

05

## Исследование действия импульсного магнитного поля на сигнал ядерного спинового эха в феррите

© И.В. Плешаков, Н.С. Клёхта, Ю.И. Кузьмин

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург  
Санкт-Петербургский государственный политехнический университет  
E-mail: ivanple@yandex.ru

Поступило в Редакцию 24 мая 2012 г.

Показано, что импульсное магнитное поле через смещение доменных границ оказывает влияние на сигнал ядерного спинового эха в магнитоупорядоченном материале (феррите). Наблюдались эффекты подавления и восстановления отклика при использовании импульсных последовательностей, включающих импульсы разной полярности. Получена зависимость коэффициента подавления от внешнего постоянного магнитного поля, подтверждающая предположение о том, что обнаруженные явления связаны с границами.

Ядерный магнитный резонанс (ЯМР) является одним из информативных методов изучения магнитоупорядоченных материалов [1,2], в частности особенностей строения их доменной структуры [3]. Принципы интерпретации откликов ядерной спиновой системы в образцах, содержащих домены и доменные границы, известны и достаточно хорошо развиты [4,5], однако для ряда практически важных случаев в этой области остались нерешенные вопросы. Они возникают, например, при анализе природы отклика в поликристаллических или дисперсных (в том числе нанодисперсных) веществах, что особенно важно, поскольку в последнее время ЯМР часто применяется для исследования именно таких сред [6–9].

Введение дополнительного воздействия, оказываемого на ядерную намагниченность через электронные магнитные моменты, расширяет возможности метода и дает возможность извлечь из экспериментальных данных новые сведения. В качестве такового ранее теоретически рассматривался короткодействующий импульс магнитного поля, и было

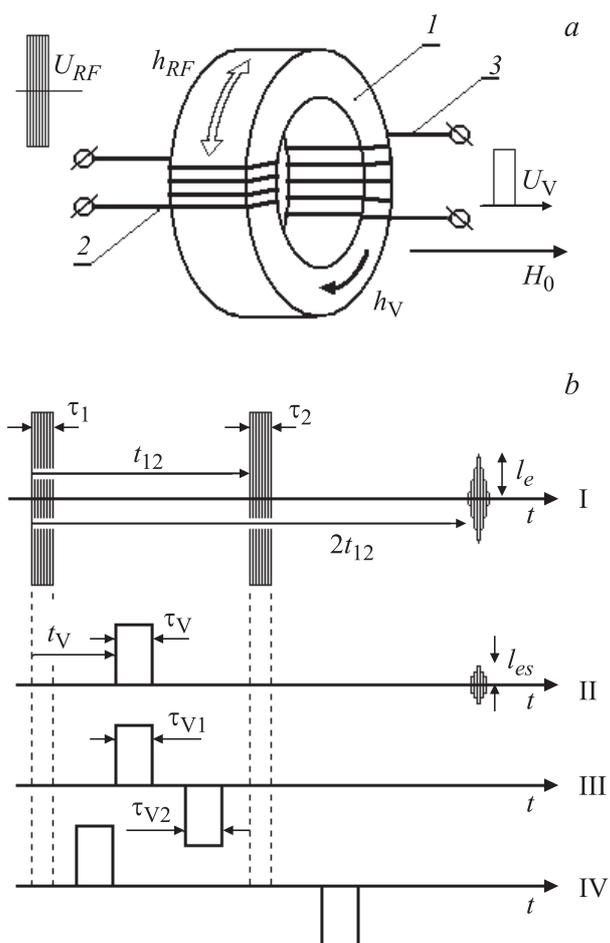
показано, что в системе, описываемой уравнениями Блоха, он подавляет сигнал ЯМР [10].

Целью настоящей работы являлось проведение экспериментального исследования влияния различных последовательностей импульсного поля на формирование отклика ядерной спиновой системы поликристаллического магнитного соединения, и выяснение связи наблюдаемых при этом эффектов с доменной структурой. В качестве образца взято хорошо изученное с радиоспектроскопической точки зрения вещество.

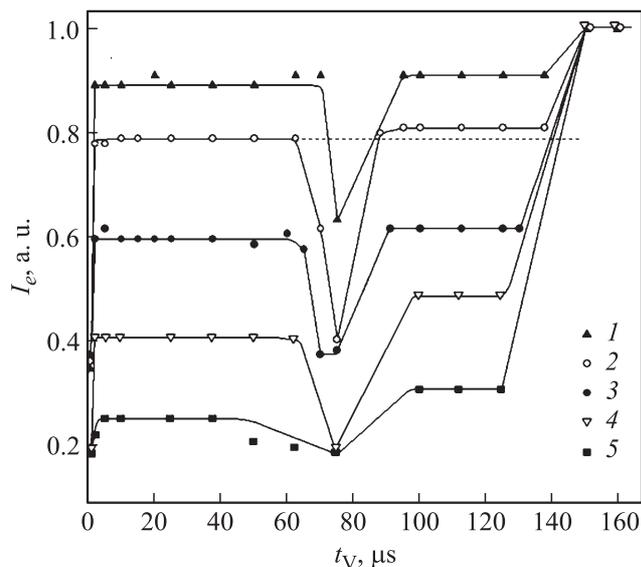
Использованная в работе методика поясняется рис. 1. ЯМР регистрировался по сигналу двухимпульсного спинового эха ядер  $^{57}\text{Fe}$ , наблюдаемого в литий-цинковом феррите  $\text{Li}_{0.425}\text{Fe}_{2.425}\text{Zn}_{0.15}\text{O}_4$ . Образец имел форму кольца, на которое были намотаны две катушки: радиочастотного (РЧ) возбуждения и создания импульсного магнитного поля. При подаче на них напряжений  $U_{RF}$  и  $U_V$ , внутри материала, как показано на рис. 1, *a*, возникали магнитные поля РЧ импульса  $h_{RF}$  и видеоимпульса  $h_V$  соответственно. Постоянное магнитное поле  $H_0$  прикладывалось вдоль оси кольца и являлось, таким образом, перпендикулярным импульсным полям.

Измерения проводились при комнатной температуре. Поскольку частота ЯМР  $\omega_n$  в магнитном материале определяется локальным полем [1,2],  $H_0$  служило только для управления магнитным состоянием вещества, а величина  $\omega_n/2\pi$  была фиксирована, и составляла 68 МГц. Для увеличения амплитуды отклика, которая быстро падает при росте  $H_0$ , феррит был обогащен изотопом  $^{57}\text{Fe}$  до 85%.

На рис. 1, *b* изображены временные диаграммы действующих на спиновую систему импульсных последовательностей, там же даны необходимые обозначения. На катушку, входящую в состав резонансного контура радиоспектрометра, подавались два РЧ импульса на несущей частоте  $\omega_n$ , длительности импульсов  $\tau_{1,2}$  изменялись в пределах нескольких микросекунд (основные измерения происходили при  $\tau_1 = \tau_2 = 2 \mu\text{s}$ ), а интервал  $t_{12}$  между импульсами составлял несколько десятков микросекунд (рис. 1, *b*, I). Величина  $U_{RF}$  настраивалась по максимуму эхо-сигнала и достигала десятков вольт. Варианты поступления видеоимпульсов и их расположение относительно возбуждающей последовательности показаны на рис. 1, *b*, II–IV. В разных экспериментах использовались катушки импульсного поля с разным количеством витков; при наибольшем их количестве и  $U_V = 20 \text{ V}$  можно было достичь значения  $h_{V \max} \cong 15 \text{ Oe}$ .

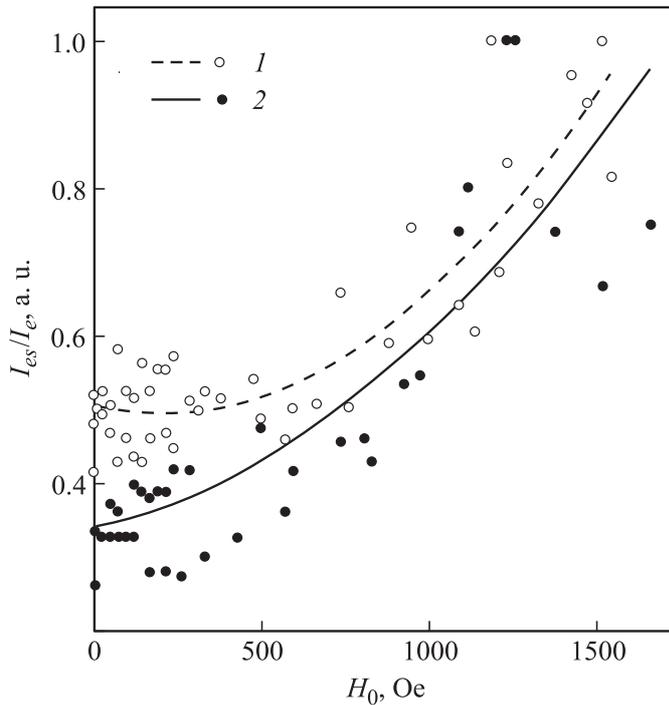


**Рис. 1.** Методика проведения эксперимента. *a* — геометрия внешних полей. 1 — образец, 2 — катушка возбуждения и регистрации ЯМР, 3 — катушка создания импульсов магнитного поля. *b* — временные диаграммы импульсных последовательностей. I — возбуждающие РЧ импульсы и сигнал эха, II, III, IV — варианты подачи видеоимпульсов.



**Рис. 2.** Действие одиночного импульса магнитного поля на сигнал спинового эха в зависимости от времени его поступления ( $t_{12} = 75 \mu\text{s}$ ). 1 —  $h_V/h_{V\text{max}} = 0.5$ ,  $\tau_V = 2 \mu\text{s}$ ; 2 —  $h_V/h_{V\text{max}} = 0.5$ ,  $\tau_V = 5 \mu\text{s}$ ; 3 —  $h_V/h_{V\text{max}} = 0.5$ ,  $\tau_V = 10 \mu\text{s}$ ; 4 —  $h_V/h_{V\text{max}} = 1$ ,  $\tau_V = 5 \mu\text{s}$ ; 5 —  $h_V/h_{V\text{max}} = 1$ ,  $\tau_V = 10 \mu\text{s}$ . Пунктиром (на примере случая 2) показано различие эффектов подавления при подаче импульса в интервалах  $(0, t_{12})$  и  $(t_{12}, 2t_{12})$ .

Одиночный видеоимпульс (рис. 1, *b*, II) во всех случаях приводил к подавлению эха. На рис. 2 показан результат его воздействия на спиновую систему, регистрируемый по уменьшению амплитуды отклика  $I_e$ . Сильнее всего сигнал ослаблялся при совпадении РЧ и видеоимпульсов, но расположение импульса поля в интервалах между импульсами возбуждающей последовательности также давало значительный эффект. Он не зависел от времени поступления импульса  $t_V$ , хотя следует отметить, что при его подаче после второго РЧ импульса ослабление становилось несколько меньшим. Увеличение  $h_V$  или  $\tau_V$  вызывало дополнительное снижение эхо-сигнала, причем эта зависимость не была линейной. Два импульса одной полярности оказывали то же действие, что одиночный импульс с увеличенной длительностью.



**Рис. 3.** Зависимость величины подавления эхо-сигнала от магнитного поля ( $h\nu/h\nu_{\max} = 1$ ). 1 —  $\tau\nu = 5\mu\text{s}$ , 2 —  $\tau\nu = 10\mu\text{s}$ . Пунктирная и сплошная линии являются аппроксимацией соответствующих экспериментальных точек полиномом.

Рис. 3 иллюстрирует поведение коэффициента подавления, т.е. отношения амплитуд ослабленного и исходного откликов,  $I_{es}(H_0)/I_e(H_0)$ , от магнитного поля. Поскольку с ростом  $H_0$  сигнал ЯМР быстро падает, экспериментальные точки имеют здесь заметный разброс, но тем не менее из графика видно, что подавление в больших полях ухудшается, практически полностью исчезая с приближением к насыщению.

При поступлении на образец двух разнополярных импульсов в последовательности, показанной на рис. 1, *b*, III, наблюдалось нетривиальное явление восстановления эхо-сигнала. Оно не было полным,

но могло достигать (при  $\tau_{V1} = \tau_{V2}$ ) 80%. Действие импульсов разной полярности в том варианте, который показан на рис. 1, *b*, IV, оказалось таким же, как действие двух импульсов одной полярности.

Поскольку ядерная спиновая система „чувствует“ внешнее поле через посредство электронных магнитных моментов [1,2], объяснение рассмотренных явлений должно основываться на представлении том, какое движение электронная намагниченность  $M$  совершает под действием видеоимпульсов. Поле анизотропии литиевого феррита  $H_a$  составляет около 600 Oe [11], т.е. угол ее наибольшего возможного отклонения от положения равновесия в домене может быть оценен, как  $\alpha \cong h_{V \max}/H_a \cong 2.5 \cdot 10^{-2} \text{ rad}$ . В то же время происходящее под действием  $h_V$  смещение доменной границы, даже будучи незначительным, сопровождается большим поворотом  $M$ : в полях  $h_V \sim 10 \text{ Oe}$  сдвиг может быть порядка ее толщины, и тогда некоторые моменты (внутри и вблизи 180-градусной стенки) совершат почти полный переворот [3]. Фактически мы здесь имеем дело с тем же механизмом, который отвечает за усиление ЯМР в магнитоупорядоченных материалах. Он различен для доменов и границ, что определяется различием восприимчивостей вращения и смещения, достигающим нескольких порядков [1,2].

Принимая простейшую модель наблюдавшихся эффектов, положим, что поле  $h_V$  влияет только на ЯМР в границах, обратимо сдвигая последние таким образом, что угол поворота моментов  $M$ , а значит, и связанных с ними локальных полей, оказывается достаточно велик. В том случае, если ядерная спиновая система возбуждена предшествующим РЧ импульсом, во время действия видеоимпульса произойдет изменение направлений прецессии ядерных магнитных моментов, причем частоты вращения отдельных изохромат будут несколько отличаться из-за неоднородного распределения угла отклонения вдоль границы. Это приведет к расфокусировке изохромат и уменьшению эхо-сигнала. Приложение следующего импульса другой полярности вызывает сдвиг границы в противоположную сторону, и появление добавки к прецессии, восстанавливающей сигнал (причем только тогда, когда импульсы действуют на одном и том же временном интервале, поскольку на интервалах, разделенных вторым РЧ импульсом, прецессия меняет фазу на  $2\pi$ ). Разумеется, строгая теория должна учитывать поведение спиновой системы при кратковременном изменении направления локального поля на произвольный угол, но и качественный подход позволяет понять основные особенности обнаруженных явлений.

Приведенное рассуждение, находясь в согласии с экспериментальными данными, подтверждается зависимостью коэффициента подавления от поля. Если импульсное поле действует только на ту часть отклика, которая связана с границами, то очевидно, что в процессе намагничивания импульс должен оказывать на отклик все меньшее влияние, поскольку суммарный объем границ убывает — это и регистрируется на опыте (рис. 3). Полученные результаты свидетельствуют также о том, что в полностью размагниченом феррите основная часть сигнала ЯМР происходит от доменных границ.

Таким образом, нами обнаружены и качественно объяснены эффекты подавления и восстановления ядерного спинового эха в поликристаллическом магнитоупорядоченном материале при действии на него различных последовательностей импульсного магнитного поля. Сделан вывод о связи изученных явлений с доменными границами, из которого следует возможность их использования в качестве дополнительного способа разделения сигналов ЯМР от различных элементов магнитной структуры, что до настоящего времени остается актуальной задачей.

Настоящая работа частично поддержана грантом программы президиума РАН П-03.

## Список литературы

- [1] Туров Е.А., Петров М.П. Ядерный магнитный резонанс в ферро- и антиферромагнетиках. М.: Наука, 1969. 260 с.
- [2] Kurkin M.I. // *Physics of Metals and Metallography*. 2000. V. 89. Suppl. 1. P. S48–S57.
- [3] Zalesskij A.V., Zheludev I.S. // *Atomic Energy Review*. 1976. V. 14. P. 133–172.
- [4] Joonghoe Dho, Mincheol Kim, Soonchil Lee, Won-Jong Lee // *J. Appl. Phys.* 1997. V. 81. N 3. P. 1362–1367.
- [5] Oliveira I.S., Guimaraes A.P. // *JMMM*. 1997. V. 170. N 3. P. 277–284.
- [6] Speight R., Wong A., Ellis P., Hyde T.I., Bishop P.T., Smith M.E. // *Solid State Nuclear Magnetic Resonance*. 2009. V. 35. N 2. P. 67–73.
- [7] Speight R., Wong A., Ellis P., Bishop P.T., Hyde T.I., Smith M.E. // *Phys. Rev. B*. 2009. V. 79. N 5. 054102-8.
- [8] Матвеев В.В., Бреган А.Д., Володин В.С., Лавров С.А., Плешаков И.В., Фолманис Г.Э. // *Письма в ЖТФ*. 2008. Т. 34. В. 19. С. 34–39.

- [9] *Meny C., Panissod P.* Nuclear Magnetic Resonance in Ferromagnetic Multilayers and Nanocomposites: Investigations of Their Structural and Magnetic Properties. In: *Modern Magnetic Resonance*. Heidelberg: Springer, 2006. Part 6. P. 1493.
- [10] *Апушкинский Е.Г., Казак А.В., Нестеров О.А.* // Вопросы радиоэлектроники. 1982. Сер. ТПО. В. 1. С. 13–22.
- [11] *Найден Е.П., Журавлев Е.А., Итин В.И., Терехова О.Г., Магаева А.А., Иванов Ю.Ф.* // ФГТ. 2008. Т. 50. В. 5. С. 857–863.