

Na prvním místě bych rád poděkoval Mgr. Jaroslavu Kohoutovi, Dr. za podnětné, obětavé a trpělivé vedení mé diplomové práce a za pomoc při její tvorbě. Neméně díky patří Doc. RNDr Heleně Štěpánkové, CSc. za časté a velmi prospěšné konzultace nejrůznějších problémů při zpracovávání teoretické i experimentální části této práce. Dále také děkuji Prof. RNDr. Jiřímu Englichovi, DrSc. především za velmi užitečné připomínky obzvláště k teoretickým částem práce. Nemohu opomenout poděkovat Mgr. Vojtěchu Chlanovi za pomoc při řešení nerůznějších problémů s experimentální technikou.

Závěrem bych chtěl poděkovat všem, kteří jakkoliv přispěli ke vzniku této práce a umožnili mi věnovat se dané problematice.

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce.

V Praze dne 28.4.2005

Karel Kouřil

**Title:** *NMR study of hyperfine field temperature dependence in YIG*

**Author:** *Karel Kouřil*

**Department:** *Department of Low Temperature Physics*

**Supervisor:** *Mgr. Jaroslav Kouhout Dr.*

**Supervisor's e-mail address:** *Jaroslav.Kohout@mff.cuni.cz*

**Abstract:**

We present an NMR study of hyperfine fields on  $^{57}\text{Fe}$  nuclei in Yttrium Iron Garnet. We measured NMR spectra of  $^{57}\text{Fe}$  nuclei situated in magnetic domains as well as in domain walls at several temperatures within the range 4.2K-344K. The main goals were to interpret domain wall spectra and to compare temperature dependences of NMR signal from domains and from domain walls. We propose an improved method of domain wall NMR spectra simulation. Based on results of this method, we claim that main contribution to observed domain wall NMR spectra originates from  $70.5^\circ$  Bloch wall. We compared temperature dependences of domain and domain wall hyperfine fields on  $^{57}\text{Fe}$  nuclei and we found no significant difference.

**Key words:** *YIG, NMR, domain wall, hyperfine field*

**Název práce:** *Studium teplotní závislosti hyperjemného pole v YIG metodou NMR*

**Autor:** *Karel Kouřil*

**Katedra:** *Katedra fyziky nízkých teplot*

**Vedoucí diplomové práce:** *Mgr. Jaroslav Kouhout Dr.*

**e-mail vedoucího:** *Jaroslav.Kohout@mff.cuni.cz*

**Abstrakt:**

Práce se zabývá studiem teplotních závislostí NMR rezonančních frekvencí jader  $^{57}\text{Fe}$  v yttritoželezitém granátu. Změřili jsme NMR spektra od jader  $^{57}\text{Fe}$  v magnetických doménách a doménových stěnách při několika teplotách v rozsahu 4.2K-344K. Hlavním cílem bylo interpretovat spektra z doménových stěn a porovnat teplotní závislosti signálů z domén a z doménových stěn. Navrhli jsme vylepšený postup pro modelování spekter z doménových stěn. Na základě výsledků získaných tímto postupem tvrdíme, že většina pozorovaného signálu z doménových stěn pochází od jader v  $70.5^\circ$  Blochových stěnách. Porovnali jsme teplotní závislosti hyperjemných polí na jádrech  $^{57}\text{Fe}$  v doménách a doménových stěnách a nenalezli jsme žádné významné rozdíly.

**Klíčová slova:** *YIG, NMR, doménové stěny, hyperjemné pole*

# Obsah

<b>1</b>	<b>Úvod</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>Hyperjemné interakce</b>	<b>6</b>
2.1	Magnetický moment jádra . . . . .	6
2.2	Magnetická interakce . . . . .	7
<b>3</b>	<b>Nukleární magnetická rezonance</b>	<b>8</b>
3.1	Larmorova precese . . . . .	8
3.2	Jaderná magnetizace . . . . .	9
3.3	Blochovy rovnice . . . . .	9
3.3.1	Jaderné relaxace . . . . .	10
3.4	Pulsní NMR experiment . . . . .	10
3.4.1	Pulsní řešení Blochových rovnic . . . . .	10
3.4.2	Signál volné precese a spinové echo . . . . .	12
3.4.3	Spektrum NMR . . . . .	14
3.4.4	Experimentální technika . . . . .	14
<b>4</b>	<b>Magnetické oxidy</b>	<b>15</b>
4.1	Základní představy . . . . .	15
4.1.1	Výměnné interakce . . . . .	15
4.1.2	Magnetokrystalová anizotropie . . . . .	16
4.2	Doménová struktura . . . . .	17
4.3	Model doménové stěny . . . . .	17
4.4	Teplotní závislost magnetizace . . . . .	19
<b>5</b>	<b>Studium magnetik pomocí NMR</b>	<b>21</b>
5.1	Rezonanční frekvence . . . . .	21
5.2	Zesilovací faktor . . . . .	23
5.2.1	Zesílení v doménách . . . . .	23
5.2.2	Zesílení v doménových stěnách . . . . .	23
5.3	NMR spektra . . . . .	24

<i>OBSAH</i>	4
5.3.1 Spektrum z domén . . . . .	24
5.3.2 Spektrum ze stěn - modelování spekter . . . . .	25
<b>6 Yttritoželezitý granát</b>	<b>29</b>
6.1 Krystalová struktura . . . . .	29
6.2 Magnetické vlastnosti . . . . .	29
6.3 Rezonanční frekvence $^{57}\text{Fe}$ . . . . .	33
6.4 Vzorek . . . . .	34
<b>7 Výsledky a diskuse</b>	<b>35</b>
7.1 Měření NMR spekter . . . . .	35
7.1.1 Parametry měření spekter . . . . .	35
7.1.2 Naměřená spektra . . . . .	37
7.2 Modelování spekter z doménových stěn . . . . .	42
7.2.1 Rezonanční frekvence . . . . .	42
7.2.2 Určení typu doménových stěn . . . . .	44
7.2.3 Zlepšení souhlasu modelu s experimentem . . . . .	47
7.3 Teplotní závislosti rezonančních frekvencí . . . . .	51
7.3.1 Vyhodnocení spekter . . . . .	51
7.3.2 Porovnání teplotních závislostí . . . . .	53
<b>8 Závěr</b>	<b>57</b>

# Kapitola 1

## Úvod

Magnetické granáty mají řadu aplikací zejména ve vysokofrekvenčních technologiích a v magnetooptice. Jedná se o uměle vytvořené materiály odvozené z minerálu spessaritu.

Cílem této práce je porovnání průběhů teplotních závislostí hyperjemných polí na jádrech  $^{57}\text{Fe}$  v magnetických doménách a doménových stěnách yttritoželezitého granátu (YIG). Jak vyplývá z měření těchto závislostí v různých materiálech, je jejich chování v doménách a doménových stěnách s teplotou obecně různé [18], [19].

K měření jsme použili metodu nukleární magnetické rezonance (NMR), která umožňuje efektivně odlišit domény a doménové stěny díky rozdílům v zesilovacích faktorech a přímo měřit teplotní závislosti hyperjemných polí na jádrech  $^{57}\text{Fe}$ , která jsou úměrná středním hodnotám magnetických momentů iontů  $\text{Fe}^{3+}$  v jednotlivých podmřížkách.

# Kapitola 2

## Hyperjemné interakce

Pro popis elektromagnetické interakce atomového jádra s okolím je většinou dostatečné modelovat jádro jako bodový náboj. Při přesnějším popisu je třeba uvažovat magnetický moment a nenulové rozměry jádra. Interakce spojené se započítáním těchto vlastností nazýváme hyperjemné, jejich typická velikost je  $10^{-7}$  eV.

Význam hyperjemných interakcí je v tom, že snímají degeneraci energie vzhledem k jadernému spinu, a umožňují tak využít jádro jako sondu pro studium pevné látky, v níž se nachází.

Abychom mohli popsat hyperjemné interakce, je nutné kromě celkové hmotnosti a náboje zavést další charakteristiky jádra, konkrétně jeho magnetický a kvadrupólový moment.

Protože jádro  $^{57}\text{Fe}$ , jehož rezonance byla měřena, má spin  $I = \frac{1}{2}$ , a tedy nulový kvadrupólový moment, budeme se zde zabývat pouze magnetickým momentem a interakcemi s ním spojenými. O kvadrupólovém momentu a jeho příspěvku k hyperjemným interakcím pojednává například [3].

### 2.1 Magnetický moment jádra

Až na tzv sudo-sudá jádra mají všechna stabilní atomová jádra nenulový spin  $\mathbf{I}$ . Pro jeho absolutní hodnotu platí  $|\mathbf{I}| = \hbar\sqrt{I(I+1)}$ , kde  $I$  je spinové kvantové číslo, které nabývá celé nebo polocelé hodnoty charakteristické pro daný izotop. Jaderný spin je součtem orbitálních a spinových momentů hybnosti všech nukleonů v jádře a je integrálem pohybu. Nenulový příspěvek k jadernému spinu pochází jen od nukleonů v nejvyšších, neuzavřených, slupkách.

Průmět jaderného spinu do daného směru může nabývat jen  $2I+1$  hodnot  $I_z = \hbar m_I$ , kde  $m_I = I, I-1, \dots, -I+1, -I$ .

S orbitálním i spinovým momentem hybnosti nukleonů jsou spojeny magnetické momenty. Vektorový součet magnetických momentů všech nukleonů má obecně jiný směr než celkový jaderný spin  $\mathbf{I}$  a není integrálem pohybu. Pozorovatelný magnetický moment jádra je průmět celkového magnetického momentu všech nukleonů do směru jaderného spinu  $\mathbf{I}$ .

Mezi operátorem jaderného spinu  $\hat{\mathbf{I}}$  a operátorem magnetického momentu jádra  $\hat{\boldsymbol{\mu}}$  platí vztah:

$$\hat{\boldsymbol{\mu}} = \gamma \hat{\mathbf{I}} \quad (2.1)$$

kde  $\gamma$  značí gyromagnetický poměr jádra. Obdobný vztah platí i pro průměty do libovolného směru:

$$\hat{\mu}_z = \gamma \hat{I}_z \quad (2.2)$$

## 2.2 Magnetická interakce

Interakce jádra s magnetickým polem  $\mathbf{B}$  je popsána hamiltoniánem:

$$\hat{H} = -\hat{\boldsymbol{\mu}} \cdot \mathbf{B}, \quad (2.3)$$

který se natočením osy  $z$  souřadné soustavy do směru magnetického pole zjednoduší na:

$$\hat{H}_m = -\hat{\mu}_z B \quad (2.4)$$

Uvážením (2.2) vidíme, že vlastní funkce jsou stavy s ostrou hodnotou průmětu spinu do osy  $z$ . Energetické spektrum tvoří tzv. Zeemanův multipllet,  $2I + 1$  ekvidistantních hladin se vzájemnou vzdáleností sousedních hladin

$$\Delta E = \gamma \hbar B \quad (2.5)$$

Magnetické pole může být tvořeno vnějším magnetem. V případě magneticky uspořádaných látek je v místě jádra přítomno efektivní pole  $\mathbf{B}_{ef}$  (viz odst. 5.1) jehož velikost je typicky řádu desítek Tesla.

# Kapitola 3

## Nukleární magnetická rezonance

V této kapitole budou vysvětleny základy metody nukleární magnetické rezonance, která byla využita pro experimentální studium vzorku.

### 3.1 Larmorova precese

Evoluční operátor jádra umístěného v magnetickém poli velikosti  $B_0$  lze s použitím hamiltoniánu systému (2.4) psát jako:

$$\hat{U}(t - t_0) = e^{-\frac{i}{\hbar}\hat{H}(t-t_0)} = e^{\frac{i}{\hbar}\hat{I}_z\gamma B_0(t-t_0)}, \quad (3.1)$$

což je shodné s operátorem reprezentujícím otáčení kolem osy  $z$  s úhlovou frekvencí

$$\omega_L = \gamma B_0. \quad (3.2)$$

Magnetický moment jádra tedy obecně vykonává precesní pohyb kolem směru magnetického pole  $\mathbf{B}_0$  s frekvencí  $\omega_L$ . Tento pohyb se označuje jako Larmorova precese.

V reálném vzorku existuje distribuce velikostí polí  $B_0$  na jednotlivých jádrech, navíc dochází k jejich fluktuacím. Díky tomu jednotlivá jádra vykonávají precesní pohyb s různou frekvencí a nahodilými fázemi.

Pokud sfázujeme precesní pohyby jaderných momentů s blízkými frekvencemi, můžeme, po dobu než dojde k opětovnému rozfázování precesních pohybů, pozorovat oscilace jaderné magnetizace (viz níže) a z těch zpětně usuzovat na vlastnosti pole  $\mathbf{B}_0$ .



### 3.2 Jaderná magnetizace

Definujme jadernou magnetizaci (magnetizaci souboru jader v objemu  $V$ ) jako:

$$\mathbf{M} = \frac{1}{V} \sum_i \boldsymbol{\mu}_i. \quad (3.3)$$

Uvažujme  $N$  identických jader v tepelné rovnováze s okolím umístěných v magnetickém poli velikosti  $B_0$  orientovaném ve směru osy  $z$ . Populace hladin Zeemanova multipletu budou dány Boltzmannovým rozdělením:

$$N(m_I) = \frac{N}{Z} \exp \left[ \frac{\gamma \hbar B_0}{k_B T} m_I \right], \quad (3.4)$$

kde  $Z$  značí partiční sumu. S použitím tohoto rozdělení dostaneme vztah pro rovnovážnou střední hodnotu  $z$ -ové složky magnetického momentu jádra, který se v limitě vysokých teplot zjednoduší na

$$\langle \mu_z \rangle = \frac{\gamma^2 \hbar^2 I(I+1) B_0}{3k_B T}. \quad (3.5)$$

Pro jádro se spinem  $\frac{1}{2}$  se při poměru Zeemanovského štepení a Boltzmannova faktoru  $\Delta E/kT < 0.1$  dopouštíme chyby menší než 1%. Pokud se zajímáme o teplotní závislost jaderné magnetizace, stačí dosadit vyjádření (3.5) do (3.3). Zřejmě dostaneme:

$$M_0 = \frac{C}{T}. \quad (3.6)$$

Pokles jaderné magnetizace je jedním z důvodů výrazného zhoršování poměru signál/šum s rostoucí teplotou vzorku.

### 3.3 Blochovy rovnice

Časový vývoj magnetizace soustavy jader pod vlivem magnetického pole  $\mathbf{B}$  popisují (fenomenologické) Blochovy rovnice:

$$\frac{d\mathbf{M}_\perp}{dt} = \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B})_\perp - \frac{\mathbf{M}_\perp}{T_2} \quad (3.7)$$

$$\frac{dM_\parallel}{dt} = \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B})_\parallel - \frac{(M_\parallel - M_0)_\parallel}{T_1}. \quad (3.8)$$

$M_\perp$  a  $M_\parallel$  značí podélnou a příčnou složku jaderné magnetizace,  $\mathbf{M}_0$  je rovnovážná jaderná magnetizace odpovídající poli  $\mathbf{B}$ . Časy  $T_1$  a  $T_2$  se nazývají podélná a příčná relaxační doba.

Tvar Blochových rovnic je formálně shodný s rovnicemi pro popis setrvačnicku s nenulovým magnetickým momentem orientovaným ve směru osy rotace umístěného v magnetickém poli, doplněnými o relaxační členy.

### 3.3.1 Jaderné relaxace

Pokud zanedbáme relaxace, dostaneme řešením Blochových rovnic pro stacionární pole Larmorovu precesi jaderné magnetizace s frekvencí  $\omega_L$ . Jakmile připustíme konečné relaxační časy, nebudou velikosti příčné a podélné složky magnetizace nadále konstantní. Pro časový vývoj magnetizace plyne v tomto případě z Blochových rovnic:

$$\mathbf{M}_{\parallel}(t) = \mathbf{M}_0 + (\mathbf{M}_{\parallel}(0) - \mathbf{M}_0)e^{-t/T_1} \quad (3.9)$$

$$\mathbf{M}_{\perp}(t) = \mathbb{R}_{\omega_L t}(\mathbf{B})\mathbf{M}_{\perp}(0)e^{-t/T_2}, \quad (3.10)$$

kde  $\mathbb{R}_{\varphi}(\mathbf{A})$  značí otočení kolem osy dané vektorem  $\mathbf{A}$  o úhel  $\varphi$ . Vidíme, že opět dochází k Larmorově precesi, která je ale tlumená podélnou a příčnou relaxací.

Relaxační členy popisují vliv náhodných fluktuací magnetického pole  $\mathbf{B}$  na vývoj jaderné magnetizace. Podélná relaxační doba  $T_1$  určuje rychlost, s jakou se magnetizace navrácí ke své rovnovážné hodnotě  $\mathbf{M}_0$ .

K příčné relaxaci, popsané časem  $T_2$ , přispívá, kromě návratu jaderné magnetizace do rovnovážné polohy, ještě rozfázování jednotlivých jaderných spinů díky pomalým fluktuacím pole  $\mathbf{B}$ . Příspěvky od jednotlivých jader se díky tomu začínají kompenzovat a výsledná příčná složka magnetizace mizí rychleji, než by odpovídalo relaxaci popsané časem  $T_1$ . Příčná relaxace popisuje nevratnou ztrátu koherence jaderných spinů způsobenou fluktuacemi magnetického pole.

## 3.4 Pulsní NMR experiment

S jadernou magnetizací můžeme manipulovat pomocí časově proměnného magnetického pole  $\mathbf{B}$ . V praxi má časově proměnná složka  $\mathbf{B}$  tvar krátkých (řádově  $1\mu\text{s}$ ) vysokofrekvenčních pulsů. Vhodně zvolenou pulsni sérií lze natočit jadernou magnetizaci do libovolného směru.

### 3.4.1 Pulsní řešení Blochových rovnic

Budeme se nyní zabývat řešením Blochových rovnic pro případ, že magnetické pole má tvar

$$\mathbf{B} = (0, \sqrt{2}B_1 \sin(\omega t), B_0) \quad (3.11)$$

. Vysokofrekvenční část  $\mathbf{B}$  můžeme zřejmě rozepsat jako součet dvou kruhově polarizovaných složek:

$$\begin{aligned}\mathbf{B}_{\text{vf}} &= (\sqrt{2}B_1 \sin(\omega t), 0, 0) = \mathbf{B}_+ + \mathbf{B}_- \\ &= B_1(-\cos(\omega t), \sin(\omega t), 0) + B_1(\cos(\omega t), \sin(\omega t), 0).\end{aligned}\quad (3.12)$$

Protože se nám jedná o popis vlivu krátkého pulsu na jadernou magnetizaci, můžeme předpokládat, že pro dobu trvání pulsu platí  $\tau \ll T_1, T_2$ , a zanedbat relaxační členy v Blochových rovnicích.

Pro vlastní řešení Blochových rovnic je výhodné přejít do souřadné soustavy, která rotuje kolem osy  $z$  s úhlovou frekvencí  $\omega$  ve stejném smyslu jako by Larmorovsky precedovala jádra vystavená pouze časově nezávislé složce  $\mathbf{B}$ . V této soustavě bude působit efektivní magnetické pole:

$$\mathbf{B}_e = (0, B_1, B_0 - \omega/\gamma) + B_1(\pm \cos(2\omega t), \sin(2\omega t), 0) \quad (3.13)$$

Časově závislý člen můžeme zanedbat, protože jeho příspěvky ke změně jaderné magnetizace za dobu  $\pi/\omega$  se prakticky přesně ruší. Nadále budeme tedy jako efektivní magnetické pole  $\mathbf{B}_e$  označovat jen časově nezávislou část (3.13). Tím jsme ale úlohu převedli na známý problém, jehož řešením je Larmorova precese jaderné magnetizace kolem směru  $\mathbf{B}_e$  s úhlovou rychlostí  $\omega' = \gamma B_e$ .

V případě, že nastavíme frekvenci  $\omega$  na stejnou hodnotu jako je Larmorova frekvence jader v poli  $B_0$ , tedy když platí

$$\omega = \omega_L = \gamma B_0, \quad (3.14)$$

bude mít efektivní pole jen jednu nenulovou složku:

$$\mathbf{B}_{\text{ef}} = (0, B_1, 0). \quad (3.15)$$

Po dobu trvání pulsu  $\tau$  se bude v rotující soustavě souřadné jaderná magnetizace rovnoměrně otáčet kolem osy  $y'$  s úhlovou rychlostí

$$\omega_1 = \gamma B_1 \quad (3.16)$$

a stočí se o úhel

$$\varphi = \gamma B_1 \tau \quad (3.17)$$

Úhel stočení magnetizace tedy můžeme nastavit vhodnou volbou délky pulsu nebo amplitudy pole  $B_1$ . Pokud nastavíme délku pulsu na

$$\tau_{\pi/2} = \frac{\pi}{2\omega_1} \quad (3.18)$$

bude po skončení pulsu jaderná magnetizace sklopena do příčné roviny a začne precesovat kolem směru pole  $\mathbf{B}_0$ . Puls, který sklopí jadernou magnetizaci do příčné roviny, se označuje jako devadesátistupňový, též  $\pi/2$  puls. Pulsem s dvojnásobnou délkou

$$\tau_\pi = \frac{\pi}{\omega_1}, \quad (3.19)$$

stočíme magnetizaci do opačného směru. Zároveň také obrátíme znaménka fází precesních pohybů jednotlivých jader. Tento puls se nazývá stoosmdesátistupňový nebo  $\pi$  puls.

V reálném vzorku nemají všechna jádra stejné rezonanční frekvence, ale existuje distribuce rezonančních (Larmorových) frekvencí  $g(\omega_L)$ .  $\pi$  nebo  $\pi/2$  puls tedy popsáním způsobem působí pouze na jádra, jejichž rezonanční frekvence je přesně  $\omega$ . Ostatní jádra nebudou stočena přesně o  $\pi$ ,  $\pi/2$ . Šířka intervalu rezonančních frekvencí, pro které lze daný puls považovat za  $\pi$  nebo  $\pi/2$  je nepřímo úměrná délce pulsu. Z hlediska NMR pevných látek, kde distribuce  $g(\omega_L)$  jsou poměrně široké, je výhodné používat co nejkratší pulsy, abychom v jednom experimentu vybudili co největší část spektra.

### 3.4.2 Signál volné precese a spinové echo

Nejjednodušším pulsním NMR experimentem je aplikace  $\pi/2$  pulsu na systém, jehož jaderná magnetizace dosáhla své rovnovážné hodnoty. Po aplikaci pulsu můžeme pozorovat časový vývoj jaderné magnetizace.

Studovaný vzorek je umístěn v detekční cívce, časové změny magnetizace v ní indukují napětí, které měříme. Získaný signál, který se nazývá signál volné precese (FID), tedy odpovídá časové derivaci velikosti průmětu jaderné magnetizace do osy detekční cívky.

Příčná složka jaderné magnetizace a s ní i signál volné precese vymizí rychleji než by odpovídalo relaxační době  $T_2$ , protože při existenci distribuce rezonančních frekvencí s nenulovou šířkou dojde ke ztrátě koherence jaderných spinů velice rychle. Charakteristická doba rozpadu signálu FID se označuje jako  $T^*$ .

Nicméně, i když se příspěvky jednotlivých jader k výsledné magnetizaci navzájem ruší, mají po dobu srovnatelnou s relaxačním časem  $T_2$  fázové rozdíly jejich precesních pohybů dobře definované hodnoty. Při zanedbání příčné relaxace je fázový rozdíl precesí jader, jejichž Larmorovy frekvence se liší o  $\Delta\omega$ ,

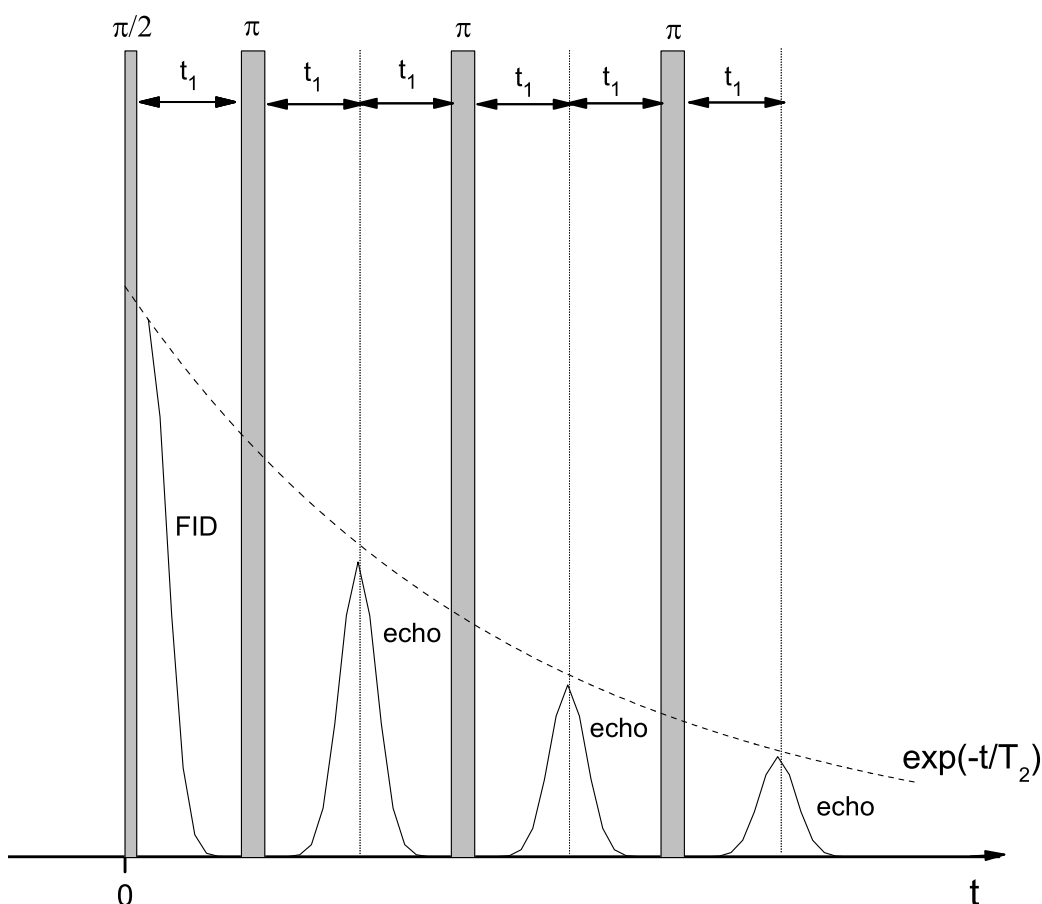
$$\Delta\varphi = \Delta\omega t, \quad (3.20)$$

přičemž čas  $t$  měříme od konce pulsu. Pokud v čase  $t_1$  aplikujeme  $\pi$  puls,

dostaneme pro fázové rozdíly vztah

$$\Delta\varphi = -\Delta\omega t_1 + \Delta\omega t', \quad (3.21)$$

kde čas  $t'$  běží od konce  $\pi$  pulsu. Vidíme, že v čase  $t' = t_1$  budou všechny fázové rozdíly opět nulové. Příčná složka magnetizace znovu nabude nenulové hodnoty. Popsaný jev se nazývá spinové echo. Intenzita signálu spinového echa bude, ve srovnání s intenzitou signálu FID, díky příčné relaxaci snížena faktorem  $\exp(-2t_1/T_2)$ . Pomocí dalších  $\pi$  pulsů můžeme získat větší počet spinových ech, jejichž amplituda bude stále klesat vlivem příčné relaxace. Právě popsaná série pulsů se nazývá Carr-Purcellova pulsní série.



Obrázek 3.1: Carr-Purcellova pulsní série, po  $\pi/2$  pulsu následuje signál volné precese, který rychle vymizí. Následnými  $\pi$  pulsy jsou buzena spinová echa, jejichž amplituda klesá v důsledku příčné relaxace.

Spinové echo je pro NMR pevných látek velice významné. Detekční trasa NMR spektrometru je těsně po pulsu zahlcena, v průběhu tzv. mrtvé doby

není možné nabírat signál. Díky velkým šířkám distribuce  $g(\omega)$  v pevných látkách často není možné po uplynutí mrtvé doby od  $\pi/2$  pulsu detekovat signál FID. Signál spinového echa naproti tomu můžeme detekovat bez problémů, vhodnou volbou odstavu pulsů dosáhneme toho, že ve chvíli kdy se echo objeví, jsme již schopni nabírat data.

### 3.4.3 Spektrum NMR

Fourierovou transformací časového průběhu signálu voné precese nebo spinového echa získáme spektrum NMR. Tvar spektra odpovídá distribuci rezonančních frekvencí ( $g(\omega)$ ).

### 3.4.4 Experimentální technika

Hlavními součástmi NMR experimentu jsou spektrometr a sonda se vzorkem.

Sonda je tvořena cívkou, do níž se vkládá vzorek, a kondenzátorem. Cívka a kondenzátor dohromady tvoří LC rezonanční obvod. Cívka je použita k excitaci vzorku pomocí radiofrekvenčních napěťových pulsů a zároveň i k detekci odezvy vzorku. Kapacita kondenzátoru může být buď pevná, v tom případě se jedná o neladěnou sondu, nebo nastavitelná, potom se sonda označuje jako laděná. Výhodou laděné sondy je lépe definované spektrum a vyšší citlivost, nevýhodou větší technická náročnost její konstrukce a nutnost přeladit sondu při změně excitační frekvence.

Spektrometr se skládá z excitační a detekční trasy. Excitační trasa dodává vysokofrekvenční napěťové pulsy podle zvolené pulsní série. Detekční trasa zesiluje a digitalizuje časový průběh napětí indukovaného v sondě změnami jaderné magnetizace. Důležitá je časová koherence pulsů i nabíraných signálů, díky ní můžeme experiment mnohokrát opakovat a časové průběhy signálů koherentně nasčítat. Pomocí koherentní sumace signálů můžeme dále podstatně zlepšit poměr signál/šum.

# Kapitola 4

## Magnetické oxidy

V této kapitole bude nastíněn fyzikální model magnetických oxidů s důrazem na poznatky použité pro interpretaci naměřených NMR spekter vzorku YIG.

### 4.1 Základní představy

Za magnetismus jsou v magnetických oxidech odpovědné ionty prvků s neuzavřenými elektronovými slupkami. Tyto ionty mají nevykompenzované elektronové magnetické momenty spinového i orbitálního původu. Magnetický moment iontu  $\text{Fe}^{3+}$  je čistě spinového původu.

U iontů  $d$  kovů v látce dochází vlivem krystalového pole (elektrostatické pole okolních iontů) k tzv. zamrznání orbitálního magnetického momentu [2]. Působení krystalového pole sejme degeneraci termu vzhledem k orbitálnímu momentu hybnosti. Základní stav iontu je potom většinou orbitálním singletem, v takovém případě má nulovou střední hodnotu orbitálního momentu hybnosti. K magnetickému momentu  $d$ -kovů v oxidech tedy potom přispívají jen nevykompenzované spinové momenty elektronů. Magnetický moment iontu s nulovým orbitálním momentem můžeme vyjádřit jako

$$\hat{\boldsymbol{\mu}}_{\text{at}} = g\mu_B\hat{\mathbf{S}}, \quad (4.1)$$

kde  $g$  značí faktor spektroskopického štěpení pro daný iont,  $\mu_B$  je Bohrov magneton a  $\hat{\mathbf{S}}$  operátor celkového spinu iontu.

#### 4.1.1 Výměnné interakce

Mezi jednotlivými magnetickými ionty v magnetiku působí výměnné interakce popsané hamiltoniánem [2]:

$$\hat{H}_{\text{ex}} = J_{ij}\hat{\mathbf{S}}_i \cdot \hat{\mathbf{S}}_j \quad (4.2)$$

$J_{ij}$  značí výměnný integrál, jeho hodnota je určena elektronovou strukturou dané látky. Velikost výměnného integrálu rychle klesá se vzdáleností interagujících iontů. V případě, že  $J_{ij} < 0$ , spiny se snaží orientovat souhlasně a hovoříme o feromagnetické výměně, pokud  $J_{ij} > 0$ , je výhodnější opačná orientace spinů a výměna je antiferomagnetická.

Magnetické ionty v látce je vhodné rozdělit do podmříží označených  $A, B, \dots$ . Interakce mezi nejbližšími sousedy v jedné podmříži je popsána jediným výměnným integrálem  $J_{AA} \leq 0, J_{BB} \leq 0, \dots$ , podobně interakce iontu s nejbližšími sousedy z jiné podmříže je popsána výměnnými integrály  $J_{AB}, J_{AC}, \dots$ . Magnetické momenty iontů v jedné podmříži jsou orientovány souhlasně, orientace magnetizací jednotlivých podmříží vůči sobě mohou být různé.

Pokud započítáme jen interakce s nejbližšími sousedy z každé podmříže a nahradíme spinové operátory všech iontů interagujících se sledovaným iontem jejich středními hodnotami, dostaneme pro působení výměnných interakcí na libovolný iont z dané podmříže vztahy:

$$\hat{H}_A = -\hat{\boldsymbol{\mu}}_A \cdot \mathbf{h}_A \quad (4.3)$$

$$\hat{H}_B = -\hat{\boldsymbol{\mu}}_B \cdot \mathbf{h}_B \quad (4.4)$$

$$\vdots \quad (4.5)$$

kde  $\mathbf{h}_A, \mathbf{h}_B, \dots$  značí výměnná (molekulární) pole, pro která platí:

$$\begin{aligned} \mathbf{h}_A &= \nu_{AA}\mathbf{M}_A + \nu_{AB}\mathbf{M}_B + \dots \\ \mathbf{h}_B &= \nu_{AB}\mathbf{M}_A + \nu_{BB}\mathbf{M}_B + \dots \end{aligned} \quad (4.6)$$

$$\vdots$$

$M_A, M_B, \dots$  jsou magnetizace podmříží a  $\nu_{AA}, \nu_{AB}, \dots$  konstanty výměnného pole.

### 4.1.2 Magnetokrystalová anizotropie

Magnetokrystalová anizotropie oxidů je dle jednoiontového modelu [2] způsobena spin-orbitální vazbou a krystalovým polem. V druhém řádu poruchového počtu způsobuje spin-orbitální vazba existenci nenulového orbitálního momentu iontu. Krystalové pole může interagovat s tímto indukovaným orbitálním momentem a díky spin-orbitální vazbě ovlivňovat i spinový moment atomu. Další příspěvek pochází od dipolárních interakcí magnetických iontů.

Spontánní magnetizace v magneticky uspořádané látce je vždy orientována v tzv. snadném směru, tj. ve směru, jemuž odpovídá minimum volné



energie. Hustotu energie magnetokystalové anizotropie pro kubický krystal lze rozvést podle směrových kosinů magnetizace jako:

$$f_A = K_1(n_1^2n_2^2 + n_2^2n_3^2 + n_3^2n_1^2) + K_2n_1^2n_2^2n_3^2 + \dots, \quad (4.7)$$

kde  $n_1, n_2, n_3$  jsou směrové kosiny magnetizace vzhledem k směrům [100], [010], [001] krystalu. Členy vyššího řádu už obvykle můžeme zanedbat.  $K_1, K_2$  jsou anizotropní konstanty.

Pro malé odchylky magnetizace ze snadného směru můžeme vliv magnetokystalové anizotropie popsat působením fiktivního anizotropního pole o velikosti

$$B_A = \frac{1}{M} \left( \frac{\partial^2 f_A}{\partial \vartheta^2} \right)_{\vartheta=0} \quad (4.8)$$

orientovaného do snadného směru. Velikost anizotropního pole v některých případech závisí na směru výchylky magnetizace ze snadného směru.

## 4.2 Doménová struktura

Homogenní magnetizace celého makroskopického vzorku je díky silnému rozptylovému poli při nulovém externím poli nevýhodná. Výhodnější je rozdělení objemu magnetika na domény - oblasti, ve kterých je magnetizace homogenní a orientovaná ve snadném směru. Magnetizace v jednotlivých doménách je orientována tak, aby se minimalizovala rozptylová pole.

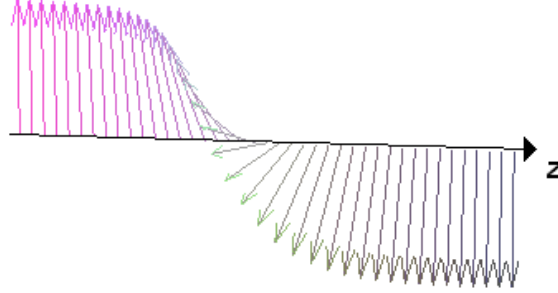
Jednotlivé domény jsou odděleny doménovými stěnami, ve kterých se magnetizace stáčí ze snadného směru v první doméně do jiného snadného směru, v němž leží magnetizace druhé domény.

V objemovém vzorku se vyskytují hlavně Blochovy doménové stěny, pro které je charakteristické, že magnetické momenty jednotlivých iontů leží v rovině stěny, což eliminuje rozptylové pole stěny a tedy je energeticky výhodné. Stěna tedy bude preferenčně v rovině definované snadnými směry, v nichž leží magnetizace oddělovaných domén.

## 4.3 Model doménové stěny

Blochovu stěnu můžeme popsat úhlem  $\alpha$ , který určuje odklon magnetizace ve stěně od směru magnetizace v první doméně.

Závislost úhlu  $\alpha(z)$  na poloze ve stěně je dána rovnováhou mezi výměnnou interakcí a magnetokystalovou anizotropií. Výsledný tvar stěny (tvar závislosti  $\alpha(z)$ ) bude takový, aby minimalizoval energii stěny [15].



Obrázek 4.1: Stáčení magnetických momentů v  $180^\circ$  Blochově stěně. Magnetické momenty jsou kolmé na osu  $z$ .

Pro potřeby určení tvaru stěny látku modelujeme jako soustavu ekvidistantních rovin rovnoběžných s rovinou stěny a s mezirovinovou vzdáleností  $d$ . Každá rovina má magnetizaci, vektor magnetizace leží v příslušné rovině a jeho velikost je stejná pro všechny roviny v látce. Magnetizace roviny je popsána úhlem  $\alpha$ , který svírá s vybraným směrem, odpovídajícím snadnému směru v jedné ze sousedících domén. Souřadný systém volíme tak, že osa  $z$  je kolmá na rovinu stěny. Domény (místa, kde leží magnetizace přesně v jednom ze snadných směrů) se nacházejí v  $z \rightarrow \pm\infty$ . Pro odhad energie stěny můžeme vyjít z rovnice [15]

$$E = \sum_i [-2J \cos(\alpha_{i+1} - \alpha_i) + E_A(\mathbf{n}(\alpha_i))]. \quad (4.9)$$

První člen popisuje působení výměnných interakcí, které je charakterizováno efektivním výměnným integrálem  $J > 0$ , druhý člen odpovídá vlivu magnetokrytalové anizotropie, pro kubické krystaly ho můžeme vyjádřit ve tvaru (4.7).  $\mathbf{n}(\alpha)$  označuje závislost jednotkového vektoru ve směru magnetizace na úhlu  $\alpha$ . Závislost  $\mathbf{n}(\alpha)$  je určena orientací roviny stěny vůči krystalografickým osám a volbou snadného směru, od kterého odečítáme úhel  $\alpha$ . V dalším budeme rovinu stěny a orientaci referenčního snadného směru považovat za dané a závislost energie magnetokrytalové anizotropie na úhlu  $\alpha$  již budeme zkráceně psát jako  $E_A(\alpha)$ .

Pokud předpokládáme malé rozdíly  $\alpha_{i+1} - \alpha_i$ , můžeme nahradit kosinus

v (4.9) prvním nekonstantním členem jeho Taylorova rozvoje, tedy:

$$E = \sum_i [J(\alpha_{i+1} - \alpha_i)^2 + E_A(\alpha_i)]. \quad (4.10)$$

Dále je výhodné přejít od diskrétního modelu ke spojitému. Budeme tedy uvažovat spojitou funkci  $\alpha(z)$ , hodnoty  $\alpha_i$  budou dány jako  $\alpha_i = \alpha(i \cdot d)$ . Rozdíl  $\alpha_{i+1} - \alpha_i$  odhadneme jako

$$\alpha_{i+1} - \alpha_i = d \frac{d\alpha(z)}{dz}. \quad (4.11)$$

Průběh funkce  $\alpha(z)$  je dán požadavkem na minimum celkové energie, pro kterou ve spojitém případě platí:

$$E = \int_{-\infty}^{\infty} \left[ Jd^2 \left( \frac{d\alpha(z)}{dz} \right)^2 + E_A(\alpha) \right] dz. \quad (4.12)$$

Tento požadavek vede na Euler-Lagrangeovu rovnici:

$$\frac{dE_A}{dz} - 2Jd^2 \frac{d^2\alpha}{dz^2} = 0, \quad (4.13)$$

kterou můžeme jednou integrovat s výsledkem

$$\frac{d\alpha}{dz} = \sqrt{\frac{1}{Jd^2} (E_A(\alpha) + C)}, \quad (4.14)$$

kde  $C$  je integrační konstanta určená podmínkou  $d\alpha/dz \rightarrow 0$  pro  $z \rightarrow \pm\infty$ , což je ekvivalentní požadavku nulové energie magnetokryсталové anizotropie v doméně. Řešením této rovnice dostaneme tvar stěny.

Vidíme, že hlavní vliv na tvar závislosti  $\alpha(z)$  uvnitř stěny má průběh anizotropní energie. Výměnný integrál pouze škáluje osu  $z$  a tím nastavuje šířku oblasti, kde se směr magnetizace výrazně liší od snadných směrů v sousedních doménách, kterou označujeme jako šířku stěny a která je přímo úměrná  $\sqrt{J}$ .

## 4.4 Teplotní závislost magnetizace

Pokud budeme považovat podmříže za soubory paramagnetických iontů vystavených působení molekulárních polí daných vztahy (4.6), dostaneme postupem analogickým pro jadernou magnetizaci (viz odst. 3.2) pro každou podmříž vztah

$$M = \frac{Ng\mu_B\hbar}{V} \left\{ \left( J + \frac{1}{2} \right) \operatorname{cotgh} \left[ \left( J + \frac{1}{2} \right) \frac{g\mu_B\hbar h}{k_B T} \right] - \frac{1}{2} \operatorname{cotgh} \left[ \frac{1}{2} \frac{g\mu_B\hbar h}{k_B T} \right] \right\}. \quad (4.15)$$

V rámci Néelovy [2] teorie je teplotní závislost magnetizace podmříží určena selfkonzistentní podmínkou - teplotní závislosti  $M_A(T)$ ,  $M_B(T)$ , ... musí být takové, aby pro každou podmříž vyhovovaly vztahu (4.15) s molekulárním polem určeným z (4.6).

V Néelově teorii je energie nejmenší uvažované excitace dána vzdáleností sousedních hladin Zeemanova multipletu, při dostatečně nízkých teplotách je ale pravděpodobnost jejího vybuzení prakticky nulová.

Pro popis magnetizace v oblasti nízkých teplot je vhodné použít teorii spinových vln (magnonů) [7], jejichž energetické spektrum je spojitě a připouští excitace o velmi nízké energii (akustické magnony). Pokud předpokládáme pouze dlouhovlnné magnony a zanedbáme jejich interakce, dává spinlónová teorie pro nasycenou magnetizaci vztah:

$$M(T) = M(0) - CT^{3/2}. \quad (4.16)$$

Přesnější výpočty přidávají členy s  $T^{5/2}$ ,  $T^{7/2}$  a  $T^4$ .

Z pohledu teorie spinových vln dostaneme v doménové stěně obecně jiné spektrum excitací než v doméně. Pokud jsou tyto rozdíly dostatečně velké, mohou se projevit jinou teplotní závislostí magnetizací jednotlivých podmříží v doménových stěnách a v doménách. Tyto možné rozdíly lze očekávat největší při srovnání domén a středu doménových stěn, který se od domén odlišuje nejvíce.

Rozdíly v teplotních závislostech magnetizace v doménách a ve stěnách byly experimentálně pozorovány např. v  $\text{CrBr}_3$  [18] a  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  [19].

# Kapitola 5

## Studium magnetik pomocí NMR

### 5.1 Rezonanční frekvence

V magneticky uspořádaných látkách je rezonanční frekvence daného jádra určena vztahem:

$$\omega = \gamma B_{ef}, \quad (5.1)$$

kde  $B_{ef}$  značí velikost efektivního pole.

Hlavní příspěvek k efektivnímu [5] poli tvoří hyperjemné pole  $\mathbf{B}_{hf}$  generované vlastním elektronovým okolím daného jádra, platí pro ně:

$$\hat{\mathbf{B}}_{hf} = -\frac{\mu_0\mu_B}{2\pi} \sum_i \left[ \frac{\hat{\mathbf{l}}_i}{r^3} + \frac{\hat{\mathbf{s}}_i}{r^3} - 3\frac{\mathbf{r}(\hat{\mathbf{s}}_i \cdot \mathbf{r})}{r^5} + \frac{8\pi}{3}\hat{\mathbf{s}}_i\delta(\mathbf{r}) \right]. \quad (5.2)$$

První tři členy popisují pole indukované orbitálními a spinovými momenty elektronů v místě jádra. Poslední člen odpovídá Fermiho kontaktní interakci, ke které přispívají jen  $s$ -elektrony, u nichž je nenulová pravděpodobnost výskytu v místě jádra. Díky výměnné polarizaci  $s$ -elektronů interakcí s elektrony v neuzavřených slupkách se jedná o významný příspěvek k celkovému hyperjemnému poli. Hyperjemné pole generované vlastním elektronovým obalem jádra je přímo úměrné magnetickému momentu iontu, v němž se jádro nachází. Tato závislost je pro iont  $\text{Fe}^{3+}$  v dobrém přiblížení izotropní.

Dalšími příspěvky k efektivnímu poli jsou transferovaná a dipolární pole okolních iontů. Transferovaná pole jsou dána stejným vztahem jako hyperjemná pole, ale elektrony, které k nim přispívají, nepatří již k vlastnímu obalu jádra. Jedná se o elektrony účastnící se vazeb a příslušející k okolním iontům. Transferovaná a dipolární pole jsou podstatně slabší než hyperjemné

pole, zároveň jsou také hlavní příčinou anizotropie závislosti efektivního pole na vektoru magnetizace.

Pro vyjádření dipolárního působení okolních iontů se látka rozděluje na dvě oblasti. První z nich je tzv. Lorentzova koule, uvnitř které uvažujeme působení magnetických momentů jednotlivých iontů na studované jádro. Jejich příspěvek nazveme dipolární pole, platí pro něj:

$$\hat{\mathbf{B}}_d = \frac{\mu_0}{4\pi} \sum_i \left( \frac{\hat{\boldsymbol{\mu}}_i}{R_i^3} - 3 \frac{\hat{\boldsymbol{\mu}}_i \cdot \mathbf{R}_i}{R_i^5} \mathbf{R}_i \right). \quad (5.3)$$

$\hat{\boldsymbol{\mu}}_i$  značí magnetický moment  $i$ -tého iontu a  $\mathbf{R}_i$  jeho polohu vzhledem k vyšetřovanému jádru. Sčítají se příspěvky od všech iontů uvnitř Lorentzovy koule.

K efektivnímu poli dále přispívají i Lorentzovo a demagnetizační pole. Jedná se o dipolární příspěvek od magnetických iontů vně Lorentzovy koule, kde již můžeme, z hlediska působení na studované jádro, látku považovat za spojitou a popsat vektorem magnetizace  $\mathbf{M}$ . Příspěvek Lorentzova a demagnetizačního pole lze psát jako

$$\begin{aligned} \mathbf{B}_L + \mathbf{B}_L &= \frac{\mu_0}{4\pi} \mathbf{grad} \left( \int_V \frac{\text{div} \mathbf{M}(\mathbf{R})}{R} dV \right. \\ &\quad \left. - \int_S \frac{\mathbf{M}(\mathbf{R}) \cdot d\mathbf{S}}{R} - \int_\sigma \frac{\mathbf{M}(\mathbf{R}) \cdot d\sigma}{R} \right). \end{aligned} \quad (5.4)$$

V prvním členu integrujeme přes celý objem vzorku mimo Lorentzovu kouli, ve druhém přes povrch vzorku a ve třetím přes povrch Lorentzovy koule. Plošné elementy jsou orientovány vně Lorentzovy koule. Posledním příspěvkem k efektivnímu poli je případné externí pole.

Závislost efektivního pole na směru magnetizace vzorku vyjádříme jako

$$\mathbf{B}_{ef} = B_I \mathbf{n} + \mathbb{B}_A \mathbf{n}, \quad (5.5)$$

kde  $\mathbf{n}$  je jednotkový vektor ve směru magnetizace,  $B_I$  izotropní příspěvek k efektivnímu poli a  $\mathbb{B}_A$  tenzor anizotropie efektivního pole, který má nulovou stopu.

Protože anizotropie závislosti efektivního pole na směru magnetizace je pro iont  $\text{Fe}^{3+}$  relativně slabá, můžeme velikost efektivního pole odhadnout jako velikost jeho průmětu do směru magnetizace. Díky tomu rezonanční frekvenci vyjádříme ve tvaru

$$f = f_I + \mathbf{n} \mathbb{A} \mathbf{n}, \quad (5.6)$$

kde

$$f_I = \frac{1}{2\pi} \gamma B_I \quad (5.7)$$

značí izotropní příspěvek k rezonanční frekvenci a

$$\mathbb{A} = \frac{1}{2\pi} \gamma \mathbb{B}_A \quad (5.8)$$

je tenzor anizotropie rezonančních frekvencí.

## 5.2 Zesilovací faktor

Působení vysokofrekvenčního magnetického pole  $B_1$  aplikovaného na jádra v NMR experimentu je v případě magnetických látek mnohonásobně zesíleno. Důvodem je, že pole  $B_1$  vyvolá oscilace elektronové magnetizace. Následkem oscilací elektronové magnetizace dojde k oscilacím efektivního pole na jádrech. Protože změny směru efektivního pole vyvolané vf. polem  $B_1$  jsou velmi malé, bude výsledné efektivní pole v dobrém přiblížení dáno jako součet časově nezávislé složky o velikosti  $B_{ef}$  a k ní kolmé vysokofrekvenční složky  $B'_1$  o velikosti dané vztahem:

$$B'_1 = \eta B_1, \quad (5.9)$$

kde  $\eta$  značí zesilovací faktor.

Mechanismus zesílení je obousměrný - vf. pole radiofrekvenčních pulsů je zesíleno a stejně tak je i zesílena odezva jaderného systému.

### 5.2.1 Zesílení v doménách

V doménách je elektronová magnetizace držena v daném směru součtem anizotropního Lorentzova a demagnetizačního pole. Největšího zesílení dosáhneme, když bude vf. pole  $B_1$  působit kolmo na jejich součet. Pro zesilovací faktor platí:

$$\eta_d = \frac{B_{ef}}{|\mathbf{B}_A + \mathbf{B}_L + \mathbf{B}_D|} \sin \varepsilon, \quad (5.10)$$

kde  $\varepsilon$  je úhel mezi magnetizací dané domény a vf. polem  $\mathbf{B}_1$ .

### 5.2.2 Zesílení v doménových stěnách

Zesílení vf. pole pro jádra v doménových stěnách je mnohem větší než v doménách. Vf. pole vyvolá oscilace doménové stěny kolem její rovnovážné polohy s amplitudou úměrnou velikosti pole  $B_1$ :

$$\Delta z = c B_1. \quad (5.11)$$

Stěnu si můžeme představit jako napnutou blánu vázanou v místech různých defektů (uzlů). Působení vf. pole na stěnu odpovídá časově proměnnému tlaku působícímu na blánu [16].

Jestliže se stěna pohybuje, magnetické momenty iontů, které se v ní nacházejí, se stáčí a s nimi i efektivní pole působící na jádro. Periodické oscilace stěny budou mít za následek periodické změny efektivního pole. Zesilovací faktor je pro Blochovu stěnu dán jako

$$\eta_w = cB_{ef} \frac{\partial \alpha}{\partial z}, \quad (5.12)$$

kde  $\alpha$  a  $z$  byly zavedeny v odstavci 4.3. Pro výpočet závislosti zesilovacího faktoru na poloze jádra ve stěně potřebujeme vyřešit rovnici (4.14). Z téže rovnice také vidíme, že maximálního zesílení bude dosaženo v místě, kde je největší anizotropní energie, což odpovídá středu stěny.

Vztah (5.12) platí dobře jen pro střed doménové stěny. Směrem k doménám je již stáčení vektoru magnetizace pomalejší a zesílení klesá, zároveň se začíná uplatňovat mechanismus zesílení v doménách (5.10).

## 5.3 NMR spektra

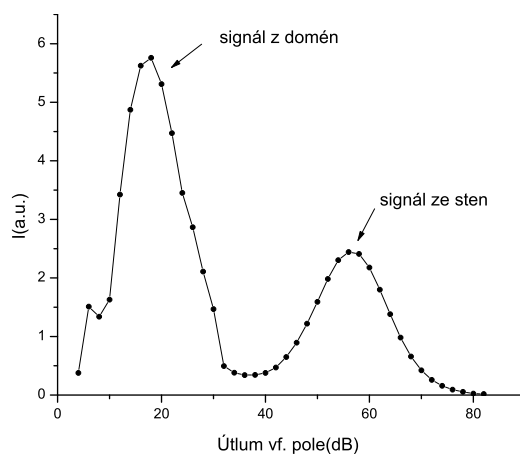
Pulsem na frekvenci  $\omega$  dobře vybudíme jen tu část spektra, která leží v úzkém intervalu kolem  $\omega$ . Šířka tohoto intervalu je nepřímo úměrná délce použitého pulsu. Spektrum magnetika je většinou natolik široké, že je nemůžeme celé vybudit pulsy na jedné frekvenci. Provádíme tedy měření s určitým frekvenčním krokem v celém intervalu, který nás zajímá. Výsledné spektrum získáme jako obálku dílčích spekter z jednotlivých měření.

Signál z domén a ze stěn můžeme díky značnému rozdílu v zesilovacích faktorech rozlišit vhodným nastavením excitačních podmínek (intenzit a délek pulsů). Jednou z možností je pevně nastavit délky pulsů a měnit jejich amplitudu.

### 5.3.1 Spektrum z domén

Uvažujme vzorek magnetika v nulovém vnějším poli při teplotě pod Currieovou teplotou. Jádra  $^{57}\text{Fe}$  příslušející jedné podmříži a nacházející se v doménách přispívají k měřenému spektru alespoň jednou čarou. Celkový počet čar pocházejících od jedné podmříže je dán počtem různých možných orientací magnetizace dané podmříže vůči hlavním osám tenzorů anizotropie rezonančních frekvencí  $\mathbb{A}$  jader příslušejících k této podmříži.





Obrázek 5.1: Příklad závislosti intenzity signálu na amplitudě vf. pole. Vidíme dvě zřetelná maxima odpovídající signálu z domén a ze stěn. Měření bylo provedeno na vzorku YIG při teplotě  $4.2K$ , frekvence vf. pulsů byla  $76.16MHz$ .

Protože hlavní příspěvek k efektivnímu poli pochází od elektronového obalu daného jádra, můžeme považovat teplotní závislost rezonančních frekvencí jader dané podmříže za úměrnou magnetizaci této podmříže. Pokud lze ze spekter určit velikost izotropního příspěvku k závislosti rezonanční frekvence na směru magnetizace (5.6), je vhodné použít jeho teplotní závislost. Okolní ionty, které nemusí nutně patřit ke stejné podmříži jako iont, v němž se nachází rezonující jádro, totiž přispívají hlavně k anizotropní části (5.6).

### 5.3.2 Spektrum ze stěn - modelování spekter

Spektrum pocházející od jader  $^{57}Fe$  v doménových stěnách je především určeno směry, do kterých míří magnetické momenty iontů  $Fe^{3+}$  při přechodu magnetizace z jednoho snadného směru do druhého, protože rezonanční frekvence ve stěně jsou dány (5.6), a tedy jsou závislé na směrech magnetických momentů ve stěně.

Načrtneme nyní postup pro modelování tvaru spektra z doménových stěn vzorku. Tento postup byl publikován v [14]. Budeme předpokládat Blochovu stěnu. V případě, že se nejedná o  $180^\circ$  stěnu, je rovina stěny, ve které leží magnetizace, určena snadnými směry v sousedících doménách. Dále budeme předpokládat, že magnetizace jednotlivých podmříží leží ve stejném nebo opačném směru jako výsledná magnetizace. Zanedbáme také vliv relaxačních procesů na tvar spektra.

Při vychýlení vektoru magnetizace ze snadného směru (např. pomocí

vnějšího pole) obecně dochází k rozštěpení rezonančních čar v důsledku zvýšení počtu různých orientací vychýlené magnetizace vůči hlavním osám tenzorů anizotropie rezonančních frekvencí jader. Celkový počet čar je nanejvýš roven celkovému počtu různých tenzorů anizotropie rezonančních frekvencí pro jádra z dané podmříže a jejich polohy jsou dány vztahem (5.6).

V doménových stěnách je magnetizace rovněž odchýlena od snadného směru a v závislosti na poloze ve stěně se její orientace mění. Pro každou podmříž tak získáme jednu nebo několik skupin jader se stejnou závislostí rezonančních frekvencí na úhlu stočení magnetizace  $f_n(\alpha)$  (nejvýše bude počet různých závislostí stejný jako počet různých tenzorů anizotropie rezonančních frekvencí pro ionty z dané podmříže). Invertováním těchto závislostí získáme vztahy pro úhel stočení magnetizace vyjádřený pomocí rezonančních frekvencí jednotlivých skupin jader  $\alpha_n(f)$ .

V případě, že stěna je dostatečně široká, můžeme zanedbat vliv stáčení magnetizace na platnost vztahu (5.6) - magnetické momenty iontů v blízkém okolí rezonujícího jádra, které mají, po vlastním elektronovém obalu jádra, největší vliv na rezonanční frekvence, budou orientovány prakticky stejně jako v doméně [14]. Pro výpočet závislosti rezonančních frekvencí na úhlu stočení magnetizace ve stěně potom můžeme použít vztah (5.6).

### Základní model

Předpokládáme-li, že vždy ideálně vybudíme jádra rezonující na dané frekvenci (sklopíme jejich spiny přesně do příčné roviny) a že šířka rezonanční čáry je pro všechna jádra nulová, můžeme, při zanedbání změn citlivosti aparatury s rezonanční frekvencí, pro příspěvek jedné skupiny jader (s danou závislostí  $f_n(\alpha)$ ) ke spektru psát:

$$I_n = \eta(\alpha) \left| \frac{df_n(\alpha(z))}{dz} \right|^{-1}. \quad (5.13)$$

První člen popisuje zesílení signálu od jader, druhý odpovídá počtu jader rezonujících na dané frekvenci. Pokud dosadíme za zesilovací faktor z rovnice (5.12) a vyjádříme derivaci složené funkce v druhém členu, dostaneme:

$$I_n = cB_{ef} \left| \frac{df_n}{d\alpha} \right|^{-1}. \quad (5.14)$$

Pravou stranu vyjádříme jako funkci frekvence.  $c$  a  $B_{ef}$  bereme jako konstanty nezávislé na frekvenci. Celkové spektrum je dáno jako součet jednotlivých dílčích spekter

$$I = \sum_n a_n I_n, \quad (5.15)$$

kde koeficienty  $a_n$  jsou úměrné počtům jader v jednotlivých skupinách.

### Rozšířený model

Navrhujeme následující zpřesnění výše uvedeného modelu. Opustíme předpoklad o ideálně vybuzeném spektru, částečně započítáme i vliv různé citlivosti aparatury při různých frekvencích. Budeme předpokládat, že při měření spektra se mění pouze frekvence vf. pole v pulsech, zatímco délky a intezity pulsů zůstávají stejné při měření celého spektra, což odpovídá běžnému postupu při měření.

Řekněme, že parametry pulsů odpovídají ideálnímu vybuzení jader se zesilovacím faktorem  $\eta_{opt}$ , přičemž za ideální vybuzení považujeme sklopení jaderných momentů do příčné roviny po  $\pi/2$  pulsu, kterým začíná Carr-Purcellova pulsní série. Pokud bude zesilovací faktor jiný než  $\eta_{opt}$  dojde ke sklopení magnetizace o úhel

$$\varphi = \frac{\pi}{2} \frac{\eta}{\eta_{opt}}. \quad (5.16)$$

Příčná složka magnetizace potom bude mít velikost

$$M_{\perp} = M_0 |\sin \varphi|. \quad (5.17)$$

Příspěvek od jedné skupiny jader k celkovému spektru nyní vyjádříme jako

$$I_n = fcB_{ef}(f) \left| \sin \frac{\pi\eta(\alpha)}{2\eta_{opt}} \right| \cdot \left| \frac{df}{d\alpha} \right|^{-1}. \quad (5.18)$$

Oproti vztahu (5.14) jsme přidali lineární závislost intenzity na frekvenci, protože napětí indukované v detekční cívice je úměrné časové derivaci průmětu jaderné magnetizace do osy cívky. Dále byl přidán člen popisující vliv různého vybuzení různých částí spektra. Také započítáme lineární vztah mezi  $B_{ef}$  a rezonanční frekvencí (3.2). Dostaneme tedy:

$$I_n = c' f^2 \left| \sin \frac{\pi\eta(\alpha)}{2\eta_{opt}} \right| \cdot \left| \frac{df}{d\alpha} \right|^{-1}. \quad (5.19)$$

Pravou stranu opět vyjádříme jako funkci  $f$ . Pro zesilovací faktor bereme vztah

$$\eta = c' f \sqrt{\frac{1}{Jd^2} (E_A(\alpha) + C)}. \quad (5.20)$$

Celkové spektrum opět dostaneme jako součet (5.15) jednotlivých příspěvků.

**Nenulová šířka čáry**

Dosud jsme předpokládali nulovou šířku rezonanční čáry jader přispívajících ke spektru z doménových stěn. Vliv její nenulovosti na tvar spektra můžeme nejjednodušeji započítat provedením konvoluce spektra získaného výše uvedenými postupy s předpokládaným profilem rezonanční čáry.

# Kapitola 6

## Yttritoželezitý granát

### 6.1 Krystalová struktura

Složení yttritoželezitého granátu je určeno vzorcem  $\{Y_3^{3+}\}[Fe_2^{3+}](Fe_3^{3+})O_{12}^{2-}$ , kde závorky označují krystalografické polohy obsazované ionty.

Krystal YIG má kubickou plošně centrovanou mřížku (mřížová konstanta  $a = 12.376(4)\text{Å}$ ) a prostorovou grupu symetrie  $Ia\bar{3}d$ . V jedné základní buňce je celkem 160 atomů (8 "molekul"  $Y_3Fe_5O_{12}$ ).

Základem struktury je rozmístění 96 kyslíkových aniontů, ve kterém jsou dodekaedrické, oktaedrické a tetraedrické dutiny obsazované ionty  $Y^{3+}$  a  $Fe^{3+}$ . Železné ionty obsazují oktaedrické a tetraedrické polohy označované symboly  $a$  a  $d$ . Dodekaedrické  $c$  polohy jsou obsazovány ionty yttria.

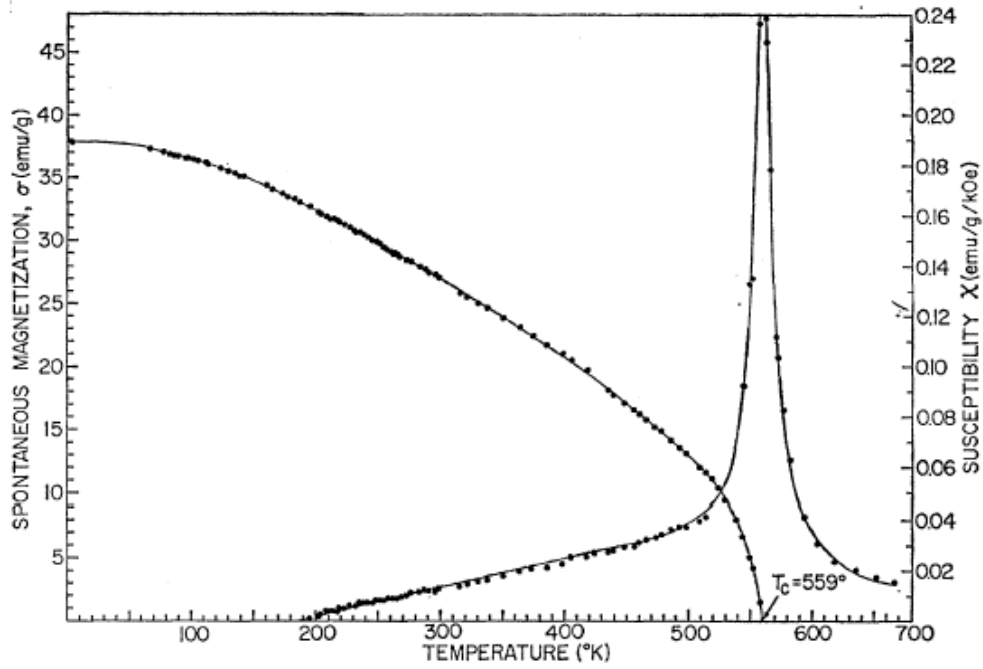
Z hlediska NMR na jádrech  $^{57}Fe$  jsou významné hlavně polohy obsazované ionty železa. V základní buňce se nachází celkem 16  $a$  poloh s  $\bar{3}$  osou symetrie orientovanou ve směrech typu  $\langle 111 \rangle$  a celkem 24  $d$  poloh s  $\bar{4}$  osou symetrie orientovanou ve směrech typu  $\langle 100 \rangle$ .

Další údaje o struktuře lze nalézt například v [2].

### 6.2 Magnetické vlastnosti

YIG je ferimagnetický materiál se dvěma podmřížkami a Curriovou teplotou  $T_c = 560K$ . První podmřížka je tvořena ionty  $Fe^{3+}$  v  $a$  polohách, druhá ionty  $Fe^{3+}$  v  $d$  polohách. Magnetizace těchto podmřížek jsou antiparalelní. Snadné směry magnetizace jsou typu  $\langle 111 \rangle$ .

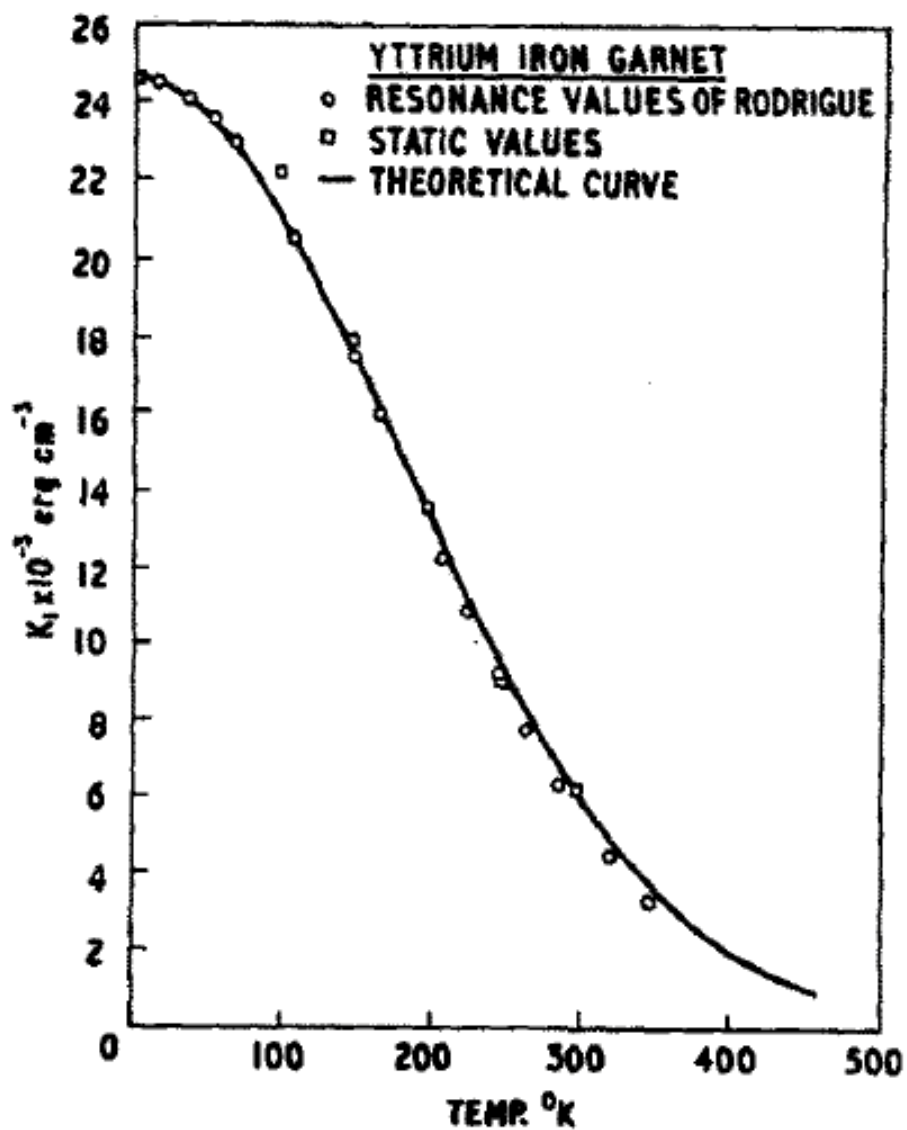
Magnetokrystalová anizotropie YIG je kubická, hustota anizotropní energie je dána vztahem (4.7). Hodnoty anizotropních konstant při různých teplotách jsou uvedeny v tabulce 6.1. Teplotní závislost konstanty  $K_1$  je uvedena na obrázku 6.2.



Obrázek 6.1: Teplotní závislost magnetizace a susceptivity YIG. Převzato z [11].

$T(K)$	$K_1(10^{-5} Jm^{-3})$	$K_2(10^{-5} Jm^{-3})$
4.2	-24.8	-2.3
77	-22.1	-2.1
295	-6.3	-2.3

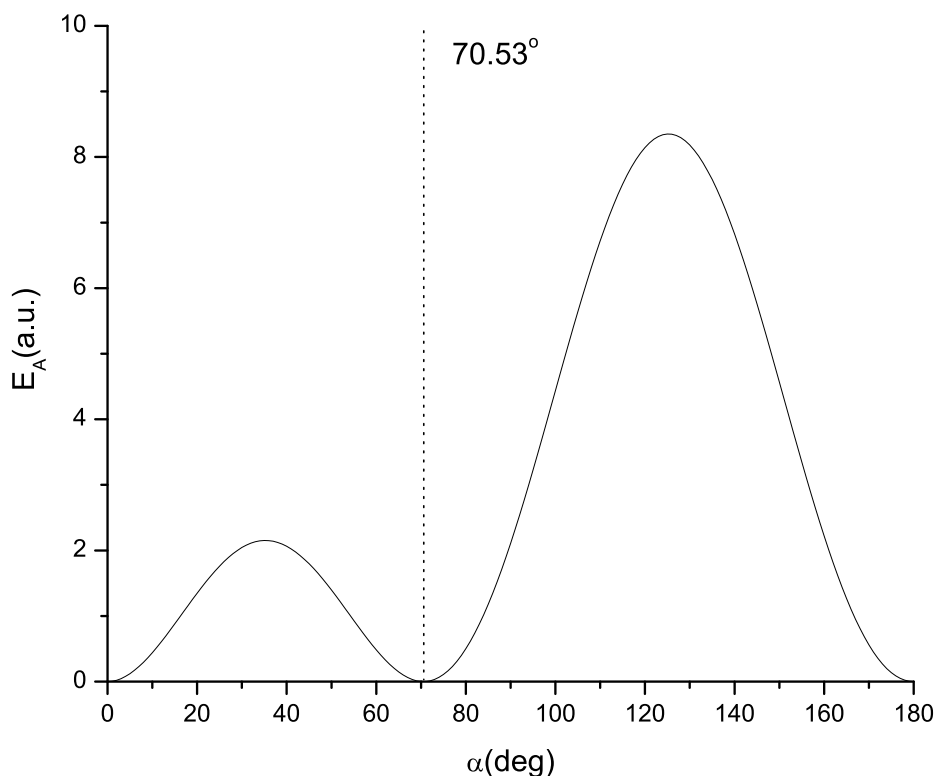
Tabulka 6.1: Hodnoty konstant magnetokrytalové anizotropie pro různé teploty. Převzato z [1].



Obrázek 6.2: Teplotní závislost anizotropní konstanty  $K_1$  YIG. Převzato z [12].

Pokud předpokládáme, že doménové stěny ve vzorku mají Blochovský charakter, mohou se vyskytovat tři typy stěn:  $70.5^\circ$  stěna,  $109.5^\circ$  a  $180^\circ$  stěna. Z geometrických úvah plyne, že jiné úhly mezi magnetizacemi sousedních domén nejsou přípustné.

$70.5^\circ$  a  $109.5^\circ$  Blochovské stěny mohou ležet pouze v rovinách typu  $(110)$ .  $180^\circ$  stěny mohou ležet v libovolné rovině ze zóny, jejíž osa leží ve směrech magnetizace sousedících domén, tedy v libovolné rovině ze zóny s osou typu  $\langle 111 \rangle$ .

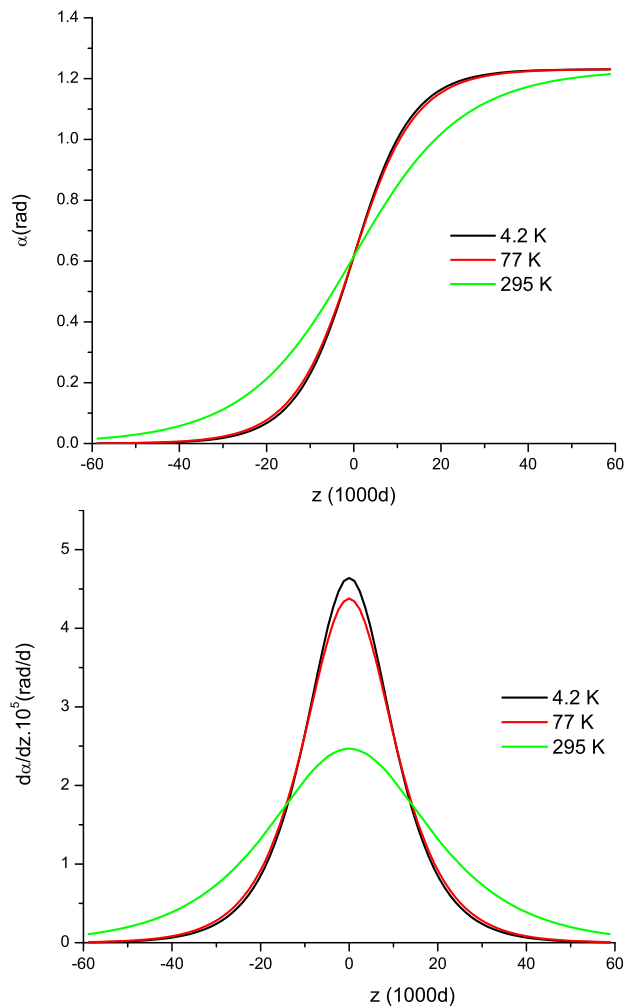


Obrázek 6.3: Vypočtená závislost energie magnetokrytalové anizotropie na úhlu vytočení magnetizace ze snadného směru  $[111]$  při teplotě  $4.2K$ . Magnetizace se pohybuje v rovině  $(-110)$ . K závislosti energie magnetokrytalové anizotropie byla přičtena konstanta tak, aby snadným směřům odpovídala nulová energie.

Rovnice 4.14 byla numericky řešena pro  $70.5^\circ$  Blochovu stěnu v YIG. Číselné hodnoty konstant magnetokrytalové anizotropie byly brány dle tabulky 6.1 jako jejich  $10^5$  násobek (např. pro  $4.2K$   $K_1[J] = -24.8$  a  $K_2[J] = -2.3$ ), výměnná vazba mezi sousedními rovinami byla nastavena na  $J[J] = 10^9$ . Výsledky jsou uvedeny v obrázku 6.4. Vidíme, že pokud zanedbáme



teplotní závislost výměnné vazby, je tvar stěn při 4.2K a 77K prakticky stejný, zatímco při pokojové teplotě již pokles  $K_1$  způsobí rozšíření celé stěny.



Obrázek 6.4: Závislost úhlu stočení magnetizace  $\alpha$  na poloze v  $70.5^\circ$  stěně v YIG (nahore) a  $d\alpha/dz$  na poloze ve stěně (dole). Osa  $z$  je škálována v jednotkách mezivinných vzdáleností  $d$ . Parametry magnetokrystalové anizotropie byly brány dle tabulky 6.1.

### 6.3 Rezonanční frekvence $^{57}\text{Fe}$

Tvar tenzorů anizotropie rezonančních frekvencí pro jádra v  $a$  i  $d$  polohách odpovídá bodové symetrii těchto poloh. Dvě z vlastních čísel těchto tenzorů jsou stejná, třetí je jejich dvojnásobek s opačným znaménkem, jemu

odpovídající vlastní vektor leží ve směru osy symetrie dané polohy, zbylé vlastní vektory leží v libovolném kolmém směru.

Tenzor anizotropie rezonančních frekvencí pro jádra v  $a$  polohách s osou symetrie ve směru  $[111]$  má v souřadnicích s osami v hranách krychle základní buňky tvar

$$\mathbb{A}_a = A_a \begin{pmatrix} 0 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 1 \\ 1 & 1 & 0 \end{pmatrix}. \quad (6.1)$$

Zbylé tři tenzory anizotropie dostaneme z tohoto aplikací operací patřících do bodové grupy symetrie izogonální s prostorovou grupou symetrie krystalu, například postupným otáčením kolem osy  $z$  o  $90^\circ$ . Při  $T = 4.2K$  je hodnota anizotropní konstanty  $A_a = -373kHz$ , velikost izotropního příspěvku k rezonanční frekvenci 5.6 je  $f_I^a = 75.809MHz$  [13].

Vzhledem ke dvěma možným vzájemným orientacím osy symetrie a magnetizace bude signál z domén od jader v  $a$  polohách rozštěpen na dvě čáry s poměrem intenzit 1:3.

Pro jádra v  $d$  polohách s osou symetrie ve směru  $[100]$  má tenzor anizotropie rezonančních frekvencí tvar

$$\mathbb{A}_d = A_d \begin{pmatrix} -2 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}. \quad (6.2)$$

Zbylé dva tenzory opět dostaneme aplikací operací izogonální bodové grupy symetrie na výše uvedený tenzor. Při  $T = 4.2K$  je hodnota anizotropní konstanty  $A_d = 46kHz$ , velikost izotropního příspěvku k rezonanční frekvenci 5.6 je  $f_I^d = 64.961MHz$  [13].

Orientace magnetizace v doménách je stejná vůči všem třem tenzorům anizotropie rezonančních frekvencí. Spektrum od jader v  $d$  polohách z domén je tedy tvořeno jedinou čarou.

## 6.4 Vzorek

Byl studován vzorek čistého polykrystalu YIG připravený standardní keramickou metodou [1].

# Kapitola 7

## Výsledky a diskuse

### 7.1 Měření NMR spekter

#### 7.1.1 Parametry měření spekter

NMR spektra ve studovaném vzorku byla změřena s použitím Carr-Purcellovy pusní série při nulovém vnějším poli při různých teplotách. Frekvenční krok při měření všech spekter byl  $30\text{kHz}$ , výsledná spektra byla získána jako obálka Fourierových transformací časových průběhů spinových ech naměřených při jednotlivých frekvencích.

Aby kvalita naměřených spekter byla co nejvyšší, je důležité správně nastavit několik parametrů experimentu.

První důležitou skupinou jsou parametry pulsní série. Jedná se zejména o délky, intenzity a časové odstupy pulsů. Délky pulsů je vhodné volit co možná nejkratší, abychom vybudili co nejširší frekvenční oblast. Délka  $\pi/2$  pulsu byla nastavena na  $\tau_{\pi/2} = 1.2\mu\text{s}$ , délka  $\pi$  pulsu na dvojnásobek. Jedná se o minimální hodnoty dosažitelné na použité aparatuře.

Nejvýznamnějším parametrem je intenzita vf. pole v pulsech. Byla měněna nastavením různých zesílení výkonového zesilovače a je vyjádřena v  $dB$  útlumu maximálního výkonu zesilovače. Pro dobré vybuzení signálu je třeba, aby pulsy v použité sérii stáčely magnetizaci jader, jejichž signál chceme pozorovat, o  $\pi/2$  resp.  $\pi$ . Jak plyne ze vztahu (3.17), můžeme tohoto dosáhnout vhodnou velikostí vf. pole. Díky rozdílu v hodnotách zesilovacích faktorů pro jádra v doménách a v doménových stěnách rozhodujeme nastavením útlumu vf. pole, jestli pozorovaný signál pochází z domén nebo ze stěn.

Dalším podstatným parametrem jsou odstupy mezi  $\pi$  pulsy, které je, vzhledem k poklesu intenzity signálu spinových ech vlivem příčné relaxace, vhodné volit co možná nejkratší. Zároveň ale odstupy musí být dostatečně dlouhé, aby se mezi jednotlivé pulsy vešlo celé spinové echo.

Významným parametrem je opakovací doba mezi jednotlivými pulsními sériemi, která musí být dostatečně dlouhá ve srovnání s podélnou relaxační dobou  $T_1$ , aby jaderný systém stihl před aplikováním další pulsní série zrelaxovat do rovnovážného stavu. Zároveň je ale snaha volit opakovací dobu co nejkratší, protože má hlavní vliv na dobu celého měření.

Pro co nejlepší zisk signálu je třeba nastavit co nejvyšší zesílení v přijímací trase, zároveň ale maximální signál musí zůstat v lineární oblasti charakteristiky zesilovače.

Pro zlepšení poměru signál/šum můžeme měření opakovat a výsledky akumulovat. Výsledný poměr signál/šum bude úměrný odmocnině z počtu měření.

Parametry nastavené při měření spekter jsou uvedeny v tabulkách 7.1 a 7.2.

Pro měření při teplotě  $4.2K$  byla sonda se vzorkem ponořena v kapalném heliu, při teplotě v  $77K$  kapalném dusíku. Teplota  $273K$  byla realizována ponořením sondy do směsi ledu a destilované vody, teploty  $314K$  a  $344K$  ponořením sondy do vodní lázně s teplotou regulovanou termostatem. Při měření na teplotě  $344K$  byl problém udržet lázeň na dlouhodobě stabilní teplotě, během měření docházelo k fluktuacím teploty až o  $1K$ .

teplota	útlum	sonda	ech	op. doba	odstup pulsů	středování
$4.2K$	18dB	laděná	50	$2s$	$182\mu s$	32
$4.2K$	28-62dB	laděná	3	$0.05s$	$182\mu s$	32
$77K$	6dB	neladěná	50	$1.2s$	$182\mu s$	512
$77K$	37-70dB	neladěná	5	$0.1s$	$14\mu s$	512
$273K$	16dB	neladěná	20	$0.05s$	$56\mu s$	1024
$273K$	43-70dB	neladěná	5	$0.05s$	$14\mu s$	7168
$344K$	10dB	neladěná	10	$0.05s$	$56\mu s$	3072
$344K$	30-45dB	neladěná	3	$0.05s$	$14\mu s$	4096
$344K$	50dB	neladěná	2	$0.05s$	$14\mu s$	6144

Tabulka 7.1: Parametry měření NMR spekter jader  $^{57}\text{Fe}$  v  $a$  polohách YIG.

teplota	útlum	sonda	ech	op. doba	odstup pulsů	středování
4.2K	18dB	laděná	60	2s	91μs	32
4.2K	26-38dB	laděná	10	2s	91μs	32
4.2K	43-66dB	laděná	5	2s	91μs	32
77K	9-11dB	neladěná	20	1s	56μs	1024
77K	20-27dB	neladěná	5	1s	56μs	32
77K	40-48dB	laděná	5	0.3s	35μs	32
77K	52-72dB	laděná	5	0.1s	35μs	32
273K	0dB	neladěná	10	0.05s	35μs	8192
273K	10-15dB	neladěná	10	0.05s	14μs	8192
273K	20-45dB	neladěná	5	0.05s	14μs	8192
273K	50-70dB	neladěná	3	0.05s	14μs	8192
314K	10dB	neladěná	10	0.05s	35μs	3072
314K	25-30dB	neladěná	5	0.05s	28μs	3072
314K	40dB	neladěná	3	0.05s	14μs	12288
314K	46dB	neladěná	3	0.05s	14μs	24576
314K	46-50dB	neladěná	3	0.05s	14μs	24576
344K	10dB	neladěná	5	0.05s	56μs	1024
344K	35-45dB	neladěná	3	0.05s	14μs	7168

Tabulka 7.2: Parametry měření NMR spekter jader  $^{57}\text{Fe}$  v  $d$  polohách YIG.

## 7.1.2 Naměřená spektra

### $a$ polohy

Byla naměřena spektra jader v  $a$  polohách YIG při čtyřech různých teplotách a při různých útlumech vf. pole (viz tab. 7.1). Spektra pro každou teplotu dokumentují přechod od signálu z domén k signálu z doménových stěn při snižování amplitudy budícího vf. pole. Spektra z domén jsou tvořena dvěma čarami, označovanými jako  $a1$  (nižší frekvence) a  $a2$  (vyšší frekvence), odpovídajícími dvěma možným orientacím spontánní magnetizace vůči ose symetrie  $a$  poloh.

Spektra z doménových stěn se rozprostírají v celém intervalu frekvencí mezi polohami čar z domén a mají velmi výrazné maximum u frekvencí o zhruba  $200\text{kHz}$  vyšších než je poloha  $a2$  čáry. Toto maximum označujeme jako  $a_s$ . Celé spektrum ze stěn se podařilo uspokojivě naměřit jen při  $T = 4.2\text{K}$ , při vyšších teplotách je již intenzita většiny spektra srovnatelná se šumem.

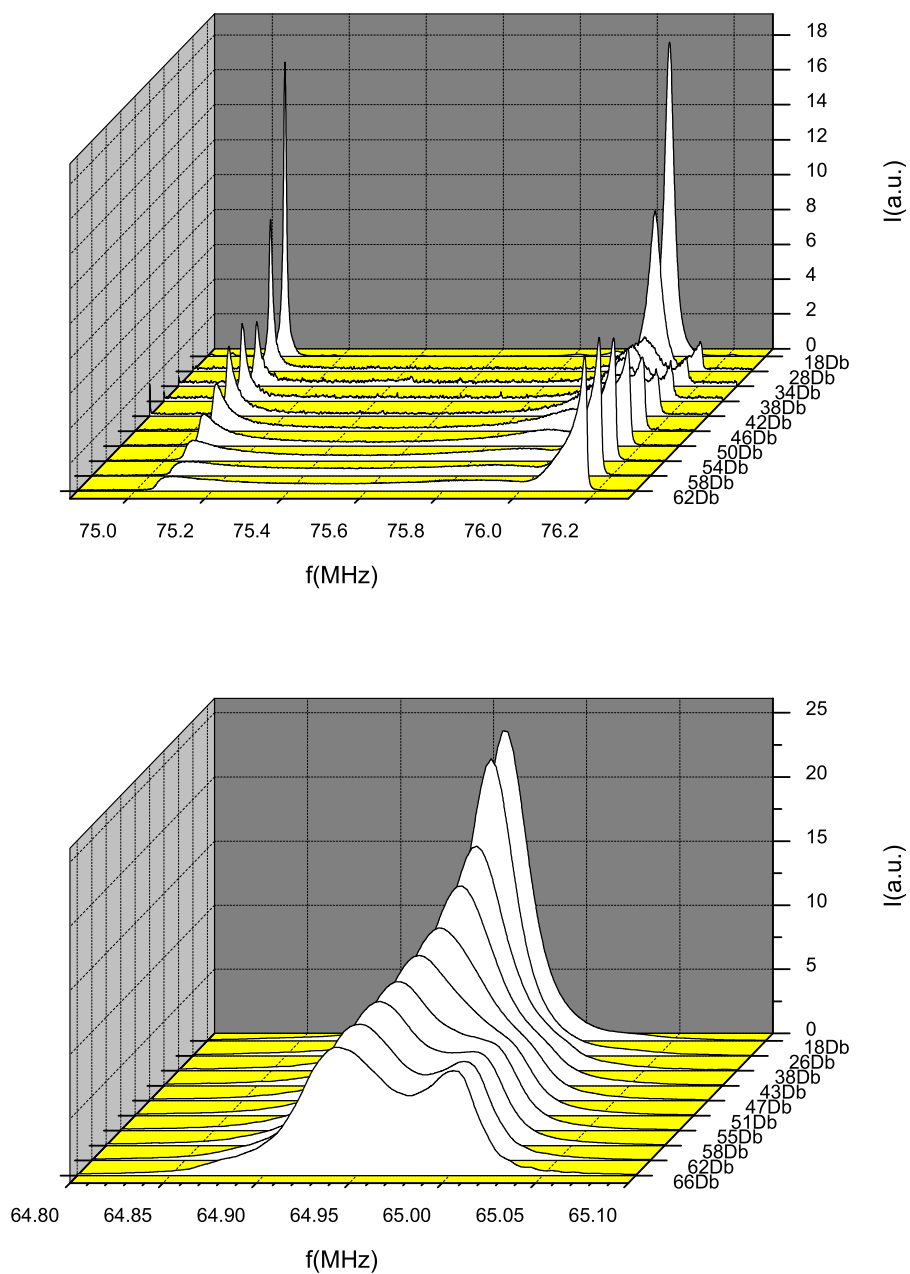
***d* polohy**

Spektra jader v *d* polohách byla naměřena při pěti teplotách a při různých útlumech vf. pole (viz tab. 7.2). Opět byl pro každou teplotu proměřen přechod od signálu z domén k signálu z doménových stěn.

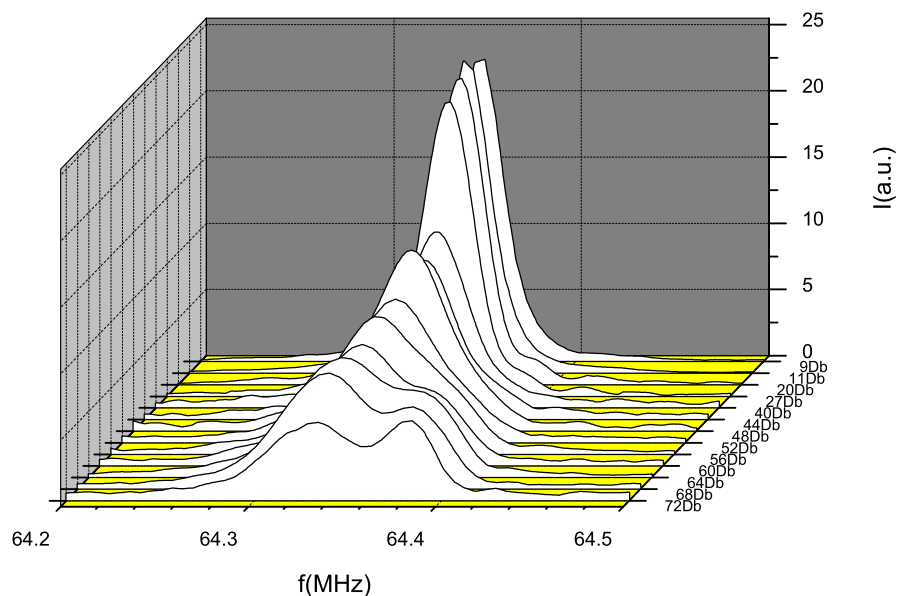
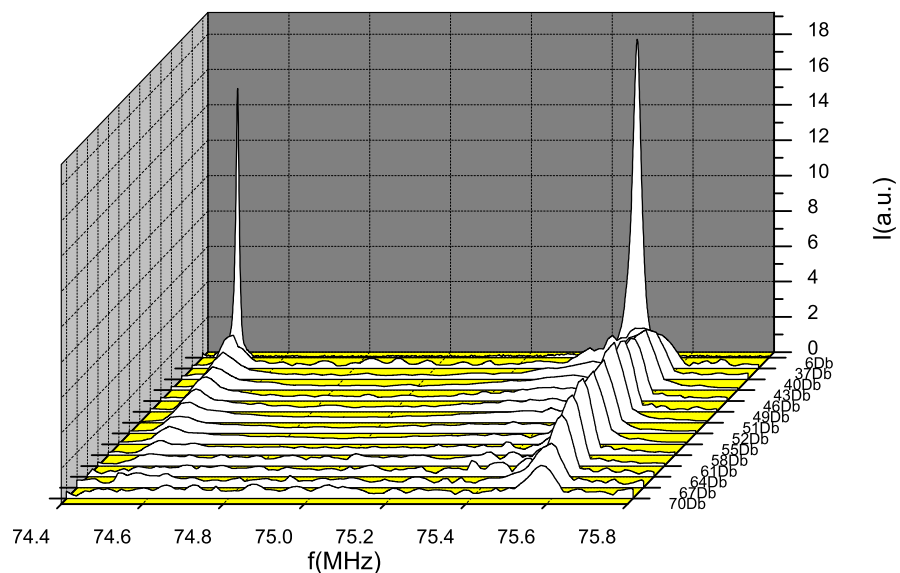
Spektra z domén jsou tvořena jedinou čarou. Spektra ze stěn mají stejnou polohu jako spektra z domén, při teplotách  $4.2K$  a  $77K$  lze pozorovat rozštěpení signálu z doménových stěn na dvě slité čáry. Při vyšších teplotách již toto rozštěpení pozorováno nebylo a spektrum se při zvyšování útlumu vf. pole pouze rozšiřovalo.

S rostoucí teplotou a útlumem vf. pole klesal poměr signál/šum všech měřených spekter. Tento poměr byl obzvláště citelný u spekter jader v *d* polohách měřených při teplotách od  $273K$ .

Spektra naměřená při teplotách do  $273K$  jsou uvedena na obrázcích 7.1-7.3.

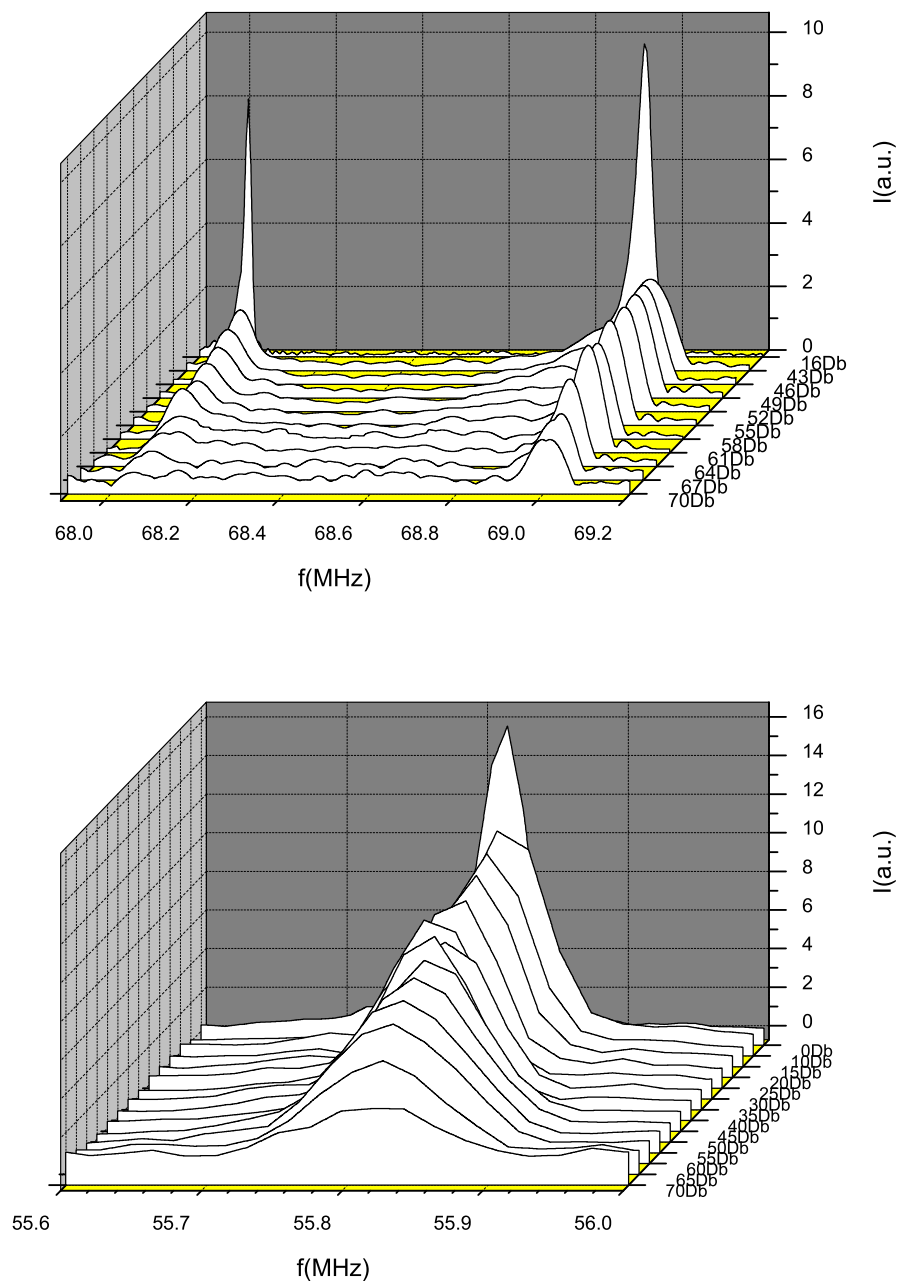


Obrázek 7.1: NMR spektra  $^{57}\text{Fe}$  v *a* polohách (nahore) a *d* polohách (dole) YIG měřená při  $T=4.2\text{K}$  s různými útlumy vf. pole. Spektra v popředí pocházejí především z jader v doménových stěnách, spektra v pozadí z jader v doménách. Všechna spektra jsou normována na jednotkovou plochu.



Obrázek 7.2: NMR spektra  $^{57}\text{Fe}$  v *a* polohách (nahore) a *d* polohách (dole) YIG měřená při  $T=77\text{K}$  s různými útlumy vř. pole. Spektra v popředí pocházejí především z jader v doménových stěnách, spektra v pozadí z jader v doménách. Všechna spektra jsou normována na jednotkovou plochu.





Obrázek 7.3: NMR spektra  $^{57}\text{Fe}$  v *a* polohách (nahore) a *d* polohách (dole) YIG měřená při  $T=273\text{K}$  s různými útlumy vř. pole. Spektra v popředí pocházejí především z jader v doménových stěnách, spektra v pozadí z jader v doménách. Všechna spektra jsou normována na jednotkovou plochu.

## 7.2 Modelování spekter z doménových stěn

Byly provedeny simulace tvaru spekter z  $70.5^\circ$  a  $109.5^\circ$  Blochovy doménové stěny s cílem interpretovat naměřená spektra.

Spektra odpovídající  $180^\circ$  stěnám simulována nebyla, protože u tohoto typu stěn není jednoznačně dána rovina, ve které stěna leží (stěna může ležet v libovolné rovině náležící do zóny s osou typu  $\langle 111 \rangle$ ), což by neúměrně zkomplikovalo výpočet.

### 7.2.1 Rezonanční frekvence

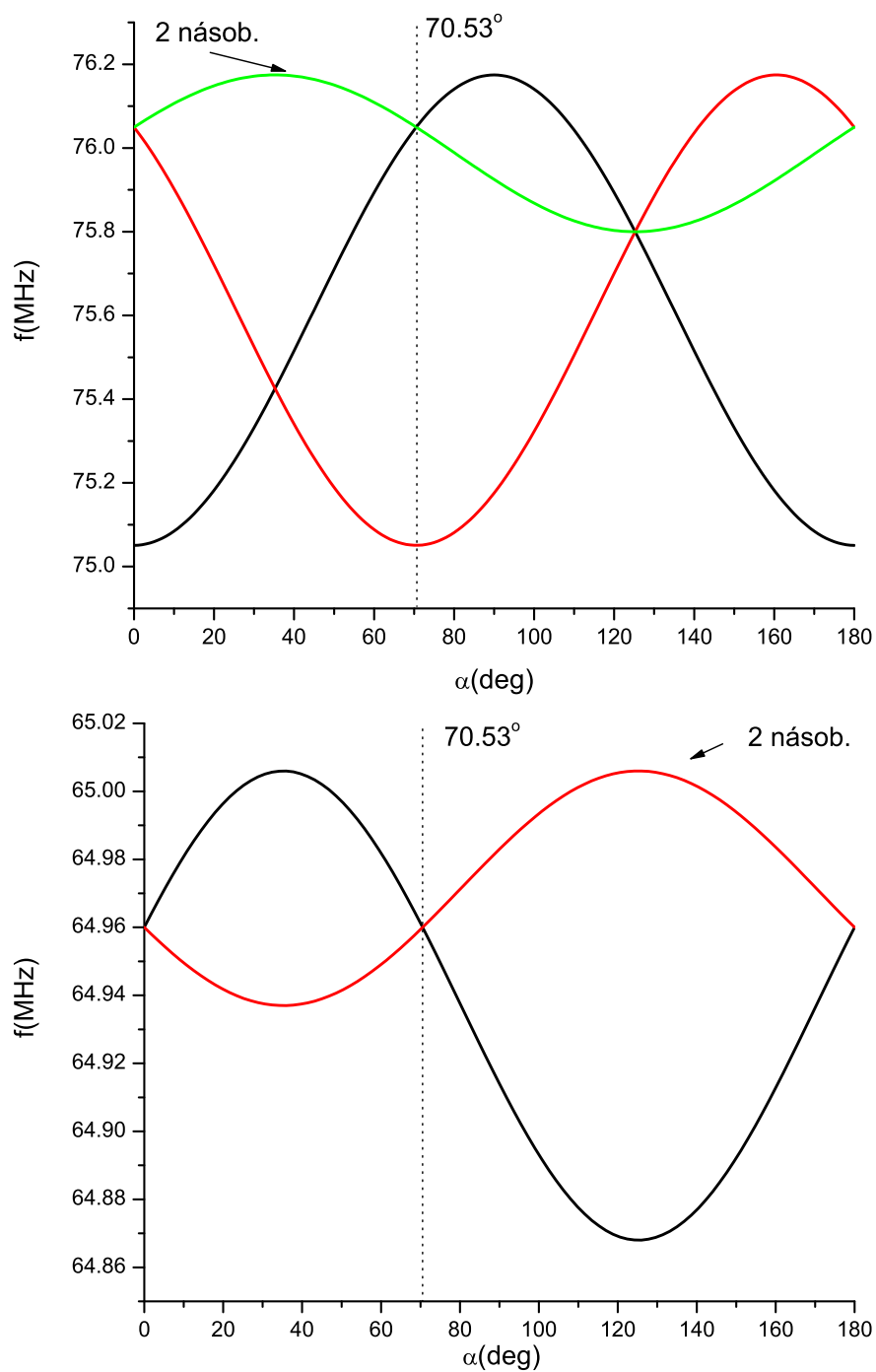
Vzhledem k tomu, že snadné směry magnetizace jsou typu  $\langle 111 \rangle$ , musí  $70.5^\circ$  a  $109.5^\circ$  Blochovy stěny ležet v rovinách typu  $(110)$ . Jádra v  $a$  polohách lze rozdělit na 4 skupiny po 4 jádrech na základní buňku, kde každá skupina jader má jiný tenzor anizotropie rezonančních frekvencí. Obdobně jádra v  $d$  polohách lze takto rozdělit na 3 skupiny po 8 jádrech na základní buňku.

Ze vztahu (5.6) byly pro každou ze skupin jader vypočteny závislosti rezonančních frekvencí na úhlu stočení magnetizace  $\alpha$ . Vypočítané závislosti jsou vyneseny v obrázku 7.4, u jader v  $a$  i  $d$  polohách je jedna z nalezených závislostí dvojnásobná - řídí se jí 2 skupiny jader v daných polohách. Tyto dvojnásobné závislosti jsou v obrázku označeny.

Parametry použité pro výpočet jsou uvedeny v tabulce 7.3. Hodnoty  $f_I^d$ ,  $f_I^a$  a  $A_a$  byly určeny ze spekter z domén naměřených při  $T = 4.2K$  pomocí vztahu (5.6) a známého tvaru tenzorů anizotropie rezonančních frekvencí. Hodnoty  $A_d$  byly přejaty z [13].

poloha	$f_I$	$A$
$a$	$75.800MHz$	$-0.375MHz$
$d$	$64.961MHz$	$0.046MHz$

Tabulka 7.3: Izotropní a anizotropní složky rezonančních frekvencí použité při modelování spekter a při výpočtu závislosti rezonančních frekvencí na úhlu stočení magnetizace v doménových stěnách. Jsou označeny závislosti společné pro dvě skupiny jader.



Obrázek 7.4: Závislost rezonančních frekvencí jader  $^{57}\text{Fe}$  v *a* polohách (nahore) a *d* polohách (dole) na úhlu vytočení magnetizace ze snadného směru. Magnetizace leží v rovině typu (110). Je vyznačen úhel  $70.53^\circ$ , který odpovídá tomu, že magnetizace leží v sousedním snadném směru. Jsou označeny dvojnásobné závislosti.

## 7.2.2 Určení typu doménových stěn

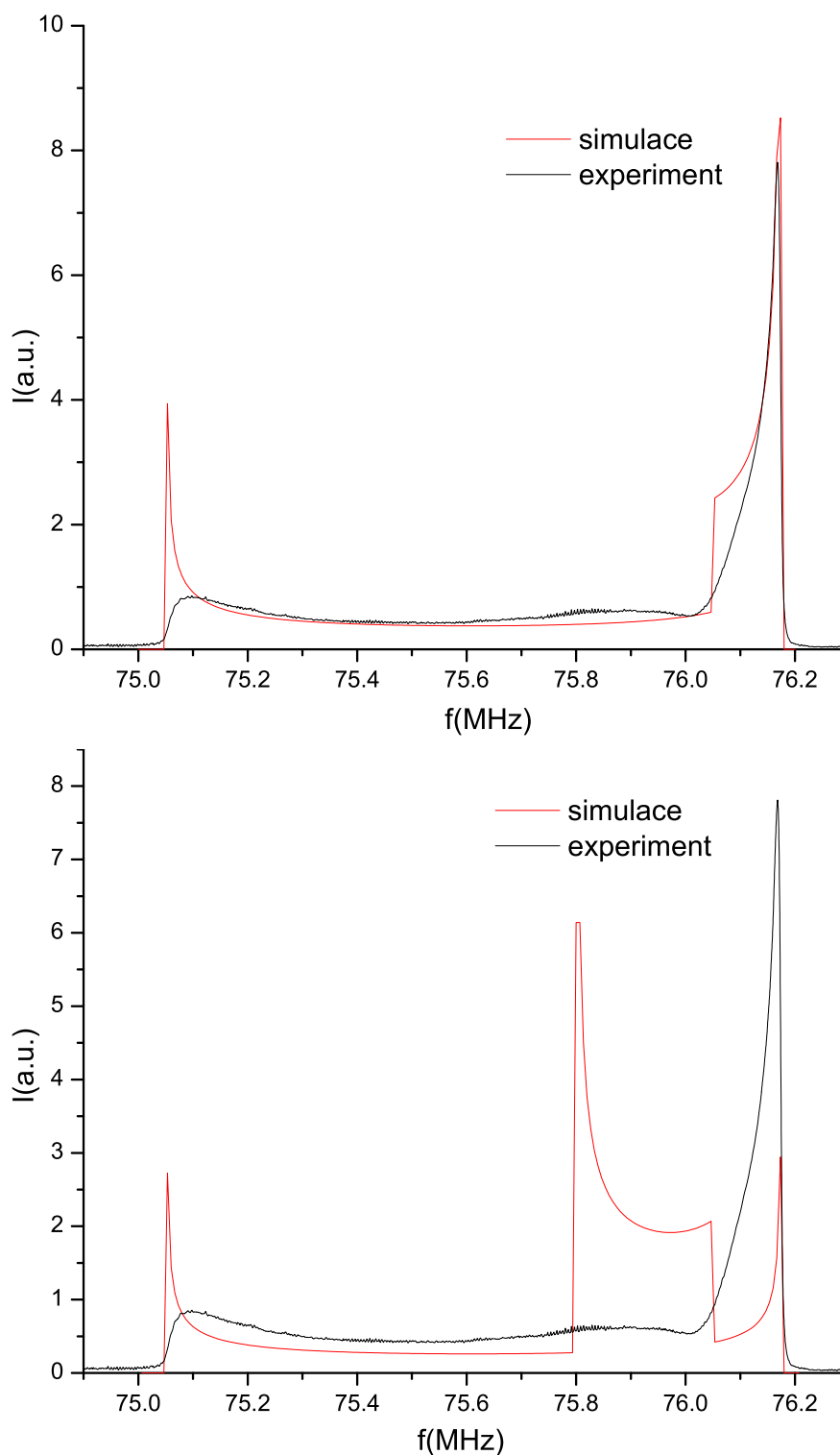
V rámci základního modelu spekter (viz odst 5.3.2) byla vypočtena spektra odpovídající rezonanci jader v  $a$  i  $d$  polohách v  $70.5^\circ$  a  $109.5^\circ$  stěnách. Intenzity byly určeny dle vztahů (5.14) a (5.15). V bodech, kde mají závislosti  $f(\alpha)$  extrémy (viz obrázek 7.4) bychom dle vztahu (5.14) dostali nekonečné intenzity. Abychom předešli problémům s tímto spojeným, byly absolutní hodnoty derivace  $df/d\alpha$  zdola omezeny hodnotou  $0.01\text{MHz}/\text{rad}$  pro spektra od jader v  $d$  polohách a  $0.1\text{MHz}/\text{rad}$  pro spektra od jader v  $a$  polohách. To samozřejmě snižuje důvěryhodnost intenzit modelovaných spekter v blízkosti frekvencí, které odpovídají extrémům závislosti  $f(\alpha)$ .

Vypočtená spektra byla nanormována na jednotkovou plochu a porovnána s experimentem. Výsledky jsou uvedeny v obrázcích 7.5 a 7.6.

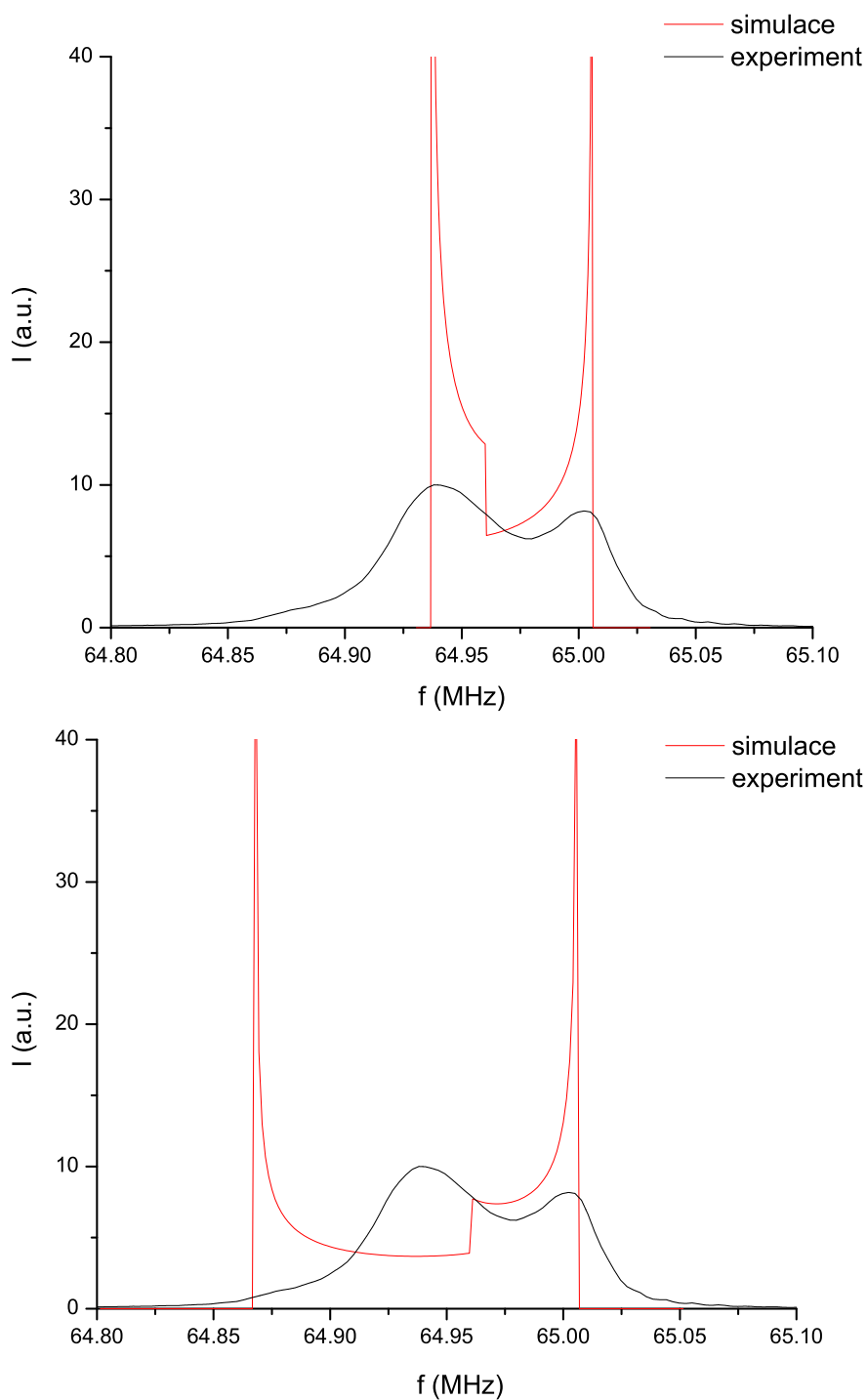
Ze srovnání teoretických a experimentálních spekter je patrný výrazně lepší souhlas předpovědí modelu se  $70.5^\circ$  stěnami s experimentem. Na základě toho jsme usoudili, že pozorovaný signál pochází hlavně z  $70.5^\circ$  doménových stěn.

Souhlas je lepší pro spektrum od jader v  $a$  polohách. U spektra z  $d$  poloh se už silně projevuje vliv nenulové šířky čáry.

Použitý model dokáže na základě znalosti izotropního a anizotropního příspěvku k rezonančním frekvencím určit frekvenční oblasti, kde mohou být pozorována spektra z doménových stěn a určit polohy významných maxim. Nedosahuje ale příliš dobrých výsledků při předpovídání celkového tvaru spektra.



Obrázek 7.5: Porovnání simulovaných a experimentálních spekter z doménových stěn od jader  $^{57}\text{Fe}$  v  $a$  polohách. Simulovaná spektra odpovídají  $70.5^\circ$  stěně (nahore) a  $110.5^\circ$  stěně (dole). Experimentální spektrum bylo změřeno při teplotě  $4.2\text{K}$  a útlumu vf. pole  $62\text{dB}$ .



Obrázek 7.6: Porovnání simulovaných a experimentálních spekter z doménových stěn od jader  $^{57}\text{Fe}$  v  $d$  polohách. Simulovaná spektra odpovídají  $70.5^\circ$  stěně (nahore) a  $110.5^\circ$  stěně (dole). Experimentální spektrum bylo změřeno při teplotě  $4.2\text{K}$  a útlumu vf. pole  $66\text{dB}$ .

### 7.2.3 Zlepšení souhlasu modelu s experimentem

Aby modelovaná spektra  $70.5^\circ$  stěny lépe odpovídala experimentu, použili jsme pro simulace rozšířeného modelu. Intenzity jsme počítali ze vztahů (5.19) a (5.15). Hlavní výhodou rozšířeného modelu oproti základnímu je lepší popis vlivu buzení na měřené spektrum.

Do tohoto modelu je třeba zadat parametry nutné pro výpočet zesilovacího faktoru ze vztahu (5.20), nejvýznamnější z nich jsou konstanty magnetokystalové anizotropie. Byly použity hodnoty dle tabulky 6.1 pro  $T = 4.2K$ . Hodnoty  $c', J, d$  byly nastaveny jako jednotkové, čímž došlo pouze k přeškálování závislosti zesilovacího faktoru na úhlu stočení magnetizace. Hodnota  $\eta_{opt}$  byla nastavena tak, aby odpovídala zesilovacímu faktoru ve středu stěny, kde je zesílení maximální, jak vyplývá z obrázku 7.7, ve kterém je vynesena závislost  $\eta(\alpha)$  vypočítaná dle (5.12). Absolutní hodnoty derivace  $df/d\alpha$  byly opět zdola omezeny hodnotou  $0.01MHz/rad$  pro spektra od jader v  $d$  polohách a  $0.1MHz/rad$  pro spektra od jader v  $a$  polohách.

Abychom zahrnuli vliv nenulové šířky čáry, byla numericky vypočítána konvoluce teoretických závislostí s Gaussovou křivkou:

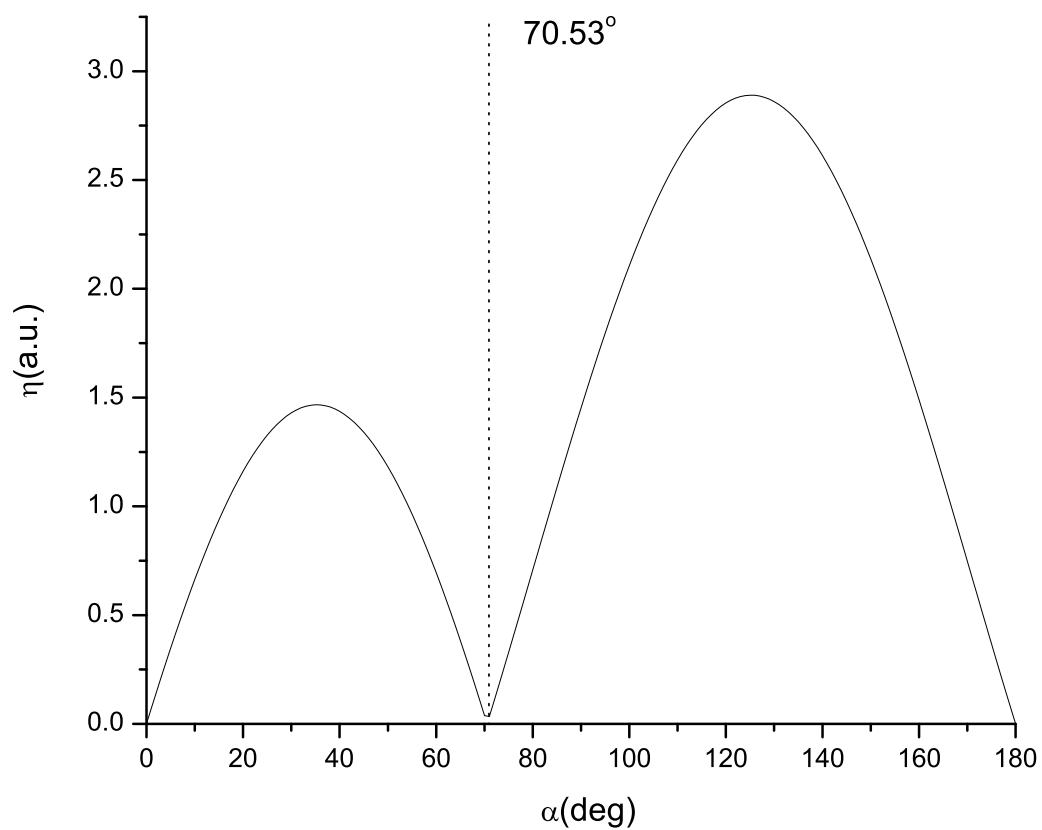
$$g(f) = e^{-f^2/w^2}, \quad (7.1)$$

kde  $w$  je parametr šířky čáry. Hodnoty  $w$  byly odhadnuty ze spekter z domén měřených při  $4.2K$ , u spektra z  $a$  podmříže byla použita čára  $a1$ . Použité hodnoty byly pro spektrum z  $d$  poloh  $w = 0.02MHz$  a pro spektrum z  $a$  poloh  $w = 0.01MHz$ . Takto získaná spektra spolu s experimentálními průběhy jsou uvedena na obrázcích 7.8 a 7.9.

U spektra jader v  $a$  polohách je již souhlas modelu a experimentu velmi dobrý, největší odchylka simulovaného a experimentálního průběhu je v oblasti frekvencí  $75.8 - 76MHz$ , kde, jak plyne z obrázku 7.6 by se mělo vyskytovat velmi silné maximum signálu od  $109.5^\circ$  stěn.

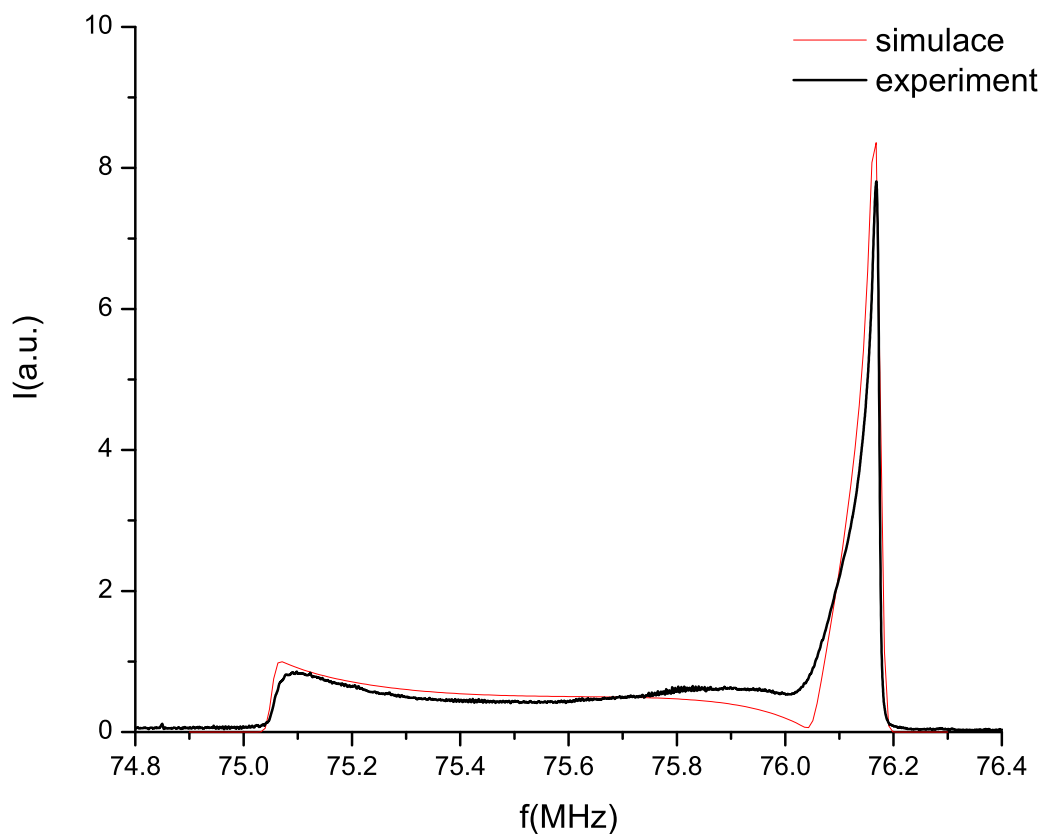
Souhlas simulovaného a experimentálního spektra jader v  $d$  polohách je horší. V oblasti  $64.85 - 64.90MHz$  klesá naměřené spektrum zřetelně pomaleji než simulované, důvodem opět může být přítomnost slabého signálu z  $109.5^\circ$ , který by zde měl mít maximum (viz obr. 7.6).

Rovněž je patrný nesouhlas v polohách lokálního minima a maxima spektra. Ten je pravděpodobně způsoben přítomností slabého zbytkového signálu z domén na frekvencích u  $64.96MHz$  v naměřeném spektru a nepřesností odhadu parametru šířky čáry.

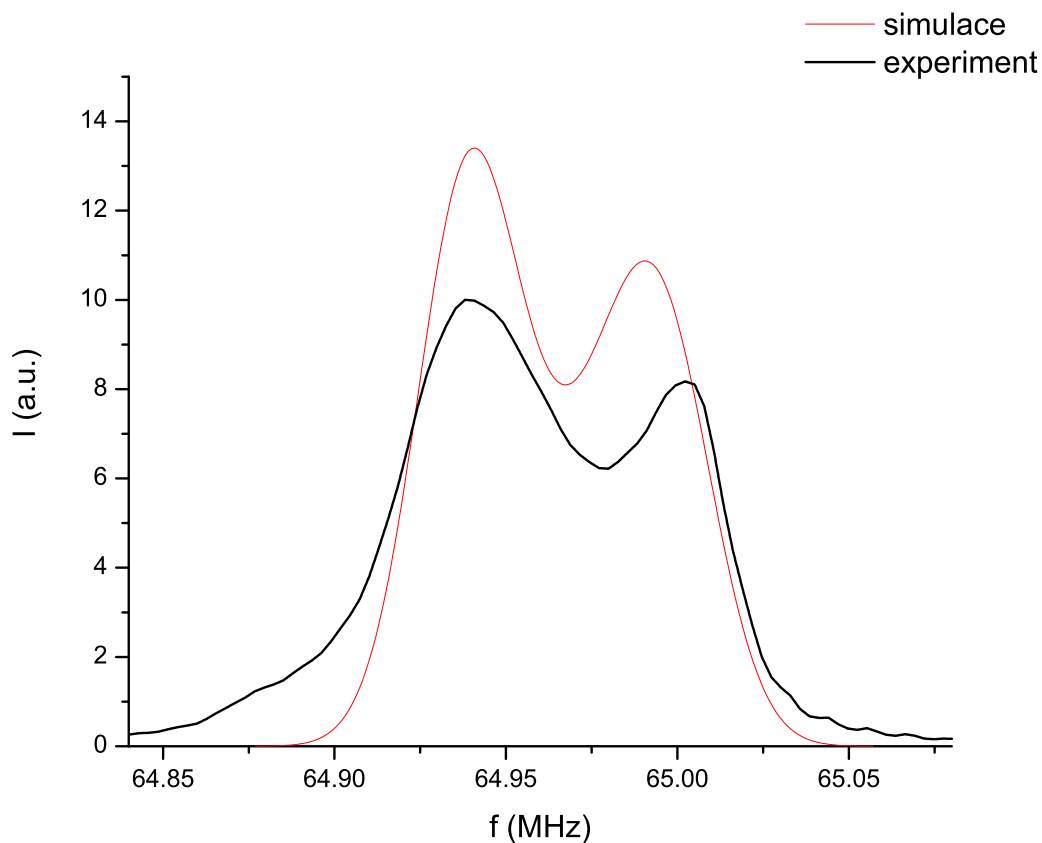


Obrázek 7.7: Závislost zesilovacího faktoru na úhlu stočení magnetizace ve stěně orientované v rovině typu (110) pro teplotu 4.2K. Závislost byla vypočtena dle (5.12).





Obrázek 7.8: Srovnání experimentálního a simulovaného spektra  $^{57}\text{Fe}$  v  $a$  polohách YIG. Experimentální spektrum bylo měřeno při  $T = 4.2\text{K}$  s útlumem vf. pole 62dB. V simulovaném spektru jsme předpokládali optimální buzení pro střed stěny. Obě spektra jsou normována na jednotkovou plochu.



Obrázek 7.9: Srovnání experimentálního a simulovaného spektra  $^{57}\text{Fe}$  v  $d$  polohách YIG. Experimentální spektrum bylo měřeno při  $T = 4.2\text{K}$  s útlumem vf. pole 66dB. V simulovaném spektru jsme předpokládali optimální buzení pro střed stěny. Obě spektra jsou normována na jednotkovou plochu.

## 7.3 Teplotní závislosti rezonančních frekvencí

Protože rezonanční frekvence a efektivní pole působící na jádro jsou spolu svázány vztahem přímé úměry (3.2), můžeme při vyhodnocování naměřených dat pracovat přímo s pozorovanými rezonančními frekvencemi.

Zajímáme se o teplotní závislosti hyperjemných polí působících na jádra  $^{57}\text{Fe}$  v podmřížích  $a$  a  $d$ . Vzhledem k tomu, že izotropní příspěvek k rezonančním frekvencím je dán hlavně hyperjemným polem vlastního elektronového obalu jádra, je vhodné pracovat právě s ním, pokud je dostupný z experimentálních dat.

### 7.3.1 Vyhodnocení spekter

Spektrum z domén od jader v  $a$  polohách je tvořeno dvěma čarami. Protože známe tvar tenzorů anizotropie rezonančních frekvencí, můžeme s pomocí vztahu (5.6) určit z poloh těchto čar velikost izotropní složky efektivního pole. Pro vyhodnocení teplotní závislosti hyperjemného pole na jádrech  $^{57}\text{Fe}$  v doménách jsme použili velikost izotropního příspěvku k rezonančním frekvencím těchto jader. Tento příspěvek je dále značen jako  $f_I^a$ .

Spektrum jader v  $d$  polohách je tvořeno jedinou čarou, jejíž poloha je rovna právě izotropnímu příspěvku k rezonanční frekvenci. Pro vyhodnocení jsme použili polohu této čary značenou jako  $d$ .

U spekter z doménových stěn je nejdůležitější, aby signál použitý pro vyhodnocování teplotních závislostí pocházel ze středu stěn, který se svým charakterem nejvíce liší od domén. Zároveň je nutné, aby vyhodnocovaný signál byl dostatečně výrazný. Jak plyne z obrázku 7.4, splňuje tyto požadavky absolutní maximum signálu ze stěn u jader v  $a$  polohách, které leží přesně na frekvenci odpovídající středu stěny. Jeho poloha je značena jako  $a_s$ .

U signálu jader z  $d$  poloh obě maxima odpovídají signálu ze středu stěny a byla použita pro vyhodnocení, jejich polohy značíme  $d_{s1}$  a  $d_{s2}$ . Pro teploty nad  $77\text{K}$  bylo spektrum jader v  $d$  polohách z doménových stěn tvořeno pouze jedinou čarou. Pro vyhodnocení teplotních závislostí jsme použili polohu jejího maxima, která je značena jako  $d_{s1}$ .

Polohy a značení jednotlivých výše uvedených signálů jejichž polohy jsme odčítali ze spekter viz obr. 7.10 a 7.11.

Ze vztahu (5.6) a známého tvaru tenzoru anizotropie rezonančních frekvencí pro jádra v  $a$  polohách (6.1) jsme získali vztahy pro výpočet velikosti izotropního a anizotropního příspěvku k rezonančním frekvencím jader v  $a$

polohách v doménách

$$f_I^a = \frac{1}{4}(a1 + 3 \cdot a2) \quad (7.2)$$

$$A_a = \frac{3}{8}(a1 - a2). \quad (7.3)$$

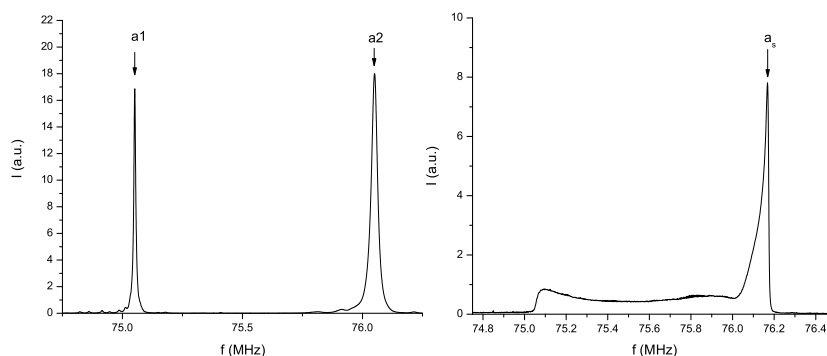
Obdobně jsme určili i vztahy pro výpočet izotropního a anizotropního příspěvku k rezonančním frekvencím jader v  $d$  polohách v doménových stěnách

$$f_I^{std} = \frac{1}{3}(2 \cdot d_s1 + d_s2) \quad (7.4)$$

$$A_{std} = \frac{2}{3}(d_s1 - d_s2). \quad (7.5)$$

Pro teploty nad  $77K$  jsme izotropní příspěvek k rezonančním frekvencím jader v  $d$  polohách v doménových stěnách odhadli polohou maxima  $d_s1$ .

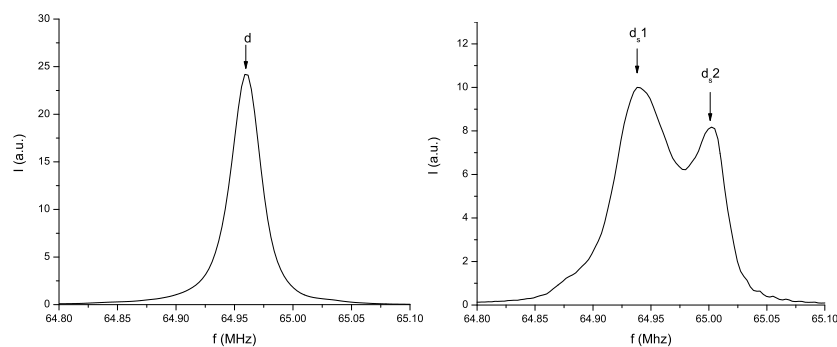
Velikosti izotropních a anizotropních příspěvků k rezonančním frekvencím jsou uvedeny v tabulkách 7.6 a 7.7.



Obrázek 7.10: Signály v  $a$  spektrech použité pro srovnání teplotních závislostí signálu z domén (vlevo) a z doménových stěn (vpravo).

$T(K)$	$a1(Mhz)$	$a2(Mhz)$	$a_s(Mhz)$
4.2	$75.051 \pm 0.001$	$76.050 \pm 0.001$	$76.167 \pm 0.002$
77	$74.487 \pm 0.001$	$75.474 \pm 0.003$	$75.57 \pm 0.02$
273	$68.116 \pm 0.003$	$68.930 \pm 0.005$	$69.00 \pm 0.01$
344	$63.120 \pm 0.005$	$64.00 \pm 0.01$	$64.12 \pm 0.04$

Tabulka 7.4: Polohy signálů odečtené ze spekter jader v  $a$  polohách.



Obrázek 7.11: Signály v  $d$  spektrech použité pro srovnání teplotních závislostí signálu z domén (vlevo) a z doménových stěn (vpravo).

$T(K)$	$d(MHz)$	$d_{s1}(MHz)$	$d_{s2}(MHz)$
4.2	$64.961 \pm 0.002$	$64.939 \pm 0.002$	$65.002 \pm 0.002$
77	$64.349 \pm 0.005$	$64.332 \pm 0.005$	$64.384 \pm 0.003$
273	$55.81 \pm 0.01$	$55.81 \pm 0.01$	-
314	$52.97 \pm 0.01$	$52.97 \pm 0.02$	-
344	$50.63 \pm 0.01$	$50.66 \pm 0.02$	-

Tabulka 7.5: Polohy signálů odečtené ze spekter jader v  $d$  polohách.

### 7.3.2 Porovnání teplotních závislostí

Pro porovnání teplotních závislostí signálu z domén a doménových stěn jsme použili velikosti izotropních příspěvků k rezonančním frekvencím jader v  $a$  polohách v doménách, jader v polohách  $d$  v doménách i stěnách a polohy signálu od jader v  $a$  polohách v doménových stěnách, uvedené hodnoty jsou v tabulkách 7.6 a 7.7.

Teplotní závislosti výše uvedených parametrů použitých k charakterizaci signálu z domén a doménových stěn jsou uvedeny na obrázku 7.12. Pro jádra v  $a$  i  $d$  polohách z obrázku vidíme, že teplotní závislosti signálů z domén jsou

$T(K)$	$f_I(MHz)$	$A(kHz)$	$a_s(MHz)$
4.2	$75.800 \pm 0.001$	$-374 \pm 1$	$76.167 \pm 0.002$
77	$75.227 \pm 0.001$	$-370 \pm 2$	$75.57 \pm 0.02$
273	$68.726 \pm 0.004$	$-305 \pm 4$	$69.00 \pm 0.01$
344	$63.780 \pm 0.008$	$-330 \pm 9$	$64.12 \pm 0.04$

Tabulka 7.6: Izotropní a anizotropní části rezonančních frekvencí určené ze spekter z domén a poloha signálu ze stěn pro jádra v  $a$  polohách.

$T(K)$	$d(MHz)$	$f_I^{std}(MHz)$	$A^{std}(kHz)$
4.2	$64.961 \pm 0.002$	$64.960 \pm 0.002$	$42 \pm 2$
77	$64.349 \pm 0.005$	$64.349 \pm 0.004$	$35 \pm 4$
273	$55.81 \pm 0.01$	$55.81 \pm 0.01$	-
314	$52.97 \pm 0.01$	$52.97 \pm 0.02$	-
344	$50.63 \pm 0.01$	$50.66 \pm 0.02$	-

Tabulka 7.7: Poloha  $d$  čáry, izotropní a anizotropní části rezonančních frekvencí určené ze spekter z doménových stěn jader v  $d$  polohách.

velice dobře sledovány teplotními závislostmi signálů z doménových stěn.

Abychom postihli případadné jemnější odchylky v teplotních závislostech signálů z domén a stěn, vynesli jsme do dalších grafů rozdíly  $a_s - f_I^a$  a  $f_I^{d, st} - d$  v závislosti na teplotě. Pro teploty nad  $77K$  jsme jako odhad  $f_I^{d, st}$  použili  $d_{s1}$  coby nejlepší dostupnou aproximaci hodnoty izotropního příspěvku k frekvenci signálu z doménových stěn. Teplotní závislosti uvedených rozdílů jsou vyneseny v obrázku 7.13.

U signálu od jader v  $d$  polohách jsou, kromě teploty  $344K$ , rozdíly v izotropních příspěvcích k rezonančním frekvencím v doménách a stěnách v rámci chyby měření nulové. Při teplotě  $344K$  byl pozorován nenulový rozdíl  $d_{s1} - d = 30 \pm 20 kHz$ . Protože ale při této teplotě již nastávaly problémy s udržením její dlouhodobé stability, mohl být tento rozdíl způsoben rozdílnými teplotami při měření spekter z domén a ze stěn.

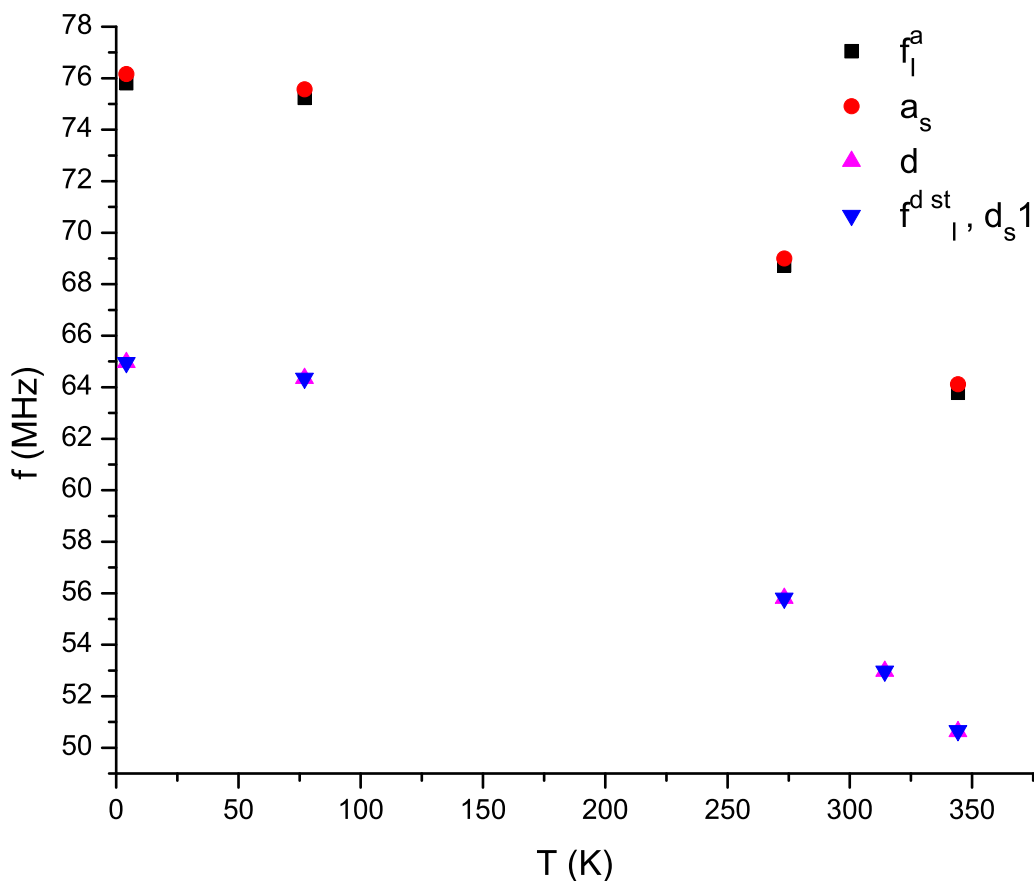
U signálu od jader v  $a$  polohách již nejsou rozdíly  $f_I^a - a_s$  s teplotou konstantní. Musíme ale vzít v úvahu, že nyní nesrovnáváme jen izotropní příspěvky k rezonančním frekvencím. K poloze signálu ze stěn přispívá i anizotropní člen (viz vztah 5.6), jehož teplotní závislost je obecně různá od teplotních závislostí magnetizací podmříží. Pozorované rozdíly leží ve frekvenčním intervalu  $\Delta f = 100 kHz$ , kterému odpovídá interval efektivních polí  $\Delta B_{ef} = 0.08T$ .

Izotropní příspěvek k efektivnímu poli na jádrech  $^{57}Fe$  při teplotě  $4.2K$  je téměř  $55T$  a více než  $46T$  při  $344K$ . Rozdíly v efektivních polích jsou velmi malé ve srovnání s velikostí efektivních polí a je možné, že jsou způsobeny pouze tím, že nesrovnáváme izotropní příspěvky k efektivním polím na jádrech  $^{57}Fe$  v  $a$  polohách v doménách a ve stěnách.

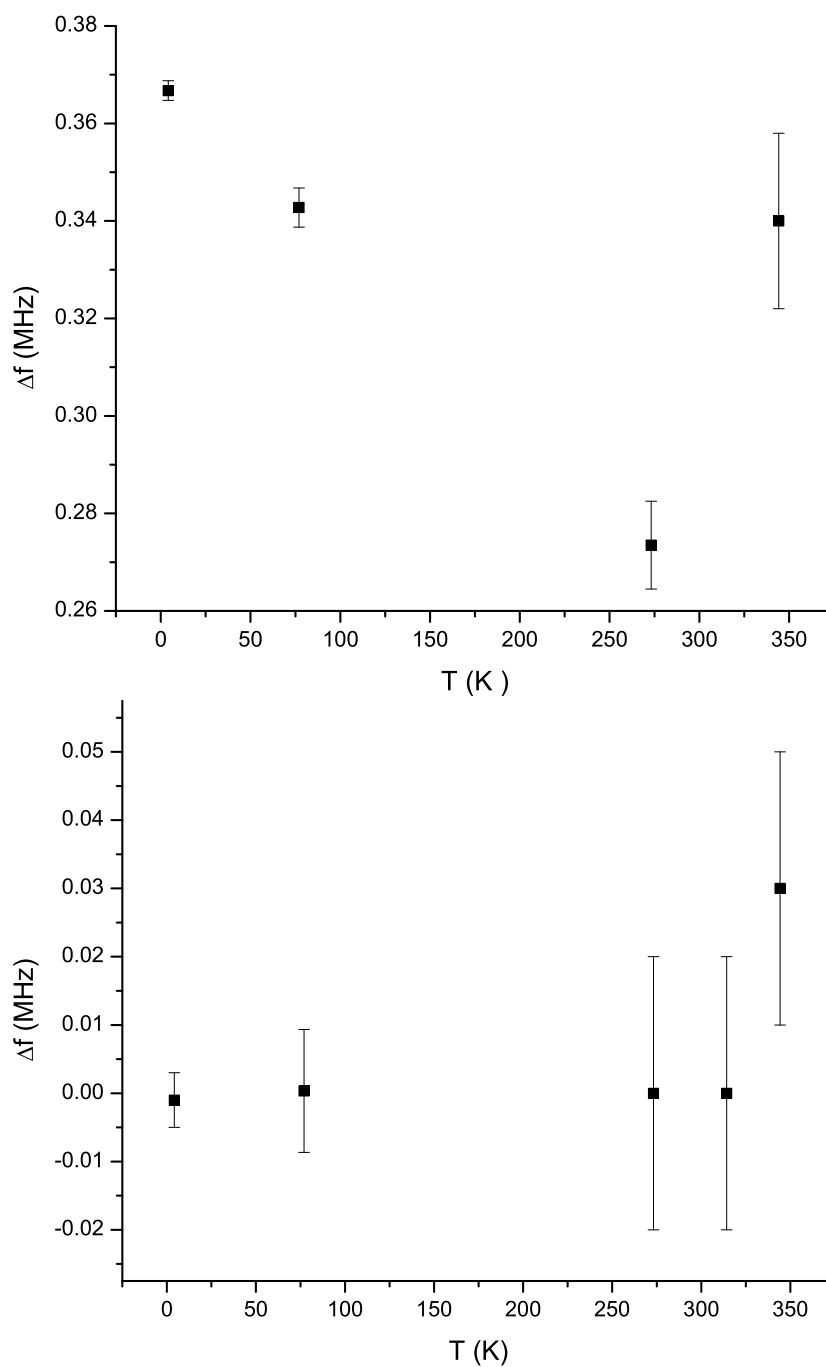
Na základě provedených měření tedy nelze říci, že teplotní závislosti hyperemných polí na  $^{57}Fe$  jsou různé v doménách a doménových stěnách.

Teplotní závislosti hyperjemných polí na jádrech  $^{57}Fe$  v doménách a v doménových stěnách jsou pro jádra v  $d$  polohách v rámci chyby měření stejné. Pro jádra v  $a$  polohách byly pozorovány malé odchylky v teplotních závislostech

efektivních polí v doménách a stěnách. S přesností  $0.08T$  jsou pro jádra v  $a$  polohách teplotní závislosti efektivních polí shodné.



Obrázek 7.12: V obrázku jsou vyneseny teplotní závislosti polohy maxima signálu jader v  $a$  polohách ze středu doménových stěn a velikosti izotropního příspěvku k rezonančním frekvencím jader v  $a$  polohách z domén, dále teplotní závislosti velikostí izotropních příspěvků k rezonančním frekvencím jader v  $d$  polohách v doménách a ve středech doménových stěn.



Obrázek 7.13: Rozdíly polohy maxima signálu ze stěn a velikosti izotropního příspěvku k frekvenci signálu z domén pro jádra v  $a$  polohách (nahore). Rozdíly velikostí izotropních příspěvků k rezonančním frekvencím jader v  $d$  polohách v doménách a doménových stěnách (dole).



# Kapitola 8

## Závěr

Práce se zabývá experimentálním studiem teplotních závislostí efektivních polí na jádrech  $^{57}\text{Fe}$  v yttritoželezitém granátu. Cílem bylo porovnat teplotní závislosti těchto polí na jádrech v doménách a doménových stěnách. Dále byl navržen a aplikován postup pro modelování spekter z doménových stěn. Výsledky práce jsou shrnuty v následujících bodech:

1. Naměřili jsme NMR spektra izotopu  $^{57}\text{Fe}$  v YIG v teplotním intervalu  $4.2\text{K}$ - $344\text{K}$  a s různými amplitudami budícího pole. Tato spektra dokumentují přechod od signálu z domén k signálu z doménových stěn při různých teplotách.
2. Navrhli jsme a aplikovali metodu modelování signálu z doménových stěn na základě parametrů hyperjemných polí a předpokládané struktury doménových stěn.
3. Na základě srovnání výsledků simulací s experimentem usuzujeme, že pozorovaný signál z doménových stěn YIG pochází především z  $70.5^\circ$  Blochových doménových stěn.
4. Pomocí modelu spekter z doménových stěn jsme určili, které části pozorovaného NMR signálu pocházejí od jader ve středech stěn.
5. Porovnali jsme teplotní závislosti rezonančních frekvencí jader  $^{57}\text{Fe}$  v  $a$  polohách v doménách a ve středech doménových stěn. Pozorovali jsme rozdíly o velikosti menší než  $100\text{kHz}$  mezi teplotními závislostmi poloh signálů z domén a ze stěn. Tyto rozdíly odpovídají rozdílům mezi teplotními závislostmi efektivních polí menším než  $0.2\%$  celkových efektivních polí působících na jádro v  $^{57}\text{Fe}$  v  $a$  poloze. Pozorované rozdíly v teplotních závislostech rezonančních frekvencí jader  $^{57}\text{Fe}$  v  $a$  polohách

YIG jsou velmi malé a nelze na jejich základě usuzovat na odlišné teplotní závislosti hyperjenných polí na těchto jádrech.

6. U jader  $^{57}\text{Fe}$  v  $d$  polohách YIG nebyly pozorovány rozdíly mezi teplotními závislostmi hyperjenných polí v doménách a doménových stěnách.

# Literatura

- [1] G. Winkler: Vieweg Tracts in Pure and Applied Physics: Magnetic Garnets, Lengerich, 1981
- [2] S. Krupička: Fyzika feritů a příbuzných magnetických kysličníků, Academia, Praha, 1969
- [3] C. P. Slichter: Principles of magnetic resonance, Springer Verlag, New York 1990
- [4] G. Schatz, A. Weidinger: Nuclear Condensed Matter Physics: Nuclear Methods and Applications, Wiley, 1995
- [5] B. Sedlák, R. N. Kuzmin: Jaderné rezonanční metody ve fyzice pevných látek, SPN, Praha 1981
- [6] B. Sedlák, I. Štoll: Elektřina a magnetismus, Academia, Praha, 2002
- [7] Ch. Kittel: Kvantová teória tuhých látok, Alfa, Bratislava, 1977
- [8] H. Štěpánková: Anizotropie hyperjemného pole ve ferimagnetických oxidech, habilitační práce, Univerzita Karlova v Praze 1999
- [9] A. Brooks Harris: Spin-Wave Spectra of Yttrium and Gadolinium Iron Garnet, Phys. Rev **132** 2398 (1963)
- [10] M. Bonnet, A. Delapalme, H. Fuess, M. Thomass: Acta Cryst. B **31**, 2233-2240
- [11] E. E. Anderson: Molecular Field Model and the Magnetization of YIG, Phys. Rev. **134**, 1581 (1964)
- [12] R. F. Pearson: Magnetocrystalline Anisotropy of Rare-Earth Iron Garnets, J. Appl. Phys. **33** 1236 (1962)

- [13] H. Štěpánková, J. Kohout, J. English and P. Novák: Anisotropy of the hyperfine Field on  $^{57}\text{Fe}$  in Pure and Substituted Yttrium Iron Garnet, *Hyperfine Interactions* **131** 3 (2000)
- [14] H. Štěpánková, J. English, B. Sedlák:  $^{57}\text{Fe}$  NMR Spectra in Domain Walls of Hexagonal Ferites with Magnetoplumbite Structure. *Czech. J. Phys. B* **33** 816, 1983
- [15] J. M. Winter: Bloch Wall Excitation. Application to Nuclear Resonance in a Bloch Wall, *Phys. Rev.* **124** 452 (1961)
- [16] M. B. Stearns and J. F. Ullrich: Variation of Enhancement Factors and Relaxation Times at the Various Sites in Ordered Fe-Si Alloys, *Phys. Rev. B* **4** 3825 (1971)
- [17] U. Köbler, A. Hoser, J. English, A. Snezhko, M. Kawakami, M. Beyss and K. Fischer: On the failure of the Bloch-Kubo-Dyson Spin Wave Theory, *J. Phys. Soc. Jpn.* **70**, 3089 (2001)
- [18] A. C. Gossard, V. Jaccarino and J. P. Remeika: NMR in Domains and Walls in Ferromagnetic  $\text{CrBr}_3$ , *J. Appl. Phys. supp to vol* **33** no. 3 1187 (1962)
- [19] S. P. Kuncovič, A. A. Bezlepkin: Izmeneniye veličiny lokalnoj namagničenosti v domennyh granicach  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ , *FTT* **29** 2295 (1987)