. Le volume où l'induction est relativement homogène est schématisé sur la figure 3.27c. L'induction sur ce volume est

- plus faible que sur le volume au centre du système parallèle ;
- plus forte que sur le volume à l'extérieur du système parallèle.

La position de la zone homogène dépend du facteur de forme

$$K = b/c \quad (3.34)$$

où b est la largeur des aimants et c leur hauteur. Si ce facteur augmente, la zone homogène s'éloigne des aimants. La figure 3.28 montre l'évolution de la position de la zone homogène en fonction de K , en maintenant la longueur a et l'écart d/b constants.

Nous avons montré plus haut que l'erreur de corrélation s'annule sur une ligne qui passe au centre du système. (Eq. 3.33). Des simulations nous ont permis d'étudier ce qui se passe autour de cette ligne et des plans définis par l'équation (3.19). La figure 3.29 montre l'ensemble des points où l'erreur de corrélation relative est inférieure à 10 ppm (a) et à 100 ppm. Cette figure montre tout l'intérêt d'un système à aimants antiparallèles : les effets de bord sont très limités (à comparer avec la figure 3.11b par exemple). Il devient alors possible de diminuer la longueur des aimants et de la ramener à une valeur raisonnable. La figure 3.30 montre l'évolution de la corrélation des inductions, quand on s'approche des bord de l'aimant. D'après cette figure, pour un système de 10 cm de long, l'erreur de corrélation E est inférieure à 100 ppm sur une longueur de 2 cm et elle est inférieure à 1000 ppm sur 4 cm.

Le volume de mesure dépend de l'erreur de corrélation et de l'inhomogénéité maximales que l'on accepte. Pour plusieurs valeurs de l'erreur maximale, notée E_{MAX} par la suite, nous

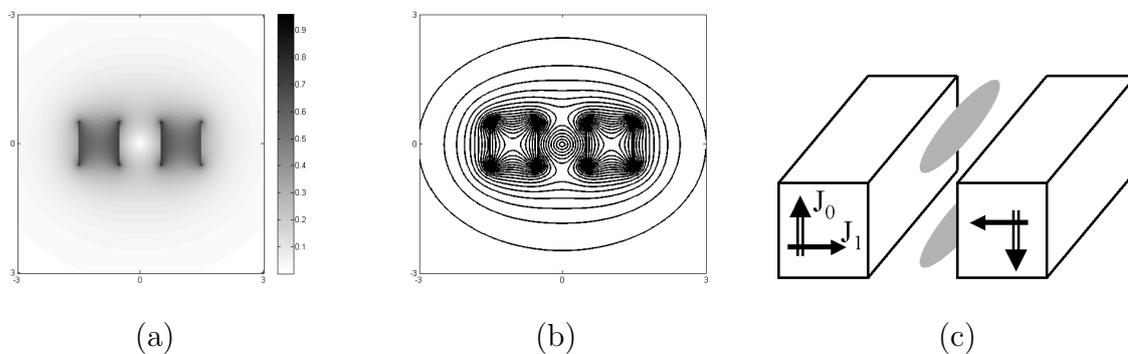


Fig. 3.27 – (a,b) Induction créée par deux aimants antiparallèles. Dimensions du système : $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$, écart de 1 cm entre les aimants. Polarisation : 1 T. (c) Le gradient du champ magnétique est relativement faible sur la zone grisée.

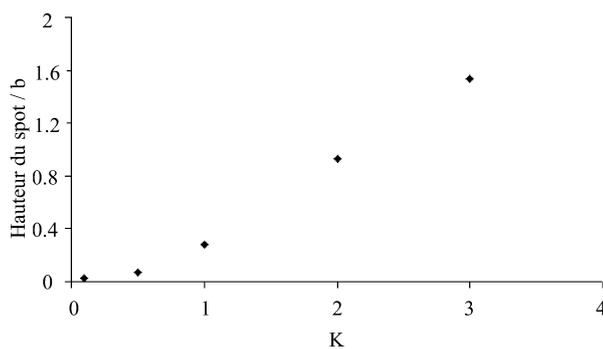


Fig. 3.28 – Distance entre le plan de la surface des aimants et la zone homogène, en fonction du facteur de forme $K = b/c$. Cette distance est normalisée par rapport à la hauteur b du système.

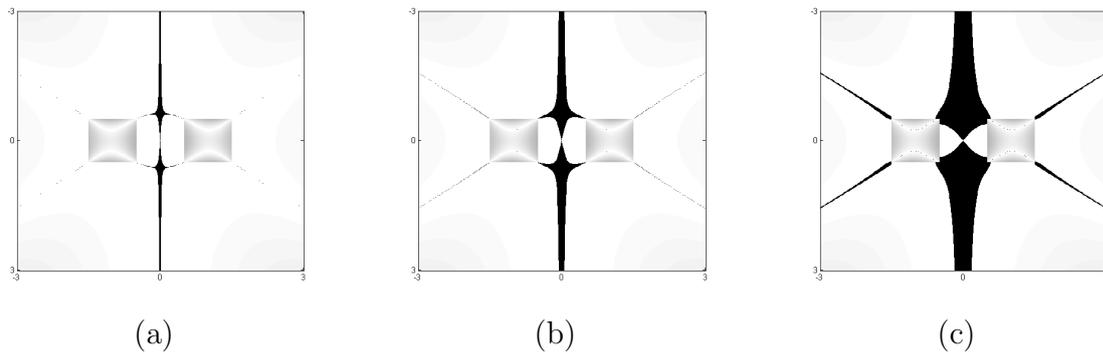


Fig. 3.29 – Erreur de corrélation pour deux aimants antiparallèles de dimensions $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ en $X = 0$. Écart entre les aimants : 1 cm. Les pixels noirs indiquent $E < 10 \text{ ppm}$ (a), $E < 100 \text{ ppm}$ (b) et $E < 1000 \text{ ppm}$ (c).

avons estimé le volume de mesure en comptant le nombre *voxels* vérifiant $E < E_{MAX}$ et $\Delta B < \Delta B_{MAX}$. La figure 3.31 montre l'évolution de ce volume pour deux aimants de $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ séparés de 1 cm.

Enfin, nous avons tracé la densité de probabilité de $C(r, r')$ pour des systèmes à aimants parallèles et antiparallèles (Fig. 3.32). L'écart type de C est beaucoup plus faible pour le système à aimants antiparallèles : ceci confirme l'intérêt de tels systèmes pour notre application.

3.3.1.4 Utilisation de prismes magnétiques

Les systèmes décrits plus haut présentent deux zones de mesures : une zone au-dessus de l'aimant, et l'autre en dessous. Pour des applications portables, il peut être intéressant de concentrer le champ magnétique sur une seule face de l'aimant.

Une telle sonde peut être réalisée à l'aide de prismes aimantés (Fig. 3.33), qui annulent le champ sur une face de l'aimant. Sur la figure 3.33a, les charges magnétiques équivalentes s'annulent partout sauf sur les faces supérieures des aimants. Ce système est donc équivalent à deux surfaces de charges magnétiques, ou à deux aimants infiniment hauts (Fig. 3.33b). Le champ démagnétisant est plus faible et l'intensité du champ magnétique statique est plus élevée. De plus, dans cette configuration, les courants d'excitations circulent sur une seule face du système. Le champ RF peut donc être créé par une antenne de surface, plus sensible et simple à construire.

Nous avons construit une sonde de ce type (Fig. 3.34) [59, 61, 62], à l'aide de prismes de ferrite. Les faces aimantées mesurent $8 \times 1 \text{ cm}^2$ et les dimensions totales de la sonde sont $8 \times 1.5 \times 3 \text{ cm}^3$. L'induction magnétique statique est de 0.1 T dans la zone de mesure.

3.3.2 Réseaux d'aimants

Après avoir étudié des systèmes magnétiques associant deux aimants, il semble naturel d'étudier les performances d'un réseau d'aimants. Deux types de réseaux ont été envisagés : un réseau d'aimants parallèles (Fig. 3.35a) et un réseau d'aimants antiparallèles (Fig. 3.35b). Ce type de structure a été étudié seulement en simulation.

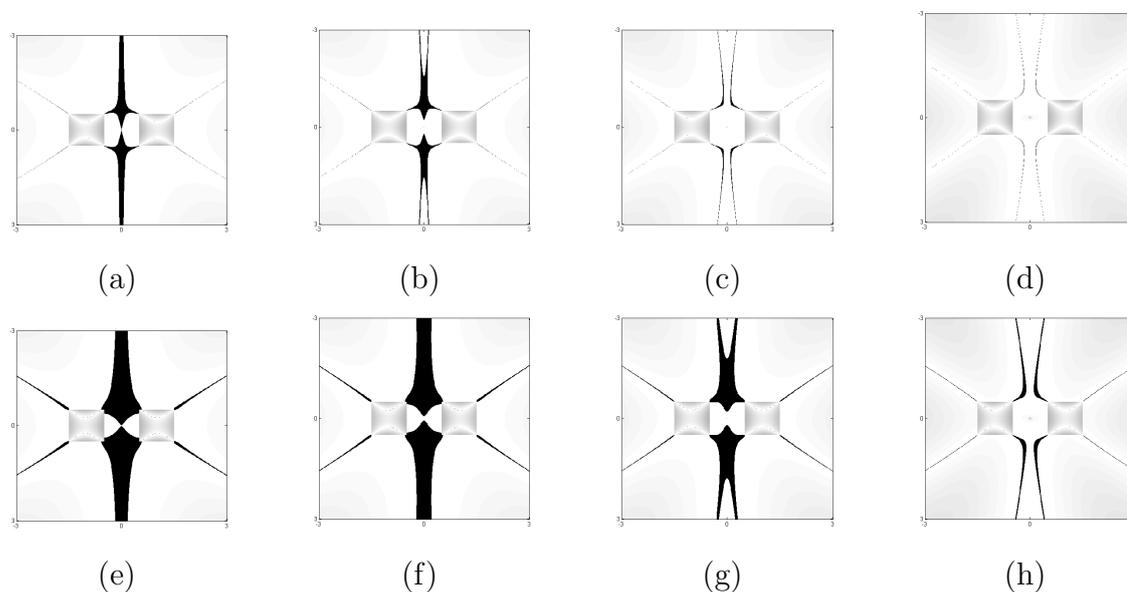


Fig. 3.30 – Évolution de la corrélation en fonction de X . Les aimants mesurent $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ et sont séparés de 1 cm. Les figures (a,b,c,d) représentent la région où $E < 100 \text{ ppm}$, pour $X = 0 \text{ cm}$, $X = 1 \text{ cm}$, $X = 2 \text{ cm}$ et $X = 3 \text{ cm}$, avec $X = 0$ au centre du système. Les figures (e,f,g,h) représentent la zone où $E < 1000 \text{ ppm}$, pour $X = 0 \text{ cm}$, $X = 1 \text{ cm}$, $X = 2 \text{ cm}$ et $X = 3 \text{ cm}$.

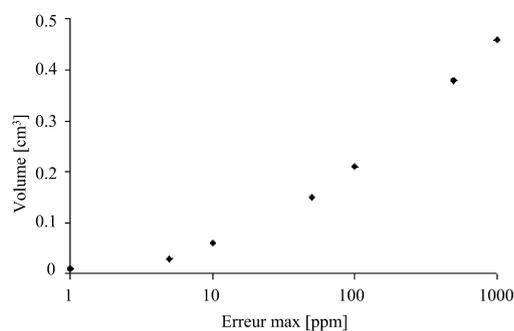


Fig. 3.31 – Évolution du volume de mesure en fonction de l'erreur de corrélation maximale, pour deux aimants de $10 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$ séparés de 1 cm. $\Delta B/B < 1\%$.

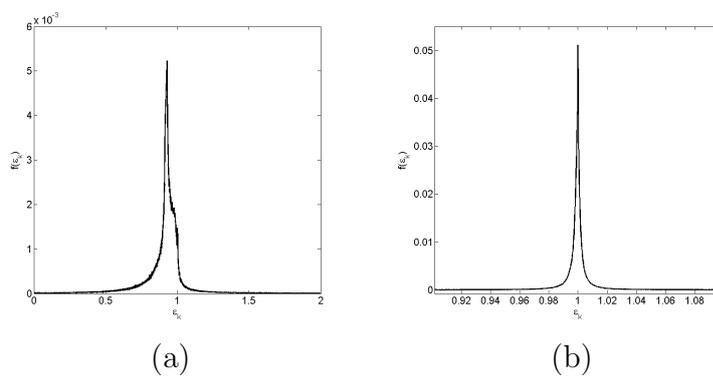


Fig. 3.32 – Densités de probabilité de $C(r, r')$ pour des aimants parallèles (a) et anti-parallèles (b).

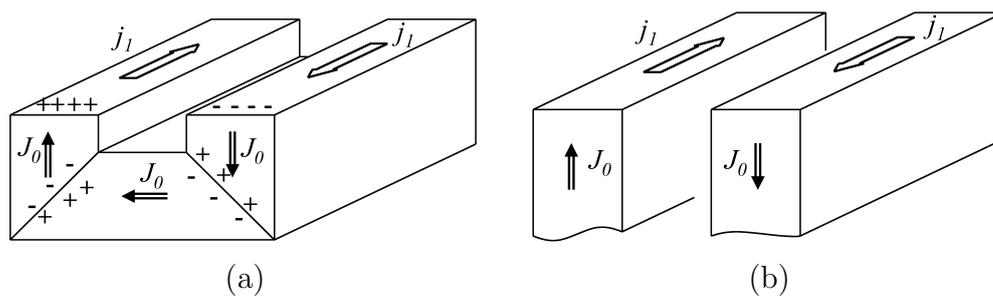


Fig. 3.33 – Système à prismes aimantés (a) et aimants infiniment hauts équivalents (b). L'induction RF est créée par les courants j_1 qui circulent sur une seule face du système.

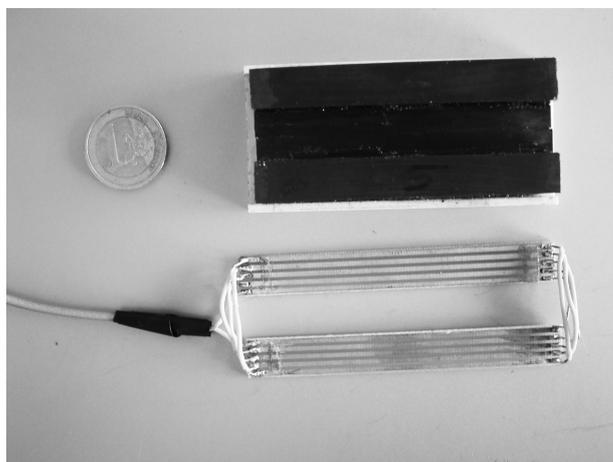


Fig. 3.34 – Sonde RMN portable et antenne.

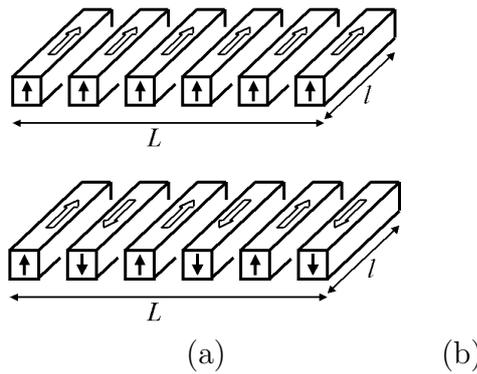


Fig. 3.35 – Réseaux d'aimants parallèles (a) et antiparallèles (b).

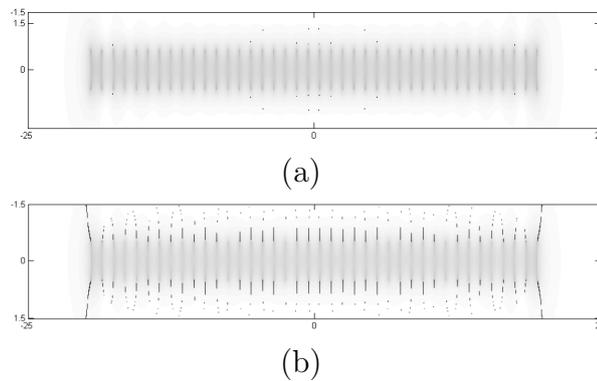


Fig. 3.36 – Corrélation des champs magnétiques pour un réseau de 20 aimants parallèles. La section des aimants est de $1 \times 1 \text{ cm}^2$ et la longueur vaut $l = 10 \text{ cm}$ (a) et $l = 100 \text{ cm}$ (b). $E < 100 \text{ ppm}$ pour les pixels noirs.

3.3.2.1 Réseau d'aimants parallèles

Dans un premier temps, nous avons simulé les performances d'un réseau d'aimants parallèles (Fig. 3.36). Des résultats de simulation sont donnés pour des aimants de longueur variable. Il apparaît très clairement que ce type de réseau n'est pas plus performant que le système à deux aimants parallèles décrit dans le paragraphe 3.3.1.2 : la corrélation des champs magnétiques n'est pas très bonne.

3.3.2.2 Réseau d'aimants antiparallèles

La figure 3.37 montre l'évolution de la corrélation des champs, pour un réseau d'aimants antiparallèles de section $1 \times 1 \text{ cm}^2$ et de longueur variable. Les performances d'un tel réseau sont meilleures que celles d'un système à 2 aimants antiparallèles. Notons aussi que le réseau antiparallèle donne de bien meilleurs résultats que le réseau parallèle.

Conclusion

Il est possible de créer des champs magnétiques statique et radiofréquence corrélés, en utilisant une antenne ajustée aux dimensions de l'aimant ; cette méthode est basée sur le théorème de rotation de l'aimantation et sur le modèle des courants ampériens. Ce

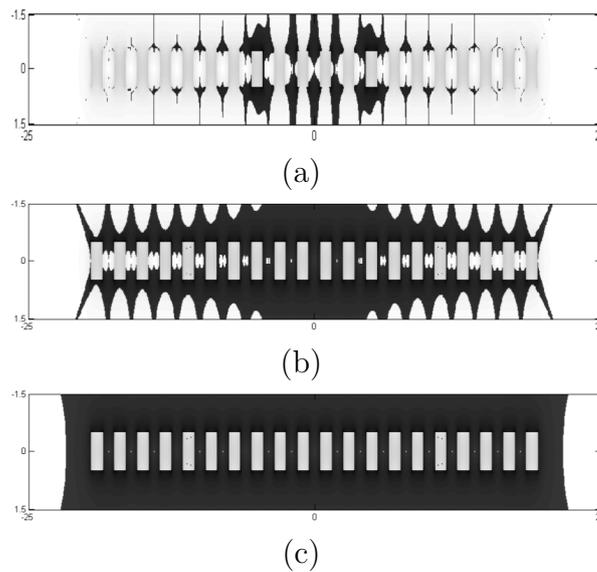


Fig. 3.37 – Corrélation des champs magnétiques pour un réseau de 20 aimants antiparallèles. La section des aimants est de $1 \times 1 \text{ cm}^2$ et la longueur vaut $l = 10 \text{ cm}$ (a), $l = 40 \text{ cm}$ (b) et $l = 100 \text{ cm}$ (c). $E < 100 \text{ ppm}$ pour les pixels noirs.

résultat est valable si l'aimant et l'antenne sont parfaits – conducteurs très fins, matériau magnétique idéal, etc. – et infiniment longs.

Après avoir défini une fonction d'erreur permettant de quantifier les défauts de corrélation, nous nous sommes intéressés aux imperfections présentes dans un système réel :

- la longueur du système, qui est limitée ;
- les défauts d'ajustement entre l'antenne et l'aimant ;
- l'épaisseur des conducteurs ;
- la résistivité et la susceptibilité du matériau magnétique.

Tous ces paramètres peuvent créer des erreurs plus ou moins importantes suivant l'amplitudes des défauts. Si l'on choisit le matériau magnétique adéquat – un aimant ferrite –, le paramètre le plus contraignant est la longueur du système : même avec un rapport longueur-sur-hauteur de cent, les défauts de corrélation restent de l'ordre de 0.1%.

L'utilisation de plusieurs aimants permet d'améliorer l'homogénéité du champ magnétique, ce qui est très important pour les expériences de RMN. Deux types d'associations ont été envisagées : les aimants peuvent être parallèles ou antiparallèles. Les systèmes à aimants parallèles ont sensiblement les mêmes propriétés que les systèmes à un seul aimant – en particulier, même sensibilité à la longueur. L'association antiparallèle est bien plus performante, car les effets de bord des deux aimants se compensent. Dans ce cas, la longueur du système peut être très réduite : pour un rapport longueur-sur-hauteur de dix, les défauts de corrélation sont de l'ordre de 0.01% sur un grand volume. Les performances du système peuvent encore être améliorées en utilisant un réseau d'aimants antiparallèles, mais un tel réseau est bien plus complexe à réaliser.

Chapitre 4

Instrumentation

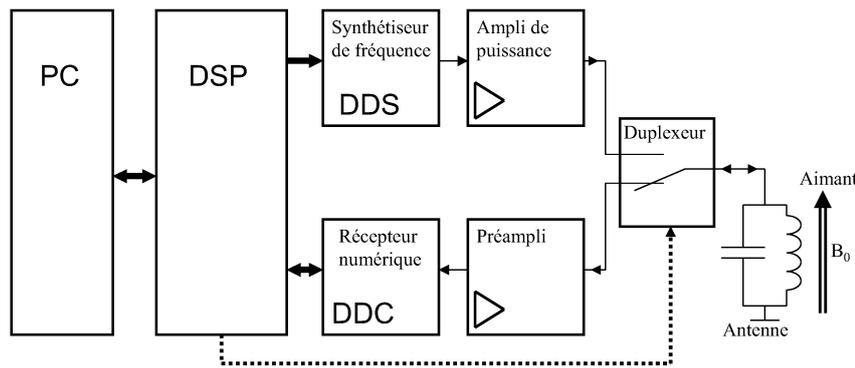


Fig. 4.1 – Architecture du spectromètre RMN. Les grandeurs numériques sont en traits gras et les grandeurs analogiques sont en traits fins.

Introduction

Un spectromètre-imageur RMN a été développé aux laboratoires G2Elab et GIPSA-lab lors d'une thèse précédente [8]. Ce spectromètre est basé sur une architecture numérique qui a l'avantage d'être souple et facilement reconfigurable [63, 64]. Il assure l'excitation de l'échantillon, la réception et le traitement du signal RMN, et l'affichage des résultats. La figure 4.1 donne la structure de ce spectromètre.

- Un ordinateur permet à l'utilisateur d'entrer des paramètres, de concevoir des séquences d'impulsions, de traiter les signaux reçus et d'afficher les résultats.
- Un DSP (*Digital Signal Processor*) est utilisé en microcontrôleur. A partir des données fournies par le PC, il contrôle le synthétiseur de fréquences et le récepteur. Il transmet les données reçues au PC.
- Un synthétiseur de fréquence à synthèse directe (DDS pour *Digital Direct Synthesis*) crée le signal d'excitation RF dont l'amplitude, la fréquence et la phase sont pilotées par le DSP.
- Un récepteur comprenant un amplificateur à gain programmable, un convertisseur analogique-numérique et un circuit numérique permet de démoduler le signal. Un filtre de décimation (DDC pour *Digital Down Converter*) filtre et sous-échantillonne le signal reçu.
- Un amplificateur de puissance est utilisé pour l'excitation de l'échantillon et un préamplificateur faible bruit est utilisé pour la réception.
- Un duplexeur permet « d'aiguiller » les signaux RF de l'amplificateur de puissance vers l'antenne ou de l'antenne vers le préamplificateur.
- Une antenne et son circuit d'accord créent un champ magnétique radiofréquence.
- Une seconde antenne est éventuellement utilisée pour la détection. Dans ce cas, les deux antennes doivent être découplées.

Nous décrirons dans un premier temps les aimants utilisés, puis les circuits d'instrumentation RF que nous avons développés : amplificateurs, duplexeurs et antennes. Nous présenterons ensuite le logiciel qui permet de créer et d'exécuter des séquences RMN complexes.

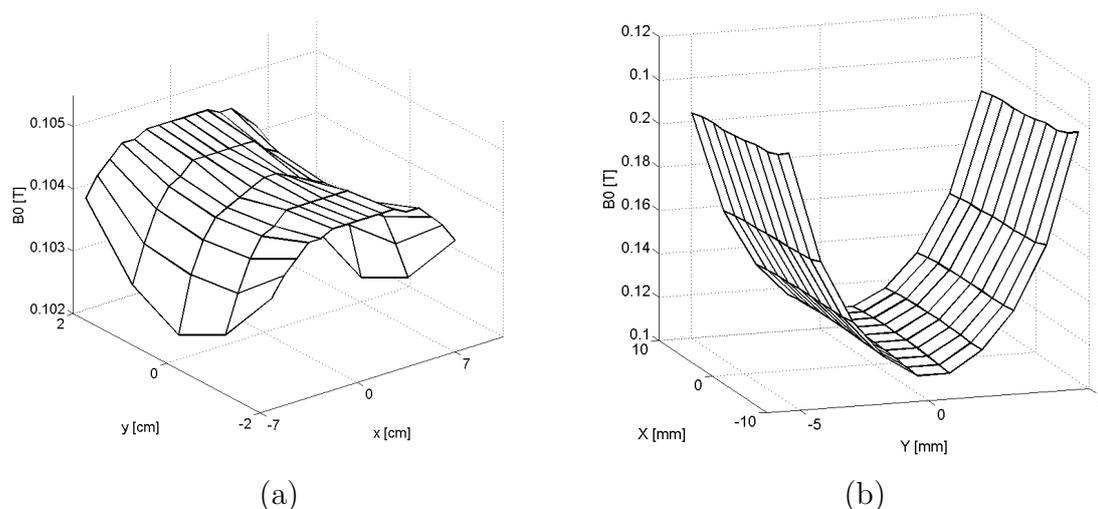


Fig. 4.2 – Cartographie de l’induction de l’aimant homogène (a) et de l’aimant portable (b). L’induction magnétique a été mesurée à l’aide d’un gaussmètre F.W. Bell 9900 équipé d’une sonde à effet Hall. Précision de l’appareil de mesure : 10^{-4} T.

4.1 Aimants

4.1.1 Aimant en H

Dans un premier temps, nous avons utilisé un aimant qui crée un champ magnétique relativement homogène. Cet aimant, construit au laboratoire d’électrotechnique de Grenoble lors de la thèse de V. Nguyen [65], a une structure en H. Au centre, l’induction magnétique est de 0.1 T. Le champ magnétique est homogène à 4000 ppm près sans correction, et à 200 ppm près après correction. Une cartographie de l’induction magnétique est donnée sur la figure 4.2a.

Il n’est évidemment pas possible de faire de la spectroscopie ou de l’imagerie dans cet aimant. Cependant, cette source de champ magnétique nous a permis d’implémenter et de tester des séquences d’écho de spin, et de valider le fonctionnement de notre spectromètre RMN.

4.1.2 Aimant portable

L’aimant portable que nous avons réalisé a été décrit dans le chapitre 3. Dans la configuration retenue, l’aimant est constitué de prismes de ferrite. L’induction dans la zone utile est de 0.11 T; cette induction est relativement homogène dans le sens de la longueur de la sonde. La figure 4.2b montre une cartographie du champ de cet aimant. Les dimensions de la sonde sont très réduites : le système mesure $8 \times 1 \times 3$ cm³ et pèse 210 g.

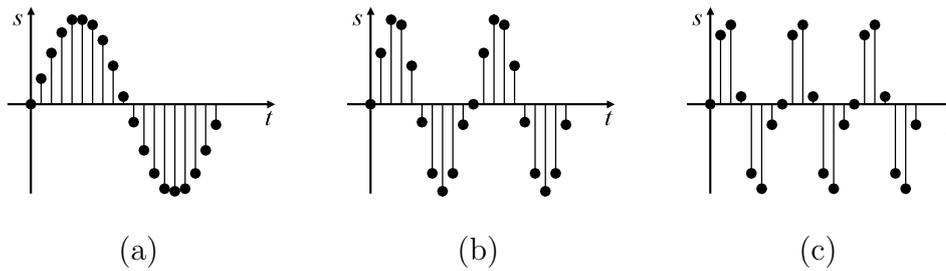


Fig. 4.3 – Synthèse directe de fréquence. Signal obtenu en lisant tous les échantillons (a), un échantillon sur deux (b), un échantillon sur trois (c).

4.2 Instrumentation RF

4.2.1 Synthétiseur de fréquence

Le synthétiseur de fréquence crée un signal RF analogique à partir d'une amplitude, d'une fréquence et d'une phase spécifiées par le système de commande. Le DSP voit le synthétiseur comme un périphérique, une mémoire externe dans laquelle il peut écrire des mots binaires. Le signal analogique est généré par synthèse directe de fréquence (DDS).

Le principe de la synthèse directe est donné sur la figure 4.3. Une sinusoïde, échantillonnée très finement, est stockée en mémoire (Fig. 4.3a). À chaque instant, la phase est incrémentée d'une valeur qui dépend de la fréquence instantanée. Selon l'incrément, le système « saute » un certain nombre d'échantillons dans la mémoire (Fig. 4.3b et 4.3c). La fréquence du signal de sortie dépend donc de l'incrément de phase.

Nous utilisons le synthétiseur AD9852 d'Analog Devices [66] dont le schéma synoptique est donné sur la figure 4.4. Ce composant, dont l'horloge interne est de 300 MHz, permet de coder la fréquence sur 48 bits et la phase à l'origine sur 14 bits. Le signal est ensuite modulé en amplitude par un mot de 12 bits, puis converti par un convertisseur numérique-analogique (CNA) de 12 bits également. La fréquence maximale de la sortie est de 150 MHz. Plusieurs modes de fonctionnement sont possibles :

- à une fréquence donnée, avec éventuellement une modulation d'amplitude ;
- en modulation de fréquence (*chirp*), l'incrément de fréquence étant codé sur 48 bits ;
- FSK (*Frequency Shift Keying*) et BPSK (*Binary Phase Shift Keying*) pour la transmission de données ; ce mode ne nous intéresse pas.

Nous utiliserons les deux premiers modes de fonctionnement. Un second CNA est disponible sur ce composant ; il peut être utilisé pour la commande des bobines de gradient.

4.2.2 Récepteur numérique

Le récepteur de notre spectromètre est composé d'un amplificateur, d'un convertisseur analogique-numérique (CAN) et d'un circuit assurant la démodulation, le filtrage et le sous-échantillonnage des signaux. La structure du récepteur est donnée sur la figure 4.5. Un préamplificateur, qui sera décrit plus loin, peut être ajouté si les signaux d'entrée sont très faibles.

L'amplificateur a un gain programmable entre -12 et 30 dB : un réseau de résistances atténue le signal à l'entrée de l'amplificateur. Les signaux qui nous intéressent sont très faibles : nous avons désactivé la boucle de contrôle automatique de gain et nous avons forcé

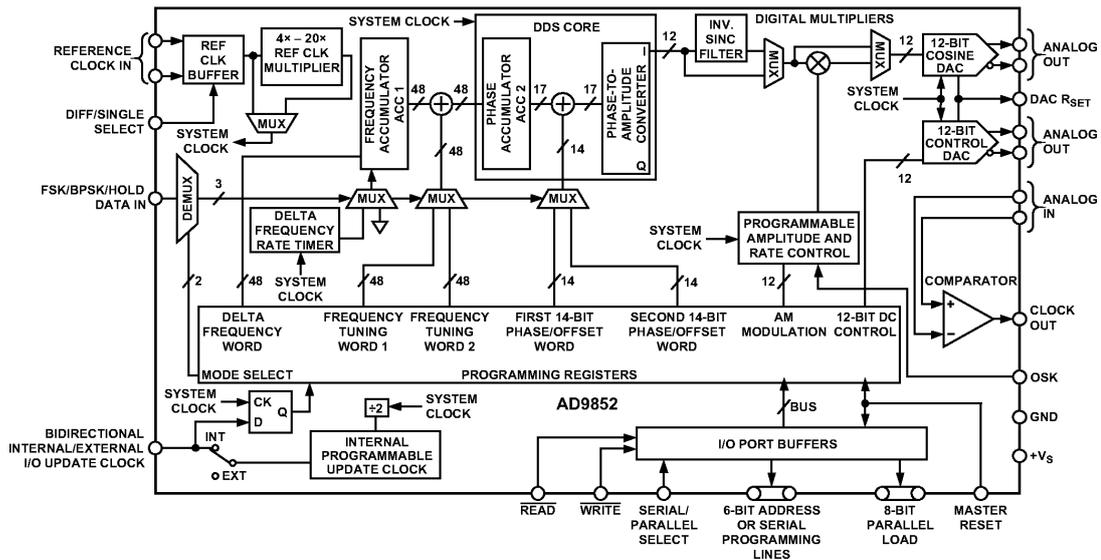


Fig. 4.4 – Schéma synoptique du synthétiseur AD9852, d'après Analog Devices [66].

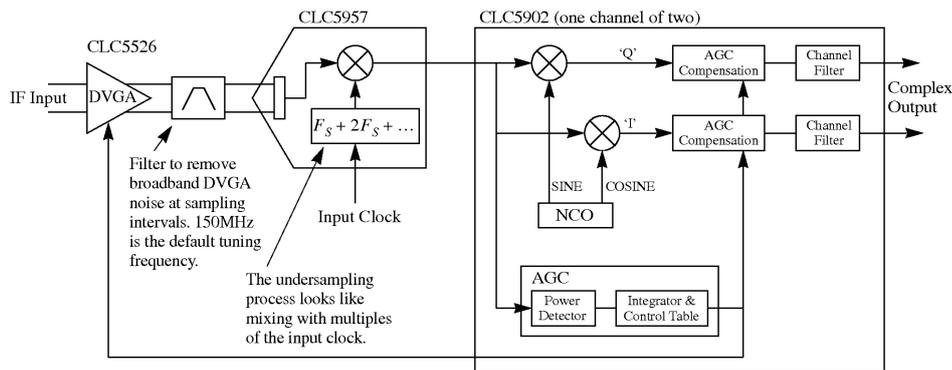


Fig. 4.5 – Architecture du récepteur, d'après National Semiconductor [67, 68].

celui-ci à 30 dB. Ceci permet de s'affranchir du temps de réponse de la boucle de contrôle du gain. Le convertisseur analogique-numérique (CAN) utilisé permet de quantifier un signal sur 12 bits, à la vitesse maximale de 70 millions d'échantillons par seconde (MSPS). Dans notre application, le CNA fonctionne à 40 MSPS. Les signaux échantillonnés sont démodulés à l'aide d'un oscillateur numérique (NCO pour *Numerically Controlled Oscillator*) puis filtrés et sous échantillonnés à l'aide d'un filtre de décimation. La fréquence du NCO est codée sur 32 bits. Pour plus de détails, voir la thèse d'A. Asfour [8] et les documents techniques de National Semiconductor [67, 68].

4.2.3 Amplificateur de puissance

L'amplificateur de puissance que nous utilisons sert d'interface entre le synthétiseur de fréquence et l'antenne : il permet d'apporter la puissance nécessaire à l'excitation de l'échantillon. Cet amplificateur est constitué d'un préamplificateur large bande (3–20 MHz) et d'un amplificateur de classe C fonctionnant sur une bande passante plus étroite (2–6 MHz). Le gain total est d'environ 35 dB et la puissance maximale est de 180 W ; pour

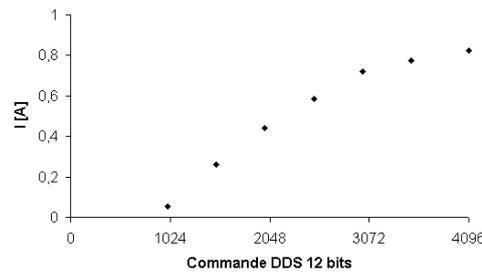


Fig. 4.6 – Courant maximal dans l’antenne, en fonction du mot binaire contrôlant le synthétiseur de fréquence (DDS). Sonde RMN portable à aimants anti-parallèles, à la fréquence $f_0 = 4.8$ MHz.

plus de détails, voir le rapport [69].

Cet amplificateur a l’inconvénient d’être peu linéaire sur sa plage de fonctionnement. La figure 4.6 donne l’évolution du courant maximal dans l’antenne, en fonction de la commande envoyée au synthétiseur de fréquence. Cette courbe montre les deux types de non-linéarité présentes dans l’amplificateur de puissance :

- un effet de seuil, lié à la structure des amplificateurs de classe C, en dessous duquel le signal ne passe pas ;
- une saturation de l’amplificateur.

Ces non-linéarités doivent être compensées lors du calcul de l’amplitude des impulsions. Ceci est possible si la courbe d’étalonnage de l’amplificateur est mesurée et intégrée dans le logiciel de commande. En pratique, la commande envoyée pour obtenir une induction d’amplitude B_1 est

$$DDS = \frac{a}{S_0} B_1 + b \quad (4.1)$$

où S_0 est la sensibilité de l’antenne en tesla par ampère et a et b sont des paramètres estimés par une régression linéaire.

4.2.4 Antenne et circuit d’adaptation

Dans un spectromètre RMN, l’antenne permet de créer un champ magnétique radiofréquence ; le mot « bobine » conviendrait mieux – et les anglo-saxons parlent de *RF coil*. Dans ce chapitre, nous n’étudierons pas l’induction créée par les antennes : ce point a déjà été largement discuté dans le chapitre 3. Nous nous intéresserons seulement à leurs propriétés électriques et à la manière de les connecter aux amplificateurs.

Nous avons utilisé plusieurs types d’antennes :

- des solénoïdes, utilisés en champ relativement homogène ;
- des antennes de surface, utilisées pour corrélérer les inductions statique et RF.

La figure 4.7a donne le schéma équivalent d’une antenne, si l’on néglige les capacités parasites entre les spires. L’impédance de cette antenne doit être adaptée à l’impédance des amplificateurs d’émission et de réception ; l’adaptation d’impédance se fait classiquement par le circuit donné sur la figure 4.7b. Les capacités d’accord et d’adaptation peuvent être

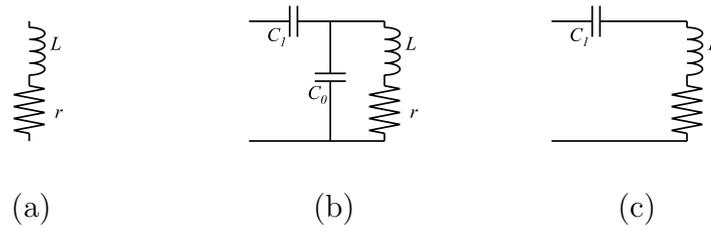


Fig. 4.7 – Antenne RMN et circuit d’adaptation (b). Schéma simplifié à bas champ, si les amplificateurs ont une faible impédance.

calculées par

$$C_0 = \frac{1}{L \omega_0^2} - C_1 \quad (4.2)$$

$$C_1 = \frac{1}{L \omega_0^2} \sqrt{\frac{r}{R}} \quad (4.3)$$

où R est l’impédance caractéristique de la ligne ou des amplificateurs, et où ω_0 est la pulsation de résonance. Toutefois, à bas champ, les lignes de transmission sont courtes devant la longueur d’onde du signal et les phénomènes de propagation sont négligeables ; il n’est donc pas nécessaire d’adapter l’amplificateur de puissance et l’antenne à 50Ω . Si l’amplificateur de puissance a une faible impédance (proche de la résistance de l’antenne) le circuit d’adaptation peut être simplifié (Fig. 4.7c).

Pour valider le fonctionnement de notre spectromètre en champ magnétique inhomogène, nous utiliserons une antenne d’émission-réception dont les caractéristiques sont données dans le tableau 4.1.

Sur le système portable, les inductions statique et radiofréquence doivent être corrélées pendant l’excitation de l’échantillon, mais pas forcément pendant la réception du signal RMN. Pour améliorer le rapport signal sur bruit, il est possible d’utiliser deux antennes :

- une antenne adaptée aux dimensions de l’aimant pour l’excitation ;
- une petite antenne adaptée aux dimensions de l’échantillon pour la réception.

La figure 4.8a montre un exemple de système à deux antennes. Dans cette configuration, les inductions radiofréquences créées par ces deux antennes sont quasiment orthogonales. Ce découplage n’est malheureusement pas suffisant. Pour le vérifier, nous avons réalisé deux antennes (tableau 4.2) adaptées par le circuit donné sur la figure 4.8b. Pour une puissance de 3 dBm en entrée, la puissance en sortie est de -15 dBm. D’après les résistances et les sensibilités données, si l’antenne d’excitation crée une induction de $10 \mu\text{T}$, les courants induits circulant dans l’antenne de réception créent une induction de $80 \mu\text{T}$! Il faut donc couper le circuit de réception pendant l’émission. Ceci peut être réalisé à l’aide de diodes, d’un amplificateur à haute impédance d’entrée ou d’un interrupteur commandé.

4.2.5 Découplage des antennes d’émission et de réception

Plusieurs solutions peuvent être envisagées pour découpler les antennes d’émission et de réception. En raison de la géométrie du système, le couplage entre les deux antennes est faible : la tension et le courant circulant dans la bobine de réception sont faibles également. La figure 4.9 donne le schéma de principe de deux solutions simples à mettre en oeuvre.

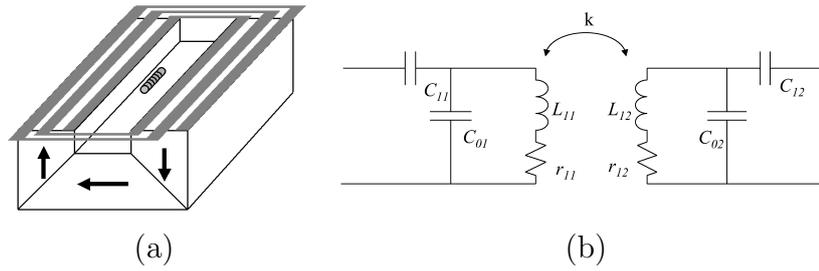


Fig. 4.8 – Système à deux antennes (a) et circuit d'adaptation (b).

Type	Solénoïde	
Longueur	3.4	cm
Diamètre	4	cm
Spires	7	
Inductance	1.4	μH
Résistance	0.2	Ω
Sensibilité	140	$\mu\text{T}/\text{A}$

Tab. 4.1 – Caractéristiques de l'antenne utilisée en champ homogène.

	Type	Surface	
Excitation	Longueur	8	cm
	Largeur	3	cm
	Spires	5	
	Inductance	2.6	μH
	Résistance	1.1	Ω
	Sensibilité	200	$\mu\text{T}/\text{A}$

	Type	Solénoïde	
Réception	Longueur	15	mm
	Diamètre	2	mm
	Spires	30	
	Inductance	10	μH
	Résistance	20	Ω
	Sensibilité	3	mT/A

Tab. 4.2 – Caractéristiques des antennes de la sonde portable.

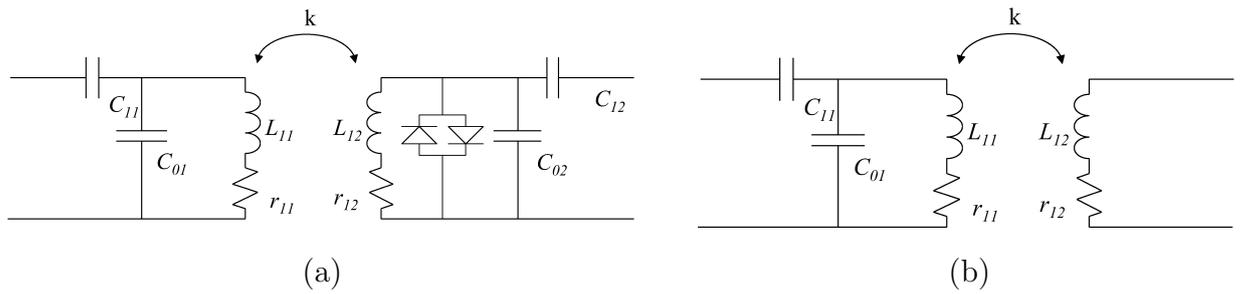


Fig. 4.9 – Schéma de principe du découplage entre les antennes d’émission (à gauche) et de réception (à droite). (a) : lors de l’émission, les diodes sont passantes et l’antenne de réception est désaccordée. (b) : utilisation d’un amplificateur à haute impédance d’entrée.

Sur la figure 4.9a, l’antenne d’émission est désaccordée pendant l’émission : ceci évite le stockage d’énergie dans le circuit résonant formé par l’inductance L_{12} et la capacité C_{02} (définis sur la figure). Le courant n’est pas forcément nul, mais il est très atténué. Lors de la réception, les diodes se bloquent et l’antenne de réception est accordée et adaptée.

La figure 4.9b donne une seconde solution très simple : couper le circuit de l’antenne de réception. Pour cela, il est possible d’utiliser un préamplificateur qui a une haute impédance d’entrée. Supposons que l’antenne de surface décrite dans le paragraphe 4.2.4 soit excitée par une impulsion de 200 W à une fréquence de 4.5 MHz. D’après les caractéristiques données dans le tableau 4.2, l’induction au centre de l’antenne est d’environ 2.7 mT. La tension aux bornes d’une spire de 2 mm de diamètre placée dans ce champ est d’environ 0.25 V, soit 7.5 V pour une antenne de 30 spires orientée parallèlement au champ de l’antenne d’émission. Dans notre système, les deux antennes soit quasiment orthogonales (aux erreurs de positionnement près) : la tension aux bornes de l’antenne est beaucoup plus faible et peut être supportée par un transistor JFET.

4.2.6 Préamplificateurs

Le signal qui entre dans le récepteur est très faible. Pour améliorer la détection, nous utilisons des préamplificateurs. Ces préamplificateurs doivent avoir une forte amplification et être très peu bruyants. Si deux antennes sont utilisées, l’antenne de réception doit être découplée de l’antenne d’émission. Pour cette raison, nous avons choisi d’utiliser un préamplificateur à haute impédance d’entrée [45] qui nous permet de réaliser une antenne active.

Deux préamplificateurs ont été conçus :

- un préamplificateur à bande étroite, basé sur des transistors JFET (*Junction Field Effect Transistor*) et un circuit résonant ;
- un préamplificateur large bande, construit autour d’un amplificateur MMIC (*Microwave Monolithic Integrated Circuit*).

Le schéma de ces amplificateurs est donné sur les figures 4.10 et 4.11.

L’amplificateur à bande étroite est constitué de trois étages d’amplification. Le premier étage a un gain relativement faible. Le second étage est sélectif : le transistor est chargé par un circuit LC. Cet étage a un fort gain et il élimine le bruit hors de la bande passante. À la fréquence de résonance, son impédance de sortie est très élevée. L’adaptation de cette impédance à l’impédance d’entrée du récepteur (200 Ω) est assurée par le troisième étage

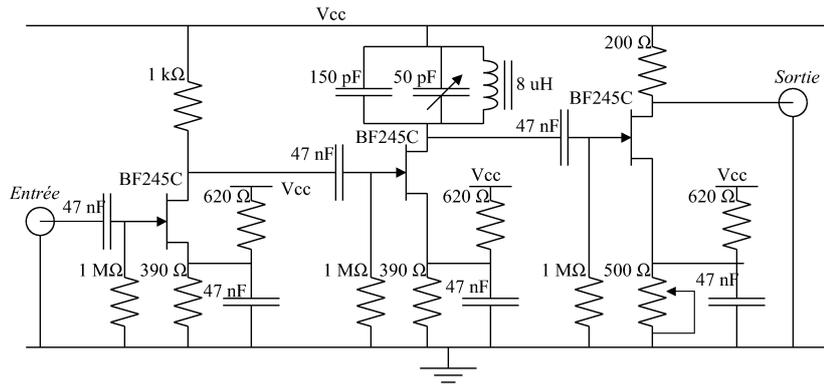


Fig. 4.10 – Préamplificateur JFET. Alimentation : 10 à 12 V.

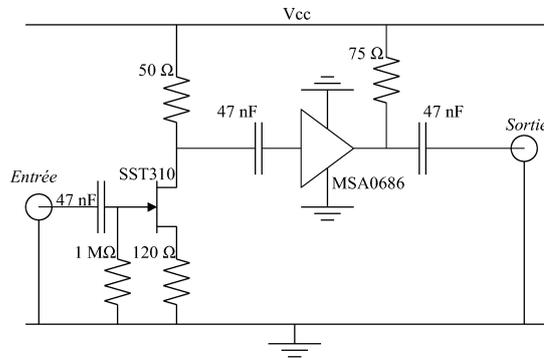


Fig. 4.11 – Préamplificateur MMIC. Alimentation : 5 V.

de l'amplificateur.

Le second amplificateur comprend deux étages : un premier étage à haute impédance d'entrée est suivi d'un amplificateur à fort gain.

Les caractéristiques de ces amplificateurs sont données dans le tableau 4.3. Dans la suite, nous utiliserons surtout l'amplificateur à bande étroite : son gain est plus élevé, et l'étage sélectif améliore le RSB. Toutefois, il est possible d'utiliser les deux amplificateurs en cascade pour augmenter le gain.

JFET	Gain en tension	23	dB
	Impédance d'entrée	$3.4 \exp(-j\pi/2)$	k Ω
MMIC	Gain en tension	16	dB
	Impédance d'entrée	$980 \exp(-j\pi/2)$	Ω

Tab. 4.3 – Caractéristiques des préamplificateurs. Les mesures sont réalisées à 4.5 MHz.

4.2.7 Duplexeurs

La puissance RF nécessaire à l'excitation de notre système est élevée : elle peut monter jusqu'à une centaine de watts. Pourtant, le signal RMN est très faible et le récepteur doit détecter des signaux de l'ordre de -100 dBm. Si une seule antenne est utilisée pour l'émission et la réception, il faut isoler le récepteur pendant l'excitation : c'est la fonction du duplexeur.

Plusieurs types de duplexeurs sont envisageables. Ceux-ci peuvent être soit actifs (commandés par un circuit extérieur) soit passifs. Les duplexeurs passifs sont très utilisés en RMN [70] ; leur principe est donné sur la figure 4.12a. Si l'amplificateur émet de la puissance RF, les diodes sont passantes : la ligne quart d'onde se comporte alors comme un circuit ouvert et l'entrée du préamplificateur est protégée. À la réception, le signal est très faible et toutes les diodes sont bloquées : l'amplificateur de puissance est isolé. Ce type de duplexeur n'est malheureusement pas adapté à la RMN portable à bas champ : à 4.5 MHz, une ligne quart d'onde mesure environ 16 mètres ! Il est heureusement possible de remplacer une telle ligne par un circuit résonant (Fig. 4.12b) [71].

Quelle que soit la technologie utilisée, les duplexeurs passifs fonctionnent autour d'une certaine fréquence et ont un temps de réponse relativement long. Nous avons donc utilisé un duplexeur actif, commandé par le spectromètre. Ce duplexeur utilise une diode PIN (Fig. 4.12c). Pour les « hautes fréquences », ces diodes se comportent comme une résistance contrôlée par un courant de polarisation. L'équation de la charge stockée dans la diode est

$$I = \frac{dQ}{dt} + \frac{Q}{\tau} \quad (4.4)$$

où I est le courant de polarisation, Q est la charge et τ est le temps de recombinaison des porteurs. L'évolution de cette charge est donnée par la figure 4.13. La résistance équivalente de la région intrinsèque (I) de la diode est liée à la charge par l'équation

$$R = \frac{W^2}{(\mu_N + \mu_P)Q}, \quad (4.5)$$

où W est la largeur de la région I et μ_N et μ_P sont les mobilités des électrons et des trous. Si la fréquence de la commande est très inférieure à $1/\tau$ et si la fréquence du signal RF est très supérieure à $1/\tau$, la diode se comporte comme un interrupteur commandé. Pour plus de détails sur l'utilisation des diodes PIN, voir la note d'application [72].

La figure 4.12c donne le schéma d'un duplexeur utilisant des diodes PIN. Le temps de recombinaison est $\tau = 2500$ ns, ce qui donne une fréquence de coupure de 64 kHz. Pour améliorer l'isolation du switch, la diode peut être polarisée en inverse : la capacité de la diode est alors très faible et l'impédance d'entrée de l'interrupteur est grande. Les caractéristiques des duplexeurs sont données dans les tableaux 4.5 et 4.4.

Le temps de réponse du duplexeur résonant est très long. En effet, le circuit LC stocke de l'énergie pendant l'impulsion d'excitation : il faut un certain temps pour que cette énergie soit dissipée et pour que le circuit puisse se bloquer. Le duplexeur actif, construit autour d'une diode PIN, est bien plus rapide : nous l'utiliserons par la suite.

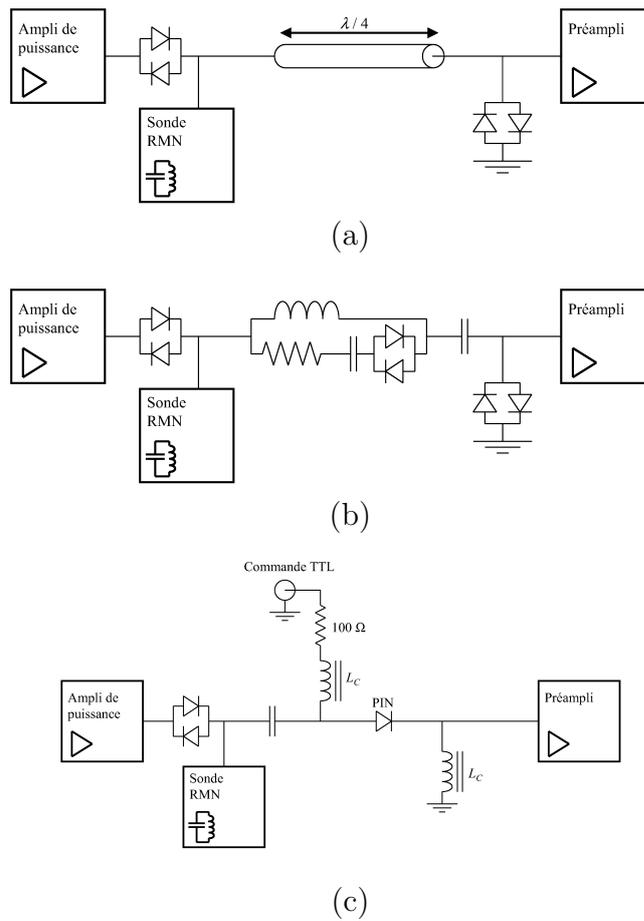


Fig. 4.12 – Duplexeurs passifs à ligne quart d’onde (a) et à circuit résonant (b). Duplexeur à diode PIN (c).

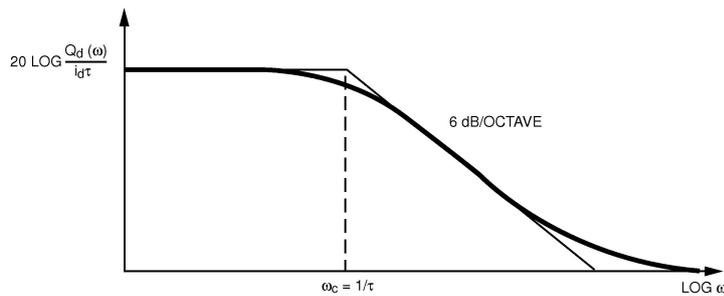


Fig. 4.13 – Réponse en fréquence de la charge d’une diode PIN, d’après Agilent [72].

Atténuation	(ON)	0	dB
V_{MAX}	(OFF)	840	mV
Temps de réponse	(ON/OFF)	25	ms

Tab. 4.4 – Caractéristiques du duplexeur résonant. La tension en sortie du duplexeur, V_{MAX} , est fixe car elle est imposée par les diodes. Il n’est donc pas possible de définir une atténuation quand le récepteur est isolé. (OFF) : émission, (ON) : réception.

Atténuation	(ON)	0	dB
Atténuation	(OFF)	60	dB
Temps de réponse	(ON)	35	μ s
Temps de réponse	(OFF)	12	μ s

Tab. 4.5 – Caractéristiques du duplexeur à diode PIN. Pour le duplexeur résonant, l'atténuation dépend de la tension d'entrée. (OFF) : émission, (ON) : réception.

4.3 Développements logiciels

4.3.1 Processeur de signal ADSP 21061

Le spectromètre est construit autour d'un processeur ADSP 21061 SCHARC (*Super Harvard ARChitecture*) construit par Analog Devices. Ce processeur est un DSP 32 bits à virgule flottante. Il est optimisé pour des applications de traitement du signal en temps réel : filtrage, transformée de Fourier, etc. Nous l'utilisons cependant en microcontrôleur : il commande l'excitation et la réception des signaux, et dialogue avec le PC.

L'architecture du DSP est donnée sur la figure 4.14. La mémoire de données et la mémoire programme sont séparées et l'accès à ces mémoires se fait par deux bus distincts : le DSP peut lire une instruction et des données en même temps, ce qui permet d'accélérer les calculs. La fréquence d'horloge est de 40 MHz et la mémoire interne est de 1 Mo. Pour plus de détails, voir le manuel du DSP [73].

La carte DSP comprend également :

- un contrôleur PCI qui gère le dialogue avec le PC ;
- deux convertisseurs numérique-analogique ;
- une liaison série ;
- un port d'entrée-sortie qui permet de piloter des périphériques.

4.3.2 Gestion des séquences d'impulsions

Une séquence RMN est constituée d'une suite d'impulsions RF, de temps d'attentes, d'acquisitions, etc. La figure 4.15 donne un exemple de séquence. Une telle séquence peut être implémentée de différentes manières : on peut décrire une à une chaque impulsion, décrire un type de séquence (CPMG, par exemple) et faire varier des paramètres, ou au contraire utiliser une description plus générale qui sera plus complexe à implémenter mais plus facilement reconfigurable. C'est cette dernière solution que nous avons retenue.

La séquence est découpée en une suite d'objets représentant des impulsions. Chaque objet contient plusieurs paramètres décrivant l'état du système (Fig. 4.16). Le fonctionnement du spectromètre est contrôlé par un automate à états finis qui est implanté dans le DSP (Fig. 4.17). Après initialisation du DSP, du synthétiseur de fréquence et du récepteur, le DSP se met dans un état d'attente. Un compteur interne, le *timer*, génère régulièrement une interruption. Lors d'une interruption du timer, le programme lit l'état du système, exécute les instructions correspondantes et change éventuellement d'état.

Suivant l'état du programme, le DSP peut :

- écrire une commande d'amplitude ou de fréquence dans les registres du synthétiseur ; une amplitude nulle est écrite si il n'y a pas d'excitation RF ;
- activer le port série, lire les données qui arrivent du récepteur, les enregistrer puis les transmettre au PC ;
- mettre à jour plusieurs paramètres et attendre la fin de la séquence.

4.3.3 Compilation de la séquence

La compilation est schématisée par la figure 4.18. L'utilisateur définit la séquence d'impulsions sur une interface graphique conviviale, développée sous LabWindows (Fig. 4.19) [74,

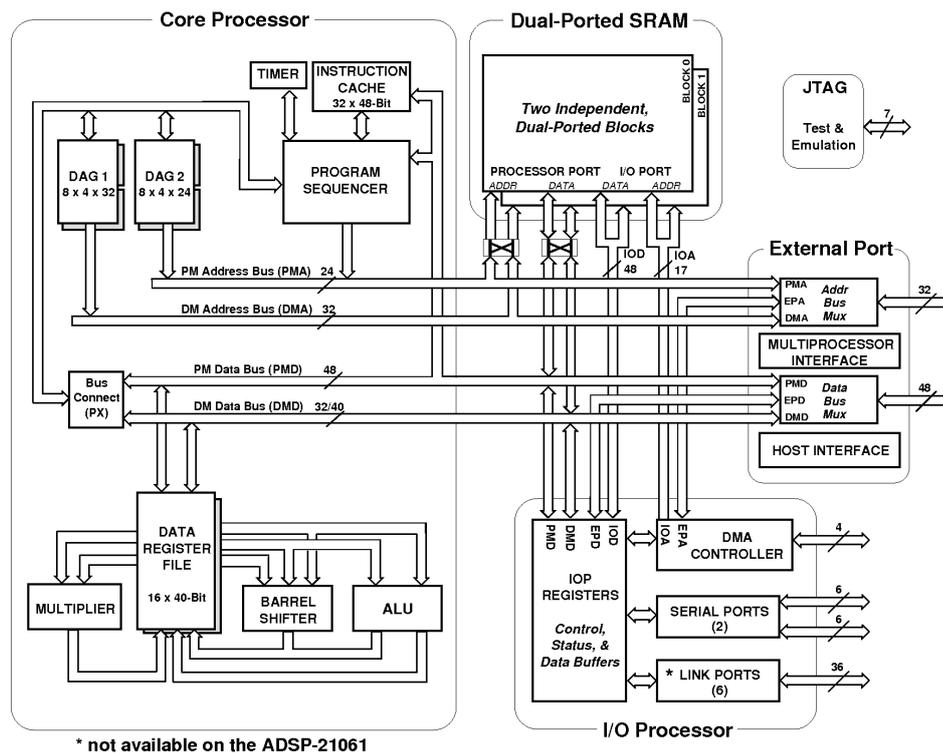


Fig. 4.14 – Architecture d'un processeur ADSP 2106x, d'après Analog Devices.

75]. Le logiciel découpe cette séquence en une suite d'impulsions (Fig. 4.16) et crée un fichier de données qui contient :

- l'amplitude, la fréquence et la phase des impulsions ;
- la modulation de fréquence éventuelle ;
- la durée des impulsions ;
- l'état du récepteur (acquisition ou non du signal) ;
- des commandes de gradients ;
- des commandes de sorties binaires.

L'enveloppe des impulsions RF est enregistrée dans un second fichier. La mémoire du DSP est très limitée : les impulsions ont toutes la même enveloppe, seule l'amplitude change. Enfin, tous les paramètres d'émission et de réception (mode de fonctionnement du synthétiseur, coefficients des filtres du récepteur, etc.) sont enregistrés dans un troisième fichier.

L'automate de la figure 4.17 est décrit par un code en assembleur. Ce code est la seule partie du logiciel qui soit spécifique au matériel : si le spectromètre évolue et qu'un autre type de processeur est utilisé, il n'est donc pas nécessaire de tout réécrire. Lors de la compilation, les fichiers créés par l'interface graphique sont intégrés au code assembleur. Le fichier exécutable est ensuite chargé et lancé dans le DSP, depuis l'interface graphique.

À partir d'une structure très générale (décrite par un automate) et de plusieurs fichiers de données créés par l'utilisateur, il est possible de générer des séquences très variées. L'utilisateur peut programmer aussi bien une séquence CPMG qu'une série d'impulsions modulées en fréquence ou une séquence d'échos de nutation.

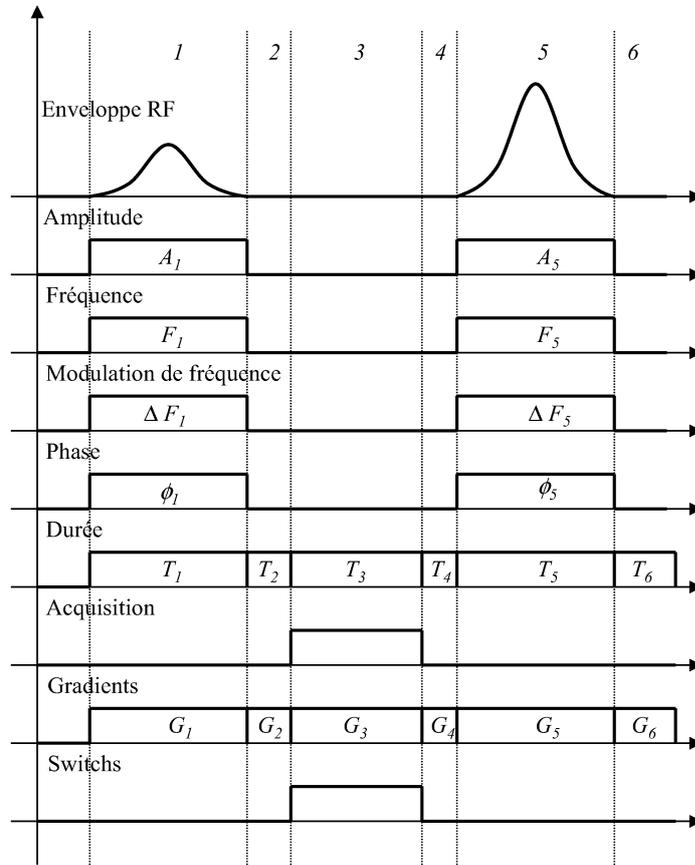


Fig. 4.15 – Exemple de séquence RMN.

Impulsions

	1	2	3	4	5	6
A_1	0	0	0	0	A_5	0
F_1	0	0	0	0	F_5	0
ΔF_1	0	0	0	0	ΔF_5	0
ϕ_1	0	0	0	0	ϕ_5	0
T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6	
0	0	1	0	0	0	0
G_1	G_2	G_3	G_4	G_5	G_6	
0	0	1	0	0	0	0

t

Fig. 4.16 – Description de la séquence précédente par une suite d'impulsions.

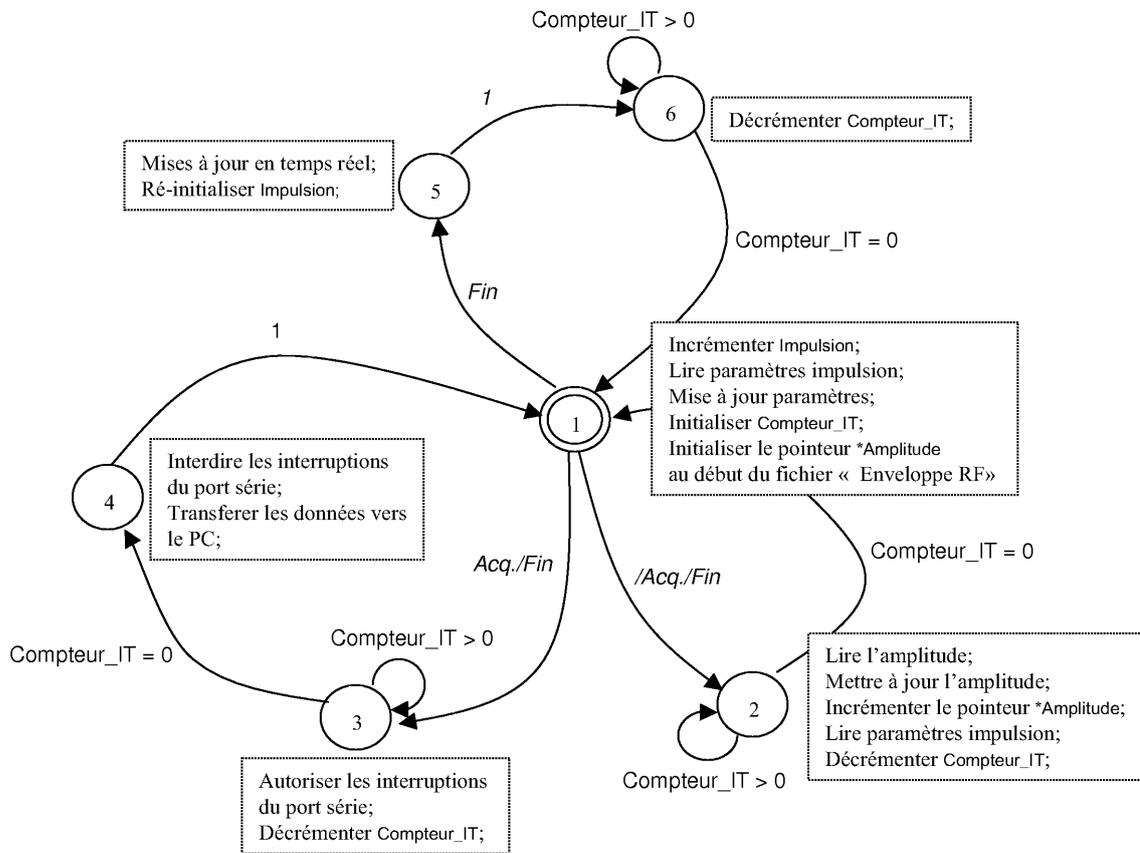


Fig. 4.17 – Automate implanté dans le DSP. L'initialisation du DSP n'est pas représentée ici.

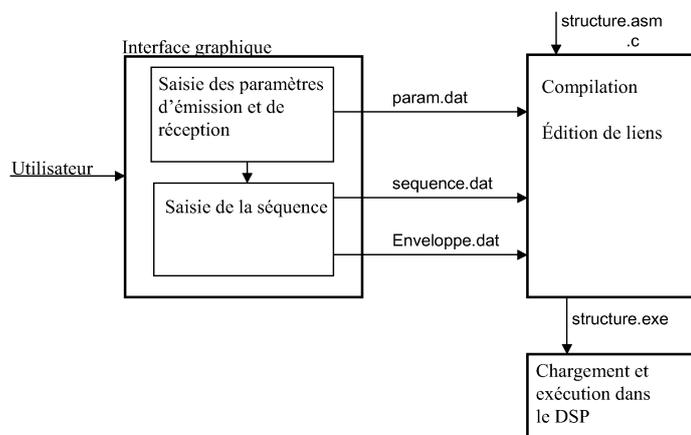


Fig. 4.18 – Génération du code et compilation.

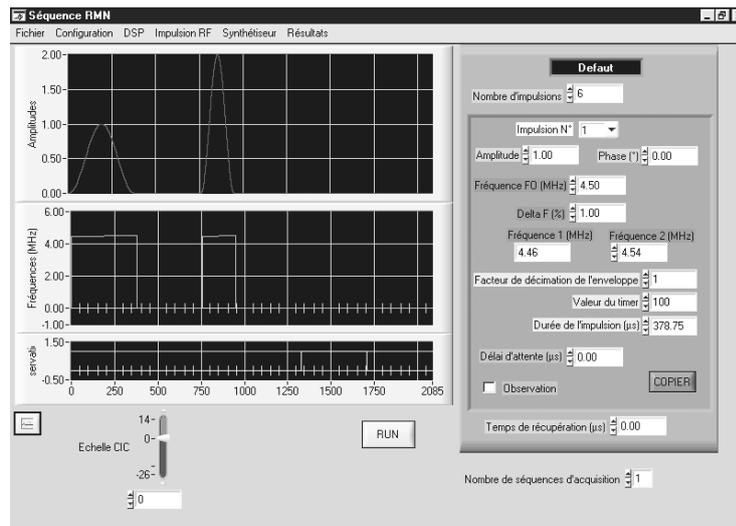


Fig. 4.19 – Capture d'écran de l'interface graphique.

Conclusion

Nous avons adapté le spectromètre existant à notre application. Des préamplificateurs faible bruit ont été conçus. Dans les systèmes RMN portables, il est intéressant d'utiliser deux antennes ; ces deux antennes doivent être découplées. Le découplage réalisé par la géométrie du système n'est pas suffisant mais l'utilisation de préamplificateurs à haute impédance d'entrée permet d'améliorer les choses.

Si le champ magnétique est relativement homogène, il est intéressant d'utiliser une seule antenne d'émission-réception. Nous avons construits des duplexeurs qui permettent d'aiguiller le signal et de protéger le récepteur pendant l'émission. Deux types de duplexeurs ont été testés :

- un duplexeur passif, utilisant un circuit résonant ;
- un duplexeur commandé en tension, utilisant une diode PIN.

La deuxième solution est plus performante et a été retenue.

Enfin, nous avons développé un logiciel de commande du spectromètre. Ce logiciel permet de créer des séquences RMN, de les exécuter et d'acquérir des signaux. Pour cela, nous décrivons les séquences RMN comme une suite d'impulsions, définies par les paramètres de l'excitation RF mais aussi par l'état du système (émission/réception, gradients, etc.)

Chapitre 5

Expériences et résultats

Introduction

Nous présentons ici des résultats d'expériences RMN réalisées au cours de cette thèse. Les premières expériences ont été faites dans un aimant dont le champ magnétique est relativement homogène. Ces résultats nous ont permis de valider le fonctionnement de notre spectromètre RMN. Dans un deuxième temps, les séquences d'impulsions modulées en fréquence et les méthodes de détections décrites dans le chapitre 2 ont été testées dans un champ magnétique inhomogène.

Des expériences ont été réalisées avec une sonde RMN portable. Des signaux d'écho de spin ont été obtenus. Cependant, nous verrons qu'il est nécessaire d'utiliser plusieurs antennes pour détecter des signaux d'écho de nutation.

5.1 Mesures RMN en champ relativement homogène

5.1.1 Homogénéité du champ magnétique statique

Dans un premier temps, nous avons utilisé un aimant en H qui produit un champ relativement homogène. Le champ magnétique de l'aimant et ses variations sont illustrés par la figure 5.1. Dans l'entrefer, l'induction est homogène à 10^{-3} près dans une sphère de 2 cm de diamètre. L'induction est donc bien moins homogène que dans un aimant RMN conventionnel. Nous pourrions cependant obtenir des premiers signaux, à condition d'utiliser des techniques d'excitation et de détection large bande.

Rappelons également que l'aimantation des aimants ferrite dépend fortement de la température. Au cours d'une journée, l'induction statique peut varier de quelques 0.1 %. Le système devra donc être robuste à la dérive de la fréquence de Larmor liée aux variations de la température.

5.1.2 Séquence RMN et paramètres

Les premiers signaux ont été obtenus en excitant un échantillon d'eau avec une séquence d'impulsions modulées en fréquence (impulsions *chirp*). La modulation de fréquence permet de créer des impulsions qui :

- ont un large spectre ;
- consomment une faible puissance instantanée.

Ces impulsions ont été décrites dans le chapitre 2. La figure 5.2 rappelle l'allure d'une séquence de deux impulsions modulées en fréquence. Cette séquence permet d'obtenir un signal d'écho si $\tau_1 = 2 \tau_2$. L'amplitude maximale des impulsions RF est $B_1 = 280 \mu\text{T}$ (soit $\gamma/(2\pi) B_1 = 12 \text{ kHz}$) et leur durée varie entre 100 μs et 10 ms. Enfin, l'excursion de fréquence de la modulation est de 1 % de la fréquence porteuse. Ces paramètres seront précisés pour chaque figure.

5.1.3 Calibration des impulsions RF

Si les impulsions RF sont mal calibrées, les moments magnétiques ne sont pas refocalisés correctement. Dans ce cas, en effet, la seconde impulsion n'est pas une impulsion π : ceci peut entraîner un second écho de spin de faible amplitude. Pour calibrer les impulsions RF, nous avons fait varier l'amplitude des deux impulsions et nous avons mesuré l'amplitude

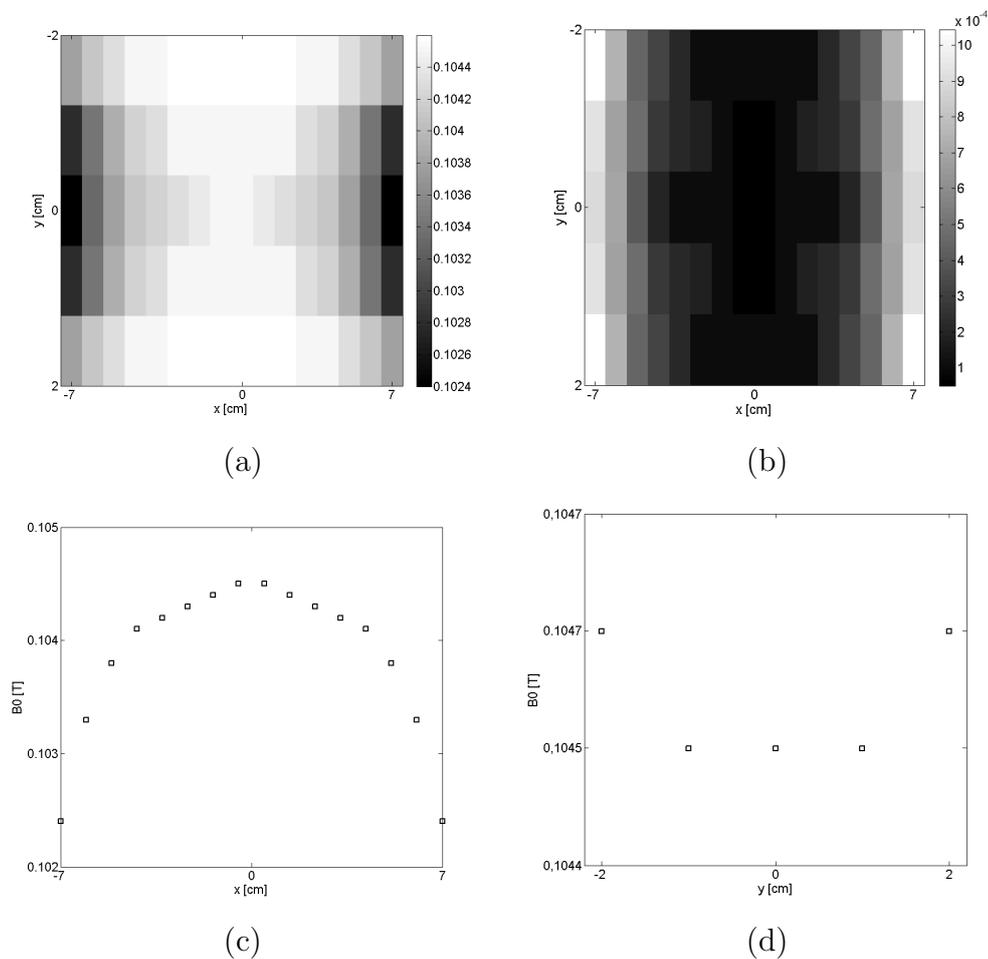


Fig. 5.1 – Cartographie de l'induction magnétique de l'aimant en H (a), en tesla, et du gradient de cette induction (b), en tesla/centimètre. Inductions selon les axes X (c) et Y (d). Mesures réalisées avec un gaussmètre à effet Hall FW Bell 9900 (précision : 10^{-4} T).

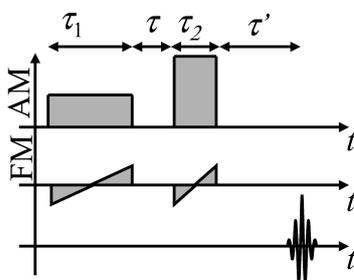


Fig. 5.2 – Allure d'une séquence d'impulsions modulées en fréquence.

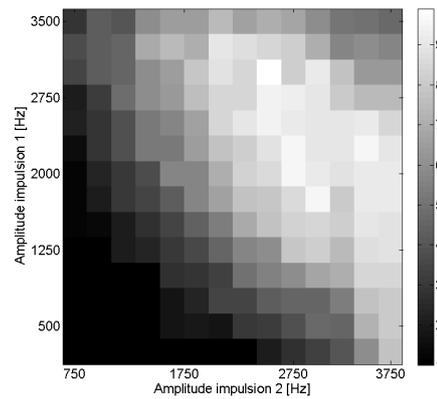


Fig. 5.3 – Calibration des impulsions RF : amplitude du signal d'écho en fonction de l'amplitude des impulsions RF. Échantillon : eau. $\tau_1 = 10$ ms, $\tau = 1$ ms, $\tau_2 = 5$ ms. Temps de répétition : 1.5 s. Fréquence porteuse : 4.49 MHz. Excursion de fréquence : 1 % de la fréquence porteuse.

maximale de l'écho, en imposant $\tau_1 = 2 \tau_2$. L'amplitude du signal d'écho est donnée sur la figure 5.3. Cette figure montre que le signal d'écho est important si

$$1.2 A_1 < A_2 < 2.1 A_1 \quad (5.1)$$

où A_1 est l'amplitude de la première impulsion et A_2 est l'amplitude de la seconde impulsion. Dans la suite, nous utiliserons des séquences avec $A_2 = 2 A_1$.

La puissance émise peut être calculée à partir des caractéristiques de l'antenne, données dans le chapitre 4. Pour une induction magnétique radiofréquence d'intensité $B_1 = 80 \mu\text{T}$ (soit $\gamma/(2\pi) B_1 = 3.5$ kHz), le courant efficace dans l'antenne est $I = 0.4$ A. La puissance instantanée dissipée dans l'antenne est d'environ 100 mW. Cette puissance est très faible et elle est facile à obtenir dans un système portable.

5.2 Mesures RMN en champ inhomogène

5.2.1 Homogénéité du champ magnétique statique

Les premières expériences en champ très inhomogène ont été faites avec l'aimant en H décrit dans le paragraphe 5.1.1. La figure 5.1b donne le gradient de l'induction en fonction de la distance entre l'échantillon et le centre de l'aimant. Suivant la position de l'échantillon, le gradient varie entre $50 \mu\text{T}/\text{cm}$ ($2 \text{ kHz}/\text{cm}$ pour la fréquence de Larmor) et $1 \text{ mT}/\text{cm}$ ($40 \text{ kHz}/\text{cm}$ pour la fréquence de Larmor).

5.2.2 Signaux d'échos

L'échantillon a été excité par une séquence de deux impulsions modulées en fréquence. Les paramètres de la séquence sont donnés dans le tableau 5.1. La figure 5.4 montre le module de plusieurs signaux d'échos dans le domaine temporel. Les signaux sont difficiles à détecter si le champ magnétique est très inhomogène (Fig. 5.4c) : le signal d'écho est très court et le RSB est faible. L'accumulation de plusieurs acquisitions permet d'améliorer le RSB (Fig. 5.4d), mais la durée de l'expérience augmente considérablement.

Le module de la transformée de Fourier des mêmes signaux d'échos est donnée sur la figure 5.5. Si le champ est très inhomogène, le RSB est mauvais même si l'on accumule beaucoup de signaux (Fig. 5.5c et Fig. 5.5d). Ceci est dû à la non-stationnarité du signal : la TF est calculée sur tous les points alors que l'écho est très court. Dans le premier cas testé (inhomogénéité de 0.3 %), l'écho est suffisamment long pour qu'un spectre puisse être calculé correctement ; ce n'est plus vrai si l'inhomogénéité du champ atteint 0.6 %.

La représentation du signal RMN dans le plan temps-fréquence permet de détecter le signal d'écho en présence d'une forte inhomogénéité du champ magnétique statique (Fig. 5.6). Dans le plan temps-fréquence, le bruit est réparti sur plus de coefficients que dans les représentations temporelles et fréquentielles. Le bruit sur chaque pixel est donc plus faible. Pour une détection optimale, la durée de la fenêtre d'analyse doit être adaptée à la durée du signal d'écho : cette fenêtre doit être plus courte si le champ magnétique statique est inhomogène.

Le tableau 5.2 donne le rapport signal sur bruit pour chaque expérience. Le RSB a été calculé en divisant le maximum du signal par l'écart type du bruit. Le tableau montre que la détection dans le plan temps-fréquence donne les meilleurs résultats, quelle que soit l'homogénéité du champ. Notons toutefois que le gain sur le RSB est plus faible si le champ est très inhomogène. Dans ce cas, en effet, le spectre de l'écho est plus large : il y a donc plus de bruit dans la bande passante.

La complexité des calculs pourrait être réduite en utilisant un seul filtre adapté à l'écho. Cependant, la valeur exacte de la fréquence de résonance et la largeur de l'écho dans le domaine fréquentiel ne sont pas connues précisément. Il est plus pratique d'élargir la bande passante du récepteur, d'acquérir beaucoup de signaux, et de les filtrer ensuite : c'est ce que permet de réaliser l'analyse temps-fréquence.

Lors de ces expériences, les durées des impulsions RF vérifiaient $\tau_1 = 2\tau_2$: nous avons vu dans le chapitre 2 que cette condition est nécessaire pour que tous les spins soient refocalisés au même instant. Si cette condition n'est plus vérifiée, la refocalisation se fait dans un intervalle de temps plus ou moins large ; le signal d'écho est modulé en fréquence et étalé dans le temps : on parle alors de *pseudo-écho*. La représentation temps-fréquence permet d'observer ces signaux et de visualiser l'évolution de leur fréquence au cours du temps. À titre d'exemple, la figure 5.7 donne le spectrogramme de plusieurs pseudo-échos obtenus en faisant varier le rapport τ_1/τ_2 .

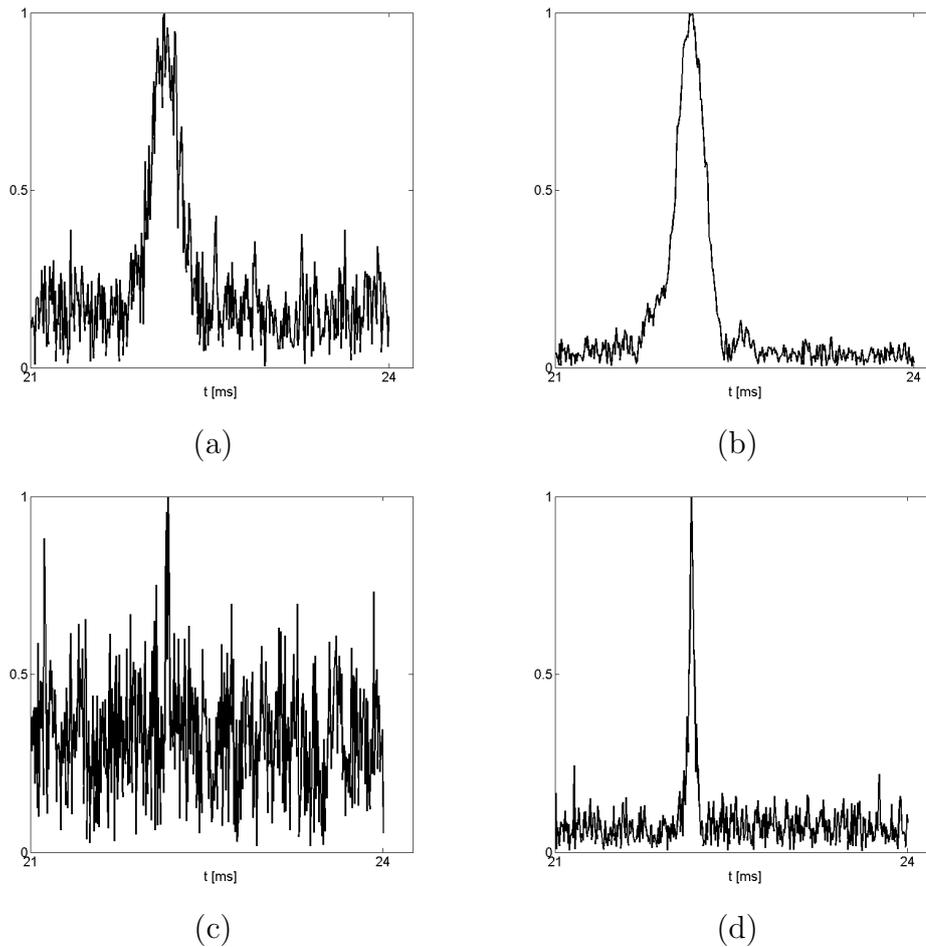


Fig. 5.4 – Domaine temporel. Module des signaux d'échos dans le domaine temporel, obtenus dans l'aimant en H. (a) : inhomogénéité de 0.3 %, pas d'accumulation. (b) : inhomogénéité de 0.3 %, 256 accumulations. (c) : inhomogénéité de 0.6 %, pas d'accumulation. (d) : inhomogénéité de 0.6 %, 256 accumulations. Les paramètres de la séquence sont donnés dans le tableau 5.1.

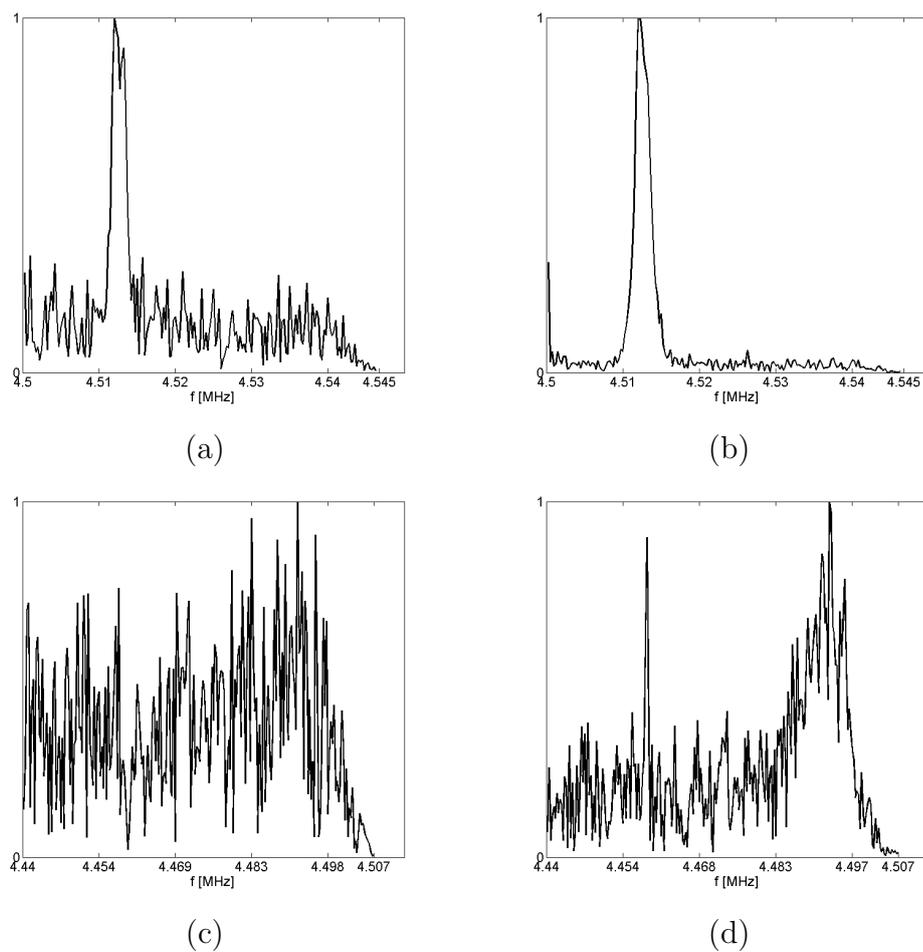


Fig. 5.5 – Domaine fréquentiel. Module du spectre des signaux d'échos, obtenus dans l'aimant en H. (a) : inhomogénéité de 0.3 %, pas d'accumulation. (b) : inhomogénéité de 0.3 %, 256 accumulations. (c) : inhomogénéité de 0.6 %, pas d'accumulation. (d) : inhomogénéité de 0.6 %, 256 accumulations. Les paramètres de la séquence sont donnés dans le tableau 5.1.

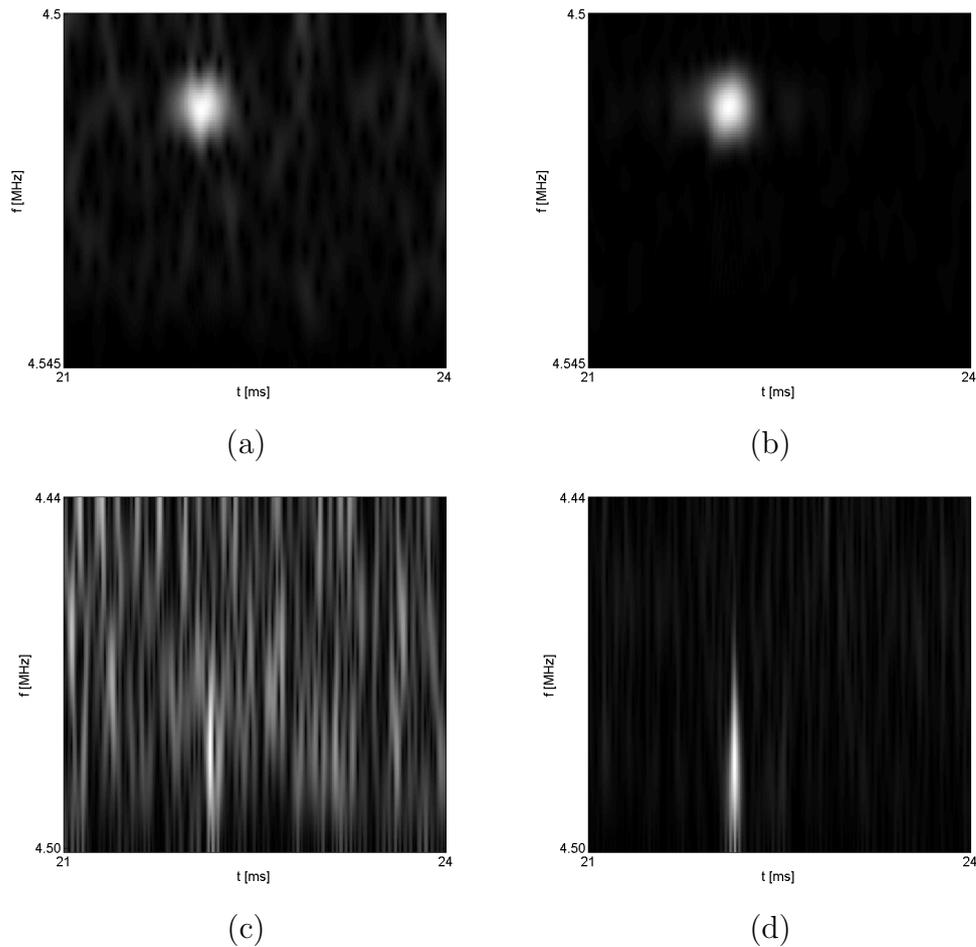


Fig. 5.6 – Domaine temps-fréquence. Module du spectrogramme des signaux d'échos, obtenus dans l'aimant en H. (a) : inhomogénéité de 0.3 %, pas d'accumulation. (b) : inhomogénéité de 0.3 %, 256 accumulations. (c) : inhomogénéité de 0.6 %, pas d'accumulation. (d) : inhomogénéité de 0.6 %, 256 accumulations. Les paramètres de la séquence sont donnés dans le tableau 5.1.

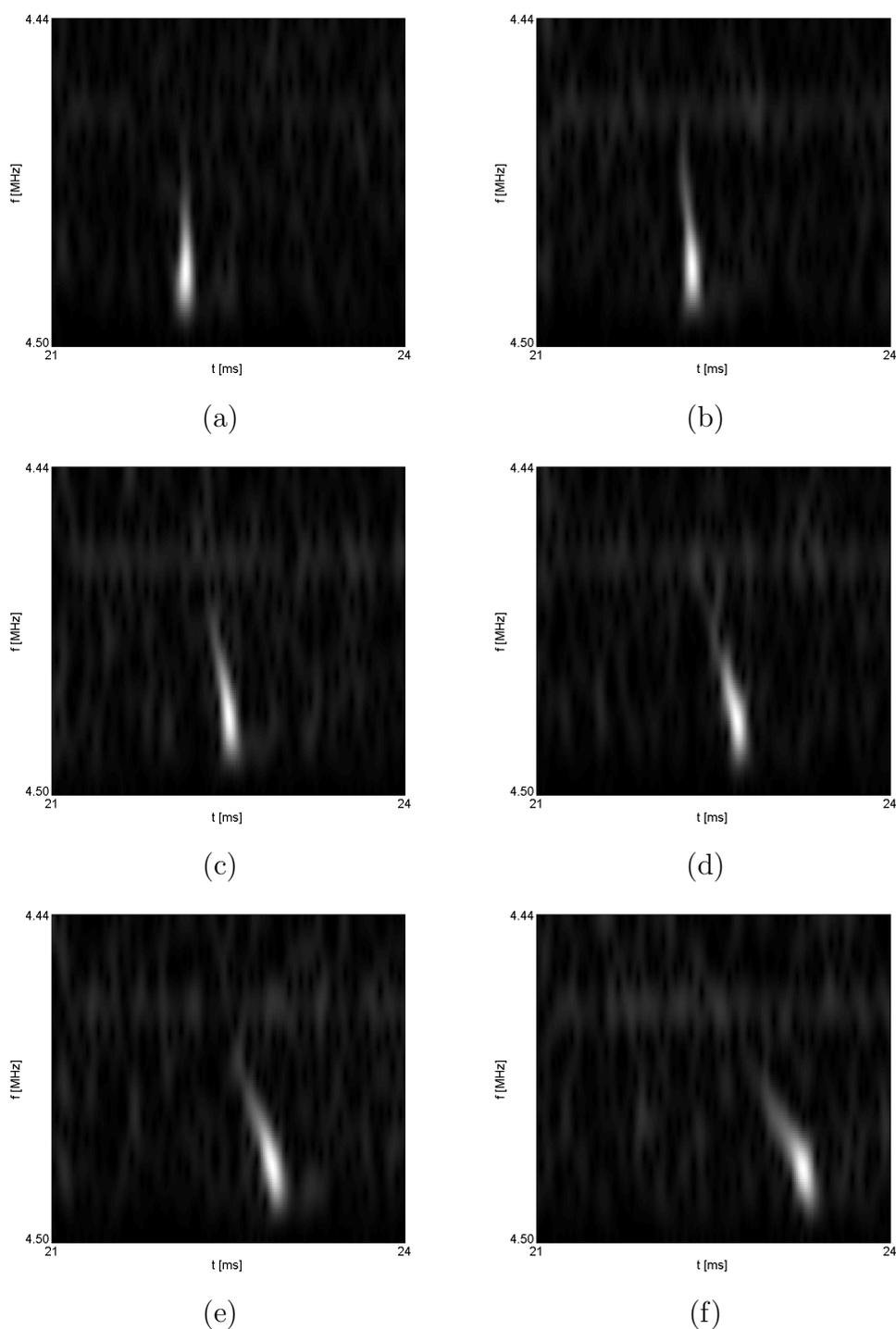


Fig. 5.7 – Domaine temps-fréquence. Module du spectrogramme des signaux de Pseudo-échos, obtenus dans l'aimant en H. Inhomogénéité de 0.6 %, 256 accumulations. $\tau_1 = 10$ ms et τ_2 varie : $\tau_2 = 5$ ms (a), $\tau_2 = 5.1$ ms (b), $\tau_2 = 5.2$ ms (c), $\tau_2 = 5.3$ ms (d), $\tau_2 = 5.4$ ms (e), $\tau_2 = 5.6$ ms (f). Les autres paramètres de la séquence sont donnés dans le tableau 5.1.

τ_1	10	ms
τ	1	ms
τ_2	5	ms
TR	1	s
A_1 ($\gamma/(2\pi) B_1$)	1.8	kHz
A_2	3.6	kHz
$\Delta F/F$	1 ^a	%
	1.5 ^b	%
F_{MIN}	4.5 ^a	MHz
	4.44 ^b	MHz

Tab. 5.1 – Paramètres de la séquence RMN (échantillon : eau). ^a pour un champ statique homogène à 0.3 % près. ^b pour un champ statique homogène à 0.6 % près. Dans tous les cas, la bande passante du récepteur est ΔF .

Inhomogénéité	Accumulations	RSB [dB]		
		Temps	Fréquence	Temps-fréquence
0.3 %	1	16.7	22.5	25.7
	256	28.8	32.8	39.7
0.6 %	1	10.0	0	13.0
	256	23.0	16.1	25.9

Tab. 5.2 – Rapport signal sur bruit de l'écho, en dB, en fonction du type de représentation.

5.3 Sonde RMN portable

Les expériences RMN décrites dans cette section ont été faites au laboratoire structure et dynamique par résonance magnétique (LSDRM) du CEA Saclay, avec D. Sakellariou et J.-F. Jacquinet. Les signaux présentés dans cette partie ont été acquis à l'aide d'un spectromètre LapNMR développé par Tecmag.

5.3.1 Champ magnétique statique

L'induction magnétique statique de l'aimant portable a été mesurée avec une sonde à effet Hall. Les résultats de cette mesure sont donnés sur la figure 5.8. Ces courbes montrent que le gradient de l'induction s'annule au centre de l'aimant. De plus, ce gradient reste faible dans le sens de la longueur de la sonde (axe X). Au centre, la fréquence de Larmor est $f_0 = 4.85$ MHz.

Si un échantillon de dimensions $10 \times 1 \times 1$ mm³ est placé au centre de la sonde, les

gradients d'induction sont $\partial B_0/\partial X \leq 1.2$ mT/cm (50 kHz/cm), $\partial B_0/\partial Y \leq 40$ mT/cm (1.7 MHz/cm) et $\partial B_0/\partial Z \leq 30$ mT/cm (1.3 MHz/cm). Le gradient de l'induction peut donc être très important sur les bords de l'échantillon, ou si l'échantillon est mal positionné. Pour des échantillons liquides, ceci peut poser de sérieux problèmes de diffusion qui entraînent une atténuation rapide du signal. Dans ce cas, le temps d'écho doit être assez court.

5.3.2 Système à une antenne

5.3.2.1 Antenne adaptée à l'aimant

Dans un premier temps, nous avons essayé d'obtenir des signaux RMN en utilisant une antenne de surface (Fig. 5.9a). Cette antenne, adaptée aux dimensions de l'aimant pour assurer la corrélation des champs, a été utilisée pour l'émission et la réception des signaux RMN. Nous avons utilisé un échantillon de sulfate de cuivre (CuSO_4) dont les temps de relaxation sont plus faibles que ceux de l'eau : pour une même durée d'acquisition, il est donc possible de répéter plus souvent la séquence RMN et d'accumuler du signal. Cependant, en raison de la faible sensibilité de l'antenne et du faible volume de mesure, nous n'avons pas obtenu de signaux avec cette configuration.

5.3.2.2 Micro-antenne

Une micro-antenne a été bobinée autour d'un capillaire contenant une solution de sulfate de cuivre. La figure 5.9b montre la géométrie utilisée. Cette antenne a été excitée par une séquence d'impulsions rectangulaires ; les paramètres de la séquence sont donnés dans le tableau 5.3. La figure 5.10 montre un écho de Hahn obtenu avec cette micro-antenne. D'après le spectrogramme de cet écho (Fig. 5.10b), les hautes fréquences ne contiennent pas de signal : on peut donc les supprimer pour améliorer le RSB (Fig. 5.10c). La figure 5.11 montre le résultat d'une séquence de cinquante échos CPMG. Cette figure permet de visualiser le temps de relaxation T_2 de l'échantillon de sulfate de cuivre. Si l'on s'intéresse seulement à l'amplitude du signal, il est possible d'accumuler tous les échos pour améliorer le RSB.

Ces résultats sont intéressants, car ils montrent qu'il est possible d'obtenir des signaux RMN avec notre sonde portable. En raison de l'homogénéité du champ dans le sens de la longueur de notre sonde, le signal est assez élevé et simple à détecter. Cependant, il n'est pas possible d'obtenir des échos de Hahn avec un temps d'écho supérieur à $500 \mu\text{s}$, à cause des phénomènes de diffusion. Notons également que le champ créé par cette antenne n'est pas corrélé au champ de l'aimant : cette configuration n'est pas utilisable en RMN haute résolution.

5.3.3 Système à deux antennes

L'antenne de la figure 5.9a assure la corrélation des champs magnétiques statique et RF, mais n'est pas assez sensible pour détecter un signal RMN. La micro-antenne de la figure 5.9b, au contraire, est très sensible. Mais le champ RF qu'elle produit n'est pas corrélé au champ statique. Il est donc naturel de vouloir combiner les deux antennes (Fig. 5.9c).

- L'antenne ajustée aux dimensions de l'aimant permet d'exciter l'échantillon et de créer un écho de nutation si \mathbf{B}_0 et \mathbf{B}_1 sont corrélés.

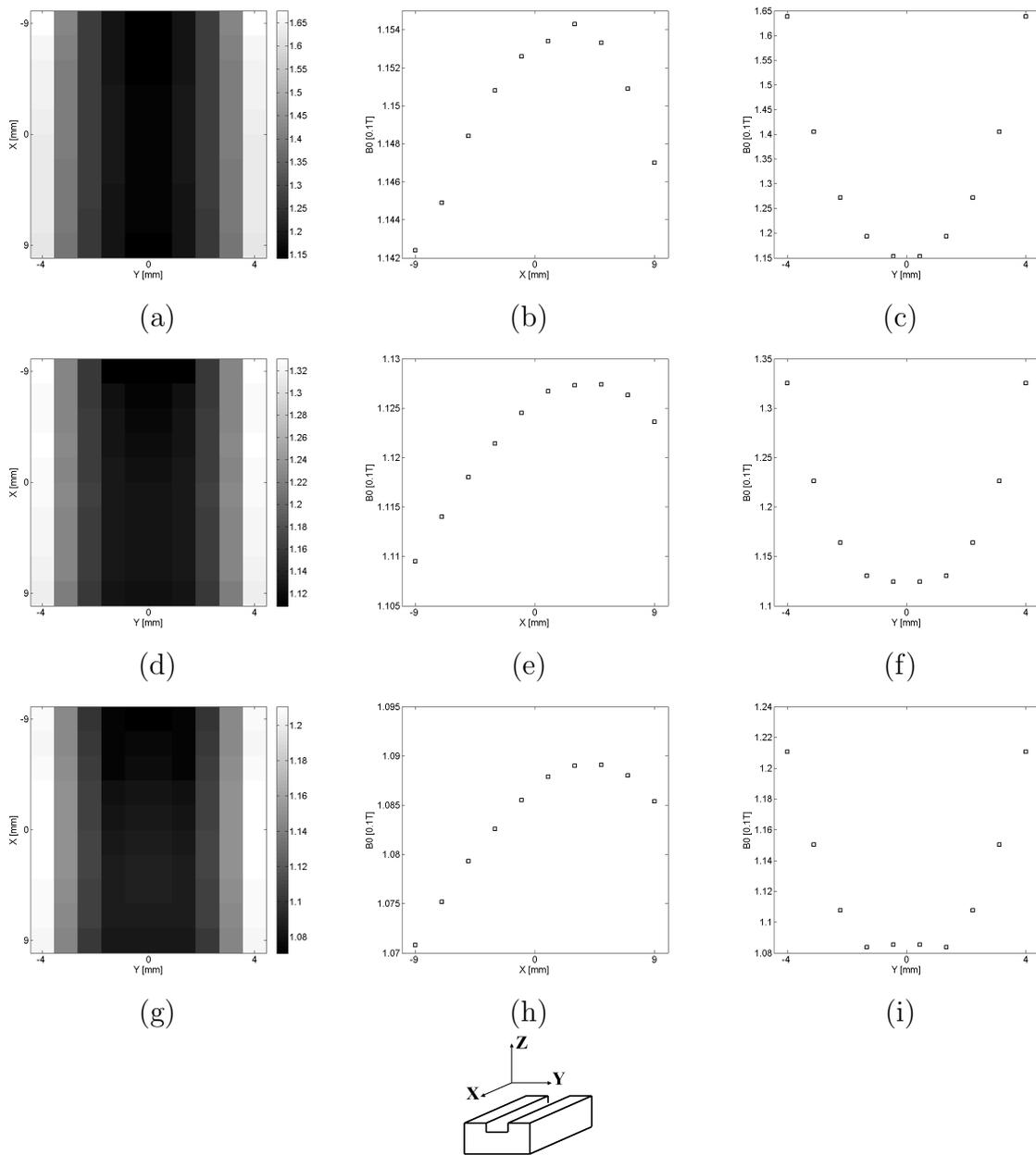


Fig. 5.8 – Cartographie de l'induction magnétique statique de la sonde portable, en tesla. En haut : $z = 0$ mm (mesure au centre de l'aimant). Au milieu : $Z = 1$ mm. En bas : $Z = 2$ mm. Mesures réalisées à l'aide d'un gaussmètre à effet Hall LakeShore 460.

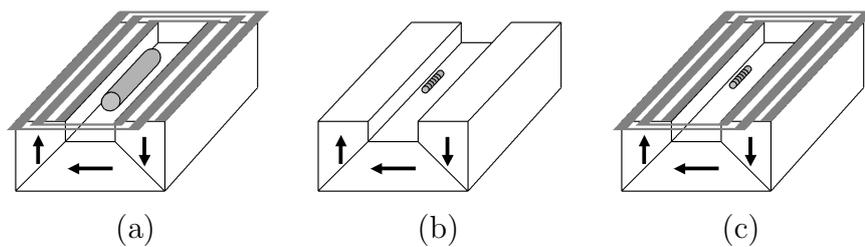


Fig. 5.9 – Sonde Portable. Antenne ajustée sur l'aimant (a), micro-antenne (b), système à deux antennes (c).

T_{90}	1.2	μs
T_{180}	2.4	μs
TE	200	μs
TR	100	ms
Puissance RF	2.5	W
Accumulations	16 k	

Tab. 5.3 – Paramètres des séquences d'écho de Hahn et CPMG utilisées pour exciter l'échantillon placé dans la sonde portable. TE : temps d'écho ; TR : temps de répétition. Cinquante échos sont créés lors de chaque séquence CPMG.

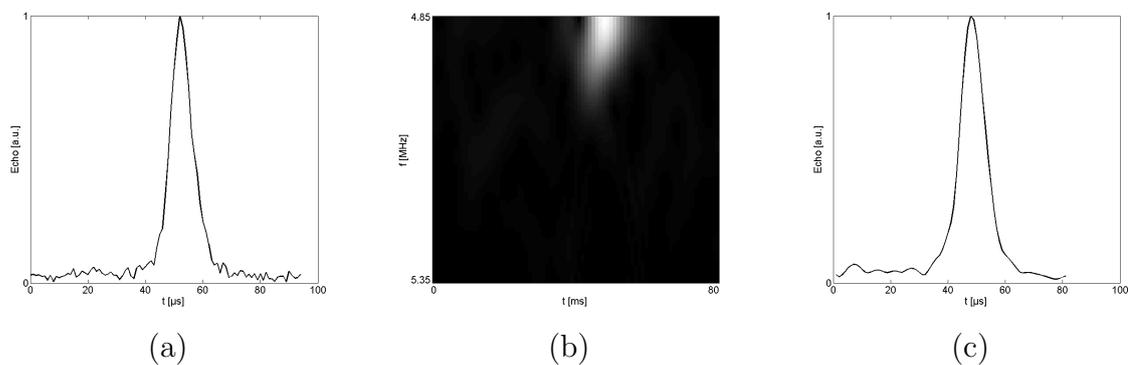


Fig. 5.10 – Écho de Hahn obtenu avec la sonde portable. Module du signal d'écho dans le domaine temporel (a) et le domaine temps-fréquence (b). Signal filtré (c).

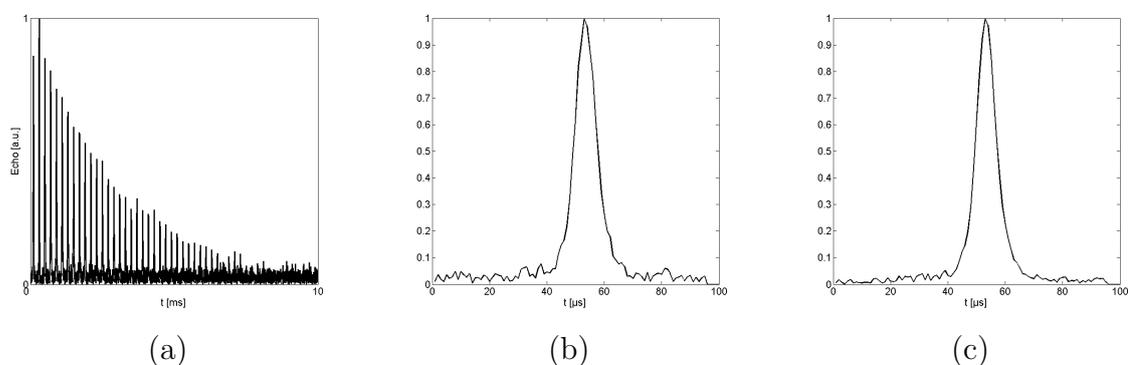


Fig. 5.11 – Train d'échos CPMG obtenu avec la sonde portable (a). Module du premier écho du train (b) et accumulation des cinquante échos du train CPMG (c).

- La micro-antenne permet de détecter un faible signal RMN.

Même si ces deux antennes sont quasiment perpendiculaires, leur couplage suffit pour empêcher la formation d'échos de nutation : l'échantillon est excité par les courants induits dans la micro-antenne. Le circuit de la micro-antenne doit donc être désaccordé – ou même coupé – lors de l'excitation. Des expériences futures nous diront s'il est possible de créer des échos de nutation avec ce système.

Conclusion

Dans les systèmes portables, la fréquence de Larmor est mal connue : elle dépend de la position de l'échantillon dans l'aimant et elle peut varier fortement avec la température. Pendant l'émission, l'utilisation d'impulsions modulées en fréquence permet de balayer une large plage de fréquence tout en minimisant la puissance émise. Ce type de séquence est donc intéressant pour la RMN portable.

Si le champ statique est inhomogène, la représentation des signaux d'échos dans le plan temps-fréquence permet d'améliorer le rapport signal sur bruit tout en étant robuste aux imprécisions sur la fréquence de résonance. En pratique, cette méthode de détection revient à sur-échantillonner les signaux puis à filtrer les bandes de fréquences intéressantes.

Des signaux ont été obtenus dans un champ magnétique inhomogène. Ces signaux nous ont permis de valider le fonctionnement de notre spectromètre.

Le prototype de sonde portable que nous avons construit a été testé au CEA Saclay. Plusieurs antennes ont été étudiées. L'antenne de surface, qui assure la corrélation des champs magnétiques statique et radiofréquence, n'est pas assez sensible pour détecter le signal RMN de l'échantillon. Les premiers signaux ont été obtenus en utilisant une micro-antenne, très sensible, placée au centre de l'aimant. Le champ magnétique créé par cette antenne n'est pas corrélé au champ magnétique de l'aimant : si l'on veut observer des signaux d'écho de nutation, cette antenne ne peut être utilisée qu'à la réception.

Un système à deux antennes semble intéressant pour notre application. Cependant, il faut que les deux antennes soient très bien découplés : un découplage géométrique – antennes perpendiculaires – n'est pas suffisant.

Conclusions et perspectives

Une sonde RMN portable, de dimensions très réduites, a été conçue au cours de cette thèse. Des premiers signaux d'écho RMN ont été observés. Ces signaux prouvent que notre sonde est fonctionnelle. Des paramètres simples, tels que les temps de relaxation ou la densité de protons d'un échantillon, peuvent être mesurés.

Des travaux récents ont montré que si l'induction statique est inhomogène, il est très intéressant d'utiliser une antenne dont l'induction est perpendiculaire et corrélée à celle de l'aimant. Si l'intensité de l'induction statique varie dans l'espace, l'induction RF doit varier proportionnellement. Dans ce cas, l'effet des inhomogénéités de l'induction statique peut être compensé. Il restait à réaliser des systèmes magnétiques capables de créer deux inductions perpendiculaires et corrélées. Au cours de cette thèse, nous avons proposé une structure magnétique qui vérifie ces propriétés.

Dans un premier temps, plusieurs contraintes spécifiques à la RMN portable, en champ inhomogène, ont été étudiées. Si le champ magnétique est inhomogène, la fréquence de résonance n'est pas la même pour tous les moments magnétiques. L'échantillon doit donc être excité par une séquence d'impulsions large bande. Les impulsions RF rectangulaires sont peu efficaces, car la majeure partie de leur énergie est dissipée hors de la bande passante. L'utilisation d'impulsions modulées en fréquence permet de limiter la puissance émise. Toutefois, la durée des séquences d'excitation est limitée par les phénomènes de diffusion qui entraînent une rapide décroissance du signal si l'induction statique est inhomogène.

Dans un système portable, la fréquence de résonance n'est pas toujours parfaitement connue. Elle est sensible à la température des aimants et à la position de l'échantillon. Les méthodes de détection classiques, basées sur la démodulation et le filtrage passe-bas du signal, ne sont plus optimales. La représentation des signaux d'échos dans le plan temps-fréquence peut être utile : elle permet d'observer les signaux sur une large bande, puis de chercher à quel instant et pour quelle fréquence le maximum est atteint.

Pour observer des signaux d'échos « simples », utilisables uniquement pour mesurer des temps de relaxation, il n'est pas nécessaire que les inductions statique et RF soient corrélées. Ceci n'est plus vrai dès que l'on veut obtenir une résolution spectrale correcte permettant par exemple de mesurer des déplacements chimiques. Les signaux d'écho de nutation, qui sont observés lors d'expériences haute résolution en champ inhomogène, sont sensibles aux imperfections de la corrélation entre les inductions statique et RF. Ces imperfections ont le même effet qu'un filtre linéaire dont la réponse impulsionnelle peut être reliée à la densité de probabilité des imperfections. Il est possible de créer plusieurs échos de nutation, les uns après les autres. Dans ce cas, l'effet des imperfections s'accumule.

L'atténuation du signal qui en résulte ressemble à une décroissance exponentielle pour les premiers échos ; elle est moins rapide ensuite. Plus le champ magnétique est inhomogène, plus cette décroissance est rapide : il est donc intéressant de chercher un compromis entre homogénéité et corrélation des inductions.

Deux champs magnétiques, l'un statique et l'autre radiofréquence, peuvent être corrélés et perpendiculaires sur un grand volume : il suffit d'ajuster une antenne aux dimensions d'un aimant. Cette méthode est basée sur le théorème de rotation de l'aimantation et sur le modèle des courants ampériens. Cependant, ce résultat est valable seulement si l'aimant et l'antenne sont parfaits – conducteurs très fins, matériaux magnétiques idéaux, etc. – et infiniment longs. Nous nous sommes intéressés aux imperfections présentes dans un système réel. Ces imperfections sont dues principalement aux effets de bord (la longueur du système est limitée) et aux erreurs d'ajustement entre l'aimant et l'antenne. Des courants de Foucault dans les aimants détruiraient la corrélation des champs magnétiques : il faut donc utiliser des aimants isolants. Pour cette raison, nous avons employé des aimants ferrite malgré leur faibles performances magnétiques.

L'association de plusieurs aimants permet d'améliorer l'homogénéité du champ magnétique statique, ce qui facilite l'excitation et la réception du signal RMN. Nous avons étudié des systèmes à deux aimants, dans deux configurations possibles : soit les polarisations des aimants sont parallèles, soit elles sont anti-parallèles. Cette deuxième solution est bien plus intéressante car elle est moins sensible aux effets de bords. La longueur du système peut alors être très réduite.

L'utilisation de prismes magnétiques permet de concentrer le champ sur une seule face de la sonde. Dans ce cas, le champ magnétique statique est plus important et l'antenne est plus sensible. Un prototype basé sur ce principe a été construit. L'intensité de l'induction est d'environ 0.1 T dans le volume utile ; la sonde mesure $8 \times 3 \times 1.5 \text{ cm}^3$ pour un poids de 210 g.

Le spectromètre que nous avons utilisé est construit autour d'une architecture numérique comprenant un synthétiseur de fréquence et un récepteur radio logiciel. Plusieurs modifications ont été nécessaires pour adapter ce spectromètre à notre application.

En général, une seule antenne est utilisée pour l'excitation de l'échantillon et pour la réception du signal. Dans ce cas, le récepteur est protégé par un duplexeur pendant l'excitation. Les duplexeurs utilisent généralement des lignes quart d'onde, qui ne sont pas adaptés à notre application. En effet, si le champ magnétique est de 0.1 T, la fréquence de résonance est de 4.2 MHz et une ligne quart d'onde mesure plus de 16 m ! D'autres solutions ont été testées :

- un duplexeur passif, utilisant un circuit résonant ;
- un duplexeur commandé en tension, utilisant une diode PIN.

La deuxième solution est plus performante et a été retenue.

Dans les systèmes RMN portables, il peut être intéressant d'utiliser deux antennes : une antenne d'excitation, assurant la corrélation des inductions B_0 et B_1 sur un grand volume, et une antenne de réception très sensible. Ces deux antennes doivent être très bien découplées. Le découplage réalisé par la géométrie du système – les deux antennes sont perpendiculaires – n'est pas suffisant. Deux solutions sont possibles : désaccorder l'antenne de réception pendant l'émission, ou connecter cette antenne à une haute impédance pour empêcher la circulation du courant électrique. Pour tester cette seconde solution, nous

avons construit un préamplificateur qui a une haute impédance d'entrée.

Nous avons également développé un nouveau logiciel de contrôle du spectromètre. Ce logiciel a été conçu pour permettre de générer une grande variété de séquences d'excitation. À partir d'une description très générale des séquences, un code exécutable est créé puis chargé dans le spectromètre.

Des premières expériences RMN nous ont permis de valider le fonctionnement du spectromètre. Des signaux RMN ont été obtenus dans un champ magnétique peu homogène. Les méthodes d'excitation et de détection proposées au cours de cette thèse ont été validées sur des signaux réels.

La sonde RMN portable a été testée. Des signaux d'échos de spin ont été obtenus en utilisant une micro-antenne. Cependant, l'antenne de surface, qui assure la corrélation des champs magnétiques statique et radiofréquence, n'est pas assez sensible pour détecter le signal RMN de l'échantillon. Il faut donc utiliser deux antennes :

- une antenne de surface, pour l'excitation ;
- une micro-antenne pour la réception.

Ces deux antennes, associées à un système de découplage, seront testées très prochainement.

Sur le système actuel, aucun réglage n'est possible. Il serait intéressant de pouvoir ajuster l'homogénéité du champ magnétique statique, ou d'affiner la corrélation entre les champs statique et RF. Ceci permettrait de compenser d'éventuels défauts de construction. Un système de réglage, construit avec des bobines ou des aimants permanents, pourrait être utile.

D'autres structures de sonde RMN portable peuvent être envisagées. Il est possible d'optimiser l'homogénéité du champ magnétique statique, la corrélation des champs statique et RF, ou au contraire de réduire les dimensions du système portable.

Pour certaines applications, il est envisageable de miniaturiser les aimants RMN. La miniaturisation est toutefois limitée par le volume de mesure, qui influence directement l'amplitude du signal, et par les gradients de champ magnétique qui augmentent dans les systèmes miniaturisés.

Bibliographie

- [1] R. R. Ernst, G. Bodenhausen, and A. Wokaun, *Principles of Nuclear Magnetic Resonance in One and Two Dimensions*. Oxford : Clarendon Press, 1987.
- [2] D. Canet, *La RMN*. Paris : InterEditions, 1991.
- [3] R. K. Cooper and J. A. Jackson, “Remote (inside-out) NMR. Remote production of a region of homogeneous magnetic field,” *J. Magn. Reson.*, vol. 41, pp. 400–405, 1980.
- [4] M. Fleury, “Caractérisation de structures poreuses par relaxométrie RMN,” *Revue de l’institut français du pétrole*, vol. 53, no. 4, pp. 489–493, 1998.
- [5] M. Locatelli, “Dispositif de diagraphie à RMN de résolution centimétrique,” *Revue de l’institut français du pétrole*, vol. 53, no. 4, pp. 477–481, 1998.
- [6] R. L. Kleinberg and J. A. Jackson, “An introduction to the history of NMR well logging,” *Concepts Magn. Reson.*, vol. 13, no. 6, pp. 340–342, 2001.
- [7] “Qtetpack, advanced electromagnetic solution for quality testing and sorting of hurtifruit products, qlk1-2000-00936,” 2001.
- [8] A. Asfour, *Traitement numérique des signaux et identification de systèmes RMN; Conception et développement d’un imageur pour l’IRM dédiée à bas champ*. Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2002.
- [9] D. I. Hoult and R. E. Richard, “The signal-to-noise ratio of the nuclear magnetic resonance experiment,” *J. Magn. Reson.*, vol. 24, pp. 71–85, 1976.
- [10] E. L. Hahn, “Spin echoes,” *Phys. Rev.*, vol. 80, no. 4, pp. 580–594, 1950.
- [11] H. Y. Carr and E. M. Purcell, “Effects of diffusion on free precession in nuclear magnetic resonance experiments,” *Phys. Rev.*, vol. 94, no. 3, pp. 630–638, 1954.
- [12] S. Meiboom and D. Gill, “Modified spin-echo method for measuring nuclear relaxation times,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 29, no. 8, pp. 688–691, 1958.
- [13] R. L. Kleinberg, A. Sezginer, and D. D. Griffin, “Novel NMR apparatus for investigating an external sample,” *J. Magn. Reson.*, vol. 97, pp. 466–485, 1992.
- [14] S. Anferova, V. Anferov, D. G. Rata, B. Blümich, J. Arnold, C. Clauser, P. Blümmler, and H. Raich, “A mobile NMR device for measurements of porosity and pore size distributions of drilled core samples,” *Concepts Magn. Reson.*, vol. 23B, pp. 26–32, 2004.
- [15] G. Eidmann, R. Savelsberg, P. Blümmler, and B. Blümich, “The NMR MOUSE, a mobile universal surface explorer,” *J. Magn. Reson. A*, vol. 122, pp. 104–109, 1996.
- [16] S. Anferova, V. Anferov, M. Adams, P. Blümmler, N. Routley, K. Hailu, K. Kupferschläger, M. J. D. Mallett, G. Schroeder, S. Sharma, and B. Blümich, “Construction of a NMR-MOUSE with a short dead time,” *Concepts Magn. Reson.*, vol. 15, no. 1, pp. 15–25, 2002.

- [17] B. Blümich, V. Anferov, S. Anferova, M. Klein, R. Fetchete, M. Adams, and F. Casanova, "Simple NMR-MOUSE with a bar magnet," *Concepts Magn. Reson.*, vol. 15, no. 1, pp. 255–261, 2002.
- [18] S. Rahmatallah, Y. Li, H. C. Seton, I. S. Mackenzie, J. S. Gregory, and R. M. Aspden, "NMR detection and one-dimensional imaging using the inhomogeneous magnetic field of a portable single-sided magnet," *J. Magn. Reson.*, vol. 173, pp. 23–28, 2005.
- [19] A. E. Marble, I. V. Mastikhin, B. G. Colpitts, and B. J. Balcom, "A constant gradient unilateral magnet for near-surface MRI profiling," *J. Mag. Reson.*, vol. 183, pp. 240–246, 2006.
- [20] A. E. Marble, I. V. Mastikhin, B. G. Colpitts, and B. J. Balcom, "A compact permanent magnet with a remote homogeneous field," *J. Magn. Reson.*, vol. 186, pp. 100–104, 2007.
- [21] F. Casanova and B. Blümich, "Two-dimensional imaging with a single-sided NMR probe," *J. Magn. Reson.*, vol. 163, pp. 38–45, 2003.
- [22] J. Perlo, F. Casanova, and B. Blümich, "3D imaging with a single-sided sensor : an open toograph," *J. Magn. Reson.*, vol. 166, pp. 228–235, 2004.
- [23] J. Perlo, F. Casanova, and B. Blümich, "Profiles with microscopic resolution by single-sided NMR," *J. Magn. Reson.*, vol. 176, pp. 64–70, 2005.
- [24] C. A. Meriles, D. Sakellariou, A. H. Trabesinger, D. V, and P. A, "Zero- to low-field MRI with averaging of concomitant gradient fields," *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 102, pp. 1842–1844, 2005.
- [25] C. A. Meriles, D. Sakellariou, H. Heise, A. J. Moulé, and A. Pines, "Approach to high-resolution ex situ NMR spectroscopy," *Science*, vol. 293, pp. 82–85, 2001.
- [26] D. Sakellariou, C. A. Meriles, A. Moulé, and A. Pines, "Variable rotation composite pulses for high resolution nuclear magnetic resonance using inhomogeneous magnetic and radiofrequency fields," *Chem. Phys. Lett.*, vol. 362, pp. 25–33, 2002.
- [27] D. Sakellariou, C. A. Meriles, R. W. Martin, and A. Pines, "Nmr in rotating magnetic fields : Magic angle field spinning," *Magn. Reson. Imag.*, vol. 23, pp. 295–299, 2005.
- [28] D. Topgaard and A. Pines, "Self-diffusion measurements with chemical shift resolution in steady magnetic field gradients," *J. Mag. Reson.*, vol. 168, pp. 31–35, 2004.
- [29] D. Topgaard, D. Sakellariou, and A. Pines, "NMR spectroscopy in inhomogeneous B₀ and B₁ fields with non-linear correlation," *J. Magn. Reson.*, vol. 175, pp. 1–10, 2005.
- [30] D. Topgaard and S. D, "Diffusion damping during adiabatic z-rotation pulses for NMR spectroscopy in inhomogeneous fields," *J. Chem. Phys.*, vol. 125, p. 044503, 2006.
- [31] A. Scharfenecker, I. Ardelean, and R. Kimmich, "Diffusion measurement with the aid of nutation spin echoes appearing after two inhomogeneous radiofrequency pulses in inhomogeneous magnetic fields," *J. Magn. Reson.*, vol. 148, pp. 363–366, 2001.
- [32] M. H. Levitt and R. Freeman, "NMR population inversion using a composite pulse," *J. Magn. Reson.*, vol. 33, pp. 473–476, 1979.
- [33] J. Perlo, V. Demas, F. Casanova, C. A. Meriles, J. Reimer, A. Pines, and B. Blümich, "High-resolution nmr spectroscopy with a portable single-sided sensor," *Science*, vol. 308, p. 1279, 2005.

- [34] G. Bodenhausen, R. Freeman, and G. A. Morris, "A simple pulse sequence for selective excitation in fourier transform NMR," *J. Mag. Reson.*, vol. 23, pp. 171–175, 1976.
- [35] M. Todica, R. Fechete, and B. Blümich, "Selective NMR excitation in strongly inhomogeneous magnetic fields," *J. Magn. Reson.*, vol. 164, pp. 220–227, 2003.
- [36] J. Delayre, *Nouvelles méthodes d'observation de la résonance magnétique nucléaire*. Thèse de doctorat, Université Grenoble 1, 1975.
- [37] J.-M. Böhlen, M. Rey, and G. Bodenhausen, "Refocusing with chirp pulses for broadband excitation without phase dispersion," *J. Magn. Reson.*, vol. 84, pp. 191–197, 1989.
- [38] J.-M. Böhlen and G. Bodenhausen, "Experimental aspect of chirp NMR spectroscopy," *J. Magn. Reson. A*, vol. 102, pp. 293–301, 1993.
- [39] J. Baum, R. Tycko, and A. Pines, "Broadband and adiabatic inversion of a two-level system by phase-modulated pulses," *Phys. Rev. A*, vol. 32, no. 6, pp. 3435–3447, 1985.
- [40] J.-Y. Park, L. DelaBarre, and M. Garwood, "Improved gradient-echo 3D magnetic resonance imaging using pseudo-echoes created by frequency-swept pulses," *Magn. Reson. Med.*, vol. 55, pp. 848–857, 2006.
- [41] J. Max and J.-L. Lacoume, *Méthodes et techniques de traitement du signal*. Paris : Dunod, 5 ed., 2004.
- [42] T. L. Peck, R. L. Magin, J. Kruse, and M. Feng, "NMR microspectroscopy using 100 μm planar RF coils fabricated on gallium arsenide substrates," *IEEE Trans. Biomedical Eng.*, vol. 41, no. 7, pp. 706–709, 1994.
- [43] T. L. Peck, R. L. Magin, and P. C. Lauterbur, "Design and analysis of microcoils for NMR microscopy," *J. Magn. Reson. B*, vol. 108, pp. 114–124, 1995.
- [44] C. Massin, G. Boero, R. Eichenberger, P. A. Besse, and R. S. Popovic, "High-Q factor RF planar microcoils on glass substrates for micro-scale NMR spectroscopy," *Sensors and Actuators A*, vol. 97, pp. 208–288, 2002.
- [45] P. B. Roemer, W. A. Edelstein, C. E. Hayes, S. P. Souza, and O. M. Mueller, "The NMR phased array," *Magn. Reson. Med.*, vol. 16, pp. 192–225, 1990.
- [46] D. K. Sodickson and W. J. Manning, "Simultaneous acquisition of spatial harmonics (SMASH) : fast imaging with radiofrequency coil arrays," *Magn. Reson. Med.*, vol. 38, pp. 591–603, 1997.
- [47] K. P. Pruessmann, M. Weiger, M. B. Scheidegger, and P. Boesiger, "SENSE : sensitivity encoding for fast MRI," *Magn. Reson. Med.*, vol. 42, pp. 952–962, 1999.
- [48] M. A. Griswold, P. M. Jakob, R. M. Heidemann, M. Nittka, V. Jellus, J. Wang, B. Kiefer, and A. Haase, "Generalized autocalibrating partially parallel acquisitions (GRAPPA)," *Magn. Reson. Med.*, vol. 47, pp. 1020–1210, 2002.
- [49] G. Le Bec, K. Raoof, and J. P. Yonnet, "ICASENSE : sensitivity mapping using independant component analysis for parallel magnetic resonance imaging," (Shanghai, China), pp. 4275–4277, IEEE EMBC, september 2005.
- [50] G. Le Bec, K. Raoof, and J. P. Yonnet, "ICASENSE : une application de l'analyse en composantes indépendantes à l'IRM parallèle," (Louvain-la-Neuve, Belgique), pp. 375–376, GRETSI, Septembre 2005.

- [51] J. Perlo, F. Casanova, and B. Blümich, “Single-sided sensor for high-resolution NMR spectroscopy,” *J. Magn. Reson.*, vol. 180, pp. 274–279, 2006.
- [52] J. P. Yonnet, “Passive magnetic bearings with permanent magnets,” *IEEE Trans. Magn.*, vol. MAG-14, no. 5, pp. 803–805, 1978.
- [53] K. Halbach, “Design of permanent multipole magnets with oriented rare earth cobalt material,” *Nucl. Instr. Meth.*, vol. 169, pp. 1–10, 1980.
- [54] K. Halbach, “Physical and optical properties of rare earth cobalt magnets,” *Nucl. Instr. Meth.*, vol. 187, pp. 109–117, 1981.
- [55] G. Moresi and R. Magin, “Miniature permanent magnet for table-top NMR,” *Concepts Magn. Reson. B*, vol. 19B, no. 1, pp. 35–43, 2003.
- [56] E. du Trémolet de Lacheisserie, M. Cyrot, M. Décorps, B. Dieny, O. Geoffroy, D. Gignoux, C. Lacroix, J. Laforest, P. Lethuillier, P. Molho, J. L. Porteseil, P. Rochette, M. F. Rossignol, M. Schlenker, C. Segebarth, Y. Souche, and J. P. Yonnet, *Magnétisme. I, Fondements*. Les Ulis : EDP Sciences, 2000.
- [57] J. P. Yonnet, “Magnetomechanical devices,” in *Rare Earth Permanent Magnets* (J. Coey, ed.), pp. 430–451, Oxford : Clarenton Press, 1996.
- [58] M. McCaig, *Permanent Magnets in Theory and Practice*. Londres : Pentech Press, 1987.
- [59] G. Le Bec, J.-P. Yonnet, and K. Raoof, “Coil and magnet design for nuclear magnetic resonance in inhomogeneous field,” *IEEE Trans. Magn.*, vol. 42, no. 12, pp. 3861–3867, 2006.
- [60] E. du Trémolet de Lacheisserie, M. Cyrot, M. Décorps, B. Dieny, O. Geoffroy, D. Gignoux, C. Lacroix, J. Laforest, P. Lethuillier, P. Molho, J. L. Porteseil, P. Rochette, M. F. Rossignol, M. Schlenker, C. Segebarth, Y. Souche, and J. P. Yonnet, *Magnétisme. II, Matériaux et applications*. Les Ulis : EDP Sciences, 2000.
- [61] G. Le Bec, J. P. Yonnet, and K. Raoof, “Design of a nuclear magnetic resonance sensor working in inhomogeneous magnetic field,” *Sensor Letters*, vol. 5, no. 1, pp. 252–254, 2007.
- [62] G. Le Bec, J. P. Yonnet, and K. Raoof, “Development of a small NMR probe,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 316, no. 2, pp. 240–243, 2007.
- [63] K. Raoof, A. Asfour, and J. M. Fournier, “A complete digital MRI system at low magnetic field (0.1 Tesla),” in *IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference*, (Anchorage, USA), Mai 2002.
- [64] H. Jie, X. Qin, L. Ying, and L. Gengying, “Home-built magnetic resonance imaging system (0.3 T) with a complete digital spectrometer,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 76, p. 105101, 2005.
- [65] V. Nguyen, *Système de création de champ magnétique homogène à aimants ferrites pour l'imagerie RMN*. Thèse de doctorat, INPG, Grenoble, 1996.
- [66] Analog Devices, *AD9852, CMOS 300 MSPS Complete DDS*, 2004.
- [67] National Semiconductor, *CLC5902, Dual Digital Tuner/AGC*, 2000.
- [68] National Semiconductor, *CLC-DRCS7-PCASM, DRCS7 Evaluation Board User's Guide*, 2001.

-
- [69] J. Stepanek, “Conception d’un système d’amplification radio fréquence linéaire pour un système RMN à bas champ,” Master’s thesis, Fakulta Electrotechniky A Informatiky, Brno, République Tchèque, 2001.
- [70] I. J. Lowe and C. E. Tarr, “A fast recovery probe and receiver for pulsed nuclear magnetic resonance spectroscopy,” *J. Phys. E : Sci. Instrum*, vol. 1, pp. 320–322, 1968.
- [71] L. A. McLachlan, “Lumped circuit duplexer for a pulsed NMR spectrometer,” *J. Mag. Reson.*, vol. 39, pp. 11–15, 1980.
- [72] Agilent, *Application of PIN Diodes*, 1999.
- [73] Analog Devices, *ADSP-2106x SHARC Processor, User’s Manual*, 2004.
- [74] G. Seabra, “Développement d’un environnement graphique pour la spectrométrie RMN,” rapport de stage, Université Joseph Fourier, 2006.
- [75] R. Ducol, “Développement d’un logiciel pour une application RMN bas champ,” rapport de stage, Université Joseph Fourier, 2007.

Résumé

Les expériences de résonance magnétique nucléaire (RMN) sont généralement réalisées dans des champs magnétiques très élevés et très homogènes. Cependant, des systèmes portables sont apparus ces dernières années. Ces systèmes permettent de faire des mesures de relaxométrie. Si les champs magnétiques statique et radiofréquence (RF) sont corrélés, il est également possible d'acquérir des spectres RMN.

Si le champ magnétique statique est inhomogène, l'excitation de l'échantillon et la réception du signal doivent être large bande. Plusieurs séquences d'excitation ont été étudiées, dans le cadre d'applications RMN portables. L'utilisation d'impulsions modulées en fréquence permet de minimiser la puissance instantanée émise par le système. Une modélisation des signaux d'échos de nutation permet d'évaluer l'effet des défauts de corrélation entre les champs statique et RF. À la réception, si la fréquence de résonance n'est pas stable (la polarisation des aimants varie avec la température), la représentation des signaux d'écho dans le plan temps-fréquence permet d'améliorer le rapport signal sur bruit.

Une solution permettant de générer deux champs magnétiques perpendiculaires et corrélés a été proposée. Cette solution, basée sur le théorème de rotation de l'aimantation, est valable pour des systèmes infiniment longs. L'influence des effets de bord et de plusieurs imperfections a été étudiée. Une sonde RMN portable a été construite ; cette sonde mesure $8 \times 3 \times 1.5 \text{ cm}^3$. Des premiers signaux ont été obtenus avec cette sonde.

Enfin, un spectromètre RMN existant a été adapté à des application RMN portable. Des préamplificateurs ont été construits et un nouveau logiciel de commande, plus souple, a été développé. Ce spectromètre a permis d'obtenir des signaux RMN en champ magnétique inhomogène.

Mots-clés : RMN portable, champ magnétique inhomogène, excitation et détection large bande, champs magnétiques corrélés, aimants permanents.

Title : NMR signal detection and processing in inhomogeneous magnetic field

Abstract

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) experiments are commonly done in highly homogeneous magnetic fields. However, portable systems appeared few year ago. Such systems are used for relaxometry experiments, and should be used for spectrometry if the radiofrequency and the static magnetic field are correlated.

In inhomogeneous magnetic fields, the sample must be excited by wideband pulse sequences. Excitation sequences for portable applications have been studied. Chirp pulses may be employed to reduce the RF power. A modelisation of nutation echo signal is useful to evaluate the effect of miscorrelation errors. If the resonance frequency is not well known (this may occurs if the magnet polarization is temperature dependent), the signal-to-noise ratio of the receiver may be increased by a time-frequency representation of the echo signal.

A magnetic system, which creates two correlated and perpendicular magnetic fields, has been designed. This system is based on the easy axis rotation theorem. The influence of end effects and imperfections has been studied. A portable probe has been constructed ; the probe measures $8 \times 3 \times 1.5 \text{ cm}^3$. Preliminary NMR signals have been obtained with this probe.

A NMR spectrometer has been modified for portable NMR applications. Low noise preamplifiers have been constructed and a control software has been developed. NMR signals have been obtained in inhomogeneous magnetic fields with this spectrometer.

Key Words : Portable NMR, inhomogeneous magnetic field, wideband excitation and detection, correlated magnetic fields, permanent magnets.
