

05; 12

© 1993

ЯДЕРНАЯ СПИН-РЕШЕТОЧНАЯ РЕЛАКСАЦИЯ В УСЛОВИЯХ МАГНИТНОГО НАСЫЩЕНИЯ ЛИНИИ ЯМР

И.О. М а в л о н а з а р о в, В.М. М и к у ш е в,
Е.В. Ч а р н а я

Один из важнейших параметров ЯМР - время ядерной спин-решеточной релаксации T_I - в диэлектрических кристаллах представляет собой результат действия двух основных механизмов: „решеточного“, отвечающего за релаксацию в идеальных образцах, и „примесного“, связанного с наличием точечных дефектов кристаллической структуры [1]:

$$T_I = \left\{ (T_I^l)^{-1} + (T_I^i)^{-1} \right\}^{-1}. \quad (1)$$

Решеточный вклад T_I^l является константой данного материала и содержит информацию о его структуре. Однако, поскольку экспериментально измеряется эффективное время T_I , то во многих случаях T_I^l остается неопределенным из-за невозможности отделить вклад примесной релаксации. В [2-5] сообщалось об экспериментальном разделении времен T_I^l и T_I^i и непосредственном измерении T_I^l в условиях дополнительного резонансного насыщения ядерной спин-системы. В настоящей работе предлагается модификация описанного в [2-5] метода, которая демонстрируется на примере магнитного насыщения системы ядер ^{23}Na в номинально чистых кристаллах NaCl и NaI .

Разделение решеточного и примесного вкладов в ядерную спин-решеточную релаксацию основывается на специфической природе примесного механизма. Примесная релаксация осуществляется благодаря тому, что вблизи небольшого числа точечных дефектов определенного типа, в частности, парамагнитных примесей, спин-решеточное взаимодействие значительно сильнее, чем в остальном объеме кристалла. Из-за этого обратная спиновая температура около таких дефектов, α_{loc} , ближе к равновесной обратной температуре решетки α_I , чем среднее по объему значение $\langle \alpha \rangle$. Локальное изменение α распространяется по всему кристаллу за счет спиновой диффузии, обеспечивающей примесную релаксацию средней температуры $\langle \alpha \rangle$. В [2-5], опираясь на результаты [6-8], было показано, что приложение внешних дополнительных резонансных стационарных полей (акустического, электрического или магнитного) может приводить к сильному локальному насыщению ядерной

спин-системы вблизи дефектов до $\alpha_{loc} \approx 0$ при условии, что $\langle \alpha \rangle > 0$. Нетрудно видеть, что результаты измерений скорости спин-решеточной релаксации при $\alpha_{loc} \approx 0$ существенно зависят от применяемой методики. Если измерять время восстановления τ стационарного значения продольной составляющей ядерной намагниченности после полного импульсного насыщения всей спин-системы в целом (то есть от $\langle \alpha \rangle = 0$), то примесная релаксация не вносит вклад в τ , поскольку $\langle \alpha \rangle > \alpha_{loc}$. При этом, как легко показывает [2], $\tau = z_{st} T_I^i$, где z_{st} - стационарный фактор насыщения, равный отношению стационарного значения средней обратной температуры ядерных спинов к обратной температуре решетки, $z_{st} = \frac{\langle \alpha \rangle_{st}}{\alpha_i}$. Если снимать зависимость величины ядерной

намагниченности от времени после 180-градусного (инвертирующего) импульса, то на первом этапе, пока $\langle \alpha \rangle < 0$, примесная релаксация будет участвовать в процессе восстановления, а затем, начиная с $\langle \alpha \rangle = 0$, отключится. Таким образом, измеряя характерные времена восстановления сигнала намагниченности после 180-градусного импульса при $\langle \alpha \rangle < 0 (\tau_1)$ и при $\langle \alpha \rangle > 0 (\tau_2)$, нетрудно найти с помощью (1) значения $T_I^i = \frac{\tau_2}{\tau_1}$ и $T_I^i = \frac{\tau_2}{\tau_2 - \tau_1} T_I$, где T_I определяется по стандартной методике в отсутствие стационарного насыщения.

В настоящей работе предлагаемый способ получения T_I^i и T_I^i иллюстрируется измерениями скорости восстановления сигнала ядерной прецессии ядер ^{23}Na в кристаллах NaCl и NaI при температуре 77 К. Выбор температуры объясняется удобным для проведения эксперимента соотношением времен T_I^i и T_I^i . Ориентация кристаллов соответствовала оси $[100] \parallel B_0$ (B_0 - индукция внешнего постоянного магнитного поля). Стационарное дополнительное магнитное насыщение создавалось с помощью специальной катушки, намотанной на образец, ток в которой возбуждался внешним генератором на ларморовской частоте. Выполнение условия $\alpha_{loc} \approx 0$ при увеличении амплитуды дополнительного магнитного поля устанавливалось по достижению максимального отношения $\frac{\tau_2}{\tau_1}$ для некоторого значения z_{st} , которое в дальнейшем не изменялось при уменьшении фактора z_{st} .

На рисунке показана динамика восстановления ядерной намагниченности ^{23}Na в NaCl для двух значений z_{st} в виде графика зависимости $\ln\left(1 - \frac{\langle \alpha \rangle}{\langle \alpha \rangle_{st}}\right)$ (горизонтальная ось) от интервала времени Δt между 180-градусным импульсом и зондирующим 90-градусным импульсом. Такая форма изображения удобна тем, что тангенс угла наклона прямых к оси абсцисс дает величину τ . Из рисунка видно, что при $z_{st} = 0.7$ восстановление $\langle \alpha \rangle$ происходит на участках $\langle \alpha \rangle > 0$ и $\langle \alpha \rangle < 0$ с одинаковым τ . При $z_{st} = 0.2$ на участке $\langle \alpha \rangle < 0$ значение τ_1 соответствует T_I , тогда

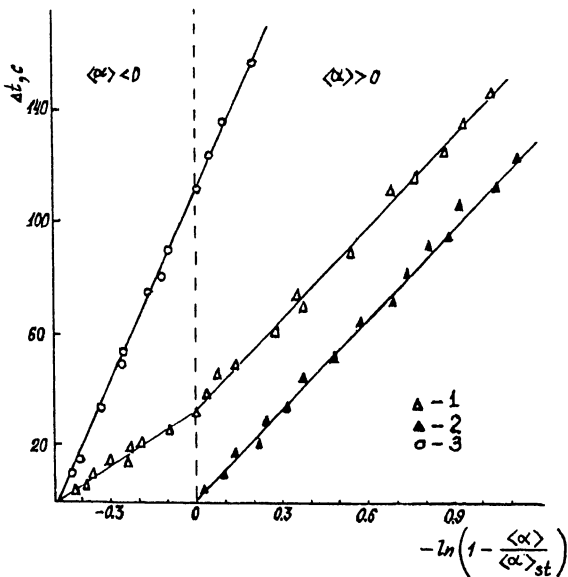


График восстановления продольной составляющей ядерной намагниченности после 180-градусного импульса (1, 3) и после полного импульсного насыщения линии ЯМР ^{23}Na (2) в NaCl для $z_{st} = 0.2$ (1, 2) и $z_{st} = 0.7$ (3).

как при $\langle \alpha \rangle > 0$ примесная релаксация подавлена и τ_2 соответствует случаю чисто „решеточной“ релаксации. Для сравнения представлены данные по восстановлению ядерной спиновой намагниченности после полного импульсного насыщения при том же значении z_{st} .

В результате проведенных измерений для ^{23}Na в монокристаллах NaCl получены следующие значения: $T_I^l = (550 \pm 30)$ с, $T_I^i = (840 \pm 80)$ с при $T_I = (333 \pm 5)$ с. Найденное по предлагаемой методике время T_I^l совпадает в пределах погрешности со значениями I_I^l , измеренными в [3] в условиях акустического насыщения. Это подтверждает тот факт, что время T_I^l является константой материала.

Аналогичным образом при тех же условиях эксперимента для ядер ^{23}Na в кристалле NaI были получены: $T_I^l = (195 \pm 20)$ с, $T_I^i = (300 \pm 40)$ с при $T_I = (119 \pm 2)$ с. Как и в случае кристалла NaCl , время T_I^l для кристалла NaI совпадает с T_I^l , определенным в [5].

Таким образом, на примере ядер ^{23}Na в монокристаллах NaCl и NaI в настоящей работе применен новый способ измерения решеточного и примесного вкладов в ядерную спин-решеточную релаксацию. Используемый способ измерения может быть легко реализован на промышленных импульсных спектрометрах ЯМР с небольшой модификацией для создания дополнительного магнитного насыщения.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] А б р а г а м А., Г о л ь д м а н М. Ядерный магнетизм: порядок и беспорядок. М., 1984. Т. 1. 300 с.; Т. 2. 360 с.
- [2] Е ф и ц е н к о П. Ю., М и к у ш е в В. М., Ч а р н а я Е. В. // Письма в ЖЭТФ. 1991. Т. 54. В. 10. С. 583-585.
- [3] М а в л о н а з а р о в И. О., М и к у ш е в В. М. // ФТТ. 1992. Т. 34. В. 7. С. 2257-2260.
- [4] М а в л о н а з а р о в И. О., М и к у ш е в В. М., Ч а р н а я Е. В. // Письма в ЖЭТФ. 1992. Т. 56. В. 1. С. 15-17.
- [5] Е ф и ц е н к о П. Ю., М а в л о н а з а р о в И. О., М и к у ш е в В. М., Ч а р н а я Е. В. // ФТТ. 1992. Т. 34. В. 6. С. 1753-1758.
- [6] К у л е ш о в А. А., С т о л ы п к о А. Л., Ч а р н а я Е. В., Ш у т и л о в В. А. // ДАН СССР. 1987. Т. 293. В. 6. С. 1361-1364.
- [7] Б а х р а м о в А., С т о л ы п к о А. Л., Ч а р н а я Е. В., Ш у т и л о в В. А. // ФТТ. 1986. Т. 28. В. 3. С. 844-849.
- [8] К у л е ш о в А. А., М и к у ш е в В. М., С т о л ы п к о А. Л., Ч а р н а я Е. В., Ш у т и л о в В. А. // ФТТ. 1986. Т. 28. В. 11. С. 3262-3266.

Санкт-Петербургский
государственный университет.

Поступило в Редакцию
8 апреля 1993 г.