# Особенности влияния импульсов постоянного магнитного поля на ядерное спиновое эхо в магнетиках

## Г.И. Мамниашвили, Т.О. Гегечкори

Институт физики им. Э. Андроникашвили, ул. Тамарашвили, 6, г. Тбилиси, 0177, Грузия E-mail: gmamniashvili@yahoo.com

# А.М. Ахалкаци, Ц.А. Гавашели

Тбилисский государственный университет им. И. Джавахишвили, пр. Чавчавадзе, 3, г. Тбилиси, 0179, Грузия

Статья поступила в редакцию 1 ноября 2011 г., после переработки 13 января 2012 г.

Проведены измерения интенсивностей сигналов двухимпульсного ядерного спинового эха в зависимости от параметров импульсов постоянного магнитного поля в ряде веществ:  $Li_{0,5}Fe_{2,5-x}Zn_xO_4$  (x < 0,25) (обогащенный изотопом <sup>57</sup>Fe до 96,8%), NiMnSb, Co<sub>2</sub>MnSi,  $La_{1-x}Ca_xMnO_3$  (x = 0,2; 0,25) и поликристаллический Co. Обнаружены два типа зависимостей этих сигналов от времени подачи таких импульсов по отношению к моментам подачи возбуждающих радиочастотных импульсов. Обсуждаются механизмы влияния доменной структуры и динамического сдвига частоты на обнаруженные особенности исследованных сигналов.

Проведено вимірювання інтенсивностей сигналів двохімпульсної ядерної спінової луни залежно від параметрів імпульсів постійного магнітного поля у ряді речовин:  $Li_{0,5}Fe_{2,5-x}Zn_xO_4$  (x < 0,25) (збагачений ізотопом <sup>57</sup>Fe до 96,8%), NiMnSb, Co<sub>2</sub>MnSi, La<sub>1-x</sub>Ca<sub>x</sub>MnO<sub>3</sub> (x = 0,2; 0,25) і полікристалічний Со. Виявлено два типи залежностей цих сигналів від часу подання таких імпульсів по відношенню до моментів подання радіочастотних імпульсів, що збуджують. Обговорюються механізми впливу доменної структури і динамічного зсуву частоти на виявлені особливості досліджених сигналів.

PACS: **76.60.-k** Ядерный магнитный резонанс и релаксация; **75.30.-m** Специфические свойства магнитоупорядоченных материалов.

Ключевые слова: ЯМР спиновое эхо, магнитный видеоимпульс, поле сверхтонкого взаимодействия, динамическое изменение частоты, подвижность доменных границ.

#### 1. Введение

Возможности использования методов ядерного спинового эха для изучения свойств магнетиков обсуждались в большом числе работ [1,2]. Один из этих методов связан с использованием импульсов постоянного магнитного поля (так называемых магнитных видеоимпульсов (МВИ)) [3,4], которые подаются в различные моменты времени по отношению к моментам подачи возбуждающих радиочастотных (РЧ) импульсов. Перспективность использования МВИ для изучения свойств доменных границ в ферромагнетиках впервые была продемонстрирована на европиевом гранате  $Eu_3Fe_5O_{12}$  [5]. Зависимости интенсивностей сигналов эха от времени подачи МВИ в работах [5,6] названы временными диаграммами (ВД). С помощью ВД для МВИ были исследованы необычные сигналы эха, поведение которых не согласуется со свойствами классического эха Хана [2,7]. Для объяснения этих особенностей удобно воспользоваться выражением для сверхтонкого взаимодействия  $H_{hfi}$  ядерных магнитных моментов *m* с магнитными моментами электронов *M*, ответственных за магнетизм магнитоупорядоченных кристаллов:

$$H_{hfi} = AmM,$$

A — константа  $H_{hfi}$ , *m* и M — намагниченности ядерной и электронной спиновых подсистем соответственно. Большая величина эффективного магнитного поля

© Г.И. Мамниашвили, Т.О. Гегечкори, А.М. Ахалкаци, Ц.А. Гавашели, 2012

на ядрах  $H_n = AM$  (достигающая  $10^5 - 10^6$  Э) — основная причина сильного различия свойств и условий наблюдения ЯМР в магнитных кристаллах и магнитоупорядоченных веществах [1].

Магнитное поле, действующее на электронную спиновую подсистему со стороны ядерной подсистемы  $H_{en} = A_m$ , обычно пренебрежимо мало. Однако при достаточно низких температурах его величина (порядка нескольких эрстед при 1 К) может стать сравнимой с эффективным полем анизотропии.

В этом случае для системы ядерных спинов возникает эффект динамического сдвига частоты (ДСЧ) ЯМР, т.е. зависимость частоты ЯМР  $\omega_n$  от величины *z*-компоненты ядерной намагниченности:

$$\omega_n = \omega_{n0} - \omega_p z$$

Здесь  $\omega_{n0}$  — невозмущенная частота ЯМР,  $z = m_z/m$ , *m* и  $m_z$  — величины равновесной и *z*-компоненты ядерной намагниченности,  $\omega_p$  — параметр ДСЧ, который для простейшего случая намагниченного до насыщения одноосного ферромагнетика имеет вид [1]

$$\omega_p = \omega_{n0} \eta m / M$$

где  $\eta$  — коэффициент усиления РЧ поля в магнетиках ( $\eta_d = A\chi_r$ , где  $\chi_r$  — магнитная восприимчивость процесса вращения по отношению к РЧ полю). Для случая антиферромагнетика (например, типа легкая плоскость) в выражении для  $\omega_p$  появляется множитель  $\sim H_E / H$ ( $H_E$  и H — величины обменного и внешнего полей), что приводит к существенному росту динамических эффектов и обусловливает возможность их наблюдения уже при гелиевых температурах. По этой причине эффект ДСЧ и динамика системы ядерных спинов для слабоанизотропных антиферромагнетиков типа MnCO<sub>3</sub> и RbMnFe<sub>3</sub> в настоящее время достаточно хорошо исследованы [2].

Для ядерных спинов в доменных границах величина коэффициента усиления  $\eta_{DW}$  ( $\eta_{DW} \sim A\chi_{DW}$ ,  $\chi_{DW}$  магнитная восприимчивость за счет процессов смещения доменных границ (ДГ)) обычно значительно больше, чем для ядер в доменах и может достигать значений  $\eta = 10^3 - 10^5$ . По этой причине можно было ожидать, что эффект ДСЧ для ядер в доменных границах особенно велик [1].

Экспериментальное исследование свойств спинового эха ядер <sup>55</sup>Mn в MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> и <sup>151</sup>Eu в Eu<sub>3</sub>Fe<sub>5</sub>O<sub>12</sub> [2], расположенных в доменных границах и обладающих эффектом ДСЧ ЯМР, также показывает специфику динамических эффектов для ядер в доменных границах. Целый ряд свойств так называемого дополнительного эха, формируемого в этих условиях (длительность эха, условия его наблюдения, сильная зависимость времени появления эха от мощности возбуждающих РЧ импульсов, аномальные свойства стимулированного эха и т.д.), непонятны в рамках существующих моделей [1]. По-



*Рис. 1.* Временные диаграммы зависимости интенсивности двухимпульсного эха (•) от временного положения магнитного импульса  $H_d = 5$  Э длительностью  $\tau_d$  для <sup>57</sup>Fe ЯМР в литиевом феррите [6]: данные для двухимпульсного эха взяты при  $\tau_1 = \tau_2 = 0.8$  мкс,  $\Delta \tau = 21$  мкс,  $\tau_d = 3$  мкс,  $f_{NMR} = 74.0$  МГц, T = 77 К.

этому необходимы дальнейшие теоретические и экспериментальные исследования. В работе [8] впервые изучены временные диаграммы воздействия МВИ на сигналы основного и дополнительного эха в европиевом гранате [2].

В работе [6] исследована аналогичная диаграмма для случая спинового эха ядер <sup>59</sup>Fe в литиевом феррите при азотных температурах.

Для иллюстрации схемы эксперимента и полученных в цитированных работах результатов приведем рис. 4 из работы [6] (рис. 1) и рис. 3.2 и 3.5 из [8] (рис. 2,*a* и 2,*б* соответственно). Из сравнения полученных результатов видно, что ВД воздействия МВИ на ядерное спиновое эхо в литиевом феррите имеет вид, аналогичный соответствующей ВД для сигнала допол-



*Рис.* 2. Зависимость интенсивности аномального эха <sup>151</sup>Eu от времени подачи магнитного видеоимпульса [7]: (*a*) дополнительное эхо при  $\tau_1 = 1,2$  мкс,  $\tau_2 = 2,1$  мкс,  $\Delta \tau = 9$  мкс,  $H_d = 3$  Э,  $\tau_d = 0,5$  мкс,  $f_{NMR} = 580$  МГц,  $P_{rf} = 25$  мВт, T = 1,8 К; (*б*) основное эхо при  $H_d = 3$  Э,  $\tau_d = 0,5$  мкс,  $f_{NMR} = 678$  МГц,  $P_{rf} = 5$  Вт.

нительного эха в европиевом гранате, и резко отличается от той же диаграммы для основного эха в этом же материале.

Анализ экспериментальных результатов исследования различных сигналов ядерного спинового эха <sup>151</sup> Еи в европиевом гранате показал, что при T = 1,7-4,2 К спектры ЯМР ядер <sup>151</sup> Еи, расположенных в доменах и ДГ, приблизительно совпадают по частоте [6]. Однако значительное различие коэффициентов усиления РЧ импульсов для рассматриваемых ядер ( $\eta_{DW}/\eta_d \sim 10^2$ ) позволяет исследовать эти группы ядер раздельно при малых и больших мощностях РЧ импульсов.

Установлено, что свойства спинового эха от ядер в доменах и ДГ, обладающих частотами ЯМР в диапазоне 600–750 МГц, не отличаются от свойств эха Хана.

С другой стороны, отмечено, что при наблюдении одной из компонент спектра ЯМР в ДГ в диапазоне частот 575–600 МГц ядерное спиновое эхо обладает рядом необычных свойств, не поддающихся объяснению в рамках классического механизма Хана. Оно было названо дополнительным, т.к. время его появления может отличаться от времени появления основного эха, формируемого классическим механизмом Хана, что предоставляет возможность их одновременного наблюдения на экране осциллографа.

Попытка качественного объяснения свойств этого сигнала эха предпринята в работе [7]. Некоторые из них удалось понять, если предположить, что ядра <sup>151</sup>Eu, расположенные в ДГ Eu<sub>3</sub>Fe<sub>5</sub>O<sub>12</sub> в диапазоне 575–600 МГц, обладают эффектом ДСЧ ЯМР анало-

гично ядрам <sup>55</sup>Мп в марганцевом феррите, где впервые наблюдался эффект дополнительного эха [2].

Другие экспериментальные эффекты проявления этого явления: сильная зависимость времени появления дополнительного эха от соотношения мощностей РЧ импульсов и тот факт, что ширина дополнительного эха составляет 3–4 мкс на половине интенсивности и в 2–3 раза больше, чем ширина эха в диапазоне 600–750 МГц, формируемого механизмом Хана. Кроме того, замечено, что при повышении температуры до T = 4,2 К интенсивность дополнительного сигнала эха уменьшается более чем на порядок и приближается к основному сигналу эха.

Чтобы понять причину различия типов наблюдаемых ВД воздействия МВИ на сигналы эха от одних и тех же ядер  $^{151}$ Eu, но расположенных в доменах и ДГ феррита-граната, в настоящей работе проведено систематическое исследование типов ВД при азотных температурах, когда эффектом ДСЧ можно пренебречь. Отметим, что в работе [3] исследовано влияние МВИ на ядерное спиновое эхо в ДГ в различных магнетиках, сильно отличающихся по анизотропии сверхтонкого поля (СТП) и подвижности ДГ в них ферритов-шпинелей, и в тонких магнитных пленках. Рассмотрены два случая расположения МВИ: симметрично и асимметрично относительно второго РЧ импульса. При симметричном воздействии МВИ уменьшение интенсивности сигнала эха, формируемого ядрами, расположенными в ДГ, объясняется последовательным возбуждением ядер, скачкообразно меняющих свое положение в ДГ, а при асимметричном воздействии — неоднородным сдвигом частот ЯМР вследствие анизотропии СТП. Изучены экспериментальные зависимости интенсивности сигнала эха от амплитуды МВИ и его длительности. Показано, что, снимая зависимость интенсивности эхо-сигнала от МВИ при симметричном воздействии, можно определить величину амплитуды H<sub>d</sub> MBИ, вызывающего сдвиг ДГ на ее толщину. Соответствующая зависимость от длины  $\tau_d$  МВИ при асимметричном воздействии МВИ дает возможность изучить плотность распределения неоднородного сдвига частоты ЯМР, обусловленного анизотропией СТП.

В работе [6] приведен вид ВД воздействия МВИ на сигнал ядерного спинового эха ядер <sup>57</sup>Fe в литиевом феррите и сделана попытка интерпретации наблюдаемого вида временной диаграммы воздействия МВИ. В соответствии с выводами авторов [6], главным эффектом приложенного к многодоменному магнетику МВИ является смещение ДГ, являющееся обратимым при небольших амплитудах МВИ. Совмещение МВИ с одним из РЧ импульсов изменяет положение резонирующих ядер внутри ДГ (*y*-направление) по отношению к ее центру, что уменьшает ядерный фактор усиления РЧ поля для 180°-й границы Блоха, изменяющийся по известному закону  $\eta_{DW} = \eta_0$  sech (*y*/*d*), где  $\eta_0$  — максимальный фактор усиления в центре ДГ. Поэтому если в отсутствие МВИ выбрать углы поворота ядерной намагниченности  $\alpha_i$  двух РЧ импульсов  $\alpha_{1,2} = \gamma h \eta \tau_{1,2}$  (*h* — амплитуда РЧ импульса) равными друг другу для получения максимальной интенсивности сигнала эха [9], то при совмещении МВИ с одним из РЧ импульсов следует ожидать, что углы поворота будут значительно отличаться, что должно привести к резкому уменьшению амплитуды двухимпульсного эха (ДИЭ).

Кроме того, благодаря зависимости ядерной резонансной частоты от положения в пределах ДГ в системах с анизотропным сверхтонким возбуждением [10] воздействие МВИ амплитуды  $H_d$  в промежутке между РЧ импульсами или после второго импульса также приводит к уменьшению сигнала ДИЭ. Этот эффект (эффект дефазировки) возникает потому, что неоднородный частотный сдвиг нарушает фазовую когерентность прецессирующих ядерных спинов, приводя к уменьшению эффективности процесса рефазировки.

На основании приведенного рассуждения в [6] делается вывод о том, что в литиевом феррите вне зависимости от временного положения магнитного импульса следует ожидать уменьшения амплитуды двухимпульсного эха, причем изменение интенсивности ДИЭ гораздо больше в случае, когда МВИ перекрывает РЧ импульсы, что приводит к наблюдаемому виду ВД с провалами, соответствующими областям перекрытия РЧ и МВИ.

Ясно, что приведенные в [6] соображения указывают на то, что характер ВД может измениться при возрастании роли анизотропии СТП в магнетике.

Действительно, в работе [2] показано, что характер воздействия симметричного импульса на сигнал ДИЭ в литиевом феррите, магнитомягком магнетике с малой анизотропией СТП и большой подвижностью ДГ, будет отличаться от такового для сравнительно магнитожестких материалов с небольшой подвижностью ДГ и большой анизотропией СТП, например в Со. Поэтому цель настоящей работы — изучение характера ВД влияния МВИ в зависимости от конкретного типа магнетика, чтобы понять природу ВД в феррите-гранате европия.

#### 2. Экспериментальная методика и образцы

Измерения проведены на фазово-некогерентном спектрометре спинового эха в частотном интервале 40–400 МГц при температуре 77 К. В интервале частот 40–220 МГц использован стандартный самовозбуждающийся генератор. Частота осциллятора может плавно перестраиваться с помощью различных катушек индуктивности и подстроечных конденсаторов. В диапазоне 200–400 МГц использован коммерческий генератор лехеровского типа с двухпроводной линией, включающей две катушки индуктивности с различным числом витков. При длине импульсов в интервале от 0,1 до 50 мкс максимальная амплитуда РЧ поля, получаемого на образце, около 3,0 Э, а крутизна фронтов не хуже чем 0,15 мкс. Мертвое время приемника ~ 1 мкс.

Схема эксперимента по импульсному воздействию приведена на рис. З. Импульсное магнитное поле создавалось стробируемым стабилизатором тока регулируемой амплитуды и дополнительной медной катушкой, позволяющей получать импульсы магнитного поля порядка 500 Э при размерах образца ~ 10 мм.

Использовались кольцевые образцы поликристаллического литиевого феррита и его твердых растворов с цинком Li<sub>0,5</sub>Fe<sub>2,5-x</sub>Zn<sub>x</sub>O<sub>4</sub> ( $0 \le x \le 0,25$ ), обогащенные изотопом <sup>57</sup>Fe (96,8 %), а также поликристаллический кобальт и сплавы Гейслера NiMnSb и Co<sub>2</sub>MnSi для исследования ЯМР ядер <sup>59</sup>Co и <sup>55</sup>Mn. Сплавы Гейслера относятся к классу так называемых полуметаллов и интересны для применений в спинтронике [11]. Свойства всех перечисленных образцов подробно описаны в [6].

Помимо этого использовались кобальтовые тонкие магнитные пленки (ТМП), приготовленные способом химической металлизации кварцевых пластинок, которые отжигались после химического осаждения в вакууме при температуре  $500^{\circ}$ С в течение 3–4 ч, и их толщина составляла ~ 2,2 мкм [12].



Рис. 3. Схема эксперимента.

Образцы манганитов системы  $La_{1-x}Ca_xMnO_3$  (x = 0,2; 0,25) приготовлены с использованием стандартной твердотельной реакции [13], и полученные порошкообразные образцы, отожженные при 1260°С в течение 72 ч, спрессованы в брусочки.

Замещенные манганиты в последние годы являются объектом многочисленных исследований благодаря так называемому колоссальному магниторезистивному эффекту вблизи температуры магнитного упорядочения спинов марганца, а также разнообразию наблюдаемых интересных физических явлений, включающих внутренние неоднородные спиновые состояния, фазовую сегрегацию, зарядовое и/или орбитальное упорядочение [14].

Отметим также, что для исследования литиевого феррита нами была модернизирована резонансная система спектрометра аналогично работе [15], что позволило резко увеличить его чувствительность, по сравнению с [6]. Кроме того, мы имели возможность использовать гораздо более интенсивные магнитные импульсы (~ 500 Э), чем в [6] (~ 5 Э), что резко расширило экспериментальные возможности метода.

#### 3. Результаты и их обсуждение

Приведем полученные результаты для ВД указанных магнетиков.



Рис. 4. Временные диаграммы зависимости интенсивности ДИЭ от временного положения магнитного видеоимпульса  $H_d$  длительностью  $\tau_d$  в поликристаллическом кобальте (при  $\tau_1 = \tau_2 = 1$  мкс,  $\Delta \tau = 10$  мкс,  $\tau_d = 2,4$  мкс,  $H_d = 100$  Э,  $f_{NMR} = 216,5$  МГц) (*a*) и тонкой магнитной пленке кобальта (при  $\tau_1 = \tau_2 = 1,5$  мкс,  $\Delta \tau = 9$  мкс,  $\tau_d = 3$  мкс,  $H_d = 150$  Э,  $f_{NMR} = 218$  МГц) (*б*).  $I_0$  — амплитуда эха при  $H_d = 0$ .



*Рис.* 5. Временные диаграммы зависимости интенсивности ДИЭ от временного положения магнитного видеоимпульса  $H_d$  длительностью  $\tau_d$ : (*a*) в полуметалле Co<sub>2</sub>MnSi для <sup>59</sup>Co ЯМР при  $\tau_1 = 1,1$  мкс,  $\tau_2 = 1,4$  мкс,  $\Delta \tau = 10$  мкс,  $\tau_d = 2$  мкс,  $H_d = 550$  Э,  $f_{NMR} = 145,5$  МГц; (*б*) полуметалле Co<sub>2</sub>MnSi для <sup>55</sup>Mn ЯМР при  $\tau_1 = \tau_2 = 3$  мкс,  $\Delta \tau = 7$  мкс,  $\tau_d = 2$  мкс,  $f_{NMR} = 354$  МГц,  $H_d = 300$  Э.

Сравним ВД воздействия МВИ на сигналы ДИЭ в объемных образцах кобальта (рис. 4,*a*), ТМП кобальта (рис. 4,*b*), сплавах Co<sub>2</sub>MnSi (рис. 5); NiMnSb (рис. 6), в литиевом феррите (рис. 7) и в замещенных манганитах La<sub>1-x</sub>Ca<sub>x</sub>MnO<sub>3</sub> (рис. 8). Видно, что для ядер <sup>59</sup>Co картина импульсного воздействия в объемных поликристал-



*Рис. 6.* Временная диаграмма зависимости интенсивности ДИЭ от временного положения магнитного видеоимпульса  $H_d$  длительностью  $\tau_d$  в полуметалле NiMnSb при  $\tau_1 = \tau_2 =$ = 2 мкс,  $\Delta \tau = 11$  мкс,  $\tau_d = 3$  мкс,  $H_d = 150$  Э,  $f_{NMR} = 300$  МГц.

Low Temperature Physics/Физика низких температур, 2012, т. 38, № 6



*Рис.* 7. Временная диаграмма зависимости интенсивности ДИЭ от временного положения магнитного видеоимпульса  $H_d$  длительностью  $\tau_d$  в литиевом феррите Li<sub>0,5</sub>Fe<sub>1,5</sub>Zn<sub>0,15</sub>O<sub>4</sub> при  $\tau_1 = 1$  мкс,  $\tau_2 = 1,4$  мкс,  $\Delta \tau = 7$  мкс,  $\tau_d = 1,7$  мкс,  $H_d = 28$  Э,  $f_{NMR} = 74$  МГц.

лических образцах Co, пленках Co и сплаве Co<sub>2</sub>MnSi качественно отличается от других рассмотренных случаев ядер  ${}^{57}$ Fe и  ${}^{55}$ Mn с малой анизотропией СТП.

На рис. 9–12 представлены зависимости интенсивности эхо-сигналов от амплитуды МВИ для случаев



*Рис. 8.* Временные диаграммы зависимости интенсивности ДИЭ от временного положения магнитного видеоимпульса  $H_d$  длительностью  $\tau_d$  в манганитах: La<sub>0,8</sub>Ca<sub>0,2</sub>MnO<sub>3</sub> (*a*) и La<sub>0,75</sub>Ca<sub>0,25</sub>MnO<sub>3</sub> (*б*) для <sup>55</sup>Mn ЯМР спин эхо при  $\tau_1 = \tau_2 = 2$  мкс,  $\Delta \tau = 9$  мкс,  $\tau_d = 0,5$  мкс,  $H_d = 50$  Э,  $f_{NMR} = 368$  МГц.



Рис. 9. Амплитудные зависимости интенсивностей ДИЭ от амплитуды магнитного видеоимпульса  $H_d$ , длительности  $\tau_d$  для случая симметричного (▲) и асимметричного (△) воздействий: 1 — в поликристаллическом кобальте при  $\tau_1 = \tau_2 = 1,6$  мкс,  $\Delta \tau = 10$  мкс,  $\tau_d = 2,4$  мкс; 2 — в тонкой пленке кобальта при  $\tau_1 = 1,3$  мкс,  $\tau_2 = 1,5$  мкс,  $\Delta \tau = 9$  мкс,  $\tau_d = 3$  мкс,  $f_{NMR} = 218$  МГц.  $I_0$  — амплитуда эха при  $H_d = 0$ .

симметричного и асимметричного воздействий при фиксированной частоте РЧ импульса в исследованных магнетиках. Они позволяют оценить вид временных диаграмм для произвольных амплитуд МВИ и выбранных частот РЧ импульсов по различию степени воздействия симметричных и асимметричных МВИ.

Отметим некоторые наиболее важные особенности полученных результатов. Как известно [16], вопрос о природе сигнала ЯМР, наблюдаемого в многодоменных магнетиках, является достаточно сложным. Например, в случае позиций одного типа и наличия анизотропии СТП в спектре ЯМР появляются два пика,



Рис. 10. Зависимости интенсивностей ДИЭ от амплитуды магнитного видеоимпульса  $H_d$  длительностью  $\tau_d$  для случаев симметричного ( $\blacktriangle$ ) и асимметричного ( $\bigtriangleup$ ) воздействий в Co<sub>2</sub>MnSi: 1 — для <sup>59</sup>Co ЯМР при  $\tau_1 = \tau_2 = 2$  мкс,  $\Delta \tau = 10$  мкс,  $\tau_d = 3$  мкс,  $f_{NMR} = 145$  МГц; 2 — для <sup>55</sup>Mn ЯМР при  $\tau_1 = 0.8$  мкс,  $\tau_2 = 0.9$  мкс,  $\Delta \tau = 8$  мкс,  $\tau_d = 1.6$  мкс,  $f_{NMR} = 353$  МГц.  $I_0$  — амплитуда эха при  $H_d = 0$ .



Рис. 11. Зависимости интенсивности ДИЭ от амплитуды магнитного видеоимпульса  $H_d$  для случаев симметричного (▲) и асимметричного (△) воздействий: 1 - s полуметалле NiMnSb при  $\tau_1 = \tau_2 = 2$  мкс,  $\Delta \tau = 10$  мкс,  $\tau_d = 3$  мкс,  ${}^{55}$ Mn ЯМР  $f_{NMR} = 300$  МГц; 2 — литиевого феррита Li<sub>0,5</sub>Fe<sub>1,5</sub>Zn<sub>0,15</sub>O<sub>4</sub> при  $\tau_1 = \tau_2 = 2$  мкс,  $\Delta \tau = 10$  мкс,  $\tau_d = 3$  мкс,  ${}^{57}$ Fe ЯМР  $f_{NMR} = 74$  МГц.  $I_0$  — амплитуда эха при  $H_d = 0$ .

соответствующие ядрам, расположенным в центрах и на краях ДГ. В случае же отсутствия анизотропии СТП сигналы от ядер, расположенных в центрах ДГ и на их краях, наблюдаются на одной частоте ЯМР, но имеют различные оптимальные мощности РЧ импульсов. И наконец, в случае материалов, содержащих две и более позиции, идентификация спектров ЯМР усложняется. Здесь в дополнение к обычному спектру ЯМР полезным может оказаться анализ временных диаграмм влияния МВИ.

Как видно из полученных экспериментальных данных, ВД влияния МВИ резко отличаются по виду для



Рис. 12. Зависимости интенсивности ДИЭ от амплитуды магнитного видеоимпульса  $H_d$  для случаев симметричного (▲) и асимметричного (□) воздействий в La<sub>0,8</sub>Ca<sub>0,2</sub>MnO<sub>3</sub> (*I*) и La<sub>0,75</sub>Ca<sub>0,25</sub>MnO<sub>3</sub> (*2*) при  $\tau_1 = \tau_2 = 0,9$  мкс,  $\Delta \tau = 7$  мкс,  $\tau_d = 1,1$  мкс,  $f_{NMR} = 368$  МГц,  $I_0$  — амплитуда эха при  $H_d = 0$ .

позиций с большой и малой анизотропией СТП. Это делает удобным их использование для дополнительной идентификации природы линии ЯМР.

Таким образом, в отличие от слабоанизотропных позиций (параметр анизотропии СТП в единицах частоты ЯМР имеет величину 0,7 и 5,8 МНz соответственно для <sup>57</sup>Fe в литиевом феррите [17] и <sup>55</sup>Co в кобальте [10]), наблюдаемые временные спектры для анизотропных позиций <sup>55</sup>Co и ядер <sup>151</sup>Eu, которые расположены в ДГ европиевого граната (рис. 2,6) и где сигнал эха формируется механизмом Хана, характеризуются временными диаграммами иного типа, где провалы на временной диаграмме сменяются максимумами, то есть сигнал эха меньше подавляется в областях перекрытия РЧ и МВИ.

При этом тип временной диаграммы в исследованных нами случаях определяется анизотропией СТП и не изменяется для данного ядра при увеличении подвижности границ в материале (например, для поликристаллического кобальта и ТМП кобальта, см. рис. 4).

Качественно причину наличия двух типов ВД можно понять из вида амплитудных зависимостей воздействия MBИ в Co<sub>2</sub>MnSi, приведенных на рис. 10, на котором видно, что ослабление сигнала эха при воздействии MBИ за счет анизотропии СТП наиболее сильно проявляется при воздействии MBИ в промежутке между двумя РЧ импульсами.

Интересным исключением является европиевый гранат, где ВД для ядер  $^{131}$ Eu, расположенных в ДГ Eu<sub>3</sub>F<sub>5</sub>O<sub>12</sub> в диапазоне 575–600 МГц (рис. 2,*a*), при гелиевых температурах отличается от ВД для тех же ядер из доменов и ДГ Eu<sub>3</sub>F<sub>5</sub>O<sub>12</sub> в диапазоне 600–750 МГц и формирующих эхо Хана. Она эффективно соответствует ВД для изученных слабоанизотропных позиций.

Возможно, это еще одно прямое экспериментальное проявления эффекта ДСЧ ЯМР для ядер из ДГ Eu<sub>3</sub>Fe<sub>5</sub>O<sub>12</sub>, участвующих в формировании сигнала дополнительного эха, приводящего к подавлению микронеоднородного уширения за счет разброса СТП в радиусе корреляции колебаний электронных спинов (примерно равном толщине ДГ) [2].

Другими экспериментальными эффектами проявления этого явления, как было отмечено, являются сильная зависимость времени появления дополнительного эха от соотношения мощности РЧ импульсов и тот факт, что ширина дополнительного эха составляет 3–4 мкс на половине интенсивности и в 2–3 раза больше, чем ширина эха в диапазоне 600–750 МГц, формируемого механизмом Хана.

Таким образом, в настоящей работе методом МВИ воздействия показано, что ВД воздействия МВИ на сигналы ДИЭ в многодоменных магнетиках определяются параметрами анизотропии СТП и подвижности ДГ многодоменного магнетика. Они могут служить для увеличения разрешающей способности ЯМР в магнетиках посредством дополнительной идентификации природы линии ЯМР, которую нелегко получить непосредственно из обычных ЯМР спектров.

#### Заключение

Экспериментальное исследование различных типов ВД МВИ воздействия при азотных температурах, когда эффектом ДСЧ ядер можно пренебречь, позволило установить наличие двух типов ВД для исследованных магнетиков, вид которых определяется, в основном, анизотропией СТП. Наличие же обоих типов ВД для ядер <sup>151</sup>Еи в европиевом гранате, по-видимому, можно понять, рассматривая роль эффекта ДСЧ для ядер, расположенных в ДГ этого феррита-граната при низких температурах.

Авторы благодарны В.И. Белотицкому за обсуждение полученных результатов и полезные советы, а также А. Шенгелаиа и Т.Н. Хоперия за предоставленные образцы манганитов и Со ТМП.

Работа выполнена при поддержке гранта GNSF/ST07/7–248 Грузинского национального научно-го фонда.

- 1. М.И. Куркин, Е.А. Туров, *ЯМР в магнитоупорядоченных* веществах и его применения, Наука, Москва (1990).
- А.С. Боровик-Романов, Ю.М. Буньков, Б.С. Думеш, М.И. Куркин, М.П. Петров, В.П. Чекмарев, *УФН* 142, 537 (1984).
- 3. Л.А. Рассветалов, А.Б. Левитский, ФТТ 23, 3354 (1981).
- A.M. Akhalkatsi, T.O. Gegechkori, G.I. Mamniashvili, Z.G. Shermadini, A.N. Pogorelyi, and O.M. Kuz'mak, *Phys. Met. Metallogr.* 105, 351 (2008).
- В.И. Белотицкий, В.П. Чекмарев, Тез. докл. Всесоюзн. конф. по физике магнитных явлений, ФТИНТ АН УССР, Харьков (1979), с. 128.
- I.G. Kiliptari and V.I. Tsifrinovich, *Phys. Rev.* B57, 11554 (1998).
- В.П. Чекмарев, В.И. Белотицкий, Г.И. Мамниашвили, ФТТ 24, 222 (1982).
- В.И. Белотицкий, Кандидатская диссертация, Физикотехнический институт им. А.Ф. Иоффе, С.-Петербург (1983), 106 с.

- I.G. Kiliptari and M.I. Kurkin, *Phys. Met. Metallogr.* 74, 136 (1992).
- C.W. Searle, H.P. Kunkel, S. Kupca, and I. Maartense, *Phys. Rev.* B15, 3305 (1977).
- 11. J.S. Moodera, Phys. Today 54, 39 (2001).
- 12. T.N. Khoperia, Microelectronic Engineering 69, 384 (2003).
- G.M. Zhao, K. Conder, H. Keller, and K.A. Müller, *Phys. Rev.* B62, 5334 (2000).
- 14. E. Dagotto, T. Hotta, and A. Moreo, *Phys. Rep.* **344**, 1 (2001).
- 15. A.M. Akhalkatsi, G.I. Mamniashvili, and S. Ben-Ezra, *Phys. Lett.* A291, 34 (2001).
- 16. I. Kiliptari, Phys. Rev. B52, 7346 (1995).
- 17. V.D. Doroshev, V.A. Klochan, N.M. Kovtun, and V.N. Seleznev, *Phys. Status Solidi* A9, 679 (1972).

#### Peculiarities of dc magnetic field pulse influence on nuclear spin echo in magnets

## G.I. Mamniashvili, T.O. Gegechkori, A.M. Akhalkatsi, and T.A. Gavasheli

The dependences of two-pulse echo signal intensities on the parameters of dc magnetic field pulses are measured in a number of magnets:  $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5-x}\text{Zn}_x\text{O}_4$ (x < 0.25) (enriched by <sup>57</sup>Fe isotope up to 96.8 %), NiMnSb, Co<sub>2</sub>MnSi, La<sub>1-x</sub>Ca<sub>x</sub>MnO<sub>3</sub> (x = 0.2; 0.25) and polycrystalline Co. It is found that there are two types of dependences of these signals on application time of such pulses relative to application time of exciting radio-frequency pulses. The influence of mechanisms of domain structure and dynamical frequency shift on the observed peculiarities of the investigated signals is discussed.

PACS: 76.60.-k Nuclear magnetic resonance and relaxation;
75.30.-m Intrinsic properties of magnetically ordered materials.

Keywords: NMR spin echo, magnetic video-pulse, hyperfine field, dynamical frequency shift, domain wall mobility.