ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 539.143.43

АНАЛОГ СИГНАЛА ОДНОИМПУЛЬСНОГО ЭХА В ЛИТИЕВОМ ФЕРРИТЕ, ФОРМИРУЕМЫЙ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО МАГНИТНОГО ВИДЕОИМПУЛЬСА

© 2022 г. Ц. А. Гавашели^{а,} *, Г. И. Мамниашвили^b, Т. О. Гегечкори^b

^а Тбилисский Государственный Университет им. И. Джавахишвили, пр. Чавчавадзе, 1, Грузия, 0179 Тбилиси ^b Институт Физики им. Э. Андроникашвили Тбилисского Государственного Университета им. И. Джавахишвили, ул. Тамарашвили, 6, Тбилиси, 0177 Грузия

> *e-mail: tsismari.gavasheli@tsu.ge Поступила в редакцию 07.07.2021 г. После доработки 26.08.2021 г. Принята к публикации 03.09.2021 г.

Аналог сигнала одноимпульсного эха в литиевом феррите получен при совместном воздействии заднего фронта достаточно длинного возбуждающего радиочастотного импульса и действующего перед ним дополнительного магнитного видеоимпульса. Сигнал эха возникает вследствие смещения доменных границ при воздействии магнитного видеоимпульса с амплитудой, превышающей силу пиннинга доменных границ. Это приводит к скачкообразному изменению направления эф-фективного поля во вращающейся системе координат, действующего на ядра в доменных границах и вследствие этого к формированию аналога сигнала одноимпульсного эха. Исследован вклад различных механизмов формирования в интенсивность этого сигнала.

Ключевые слова: ЯМР, литиевый феррит, одноимпульсное эхо, двухимпульсное эхо, магнитный видеоимпульс, стимулированное эхо, механизм искажений, многоимпульсный механизм, анизотропия сверхтонкого поля

DOI: 10.31857/S0015323022010041

введение

Одноимпульсное эхо (ОИЭ) представляет собой резонансный отклик неоднородно уширенной ядерной спиновой системы при воздействии одиночного радиочастотного (РЧ) импульса, возникающий в момент времени, приблизительно равный длине импульса после его окончания. ОИЭ было открыто Блумом в 1955 г. для протонов воды, помещенных в неоднородное магнитное поле. Механизм его образования оказался более сложным, чем у классического двухимпульсного эха (ДИЭ) Хана [1, 2].

Механизмы формирования ОИЭ можно подразделить на следующие два класса: первый класс относится к так называемому краевому нерезонансному механизму, когда фронты РЧ-импульса действуют аналогично двум резонансным РЧ-импульсам в методе ДИЭ Хана, второй класс — это механизмы формирования ОИЭ внутренней природы [3].

Важная роль фронтов РЧ-импульсов в краевых механизмах связана с тем, что именно в эти моменты времени происходит изменение направления эффективного магнитного поля H_{eff} во вращающейся системе координат (BCK), где

$$H_{\rm eff} = \frac{1}{\gamma_n} (\Delta \omega_j \vec{z} + \omega_l \vec{y})$$
 и $\gamma_n -$ ядерное гиромаг-

нитное отношение, \vec{z} и \vec{y} – единичные векторы во ВСК, $\Delta \omega_j = \omega_{\text{NMR}j} - \omega_{\text{RF}} -$ расстройка *j*-той изохроматы, $\omega_1 = \gamma_n \eta H_1 -$ амплитуда РЧ-поля в частотных единицах, η – фактор усиления РЧ-поля [4].

Такие изменения направления H_{eff} возникают в случае краевого нерезонансного механизма, в основном из-за нерезонансных эффектов, когда несущая частота идеального РЧ-импульса отстроена от центральной частоты на величину, сравнимую или большую, чем ширина неоднородно уширенной линии ЯМР [2]. Кроме того, аналогичный эффект имеет место и для механизма искажений фронтов РЧ-импульса, которые неизбежно возникают при генерации РЧ-импульсов из-за неидеальных схем [3].

В обоих этих случаях угол отклонения $H_{\rm eff}$ от равновесного направления вектора ядерной намагниченности m во BCK играет роль угла поворота m вокруг $H_{\rm eff}$ в методе ДИЭ эха Хана [2].

Внутренние механизмы формирования ОИЭ обусловлены разными типами нелинейностей спиновых систем. Например, ядерные спиновые системы в слабоанизотропных магнетиках при низких температурах обладают большим динамическим сдвигом частоты (ДСЧ). В этих системах резонансная частота ядерных спинов зависит от угла отклонения спинов от их равновесных направлений, в результате эффективен так называемый частотно-модулированный механизм образования ОИЭ [4]. Еще один внутренний механизм образования ОИЭ и его вторичных сигналов, так называемый многоимпульсный механизм, был предложен для систем с нелинейной динамикой ядерных спинов при одновременном наличии больших неоднородных уширений линии ЯМР типа Лармора и Раби [3]. Такая ситуация реализуется в рассматриваемых ниже случаях многодоменных ферромагнетиков в нулевых внешних магнитных полях.

Для таких систем одноимпульсное возбуждение с периодом повторения T, меньшим по сравнению со временем продольной релаксации T_1 , можно использовать для усиления сигнала ОИЭ.

В работе [5] было показано, что свойства ОИЭ в феррите лития можно понять в рамках многоимпульсного нерезонансного механизма в условиях неравновесности спин-системы перед каждым РЧ-импульсом в серии возбуждающих РЧимпульсов.

ОИЭ в кобальте впервые экспериментально наблюдала Стирнс [6], вопреки предварительным теоретическим оценкам, указывающим на его отсутствие. Особенно интенсивные сигналы ОИЭ наблюдали в гексагональной плотноупакованной ГПУ-фазе, характеризующейся сильной анизотропией сверхтонкого поля (СТП). В последующих работах [3] для объяснения наблюдаемого эффекта ОИЭ был предложен механизм образования ОИЭ за счет искажений фронтов РЧ-импульса, возникающих из-за переходных процессов в радиотехнических цепях при включении и выключении РЧ-импульса. В этом случае фронты РЧ-импульса играют роль пары РЧ-импульсов в методе ДИЭ Хана, и возникновение ОИЭ можно объяснить в соответствии с экспериментом.

Для исследования роли неоднородного уширения линии ЯМР, обусловленной большой анизотропией СТП в кобальте, в [7] проведено сравнительное исследование ОИЭ в феррите лития и кобальте, для выяснения механизма формирование ОИЭ в кобальте. Для объяснения полученных экспериментальных результатов был предложен альтернативный внутренний механизм искажения фронтов РЧ-импульса, учитывающий роль сильной анизотропии СТП в кобальте. Предположено, что при отклонении электронной намагниченности *M* от равновесного направления при включении и выключении РЧ-импульса возникают от значительные искажения осциллирующего резонансного локального поля. Они возникают при смещении доменных границ (ДГ) под воздействием РЧ-импульса из-за сильной анизотропии СТП и сопровождаются скачкообразным изменением направления эффективного поля *H*_{eff} во BCK.

В работе [7] показано, что ОИЭ в кобальте в этом случае может формироваться механизмом искажений, обусловленным анизотропией СТП, выше определенного порогового значения мощности РЧ-импульса.

Ниже этого порогового значения ОИЭ формируются многоимпульсным нерезонансным механизмом как в литиевом феррите, где аналогичный механизм искажений неэффективен из-за сравнительно слабой анизотропии СТП.

Как известно [8], влияние импульсного магнитного поля на ДИЭ ядер, расположенных в доменных границах магнетиков, объясняли анизотропией СТП. Показано, что уменьшение амплитуды эхо-сигнала при включении магнитного видеоимпульса (МВИ) между возбуждающими РЧ-импульсами или между вторым РЧ-импульсом и сигналом эха, связано с нарушением фазовой когерентности в системе прецессирующих ядерных моментов за счет изменения собственных ядерных частот, вызываемого анизотропией СТП, при смещении ДГ под действием МВИ. Неоднородный сдвиг частоты ЯМР, возникающий из-за анизотропии СТП при обратимом смещении ДГ под действием МВИ, может оказаться существенно большим амплитуды РЧ-импульсов в частотных единицах. В этом случае при совместном воздействии РЧ и МВИ в кобальте возникает скачкообразное изменение направления $H_{\rm eff}$ во ВСК, действующего на ядра в ДГ [9], что приволит к появлению дополнительного сигнала эха. названного магнитным, формируемого стимулированным механизмом.

Целью настоящей работы является исследование возможности генерации аналога сигнала ОИЭ, формируемого при совместном воздействии РЧ и МВИ в литиевом феррите (краевое ОИЭ-КОИЭ), и выяснение механизма его формирования.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Блок-схема экспериментальной установки представлена на рис. 1: возбуждающие РЧ-импульсы генерирует генератор *1*. Далее последовательность возбуждающих ЯМР эхо-импульсов поступает в резонатор *2* с используемым кольцеобразным образцом литиевого феррита. РЧ поле импульсов возбуждает сигнал эхо в верхней катушке резонатора *2*. Затем эти импульсы вместе с сигналом эха С поступают в приемник *3* и регистрируются осциллографом *4*. Канал 5 фор-



Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки: *1* – генератор возбуждения РЧ-импульсов; *2* – резонатор с кольцеобразным образцом литиевого феррита; *3* – приемник; *4* – осциллограф; *5* – канал формирования МВИ.

мирует МВИ импульсы, подаваемые на нижнюю обмотку резонатора. Подробное описание ЯМРспектрометра и МВИ- и НЧ-блоков дано в работе [10]. Экспериментальные результаты получены при T = 77 К. Амплитуду сигнала эха измеряли при наличии и отсутствии МВИ с амплитудой *H*.

Использовали образцы литий-цинкового феррита $Li_{0.5}Fe_{1.0}Zn_{0.15}O_4$, которые представляют собой кольца диаметром 12–15 мм и весом 5–8 г, обогащенные изотопом ⁵⁷Fe до 96.8% с целью увеличения интенсивности эха сигнала [8].

Спектр ЯМР монокристалла феррита лития при T = 77 К состоит из двух хорошо разрешенных линий, где низкочастотная линия относится к тетраэдрическим узлам А, а высокочастотная к октаэдрическим узлам В. Спектр ⁵⁷Fe ЯМР спинового эха исследуемого поликристаллического образца литий-цинкового феррита показан на рис. 2.

Поскольку внешнее РЧ-поле воздействует на ядра посредством электронных магнитных моментов М, то объяснение исследуемых явлений нужно основывать на представлении о том, какое движение электронная намагниченность в ДГ совершает под действием МВИ. Смещение ДГ, даже будучи незначительным, может сопровождаться большим поворотом М. При этом поворот М внутри ДГ пропорционален смещению ДГ. Этот процесс сопровождается скачкообразным изменением H_{eff} в ВСК вследствие изменения локальных СТП на ядрах из-за анизотропии СТП и неоднородности фактора усиления РЧ-поля η в ДГ магнетика [9] пропорциональных смещению ДГ. Амплитуду МВИ, при которой начинается спад интенсивности ДИЭ, связанный с началом движения ДГ, естественно связать с силой пиннинга ДГ. Вид диаграмм воздействия МВИ, действующего в промежутке между двумя РЧ-импульсами, показан на рис. 3. На рисунке видно существенное возраста-



Рис. 2. Спектр ЯМР ядер ⁵⁷ Fe в поликристаллическом литий-цинковом феррите T = 77 K.

ние силы пиннинга при переходе от окто-к тетраэдрическим позициям.

На рис. 4а представлена осциллограмма формирования краевого одноимпульсного эха (КОИЭ), формируемого при совместном действии МВИ и заднего фронта РЧ-импульса при частоте повторения РЧ и МВИ $f_{\rm RF} = 50$ Гц, а на рис. 46 – при однократном воздействии РЧ и МВИ ($f_{\rm RF} = 0$ Гц).

Используется длинный РЧ-импульс, чтобы избежать интерференции сигнала стимулирован-



Рис. 3. Амплитудные диаграммы воздействия МВИ на двухимпульсное эхо в литий-цинковом феррите на частотах 74 и 71 МГц, кривые *1* и *2*, соответственно, длительность МВИ $\tau_d = 1.0$ мкс, T = 77 К.

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ том 123 № 1 2022



Рис. 4. Осциллограмма КОИЭ при частотах повторения импульсов $f_{\rm RF} = 50$ Гц (а) и $f_{\rm RF} = 0$ Гц (б), v = 71 МГц, $\tau_{\rm d} = 1.0$ мкс, T = 77 К. Нижний луч показывает положение МВИ в пределах РЧ-импульса. Для сравнения представим осциллограммы ОИЭ при частотах повторения РЧ-импульсов $f_{\rm RF} = 50$ Гц (а) и при $f_{\rm RF} = 0$ Гц (б).



Рис. 5. Осциллограммы ОИЭ при $f_{\rm RF}$ = 50 Гц (а) и $f_{\rm RF}$ = 0 (б), v = 71 МГц, T = 77 К. Нижний луч показывает длительность РЧ-импульса.

ного эха, формируемого совместным действием МВИ и двух фронтов РЧ-импульса, с КОИЭ.

Из рис. 46 видно, что сигнал КОИЭ формируется также в случае однократного возбуждения ($f_{\rm RF} = 0$), в отличие от сигнала ОИЭ, который отсутствует в этом случае [5], рис. 5. Этот факт свидетельствует о том, что в интенсивность КОИЭ дают вклады как многоимпульсный механизм, так и механизм искажений [5]

Амплитудная зависимость сигналов КОИЭ от МВИ воздействия представлена на рис. 6.

Исследуем свойства КОИЭ, возникающего вследствие совместного воздействия МВИ и РЧимпульса. Этот дополнительный сигнал формируется МВИ и задним фронтом РЧ-импульса, являющимися аналогами фронтов РЧ-импульса в методике ОИЭ. Для этого удобно использовать достаточно длинный РЧ-импульс, чтобы избежать интерференции сигнала КОИЭ с сигналом стимулированного эха, формируемого совместным воздействием МВИ и двух фронтов РЧ-импульса.

Сигналы КОИЭ в этом случае показаны на рис. 4 для случаев многоимпульсного и однократного воздействия РЧ и МВИ. Этот сигнал не исчезает в пределе однократного возбуждения РЧ + + МВИ (рис. 4б), что характерно для механизма искажений. Кроме того, наблюдается эффект его усиления при многоимпульсном воздействии (рис. 4а), что имеет место в случае вклада многоимпульсного механизма. Таким образом, вклад в формирование сигнала КОИЭ вносят оба механизма формирования. Сигнал КОИЭ появляется при превышении амплитуды МВИ определенного порогового значения, определяемого силой



Рис. 6. Амплитудная зависимость сигналов КОИЭ от МВИ воздействия. Кривые *1* и *2* соответствуют В и А позициям с частотой 74 и 71 МГц соответственно; длительность МВИ $\tau_d = 1$ мкс, T = 77 К.

пиннинга ДГ, совпадающего с соответствующими значениями силы пиннинга, определяемыми при воздействии МВИ на ДИЭ, рис. 3. Соответствующие зависимости КОИЭ от амплитуды МВИ приведены на рис. 6. На рис. 7 приведены амплитудные зависимости КОИЭ от расстояния между МВИ и задним фронтом РЧ-импульса $\Delta \tau$, для двух максимумов ЯМР-спектра на 71 и 74 МГц. Интересно отметить, что для частоты 74 МГц время релаксации сигнала краевого магнитного эха совпадает с временем релаксации ОИЭ, формируемого многоимпульсным механизмом: $T_2^{SPE} =$ = 30 мкс, в то время как для случая тетраэдрических позиций 71 МГц это время примерно в два раза короче: $T_2^{ESPE} = 24$ мкс, $T_2^{SPE} = 46$ мкс.

На основании полученных экспериментальных результатов можно сделать вывод, что в интенсивность КОИЭ дает вклад как механизм искажений фронтов РЧ-импульса, так и многоимпульсный механизм. При этом определяющую роль играет искажение фронта РЧ-импульса, формируемого воздействием МВИ, возникающее при достаточно быстром смещении ДГ из-за анизотропии СТП и неоднородности фактора η в ДГ.

Наблюдаемые экспериментальные зависимости сигналов КОИЭ и ДИЭ можно понять, приняв во внимание, что согласно [12], при воздействии МВИ, ДГ обратимо смещается на расстояние Δx , пропорциональное амплитуде МВИ: $\Delta x \sim$ $\sim \upsilon \tau_d = S(H-H_o)\tau_d$, где τ_d – длительность МВИ, когда амплитуда МВИ превышает значения силы пиннинга H_o . В слое Δx ядра при комбинированном воздействии РЧ и МВИ испытывают эффект



Рис. 7. Зависимость амплитуды КОИЭ от временного интервала между МВИ и задним фронтом РЧ-импульса. (а) – кривая 1 – сигналы ОИЭ и КОИЭ (\bullet и \otimes соответственно) при амплитуде МВИ H = 24 Э. кривая 2 – сигнал КОИЭ (\triangle) при амплитуде МВИ H = 13 Э, (б) – 1 (\otimes) – ОИЭ, 2 – КОИЭ (\bullet) при H = 118 Э и 3 – КОИЭ (\triangle) при H = 34 Э, v = 71 МГц.

скачкообразного изменения величины и направления эффективного магнитного поля в ВСК H_{eff} , из-за соответствующих изменении локального СТП и фактора η .

Согласно нерезонансной модели формирования ОИЭ, такое воздействие МВИ эквивалентно эффекту воздействия переднего фронта РЧ-импульса при формировании ОИЭ. При этом роль второго фронта РЧ-импульса играет задний фронт используемого длинного РЧ-импульса.

В этом случае амплитуда КОИЭ (ESPE) будет пропорциональна числу ядер в слое Δx , формируемом при смещении ДГ: $I_{ESPE} \sim \Delta x/L$, где L – ширина возбужденного участка ДГ при воздействии РЧ-импульса.

Скачкообразное изменение частоты ЯМР во ВСК должно удовлетворять условию $\Delta \omega'_j \cdot \tau_d \ll 1$, где $\Delta \omega'_j = (\Delta \omega_j^2 + \omega_l^2)^{1/2}$, или другими словами, период прецессии ядер в ВСК должен быть больше по сравнению с τ_d , что выполняется в наших экспериментальных условиях.

При воздействии МВИ на ДИЭ в интервале между РЧ-импульсами ядра прецессируют в локальном СТП с частотой $\omega_j = \gamma_n H_{\text{HFF}j}$. Следовательно, должно выполняться условие $\omega_j \tau_d \ll 1$, требующее наносекундной длительности МВИ τ_d для появления сигнала магнитного эха как при наблюдении инверсного эхо [13], которое в нашем случае не выполняется. Поэтому воздействие МВИ на ДИЭ ведет только к уменьшению интенсивности (ТРЕ), пропорциональному смещению ДГ $I_{\text{TPE}} \sim (L - \Delta x)/L$, из-за потери фазовой когерентности ядер в Δx слое.

Эти качественные соображения позволяют понять полученные экспериментальные зависимости сигналов КОИЭ и ДИЭ при воздействии МВИ.

выводы

Таким образом, используя совместное воздействие заднего фронта достаточно длинного РЧимпульса и действующего перед ним магнитного видеоимпульса на ядерную спиновую систему в доменных границах литиевого феррита, показана возможность генерирования аналога сигнала одноимпульсного эха. Этот сигнал эха возникает вследствие смешения доменных границ при амплитуде магнитного видеоимпульса, превышающей силу пиннинга, вызывающего неадиабатически быстрое изменение направления эффективного магнитного поля во вращающейся системе координат. Вклад в интенсивность формирования аналога сигнала одноимпульсного эха дает как многоимпульсный механизм, эффективный в случае формирования обычного сигнала одноимпульсного эха в литиевом феррите, так и механизм искажений фронта РЧ-импульса вследствие анизотропии сверхтонкого поля на ядрах и неоднородности фактора усиления РЧ-поля в доменной границе.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Bloom A.E. Nuclear Induction in Inhomogeneous Fields // Phys. Rev. 1955. V. 98. № 4. P. 1105–1111.
- 2. Чекмарев В.П., Куркин М.И., Голощапов С.И. Механизм формирования одноимпульсного эха в ха-

новских спиновых системах // ЖЭТФ. 1979. Т. 76. № 5. С. 1675–1584.

- Shakhmuratova L.N., Fowler D.K., Chaplin D.H. Fundamental mechanisms of single-pulse NMR echo formation // Phys. Rev. A. 1997. V. 55. P. 2955–2967.
- Боровик-Романов А.С., Буньков Ю.М., Думеш Б.С., Куркин М.И., Петров М.П., Чекмарев В.П. Спиновое эхо в системах со связанной ядерно-электронной прецессией // УФН. 1984. Т. 142. № 4. С. 537– 570.
- Ахалкаци А.М., Мамниашвили Г.И., Гегечкори Т.О., Бен-Эзра Ш. О механизме формирования одноимпульсного эха ядер ⁵⁷Fe в литиевом феррите // ФММ. 2002. Т. 94. № 1. С. 40–46.
- Stearns M.B. Origin of the single pulse echo in Co // AIP Conference Proceedings. 1973. V. 10. № 1. P. 1644–1647.
- Mamniashvili G.I., Gegechkori T.O., Akhalkatsi A.M., Gavasheli T.A. On the role of the hyperfine field anisotropy in the formation of a single-pulse NMR spin echo in cobalt // J. Supercond. Nov. Magn. 2015. V. 28. № 3. P. 911–916.
- Kiliptari I.A., Tsifrinovich V.I. Single-pulse nuclear spin-echo in magnets // Phys. Rev. B. 1998. V. 57. № 18. P. 11554–11564.
- Akhalkatsi A.M., Mamniashvili G.I. Signals of spin nuclear echo upon a combined action of magnetic and radiofrequency pulses in magnets // Phys. Met. Metal. 1998. V. 86. № 5. P. 461–463.
- Gavasheli T.A., Mamniashvili G.I., Shermadini Z.G., Zedginidze T.I., Petriashvili T.G., Gegeckori T.O., Janjalia M.V. Investigation of the pinning and mobility of domain walls in cobalt micro-and nanowires by the nuclear spin echo method under the additional influence of a magnetic video pulse // J. Magn. Magn. Mater. 2020. V. 500. P. 1555310.
- Doroshev V.D., Klochan V.A., Kovtun N.M., Seleznev V.N. The effect of dipole and anisotropic hyperfine fields on NMR of Fe⁵⁷ in lithium ferrite Li_{0.5}Fe_{2.5}O₄ // Phys. Stat. Sol. A. 1972. V. 9. P. 679–689.
- Galt J.K. Motion of Individual Domain Walls in a Nickel–Iron Ferrite // Bell Syst. Tech. 1954. V. 33. P. 1023–1054.
- Игнатченко В.А., Мальцев В.К., Рейнгардт А.Е., Цифринович В.И. Новый механизм формирования ядерного спинового эха // Письма в ЖЭТФ 1983. Т. 37. № 9. С. 439–440.